

Montanuniversität Leoben

Lokale Verformungsanalyse an einem
TRIP-Stahl



Diplomarbeit

von

Roland Kasberger

Diese Diplomarbeit wurde am Erich Schmid Institut der Österreichischen Akademie der Wissenschaften (ÖAW) und dem Department Materialphysik der Montanuniversität Leoben, durchgeführt.

Leoben, 2. Dezember 2012

Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Leoben, 2. Dezember 2012

Roland Kasberger

Danksagung

Zunächst möchte ich mich herzlich bei Herrn Univ.Doz. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Otmar Kolednik bedanken, der mir zu diesem Diplomarbeitsthema verholfen hat und mir immer mit seinem Wissen und seiner Erfahrung weiterhelfen konnte.

Großer Dank gilt auch der voestalpine Stahl GmbH Linz, insbesondere den Herrn Dr. Pichler, Dr. Hebesberger und Dr. Krizan, für die Bereitstellung des Probenmaterials, den magnetischen Restaustenitmessungen sowie für fruchtbare Diskussionen und Hinweise.

Weiters möchte ich mich bei allen Kollegen vom Erich-Schmid-Institut für Materialwissenschaft für die Diskussionen und den hilfreichen Input bedanken. Besonders den Herren Franz Hubner und Christian Schreiner aus der Werkstätte, sowie Frau Silke Modritsch aus der Metallographie sei an dieser Stelle gedankt. Ohne diesen Mitarbeitern, die für mich die Probenherstellung und die Präparation übernommen haben, wäre diese Diplomarbeit nicht zustande gekommen.

Bedanken möchte ich mich auch bei meinen Freunden und Kollegen, die ständige Wegbegleiter meiner Zeit in Leoben waren. Der Kontakt zu diesen wertvollen Freunden wird mit der Beendigung des Studiums sicherlich nicht abreißen.

Abschließend möchte ich mich noch von ganzem Herzen bei meiner Familie bedanken, die mich immer unterstützt hat und stets für mich da war. Der größte Dank gebührt meinen Eltern, die es mir überhaupt erst ermöglicht haben, mein Studium in Leoben zu absolvieren.

Kurzfassung

Die Mikrostruktur von niedriglegierten Stählen mit dem so genannten TRIP-Effekt, kurz für „Transformation Induced Plasticity“, besteht aus Ferrit, Bainit, sowie metastabilem Restaustenit. Dieser Austenit wandelt bei plastischer Verformung in Martensit um, was durch den Volumensprung zu einer Erhöhung der Verfestigungsrate im Vergleich zu Stählen ohne TRIP-Effekt führt. Die Aufgabe der Diplomarbeit bestand darin, die Vorgänge bei der Phasenumwandlung auf mikrostruktureller Ebene zu beobachten und zu charakterisieren, was wegen der Feinheit des Gefüges sehr schwierig ist. Dazu wurden moderne experimentelle Methoden eingesetzt, wie lokale Verformungsmessung mittels digitaler Bildkorrelation und „Electron Backscatter Diffraction“ zur Bestimmung der Kristallstruktur.

Zugversuche wurden sowohl ex-situ als auch in-situ im einem hochauflösenden Rasterelektronenmikroskop durchgeführt, um bei unterschiedlichen Verformungsschritten Bilder der Mikrostruktur bei hohen Vergrößerungen abzuspeichern. Mittels digitaler Verarbeitung dieser Bilder war es möglich, die Entwicklung der lokalen Dehnungsverteilung während des Zugversuches zu untersuchen. Die Versuchsdurchführung wurde soweit verbessert, dass es möglich war, das Verhalten weniger Körner während der Verformung zu studieren. So gelang es erstmals, die verformungsinduzierte Phasenumwandlung von einzelnen Austenitkörnern direkt sichtbar zu machen. Transformierte, ehemalige Austenitkörner zeigten dabei charakteristische, neue Oberflächenstrukturen. Weiters konnten erstmals die lokalen Dehnungen der Phasenumwandlung direkt quantifiziert werden.

Inhaltsverzeichnis

Erklärung	ii
Danksagung	iii
Kurzfassung	iv
1. Einleitung	1
2. Grundlagen	3
2.1. Metallurgie der niedriglegierten TRIP-Stähle	4
2.1.1. Legierungselemente	4
2.1.2. Wärmebehandlung	5
2.2. Metallographie der niedriglegierten TRIP-Stähle	7
2.2.1. Metallographische Untersuchung einer C(T)-Probe	8
2.3. Eigenschaften der niedriglegierten TRIP-Stähle	11
2.3.1. Phänomenologische Beschreibung des TRIP-Effektes	11
2.3.2. Allgemeines	12
2.3.3. Stabilität des Restaustenits	16
2.4. Theorie der martensitischen Umwandlung	18
2.5. Verformungsexperimente und digitale Bildkorrelation	20
2.6. Grundlagen der Elektronenmikroskopie	23
3. In-situ Verformungsexperiment an einem TRIP800	27
3.1. Probenmaterial und -geometrie	28
3.2. Probenpräparation	30
3.2.1. Verwendete Parameter	31
3.3. In-situ Verformungsversuche und digitale Bildkorrelation	31
3.3.1. REM-Parameter für in-situ-Versuche	32
3.3.2. Spannung-Weg-Verlauf der in-situ-Verformung	33

3.3.3. Resultate im Observationsbereich 120 μm x 90 μm (2.360-fache Vergrößerung)	34
3.3.4. Resultate im Observationsbereich 24 μm x 18 μm (11.800-fache Vergrößerung)	41
3.4. Diskussion	49
4. Ex-situ Verformungsexperimente an einem TRIP800	50
4.1. Änderung der Versuchsdurchführung und der Probenpräparation	51
4.1.1. In-situ- oder ex-situ-Versuchsdurchführung - ein Vergleich	51
4.1.2. Anlassen der Probe	54
4.2. EBSD- und REM-Untersuchungen der verformungsinduzierten Phasenumwandlung	58
4.2.1. Anwendbarkeit und Parameter der Electron Backscatter Diffraction (EBSD)	58
4.2.2. Ex-situ Verformung in Kombination mit EBSD und REM	59
4.2.3. Phasenidentifikation im Verformungsexperiment	62
4.3. ex-situ Verformungsversuche und digitale Bildkorrelation	64
4.3.1. REM-Parameter für ex-situ-Versuche	64
4.3.2. Resultate im Observationsbereich 9,64 μm x 7,24 μm (30.000-fache Vergrößerung)	65
4.3.3. Resultate im Observationsbereich 4,82 μm x 3,61 μm (60.000-fache Vergrößerung)	80
4.4. Diskussion	89
5. Schlussfolgerungen	91
A. Weitere Mikrostrukturbereiche	95
B. Einflüsse auf die Dehnungsmessung mittels digitaler Bildkorrelation	99
B.1. Bildaufnahme	101
B.1.1. Arbeitsabstand	101
B.1.2. Kontamination	102
B.1.3. Geometrische Verzerrung durch Probenkipfung	104
B.1.4. Drift	106
B.2. Matching-Prozedur	109
B.2.1. Probenrotation	109
B.2.2. Platzierung von homologen Punkten	110
B.2.3. Matching-Artefakte	113

B.3. Dehnungsberechnung	114
C. Tabellen	115
Abbildungsverzeichnis	119
Tabellenverzeichnis	121
Literaturverzeichnis	122

Kapitel 1.

Einleitung

Die Notwendigkeit der Gewichtsreduktion bei gleichzeitig steigenden Sicherheitsanforderungen in der Automobilbranche förderte die Entwicklung so genannter „advanced high-strength steels“. Diese mikrolegierten Stahlsorten weisen durch das Multiphasengefüge exzellente Umformbarkeit bei gleichzeitig hohen Festigkeiten auf. Ein besonderer Typus dieser Stähle sind TRIP-Stähle, wobei TRIP für “transformation-induced plasticity“ steht.

Die positive Wirkung eines Multiphasengefüges ist auf die unterschiedlichen Festigkeiten der einzelnen Bestandteile zurückzuführen. Feste Einschlüsse, beispielsweise Martensit, welche von einer weicheren ferritischen Matrix umschlossen sind, zwingen den Ferrit bei Verformung zu höheren Dehnungen und zur Erzeugung von so genannten „geometrisch notwendigen Versetzungen“ [1]. Dies resultiert in höheren Verfestigungsraten, gleichbedeutend mit höheren Gleichmaßdehnungen, im Vergleich zu homogenen Materialien.

Die Mikrostruktur von Stählen mit dem so genannten TRIP-Effekt besteht aus Ferrit, Bainit sowie metastabilem Restaustenit. Dieser Austenit wandelt bei plastischer Verformung in Martensit um und erzeugt durch den Volumensprung (Austenit ist dichter gepackt als Martensit) zusätzliche Versetzungen. Aufgrund dieser zusätzlichen Plastifizierung und der höheren Festigkeit des Martensits im Vergleich zum Austenit ist die Verfestigungsrate im Vergleich zu Stählen ohne TRIP-Effekt nochmals erhöht.

Diesem TRIP-Effekt ist das Hauptaugenmerk der durchgeführten Diplomarbeit gewidmet. Motivation und Ziel der Diplomarbeit ist es, die Vorgänge bei der Phasenumwandlung auf mikrostruktureller Ebene zu charakterisieren, wobei vor allem die am Erich-Schmid-Institut in den letzten Jahren entwickelte Methode der digitalen Bildkorrelation zur Anwendung kommen wird. Damit soll ein weiterer Beitrag zum Verständnis des Effektes der verformungsinduzierten Phasenumwandlung, welcher auch in anderen Werkstoffen vorhanden sein kann, geschaffen werden.

Um die Wirkungsweise dieser Phasenumwandlung zu verstehen, wurden ex-situ Zugversuche durchgeführt, wobei zwischen den einzelnen Verformungsschritten im Rasterelektronenmikroskop Bilder der Mikrostruktur in hohen Vergrößerungen aufgenommen wurden. Mithilfe der digitalen Bildkorrelation ist es möglich, die auf der mikrostrukturellen Ebene inhomogen verteilten Dehnungen in Form von Dehnungskarten darzustellen. Die Dehnungsverteilungen entlang der Austenitkorn Grenzen können dann auf Hinweise einer Phasenumwandlung untersucht werden.

Um umgewandelte Körner mithilfe ihre Kristallstruktur verlässlich identifizieren zu können, wurde auf „electron backscatter diffraction“, kurz EBSD, zurück gegriffen.

Kapitel 2.

Grundlagen

2.1. Metallurgie der niedriglegierten TRIP-Stähle

2.1.1. Legierungselemente

Um den TRIP-Effekt nutzen zu können, muss bei Raumtemperatur metastabiler Restaustenit (RA) vorliegen. Während bei den hochlegierten TRIP-Stählen klassische Austenitstabilisatoren wie Nickel zum Einsatz kommen, erfolgt die RA-Stabilisierung in einem niedriglegierten TRIP-Stahl hauptsächlich durch Kohlenstoff und Mangan [2]. Typische Legierungen weisen Kohlenstoffgehalte von 0,1 - 0,2 Massenprozenten (m%) sowie jeweils 0 - 2 m% an Aluminium, Silizium und Mangan auf.

Im Folgenden soll kurz auf die Wirkungsweisen einzelner, ausgewählter Legierungselemente eingegangen werden.

- **Kohlenstoff** ist das wichtigste Legierungselement im TRIP-Stahl und bewirkt eine chemische Austenitstabilisierung. Weiters hat der Kohlenstoffgehalt einen großen Einfluss auf die Festigkeit der Phasen, insbesondere im Austenit und Martensit.
- **Silizium** ist ein starker Mischkristallhärter und Ferritstabilisator. Während der Bainit-Haltestufe (vgl. Abb. 2.1) behindert Silizium die Ausscheidung von Karbiden und verbessert so die Kohlenstoffanreicherung im Austenit [3]. Hohe Siliziumgehalte wirken sich jedoch negativ auf die Oberflächenqualität, Galvanisier- sowie Schweißbarkeit aus.
- **Aluminium** ist ein Ferritstabilisator und behindert Karbidausscheidungen. Obwohl dieser Effekt im Vergleich zu Silizium schwächer ausgeprägt ist, wird Silizium teilweise durch Aluminium ersetzt, um die Oberflächenqualität zu verbessern [4]. Da Aluminium im Gegensatz zu Silizium nicht mischkristallhärtend wirkt, besitzen rein-Al-legierte TRIP-Stähle niedrigere Zugfestigkeiten als Al-Si-legierte TRIP-Stähle [5].
- **Phosphor** ist ein Ferritbildner, behindert Karbidausscheidungen, wirkt gleichzeitig als starker Mischkristallhärter im Ferrit und wird deshalb oft in Verbindung mit Aluminium hinzulegiert [4]. Weiters fördert Phosphor die Bildung von

kleinen, sehr stabilen Restaustenitkörnern [6]. Aufgrund der starken Seigerungsneigung werden nur geringe Mengen an Phosphor hinzulegiert.

- **Mangan** verlangsamt die Umwandlungsgeschwindigkeit in der Perlit- und Bainitstufe und ermöglicht so eine geringere kritische Kühlrate sowie die Austenitstabilisierung bei der Bainittemperatur [4].

2.1.2. Wärmebehandlung

Der wichtigste Schritt bei der Produktion eines TRIP-Stahles ist die Kohlenstoffanreicherung im Austenit durch eine geeignete Wärmebehandlung (Abbildung 2.1, aus [7]). Da die genaue Temperaturführung von der jeweiligen Legierungszusammensetzung abhängig ist, wird diese nachfolgend nur schematisch beschrieben.

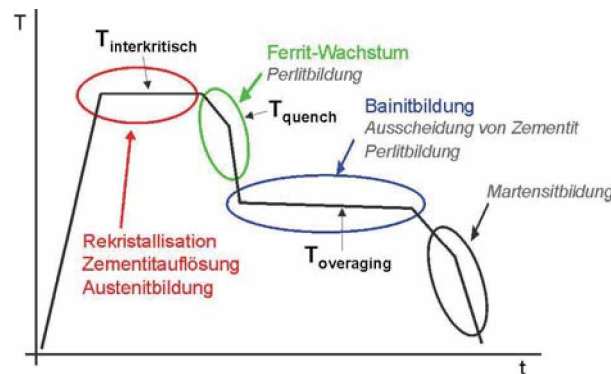


Abbildung 2.1.: Schematische Beschreibung der Phasenumwandlungen während einer typischen TRIP-Wärmebehandlung. Unerwünschte Phasenumwandlungen sind kursiv dargestellt [7].

In der ersten Stufe der Wärmebehandlung wird das gewalzte Material bei einer interkritischen Temperatur ($T_{interkritisch}$) im α - γ -Zweiphasengebiet einige Minuten lang geglüht. Dabei tritt Rekristallisation, Zementitauflösung, sowie Austenitbildung auf. Abhängig von der Glüh­temperatur können die Mengen an Ferrit und Austenit, sowie der Kohlenstoffgehalt im Austenit eingestellt werden, wobei zu geringe Temperaturen oder Glühzeiten zu einer unrekristallisierten Mikrostruktur mit unaufgelöstem Zementit führen können [2].

Anschließend wird auf eine Temperatur T_{quench} abgekühlt. Abhängig von der Kühlrate bildet sich voreutektoider Ferrit, was im Austenit zu einer Kohlenstoffanreicherung

führt. Dieser Prozess ist bei geringen Kühlraten im Temperaturbereich zwischen 700 °C und 600 °C besonders effizient [2]. Die Ausscheidung von perlitischen Zementitlamellen sollte dabei aber vermieden werden, um ausreichend Kohlenstoff für die Anreicherung im Austenit zur Verfügung stellen zu können. Die Temperatur des Materials sollte dementsprechend nicht zu lange im Bereich zwischen 700 °C und 550 °C liegen [7].

Von der Temperatur T_{quench} wird auf die Auslagerungstemperatur $T_{overaging}$ abgeschreckt. Beim Halten auf dieser Temperatur tritt im Austenit eine bainitische Umwandlung auf, wobei die Ausscheidung von Karbiden durch Legierungselemente (Si, Al, P) unterdrückt wird. Der überschüssige Kohlenstoff eines zu so genanntem 'bainitischem Ferrit' umgewandelten Austenitkorns reichert sich im verbliebenen Restaustenit an. Dabei verbessert eine Temperaturerhöhung zwar die Umwandlungskinetik, erniedrigt aber gleichzeitig die treibende Kraft zur Umwandlung - für optimale Bainitgehalte müssen Temperatur und Zeit aufeinander abgestimmt werden. Bei zu hohen Auslagerungstemperaturen und -zeiten sind zusätzlich unerwünschte Zementitausscheidungen möglich [2].

Beim abschließenden Abkühlen auf Raumtemperatur können unzureichend stabilisierte, große Austenitkörner in Martensit umwandeln.

Abb. 2.2 verdeutlicht schematisch die beschriebenen Vorgänge innerhalb eines Austenitkorns (linkes Bild) während der Wärmebehandlung. Die Dichte der Punkte ist dabei ein Maß für die lokale Kohlenstoffkonzentration, welche im Austenit aufgrund der Ferritbildung (mittleres Bild) und der Bainitbildung (rechtes Bild) zunimmt.

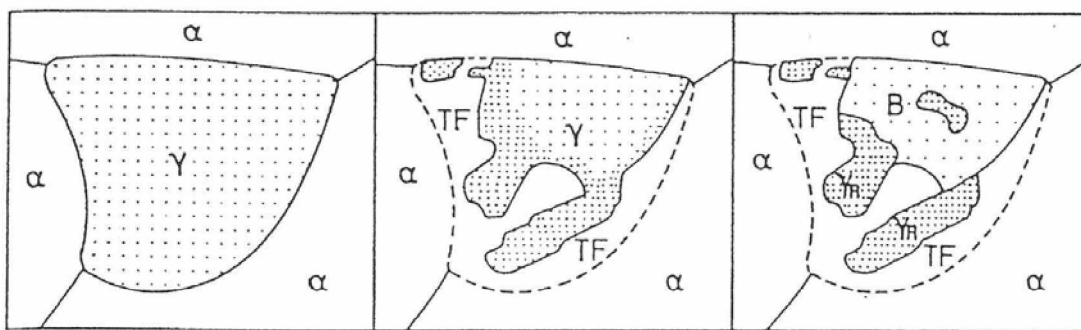


Abbildung 2.2.: Schematische Darstellung der Phasenumwandlungen während der TRIP-Wärmebehandlung und der Kohlenstoffanreicherung im Restaustenit. Die Dichte der Punkte ist ein Maß für die Kohlenstoffkonzentration. (α = Ferrit, γ = Austenit, TF = umgewandelter Ferrit, γ_R = Restaustenit, B = Bainit) [6].

2.2. Metallographie der niedriglegierten TRIP-Stähle

Das Gefüge eines unverformten, niedriglegierten TRIP-Stahles besteht aus den Phasen Ferrit, Bainit, Martensit und metastabilem Austenit. Martensit entsteht bei der letzten Abkühlung vorwiegend in großen Austenitkörnern, die aufgrund ihrer Größe und des zu geringen Kohlenstoffanteils nicht ausreichend stabilisiert wurden. Besonders die Phasen Austenit und Martensit, sowie Ferrit und Bainit können aufgrund ihrer Ähnlichkeit oft nicht zweifelsfrei voneinander unterschieden werden.

Für lichtmikroskopische Untersuchungen zählen die Farbätzungen nach LePera [8], Klemm [9] und De et. al. [10] zu den am häufigsten angewendeten Methoden. Bei diesen Farbätzungen bildet sich üblicherweise ein Niederschlag auf den unedleren, anodischen Bestandteilen.

Nach Angeli und Kneissl [11] ist die unter dem Lichtmikroskop wahrgenommene Farbe von der Schichtdicke abhängig. Da kohlenstoffreiche Phasen edler sind, bleibt Austenit weiß, während die ferritischen Bestandteile, abhängig von der Dicke des resultierenden Niederschlags, eingefärbt werden.

Martensit weist in etwa den gleichen Kohlenstoffanteil wie Austenit auf. Durch Gitterstörungen werden die atomaren Bindungen geschwächt; deshalb sollte Martensit, bei gleichem C-Anteil, etwas unedler als Austenit sein. Weiters könnte der Martensit durch die Ätzung leicht angegriffen werden, wodurch das Licht diffus gestreut wird und der Eindruck einer 'braun-Färbung' entsteht [11]. Abbildung 2.3 ist ein Beispiel für eine typische LePera-geätzte TRIP-Mikrostruktur.

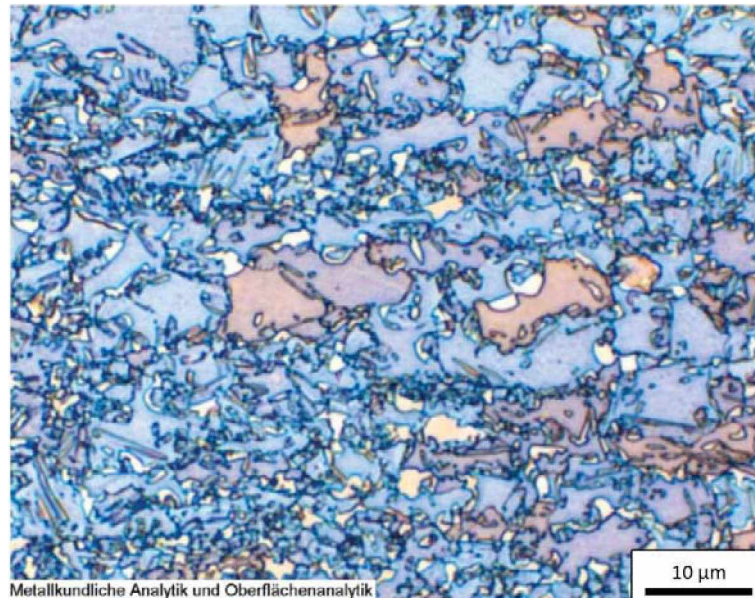


Abbildung 2.3.: LePera-Ätzung einer unverformten TRIP800-Probe (zur Verfügung gestellt von der voestalpine Stahl GmbH Linz).

Eine weitere Möglichkeit bietet beispielsweise das Heat Tinting, bei dem eine Probe für 2,5 h bei 260 °C an Luft erwärmt wird. Dabei bildet sich eine von der jeweiligen Phase unterschiedlich dicke Oxidschicht, die wiederum zu einer unterschiedlichen Farbwirkung unter dem Lichtmikroskop führt und eine Unterscheidung der Phasen ermöglicht [12]. Ist im Rahmen der quantitativen Metallographie höchste Genauigkeit erwünscht, bietet sich die Interferenzschichten-Metallographie an [13].

2.2.1. Metallographische Untersuchung einer C(T)-Probe

In Abbildung 2.4 sind lichtmikroskopische Aufnahmen einer C(T)-Probe dargestellt, die nach einem geringen Rissfortschritt poliert und einer Klemm-Farbätzung unterzogen wurde. Austenit wurde durch die Ätzung nicht angegriffen und erscheint in diesen Aufnahmen strahlend weiß.

Abb. 2.4 (a) zeigt eine Übersichtsaufnahme der C(T)-Probe, wobei ein Bereich um den fortgeschrittenen Riss markiert ist. Die Farbätzung in diesem Rissbereich wirkt dunkler als die restliche Probenfläche. Abb. 2.4 (b) bis (d) zeigen 1000-fach vergrößerte Detailaufnahmen aus dem Bereich vor dem Riss mit zunehmenden Abstand zur Riss-

spitze. In Abb. 2.4 (b) ist die Aufnahme aus der Prozesszone direkt vor der Risspitze dargestellt, in der nur ein sehr geringer Anteil an strahlend weißem Austenit erkennbar ist. Mit zunehmendem Abstand zur Risspitze (Abb. 2.4 (c) und (d)) steigt der Austenitanteil.

Offensichtlich führte die hohe mechanische Beanspruchung in der Prozesszone zu einer Verringerung des lokalen Austenitgehalts. In der Tat wandelt metastabiler Austenit bei ausreichender Belastung in Martensit um und liefert somit die Grundlage für den so genannten TRIP-Effekt.

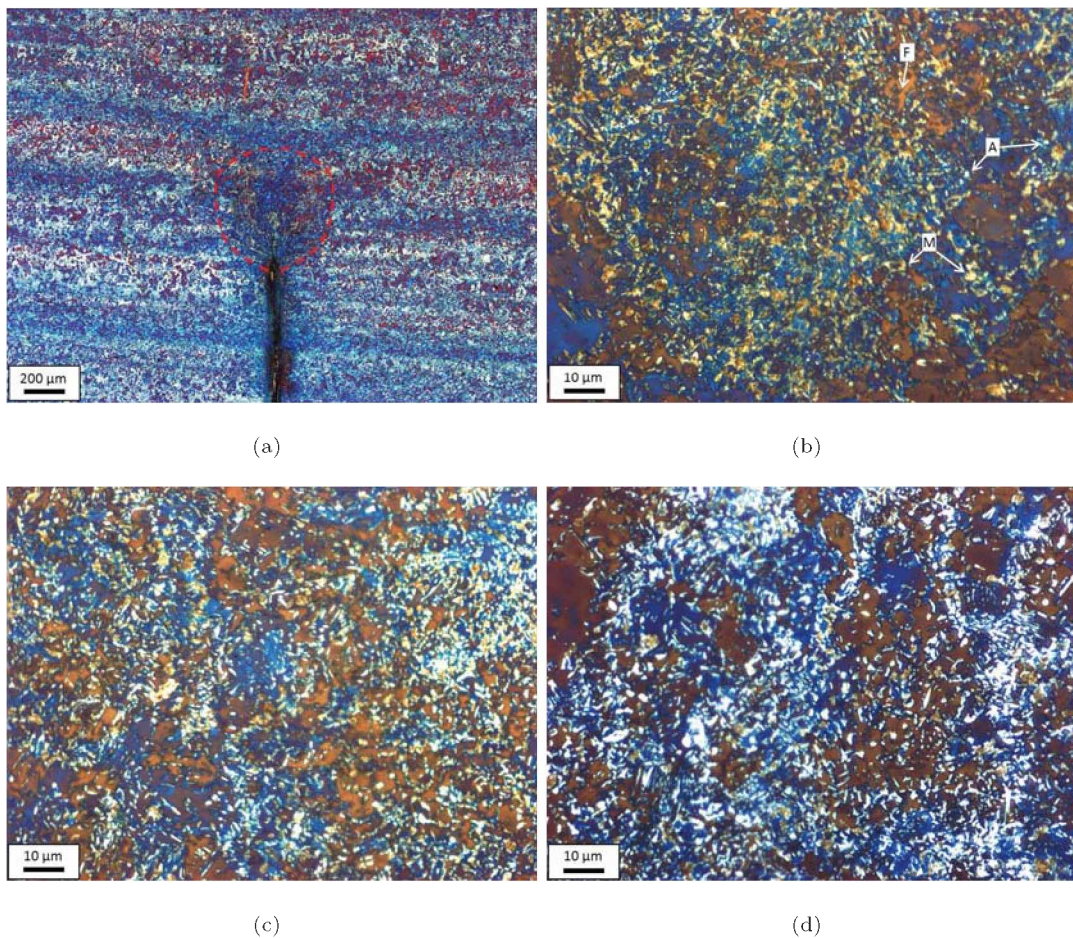


Abbildung 2.4.: Klemm-Farbätzung einer getesteten C(T)-Probe. (a) Übersichtsaufnahme der Rissumgebung bei 50-facher Vergrößerung mit markierter Prozesszone, (b) bis (d) 1000-fach vergrößerte Detailaufnahmen mit steigendem Abstand zum Riss. Während der Anteil an strahlend weißem Austenit in der Prozesszone unmittelbar vor dem Riss in (b) sehr gering ist, ist dieser prominent in (d) erkennbar. (A = Austenit, strahlend weiß; M = Martensit, weiß bis beige; F = Ferrit, blau bis braun)

Für diese Untersuchung wurde eine zweistufige Farbätzung angewendet. Zuerst wurden die Korngrenzen mit einer auf 60 °C erwärmten V2A-Beize angeätzt, anschließend erfolgte die Farbätzung mit einer Klemm-Lösung. Die Zusammensetzungen der beiden Lösungen sind in Tabelle 2.1 aufgelistet [14].

Tabelle 2.1.: Zusammensetzungen der Ätzlösungen für die Farbätzung nach Klemm.

V2A-Beize	Klemm-Lösung
100 ml H ₂ O dest. 100 ml HCl 10 ml HNO ₃ 0,6 ml Vogel-Sparbeize	100 ml gesättigte Natriumthiosulfatlösung 2,5 g Kaliummetabisulfit

2.3. Eigenschaften der niedriglegierten TRIP-Stähle

2.3.1. Phänomenologische Beschreibung des TRIP-Effektes

Die guten Verformungseigenschaften der TRIP-Stähle ergeben sich prinzipiell aus der erhöhten Verfestigung durch den Effekt der verformungsinduzierten Martensitbildung. Eine anschauliche, phänomenologische Darstellung dieses Effektes liefert Abb. 2.5. Sie zeigt eine Zugprobe unter Belastung (1). Aufgrund der Phasenumwandlung in einem Bereich mit hoher Dehnungskonzentration (2) wird dieser, zusätzlich zu den durch die Verformung erzeugten Versetzungen, verfestigt, wodurch benachbarte Bereiche solange die Verformung aufnehmen müssen, bis auch dort eine Phasenumwandlung auftritt (3) [15]. Durch die erhöhte Verfestigungsrate gegenüber reiner Verfestigung durch Versetzungsbildung verbessert sich somit die Gleichmaßdehnung und damit die Umformbarkeit.

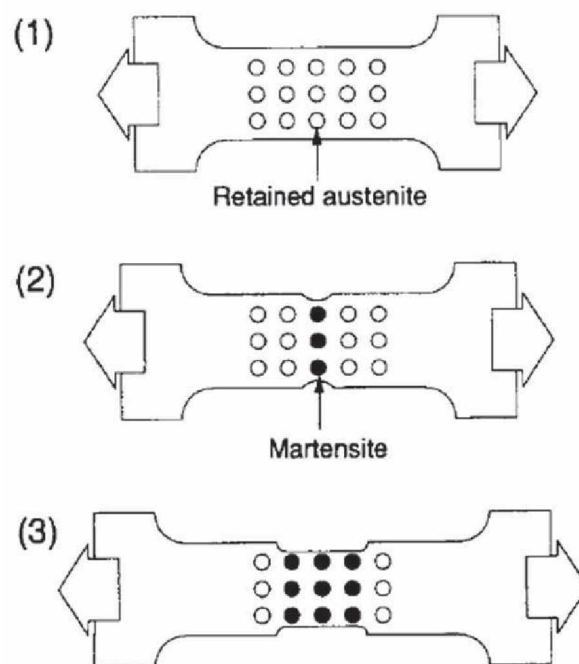


Abbildung 2.5.: Schematische Einschnürverzögerung einer Zugprobe durch den TRIP-Effekt [15]

2.3.2. Allgemeines

Seit der Entdeckung der verformungsinduzierten $\gamma \rightarrow \alpha'$ -Umwandlung durch Zackay et. al. [16] war der TRIP-Effekt Gegenstand einer Vielzahl an Studien. Die Komplexität der Mikrostruktur (insbesondere die Variation von Größe, Zusammensetzung und Morphologie der Austenitkörner) erschwert dabei jedoch die Untersuchungen über die Zusammenhänge zwischen Prozessparametern, chemischer Zusammensetzung, der Mikrostruktur und den mechanischen Eigenschaften von TRIP-Stählen [17]. Prinzipiell ist das hervorragende Festigkeits- zu Duktilitätsverhältnis der TRIP-Stähle auf folgende drei Eigenschaften zurückzuführen:

- **Multiphasen-Gefüge im TRIP-Stahl**

Die überlegenen Eigenschaften der Multiphasenstähle (AHSS - „advanced high-strength steels“) gegenüber den konventionellen Stählen sind schon seit längerem bekannt. Ashby [1] führte dies auf den Unterschied in den Festigkeiten der einzelnen Bestandteile zurück. Wird ein Gefüge mit unterschiedlich festen Bestandteilen deformiert, so wird sich die festere Phase im Vergleich zur weicheren Phase nur wenig bis gar nicht verformen, wodurch Verformungsgradienten entstehen. Um die Kompatibilität zwischen den Phasen weiterhin zu gewährleisten, müssen so genannte 'geometrisch notwendigen Versetzungen' erzeugt werden. Diese Versetzungen entstehen zusätzlich zu den 'statistisch verteilten' Versetzungen und verbessern so die Verfestigungsrate.

Mithilfe von Nanohärtemessungen sowie Neutronendiffraktometrie konnten Jacques et. al. [18] die Festigkeiten der einzelnen Phasen bestimmen, Abb. 2.6. Obwohl diese von der Legierungszusammensetzung beeinflusst werden (zB Silizium), können folgende generelle Schlüsse gezogen werden:

- Ferrit bildet die weichste Phase, gefolgt von Bainit. Die höhere Festigkeit von Bainit wurde auch von [19] gemessen und als Folge der verschiebungsgesteuerten Phasenumwandlung und der damit einhergehenden höheren Versetzungsdichte interpretiert. Weiters ist der Kohlenstoffanteil im Bainit höher als im Ferrit, was die Festigkeit weiter positiv beeinflusst [20].
- Kubisch flächenzentrierte Kristalle besitzen im Vergleich zu raumzentrier-

ten Strukturen üblicherweise geringere Streckgrenzen. Austenit weist aber überraschenderweise eine höhere Nanohärte als Bainit auf. Diese resultiert aus dem hohen Kohlenstoffgehalt, könnte aber auch von Indentationseffekten (starke Verfestigung oder Martensitumwandlung) beeinflusst worden sein [21]. Die würde auch den Unterschied zu der mittels Neutronendiffraktometrie gemessenen Fließgrenze erklären [18].

- Martensit bildet die härteste Phase in der TRIP-Mikrostruktur. Da die Werte für Martensit in Abb. 2.6 in einem Dualphasen-Stahl ermittelt wurden, ist die Festigkeit des kohlenstoffhaltigeren TRIP-Martensits vermutlich noch höher [18]. Ein etwaiges Anlassen (vgl. Kapitel 4.1.2) reduziert die Festigkeit des Martensits [19].

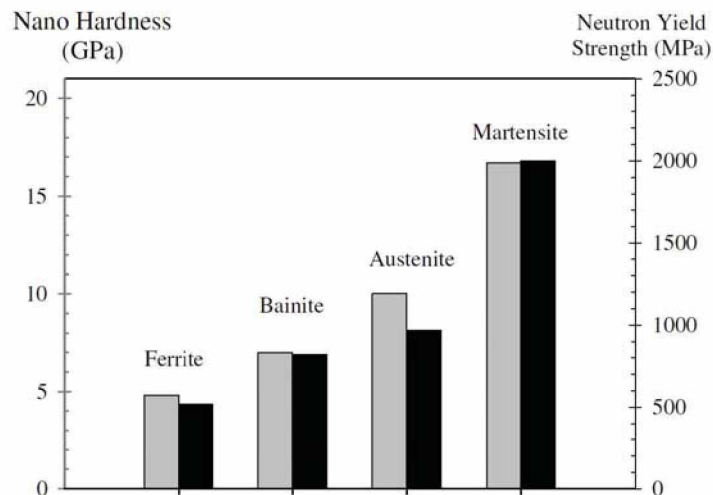


Abbildung 2.6.: Vergleich der Nanohärte (grau) der einzelnen Phasen eines TRIP-Stahles mit den jeweiligen, durch Neutronendiffraktometrie ermittelten Fließgrenzen (schwarz) [18]

- **TRIP-Mikrostruktur als Kompositwerkstoff**

Die Festigkeit eines faserverstärkten Kompositwerkstoffes kann mithilfe von Mischungsregeln aus den Festigkeiten von Matrix und Fasern abgeschätzt werden. Dabei werden zwei theoretische Extremfälle unterschieden, in denen in allen Bestandteilen eine konstante Dehnung (Abb. 2.7 (a)) bzw. eine konstante Spannung (Abb. 2.7 (b)) vorherrschen.

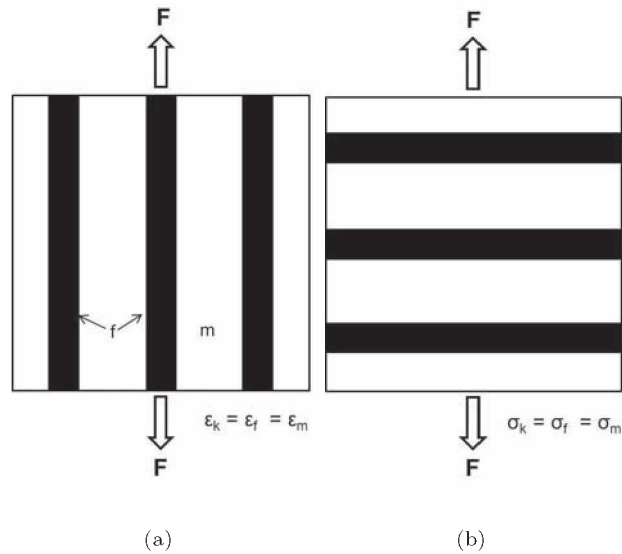


Abbildung 2.7.: Theoretische Extremfälle der Mischungsregel am Beispiel eines zweidimensionalen Kompositwerkstoffes. (a) Gleiche Dehnung in Matrix und Faser, (b) gleiche Spannung in Matrix und Faser (m = Matrix, f = Faser, k = Komposit)

Diese beiden Fälle sind jedoch unrealistisch und besonders bei einer komplizierten Mikrostruktur nicht anwendbar. Für Dualphasenstähle (d.h. Stähle mit einem Ferrit-Martensit-Gefüge) wurde eine mittlere Mischungsregel, welche sowohl Spannung als auch Dehnung über die jeweiligen Volumsanteile auf die Gefügebestandteile aufteilt, numerisch und experimentell für besser befunden [22]:

$$\sigma_c = V_m * \sigma_m + V_{\alpha'} * \sigma_{\alpha'} \quad (2.1)$$

$$\epsilon_c = \bar{V}_m * \epsilon_m + \bar{V}_{\alpha'} * \epsilon_{\alpha'} \quad (2.2)$$

In den Gleichungen 2.1 und 2.2 stehen die Indizes c für den Kompositwerkstoff, m für Matrix und α' für Martensit, V beschreibt den Volumsanteil der jeweiligen Phase. Die TRIP-Mikrostruktur enthält jedoch im Vergleich zum Dualphasenstahl zusätzlich die Phasen Bainit und Austenit, welche in Formel 2.1 vor ihrer Anwendung inkludiert werden müssten. Trotzdem kann aus Formel 2.1 geschlossen werden, dass eine Erhöhung des Volumsanteils von Martensit die Festigkeit des Komposits erhöht.

Wie Bhadeshia in [23] argumentiert, könnte die kompositartige Verformung eines TRIP-Stahles hauptverantwortlich für die hohe erzielbare Gleichmaßdehnung

sein, während der verformungsinduzierten Umwandlung von Restaustenit nur eine untergeordnete Rolle zukommt. So nützt auch ein Dualphasenstahl sowohl die hohe Festigkeit und Verfestigungsrate der harten Phase (Martensit) als auch die hohe Duktilität der weichen Phase (Ferrit) aus. Dass sich die plastische Verformung zuerst in der weichen Phase konzentriert ist insofern vorteilhaft, da die (geringe) Duktilität der harten Phase erst bei hohen Gesamtdehnungen benötigt wird.

Im Vergleich zu einem Dualphasenstahl gleicher Zugfestigkeit weist ein TRIP-Stahl sowohl höhere Gleichmaß- und Bruchdehnungen, als auch höhere Verfestigungsraten bei hohen Dehnungen auf [2].

- **Verformungsinduzierte Phasenumwandlung: TRIP-Effekt**

Die $\gamma \rightarrow \alpha'$ -Transformation während der Verformung verfestigt den Werkstoff aufgrund zweier Effekte. Einerseits werden verhältnismäßig 'weichere' Austenitkörner durch härteren Martensit ersetzt, was aufgrund der zuvor erwähnten Mischungsregel zu einer höheren Werkstofffestigkeit führt. Andererseits wird die umgebende ferritische Matrix aufgrund der Volumsvergrößerung bei der Umwandlung plastifiziert und verfestigt, wie z.B. in Abb. 2.8 zu erkennen ist. In dieser TEM-Aufnahme sind in der ferritischen Matrix einige Versetzungen sichtbar, die durch die Bildung einer Martensitnadel erzeugt wurden. Dieser Akkomodationsprozess ist als 'Greenwood-Johnson-Effekt' [24] bekannt.

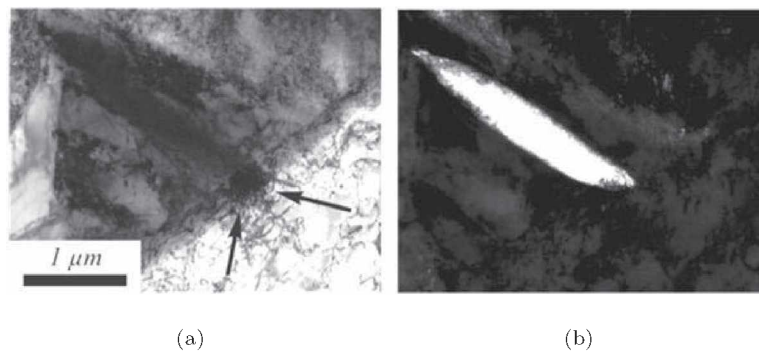


Abbildung 2.8.: (a) Hellfeld sowie (b) Dunkelfeld-TEM-Aufnahme eines teilweise umgewandelten Martensitkorns nach einer Verformung von 2%. Pfeile in (a) markieren die Versetzungen an der Spitze der in (b) sichtbaren Martensitvariante. [18].

2.3.3. Stabilität des Restaustenits

Die Stabilität des Restaustenits gegen dehnungsinduzierte Martensitumwandlung ist ein bestimmender Faktor für die Plastizität des Materials. So wandeln ungenügend stabilisierte Austenitkörner zu früh um und tragen zu keiner Verbesserung der Gleichmaßdehnung bei, während sehr stabile Körner unter Umständen überhaupt nicht umwandeln [12]. In der Literatur findet man somit eine Vielzahl an Modellen zur Beschreibung der Änderung des Restaustenitgehalts in Abhängigkeit von der Dehnung [25]. Folgende Faktoren beeinflussen die Stabilität eines einzelnen Korns:

- Die **mechanische Stabilisierung** (**'Constraining'-Effekt**) erfolgt durch die hydrostatischen Spannungen durch die Bainitbildung, sowie durch die kleine Korngröße [26].
- Die Kohlenstoffkonzentration ist hauptverantwortlich für die **chemische Stabilisierung** und bestimmt die Starttemperatur M_s für die martensitische Umwandlung bei Abkühlung. Dies wird von der Legierungszusammensetzung und der Wärmebehandlung gesteuert, wobei die Stabilität steigt, je höher die Parameter Glüh Temperatur und Glühzeit gewählt werden [17]. Die Kohlenstoffkonzentration kann innerhalb eines Austenitkorns schwanken, wie [27] zeigte. So ist es thermodynamisch möglich, dass durch Diffusion kohlenstoffverarmte, instabilere Regionen in der Nähe von Versetzungen oder Korngrenzen (beides sind 'Fallen' für Kohlenstoff) auftreten.
- Bestimmte kristallographische **Orientierungen** tendieren bei gegebener Belastungsrichtung zu schnellerer Umwandlung [28].
- Restaustenitkörner mit großem **Kornvolumen** sind im Vergleich zu kleineren Körnern weniger stabil, da die Kohlenstoffkonzentration mit steigender Korngröße abnimmt [29]. In großen Restaustenitkörnern treten außerdem oft Zwillinge auf, welche die Stabilität des Korns herabsetzen [30]. Ein weiterer Grund für die höhere Stabilität kleinerer Austenitkörner ist die geringere Anzahl an potentiellen Keimstellen und die damit verbundene höhere notwendige Triebkraft für die martensitische Umwandlung. Dies äußert sich in einer starken Reduktion der Martensit-Start-Temperatur [31].

- Der Einfluss der **Morphologie** eines Korns auf seine Stabilität steht im Zusammenhang mit dem Kohlenstoffgehalt und der mechanischen Stabilisierung durch die umgebenden Phasen. So weisen kleine, nadelförmige Austenitkörner aufgrund des hohen Kohlenstoffgehalts und des umgebenden Bainits eine sehr hohe Stabilität auf, während die größeren, globularen, von Ferrit umgebenen Körner schon bei geringen Dehnungen umwandeln [32].
- Abhängig von der **Position** eines Austenitkorns wurden in der Literatur unterschiedliche Verhalten beobachtet. So tendieren in Ferrit eingebettete RA-Körner zur Reduktion des Schmid-Faktors durch Rotation, was zu einer späten Umwandlung führt [30]. Der 'Constraining'-Effekt durch die umgebenden Phasen ist bei 'freien' Austenitkörnern an der Oberfläche nur schwach ausgeprägt, was zu einer geringeren Stabilität solcher γ -Körner führt [30]. An Tripelpunkten herrschen aufgrund der unterschiedlichen Kornorientierungen und -verformungen triaxiale Spannungszustände; hier positionierte γ -Körner wandeln sehr leicht um [33].

2.4. Theorie der martensitischen Umwandlung

Eine spontane Phasenumwandlung ohne Konzentrationsänderung wird allgemein als 'martensitische Umwandlung' bezeichnet. Ist eine spontane Änderung der Kristallstruktur mit einer Volumen- oder Gestaltsänderung verbunden, so findet die Umwandlung durch sukzessives Umklappen meist nadel- oder plattenförmiger Bereiche in die neue Kristallstruktur statt. Später entstehende Platten werden dabei durch bereits vorhandene Platten in ihrer Ausbreitung beschränkt [34].

Die Theorie von Bain gibt eine anschauliche Erklärung für die kristallographischen Zusammenhänge bei der Martensitumwandlung. Die Umwandlung besteht in einer Änderung der Gitterstruktur von kfz zu krz, wobei die krz-Zelle durch Anwesenheit des Kohlenstoffs tetragonal verzerrt wird. Wie Abb. 2.9 zeigt, enthalten zwei benachbarte Einheitszellen mit kubisch flächenzentrierter Kristallstruktur in der Mitte eine tetragonale Einheitszelle. Um diese in eine kubisch raumzentrierte Struktur zu ändern, muss das Gitter noch in c-Richtung gestaucht und in beide a-Richtungen gedehnt werden. Dabei ändert sich das Volumen um 3 bis 5 % [34].

Diese Anpassung des Kristallgitters erfolgt durch Scherverformung, welche in der Umgebung des umwandelnden Bereiches zu Deformationen führt. Dies kann über Anpassungsverformungen durch Gleitung und Zwillingsbildung (Abb. 2.10) innerhalb der Martensitplatten reduziert werden. Die Gesamtverformung entspricht einer Scherung parallel zu einer deshalb unverzerrt bleibenden Ebene, der so genannten Habitusebene [34].

Kristallographisch kann sich Martensit als eine von 24 möglichen Varianten mit jeweils unterschiedlichen Orientierungen innerhalb eines Austenitkornes bilden [35]. Kontinuumsmechanisch kann die Bildung einer Martensitvariante mit einem Umwandlungstensor ϵ_{ij}^* dargestellt werden, wobei γ (Werte bis zu 0,2) die Umwandlungsscherung und δ (Werte bis zu 0,04) die Volumsänderung beschreibt [36]:

$$\epsilon_{ij}^* = \begin{pmatrix} 0 & 0 & \gamma/2 \\ 0 & 0 & 0 \\ \gamma/2 & 0 & \delta \end{pmatrix}$$

Welche Martensitvarianten gebildet werden, bestimmt die Höhe und Richtung der Umwandlungsdehnung. Die Martensitvariantenselektion bei der verformungsinduzierten Phasenumwandlung in einem TRIP-Stahl ist als 'Magee-Effekt' bekannt [37]. Während die zuerst gebildeten Varianten optimal zur äußeren Belastung orientiert sind, bestimmen die lokalen Spannungszustände die später gebildeten Martensitorientierungen [36].

Auch Jacques et. al. [18] wiesen darauf hin, dass die Umwandlung eines γ -Korns diskret abläuft, indem pro Korn nach und nach ca. 3 bis 10 verschiedene Martensitvarianten aktiviert werden. Die Angabe eines Richtwertes für die umwandlungsinduzierten Dehnung ϵ_{ij}^* ist aufgrund der Anzahl an gebildeten Martensitvarianten und deren Akkomodation (vgl. Abb. 2.10) sehr schwierig.

Berechnungen zufolge sind selbst bei optimaler Martensitvariantenauswahl jedoch nur etwa zwei Prozentpunkte der Gleichmaßdehnung eines TRIP-Stahles der umwandlungsinduzierten Dehnung zuzurechnen [23].

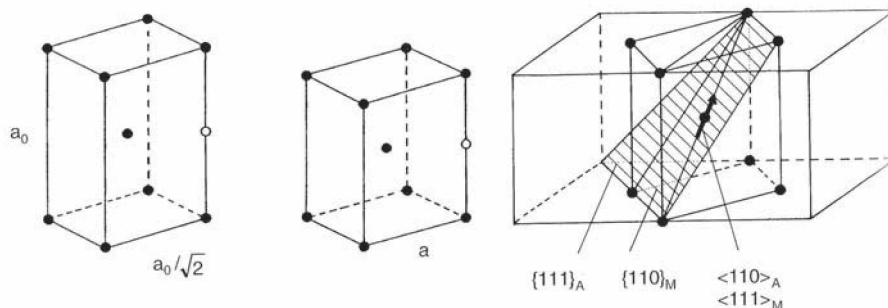


Abbildung 2.9.: Bain-Modell der Martensitbildung im System Fe-C und entsprechende Orientierungskorrelation von Austenit und Martensit nach Kurdjumov-Sachs [34].

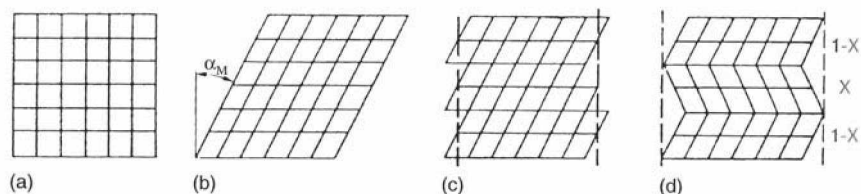


Abbildung 2.10.: Die Gestalt eines Kristalls (a) wird durch Martensitbildung infolge Scherung geändert (b). Diese Gestaltsänderung kann durch Gleitung (c) oder Zwillingsbildung (d) im Martensit weitgehend kompensiert werden [34].

2.5. Verformungsexperimente und digitale Bildkorrelation

Die Methode der digitalen Bildkorrelation erfreut sich im Rahmen der experimentellen Mechanik zur quantitativen Bestimmung von planaren Dehnungen großer Beliebtheit. Um das lokale Verformungsverhalten von Materialien studieren zu können, werden Verformungsversuche (zB in-situ im REM) durchgeführt, wobei bei unterschiedlichen Verformungsgraden Bilder aufgenommen und mit der Methode der digitalen Bildkorrelation ausgewertet werden.

Zur Anwendung können dabei verschiedenste Messsysteme in einem breiten Vergrößerungs- und Auflösungsbereich kommen, wie beispielsweise das Lichtmikroskop, Rasterelektronenmikroskop, Rasterkraftmikroskop oder Rastertunnelmikroskop. In ihrem ausführlichen Review beschreiben Pan et. al. [38] die geschichtlichen und theoretischen Hintergründe der zweidimensionalen Bildkorrelation und liefern eine Diskussion der wichtigsten Fehlerquellen. Neben der Vorstellung eines eigenen Verfahrens geben auch Tatschl und Kolednik in [39] einen theoretischen Einblick in die digitale Bildkorrelation. Das von ihnen in Zusammenarbeit mit dem Institut für Computergrafik und Visualisierung der Technischen Universität Graz entwickelte Verfahren wurde auch im Rahmen dieser Diplomarbeit angewendet. Die wichtigsten Erläuterungen sind nachfolgend zusammengestellt, für weiterführende Details wird auf die beiden genannten Veröffentlichungen verwiesen.

Im Prinzip ermöglicht der Vergleich von zwei Bildern unterschiedlicher Verformungsgrade, die lokal inhomogenen Dehnungen zu ermitteln und darzustellen. Dies geschieht über das Finden von so genannten 'homologen Punkten' in den beiden Bildern, wobei die Bezeichnung 'homolog' jene Punkte in den Bildern beschreibt, welche exakt denselben (physikalischen) Punkt auf der Probe zeigen. Die Grauwertverteilung um einen homologen Punkt wirkt für den Suchalgorithmus wie ein Fingerabdruck, den es im zweiten Bild wiederzufinden gilt. Dieser Suchprozess wird mit dem englischen Begriff 'matching' bezeichnet. Voraussetzung für eine hohe Matching-Genauigkeit ist somit das Vorhandensein einer strukturierten Oberfläche, was auf mikrostruktureller Ebene durch Ätzmethode erreicht werden kann.

Das vorläufige Ergebnis der Bildkorrelation ist ein Verschiebungsfeld mit, je nach Bild-

auflösung und gewählter Dichte der homologen Punkte, etwa 10.000 bis 300.000 Vektoren. Im nächsten Schritt wird mit den Verschiebungsdaten eine so genannte Delaunay-Triangulation mit linearer Interpolation durchgeführt, um die Verschiebungen an einzelnen, regelmäßig verteilten Gitterpunkten zu berechnen. Um das Rauschen in den so ermittelten Verschiebungen auszugleichen, kann eine Glättung der Daten vorgenommen werden [39].

Durch einfache mathematische Ableitung der Verschiebungsvektoren können anschließend die lokalen Dehnungen berechnet werden [39]:

$$\epsilon_{xx}(x, y) = \frac{\delta u_x(x, y)}{\delta x} \quad (2.3)$$

$$\epsilon_{yy}(x, y) = \frac{\delta u_y(x, y)}{\delta y} \quad (2.4)$$

$$\epsilon_{xy}(x, y) = 0,5 \left(\frac{\delta u_y(x, y)}{\delta x} + \frac{\delta u_x(x, y)}{\delta y} \right) \quad (2.5)$$

Die axiale Dehnung wird hierbei mit ϵ_{xx} , die transversale Dehnung mit ϵ_{yy} und die Scherung mit ϵ_{xy} bezeichnet. Für eine bessere Vergleichbarkeit bei unterschiedlich großen Verformungsschritten können diese Dehnungen durch den Bezug auf die durchschnittliche Dehnung $\epsilon_{xx,avg}$ normiert werden. Die Berechnung dieser durchschnittlichen Dehnung erfolgt über die Mittelung aller lokalen Dehnungswerte in den n Zeilen und m Spalten, die das Gitter der homologen Punkte bilden:

$$\epsilon_{xx,avg} = \frac{1}{nm} \sum_{j=1}^n \sum_{k=1}^m \epsilon_{xx}(j, k) \quad (2.6)$$

Jeder Dehnungswert wird nun auf diese mittlere Dehnung bezogen.

$$\kappa_{xx}(j, k) = \frac{\epsilon_{xx}(j, k)}{\epsilon_{xx,avg}} \quad (2.7)$$

$$\kappa_{yy}(j, k) = \frac{\epsilon_{yy}(j, k)}{\epsilon_{xx,avg}} \quad (2.8)$$

Die normierten Dehnungen κ_{xx} und κ_{yy} stellen somit ein Maß für die lokale Dehnungskonzentration dar.

Die Genauigkeit der ermittelten lokalen Dehnungen wird allgemein von mehreren Punkten beeinflusst:

- Genauigkeit des Matching-Algorithmus
- Auflösung und Qualität der REM-Bilder
- Nachbearbeitung/Glättung der Verschiebungsfelder
- Dichte der homologen Punkte
- Auftreten von neuen Oberflächenmerkmalen
- Bildverzerrung und Drift

Wichtig ist zu beachten, dass durch eine hohe Dichte der homologen Punkte zwar gute Auflösungen in den Dehnungskarten erzielt werden können, dabei jedoch auch der relative Fehler aufgrund der geringeren Messlängen stark ansteigt [39]. Die wichtigsten Einflüsse auf die gemessenen Dehnungen werden im Kapitel B diskutiert.

2.6. Grundlagen der Elektronenmikroskopie

Die theoretischen Grundlagen der Bildentstehung und der Elektronen-Materie-Wechselwirkung sind in der einschlägigen Fachliteratur (beispielsweise [40–42]) sehr gut beschrieben. An dieser Stelle sollen nur jene Punkte kurz angesprochen werden, die für die Diskussion der möglichen Einflussgrößen auf die digitale Bildkorrelation von Bedeutung sind.

- **Probenaufladung**

Im Rasterelektronenmikroskop wird eine Probe mit einem fokussierten Elektronenstrahl beschossen, wobei von der Probe rückgestreute oder emittierte Elektronen von verschiedenen Detektoren eingefangen werden und der Bilderzeugung dienen. Unterscheidet sich die Anzahl der einfallenden und der von der Probe emittierten (Sekundär-)Elektronen, so führt die Differenz bei mangelnder elektrischer Leitfähigkeit zu einer Aufladung der Probe. Durch die geeignete Wahl der Strahlenergie, wie in Abbildung 2.11 verdeutlicht, kann diese Aufladung jedoch minimiert werden. In dieser Darstellung ist auch der Abfall des Sekundärelektronenstroms bei hohen Strahlenergien auffällig. Zwar steigt die Anzahl der erzeugten Sekundärelektronen mit höherer Strahlenergie, jedoch steigt auch deren Entstehungstiefe - die dadurch stärkeren Streueffekte verursachen den in Abb. 2.11 skizzierten Abfall [42].

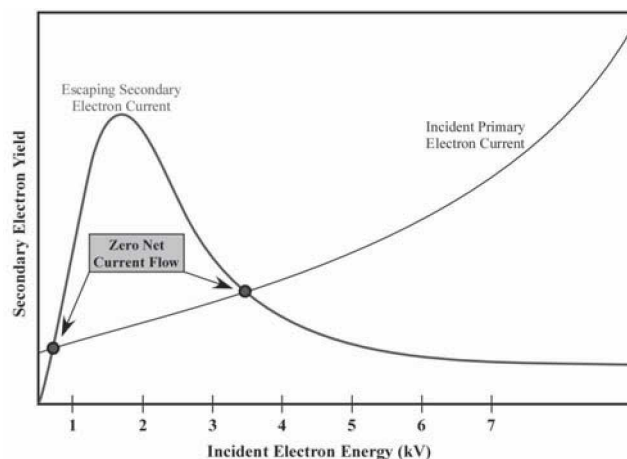


Abbildung 2.11.: Vergleich der Stromstärken des einfallenden Elektronenstrahls, sowie der davon erzeugten Sekundärelektronen, in Abhängigkeit von der Strahlenergie. Die unterschiedlichen Ströme führen zu einer elektrostatischen Aufladung, die nur in den beiden markierten Punkten verhindert wird [42].

- **Kontrastentstehung**

Der Grauwert eines Bildpunktes in den REM-Aufnahmen ist (neben den Einstellungen für Helligkeit und Kontrast) von der Anzahl der detektierten, von der Probe emittierten Sekundärelektronen abhängig. Folgende Faktoren beeinflussen den erzielten Kontrast [42], der einen großen Einfluss auf die Genauigkeit der digitalen Bildkorrelation hat:

- Austrittsarbeit
- Energie und Anzahl der einfallenden Elektronen
- Dichte des Materials
- Oberflächentopographie

Für den verwendeten inLens-Detektor besitzt die Oberflächentopographie die größte kontrastgebende Wirkung. In der Nähe einer abgerundeten Kante einer Erhebung ist die Wahrscheinlichkeit des Austretens eines Sekundärelektrons größer, womit die Anzahl der detektierten Elektronen im Vergleich zu einer glatten Probenoberfläche steigt [42], Abb. 2.12. Aufgrund dieses Kanteneffekts erscheinen Korngrenzen der erhobenen Austenitkörner in den Aufnahmen (z.B. Abb. 2.13) sehr hell, während die restliche Austenitkornfläche aufgrund der fehlenden Topographie homogen grau dargestellt wird. Ferrit wird im Gegensatz zum edleren Austenit während der Probenpräparation lokal inhomogen abgetragen, was zu einem Oberflächenrelief und damit lokal unterschiedlichen Grauwerten führt.

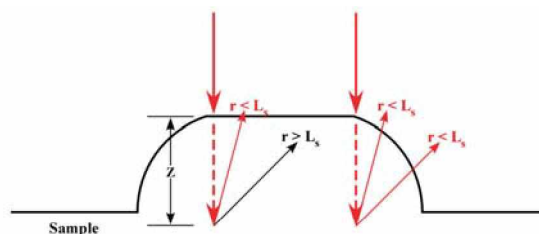


Abbildung 2.12.: Oberflächenrauigkeiten beeinflussen die Wahrscheinlichkeit, mit der ein Sekundärelektron aus der Probe entkommen kann. Ist die Entstehungstiefe r eines Sekundärelektrons größer als dessen mittlere freie Weglänge L_s , kann das Elektron nicht austreten [42].

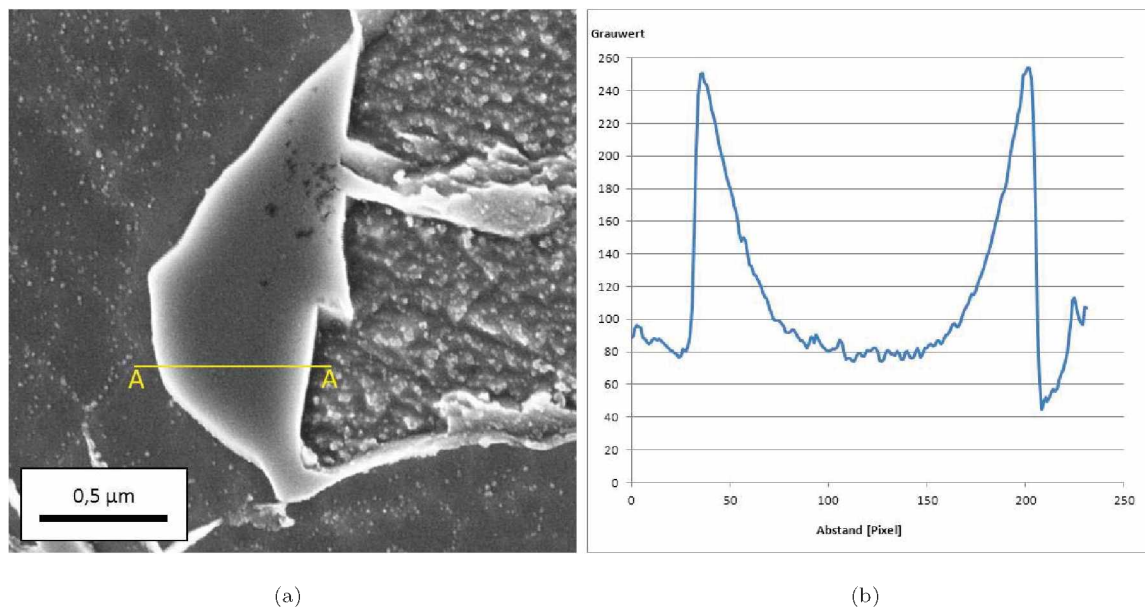


Abbildung 2.13.: (a) Beispiel für die Überstrahlung einer Austenit-Korngrenze und (b) Grauwertverteilung entlang des Profils A-A

• Linsenfehler

Im REM kommen anstatt von optischen Linsen magnetische Linsen zum Einsatz, welche wie alle Linsensysteme Fehler in Form von sphärischer und chromatischer Aberration, sowie Astigmatismus aufweisen [43]. Die beiden Ersteren begrenzen durch die unterschiedliche Ablenkung von Elektronenstrahlen die maximale Auflösung. Deren Einfluss kann durch die Wahl von niedrigeren Strahlenergien, kleineren Aperturblendendurchmessern sowie kürzeren Arbeitsabständen minimiert werden. Astigmatismus führt durch die Verzerrung des ansonsten kreisrunden Elektronenstrahls (Abb. 2.14) zu Unschärfen und Bildverzerrungen [41].

Astigmatismus kann nicht verhindert, wohl aber durch richtige Einstellung der magnetischen Korrekturspulen korrigiert werden. Da Astigmatismus unter anderem sehr sensitiv auf Änderungen der dielektrischen Eigenschaften (Aufladung) der Probe als auch auf kleine Mengen an Kohlenstoffkontamination reagiert, ist besonders bei dicken und magnetischen Materialien eine regelmäßige Anpassung der Korrektureinstellungen notwendig [42].

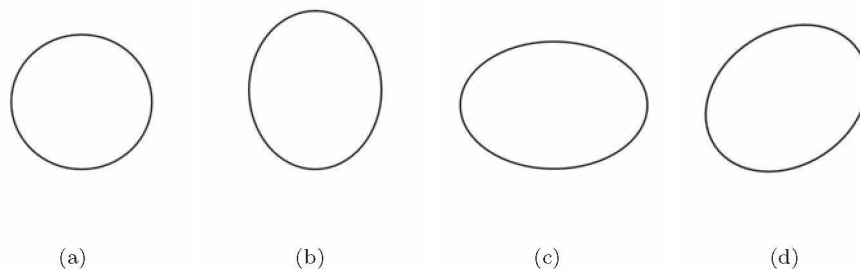


Abbildung 2.14.: Schematische Verzerrung einer kreisrunden Struktur (a) aufgrund von Astigmatismus. Die Verzerrung kann entlang einer Achse (b) und (c), als auch kombiniert (d) erfolgen.

- **Kontamination**

Aufgrund von Verschmutzungen (z.B. in Form von Fingerabdrücken), 'gasenden' Proben oder gefetteten Dichtungsringen herrscht trotz des Vakuums im Probenraum ein hoher Partialdruck an Kohlenwasserstoffen und Siliconölen, die auf der Probenoberfläche adsorbieren. Trifft ein Elektronenstrahl auf diese Probenoberfläche, so werden die dort adsorbierten Verbindungen gespalten und vernetzt, wodurch Kontaminationsschichten aufwachsen. Diese erscheinen wegen der geringen Sekundärelektronen-Ausbeute von Kohlenstoff dunkel [41, Seite 331].

Durch die Ablagerung von Kohlenwasserstoffen aus dem Vakuum als auch durch Oberflächendiffusion gelangen immer wieder Kohlenwasserstoffe in den mit Elektronen bestrahlten Bereich. Besonders bei den hohen Strahlstromdichten eines Feldemission-Elektronenmikroskops und bei hohen Vergrößerungen können so sehr schnell störende Kontaminationsschichten entstehen. Ein wichtiges Ziel in der praktischen Mikroskopie ist daher, den Anteil von Kohlenwasserstoffen im Vakuum minimal zu halten [41, Seite 253].

Kapitel 3.

In-situ Verformungsexperiment an einem TRIP800

3.1. Probenmaterial und -geometrie

Der in dieser Diplomarbeit verwendete Stahl TRIP800 wurde, als Band der Dicke 1,5 mm, von voestalpine Stahl GmbH Linz zur Verfügung gestellt. Die ungefähre chemische Zusammensetzung ist in Tabelle 3.1 aufgelistet, die wichtigsten mechanischen Kennwerte in Tabelle 3.2. Der Zahlenwert '800' steht dabei für die Zugfestigkeit des Materials.

Tabelle 3.1.: Ungefähre Legierungszusammensetzung des verwendeten TRIP800 in Massenprozenten.

Elemente	Gehalt [m%]
C	~ 0,2
Si+Al	~ 1,4
Mn+Cr+Mo	~ 2,3
Fe	Rest

Tabelle 3.2.: Wichtige mechanische Kennwerte des TRIP800 in Abhängigkeit von der Prüfrichtung.

Q = quer zur Walzrichtung, L = parallel zur Walzrichtung, D = 45° zur Walzrichtung.

	E [GPa]	$R_{p0,2}$ [MPa]	R_m [MPa]	A_g [%]	A_{80} [%]
Q		614	844	18,6	24,4
L		566	840	19,7	25,0
D		580	831	19,4	24,6
○	211	584	830	19,3	24,7

Die Untersuchung der Restaustenitstabilität in diesem Material erfolgte mithilfe von magnetischen Messungen durch die voestalpine Stahl GmbH Linz. Das Ergebnis dieser Messungen ist in Abbildung 3.1 als Restaustenitgehalt in Abhängigkeit vom Reckgrad dargestellt. Das unverformte Material enthält demnach 16 % Restaustenit. Mit zunehmender plastischer Verformung nimmt der Austenitgehalt kontinuierlich ab, wobei bei einem Reckgrad von 18 % noch immer etwa 6 % Restaustenit im Material verbleibt.

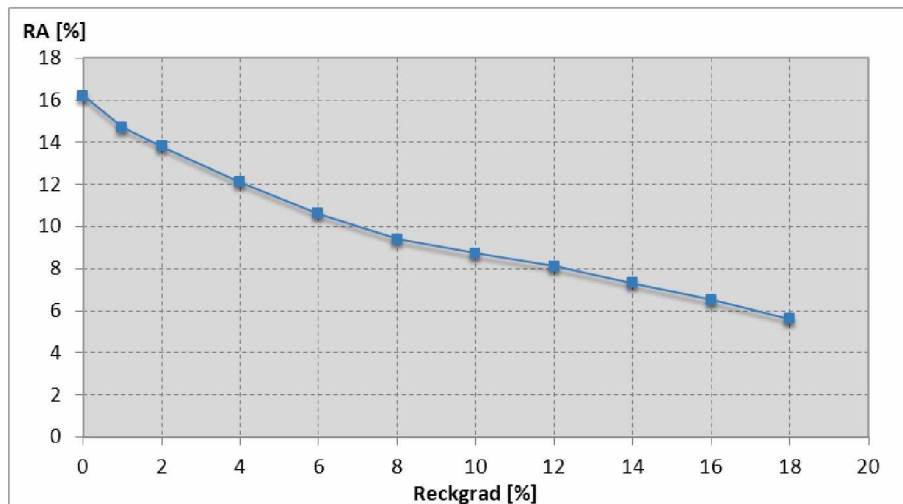


Abbildung 3.1.: Ergebnis der magnetischen Messungen des Restaustenitgehalts im TRIP800 in Abhängigkeit vom Reckgrad.

Aus diesem Material wurden für die Verformungsversuche in Walzrichtung orientierte, kleine Zugproben herausgearbeitet, deren Geometrie in Abbildung 3.2 dargestellt ist.

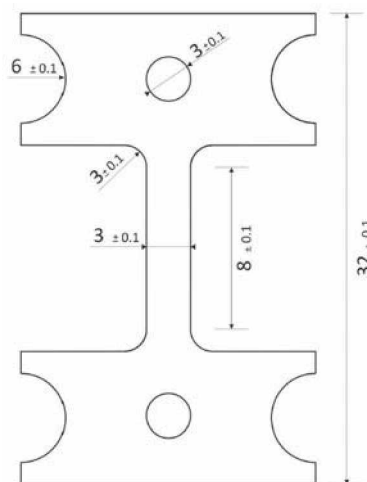


Abbildung 3.2.: Abmessungen der Zugproben für die Verformungsversuche.

3.2. Probenpräparation

Farbätzungen sind für Untersuchungen im Rasterelektronenmikroskop (REM) aufgrund der gebildeten Schichten nicht geeignet. Die für diesen Zweck gängige Präparationsmethode ist das elektrolytische Polieren, bei dem die Probe als Anode geschaltet, in einen Elektrolyten getaucht und unter Spannung gesetzt wird. Werden die Parameter Spannung, Temperatur und Polierzeit geeignet gewählt, entsteht ein Oberflächenrelief, in dem die edleren Bestandteile gegenüber den unedleren leicht erhaben sind. Die Stärke dieses Reliefs ist somit auch von der relativen Position der Phasen in der elektrochemischen Spannungsreihe abhängig. Wie zuvor erwähnt, sind Austenit und Martensit aufgrund des höheren C-Gehaltes edler als Ferrit und stehen somit hügelartig aus der ferritischen Matrix hervor (Abb. 3.3), können aber nicht zweifelsfrei voneinander unterschieden werden.

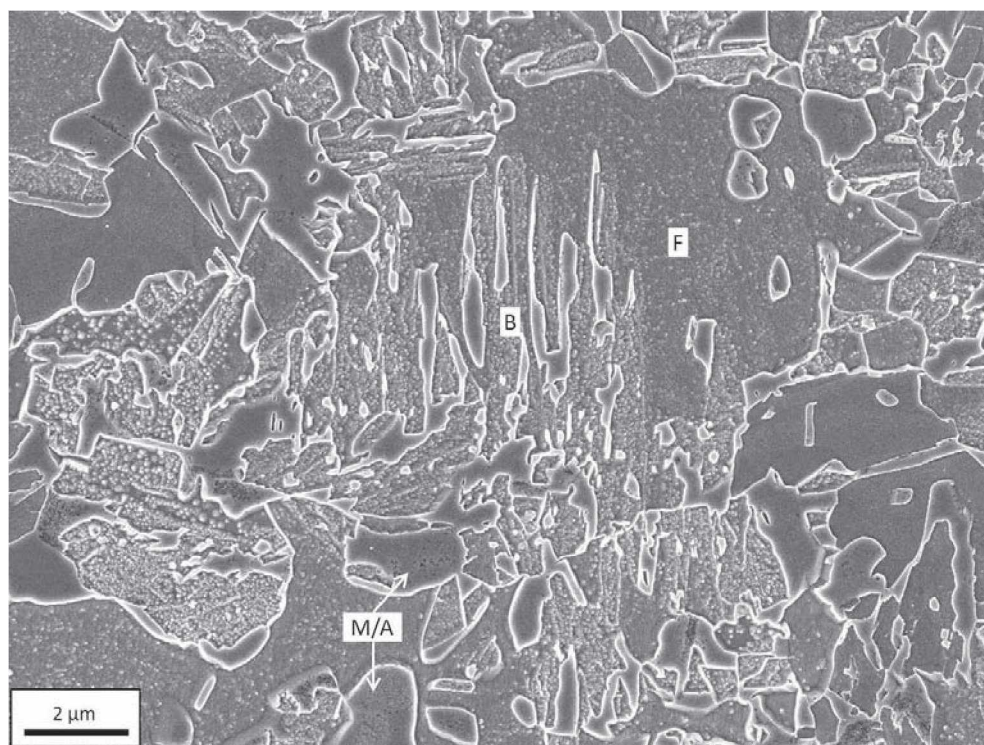


Abbildung 3.3.: Typische TRIP-Mikrostruktur nach dem elektrolytischen Polieren bei 15.000-facher Vergrößerung. (A = Austenit, M = Martensit, F = Ferrit, B = Bainit)

3.2.1. Verwendete Parameter

In Tab. 3.3 sind die für die nach dem mechanischen Schleifen und Polieren erfolgte elektrolytische Probenpräparation gewählten Parameter aufgelistet. Wichtig war insbesondere das sofortige Abspülen der Proben mit reichlich Ethanol, um Ätزرückstände auf der Probenoberfläche zu vermeiden. Anschließend wurden die Proben im Warmluftstrom für 2 min getrocknet.

Tabelle 3.3.: Parameter für die elektrolytische Probenpräparation.

Elektrolyt	Struers A2
Spannung	28 V
Flussrate	10
Temperatur	RT
Dauer	6 s
Maskengröße	0,5 cm ²

3.3. In-situ Verformungsversuche und digitale Bildkorrelation

In-situ-Elektronenmikroskopie erfreut sich schon seit einiger Zeit großer Beliebtheit und wurde in verschiedensten Bereichen der Physik, Chemie und Werkstoffwissenschaften bereits mehrfach erfolgreich angewendet [43].

Bei der Durchführung der Verformungsversuche kam ein Zug-Druck-Modul der Firma Kammrath & Weiss [44] mit angeschlossener 10 kN Kraftmessdose und induktiver Wegmessung zum Einsatz, vgl. Abbildung 3.4 (a). Dieses Modul, welches für den Verformungsversuch in ein Rasterelektronenmikroskop installiert wurde, erlaubt eine verschiebungsgesteuerte Deformation der Probe bei gleichzeitiger Aufnahme der Querhauptverschiebung und der resultierenden Kraftantwort. Aufgrund des Anteils an Maschinennachgiebigkeit an der Querhauptverschiebung und der nicht definierten Messlänge sind die Kraft-Weg-Kurven nicht ohne weiteres in Spannungs-Dehnungs-Kurven umrechenbar, was im Rahmen dieser Diplomarbeit jedoch nicht notwendig

war.

Die Probe wurde in Probenaufnehmern formschlüssig (Abb. 3.4 (b)) fixiert; zusätzlich wurde nach der Aufbringung einer Vorkraft mittels Reibbacken und einer Schraubverbindung ein Kraftschluss realisiert.

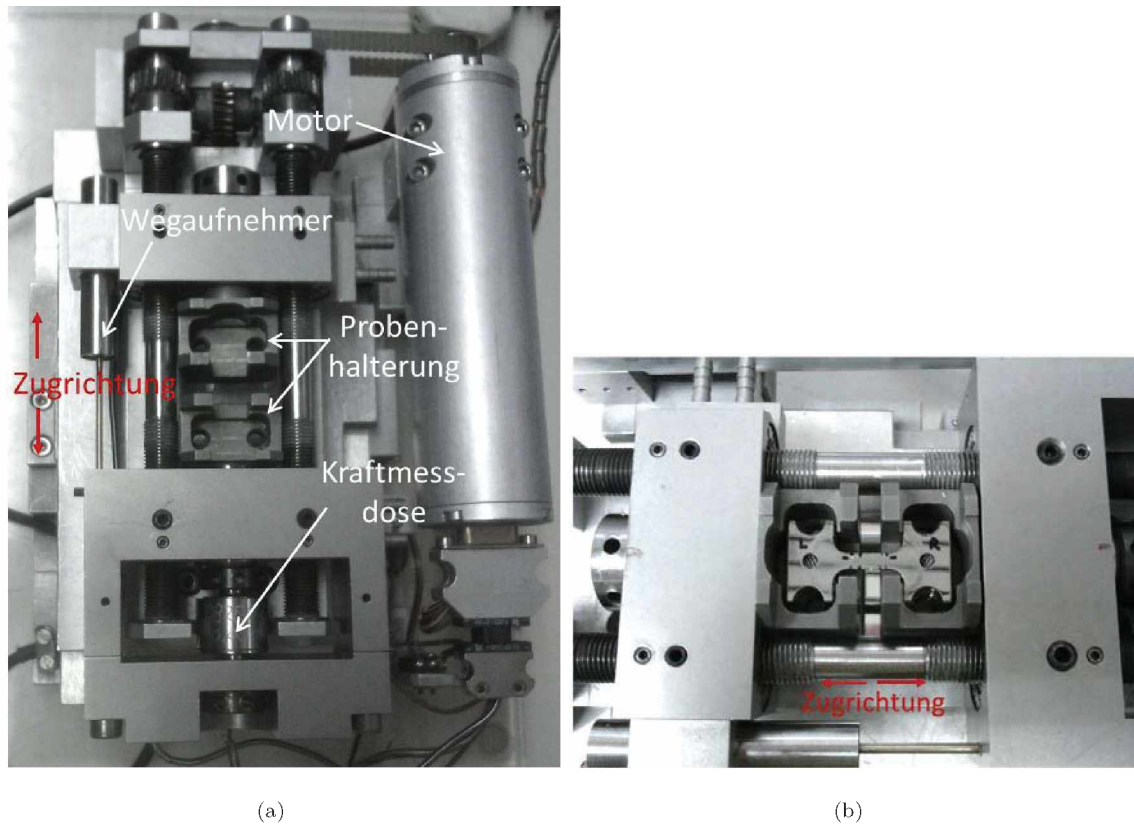


Abbildung 3.4.: (a) Zug-Druck-Modul der Firma Kammrath & Weiss ohne eingebaute Probe, (b) formschlüssige Aufnahme der Probe in den Probenhaltern.

3.3.1. REM-Parameter für in-situ-Versuche

Der in-situ-Zugversuch wurde mit einer Verformungsgeschwindigkeit von $5 \frac{\mu\text{m}}{\text{s}}$, bei zwei unterschiedlichen Vergrößerungen, durchgeführt. Da die Probe im in-situ-Zugversuch fest im Zugmodul in konstanter Höhe eingespannt ist, musste der Arbeitsabstand aufgrund der Querkontraktion der Probe ständig angepasst werden.

Tab. 3.4 listet die relevanten Parameter der Bildaufnahme auf. Die resultierende Bildpunktgröße berechnet sich bei 2.360-facher Vergrößerung zu 58,6 nm/Pixel, bei 11.800-

facher Vergrößerung zu 11,7 nm/Pixel.

Tabelle 3.4.: Experimentelle Parameter für den in-situ Verformungsversuch

Einstellungen REM		Einstellungen Bildaufnahme	
EHT	10 kV	Auflösung	2048 x 1536 Pixel
Arbeitsabstand	19,21 ± 0,06 mm	Scan Speed	9
Vergrößerung	2.360x/11.800x	# Line averaging	2
Aperture Size	30 µm	Helligkeit	45,6 %
Detektor	InLens	Kontrast	47,6 %

3.3.2. Spannung-Weg-Verlauf der in-situ-Verformung

Abb. 3.5 zeigt den Spannung-Weg-Verlauf des in-situ-Zugversuchs, der bis zum Bruch der Probe durchgeführt wurde. Die Verformung wurde zum Zweck der Bildaufnahme in regelmäßigen Abständen gestoppt, was zu sichtbaren Relaxationserscheinungen im Kurvenverlauf führte. Insgesamt wurden, für zwei unterschiedliche Vergrößerungen, jeweils 16 Aufnahmen der Mikrostruktur angefertigt.

In Abb. 3.5 sind außerdem vier ausgewählte Positionen im Spannungs-Verschiebungs-Verlauf markiert. Die an diesen Positionen erstellten Aufnahmen wurden, für beide gewählte Vergrößerungen, mittels digitaler Bildkorrelation ausgewertet. Die dazugehörigen Gesamtdehnungen wurden mit der Bildkorrelation abgeschätzt und enthalten, da die Probe während der Aufnahme weiterhin unter Last blieb, auch elastische Dehnungsanteile. Diese Dehnungsabschätzung ist nur bei hinreichender Größe des analysierten Bildausschnittes gültig und konnte in diesem Fall aufgrund der niedrigen, 2.360-fachen Vergrößerung und der damit verbundenen großen Anzahl an Körnern im Bild angewendet werden.

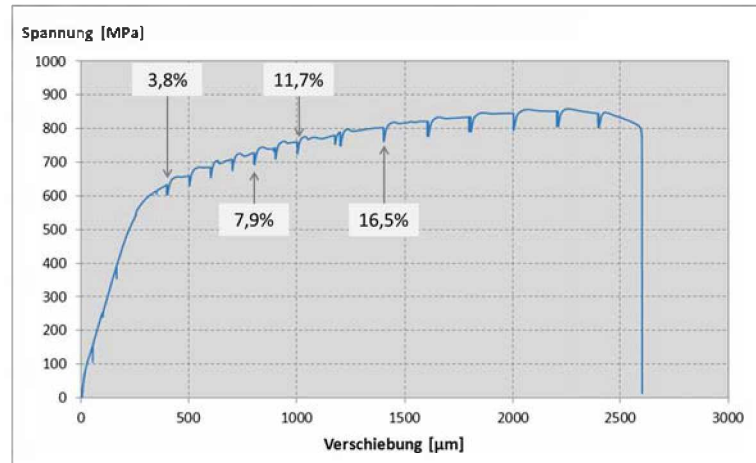


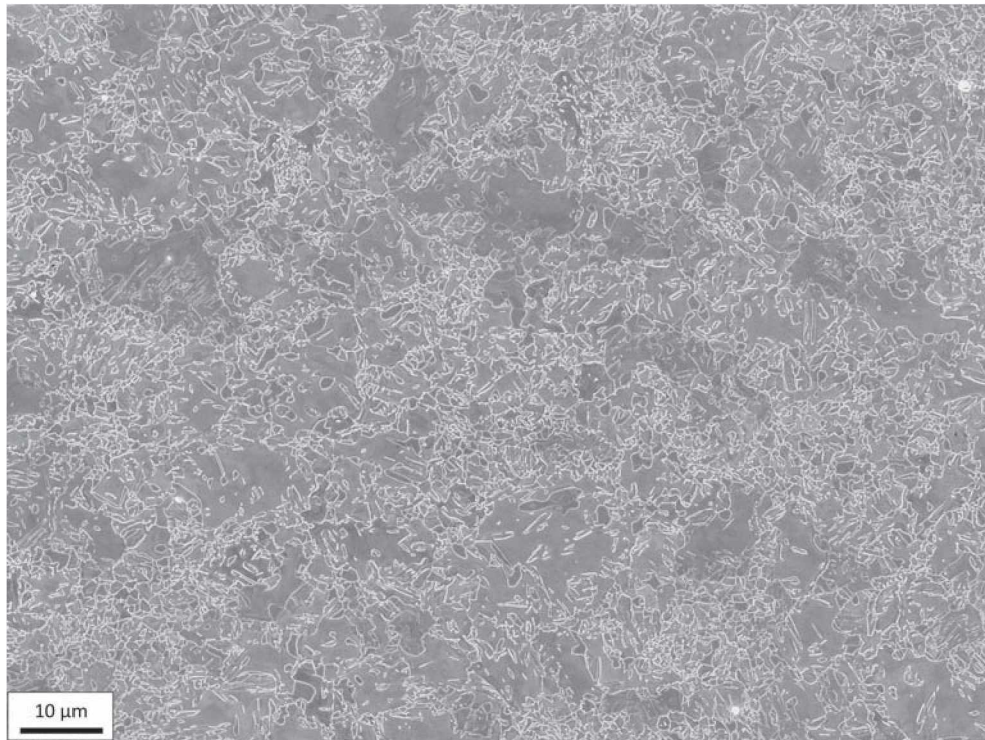
Abbildung 3.5.: Verlauf von Spannung und Verschiebung im in-situ-Zugversuch.

3.3.3. Resultate im Observationsbereich $120 \mu\text{m} \times 90 \mu\text{m}$ (2.360-fache Vergrößerung)

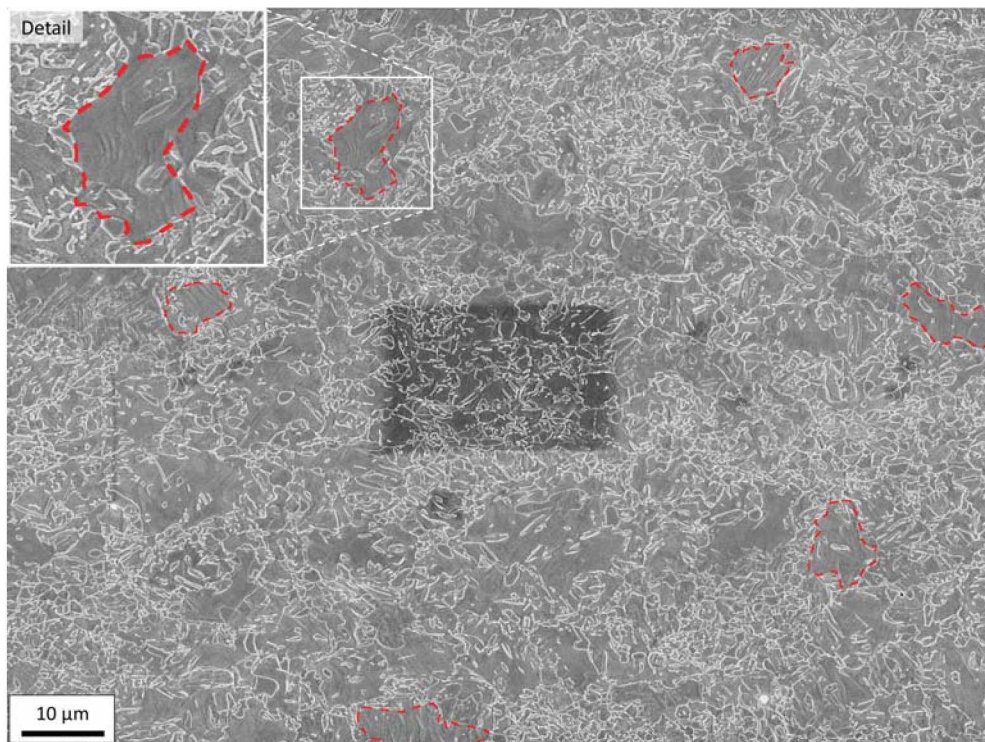
Visuelle Beurteilung der REM-Aufnahmen

In Abb. 3.6 sind REM-Aufnahmen desselben Mikrostrukturbereiches (a) im unverformten sowie (b) im deformierten Zustand nach 16,5 % Verformung dargestellt. Die Korngrenzen der Austenit- bzw. Martensitkörner sind sehr deutlich sichtbar und ermöglichen so schon bei dieser Vergrößerung eine einfache Abgrenzung zum Ferrit.

In Abb. 3.6 (b) ist der stark kontaminierte Bereich im Zentrum auffällig. Dies ist darauf zurückzuführen, dass für jedes aufgenommene Bild bei 2.360-facher Vergrößerung ein zusätzliches Bild mit verfünffacher Vergrößerung aufgenommen wurde; dieser Bereich wurde somit stärker kontaminiert. In den größeren ferritischen Körnern (rot umrandet) sind neue Strukturen sichtbar, was auf ein starkes plastisches Fließen des Materials in diesen Bereichen hindeutet.



(a)



(b)

Abbildung 3.6.: REM-Bilder bei (a) 0 % und (b) 16,5 % Verformung.

Dehnungskarten

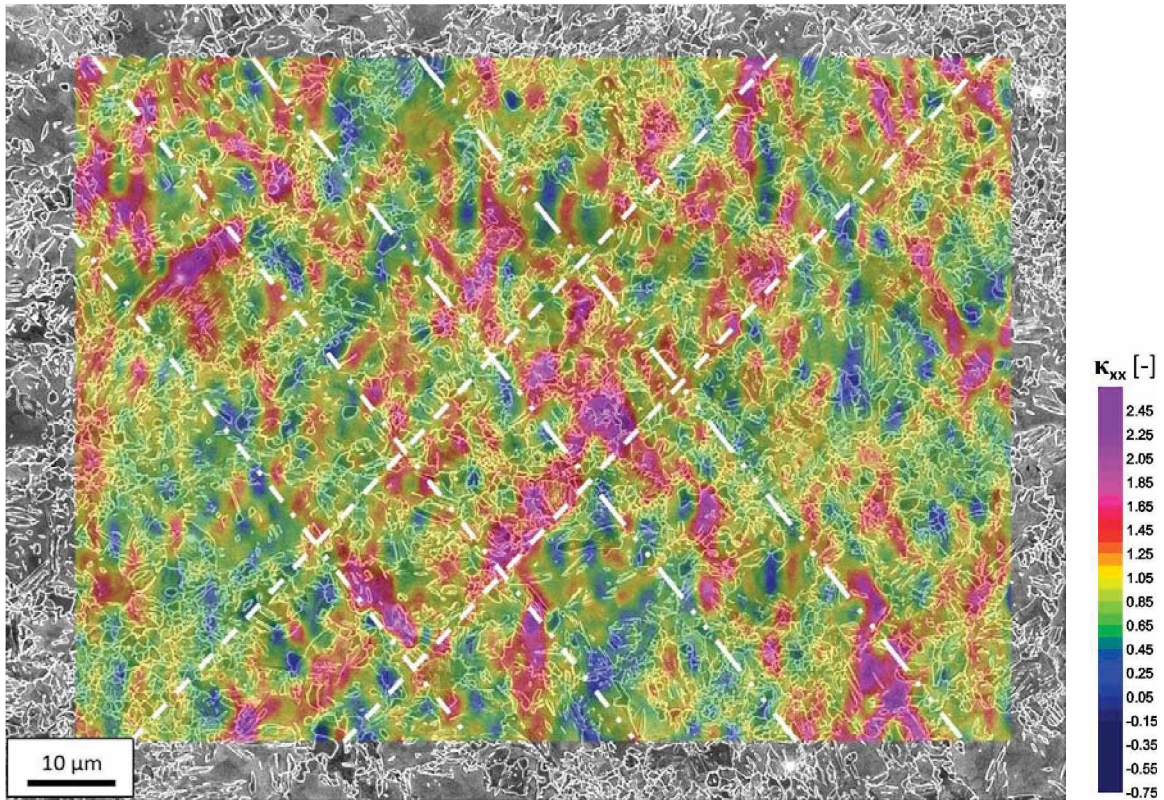
Abb. 3.7 zeigt, in Dehnungsschritten von ca. 4 %, die Entwicklung der normierten Dehnung in Zugrichtung, κ_{xx} , Abb. 3.7 die dazugehörigen normierten Dehnungen in Transversalrichtung, κ_{yy} .

Vergleicht man die κ_{xx} -Dehnungskarten in Abb. 3.7 (a) bis (d), so fällt auf, dass die Verformung bevorzugt in unterbrochenen Bändern abläuft. Es treten teilweise starke Dehnungskonzentrationen mit Dehnungswerten bis zum 2,5-fachen der durchschnittlichen Dehnung in diesem Bildausschnitt auf. Die Positionen dieser Dehnungskonzentrationen sind schon im ersten Verformungsintervall (bis 3,8 % Dehnung, Abb. 3.7 (a)) definiert und ändern sich bis zum letzten Verformungsintervall nicht. Diese Stellen sind vermutlich besonders kritisch für die Werkstoffschädigung durch Porenbildung.

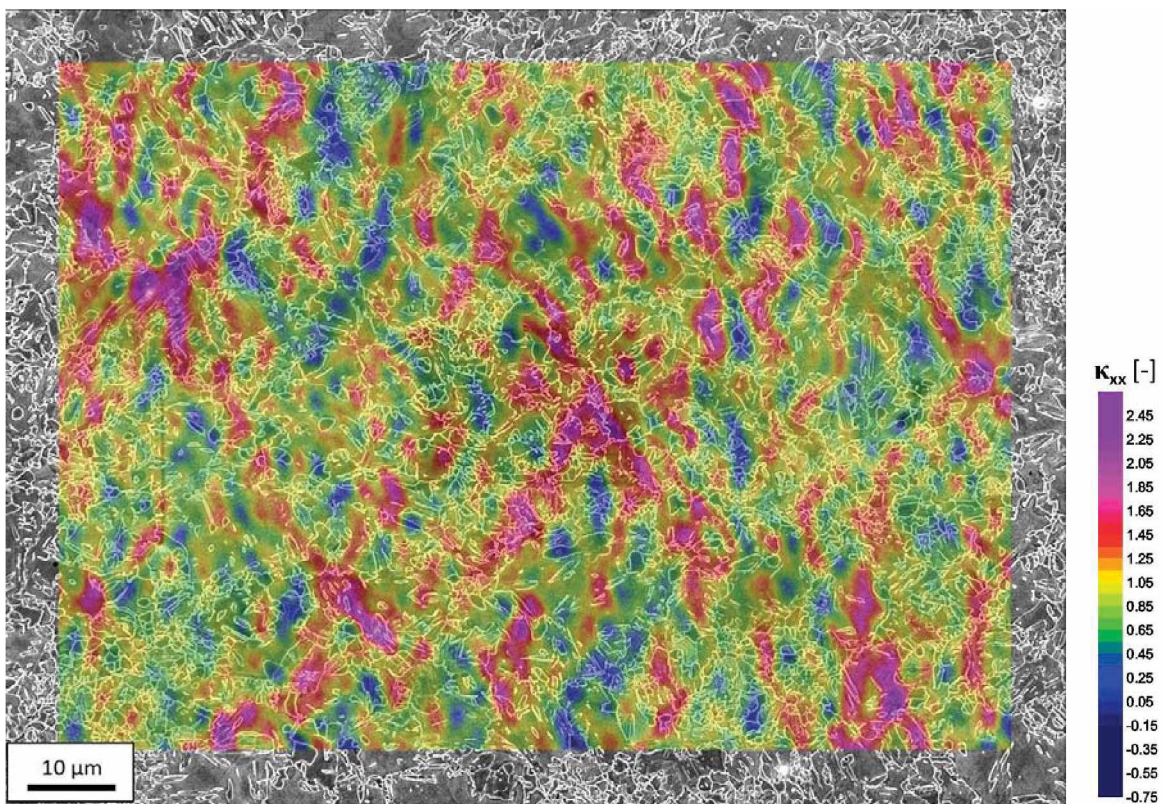
Wie in Abb. 3.7 (a) eingezeichnet, sind diese starken Verformungskonzentrationen im frühen Verformungsstadium entlang von ca. 45 Grad zur Zugrichtung geneigten Bändern miteinander verbunden. Zwei dieser Bänder schneiden sich genau in jenem Bildausschnitt, der in Kapitel 3.3.4 diskutiert wird. Mit zunehmender Verformung (Abb. 3.7 (b) bis (d)) ändert sich deren Ausrichtung; Zonen mit starker Verformung sind dann normal zur Zugrichtung orientiert.

Zusätzlich treten auch schwächer ausgeprägte Verformungskonzentrationen auf (orange bis rot gefärbt), die bevorzugt normal zur Zugrichtung orientiert sind und zum Großteil je nach betrachtetem Verformungsintervall ihre Position ändern. Weiters existieren Bereiche ohne bzw. niedriger Verformung (blau gefärbt), deren Positionen ebenfalls bis zum letzten betrachteten Verformungsschritt annähernd konstant bleiben.

Die Querkontraktion eines ideal plastischen Materials liegt, aufgrund der Volumskonstanz, bei $\nu = 0,5$; im elastischen Bereich gilt $\nu \approx 0,3$. Aus den mittleren Dehnungen in diesem Bildausschnitt wurde die Querkontraktion mit $\nu = 0,4$ berechnet, was ein plausibler Wert für elastisch-plastische Verformung ist. Da κ_{yy} formell der Querkontraktion entspricht, sind Bereiche mit dieser Querkontraktion in Abb. 3.8 grün gefärbt. Diese Darstellungen zeigen jedoch, dass ein großer Teil des betrachteten Bildausschnittes eine nur sehr geringe Querkontraktion (blau gefärbt) aufweist, während in anderen Teilen starke Kontraktionsmaxima auftreten. Der Vergleich mit den κ_{xx} -Verteilungen aus Abb. 3.7 zeigt, dass die Positionen der κ_{xx} - und κ_{yy} -Konzentrationen in vielen Fällen zusammenfallen; in Zugrichtung hoch verformte Gebiete kontrahieren dementsprechend stark in Querrichtung. Im Gegensatz zu den angesprochenen Verformungsbändern in Zugrichtung sind in Transversalrichtung keine ausgeprägten Verformungsbänder erkennbar.



(a) $\epsilon_{xx,avg} = 3,8 \%$



(b) $\Delta\epsilon_{xx,avg} = 4,1 \%$

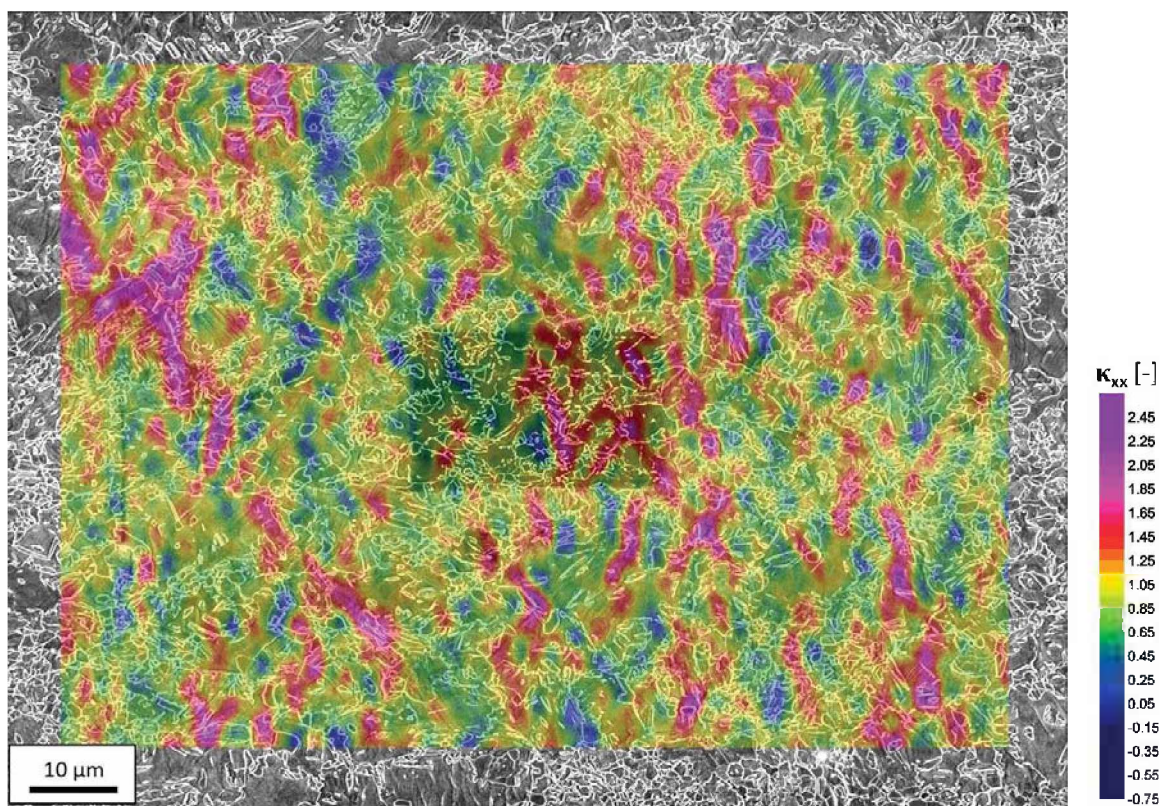
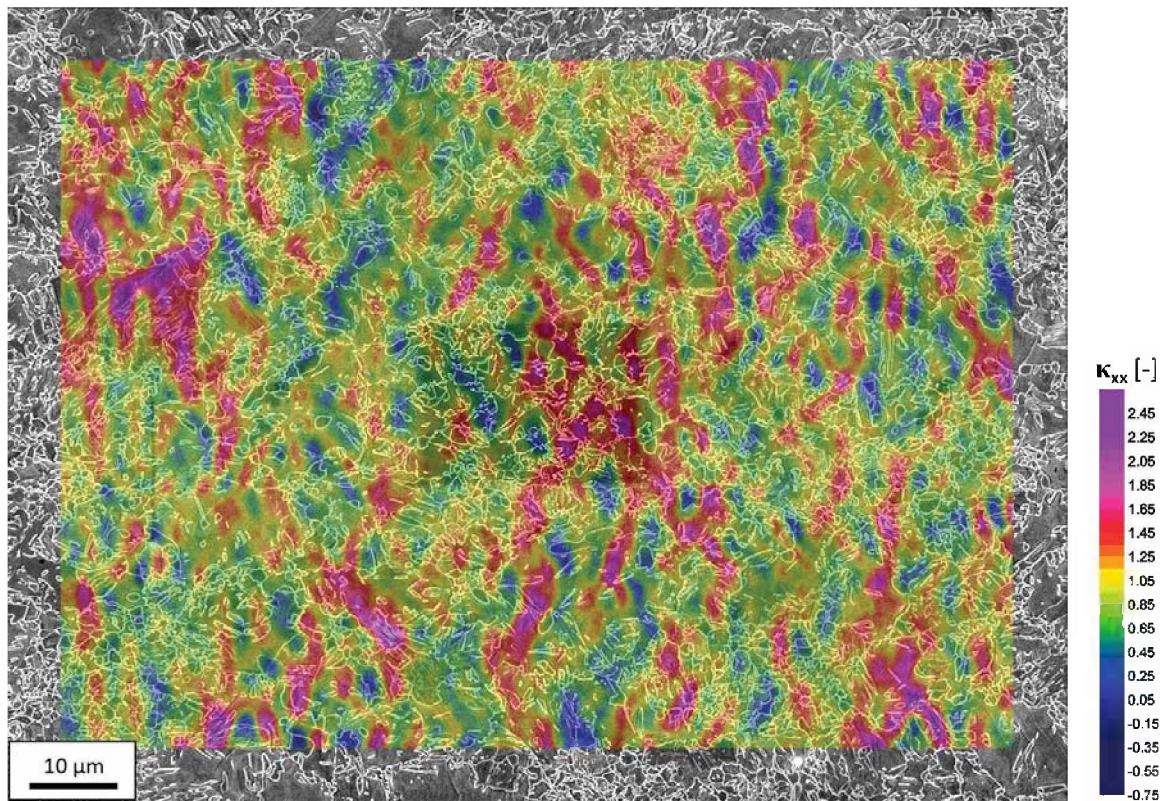
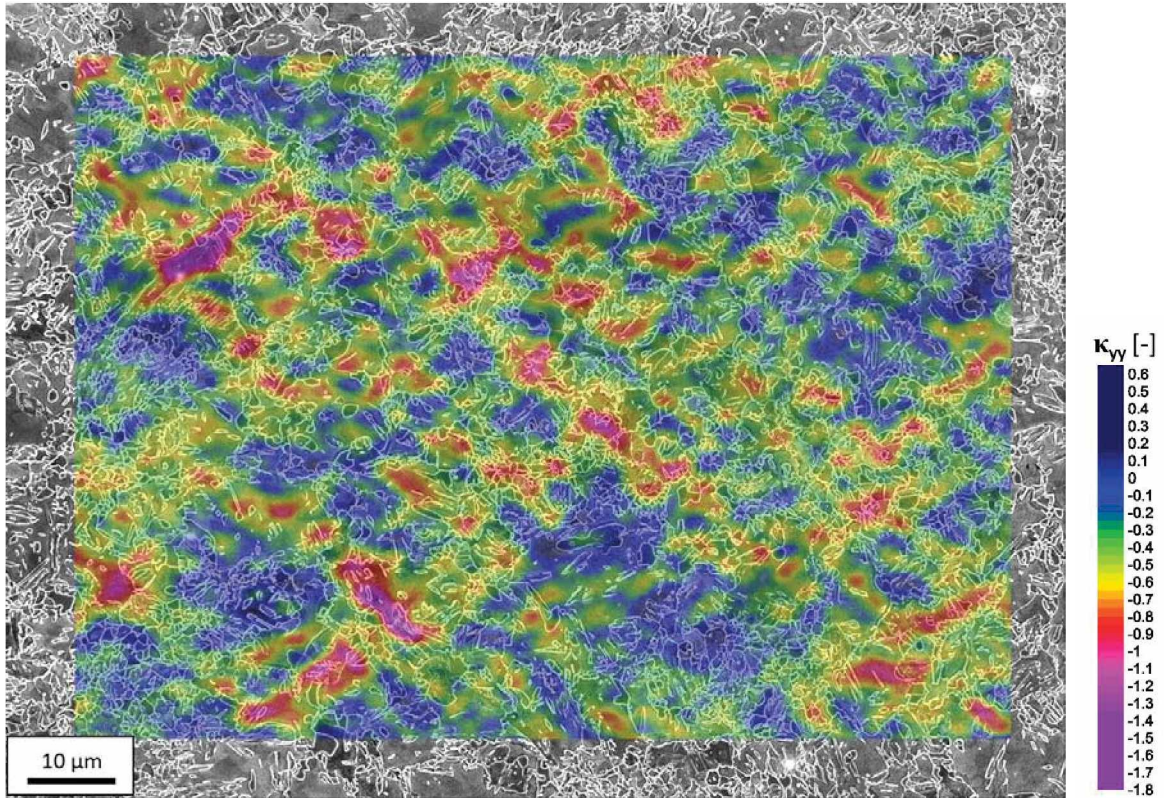
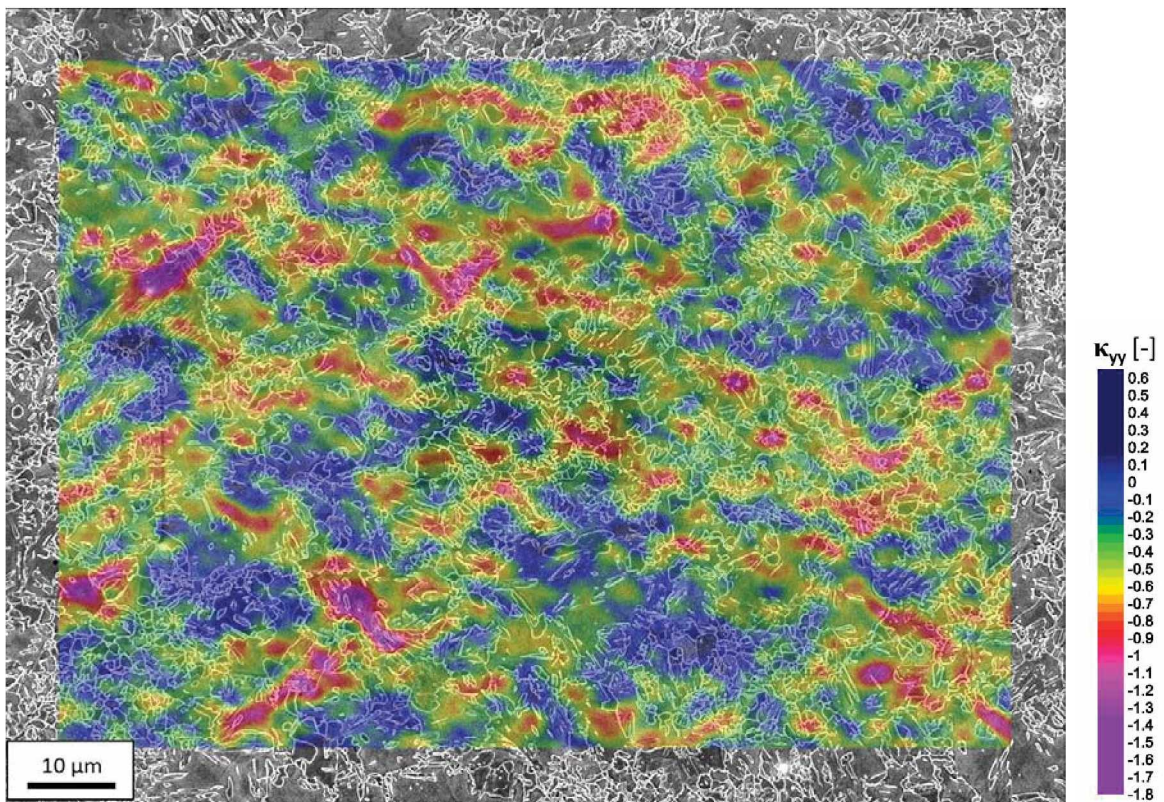


Abbildung 3.7.: κ_{xx} -Dehnungskarten im Intervall zwischen (a) 0 und 3,8 %, (b) 3,8 und 7,9 %, (c) 7,9 und 11,7 % sowie (d) 11,7 und 16,5 % Gesamtverformung. Die Belastungsrichtung ist horizontal.



(a) $\epsilon_{xx,avg} = 3,8 \%$



(b) $\Delta\epsilon_{xx,avg} = 4,1 \%$

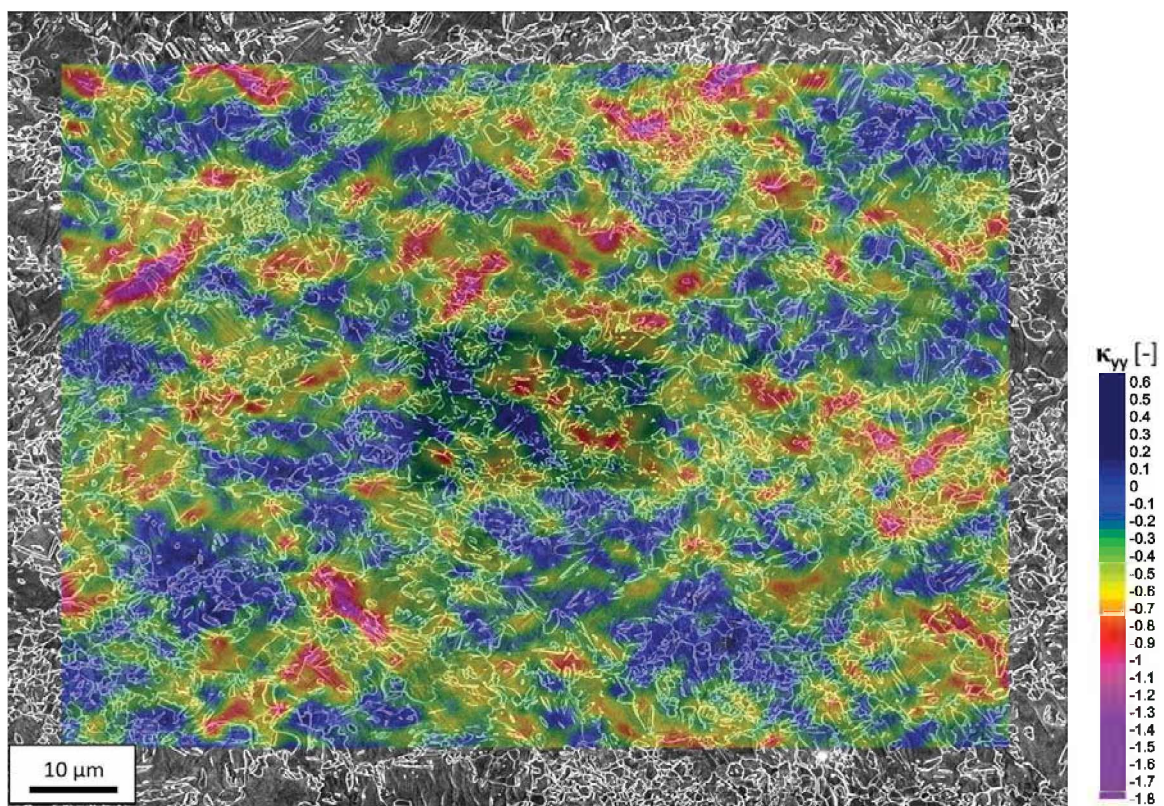
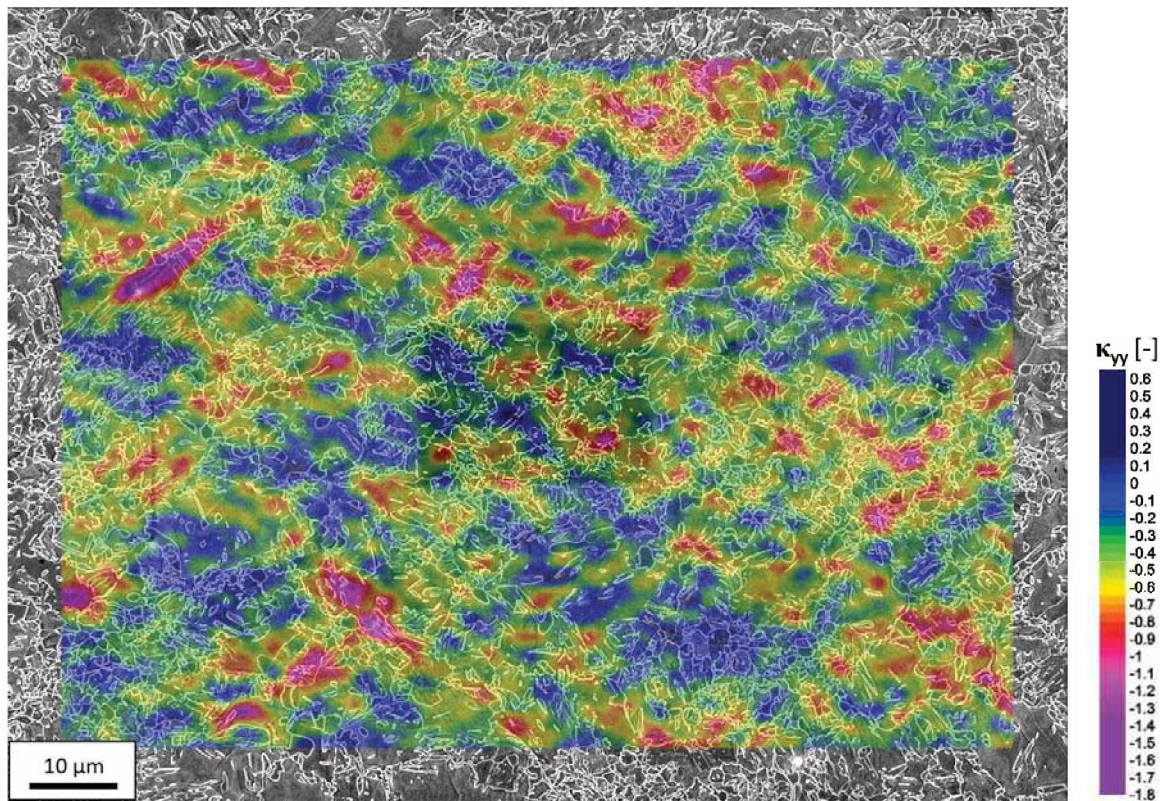


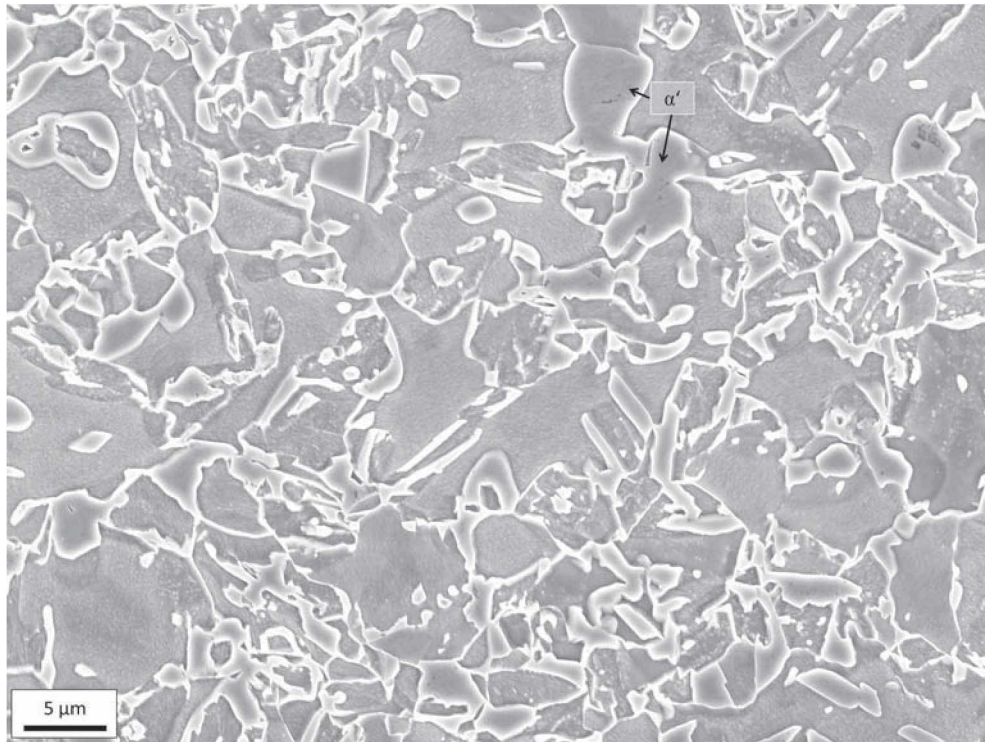
Abbildung 3.8.: κ_{yy} -Dehnungskarten im Intervall zwischen (a) 0 und 3,8 %, (b) 3,8 und 7,9 %, (c) 7,9 und 11,7 % sowie (d) 11,7 und 16,5 % Gesamtverformung. Die Belastungsrichtung ist horizontal.

3.3.4. Resultate im Observationsbereich 24 μm x 18 μm (11.800-fache Vergrößerung)

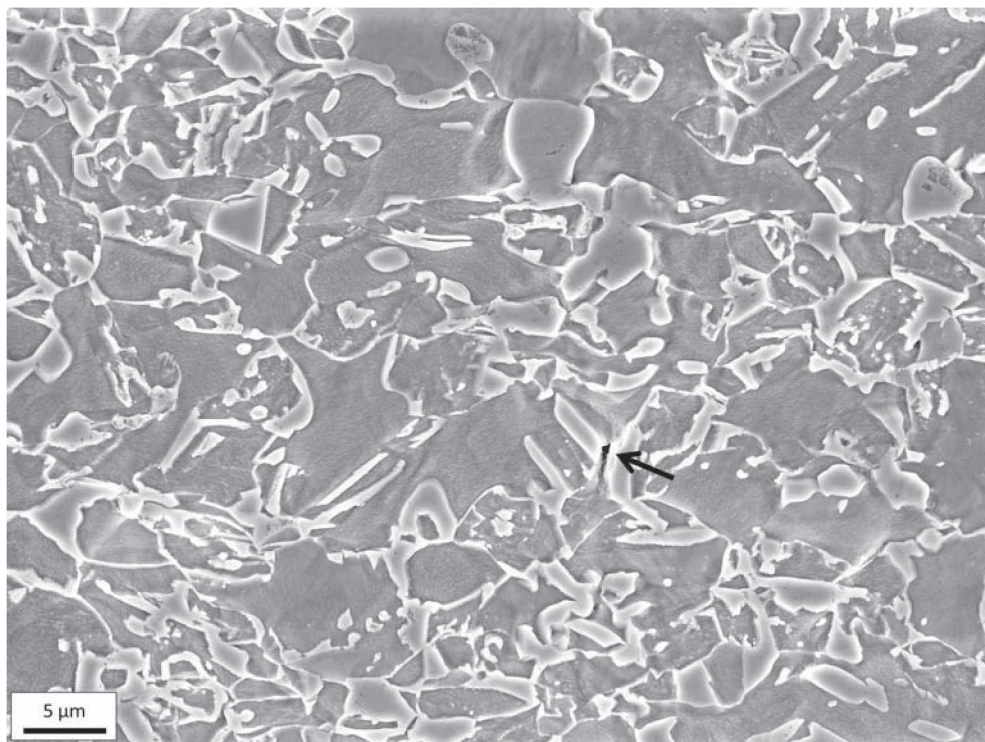
Visuelle Beurteilung der REM-Aufnahmen

In Abbildung 3.9 sind REM-Aufnahmen desselben Mikrostrukturbereiches (a) im unverformten sowie (b) im deformierten Zustand nach 16,5 % Verformung, bei einer 11.800-fachen Vergrößerung, dargestellt. Die zwei größten Körner im Bildausschnitt (beide deutlich $> 3 \mu\text{m}$) zeigen eine leichte Strukturierung und sind, vermutlich durch unzureichende Stabilisierung aufgrund ihrer Größe, bereits im unverformten Zustand martensitisch. Die ferritische Matrix in der Nähe dieser Martensitkörner wurde stark verformt, auch weist der Werkstoff bereits eine erste Schädigung in Form einer Pore auf (mit Pfeil markiert).

Abb. 3.10 vergleicht, stellvertretend für den gesamten 24 μm x 18 μm -Bereich, einzelne, ausgewählte Körner (a) im unverformten Zustand und (b) nach einer Verformung von 16,5 %. Kein einziges Korn im observierten Bereich zeigte durch die Verformung eine auffällige Änderung der Oberfläche oder Morphologie, mithilfe derer eindeutig auf eine martensitische Umwandlung geschlossen werden könnte.



(a)



(b)

Abbildung 3.9.: REM-Bilder bei (a) 0 % und (b) 16,5 % Verformung.

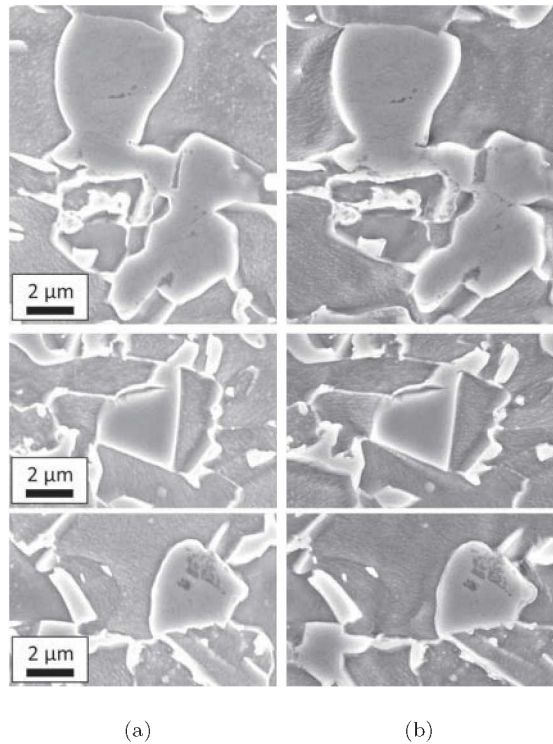


Abbildung 3.10.: Ausgewählte Körner aus Abb. 3.9 (a) im unverformten Zustand sowie (b) nach 16,5 % Verformung.

Dehnungskarten

Analog zum vorigen Kapitel wurden die REM-Aufnahmen bei einer Gesamtverformung von 3,8 %, 7,9 %, 11,7 % sowie 16,5 % mit der Methode der digitalen Bildkorrelation ausgewertet.

In den Dehnungskarten in Abb. 3.11 sind die normierten Dehnungen in Zugrichtung dargestellt, Abb. 3.12 zeigt die Dehnungskonzentrationen quer zur Zugrichtung. Aufgrund der kleineren Messlängen im Vergleich zur zuvor diskutierten 2.360-fachen Vergrößerung können lokale Verformungskonzentrationen besser aufgelöst werden, was in inhomogeneren Dehnungskarten mit stärker ausgeprägten Dehnungskonzentrationen resultiert.

In Abb. 3.11 erkennt man, dass austenitische bzw. martensitische Körner in allen Dehnungsintervallen beinahe unverformt bleiben, während sich besonders entlang deren Transversalkorngrenzen Dehnungskonzentrationen in den benachbarten ferritischen Be-

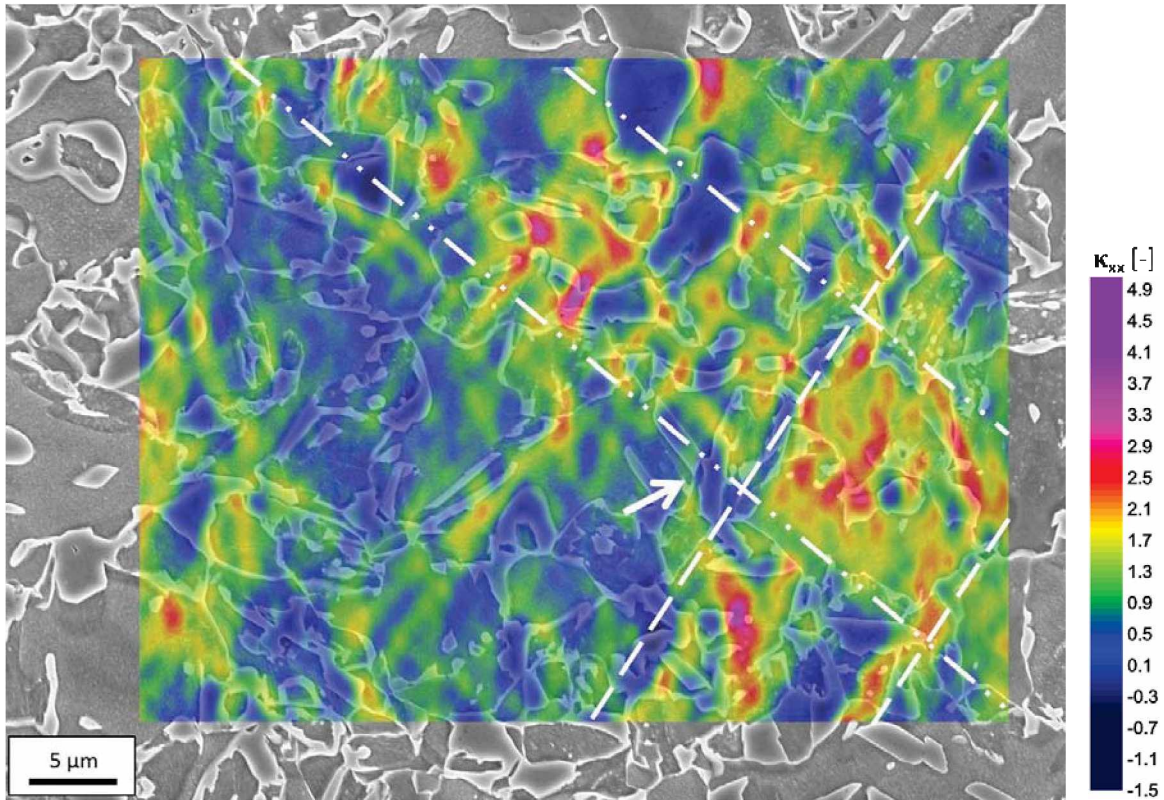
reichen ausbilden. Diese Konzentrationen gewinnen mit zunehmender Verformung an Intensität. Zusätzlich zu den unverformten, da festeren austenitischen bzw. martensitischen Phasen existieren auch ausgedehnte Bereiche im Ferrit, die bis zu einer Gesamtdehnung von über 16 % unverformt bleiben.

Wie schon im vorhergehenden Kapitel erwähnt, schneiden sich in diesem Bildausschnitt zwei der in Abb. 3.7 (a) eingezeichneten Verformungsbänder. Dieselben Bänder sind in 3.11 (a) angedeutet; in deren Schnittpunkt treten in einem größeren Bereich hohe Dehnungen auf.

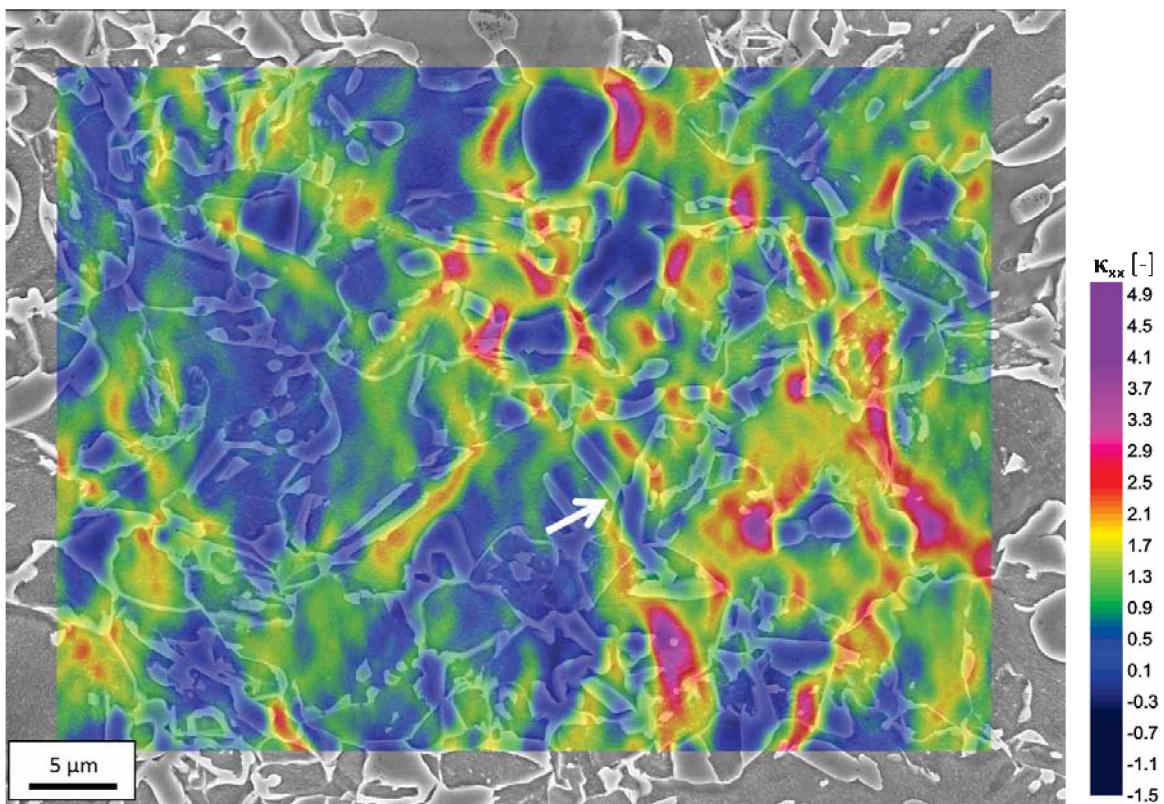
Mit zunehmender Verformung (Abb. 3.9 (c) und (d)) kristallisieren sich Verformungsbänder heraus, die normal zur Zugrichtung orientiert sind und bevorzugt entlang den Austenit- bzw. Martensitkorn Grenzen verlaufen.

Die Position der in Abb. 3.9 (b) markierte Schädigung wurde auch in Abb. 3.11 mit einem Pfeil gekennzeichnet. Bis zu einer globalen Verformung von 8 % treten in der näheren Umgebung dieser Stelle keine starken Verformungen auf. Im Dehnungsintervall zwischen 8 und 12 % Dehnung verläuft ein neu ausgebildetes, normal zur Zugrichtung orientiertes Verformungsband durch diese Position und gewinnt im darauffolgenden Dehnungsintervall an Intensität. Die Frage, ob das neu aufgetretene Verformungsband die Schädigung verursachte, oder ob eine vorhergehende Schädigung zur beobachteten Änderung der Dehnungsverteilungen führte, kann anhand der Dehnungskarten jedoch nicht beantwortet werden.

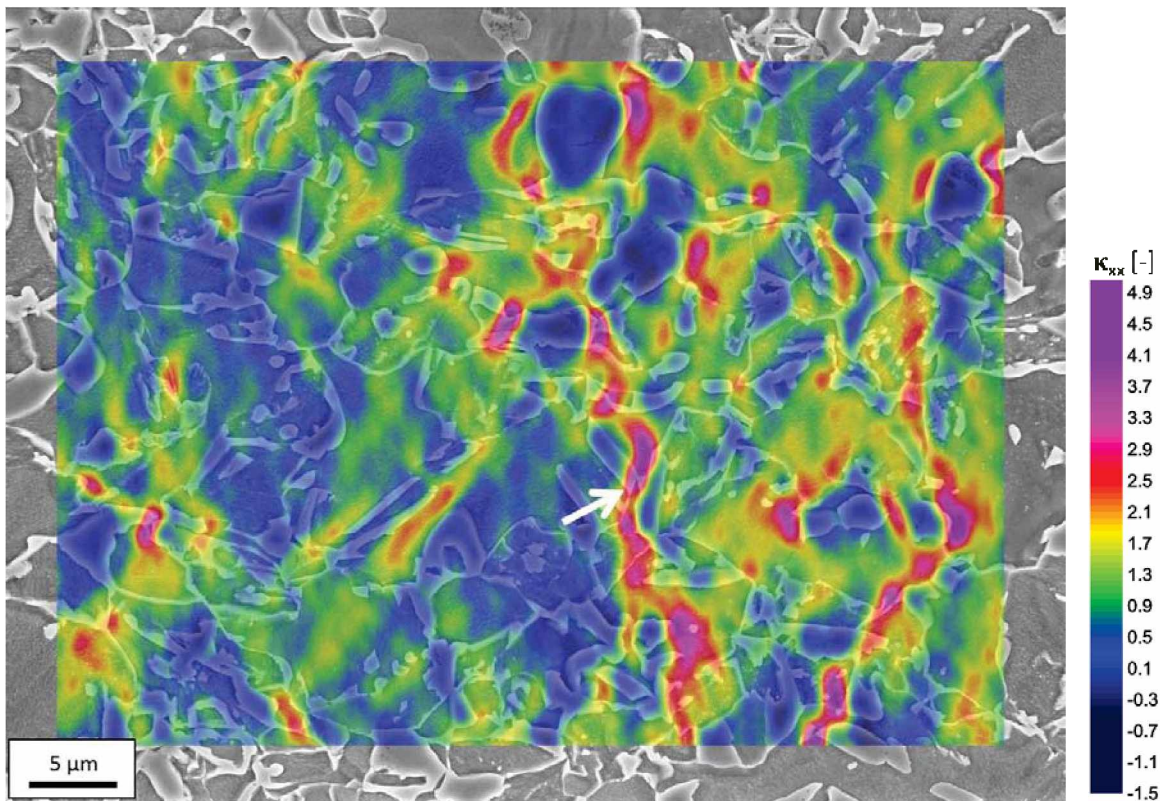
Die Verteilung der Querkontraktion (Abb. 3.12) ist in diesem Observationsbereich sehr inhomogen. Bereits im ersten Verformungsschritt (Abb. 3.12 (a)) bilden sich lokale Verformungskonzentrationen aus. Mit zunehmender Verformung (Abb. 3.12 (b)-(d)) gewinnen diese an Intensität; es treten keine neuen Stellen mit hohen Transversaldehynungen auf. Der Vergleich mit Abb. 3.11 zeigt, dass viele dieser Konzentrationen erneut an Stellen mit gleichzeitig hohen κ_{xx} -Werten zu finden sind. An einigen Positionen sind positive Querdehnungen sichtbar, die im Idealfall auf eine verformungsinduzierte Martensitumwandlung hindeuten. Aufgrund der mangelnden Vergrößerung und Bildqualität sind diese Querdehnungen aber im Bereich der Messungenauigkeiten und werden an dieser Stelle nicht diskutiert, vgl. dazu Anhang B.



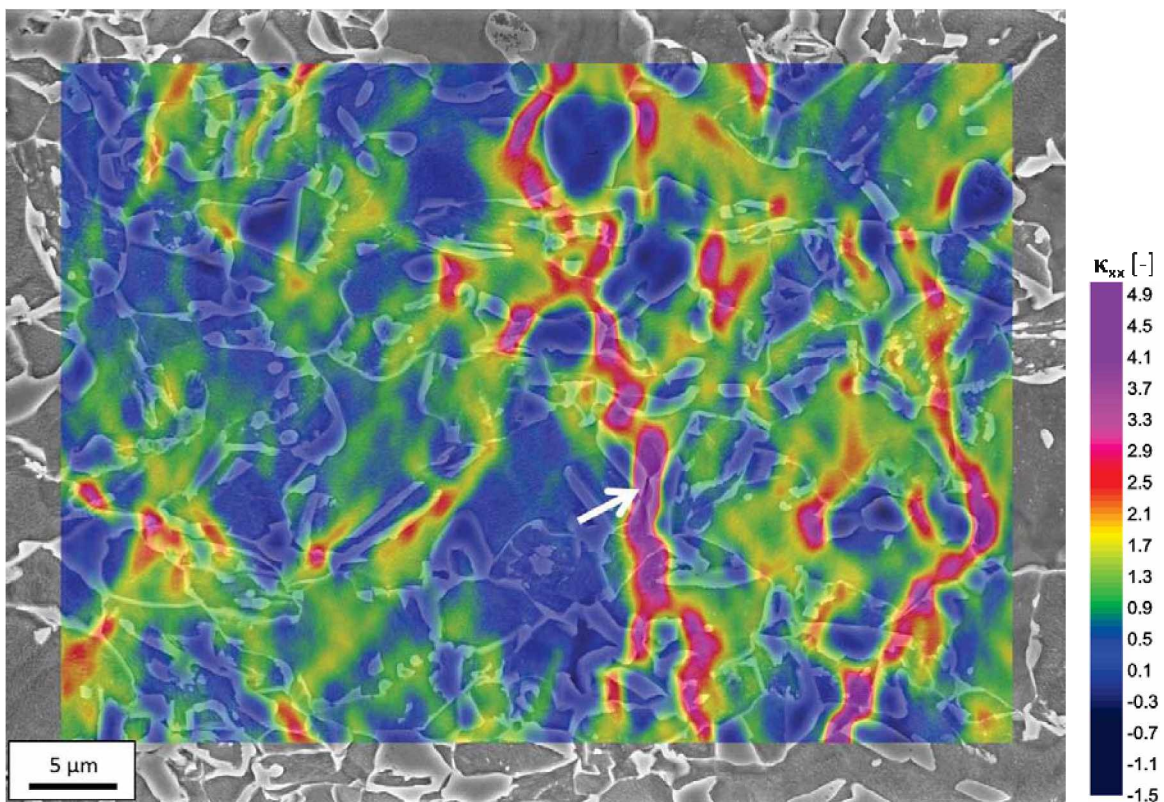
(a) $\epsilon_{xx,avg} = 4,4 \%$



(b) $\Delta\epsilon_{xx,avg} = 4,5 \%$

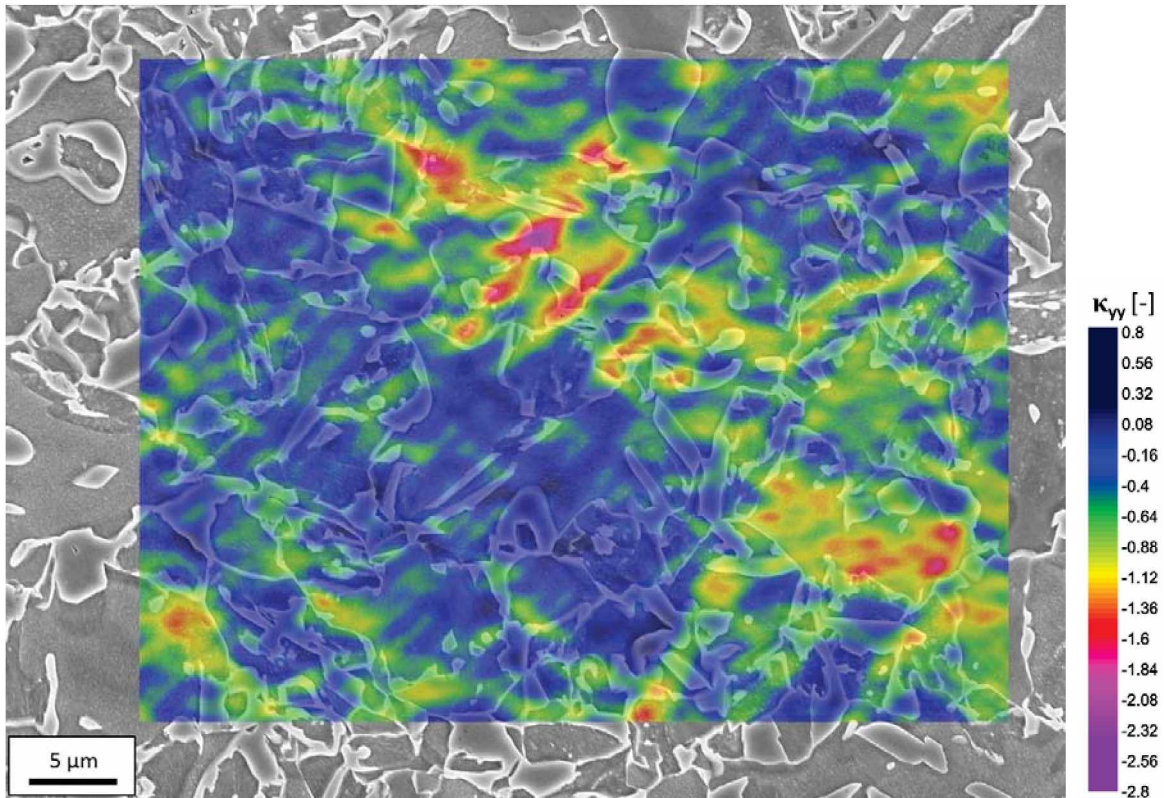


(c) $\Delta\epsilon_{xx,avg} = 4,0 \%$

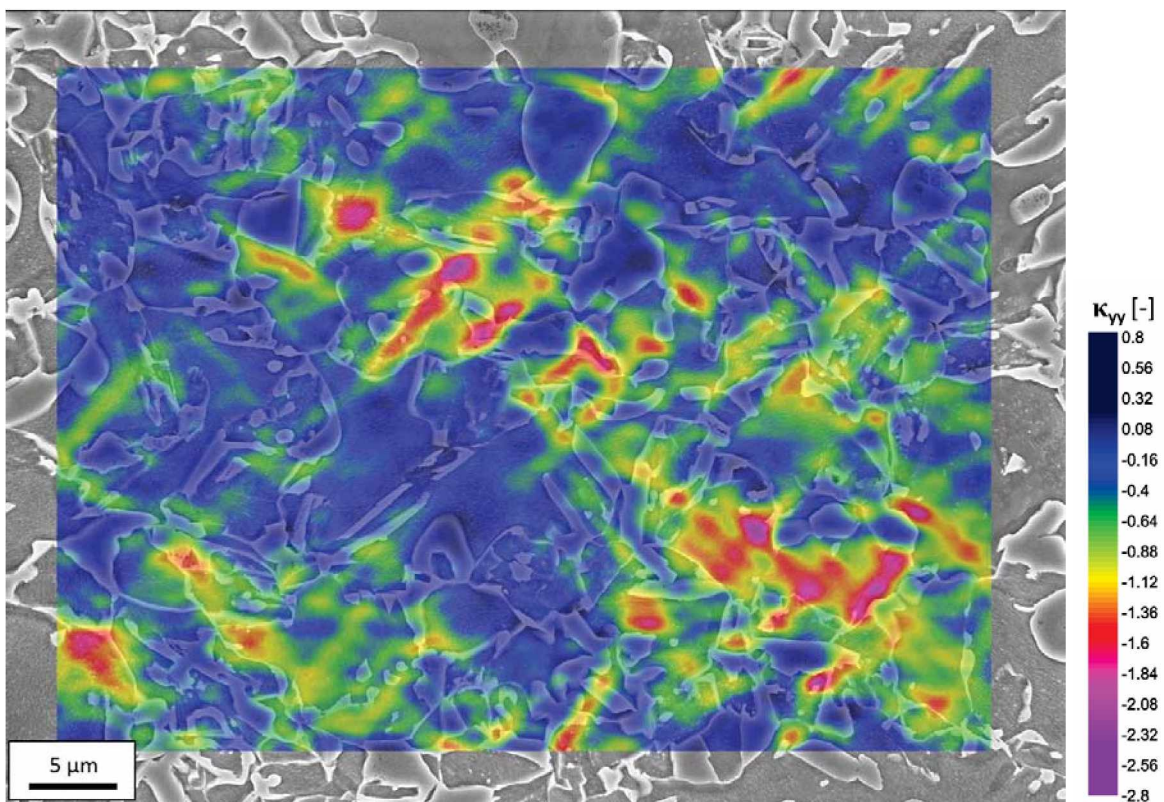


(d) $\Delta\epsilon_{xx,avg} = 4,8 \%$

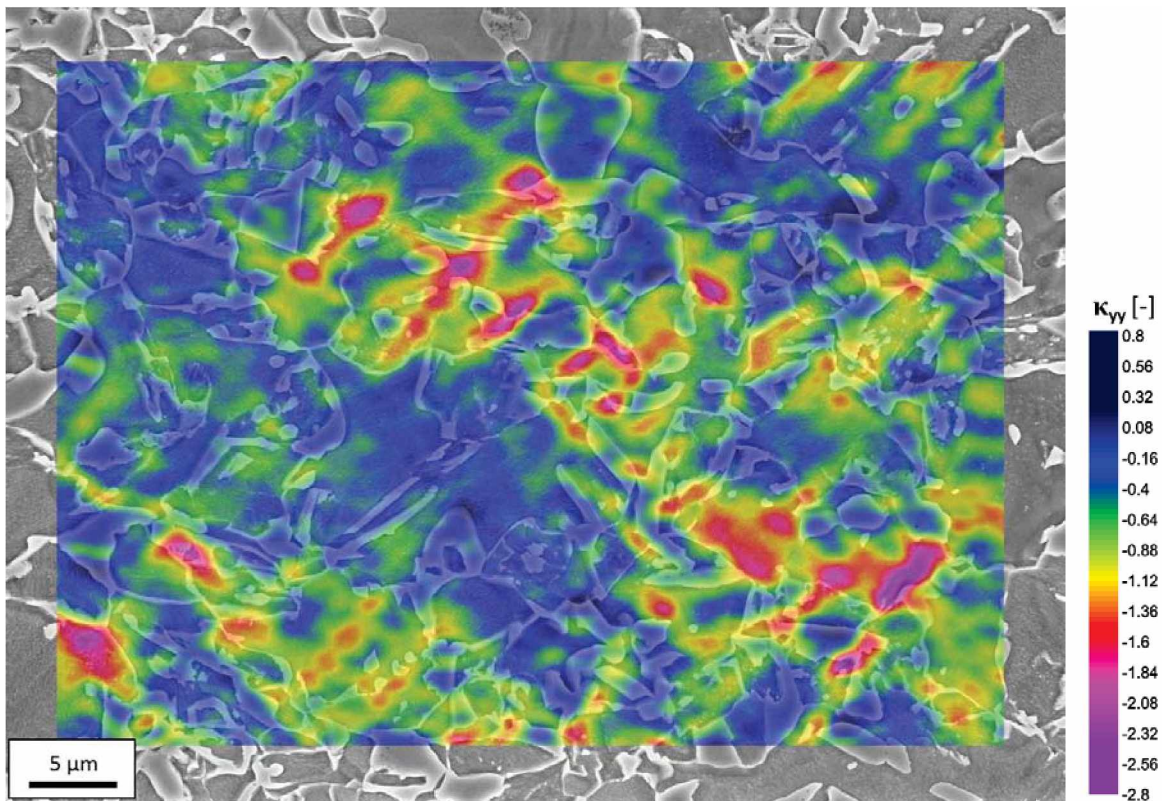
Abbildung 3.11.: κ_{xx} -Dehnungskarten im Intervall zwischen (a) 0 und 3,8 %, (b) 3,8 und 7,9 %, (c) 7,9 und 11,7 % sowie (d) 11,7 und 16,5 % Gesamtverformung. Die Belastungsrichtung ist horizontal.



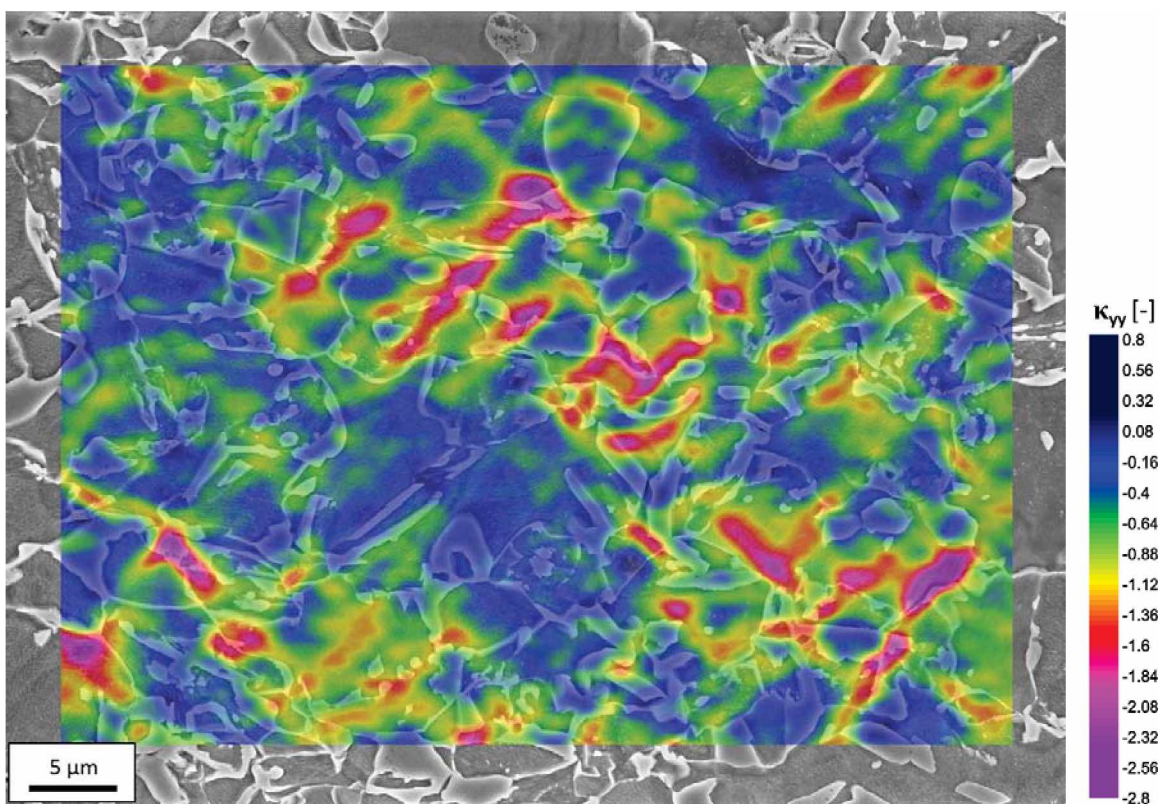
(a) $\epsilon_{xx,avg} = 4,4 \%$



(b) $\Delta\epsilon_{xx,avg} = 4,5 \%$



(c) $\Delta\epsilon_{xx,avg} = 4,0 \%$



(d) $\Delta\epsilon_{xx,avg} = 4,8 \%$

Abbildung 3.12.: κ_{yy} -Dehnungskarten im Intervall zwischen (a) 0 und 3,8 %, (b) 3,8 und 7,9 %, (c) 7,9 und 11,7 % sowie (d) 11,7 und 16,5 % Gesamtverformung. Die Belastungsrichtung ist horizontal.

3.4. Diskussion

Im in-situ-Verformungsversuch konnte gezeigt werden, dass die Verformung in einem Multiphasenstahl mit TRIP-Effekt bevorzugt in Bändern abläuft, die schräg bis normal zur Zugrichtung verlaufen und schon bei niedrigen Dehnungen auftreten. Dieses Verhalten wurde auch schon bei der Verformungsanalyse an anderen Multiphasenstählen [45, 46], sowie bei Untersuchungen an Metallmatrix-Kompositwerkstoffen [47, 48] beobachtet.

Bemerkenswert ist, dass sich die Positionen der stärksten Dehnungskonzentrationen sowohl in Zug-, als auch in Transversalrichtung bereits bei kleinen Verformungsgraden herauskristallisieren und ihre Position bis zu hohen Verformungen nicht mehr ändern. Während der Verformung können neue, normal zur Zugrichtung orientierte Verformungsbänder auftreten, die vermutlich in Zusammenhang mit einer Werkstoffschädigung stehen. Bei Untersuchungen zum lokalen Verformungs- und Schädigungsverhalten von Metallmatrix-Verbundwerkstoffen [47, 48] wurde ein ähnliches Verhalten der Verformungsbänder beobachtet. Die anfangs schräg zur Zugrichtung orientierten Verformungsbänder richteten sich mit zunehmender Verformung bzw. Schädigung normal zur Zugrichtung aus.

Wie in Abb. 3.1 abzulesen ist, sollte der Austenitgehalt, nach einer Verformung von 16,5 %, von anfänglich 16 % auf etwa 6 % abgesunken sein. Im in-situ-Verformungsexperiment konnten jedoch weder in den REM-Aufnahmen noch in den Dehnungskarten eindeutige Hinweise auf die verformungsinduzierte Umwandlung eines Austenitkorns beobachtet werden. Zwei mögliche Gründe könnten hierfür verantwortlich sein:

- Austenitkörner an der Oberfläche sind, beispielsweise durch das Herausarbeiten der Probe aus dem Blech oder durch die Probenpräparation, bereits vor der Verformung in Martensit umgewandelt.
- Die Vergrößerung und die Qualität der REM-Aufnahmen im in-situ-Versuch sind nicht ausreichend, um den TRIP-Effekt beobachten zu können.

Um diese beiden Punkte überprüfen und die verformungsinduzierte Phasenumwandlung doch beobachten zu können, wurden weitere Versuche mit angepasster experimenteller Vorgehensweise durchgeführt, siehe Kap. 4.

Kapitel 4.

Ex-situ Verformungsexperimente an einem TRIP800

4.1. Änderung der Versuchsdurchführung und der Probenpräparation

Wie im Kapitel 3.4 angesprochen, konnte im in-situ-Verformungsversuch keine Phasenumwandlung beobachtet werden. Ein möglicher Grund dafür war die unzureichende Vergrößerung und Qualität der REM-Aufnahmen, da im in-situ-Versuch, aufgrund der eingebauten Zugprüfmaschine, nur bei Arbeitsabständen um die 19 mm gearbeitet werden konnte. Höchste Auflösungen können jedoch erst bei Arbeitsabständen unter 10 mm erzielt werden.

Durch den Wechsel auf eine ex-situ-Versuchsdurchführung, d.h. eine Verformung außerhalb des Elektronenmikroskops, waren Arbeitsabstände von 5 mm und damit bis zu 60.000-fache Vergrößerungen möglich. Die prinzipiellen Unterschiede zwischen einer in-situ- und ex-situ-Versuchsdurchführung sind in Kap. 4.1.1 angeführt.

Der zweite, in Kap. 3.4 angesprochene Grund war die fehlende Möglichkeit zur eindeutigen Unterscheidung zwischen Austenit und Martensit im unverformten Zustand. Um dem zu begegnen, wurde die Probe einer Anlassbehandlung unterzogen, was nachfolgend in Kap. 4.1.2 erläutert wird.

4.1.1. In-situ- oder ex-situ-Versuchsdurchführung - ein Vergleich

Das verwendete Zugmodul eignet sich sowohl für den Einbau in ein Rasterelektronenmikroskop ('in-situ'), als auch für eine Versuchsdurchführung außerhalb ('ex-situ'). Die prinzipiellen Unterschiede zwischen einer in-situ und einer ex-situ-Versuchsdurchführung und deren Auswirkungen sind nachfolgend aufgelistet.

- **Experimenteller Ablauf:** Im in-situ-Versuch bleibt die Probe nach einem Verformungsschritt weiterhin im Zugmodul bei gleichbleibender Belastung eingespannt. Die observierte Probenstelle bleibt somit annähernd zentriert und eine erneute Bildaufnahme ist ohne Verzögerung möglich.

Im Gegensatz dazu muss die Probe in einem ex-situ-Versuch nach jedem Verformungsschritt komplett entlastet, dem Zugmodul entnommen und erneut ins REM eingebaut werden. Die darauf folgende Suche nach der (sehr kleinen) Probenstel-

le wird durch die unvermeidbare Kohlenstoffkontamination an der betrachteten Stelle etwas erleichtert. Durch das vorherige Einbringen von Makrohärteeindrücken ist eine grobe Orientierung möglich, die besonders bei sehr hohen Vergrößerungen erst ein Auffinden der Probenstellen möglich macht.

- **Vergrößerung:** Aufgrund des großen Arbeitsabstandes von über 15 mm bei einem Einbau ins REM sind in-situ-Versuche nur bis zu bestimmten Vergrößerungen (Bildausschnitt max. $24 \times 18 \mu\text{m}$) geeignet. Für höhere Vergrößerungen muss der Versuch ex-situ erfolgen, um die erforderlichen kleinen Arbeitsabstände einstellen zu können.
- **Bildeinstellungen:** Im in-situ-Versuch muss der Arbeitsabstand nur aufgrund der Querkontraktion der Probe angepasst werden. Die Probenaufladung erfordert vor allem bei längeren Versuchen eine Anpassung der Stigmation. Wird die Probe zum Verformen aus dem REM aus- und danach wieder eingebaut, sind oft größere Änderungen in der Stigmation erforderlich; geringfügige Anpassungen des Arbeitsabstandes sind die Regel.
- **Orientierung:** Die feste Einspannung der Probe im in-situ-Versuch bedeutet eine konstante Orientierung des betrachteten Bildausschnittes im Vergleich zur Zugrichtung. Im ex-situ-Versuch wird die Probe an einen am Probenhalter fixierten Winkel gelegt, was aber leichte Rotationen der Zugprobe und damit des Bildausschnittes nicht gänzlich verhindern kann. Diese Bildrotationen sollten als Festkörperrotationen jedoch keine Auswirkung auf die gemessenen Dehnungen haben. Um einen Einfluss auf die Verformungsanalyse gänzlich auszuschließen, kann eine Reihe von Härteeindrücken entlang einer Geraden auf die Probe aufgebracht werden. Durch die Änderung der Steigung der Verbindungsgeraden nach jedem Einbau kann ein Korrekturwinkel für die 'scan rotation' im REM errechnet werden.
- **Verformungsanalyse:** Während die Dehnungskarten, die aus einem in-situ-Versuch gewonnen werden, sowohl elastische als auch plastische Dehnungen enthalten, sind in ex-situ-Dehnungskarten ausschließlich plastische Dehnungen sichtbar.
- **Kraft-Weg-Kurven:** Die aufgenommene Kraft-Weg-Kurve eines in-situ-Versuchs

gleich, abgesehen von Relaxationserscheinungen an den Stellen, bei denen der Versuch für die Bildaufnahme pausiert wurde, jener eines klassischen Zugversuchs. Die einzelnen Kraft-Weg-Kurven eines ex-situ-Versuchs müssen zusammengesetzt werden, wobei aber die unterschiedlichen Vorkräfte und die Maschinennachgiebigkeit berücksichtigt werden müssen.

- **Messung der globalen Dehnung:** Da die makroskopische Dehnung nur schwierig aus der Querhauptverschiebung ermittelt werden kann, muss eine andere Methode gefunden werden, um die globale Dehnung nach einem Verformungsschritt abschätzen zu können. Eine Möglichkeit bietet hier wiederum eine Reihe von Härteeindrücken, aus deren Verschiebung die makroskopische Dehnung berechnet werden kann. Dabei werden die jeweiligen Koordinaten der Härteeindrücke durch die dortige Zentrierung des Bildausschnittes im REM ermittelt, was sich bei einem ex-situ-Versuch durch die Mobilität des Probestisches einfacher gestaltet.

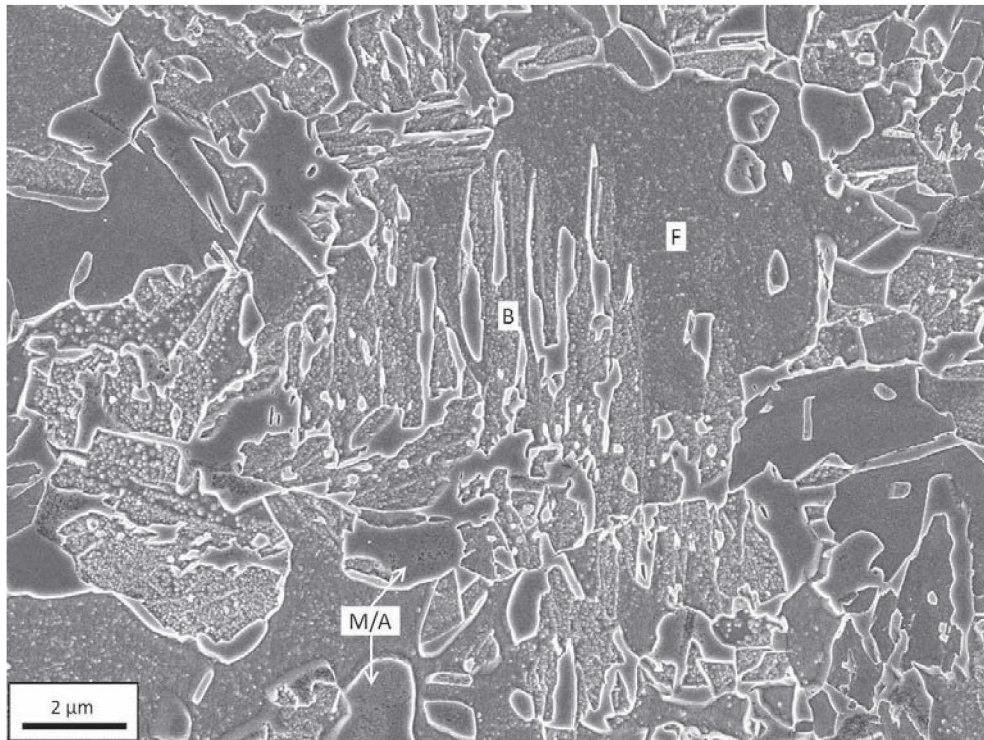


Abbildung 4.1.: Probenhalter mit formschlüssig fixiertem Winkel. Die Zugprobe wird an diesen Winkel angelegt und mit Kupferband vor zu starker Aufladung geschützt. Diese Halterung wurde auch für EBSD-Messungen verwendet.

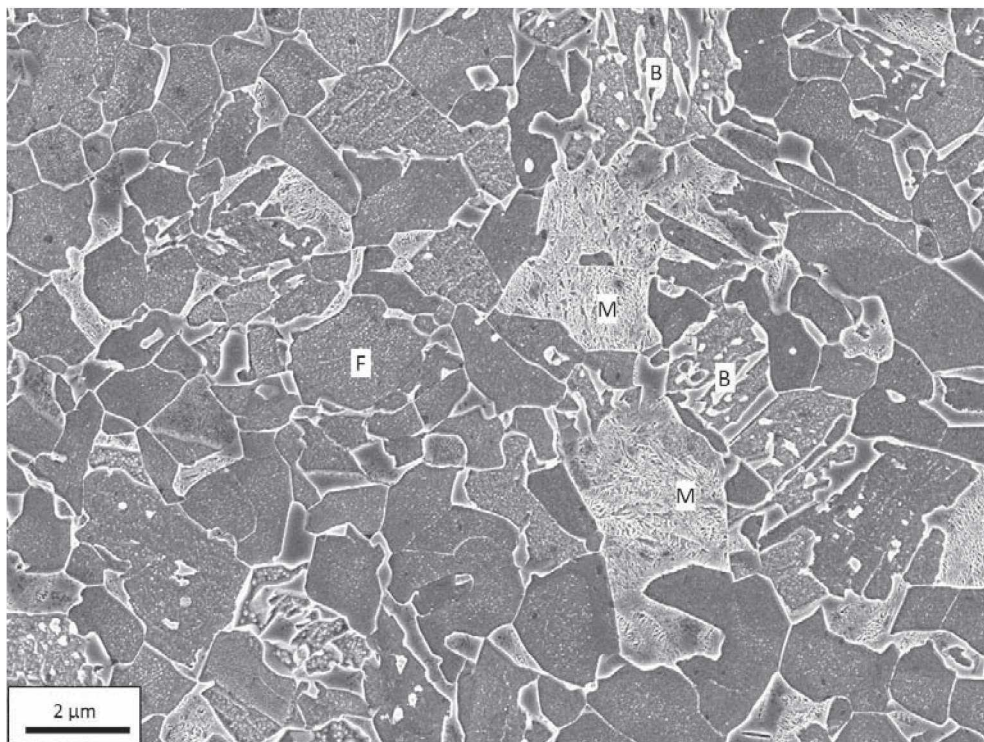
4.1.2. Anlassen der Probe

Wie zuvor erläutert, werden Martensit und Austenit aufgrund des ähnlichen chemischen Potentials gleich stark angegriffen, was eine genaue Phasenidentifikation erschwert. Um eine optische, zweifelsfreie Unterscheidung von Austenit und Martensit zu ermöglichen, wurde von [49] eine Anlassbehandlung vorgeschlagen. Tempert man das Material bei 200 °C für 2 h, so scheiden sich, bevorzugt an den Martensitlatten- und -plattengrenzen, ϵ -Karbide aus, die beim nachfolgenden Ätzen die martensitische Struktur sichtbar machen.

Das unterschiedliche Ergebnis der elektrolytischen Präparation eines ungetemperten und eines getemperten, unverformten TRIP-Materials ist in Abbildung 4.2 dargestellt. In der ungetemperten Probe (Abb. 4.2 (a)) sind in einigen wenigen Körnern leichte martensitische Strukturen sichtbar, der Großteil der erhobenen Körner sind jedoch glatt und strukturlos. Im Vergleich dazu ist prädeformationaler, durch unzureichende Stabilisierung schon nach der Wärmebehandlung umgewandelter Martensit im getemperten Material sehr deutlich zu erkennen (Abb. 4.2 (b)).



(a)



(b)

Abbildung 4.2.: Typische TRIP-Mikrostruktur (a) vor und (b) nach dem Anlassen bei 15.000-facher Vergrößerung. Erst durch das Anlassen werden die martensitischen Strukturen auch bei niedrigeren Vergrößerungen deutlich sichtbar. (A = Austenit, M = Martensit, F = Ferrit, B = Bainit)

Abb. 4.3 zeigt erneut eine ungetemperte Probe, aber unter einer im Vergleich zu Abb. 4.2 verdoppelten Vergrößerung von 30.000x. Man erkennt sehr feine Strukturen, die eine Identifikation einzelner Körner als Martensit erlauben. Diese Strukturen sind jedoch so fein, dass sie bei geringeren Bildqualitäten bzw. Vergrößerungen, wie sie beispielsweise im zuvor diskutierten in-situ-Verformungsversuch verwendet wurden, nicht sichtbar gewesen wären.

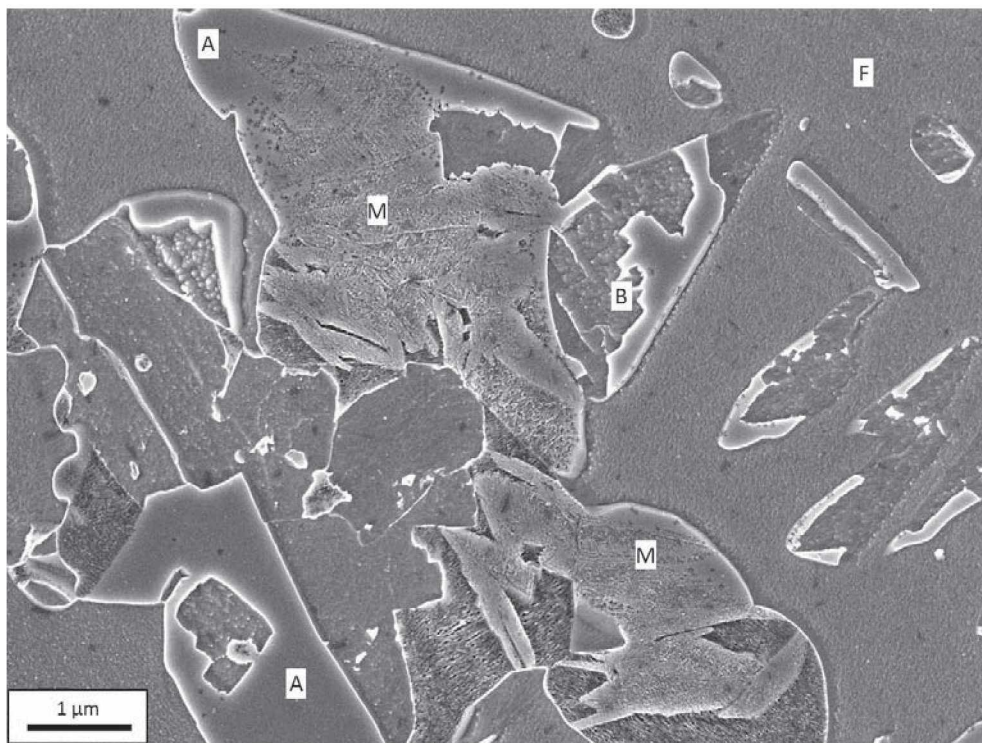


Abbildung 4.3.: Elektrolytisch polierte TRIP800-Probe, nicht angelassen, 30.000x vergrößert. Die feinen Strukturen identifizieren die großen Körner als Martensit. Glatte, erhabene Körner sind vermutlich austenitisch. (A = Austenit, M = Martensit, F = Ferrit, B = Bainit)

Mithilfe einer speziellen Software [50,51] kann aus zwei Bildern, welche die physikalisch gleiche Probenstelle unter verschiedenen Betrachtungswinkeln zeigen, ein dreidimensionales Modell der Oberfläche berechnet werden. Um die Höhe des durch die Ätzung entstandenen Oberflächenreliefs abschätzen zu können, wurde dies an einer ausgewählten Gefügestelle durchgeführt.

In Abbildung 4.4 ist das Oberflächenrelief einer angelassenen und elektrolytisch polierten TRIP800-Probe in einer stereophotogrammetrischen Aufnahme ersichtlich (mit einer rot-grün-Brille zu betrachten). Hervorstehende, unstrukturierte Körner sind aus-

tenitisch; Martensit ist anhand feiner bis grober Strukturen in den erhabenen Körnern erkennbar. Man erkennt, dass die Größe der Ätzstrukturen im Ferrit ein Maß für die Stärke des Ätzangriffes ist; grobe Strukturen bedeuten einen starken Abtrag und größere Höhenunterschiede im Vergleich zu benachbarten Körnern. Besonders stark werden Körner mit einer (001)-nahen Orientierung angegriffen, wie auch schon [4] bemerkte. Der mit der Oberflächen-Rekonstruktionssoftware Alicona MeX 5.1 berechnete, größte Höhenunterschied zwischen zwei benachbarten Körnern in dieser Abbildung beträgt etwa 100 nm.

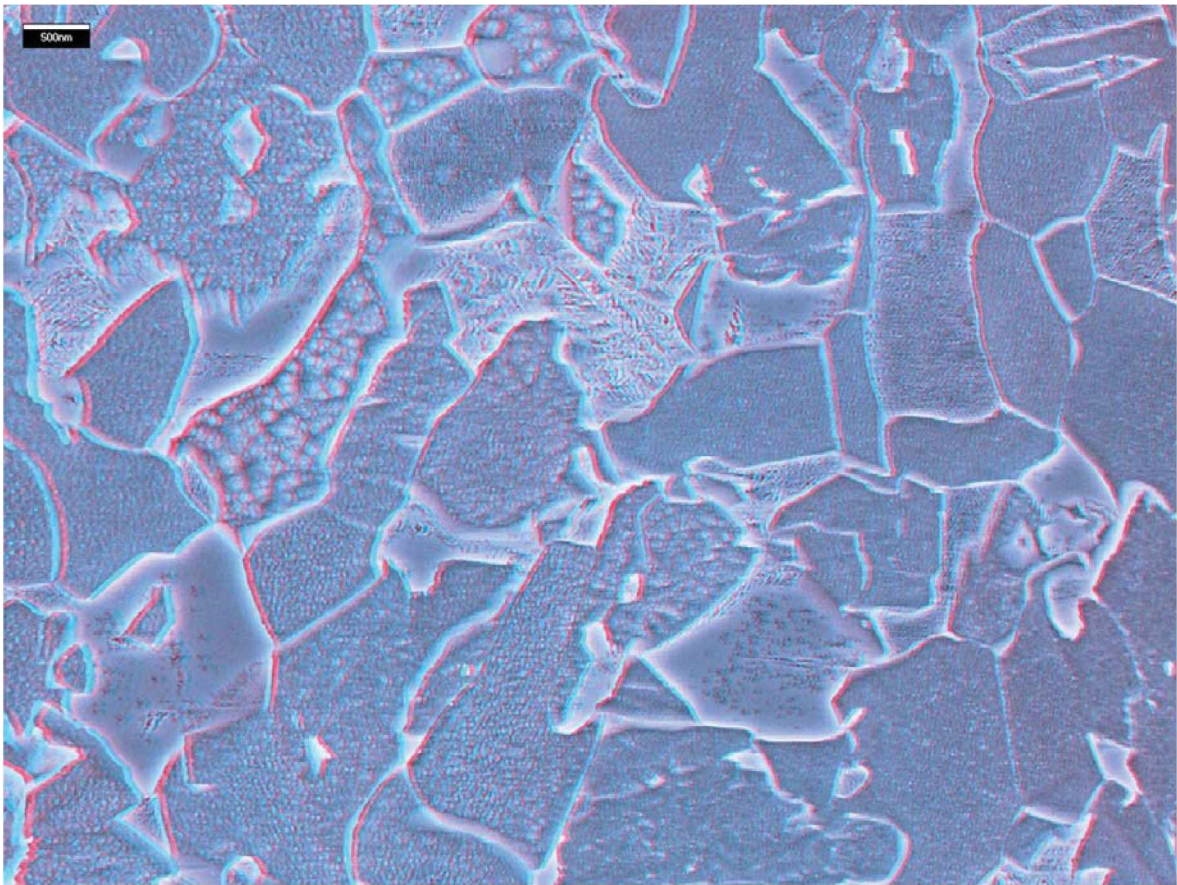


Abbildung 4.4.: Stereophotogrammetrische Aufnahme einer unverformten, angelassenen und elektrolytisch polierten TRIP800-Probe. 30.000-fache Vergrößerung, Kippwinkel 10° (mit einer rot-grün-Brille betrachten).

4.2. EBSD- und REM-Untersuchungen der verformungsinduzierten Phasenumwandlung

Vor der Durchführung eines aufwändigen, mehrstufigen ex-situ-Verformungsversuches zur Messung von Umwandlungsdehnungen ist es sinnvoll zu überprüfen, ob nach der Probenpräparation überhaupt Austenit an der Oberfläche verformungsinduziert in Martensit umwandeln kann. Zu diesem Zweck wurden EBSD-Messungen in Kombination mit hochaufgelösten REM-Untersuchungen durchgeführt, wie nachfolgend beschrieben wird.

4.2.1. Anwendbarkeit und Parameter der Electron Backscatter Diffraction (EBSD)

Mithilfe von EBSD-Messungen können Gefügebestandteile über Kristallstruktur und Gitterparameter identifiziert werden. Austenit kann hierbei aufgrund der kubisch flächenzentrierten Kristallstruktur leicht von Ferrit und Bainit unterschieden werden.

Die Diskriminierung zwischen Ferrit und Bainit ist jedoch aufgrund der gleichen Kristallstruktur nicht ohne Weiteres möglich.

Da Bainit eine höhere Zahl an Gitterdefekten als Ferrit aufweist, sind die Kikuchi-Patterns in diesen Bereichen weniger ausgeprägt. Dies äußert sich in schlechteren Werten für die Image Quality (IQ) sowie den Konfidenzindex (CI), was z.B. in [52] zur Phasenunterscheidung ausgenutzt wurde. Da Parameter wie die lokale Neigung und der Strahlengang einen stärkeren Einfluss auf die Qualität der Patterns haben als die Unterschiede zwischen Bainit und Ferrit ausmachen, wurde in [53] eine andere Methode vorgeschlagen: Bei der bainitischen Umwandlung entstehen geometrisch notwendige Versetzungen, die einen Orientierungsgradienten im Kristallgitter verursachen und in 'Kernel Misorientation Maps' sichtbar gemacht werden können.

Martensit ist aufgrund der hohen Gitterverspannungen durch die Umwandlung generell nur sehr schwer zu indizieren und weist besonders niedrige IQ und CI-Werte auf. Durch EBSD-Messungen des selben Bereiches, jeweils vor und nach einer Verformung, können somit verformungsinduziert umgewandelte Austenitkörner identifiziert werden.

In Tab. 4.1 sind die für die EBSD-Messungen verwendeten experimentellen Parameter aufgelistet. Weiters wurden die in dieser Diplomarbeit abgebildeten EBSD-Messungen mithilfe eines Cleanups von vereinzelt, falschen Messpunkten bereinigt. Dazu wurde die 'Grain dilatation' angewendet (Toleranzwinkel: 5 Grad, minimale Korngröße: 3 Pixel), die einzelne Messpunkte an jene Phase angleicht, welche die Mehrheit der Nachbarkpunkte bildet - bei Gleichstand wird dies zufällig festgelegt. Da dies unter Umständen auch zur Verstärkung von Messfehlern führen kann, wurden die EBSD-Messungen vor dem jeweiligen Cleanup interpretiert.

Table 4.1.: Parameter für die EBSD-Untersuchungen

Arbeitsabstand	20 mm
Spannung	25 kV
Binning	8x8
Step Size	80 nm
Vergrößerung	variabel

4.2.2. Ex-situ Verformung in Kombination mit EBSD und REM

Um transformierte Austenitkörner identifizieren zu können, wurden EBSD-Messungen desselben $25\ \mu\text{m} \times 25\ \mu\text{m}$ -Bereichs vor und nach einer Verformung durchgeführt. Die Probenherstellung und -präparation war dabei identisch zu der im in-situ-Versuch verwendeten Zugprobe.

Abb. 4.5 zeigt, für eine ausgewählte Gefügestelle (a) im unverformten sowie (b) im verformten Zustand, die Überlagerung von 'Image Quality Map' und 'Phase Map' nach dem Cleanup. Austenitische Bereiche sind dabei grün dargestellt; dunkle Bereiche zeugen von einer schlechten Qualität der Kikuchi-Patterns. Aus dem Vergleich der in Abb. 4.5 dargestellten 'Phase Maps' ist ersichtlich, dass ein Teil der Austenitkörner, bevorzugt jene der Größe $> 1\ \mu\text{m}$, nach einer Verformung von 4,4 % eine schlechtere 'Image Quality' aufwiesen und nicht mehr als kubisch flächenzentrierte Kristallstruktur indiziert werden konnten. Damit ist erwiesen, dass diese Körner während der Verformung in Martensit umgewandelt haben. Die Umwandlung eines einzelnen Kornes kann dabei vollständig, aber auch partiell erfolgen, wie es beispielsweise in den in Abb. 4.5 (b) mit

Pfeilen markierten Körnern der Fall war.

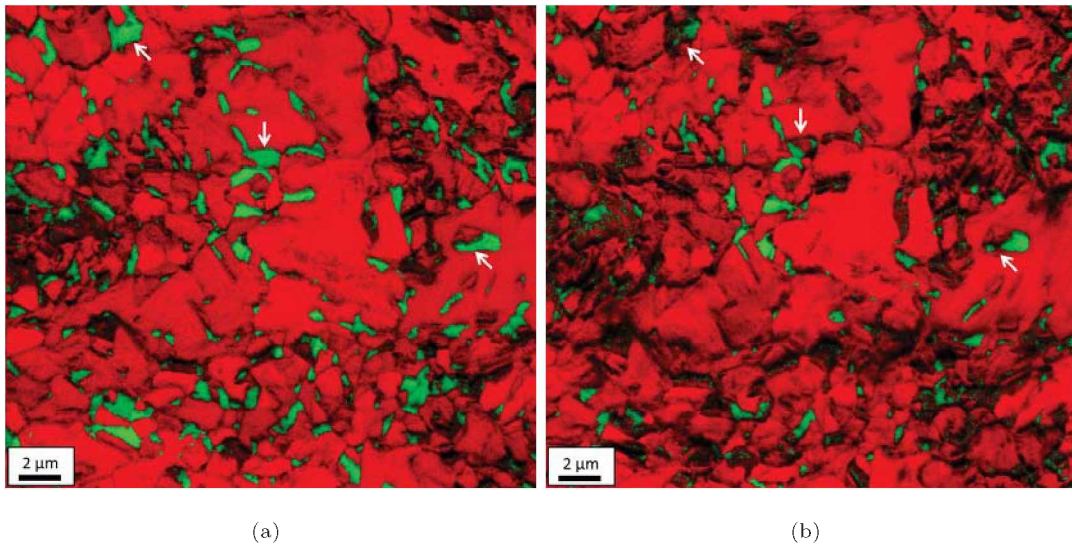


Abbildung 4.5.: EBSD-Messung (a) vor und (b) nach einer Verformung von 4,4 % in einem in einem 25 μm x 25 μm -Bereich. Einige partiell umgewandelte Austenitkörner sind in (b) mit Pfeilen markiert (grün = kubisch flächenzentriert, rot = kubisch raumzentriert).

Genaue Nachfolgeuntersuchungen im REM bei sehr hoher Vergrößerung brachten zum Vorschein, dass jene Austenitkörner, die nach der Verformung kein hinreichendes Kikuchi-Pattern (und damit eine schlechtere 'Image Quality') mehr lieferten, neue Oberflächenstrukturen aufwiesen. Die Bildung dieser neuen Strukturen ist am Beispiel von Abb. 4.6 sehr deutlich erkennbar. Abb. 4.6 (a) zeigt zwei Austenitkörner unter hoher Vergrößerung im unverformten Zustand, Abb. 4.6 (b) die erneute Aufnahme des selben Bereiches nach einer Verformung von 2,5 %.

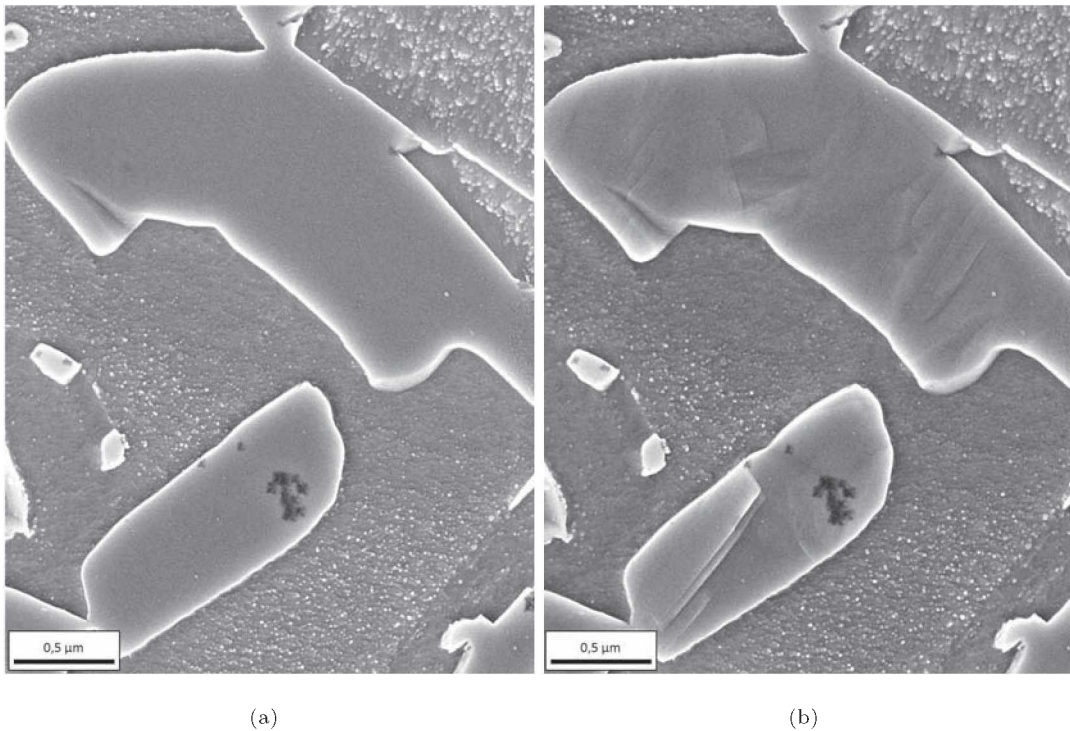


Abbildung 4.6.: Zwei Austenitkörner bei 60.000-facher Vergrößerung vor (a) und nach (b) einer Verformung von 2,5%.

Diese Oberflächenstrukturen wurden durch die unterschiedlichen aktivierten Martensitvarianten bei der Umwandlung erzeugt und sind somit ein verlässliches, visuelles Identifikationsmittel für verformungsinduziert umgewandelten Martensit bei hohen Vergrößerungen.

Partielle Umwandlungen bzw. mehrere gebildete Martensitvarianten in einem einzelnen Korn sind besonders in großen Austenitkörnern ($> 1\mu\text{m}$) zu beobachten und erzeugen an deren Oberflächen die angesprochenen Strukturen. Kleinere Körner können jedoch umwandeln, ohne markante, neue Oberflächenstrukturen auszubilden. In einem solchen Fall kann die Phasenumwandlung nur mithilfe von EBSD, bzw. über sprunghafte Dehnungsänderungen, detektiert werden.

Um die Höhe des durch die Umwandlung erzeugten, neuen Oberflächenreliefs abschätzen zu können, wurde eine stereophotogrammetrische Aufnahme eines einzelnen, verformungsinduziert umgewandelten Korns angefertigt und in Abb. 4.7 dargestellt. Das mit der Matching-Software berechnete Oberflächenrelief weist einen maximalen Höhenunterschied von ca. 50 nm auf.

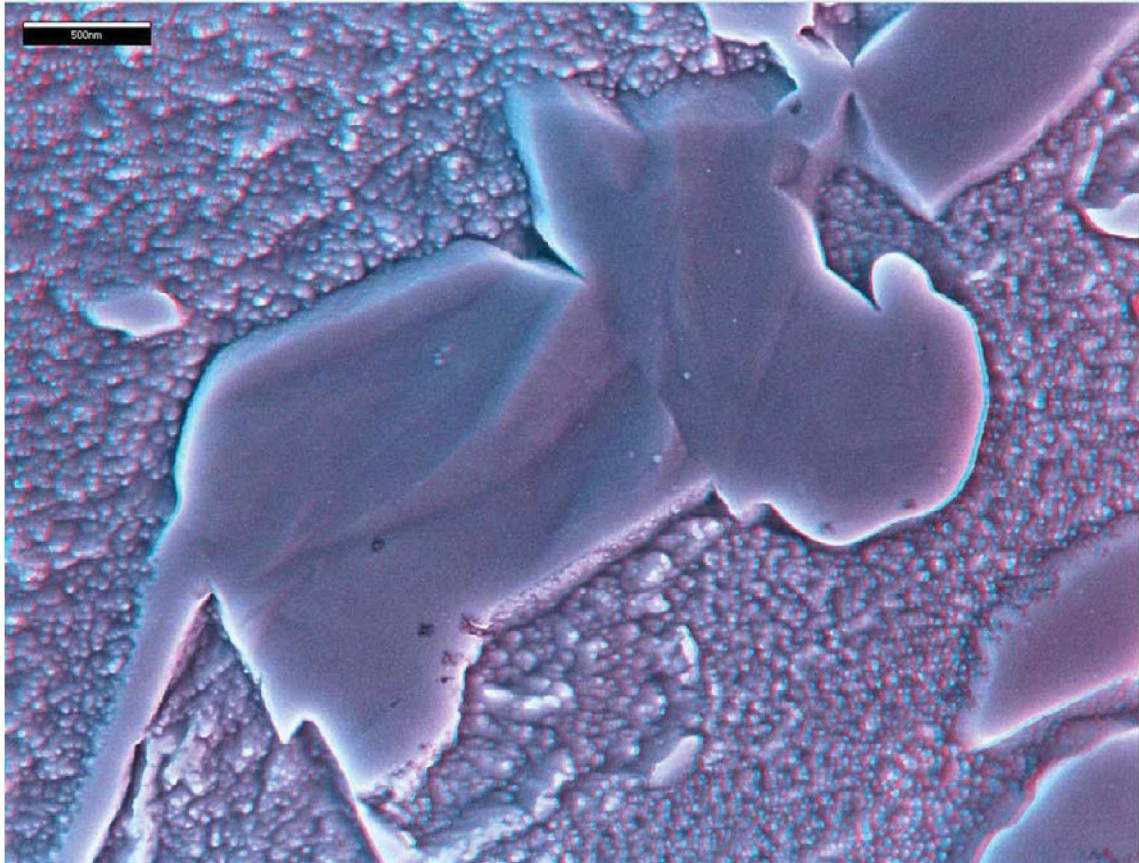


Abbildung 4.7.: Stereobild eines umgewandelten Austenitkorns bei 60.000-facher Vergrößerung und einem Kippwinkel von 10 Grad (Bild in etwas Abstand mit rot-grün-Brille betrachten).

4.2.3. Phasenidentifikation im Verformungsexperiment

Aufgrund der hohen Spannungen und der langen Dauer einer EBSD-Analyse tritt eine starke Kohlenstoffkontamination auf. Somit ist es nicht möglich, nachfolgend noch REM-Aufnahmen ausreichender Qualität für die digitale Bildkorrelation zu erhalten, wodurch EBSD erst am Ende eines Verformungsexperiments eingesetzt werden darf. Die Bildung von neuen Oberflächenstrukturen durch die Martensitumwandlung erlaubt jedoch, nur unter Zuhilfenahme von REM-Aufnahmen ausreichender Vergrößerung, eine Bestimmung der verformungsinduziert umgewandelten Körner.

Die relevanten Phasen können somit in REM-Aufnahmen mit ausreichender Vergrößerung und Qualität ohne Zuhilfenahme von EBSD-Messungen wie folgt identifiziert werden:

- Austenitische Körner stehen erhaben aus der Matrix hervor und besitzen eine glatte, homogen graue Oberfläche (vgl. Abb. 4.6 (a))
- Martensit im unverformten Zustand weist durch das Anlassen eine grobe, eindeutige Struktur auf (vgl. Abb. 4.2 (b))
- Verformungsinduziert umgewandelter Martensit zeigt, besonders in großen Körnern, durch die Bildung mehrerer Martensitvarianten neue Oberflächenstrukturen (vgl. Abb. 4.6 (b))

4.3. ex-situ Verformungsversuche und digitale Bildkorrelation

4.3.1. REM-Parameter für ex-situ-Versuche

Die beiden nachfolgend beschriebenen ex-situ-Versuche wurden bei einer Verformungsgeschwindigkeit von $5 \frac{\mu\text{m}}{\text{s}}$ durchgeführt.

Observationsbereich: 9,64 μm x 7,24 μm (30.000-fache Vergrößerung)

Tabelle 4.2 listet die für die Bilderstellung relevanten Parameter auf. Der Arbeitsabstand variierte dabei, durch den Probenaus- und Einbau zwischen den REM-Aufnahmen, leicht. Trotz dieser Variation war die Größe eines einzelnen Bildpunktes bei allen Bildern konstant und berechnet sich aus der Vergrößerung und Auflösung zu 4,704 nm pro Pixel. Mithilfe der Makrohärteeindrücke wurde die Probenrotation vor den Bildaufnahmen korrigiert (Tab. C.3). Die verwendete Zugprobe wurde im Vorfeld angelassen und elektrolytisch poliert.

Tabelle 4.2.: Experimentelle Parameter bei 30.000-facher Vergrößerung

Einstellungen REM		Einstellungen Bildaufnahme	
EHT	7 kV	Auflösung	2048 x 1536 Pixel
Arbeitsabstand	$5 \pm 0,01$ mm	Scan Speed	7
Vergrößerung	30.000x	# Line averaging	6
Aperture Size	30 μm	Helligkeit	43,2 %
Detektor	InLens	Kontrast	49,4 %

Observationsbereich: 4,82 μm x 3,61 μm (60.000-fache Vergrößerung)

In Tabelle 4.3 sind die relevanten Einstellungen für das Rasterelektronenmikroskop und die Bildaufnahme für den Verformungsversuch bei 60.000-facher Vergrößerung aufgelistet. Im Vergleich zum in Tab. 4.2 aufgelisteten Versuch wurde die Vergrößerung verdoppelt und die Auflösung halbiert; die resultierende Pixelgröße beträgt somit ebenfalls 4,704 nm/Pixel.

Um den Arbeitsabstand bei allen Aufnahmen konstant zu halten, erfolgte das Scharfstellen in diesem Versuch mechanisch über die Probenbühne. Mithilfe der Makrohärteeindrücke wurde die Probenrotation vor den Bildaufnahmen korrigiert (Tabelle C.6). Die verwendete Zugprobe war elektrolytisch poliert und nicht angelassen.

Tabelle 4.3.: Experimentelle Parameter bei 60.000-facher Vergrößerung

Einstellungen REM		Einstellungen Bildaufnahme	
EHT	7 kV	Auflösung	1024 x 768 Pixel
Working Distance	5,0000 mm	Scan Speed	8
Vergrößerung	60.000x	# Line averaging	6
Aperture Size	30 μm	Helligkeit	35,5 %
Detektor	InLens	Kontrast	55,0 %

4.3.2. Resultate im Observationsbereich 9,64 μm x 7,24 μm (30.000-fache Vergrößerung)

Deformation

Um den Einfluss der Kontamination bei der hohen Vergrößerung zu minimieren, wurde die Probe nur drei Verformungsschritten unterworfen, siehe Abb. 4.8. Auffällig ist hierbei die fehlerhafte Spannungs-Verschiebungs-Kurve bei etwa 450 MPa Spannung; dieser Fehler trat nur bei diesem Experiment auf und ist in allen drei Kurven sichtbar. Die resultierende Dehnung wurde über die Verschiebung der Härteeindrücke abgeschätzt, welche entlang von zwei Geraden angeordnet wurden. Wie in Tab. C.2 aufgelistet, beträgt die globale Gesamtdehnung nach den drei Verformungen respektive 1,14 %, 2,39 % bzw. 3,86 %. Diese Dehnungswerte beschreiben, genauso wie die nachfolgenden Dehnungskarten, die plastische Dehnung der Probe nach vollständiger Entlastung. Zur Erinnerung sei hier nochmals erwähnt, dass die im in-situ-Versuch abgeschätzten globalen Dehnungen sowie die dazugehörigen Dehnungskarten auch die elastische Verformung beinhalten.

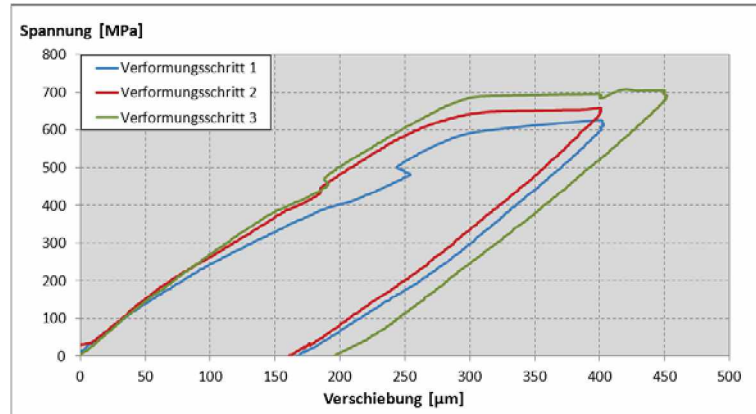


Abbildung 4.8.: Spannungs-Verschiebungs-Kurven der drei Verformungsschritte.

Visuelle Beurteilung der REM-Aufnahmen

Abbildung 4.9 zeigt die REM-Aufnahmen einer ausgewählte Gefügestelle sowohl im unverformten Zustand als auch nach jedem der drei Verformungsschritte; Körner mit neu aufgetretenen Oberflächenmerkmalen sind dabei rot umrandet. In Abb. 4.9 (a) sind mehrere Austenitkörner erkennbar, von denen einige mit den Bezeichnungen γ_1 bis γ_5 versehen wurden und nachfolgend kurz beschrieben werden. Zwei andere Körner bestehen aus angelassenem Martensit und wurden mit α'_1 und α'_2 beschriftet.

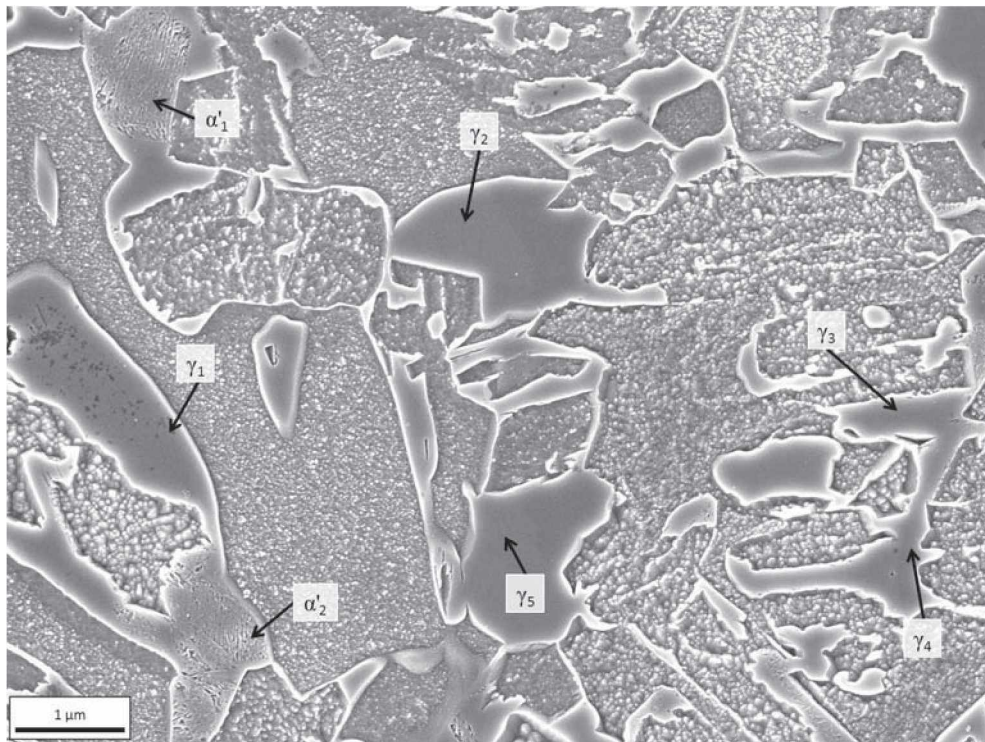
Das Korn γ_1 beinhaltet mehrere Ätzgrübchen, die im späteren Matching-Prozess eine verbesserte Platzierung der homologen Punkte innerhalb des Kornes ermöglichten. Dieses Korn zeigt bereits nach dem ersten Verformungsschritt, Abb. 4.9 (b), eine deutliche, neue Oberflächenstruktur. Während der zweite Verformungsschritt keine weiteren Strukturen erzeugte, tritt nach einer Verformung von 3,86 % abermals ein neues Oberflächenmerkmal auf.

Auch das Korn γ_2 wandelt während des Verformungsversuches mehrstufig um. Eine erste, große, martensitische Struktur ist schon in Abb. 4.9 (b) erkennbar; eine kleinere Strukturänderung trat nach dem zweiten Verformungsschritt auf (Abb. 4.9 (c)).

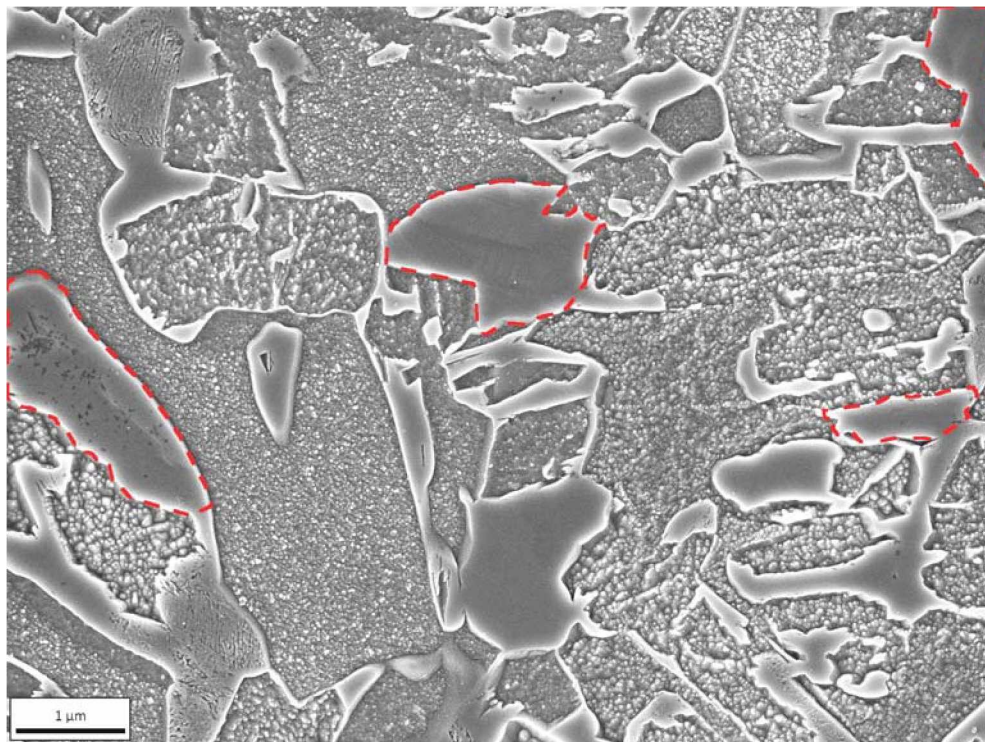
Während das Korn γ_3 sogar nach jedem Verformungsschritt leichte Änderungen an der Oberfläche zeigt, ist in den Körnern γ_4 und γ_5 das genaue Gegenteil der Fall.

Zusammenfassend wandelten die Körner γ_1 bis γ_3 im Zuge des Verformungsversuches mehrstufig in Martensit um und zeigten dabei verschieden stark ausgeprägte Oberflächenmerkmale, während γ_4 und γ_5 keine Oberflächenänderungen zeigten.

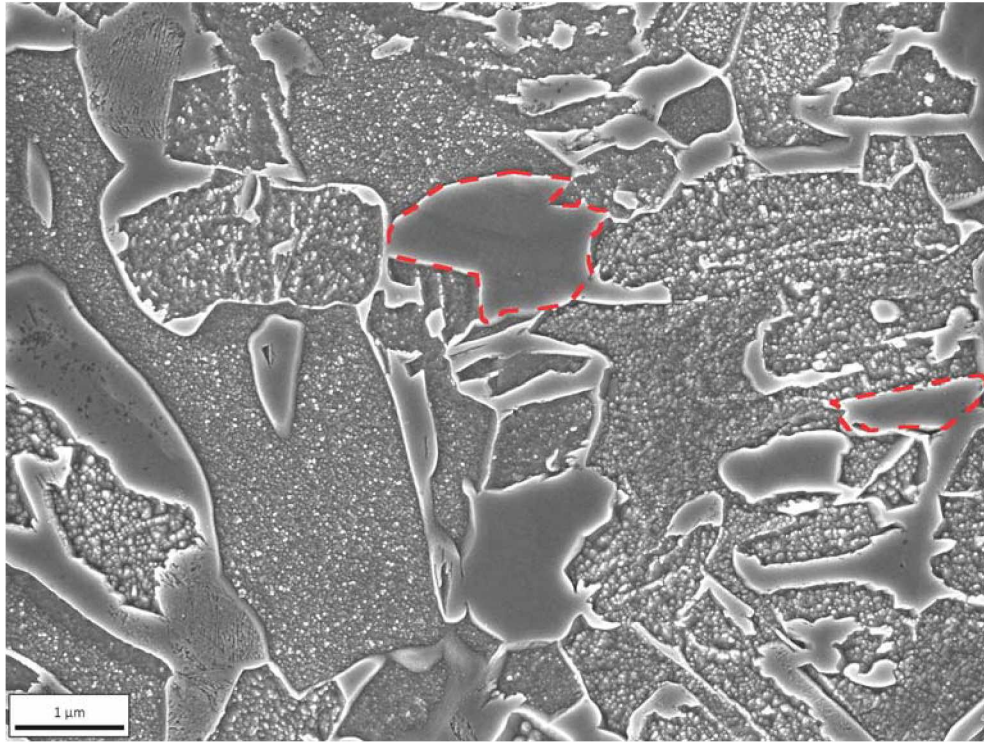
In den Abb. A.1 und A.2 sind zwei weitere Mikrostrukturbereiche mit sichtbaren Phasenumwandlungen im unverformten und verformten Zustand dargestellt.



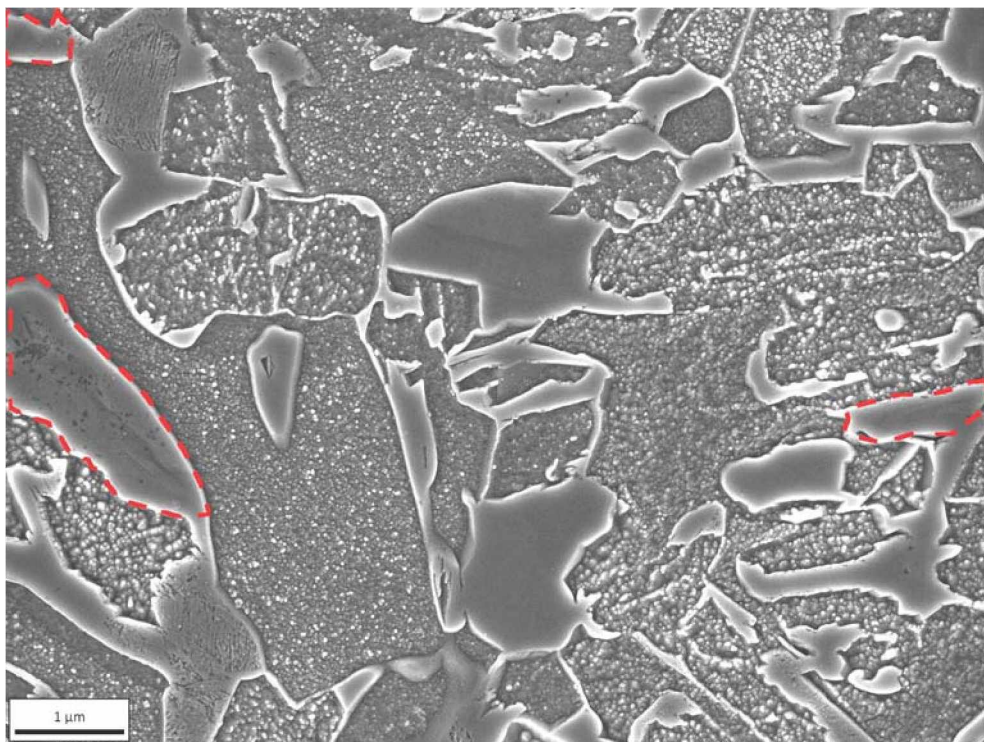
(a)



(b)



(c)



(d)

Abbildung 4.9.: REM-Aufnahmen bei (a) 0 %, (b) 1,14 %, (c) 2,39 % und (d) 3,86 % bleibender, plastischer Verformung.

EBSD

In Abbildung 4.10 (a) ist ein zentraler Bildausschnitt aus Abb. 4.9 nach 3,86 % Verformung sowie die dazugehörige EBSD-Messung (b) dargestellt. Abb. 4.10 (b) zeigt die 'Image Quality Map' in Grauwerten, überlagert mit der farbigen 'Phase Map' nach dem Cleanup. Grüne Bereiche sind austenitisch, während rote Bereiche eine kubisch flächenzentrierte Phase aufweisen. Je dunkler die Farbe, desto schlechter war die Qualität des Kikuchi-Patterns. In dieser Messung befinden sich mit γ_2 und γ_5 zwei Körner ähnlicher Größe, wobei γ_5 eindeutig als Austenit indiziert werden konnte. Das Korn γ_2 , welches während der Verformung seine Oberflächenstruktur änderte, zeigt sehr niedrige Werte der 'Image Quality' und konnte nur teilweise am Rand als kubisch flächenzentrierte Phase indiziert werden. Dieses Korn ist somit mit Sicherheit verformungsinduziert in Martensit umgewandelt. Weiters sind in dieser Messung Teile der Körner γ_1 und α'_2 erkennbar, die wie erwartet, abgesehen von einem schmalen Randbereich, ebenfalls nicht als kfz-Kristallstruktur indiziert werden konnten.

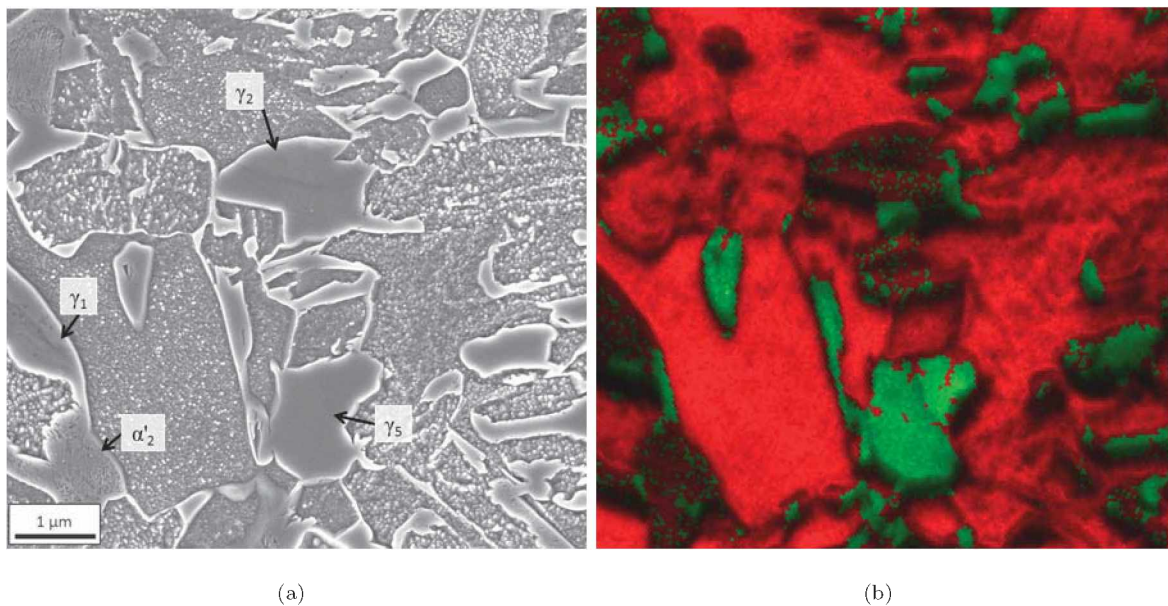


Abbildung 4.10.: (a) Bildausschnitt aus Abb. 4.9 (d) bei 3,86 % Dehnung und (b) Überlagerung von 'Image Quality Map' und 'Phase Map' nach dem Cleanup (grün = kubisch flächenzentriert, rot = kubisch raumzentriert).

Dehnungskarten

In Abb. 4.11 sind die Dehnungskarten (a) in Zugrichtung sowie (b) in Transversalrichtung nach einer Gesamtverformung von 3,84 % dargestellt.

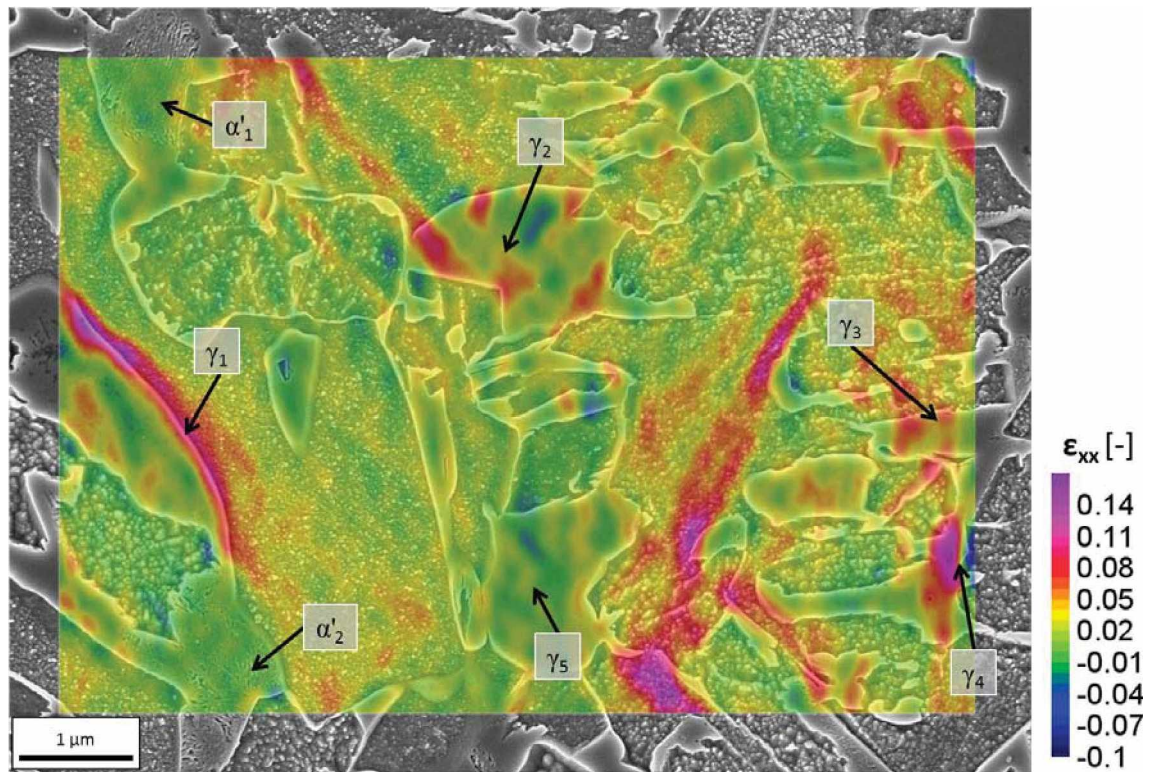
In großen Austenitkörnern liefert der Matching-Algorithmus aufgrund fehlender Oberflächenstrukturen keine homologen Punkte und erzeugt so innerhalb eines Kornes zufällige Dehnungsfluktuationen, die im Mittel jedoch der wahren Korndehnung entsprechen (vgl. Kap. B.2.2). Solche Fluktuationen sind in Abb. 4.11 (a) im Korn γ_2 , sowie in schwächerer Form im Korn γ_5 , sichtbar. Die Messung der Dehnung in diesen Körnern wurde aus diesem Grund manuell durchgeführt, wie im Anschluss beschrieben wird. Die Verteilung der Zugdehnungen (Abb. 4.11 (a)) zeigt entlang der Grenze des umgewandelten Kornes γ_1 eine starke Verformungskonzentration, die stellenweise Werte über 10 % Dehnung annimmt.

Da das Korn γ_3 nicht vollständig im (farbigen) Berechnungsbereich liegt, fehlen in Zugrichtung sichere homologe Punkte; die ϵ_{xx} -Dehnungen in diesem Korn werden somit nicht interpretiert.

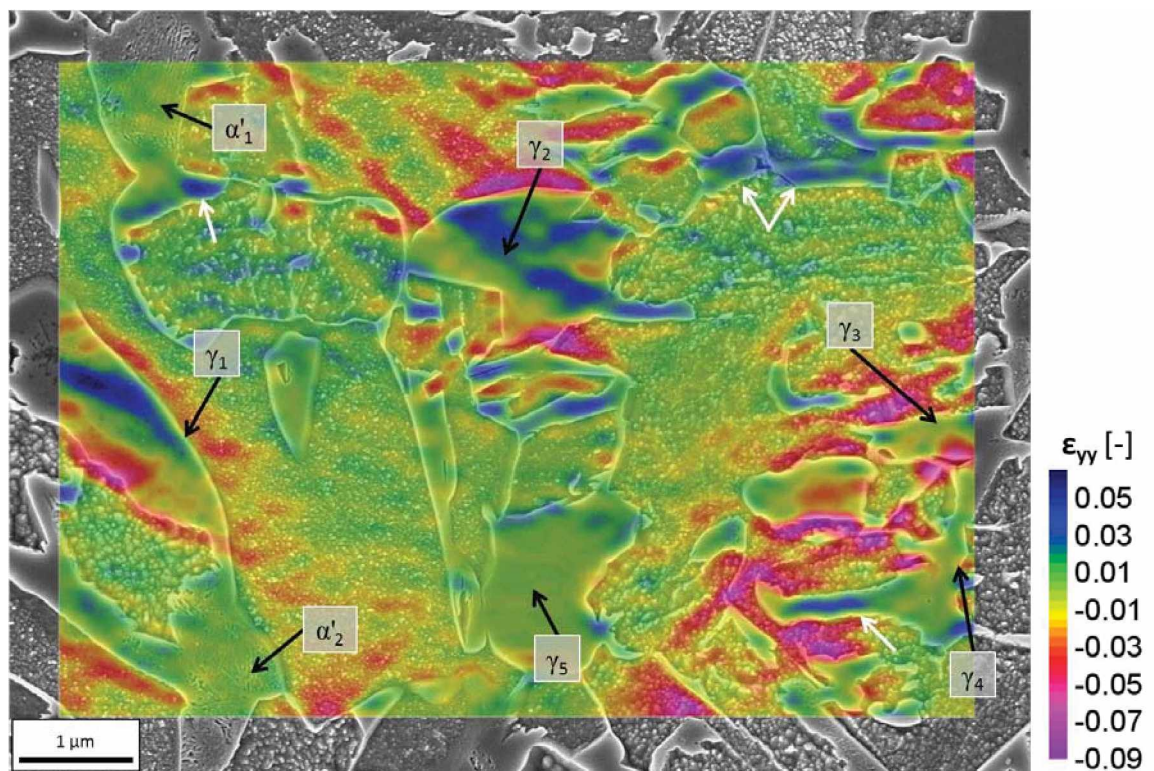
Im Korn γ_4 traten, wie zuvor dargestellt, in den REM-Aufnahmen während der Verformung keine neuen Oberflächenmerkmale auf. Trotzdem konnte eine sehr hohe Zugdehnung, stellenweise über 10 %, gemessen werden (Abb. 4.11 (a)). Diese starke Expansion in Zugrichtung kann auf eine Martensitumwandlung in diesem Korn zurückgeführt werden.

Auffällig ist die Verteilung der Dehnungen quer zur Zugrichtung, ϵ_{yy} (Abb. 4.11 (b)). Starke Kontraktionen (rot bis violett) sind an der Grenze zu einigen umgewandelten Körnern (γ_{1-3}), als auch in schmalen, ferritischen Bereichen zwischen zwei Austenitkörnern ersichtlich. Auf der anderen Seite treten besonders in schmalen Austenitkörnern, sowie in den großen, umgewandelten Körnern γ_1 und γ_2 , positive Querdehnungen auf. Dies ist vermutlich nur zum Teil auf die verformungsinduzierte Phasenumwandlung zurückzuführen. Wie ein Vergleich der in Abb. 4.11 (b) mit weißen Pfeilen markierten Stellen mit der zugehörigen EBSD-Messung (Abb. 4.10) zeigt, sind einige der Körner trotz gemessener positiver Querdehnung noch austenitisch. Mögliche Gründe dafür werden in Kapitel B angesprochen.

In den Abb. A.3 und A.4 sind weitere Dehnungskarten abgebildet, die an dieser Stelle jedoch nicht näher beschrieben werden.



(a)



(b)

Abbildung 4.11.: (a) ϵ_{xx} - sowie (b) ϵ_{yy} -Dehnungskarten zwischen 0 und 3,84 % Verformung. Die Belastungsrichtung ist horizontal. Weiße Pfeile in (b) markieren Körner mit positiver Querdehnung, die während der Verformung austenitisch blieben.

Manuelle Dehnungsmessungen

Die gezeigten Dehnungskarten liefern in großen, strukturlosen Austenitkörnern oft zweifelhafte Werte (siehe Kap. B.2.2). Aus diesem Grund wurde in interessanten Bereichen aus allen, vom Matching-Algorithmus berechneten, homologen Punkten eine manuelle Auswahl der vertrauenswürdigsten Punkte getroffen. Über die Koordinaten dieser Punkte wurden, ohne nachfolgende Triangulation oder Glättung, die Dehnungen berechnet. Die in den nachfolgenden Tabellen aufgelisteten Verschiebungen (Δl), sowie die daraus berechneten Dehnungswerte (ϵ_{xx} und ϵ_{yy}), wurden immer auf die jeweilige Ausgangsmesslänge im unverformten Zustand (l_0) bezogen und stellen somit die durchschnittlichen, lokalen Gesamtverformungen zwischen jeweils zwei homologen Punkten dar.

Tab. 4.4 zeigt die gemessenen Dehnungen in Zugrichtung, Tab. 4.5 die gemessenen Dehnungen in Querrichtung im Korn γ_1 . Die dazugehörigen Positionen der Messlinien sind, zusammen mit Detailaufnahmen bei den unterschiedlichen Verformungsstadien, in Abb. 4.12 dargestellt. Aufgrund der als schwarze Punkte sichtbaren Ätzgrübchen konnten auch innerhalb des Kornes γ_1 verlässliche homologe Punkte gefunden werden. Die Messungen 1 bis 3 in Tab. 4.4 zeigen im ersten Verformungsschritt ϵ_{xx} -Dehnungen bis zu 7,8 %. Wie in Abb. 4.12 (c) ersichtlich ist, wies das Korn γ_1 nach dem ersten Verformungsschritt in diesem Bereich neue Oberflächenstrukturen auf; die gemessenen Dehnungen können somit einer Martensitumwandlung zugeschrieben werden. Entlang dieser drei Messlinien trat im zweiten Verformungsschritt eine Kontraktion auf, die sich in einer Reduktion der gemessenen kumulativen Dehnung äußerte. Obwohl an der Kornoberfläche in Abb. 4.12 (d) kein neues Merkmal aufgetreten ist, könnte eine weitere partielle Martensitumwandlung diese erneute Dehnungsänderung verursacht haben. Nach dem letzten Verformungsschritt erhöhte sich die Gesamtdehnung in Messung 2, während das Korn γ_1 entlang der Messungen 1 und 3 keine zusätzlichen Dehnungen zeigte.

Die Messungen 4 bis 8 ermittelten nach dem ersten Verformungsschritt geringere Verschiebungen in Zugrichtung als die Messungen 1 bis 3 zuvor. Durch den zweiten und dritten Verformungsschritt verstärkten sich die lokalen Gesamtdehnungen, wobei die Dehnungsänderungen durch die dritte Verformung stärker ausfielen. Der Grund hierfür liegt in der erneuten, in Abb. 4.12 (e) ersichtlichen partiellen Phasenumwandlung.

Die Transversaldehnungen in Tab. 4.5 sind nach der zweiten Verformungsstufe mit Dehnungswerten zwischen -0,1 % und -0,6 % alle im leicht negativen Bereich. Im dritten Verformungsschritt trat durch die Phasenumwandlung eine deutliche positive Verschiebung in Querrichtung auf, die beispielsweise im Bereich der Messung 2 einen relativen Dehnungssprung von +1,1 % in Querrichtung zwischen der zweiten und dritten Verformung zur Folge hatte.

Tabelle 4.4.: Messlängen l_0 sowie Ergebnisse der Gesamtdehnungsmessungen in Zugrichtung (ϵ_{xx}) im Korn γ_1 nach unterschiedlichen Verformungsschritten.

Messung	Unverformt l_0 [Pixel]	1. Verformung		2. Verformung		3. Verformung	
		Δl [Pixel]	$\epsilon_{xx} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{xx} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{xx} = \Delta l/l_0$ [%]
1	64	5,01	7,8	4,51	7,0	4,50	7,0
2	96	5,50	5,7	3,76	3,9	4,63	4,8
3	128	4,00	3,1	2,00	1,6	2,00	1,6
4	160	2,75	1,7	3,25	2,0	4,66	2,9
5	208	2,63	1,3	4,44	2,1	7,84	3,8
6	176	1,31	0,7	3,25	1,8	5,84	3,3
7	176	1,38	0,8	2,26	1,3	5,36	3,0
8	112	1,19	1,1	2,25	2,0	4,58	4,1
Mittlere Dehnung, Korn γ_1			3,0		2,8		3,8
Mittlere Dehnung, global			1,14		2,39		3,86

Tabelle 4.5.: Messlängen l_0 sowie Ergebnisse der Gesamtdehnungsmessungen in Transversalrichtung (ϵ_{yy}) im Korn γ_1 nach unterschiedlichen Verformungsschritten.

Messung	Unverformt l_0 [Pixel]	1. Verformung		2. Verformung		3. Verformung	
		Δl [Pixel]	$\epsilon_{yy} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{yy} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{yy} = \Delta l/l_0$ [%]
1	160	-0,99	-0,6	-0,93	-0,6	0,19	0,1
2	192	-0,99	-0,5	-1,18	-0,6	1,27	0,7
3	224	-0,50	-0,2	-0,25	-0,1	1,75	0,8
4	256	0,01	0,0	-0,37	-0,1	-0,75	-0,3
5	256	0,25	0,1	-0,44	-0,2	0,01	0,0
6	192	-0,49	-0,3	-1,49	-0,8	-0,50	-0,3
Mittlere Dehnung, Korn γ_1			-0,3		-0,4		0,2

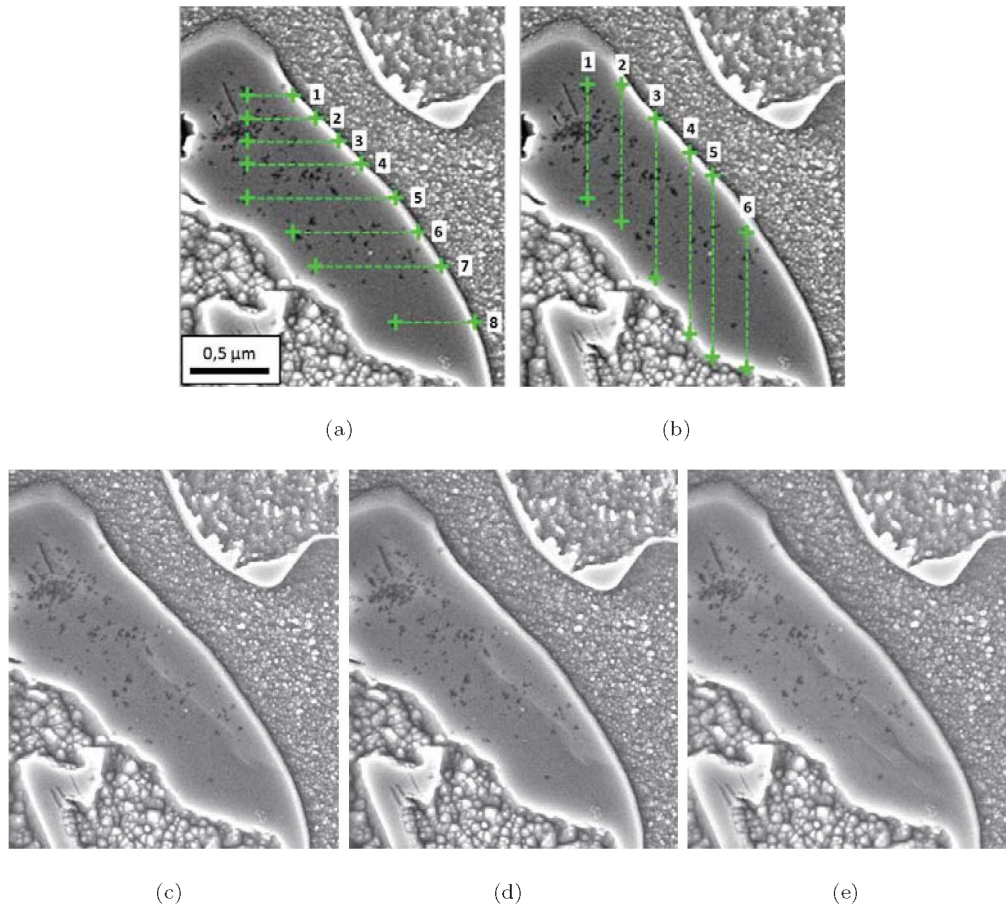


Abbildung 4.12.: (a) und (b): Korn γ_1 im unverformten Zustand mit eingezeichneten Positionen der Dehnungsmessungen in Zugrichtung bzw. in Transversalrichtung; (c)-(e): Korn γ_1 nach 1,14 %, 2,39 % und 3,86 % Dehnung.

Tab. 4.6 zeigt die gemessenen Dehnungen in Zugrichtung, Tab. 4.7 die gemessenen Dehnungen in Querrichtung im Korn γ_2 . Die dazugehörigen Positionen der Messlinien sind, zusammen mit Detailaufnahmen bei den unterschiedlichen Verformungsstadien, in Abb. 4.13 dargestellt.

Wie in Tab. 4.6 ersichtlich, nahm die Dehnung ϵ_{xx} bei allen sieben Messungen mit steigender Verformung zu. Nach dem ersten Verformungsschritt, bei dem das Korn γ_2 eine Phasenumwandlung zeigte (vgl. Abb. 4.13 (c)), wurden mit Ausnahme der dritten Messung eine Dehnung in Zugrichtung von etwa 1,8 % gemessen.

Im zweiten Verformungsschritt erfolgte eine erneute partielle Umwandlung an der linken Spitze des Kornes (vgl. Abb. 4.13 (d)). In den Messungen 6 und 7, welche durch das umgewandelte Gebiet verlaufen, wurde daraufhin eine Dehnungszunahme von $\Delta\epsilon_{xx} \approx 1,5\%$

verzeichnet; der durchschnittliche Dehnungszuwachs in den anderen Messungen betrug 0,8 %.

Die lokalen Gesamtdehnungen nach der letzten Verformungsstufe änderten sich im Vergleich zu den vorherigen Verformungsschritten nur wenig. In den Messungen 2 und 4 nahm die Gesamtdehnung sogar ab; der Unterschied in Δl beträgt in beiden Fällen jedoch unter 0,5 Pixel und könnte somit einer Messungenauigkeit durch die stärkere Kontamination zuzurechnen sein.

Die gemessenen Transversaldehnungen im γ_2 , Tab. 4.7, zeigen stark positive Werte, die mit der Phasenumwandlung des Korns erklärt werden können. Die Umwandlung im ersten Verformungsschritt erzeugte, wie an den Messungen 4 bis 6 abzulesen ist, in der Kornmitte ϵ_{yy} -Dehnungen bis zu 1,9 %. Die Phasenumwandlung in der zweiten Verformungsstufe läuft im Bereich der Messungen 1 bis 3 ab. Während die Kornspitze (Messung 1) daraufhin eine starke Expansion in y-Richtung zeigt, bleiben die Verlängerungen entlang der Messungen 2 und 3 unverändert.

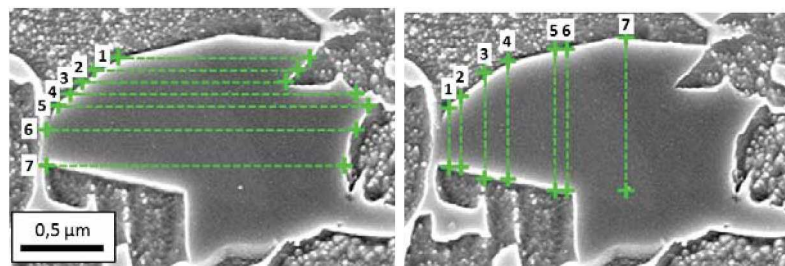
Die deutlichen ϵ_{yy} -Änderungen, die durch die dritte Verformung herbeigeführt wurden, lässt auf eine weitere partielle Umwandlung des Korns γ_2 schließen, die in den REM-Aufnahmen jedoch nicht sichtbar war.

Tabelle 4.6.: Messlängen l_0 sowie Ergebnisse der Gesamtdehnungsmessungen in Zugrichtung (ϵ_{xx}) im Korn γ_2 nach unterschiedlichen Verformungsschritten.

Messung	Unverformt l_0 [Pixel]	1. Verformung		2. Verformung		3. Verformung	
		Δl [Pixel]	$\epsilon_{xx} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{xx} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{xx} = \Delta l/l_0$ [%]
1	256	4,50	1,8	7,50	2,9	9,00	3,5
2	272	4,00	1,5	6,25	2,3	5,76	2,1
3	272	2,20	0,8	3,77	1,4	4,79	1,8
4	384	7,13	1,9	10,07	2,6	9,75	2,5
5	416	7,88	1,9	12,19	2,9	14,25	3,4
6	416	7,63	1,8	13,88	3,3	16,00	3,8
7	400	7,69	1,9	14,44	3,6	17,70	4,4
Mittlere Dehnung, Korn γ_2			1,6		2,7		3,1
Mittlere Dehnung, global			1,14		2,39		3,86

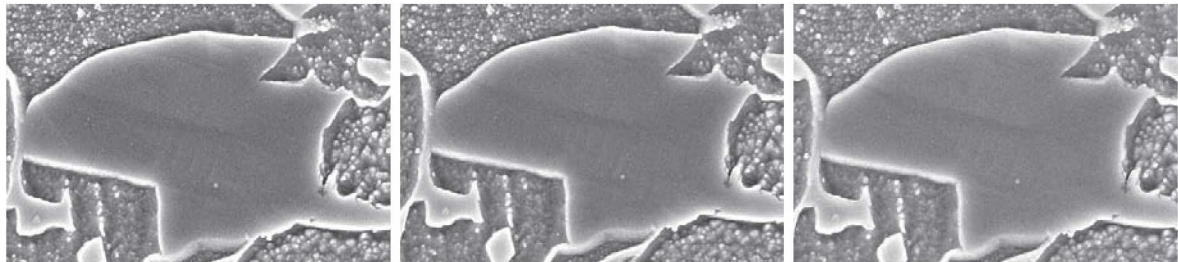
Tabelle 4.7.: Messlängen l_0 sowie Ergebnisse der Gesamtdehnungsmessungen in Transversalrichtung (ϵ_{yy}) im Korn γ_2 nach unterschiedlichen Verformungsschritten.

Messung	Unverformt l_0 [Pixel]	1. Verformung		2. Verformung		3. Verformung	
		Δl [Pixel]	$\epsilon_{yy} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{yy} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{yy} = \Delta l/l_0$ [%]
1	80	0,09	0,1	1,65	2,1	1,39	1,7
2	96	-0,12	-0,1	-0,18	-0,2	1,66	1,7
3	144	1,02	0,7	0,70	0,5	0,38	0,3
4	160	2,03	1,3	1,54	1,0	1,77	1,1
5	192	3,63	1,9	4,00	2,1	5,56	2,9
6	192	3,07	1,6	2,88	1,5	4,71	2,5
7	208	0,96	0,5	2,88	1,4	5,39	2,6
Mittlere Dehnung, Korn γ_2		0,8		1,2		1,8	



(a)

(b)



(c)

(d)

(e)

Abbildung 4.13.: (a) und (b): Korn γ_2 im unverformten Zustand mit eingezeichneten Positionen der Dehnungsmessungen in Zugrichtung bzw. in Transversalrichtung; (c)-(e): Korn γ_2 nach 1,14 %, 2,39 % und 3,86 % Dehnung.

Zum Vergleich zu den mehrstufig umgewandelten Austenitkörnern γ_1 und γ_2 sind in Tab. 4.8 und 4.9 die Dehnungswerte in dem nicht umgewandelten Austenitkorn γ_5 aufgelistet; die Positionen der Messungen sind in Abb. 4.14 dargestellt.

Die gemessenen ϵ_{xx} -Dehnungen in Tab. 4.8 sind im Vergleich zu den Zugdehnungen in den Körnern γ_1 und γ_2 geringer, da dieses Korn keine Phasenumwandlung zeigte. Trotz der vergleichbaren Größe zum früh umgewandelten Korn γ_1 , war die durchschnittliche Dehnung von 1,8 % nach dem dritten Verformungsschritt nicht ausreichend, um eine

verformungsinduzierte Phasenumwandlung hervorzurufen. Die gemessenen Transversaldehnungen in diesem Korn (Tab. 4.9) sind, trotz der Dehnung in Zugrichtung, gleich Null.

Tabelle 4.8.: Messlängen l_0 sowie Ergebnisse der Gesamtdehnungsmessungen in Zugrichtung (ϵ_{xx}) im Korn γ_5 nach unterschiedlichen Verformungsschritten.

Messung	Unverformt l_0 [Pixel]	1. Verformung		2. Verformung		3. Verformung	
		Δl [Pixel]	$\epsilon_{xx} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{xx} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{xx} = \Delta l/l_0$ [%]
1	288	2,19	0,8	4,25	1,5	5,38	1,9
2	272	3,25	1,2	4,69	1,7	4,77	1,8
3	240	1,06	0,4	2,13	0,9	2,69	1,1
4	224	2,19	1,0	2,88	1,3	5,25	2,3
5	240	2,13	0,9	4,19	1,7	5,00	2,1
Mittlere Dehnung, Korn γ_5		0,9		1,4		1,8	
Mittlere Dehnung, global		1,14		2,39		3,86	

Tabelle 4.9.: Messlängen l_0 sowie Ergebnisse der Gesamtdehnungsmessungen in Transversalrichtung (ϵ_{yy}) im Korn γ_5 nach unterschiedlichen Verformungsschritten.

Messung	Unverformt l_0 [Pixel]	1. Verformung		2. Verformung		3. Verformung	
		Δl [Pixel]	$\epsilon_{yy} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{yy} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{yy} = \Delta l/l_0$ [%]
1	304	1,01	0,3	-0,68	-0,2	0,26	0,1
2	336	-0,15	-0,0	-0,06	-0,0	0,07	0,0
3	352	-0,27	-0,1	0,38	0,1	-0,23	-0,1
4	336	0,58	0,2	-0,12	-0,0	0,06	0,0
5	352	-0,09	-0,0	0,00	0,0	0,13	0,0
Mittlere Dehnung, Korn γ_5		0,1		-0,0		0,0	

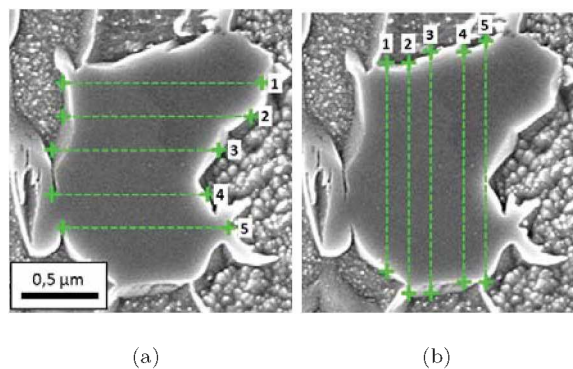


Abbildung 4.14.: Korn γ_5 im unverformten Zustand mit eingezeichneten Positionen der Dehnungsmessungen (a) in Zugrichtung sowie (b) quer zur Zugrichtung.

Weiters wurden die Verlängerungen in den beiden Martensitkörnern, α_1 und α_2 , gemessen und in den Tabellen 4.10 bis 4.13 aufgelistet. Trotz der theoretisch hohen Festigkeit des Martensits wurden Dehnungen in Zug- und Transversalrichtung gemessen. Dies kann zum Teil auf eine Erweichung durch das Anlassen zurückzuführen sein; auffällig sind jedoch die teilweise auftretenden Schwankungen in den gemessenen Dehnungen.

Tabelle 4.10.: Messlängen l_0 sowie Ergebnisse der Gesamtdehnungsmessungen in Zugrichtung (ϵ_{xx}) im Korn α'_1 nach unterschiedlichen Verformungsschritten.

Messung	Unverformt l_0 [Pixel]	1. Verformung		2. Verformung		3. Verformung	
		Δl [Pixel]	$\epsilon_{xx} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{xx} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{xx} = \Delta l/l_0$ [%]
1	192	1,70	0,9	2,51	1,3	2,35	1,2
2	192	1,26	0,7	1,02	0,5	1,80	0,9
3	176	0,51	0,3	1,53	0,9	2,12	1,2
4	176	2,45	1,4	3,04	1,7	3,45	2,0
5	160	1,51	0,9	2,03	1,3	1,94	1,2
6	128	0,46	0,4	2,04	1,6	1,39	1,1
Mittlere Dehnung, Korn α'_1		0,8		1,2		1,3	
Mittlere Dehnung, global		1,14		2,39		3,86	

Tabelle 4.11.: Messlängen l_0 sowie Ergebnisse der Gesamtdehnungsmessungen in Transversalrichtung (ϵ_{yy}) im Korn α'_1 nach unterschiedlichen Verformungsschritten.

Messung	Unverformt l_0 [Pixel]	1. Verformung		2. Verformung		3. Verformung	
		Δl [Pixel]	$\epsilon_{yy} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{yy} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{yy} = \Delta l/l_0$ [%]
1	112	-0,12	-0,1	1,01	0,9	1,64	1,5
2	160	0,14	0,1	0,51	0,3	1,90	1,2
3	176	0,50	0,3	0,52	0,3	0,53	0,3
4	176	-0,61	-0,3	-0,42	-0,2	0,55	0,3
5	176	-0,74	-0,4	-0,86	-0,5	0,04	0,0
6	176	-0,67	-0,4	-0,49	-0,3	-0,59	-0,3
Mittlere Dehnung, Korn α'_1		-0,1		0,1		0,5	

Tabelle 4.12.: Messlängen l_0 sowie Ergebnisse der Gesamtdehnungsmessungen in Zugrichtung (ϵ_{xx}) im Korn α'_2 nach unterschiedlichen Verformungsschritten.

Messung	Unverformt l_0 [Pixel]	1. Verformung		2. Verformung		3. Verformung	
		Δl [Pixel]	$\epsilon_{xx} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{xx} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{xx} = \Delta l/l_0$ [%]
1	96	0,75	0,8	0,26	0,3	1,27	1,3
2	96	0,38	0,4	0,89	0,9	0,40	0,4
3	128	0,50	0,4	1,02	0,8	0,04	0,0
4	160	0,44	0,3	0,38	0,2	1,08	0,7
5	160	0,69	0,4	0,76	0,5	1,15	0,7
6	112	0,25	0,2	0,26	0,2	-0,37	-0,3
7	96	1,00	1,0	-0,49	-0,5	0,01	0,0
Mittlere Dehnung, Korn α'_2		0,5		0,3		0,4	
Mittlere Dehnung, global		1,14		2,39		3,86	

Tabelle 4.13.: Messlängen l_0 sowie Ergebnisse der Gesamtdehnungsmessungen in Transversalrichtung (ϵ_{yy}) im Korn α'_2 nach unterschiedlichen Verformungsschritten.

Messung	Unverformt l_0 [Pixel]	1. Verformung		2. Verformung		3. Verformung	
		Δl [Pixel]	$\epsilon_{yy} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{yy} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{yy} = \Delta l/l_0$ [%]
1	256	-0,10	-0,0	0,13	0,1	0,41	0,2
2	256	0,02	0,0	-0,81	-0,3	0,09	0,0
3	224	0,01	0,0	-1,25	-0,6	0,03	0,0
4	208	0,01	0,0	-0,62	-0,3	0,51	0,2
5	192	0,01	0,0	-0,75	-0,4	1,26	0,7
6	192	-0,50	-0,3	-0,06	-0,0	0,95	0,5
Mittlere Dehnung, Korn α'_2		-0,0		-0,3		0,3	

4.3.3. Resultate im Observationsbereich $4,82 \mu\text{m} \times 3,61 \mu\text{m}$ (60.000-fache Vergrößerung)

Deformation

Aufgrund der starken Kohlenstoffkontamination eignete sich diese Vergrößerung nur für die Aufnahme von maximal drei Bildern je beobachtetem Mikrostrukturbereich. Die Probe wurde dementsprechend nur zwei Verformungsstufen unterworfen (siehe Abb. 4.15). Aus der Verschiebung der Härteeindrücke wurden die daraus resultierenden globalen, plastischen Gesamtdehnungen mit 2,46 % bzw. 4,46 % abgeschätzt (vgl. Tabellen C.5 und C.7).

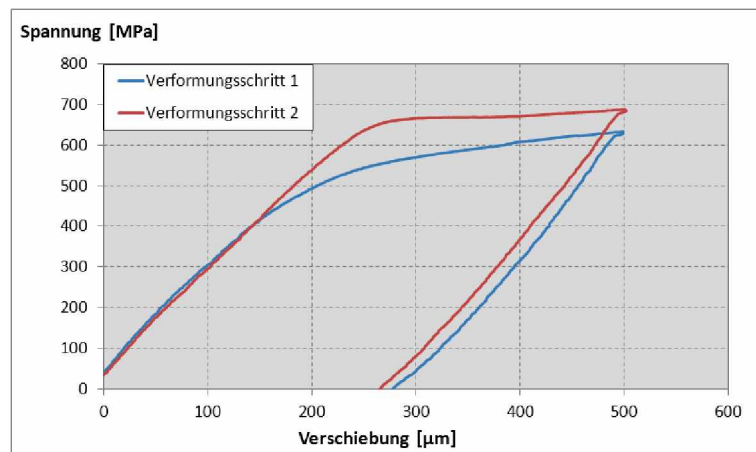
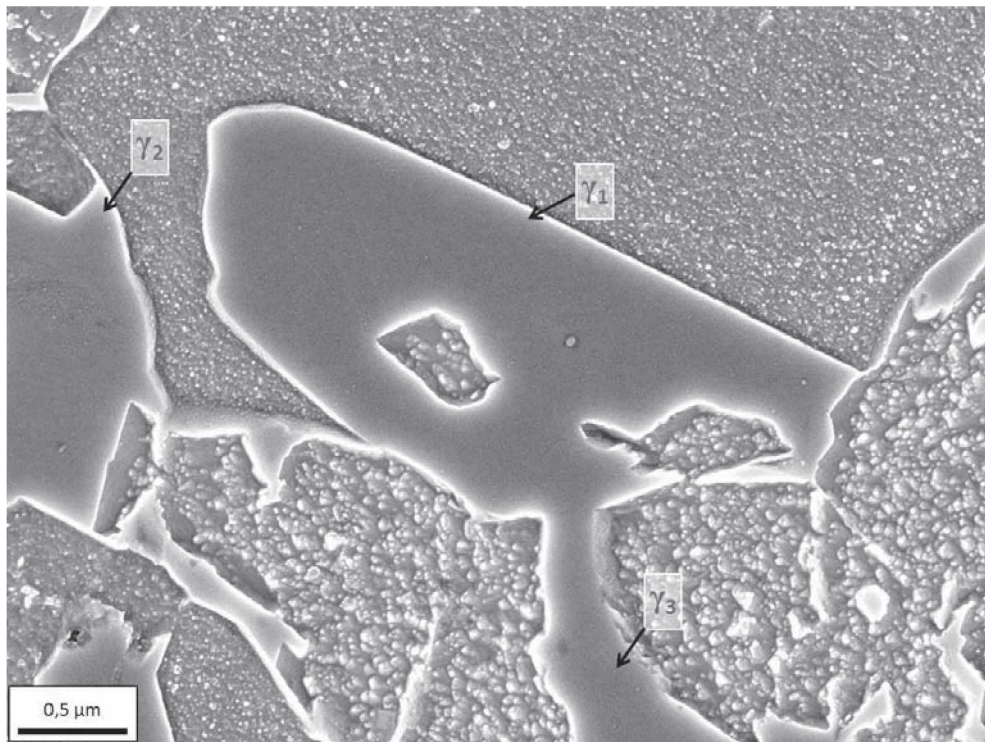


Abbildung 4.15.: Spannungs-Verschiebungs-Kurven der beiden Verformungsschritte.

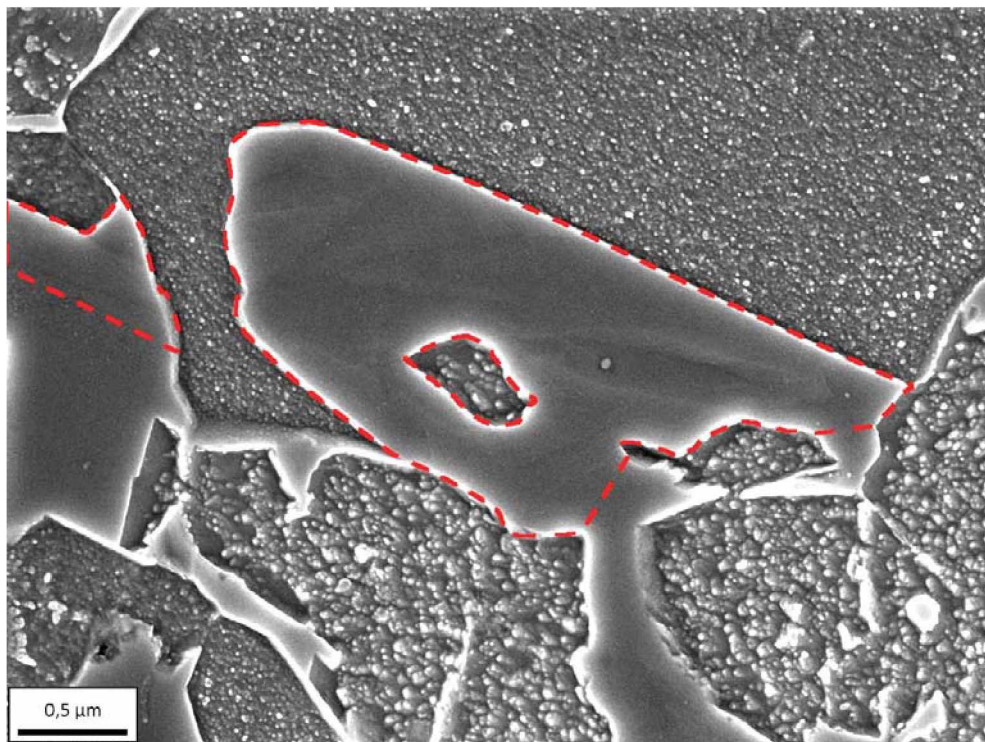
Visuelle Beurteilung der REM-Aufnahmen

In Abb. 4.16 ist der observierte Bereich im unverformten Zustand, sowie nach jedem Verformungsschritt dargestellt; Körner mit neuen Oberflächenfeatures nach einer Verformung sind rot umrandet. Man erkennt anhand der neuen Oberflächenstrukturen in Abb. 4.16 (b) deutlich, dass das beobachtete zentrale Austenitkorn γ_1 schon nach dem ersten Verformungsschritt wahrscheinlich vollständig in Martensit umgewandelt ist. Die Vielzahl und die unterschiedlich starke Ausprägung der neuen Strukturen deutet wiederum auf die Bildung von mehreren Martensitvarianten hin. Das Korn γ_2 war bereits vor der Verformung teilweise martensitisch und zeigt nach der ersten Verformung eine erneute partielle Umwandlung.

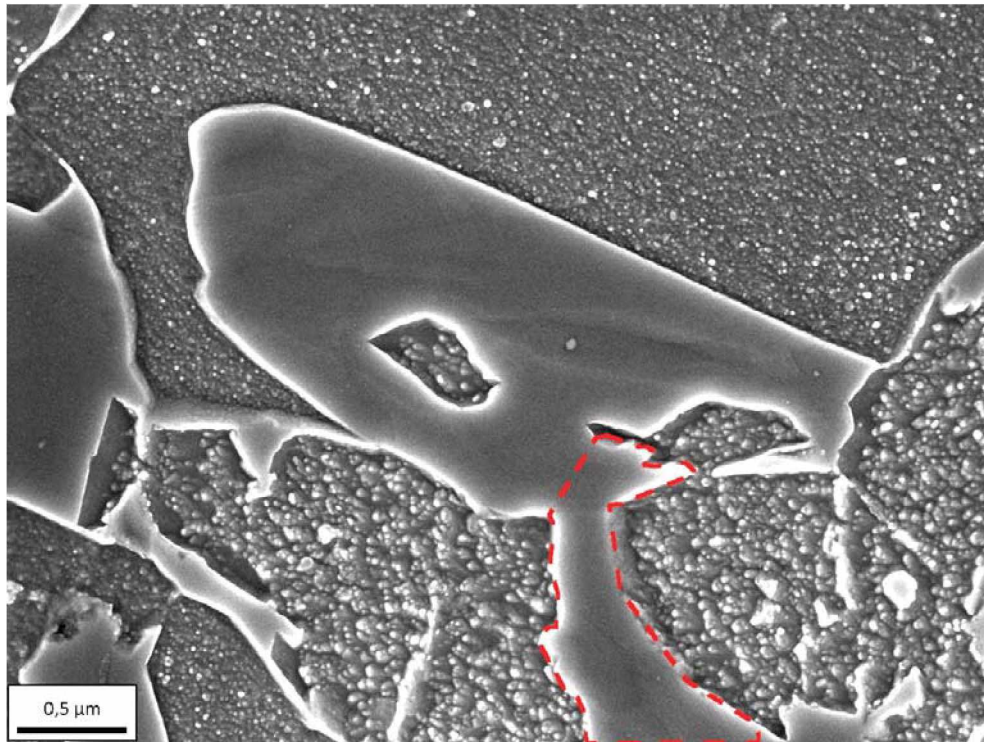
Im zweiten Verformungsschritt wandelt das Korn γ_3 um. Den Hinweis darauf gibt ein einzelnes neues Oberflächenfeature sowie die auffällige Verbreiterung in Zugrichtung.



(a)



(b)



(c)

Abbildung 4.16.: REM-Aufnahmen bei (a) 0 %, (b) 2,5 % und (c) 4,5 % plastischer Verformung. Der Bildkontrast wurde in dieser Abbildung, zur besseren Sichtbarkeit der Strukturen, erhöht.

Verschiebungsprofile

In Abbildung 4.17 sind zwei ausgewählte Verschiebungsprofile quer zur Zugrichtung dargestellt. Diese Profile demonstrieren, nach einer plastische Verformung von 2,5 % (blaue Kurve) bzw. 4,5 % (rote Kurve), die Verschiebung einzelner, manuell ausgewählter homologen Punkte zueinander. Das Profil A (Abb. 4.17 (a)) verläuft dabei größtenteils in Ferrit, während Profil B (Abb. 4.17 (c)) das Austenitkorn γ_1 schneidet.

- **Profil A:** Die Bereiche I und I' gehören zum selben Ferrit-Korn und zeigen eine negative Verschiebung der homologen Punkte, wie aufgrund der Querkontraktion zu erwarten ist. Während die Verformung zwischen 0 und 2,5 % globaler Dehnung im Bereich I stärker als im Bereich I' ist, konzentriert sich die Verformung zwischen 2,5 und 4,5 % Dehnung im Bereich I'.

In den Bereichen II und IV sind die Linien der beiden Verschiebungsprofile paral-

lel, somit wurden diese beiden Gebiete im zweiten Verformungsschritt nicht weiter deformiert. Die positive Verschiebung zwischen den beiden homologen Punkten im Austenitkorn (Gebiet III) beträgt 0,25 Pixel im ersten bzw. 0,375 Pixel im zweiten Verformungsschritt. Dies ist vermutlich auf Fehlereinflüsse und nicht auf eine martensitische Umwandlung zurückzuführen. Die beiden mit "KG" definierten Bereiche beschreiben Korngrenzen und werden nicht weiter interpretiert. In Summe zeigt Profil A die zu erwartende, lokal unterschiedliche Querkontraktion.

- **Profil B:** In diesem Profil fällt sofort die positive y-Verschiebung zwischen jenen beiden homologen Punkte auf, die den Bereich II definieren. Dieser Bereich liegt im Austenitkorn, welches bereits im ersten Verformungsschritt vollständig in Martensit umgewandelt ist (vgl. Abb. 4.6 (b)). Die Verschiebung betrug etwa 8 Pixel, was bezogen auf die Messlänge einem ϵ_{yy} von 4,4 % entspricht. Diese Verschiebung ist ein eindeutiger Nachweis einer lokalen Dehnung, die durch die verformungsinduzierte Martensitumwandlung erzeugt wurde. Im zweiten Verformungsschritt wurde dieser Bereich nicht weiter gedehnt.

Demgegenüber wurde im Bereich II' eine Kontraktion in y-Richtung gemessen. Aufgrund der nur schwach ausgeprägten Oberflächenmorphologie ist zu vermuten, dass die umwandlungsinduzierte Dehnung in Zugrichtung erfolgte, was auch in Abb. 4.18 (a) ersichtlich ist.

Im Vergleich zum Profil A änderten sich die y-Verschiebungen nach dem zweiten Verformungsschritt nur geringfügig.

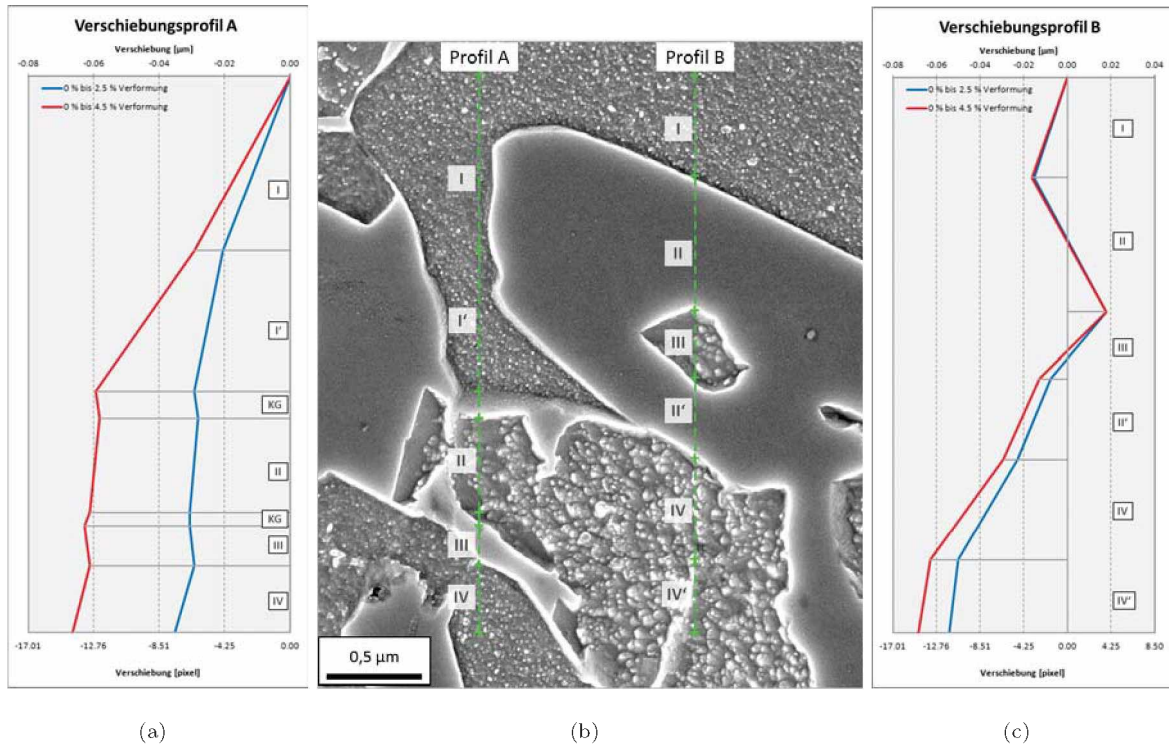


Abbildung 4.17.: y-Verschiebung einzelner homologen Punkte entlang der eingezeichneten Profile in der Umgebung von Korn γ_1 .

Dehnungskarten

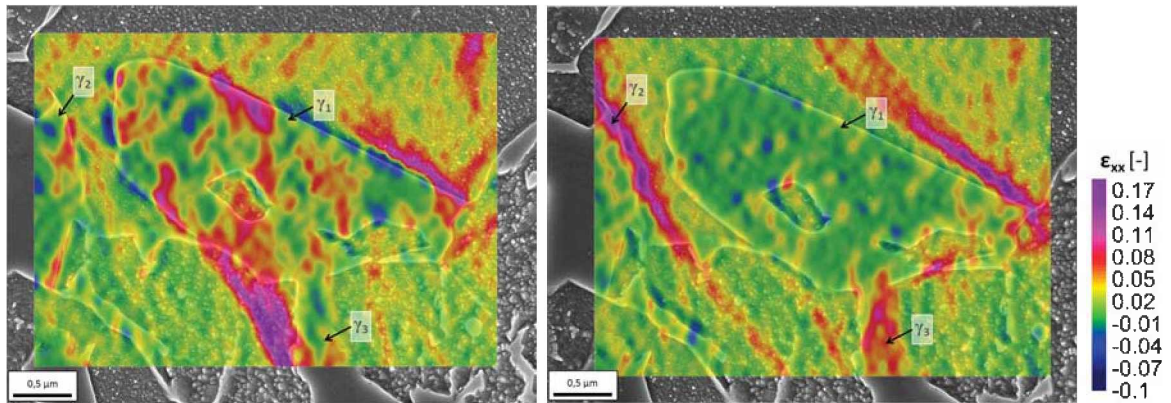
Die in Abb. 4.18 dargestellten Dehnungskarten zeigen die Dehnungen in Zugrichtung, die Querdehnungen sind in Abb. 4.19 abgebildet.

Abb. 4.18 zeigt markante Unterschiede zwischen den Dehnungsverteilungen in den beiden Verformungsstufen. So sind in Abb. 4.18 (a) starke Dehnungsfluktuationen im Korn γ_1 ersichtlich, die im zweiten Verformungsschritt (b) beinahe komplett verschwinden. An dieser Stelle muss erneut darauf hingewiesen werden, dass der Matching-Algorithmus innerhalb von großen, strukturlosen Bereichen zufällige Dehnungsfluktuationen erzeugt, während die Dehnungen in ferritischen Bereichen grundsätzlich sehr verlässlich sind. Aufgrunddessen werden die Dehnungen im Korn γ_1 , wie schon im vorhergehenden ex-situ-Versuch, im Anschluss manuell vermessen.

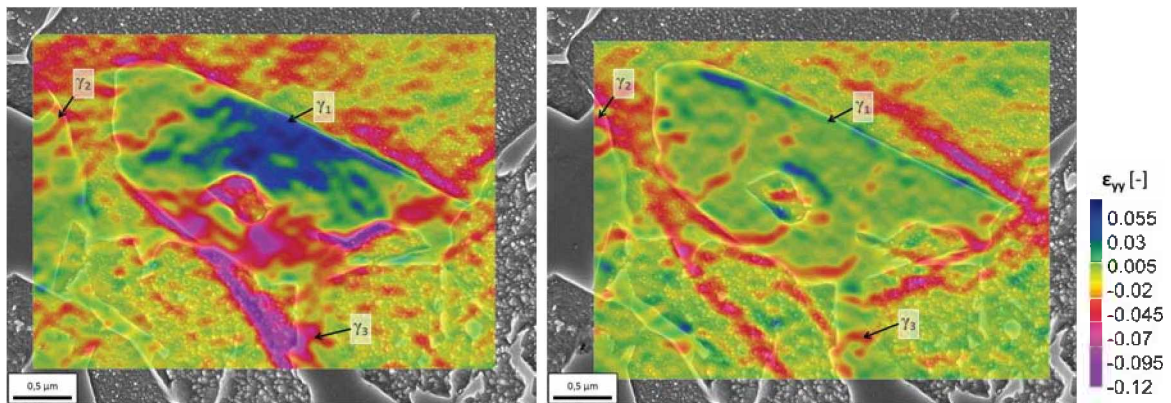
In der ferritischen Matrix sind nach einer globalen Verformung von etwa 2,5 % zwei starke ϵ_{xx} -Konzentrationen ersichtlich: in der Nähe des Kornes γ_3 , sowie an der rechten Ecke des Kornes γ_1 , die einen Tripelpunkt mit zwei Ferritkörnern bildet.

Im zweiten Verformungsschritt (Abb. 4.18 (b)) wandelt das Korn γ_3 um und verlängert sich dadurch um etwa 10 % in Zugrichtung, während der benachbarte, im vorherigen Dehnungsschritt stark verformte Bereich im Ferrit nun vergleichsweise gering gedehnt wird. Vom Tripelpunkt an der Ecke des Kornes γ_1 ausgehend, bildete sich ein gut sichtbares Verformungsband im Ferrit aus, welches aber nicht entlang der Korngrenze von γ_1 verläuft. Ein weiteres, schräg verlaufendes Verformungsband bildete sich zwischen γ_1 und γ_2 .

Die Karten der Transversaldehnungen in Abb. 4.19 ähneln den ϵ_{xx} -Dehnungskarten, da Dehnungskonzentrationen an jenen Stellen auftreten, die gleichzeitig auch hohe Zugdehnungen aufweisen. Zusätzlich sind im Ferrit, an manchen Grenzen zu γ_1 , im ersten Verformungsschritt stärkere Kontraktionen sichtbar, welche vermutlich durch die Phasenumwandlung verursacht wurden.


 (a) ϵ_{xx} zwischen 0 % und 2,5 % Dehnung

 (b) ϵ_{xx} zwischen 2,5 % und 4,5 % Dehnung

 Abbildung 4.18.: ϵ_{xx} -Dehnungskarten in einem Bereich von $4,8 \mu\text{m} \times 3,6 \mu\text{m}$.

 (a) ϵ_{yy} zwischen 0 % und 2,5 % Dehnung

 (b) ϵ_{yy} zwischen 2,5 % und 4,5 % Dehnung

 Abbildung 4.19.: ϵ_{yy} -Dehnungskarten in einem Bereich von $4,8 \mu\text{m} \times 3,6 \mu\text{m}$.

Manuelle Dehnungsmessungen

Um die Dehnungen genauer quantifizieren zu können, wurden analog zum vorhergehenden Versuch die kumulativen, d.h. auf den unverformten Zustand bezogenen Zug- und Querdehnungen zwischen manuell ausgewählten, zuverlässigen homologen Punkten berechnet.

Tab. 4.14 zeigt die gemessenen Dehnungen in Zugrichtung, Tab. 4.15 die gemessenen Dehnungen in Querrichtung im Korn γ_1 . Die dazugehörigen Positionen der Messlinien sind in Abb. 4.20 dargestellt.

In Tab. 4.14 ist ersichtlich, dass die mittlere Zugdehnung im Korn γ_1 nach der ersten Verformung mit 3,2 % etwas höher als die abgeschätzte, global aufgebrachte Verformung ist. Obwohl nach der zweiten Verformungsstufe in den REM-Aufnahmen keine neuen Oberflächenmerkmale beobachtet werden konnten, nahmen trotz der umwandlungsbedingt höheren Festigkeit die Zugdehnungen weiter zu.

Die Querdehnungen (Tab. 4.15) weisen innerhalb des Kornes sehr starke Schwankungen auf. Besonders auffällig ist hierbei die starke y-Expansion der Kornmitte, durch die bei den Messungen 6, 8 und 9 ϵ_{yy} -Werte $> 3,5$ % gemessen wurden. Im zweiten Verformungsschritt liefern die Messungen 9 bis 11 durch die hohe, negative Dehnungsänderung einen Hinweis auf eine weitere Phasenumwandlung, welche auch die zunehmenden ϵ_{xx} -Werte aus Tab. 4.14 erklären würde.

Tabelle 4.14.: Messlängen l_0 sowie Ergebnisse der Gesamtdehnungsmessungen in Zugrichtung (ϵ_{xx}) im Korn γ_1 nach beiden Verformungsschritten.

Messung	Unverformt l_0 [Pixel]	1. Verformung		2. Verformung	
		Δl [Pixel]	$\epsilon_{xx} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{xx} = \Delta l/l_0$ [%]
1	184	6,06	3,3	7,26	3,9
2	248	8,75	3,5	12,65	5,1
3	312	13,94	4,5	16,29	5,2
4	416	12,50	3,0	20,78	5,0
5	472	11,19	2,4	20,97	4,4
6	528	12,63	2,4	27,38	5,2
7	136	5,11	3,8	5,13	3,8
8	352	8,72	2,5	15,78	4,5
9	136	4,06	3,0	6,88	5,1
10	376	12,21	3,2	17,53	4,7
11	232	10,97	4,7	16,04	6,9
Mittlere Dehnung, Korn γ_1		3,2		4,7	
Mittlere Dehnung, global		2,5		4,5	

Tabelle 4.15.: Messlängen l_0 sowie Ergebnisse der Gesamtdehnungsmessungen in Transversalrichtung (ϵ_{yy}) im Korn γ_1 nach beiden Verformungsschritten.

Messung	Unverformt l_0 [Pixel]	1. Verformung		2. Verformung	
		Δl [Pixel]	$\epsilon_{yy} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{yy} = \Delta l/l_0$ [%]
1	240	-1,71	-0,7	-2,45	-1,0
2	264	-1,59	-0,6	-1,70	-0,6
3	296	-2,19	-0,7	-2,02	-0,7
4	312	-2,58	-0,8	-3,46	-1,1
5	328	-2,47	-0,8	-2,38	-0,7
6	160	7,02	4,4	7,26	4,5
Mittlere Dehnung, Korn γ_1		5,7		4,4	

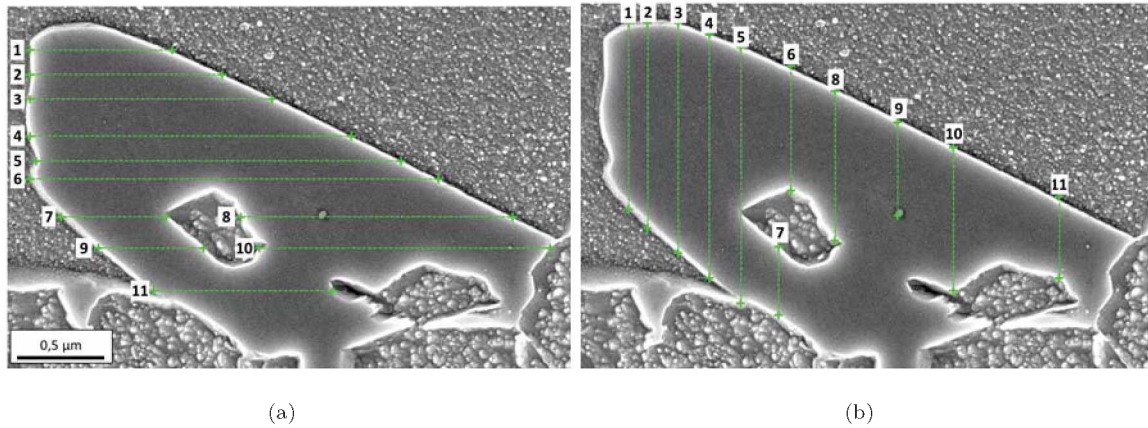


Abbildung 4.20.: Korn γ_1 im unverformten Zustand mit eingezeichneten Positionen der Dehnungsmessungen (a) in Zugrichtung sowie (b) quer zur Zugrichtung.

In Tab. 4.16 sind, für das Korn γ_3 , die Dehnungen in Zugrichtung aufgelistet. Die dazugehörigen Messpositionen finden sich in Abb. 4.21. Dieses Korn zeigte erst nach dem zweiten Verformungsschritt ein neues Oberflächenmerkmal. Die ϵ_{xx} -Werte von durchschnittlich 2 % nach der ersten Verformung waren vermutlich nicht ausreichend, um eine Phasenumwandlung herbeizuführen. Dies geschah erst bei weiterer Verformung, wobei stellenweise Dehnungen von über 9 %, bei einer Gesamtverformung von 4,5 %, erreicht wurden.

Tabelle 4.16.: Messlängen l_0 sowie Ergebnisse der Gesamtdehnungsmessungen in Zugrichtung (ϵ_{xx}) im Korn γ_3 nach beiden Verformungsschritten.

Messung	Unverformt l_0 [Pixel]	1. Verformung		2. Verformung	
		Δl [Pixel]	$\epsilon_{xx} = \Delta l/l_0$ [%]	Δl [Pixel]	$\epsilon_{xx} = \Delta l/l_0$ [%]
1	64	1,29	2,0	4,87	7,6
2	64	0,40	0,6	4,99	7,8
3	80	2,02	2,5	7,27	9,1
4	80	1,29	1,6	6,31	7,9
5	88	1,72	2,0	7,36	8,4
6	64	1,64	2,6	6,30	9,8
7	72	2,00	2,8	6,66	9,2
8	80	3,45	4,3	9,38	11,7
9	112	5,26	4,7	10,71	9,6
Mittlere Dehnung, Korn γ_3		2,0		8,5	
Mittlere Dehnung, global		2,5		4,5	

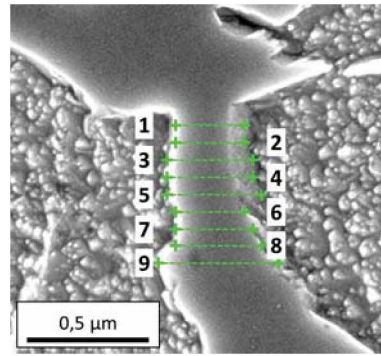


Abbildung 4.21.: Korn γ_3 im unverformten Zustand mit eingezeichneten Positionen der Dehnungsmessungen in Zugrichtung.

4.4. Diskussion

Durch den Wechsel auf eine ex-situ-Versuchsdurchführung konnte der Arbeitsabstand stark verkleinert werden, wodurch höhere Vergrößerungen und bessere Bildqualitäten möglich waren. Der Versuchsaufwand der ex-situ-Versuche war aber aufgrund des notwendigen, mehrfachen Aus- und Einbaus der Probe in Zugprüfmaschine und REM, sowie durch die dadurch bedingte mehrmalige Suche nach den sehr kleinen, beobachteten Mikrostrukturbereichen, ungleich höher.

Die verformungsinduzierte Phasenumwandlung konnte bei sehr hohen Vergrößerungen direkt beobachtet und mit EBSD-Messungen bestätigt werden. Die Oberflächen von großen, verformungsinduziert umgewandelten Austenitkörnern zeigen dabei neue Oberflächenmerkmale, was auf die Bildung von unterschiedlichen Martensitvarianten zurückzuführen ist. Dies erlaubte auch eine Identifikation der transformierten Körner, ohne auf EBSD zurückgreifen zu müssen.

Stark ausgeprägte, neue Oberflächenmerkmale bei der Phasenumwandlung deuten auf eine Dehnung in z-Richtung, d.h. in Richtung der Oberflächennormalen, hin. Dies könnte darauf zurückzuführen sein, dass die beobachteten Austenitkörner eine freie Oberfläche aufweisen, die einer Ausbreitung in z-Richtung keinen Widerstand entgegenzusetzen. Diese Dehnungen konnten mithilfe der digitalen Bildkorrelation nicht gemessen werden.

Die Anwesenheit von partiell umgewandelten Körnern der Größe $> 1 \mu\text{m}$ im unverform-

ten Zustand, als auch das beobachtete diskrete Umwandlungsverhalten während der Verformung zeigt, dass die Bildung einer ersten Martensitvariante keine vollständige Umwandlung des restlichen Korns zur Folge hat. Eine vollständige Phasenumwandlung wird somit erst bei fortgesetzter Belastung erreicht.

In den ex-situ-Verformungsversuchen konnte die Umwandlung mehrerer Austenitkörner nach einer geringen Verformung beobachtet werden. Bei der höchsten Vergrößerung zeigten die berechneten Dehnungskarten (4.18 und 4.19) dabei eine darauffolgende Änderung der lokalen Dehnungsverteilungen, was auf die lokale Verfestigung zurückzuführen ist. Manuelle Dehnungsmessungen in ausgewählten Körnern zeigten außerdem, dass sich die umwandlungsinduzierten Dehnungen bei der Bildung mehrerer Martensitvarianten innerhalb eines einzelnen Korns stark unterscheiden können. Die höchsten, gemessenen Umwandlungsdehnungen von über 6 % traten dabei in schmalen Körnern auf, die nur sehr schwach ausgeprägte, neue Oberflächenmerkmale zeigten.

Kapitel 5.

Schlussfolgerungen

Die Aufgabe dieser Diplomarbeit war es, das lokale Verformungsverhalten eines Multiphasenstahles mit TRIP-Effekt mittels digitaler Bildkorrelation zu studieren. Besonderer Fokus lag dabei auf der Detektion und Quantifizierung der verformungsinduzierten Phasenumwandlung von Austenit in Martensit.

Im Rahmen dieser Diplomarbeit erwiesen sich folgende Punkte als besonders problematisch:

- Die lokalen, durch den TRIP-Effekt verursachten Dehnungen sind sehr klein im Vergleich zu der makroskopisch aufgebrachten Verformung. Um diese Dehnungen mit Hilfe der digitalen Bildkorrelation beobachten zu können, sind somit kleinere Verformungsschritte notwendig. Bei zu kleinen Unterschieden in den zu vergleichenden Bildern verursacht der Algorithmus jedoch unerwünschte Artefakte, die in Form von Bändern mit abwechselnd positiven und negativen Dehnungen auftreten. Bei zu großen Dehnungsschritten wiederum werden die lokalen, TRIP-induzierten Dehnungen von der makroskopischen Verformung überlagert.
- Im Idealfall werden Bilder bei drei Verformungsstadien verglichen: im unverformten Zustand, im Augenblick kurz vor der Umwandlung eines Austenitkorns und im Augenblick kurz nach der Umwandlung. So können jene Dehnungsverteilungen, die zur Umwandlung führten, untersucht werden und mit den umwandlungsinduzierten Dehnungen verglichen werden.
Jedoch ist es unmöglich, den exakten Umwandlungszeitpunkt eines Austenitkorns vorherzusagen. Somit muss die Anzahl der gescannten Aufnahmen erhöht werden, welche aber durch die Kontamination des Bildausschnittes und der damit abnehmenden Qualität begrenzt ist.
- Die geringe Größe der Austenitkörner im Bereich von $1\ \mu\text{m}$ und der damit verbundenen kleinen, umwandlungsinduzierten Dehnungen erfordert eine hohe Vergrößerung der REM-Aufnahmen für die digitale Bildkorrelation. Bei diesen hohen Vergrößerungen nehmen jedoch auch die Einflüsse von Unschärfe und Bildverzerrung zu. Die Sensitivität der digitalen Bildkorrelation auf solche Fehler ist, auch aufgrund der geringen Messlängen, sehr groß.
- Die Fehlereinflüsse auf die gemessenen Dehnungen werden mit zunehmender Vergrößerung stärker. Als besonders kritisch sind dabei Bildverzerrungen zu sehen.

Zu Beginn wurde ein in-situ-Verformungsversuch durchgeführt, mit dem das Verformungsverhalten der TRIP-Mikrostruktur bei zwei unterschiedlichen Vergrößerungen untersucht werden konnte. Die Verformung in einem Multiphasenstahl mit TRIP-Effekt läuft dabei bevorzugt in Bändern ab, die schräg bis normal zur Zugrichtung verlaufen und schon bei niedrigen Dehnungen auftreten. Dieses Verhalten wurde auch schon bei der Verformungsanalyse an anderen Multiphasenstählen [45, 46], sowie bei Untersuchungen an Metallmatrix-Kompositwerkstoffen [47, 48] beobachtet. Im Rahmen dieses Versuches war es jedoch nicht möglich, eine verformungsinduzierte Phasenumwandlung zu beobachten. Die Gründe dafür waren einerseits die unzureichende Vergrößerung und Bildqualität durch die Limitierung des Arbeitsabstandes im in-situ-Versuch, andererseits die schwierige Unterscheidung von Austenit und Martensit.

Infolgedessen wurden zwei Änderungen in der Versuchsdurchführung und Probenpräparation vorgenommen:

- Durch den Wechsel auf eine ex-situ-Versuchsdurchführung konnten deutlich höhere Vergrößerungen und Bildqualitäten im REM eingestellt werden.
- Das Anlassen des Materials ermöglichte eine eindeutige Unterscheidung von Austenit und prädeformationalem Martensit im REM.

Durch die Kombination von EBSD-Messungen und REM-Aufnahmen bei hoher Vergrößerung konnte gezeigt werden, dass in vielen Austenitkörnern durch die verformungsinduzierte Phasenumwandlung neue Oberflächenmerkmale erzeugt werden, die (bei ausreichender Vergrößerung und Qualität der REM-Aufnahmen) eine einfache Identifikation von umgewandelten Körnern ermöglichten.

In den ex-situ-Verformungsversuchen, die bei sehr hoher Vergrößerung durchgeführt wurden, konnten nun mehrere verformungsinduzierte Phasenumwandlungen beobachtet werden. Diese erfolgten überwiegend mehrstufig, was auf mehrere Martensitvarianten innerhalb eines einzelnen Kornes hindeutet. Mithilfe der digitalen Bildkorrelation, sowie durch die manuelle Vermessung einzelner Körner, konnten die lokalen Umwandlungsdehnungen quantifiziert werden, welche sich bei der Bildung mehrerer Martensitvarianten innerhalb eines einzelnen Kornes stark unterscheiden können.

Eine ideale, vollständige Charakterisierung des lokalen Verformungsverhaltens eines

TRIP-Stahls erfordert den Einsatz der digitalen Bildkorrelation sowohl in einem makroskopischen, als auch in stark vergrößerten Probenbereichen. Um den Einfluss der Kornorientierungen und des TRIP-Effektes beurteilen zu können, wären zusätzliche EBSD-Messungen vor und nach der Verformung notwendig. Mit den derzeitigen Gegebenheiten ist dies aufgrund der massiven Kontamination, besonders nach Aufnahmen bei hohen Vergrößerungen oder einer EBSD-Messung, nicht möglich.

Es konnte gezeigt werden, dass die Methode der digitalen Bildkorrelation ein geeignetes Instrument zur quantitativen Messung der Umwandlungsdehnungen darstellt, wobei dies durch die fehlende Möglichkeit zur Messung der dritten Dimension etwas eingeschränkt ist. Weitere Messungen, in Kombination mit anderen Methoden zur Bestimmung der Austenitstabilität, könnten so die Angabe von kritischen Dehnungen, die zur Phasenumwandlung führen, ermöglichen.

Anhang A.

Weitere Mikrostrukturbereiche

In den nachfolgenden Abbildungen A.1 und A.2 sind weitere Mikrostrukturbereiche bei 30.000-facher Vergrößerung dargestellt, die ebenfalls Phasenumwandlungen zeigten (mit roten Pfeilen markiert) und mittels der digitalen Bildkorrelation ausgewertet wurden, Abb. A.3 und A.3.

REM-Aufnahmen

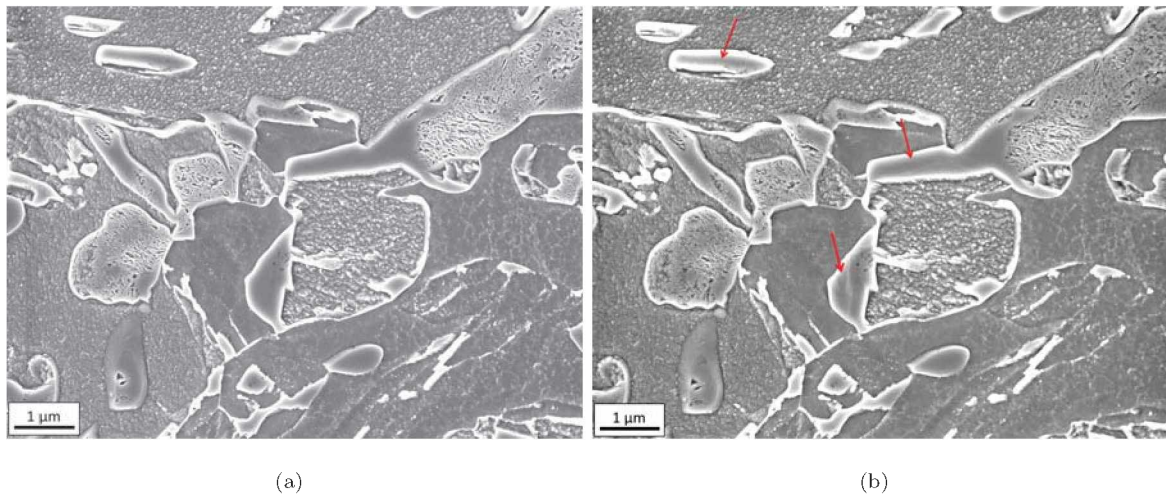


Abbildung A.1.: REM-Bild bei (a) 0 % und (b) 3,86 % Verformung. Rote Pfeile markieren eindeutig verformungsinduziert umgewandelte Körner.

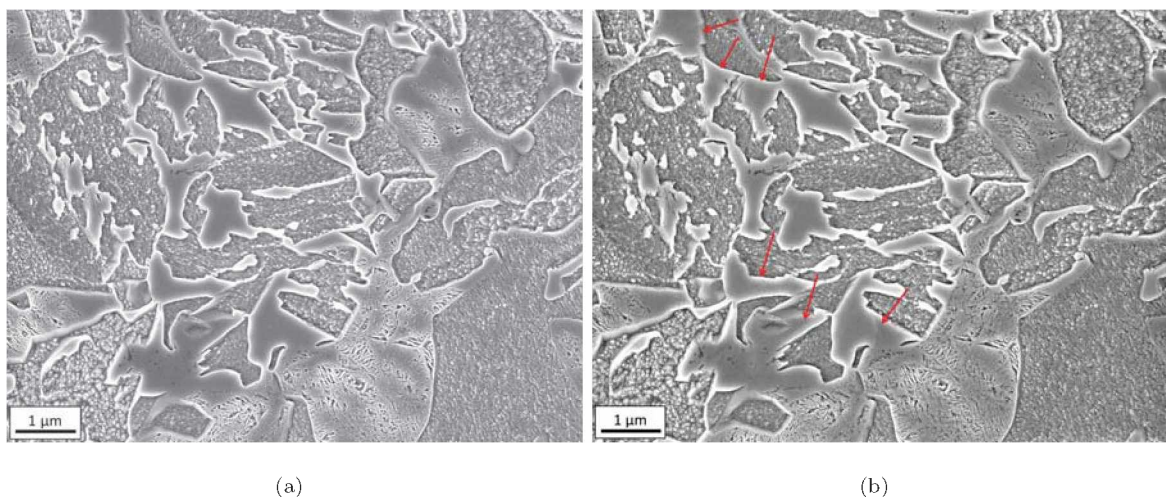
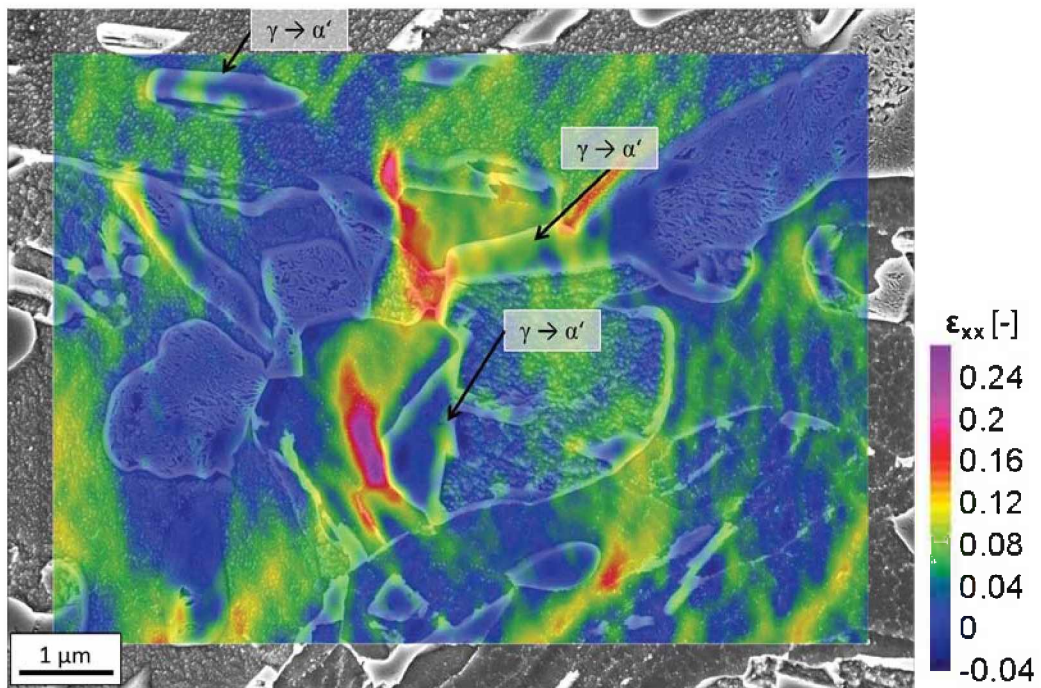
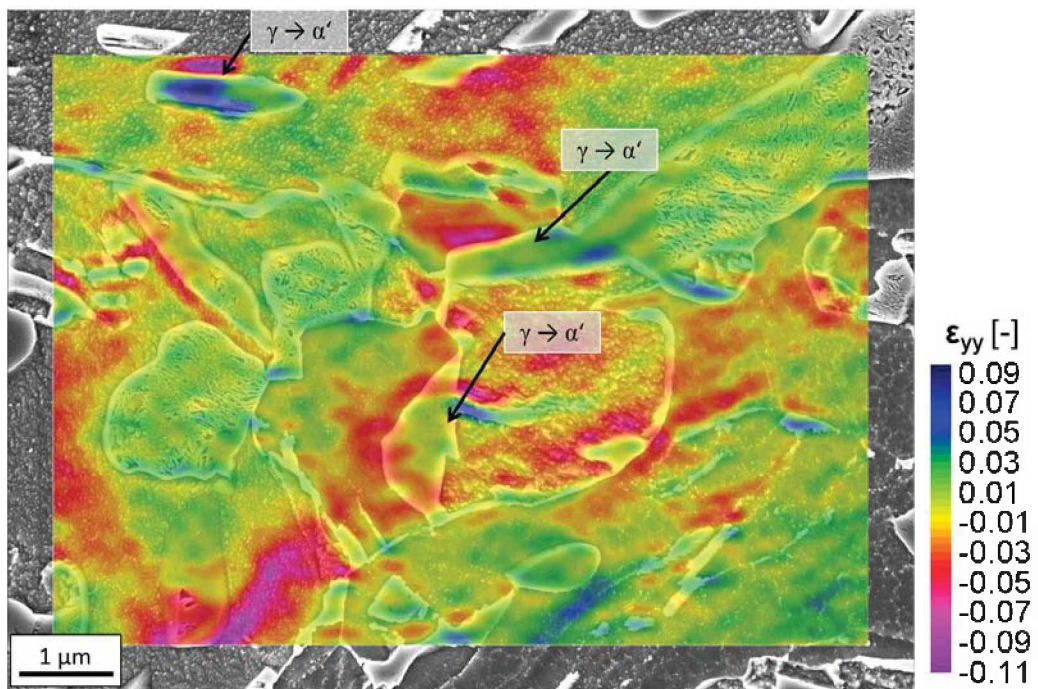


Abbildung A.2.: REM-Bild bei (a) 0 % und (b) 3,86 % Verformung. Rote Pfeile markieren eindeutig verformungsinduziert umgewandelte Körner.

Dehnungskarten

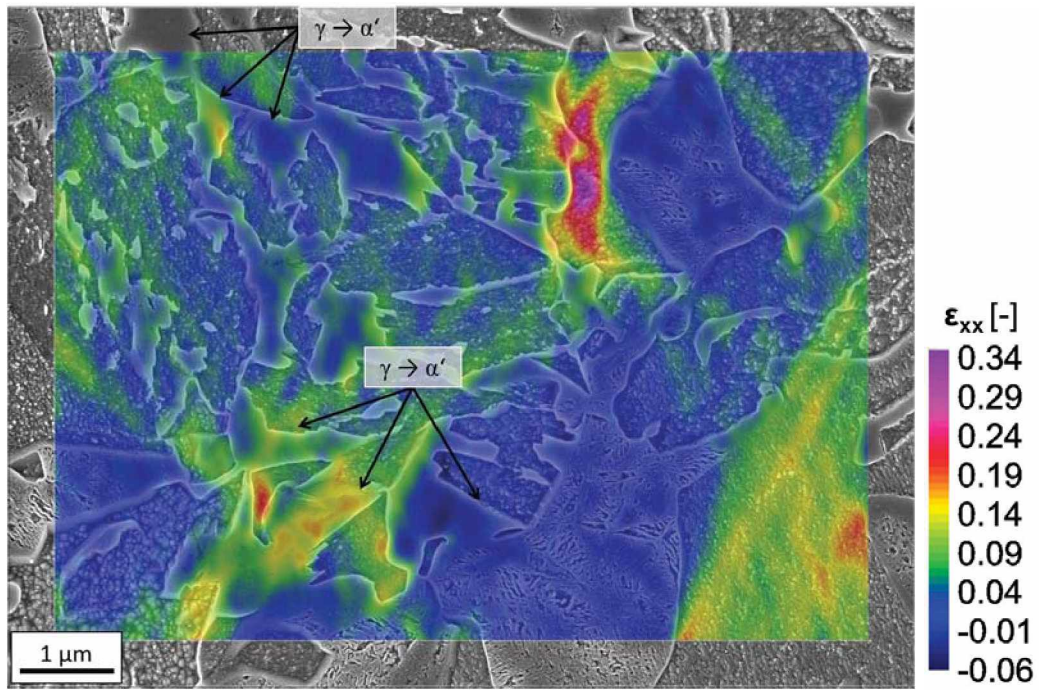


(a)

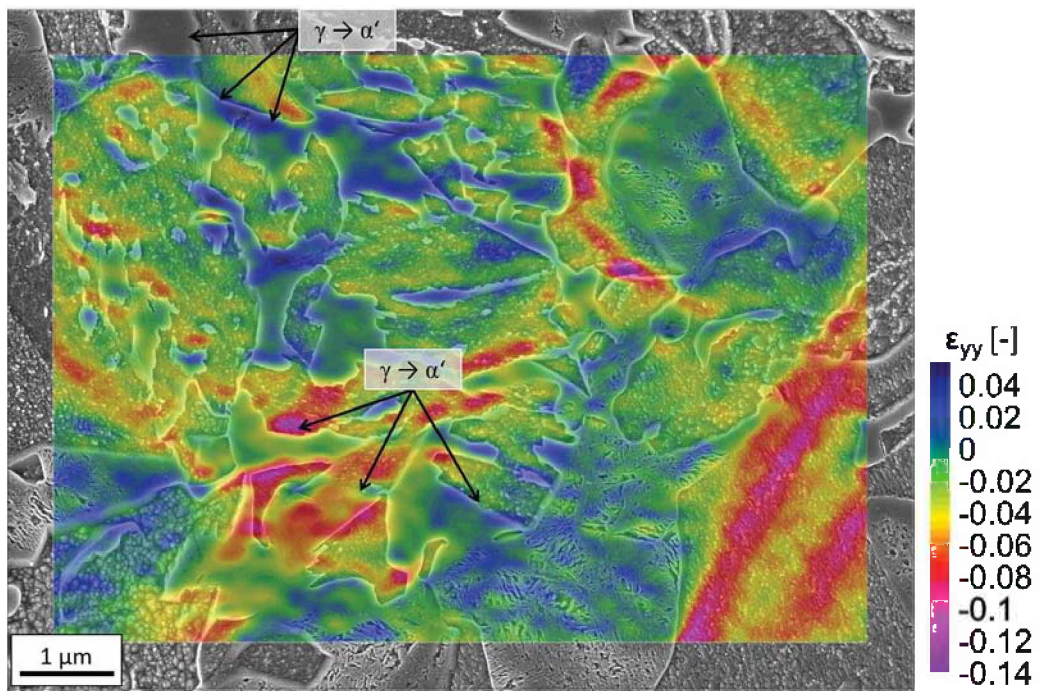


(b)

Abbildung A.3.: Dehnungskarten zwischen 0 und 3,84 % Verformung, vgl. Abb. A.1.



(a)



(b)

Abbildung A.4.: Dehnungskarten zwischen 0 und 3,84 % Verformung, vgl. Abb. A.2.

Anhang B.

Einflüsse auf die Dehnungsmessung mittels digitaler Bildkorrelation

Um eine fehlerhafte Interpretation der in den Dehnungskarten dargestellten lokalen Verformungen zu vermeiden, müssen verschiedene Faktoren berücksichtigt werden, welche die gemessenen Dehnungen beeinflussen bzw. hervorrufen können. Im vorliegenden Fall einer TRIP-Mikrostruktur setzt sich eine ermittelte Dehnung wie folgt zusammen:

$$\epsilon_{ii}^{gemessen} = \epsilon_{ii}^{Verformung} + \epsilon_{ii}^{\gamma \rightarrow \alpha'} + \epsilon_{ii}^{Fehler} \quad (\text{B.1})$$

Die Formel B.1 gilt sowohl für Dehnungen in Zugrichtung ($i = x$), als auch für Dehnungen in Transversalrichtung ($i = y$). Die gemessene Gesamtdehnung $\epsilon_{ii}^{gemessen}$ beinhaltet somit die lokalen Verformungen $\epsilon_{ii}^{Verformung}$, die umwandlungsinduzierten Dehnungen $\epsilon_{ii}^{\gamma \rightarrow \alpha'}$, sowie einen Fehleranteil ϵ_{ii}^{Fehler} .

Die Methode der Dehnungsmessung über die digitale Bildkorrelation basiert auf drei Arbeitsschritten: Zuerst müssen Bilder der Mikrostruktur bei unterschiedlichen Verformungen aufgenommen werden, in denen anschließend mit einem Matching-Algorithmus homologe Punkte definiert werden müssen. Mithilfe der Koordinaten der homologen Punkte werden im letzten Schritt die lokalen Dehnungen berechnet und in Form von Dehnungskarten angezeigt. In jedem dieser Arbeitsschritte können Einflüsse auftreten, die möglicherweise fehlerhafte Dehnungen erzeugen:

$$\epsilon_{ii}^{Fehler} = \epsilon_{ii}^{Bildaufnahme} + \epsilon_{ii}^{Matching} + \epsilon_{ii}^{Dehnungsberechnung} \quad (\text{B.2})$$

Die Höhe dieser fehlerhaften Dehnungen ist dabei stark von der Messlänge, also der gewählten Dichte der homologen Punkte, abhängig. So erzeugt bereits eine fehlerhafte Platzierung eines homologen Punktes um 0,1 Pixel, bei einem Punkteabstand von 8 Pixeln, eine Fehlerdehnung von 1,25 %. Eine Verdoppelung des Punkteabstandes würde dabei den Fehler halbieren, aber auch zu einer ungenaueren Auflösung in den Dehnungskarten führen. Eine Erhöhung der Genauigkeit geht somit auf Kosten der Auflösung, und umgekehrt [39].

Im Folgenden soll auf die Ursachen der möglichen Fehlereinflüsse in den drei angesprochenen Arbeitsschritten genauer eingegangen werden.

B.1. Bildaufnahme

Da sich die gewählten Vergrößerungen wegen des feinen Gefüges nahe am Auflösungsli- mit des verwendeten Rasterelektronenmikroskops befinden, müssen verschiedene Fehlerquellen diskutiert werden. Die Komplexität eines Rasterelektronenmikroskops be- deutet gleichzeitig eine Vielzahl an Prozessen bei der Bildentstehung. Manche dieser Prozesse sind Instabilitäten unterworfen und können Fehler verursachen: Spannungen können schwanken, Magnetisierungen und Hystereseeffekte im Linsensystem auftreten oder Ablenkungen der Elektronen durch elektromagnetische Felder erfolgen. Leichte Be- wegungen der Probe oder des Probenstisches, Vibrationen in der Umgebung und sogar Schallwellen sind weitere mögliche Einflüsse, um einige zu nennen. Diese Instabilitäten verschlechtern die Bildqualität und verursachen, besonders bei hohen Vergrößerungen, Bilddrifts und Bildverzerrungen. Im Folgenden werden einige Fehlerquellen, die Bei- träge zu $\epsilon_{ii}^{Bildaufnahme}$ liefern, angesprochen.

B.1.1. Arbeitsabstand

Im in-situ-Versuch (Kapitel 3.3.3 und 3.3.4) als auch im ex-situ-Versuch bei 30.000- facher Vergrößerung (Kapitel 4.3.2) wurde der Arbeitsabstand zwischen den einzel- nen Bildaufnahmen leicht variiert. Der Arbeitsabstand beeinflusst jedoch nicht die für das Verformungsmatching ausschlaggebende Pixelgröße ($\frac{\mu m}{Pixel}$), sondern begrenzt nur die maximal anwendbare Vergrößerung und die so genannte Schärfentiefe. Eine un- genügende Tiefenauflösung führt zu unscharfen niedrig- oder höhergelegenen Bereichen innerhalb einer REM-Aufnahme, was aber sowohl mit zunehmendem Arbeitsabstand als auch mit abnehmendem Blendendurchmesser verbessert werden kann [41]. Aufgrund der sehr kleinen Höhenunterschiede von etwa 100 nm im Oberflächenrelief (vgl. Abb. 4.4) und des kleinen Blendendurchmessers von 30 μm haben die kleinen Unterschiede im Arbeitsabstand keine Auswirkung.

Wird der Arbeitsabstand jedoch ungenau eingestellt, so wird die REM-Aufnahme un- scharf und abhängig von der Qualität der Astigmatismuskorrektur verzerrt. Während minimale Verzerrungen für eine qualitative Beurteilung im REM keine große Rolle spielen, wirkt sich beispielsweise eine Kornverzerrung von einem Pixel aufgrund der kleinen Messlängen bereits stark auf das Ergebnis des Verformungsmatchings aus. Ei-

ne fehlerhafte Quasidehnung wird dann erzeugt, wenn sich die Verzerrung in beiden zu matchenden Bildern unterscheidet.

B.1.2. Kontamination

Die Kontamination durch die bevorzugt an Kanten erfolgende Abscheidung von Kohlenwasserstoffen auf der Probenoberfläche hat Auswirkungen auf die lokalen Grauwerte. Anstatt eine gleichmäßige Abdunkelung des observierten Bereiches zu verursachen, wird die Grauwertverteilung verschmälert (Abbildung B.1 (a)), indem Helligkeitspeaks abgestumpft und verbreitert werden (Abbildung B.1 (c) und (d)).

Mit zunehmender Kontamination wird die Identifikation der homologen Punkte schwieriger, da markante, scharfe Helligkeitspeaks verschwinden. Aufgrunddessen ist es notwendig, Scangenaugigkeit, Vergrößerung und Anzahl der Verformungsschritte (und damit der Anzahl der Scans) gegeneinander abzuwiegen. Bei starker Kontamination ist es zuweilen nicht mehr möglich, eine zufriedenstellende Bildqualität einzustellen, siehe Abb. B.2. Besonders auffällig sind die Korngrenzen im oberen Bereich von Abb. B.2 (b), welche sich scheinbar 'verdoppelt' haben. Dieser Effekt ist im unteren, weniger kontaminierten Bereich weniger stark ausgeprägt. Diese Korngrenzenverdoppelung kann insbesondere bei den kleineren Messlängen in schmalen Körnern in positiven, virtuellen Dehnungen resultieren.

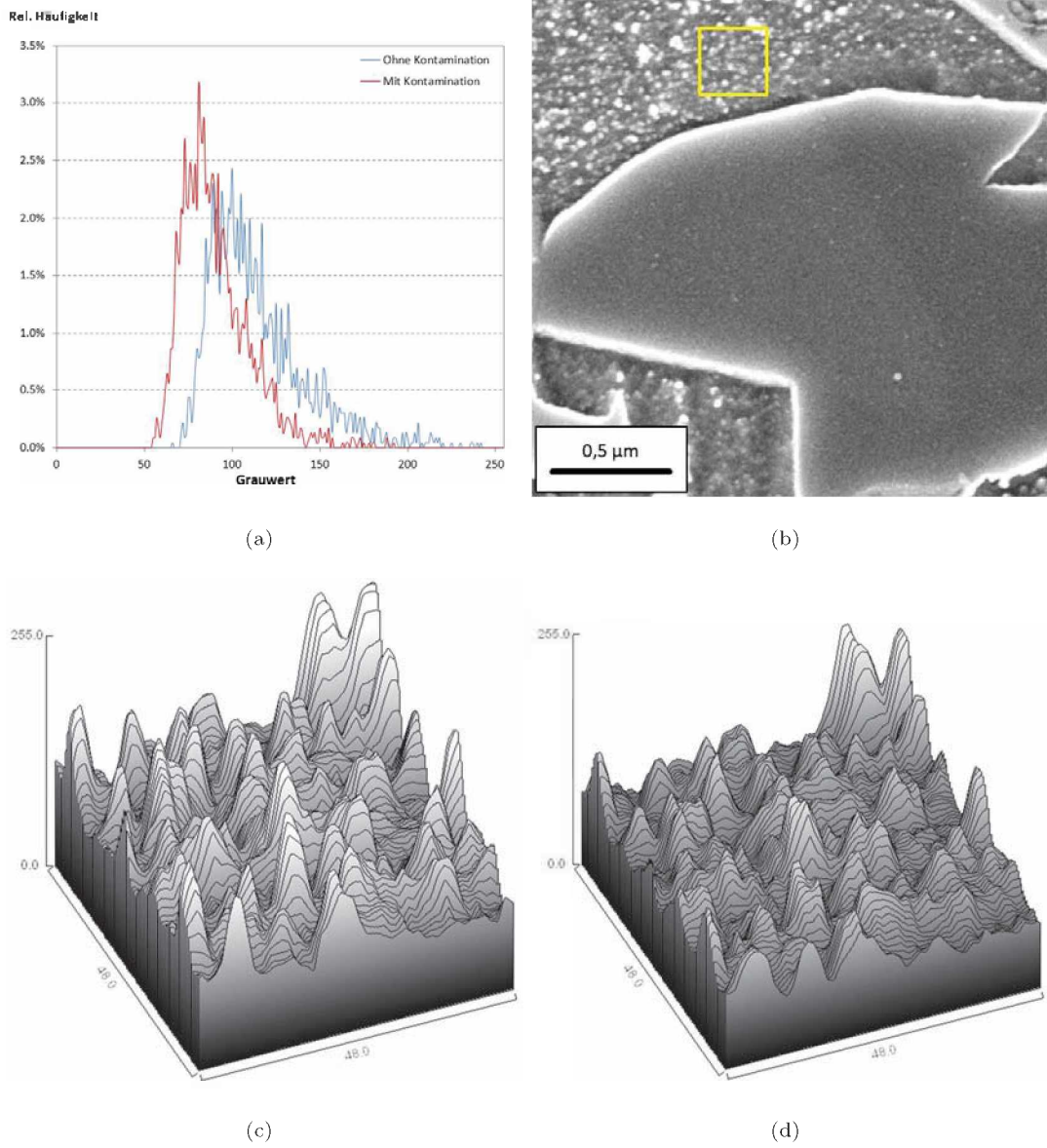


Abbildung B.1.: (a) Änderung der Grauwertverteilung in Ferrit durch Kontamination im in (b) markieren Bereich der Größe 48 x 48 Pixel (entspricht 6 x 6 homologen Punkten) sowie die dazugehörigen Grauwert-Oberflächenplots (c) ohne Kontamination und (d) mit Kontamination.

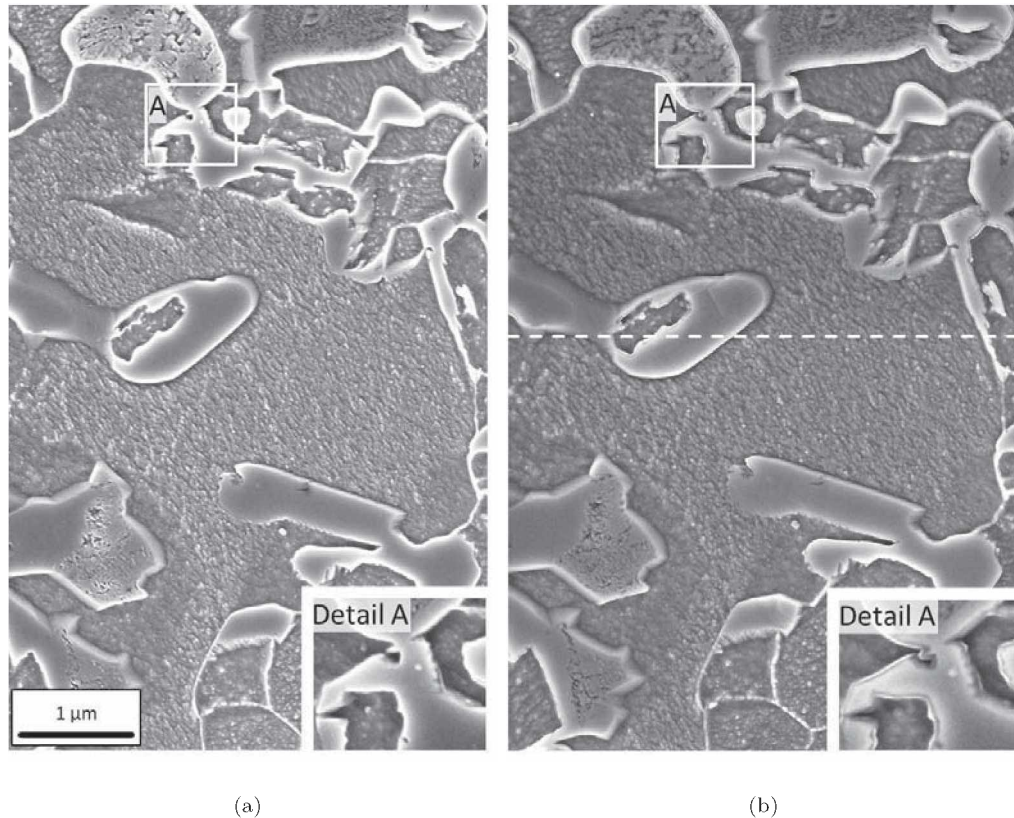


Abbildung B.2.: Ausgewählte Gefügestelle bei 30.000-facher Vergrößerung (a) unverformt sowie (b) nach 3,8 % Verformung. Unterhalb der Linie in (b) wurde die Stelle 8 Minuten lang (entspricht vier Aufnahmen), oberhalb der Linie insgesamt 12 Minuten lang gerastert (entspricht sechs Aufnahmen).

B.1.3. Geometrische Verzerrung durch Probenkipfung

Eine schräge Probenoberfläche bzw. ein schräger Einbau der Probe um die x-Achse, wie in Abbildung B.3 skizziert, führt durch einen Einfallswinkel $\neq 90$ Grad zu der Darstellung von projizierten Längen. Bleibt diese Abschrägung bei der Aufnahme der Verformungsbilder konstant, entstehen keine fehlerhaften Dehnungen.

Werden jedoch zwei Bilder miteinander korreliert, bei deren Aufnahme die Probe unterschiedlich gekippt oder tordiert war, führen diese projizierten Längen zu virtuellen positiven oder negativen Dehnungen (Abbildung B.4). Die Höhe dieser fehlerhaften Dehnungen kann durch einfache Trigonometrie abgeschätzt werden:

$$\epsilon_{\text{Verzerrung}} = \frac{l_{\text{gekipptesBild}} - l_{\text{Referenzbild}}}{l_{\text{Referenzbild}}} = \frac{1}{\cos \alpha} - 1 \quad (\text{B.3})$$

Um eine virtuelle Dehnung von 1 % zu erzeugen, muss der relative Kippwinkel somit etwa 8 Grad betragen. Um diesen Fehler abzuschätzen, kann die Probenkipfung nach einem Verformungsschritt mithilfe der Working Distance an verschiedenen Probenstellen berechnet und mit der Kippung des Ausgangsbildes verglichen werden. Dies wurde in Tabelle C.4 mit den Daten aus dem Versuch bei 30.000-facher Vergrößerung (Kapitel 4.3.2) durchgeführt. Die größte Unterschied im lokalen Kippwinkel betrug 1,2 Grad, was mit Formel B.3 einer virtuellen Dehnung von 0,22 % entspricht.

Eine Korrektur mithilfe der REM-Probenbühne ist nur bedingt möglich, da nur in einer Richtung um die x-Achse gekippt werden kann. Die Abschätzung der Verkippung setzt aber voraus, dass die Probe während der Verformung nicht verbogen wurde.

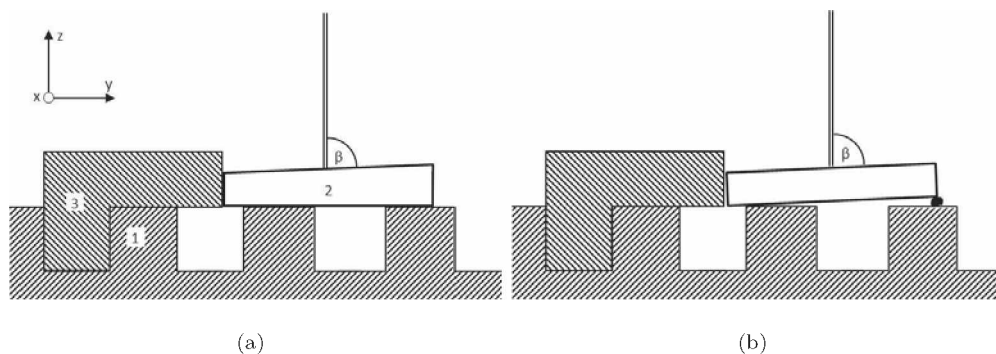


Abbildung B.3.: Querschnitt des Probenhalters (1) mit aufgelegter Probe (2) und formschlüssig fixiertem Winkel (3). (a) Schräge Probenoberfläche durch Probenpräparation, (b) Schräger Einbau der Probe.

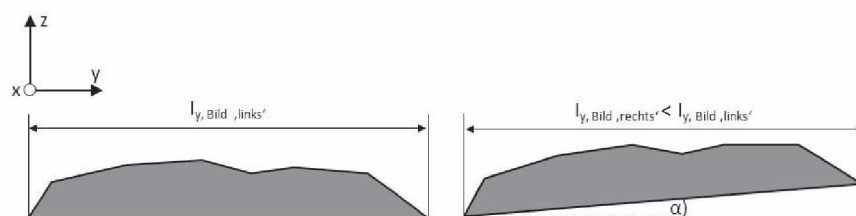


Abbildung B.4.: Entstehung einer virtuellen Kontraktion eines einzelnen Kornes durch einen unterschiedlich schrägen Probeneinbau bei der Bildaufnahme.

B.1.4. Drift

Die Drift eines betrachteten Bildausschnittes resultiert aus Aufladungs- und Magnetisierungserscheinungen des Linsensystems sowie der Probenoberfläche und der damit verbundenen Ablenkung des Elektronenstrahls. Dieser Effekt ist besonders häufig bei schlecht leitenden Materialien anzutreffen; insbesondere bei den hohen Spannungen einer EBSD-Messung ist die Drift stark ausgeprägt. Die Verformungsanalyse verwendet Aufnahmen bei sehr hoher Vergrößerung. Somit wirkt sich dieser aufladungsbezogene Effekt auch sehr viel stärker aus als es bei geringeren Vergrößerungen der Fall wäre und muss in der Interpretation der Dehnungskarten berücksichtigt werden.

Strukturen werden, je nach Richtung und Stärke des Driftes im Vergleich zur Scanrichtung und -geschwindigkeit, verzerrt (siehe Abb. B.5). Bei starkem Drift entgegen der Scanrichtung können sogar Bildinformationen verloren gehen. In der Literatur findet man einige Ansätze und Algorithmen, um dies zu kompensieren (zB [54–59]). An dieser Stelle werden zwei einfache Methoden beschrieben, um die Höhe der Bildverzerrungen abzuschätzen.

- In der digitalen Bildkorrelation entstehen dann driftinduzierte, virtuelle Dehnungen, wenn die beiden zu matchenden Bilder unterschiedlich stark verzerrt sind. Die Höhe der driftinduzierten Bildverzerrung hängt von drei Parametern ab: Driftrichtung φ , Driftgeschwindigkeit v sowie Scanzeit t . Besonders kritisch wäre dabei eine kompletten Umkehr der Driftrichtung. Da die Richtung und Geschwindigkeit der Bildabwanderung aufgrund des mehrmaligen Probeneinbaus im ex-situ-Versuch nicht konstant ist, muss die Verzerrung für jedes aufgenommene Bild einzeln ermittelt werden.

Abbildung B.6 veranschaulicht eine einfache Methode zur Fehlerabschätzung unter Verwendung einer zusätzlichen Aufnahme. 'Bild 1' ist hierbei das genau gescannte Bild für die Verformungsanalyse, 'Bild 2' ein schnell gescanntes Bild in der selben Auflösung unmittelbar nach der Speicherung von 'Bild 1'. Durch die Drift befindet sich der ehemalige Mittelpunkt des Bildes 1 (M1) im Bild 2 an einer anderen Position (M1'). Legt man nun Bild 1 und 2 so übereinander, dass die Punkte M1 und M1' zusammenfallen, können die Verschiebungen Δx und Δy ermittelt werden. Unter Kenntnis der zwischen der Scans der Punkte M1 und M1' verstrichenen Zeit \hat{t} kann nun die Verzerrung abgeschätzt werden:

$$\hat{t} = t_{Scan,Bild1,abM1} + t_{Speicherung,Bild1} + t_{Scan,Bild2,bisM1} \approx \frac{t_{Scan,Bild1} + t_{Scan,Bild2}}{2} \quad (B.4)$$

$$\epsilon_{yy,Bild1}^{Drift} = \frac{\Delta y}{1536} * \frac{t_{Scan,Bild1}}{\hat{t}} \quad (B.5)$$

$$\epsilon_{xx,Bild1}^{Drift} = \frac{\Delta x}{2048} * \frac{t_{Scan,Bild1}}{\hat{t}} \quad (B.6)$$

Die Formeln B.5 und B.6 gelten für eine Bildauflösung von 2048 x 1536 Pixel unter der Annahme einer konstanten Drift während der Bildaufnahme und beschreiben nur die Verzerrung einer Aufnahme im Vergleich zu den realen Abmessungen der Strukturen.

Bestimmt man für beide zu matchende Bilder die Bildverzerrung mit den Formeln B.5 und B.6, so kann die virtuelle Dehnung aus deren Differenz abgeschätzt werden:

$$\epsilon_{ii}^{Verzerrung} = \epsilon_{ii,Bild'unverformt'}^{Drift} - \epsilon_{ii,Bild'verformt'}^{Drift} \quad (B.7)$$

Aus diesem Zusammenhang ist ersichtlich, dass bei zunehmender Scanzeit der Einfluss der Bilddrift steigt - eine höhere Bildschärfe geht somit mit einer stärkeren Bildverzerrung einher.

- Eine zweite Möglichkeit zur Abschätzung der Dehnungen durch Bildverzerrung bietet sich unter der Annahme, dass martensitische Körner erst bei sehr hohen Verformungen plastifiziert werden. Aufgrund der hohen Festigkeit des Martensits und der niedrigen Gesamtdehnung von etwa 4 % im ex-situ-Zugversuch ist die Annahme von unverformten Martensitkörnern durchaus gerechtfertigt:

$$\epsilon_{iz}^{real,Martensit} \approx 0 \quad (B.8)$$

Folglich kann eine Dehnung, die mittels Bildkorrelation in einem Martensitkorn ermittelt wird, mit der fehlerhaften Dehnung durch Bildverzerrung gleichgesetzt werden:

$$\epsilon_{ii}^{\text{gemessen, Martensit}} \approx \epsilon_{ii}^{\text{Verzerrung}} \quad (\text{B.9})$$

Unter der weiteren Annahme einer konstanten Bildverzerrung können nun die lokalen Dehnungen korrigiert werden.

$$\epsilon_{ii}^{\text{real}} = \epsilon_{ii}^{\text{gemessen}} - \epsilon_{ii}^{\text{Verzerrung}} \quad (\text{B.10})$$

Formel B.10 bietet den Vorteil, dass sie sowohl die hier diskutierte driftinduzierte Bildverzerrung, als auch die geometrische Verzerrung durch Probenkippen korrigiert.

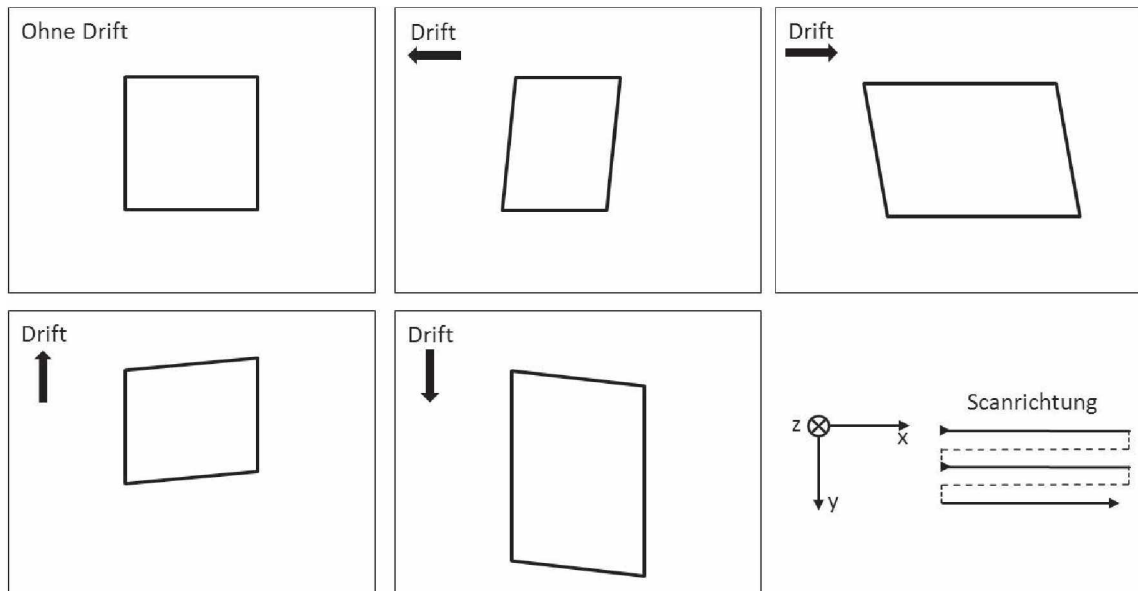


Abbildung B.5.: Verzerrung einer quadratischen Struktur in Abhängigkeit von der Driftrichtung.

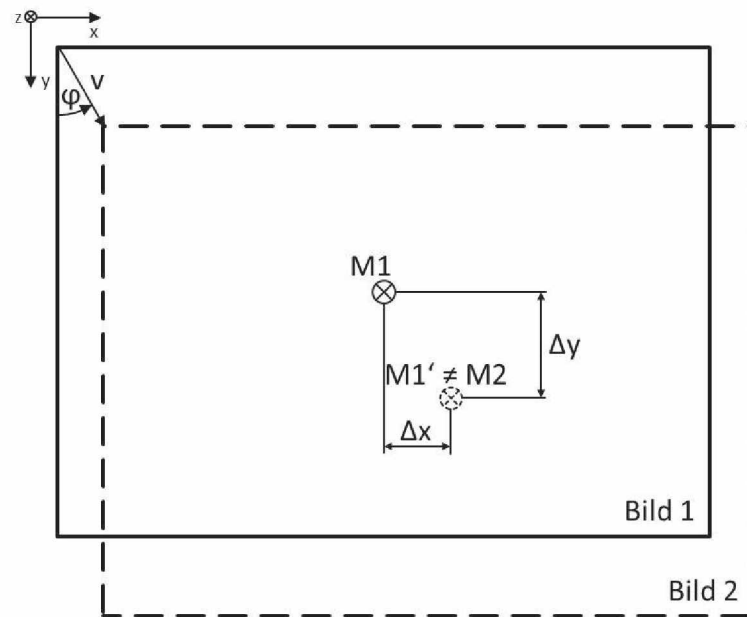


Abbildung B.6.: Abschätzung der driftinduzierten Bildverzerrung ϵ_{ii}^{Drift} in 'Bild 1' mithilfe einer zusätzlichen Aufnahme ('Bild 2').

B.2. Matching-Prozedur

B.2.1. Probenrotation

Ein unterschiedlich schräger Einbau verursacht keine fehlerhaften Dehnungen, da dies nur eine Festkörperrotation darstellt.

Es ist aber zu beachten, dass bei einem schrägen Einbau die x-Achse des Bildausschnittes von der Zugachse um einen Winkel α abweicht, womit die Dehnungen ϵ_{xx} und ϵ_{yy} nicht mehr mit den Hauptachsendehnungen gleichzusetzen sind (Abbildung B.7). Dieses Problem kann jedoch nur bei ex-situ-Versuchen auftreten.

Die Probenrotation durch den Einbau kann mithilfe einer geraden Linie von Makro-Härteeindrücken korrigiert werden. Zentriert man den Bildausschnitt im REM auf den Härteeindrücken und trägt man die jeweiligen x- und y-Koordinaten gegeneinander in einem Diagramm auf, so kann die Steigung der Verbindungsgeraden ermittelt werden.

Unterscheidet sich diese Steigung nach einem erneuten Probeneinbau, so kann der Differenzwinkel berechnet und mithilfe der 'Scan Rotation' im REM korrigiert werden.

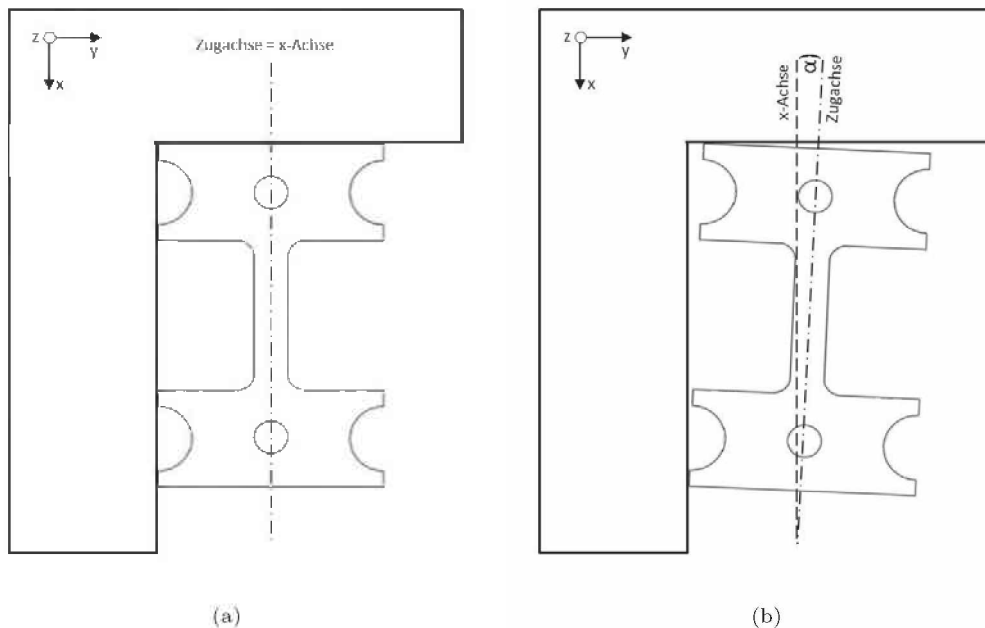


Abbildung B.7.: Relative Rotation α durch unterschiedlichen Probeneinbau nach den Verformungsschritten in einem ex-Situ-Versuch.

B.2.2. Platzierung von homologen Punkten

Die Genauigkeit des Matching-Prozesses wird von [39], für gute Aufnahmebedingungen und Oberflächenstrukturen mit hohem Kontrast, mit 0,05 Pixel angegeben. Dieser Wert wurde durch die Korrelation von zwei kurz nacheinander aufgenommenen Bildern, d.h. ohne Deformation, ermittelt. Durch die Verformung treten jedoch auch oft neue Oberflächenmerkmale auf, die genauso wie die Abnahme der Bildqualität aufgrund der Kontamination die Matching-Genauigkeit negativ beeinflussen.

Der Algorithmus zur Bestimmung der homologen Punkte in einem Bild basiert, wie bereits erläutert, auf den relativen Unterschieden in den lokalen Grauwerten. Probleme bereiten dabei die strukturlosen Austenitkörner sowie korngrenzennahe Bereiche, die oftmals neben dem starken Korngrenzenkontrast ebenfalls zu wenig Struktur aufweisen.

Abbildung B.8 vergleicht die typischen Grauwertverteilungen in einem Austenit- und einem Ferrit-Korn. Beim Setzen von homologen Punkten im in (a) markierten Bereich kann sich der Algorithmus nur an der in (b) sichtbaren Grauwertverteilung orientieren. Diese ist aber nur dem Rauschen des inLens-Detektors zuzurechnen und kann somit zu fehlerhaft platzierten homologen Punkten führen. Zum Vergleich dazu ist in B.8 (c) und (d) ein gut matchbarer ferritischer Bereich dargestellt.

Abbildung B.9 ist ein weiteres Beispiel für einen Bildbereich, in dem der Matching-Algorithmus fehlerhafte Dehnungen erzeugen kann. Während in diesem Beispiel die homologen Punkte entlang der Korngrenze eindeutige x-Koordinaten aufweisen, sind die y-Positionen wegen der unzureichenden Grauwertunterschiede nicht eindeutig festlegbar. Korngrenzen parallel zur Zugrichtung können daher zu fehlerhaften x-Dehnungen, Korngrenzen normal dazu zu fehlerhaften y-Dehnungen führen.

Zwischen zwei 'richtigen', eindeutigen homologen Punkten können aus diesen Gründen zufällig positive und negative Dehnungen auftreten, die im Mittel jedoch der wahren Dehnung zwischen den beiden sicheren Punkten entsprechen.

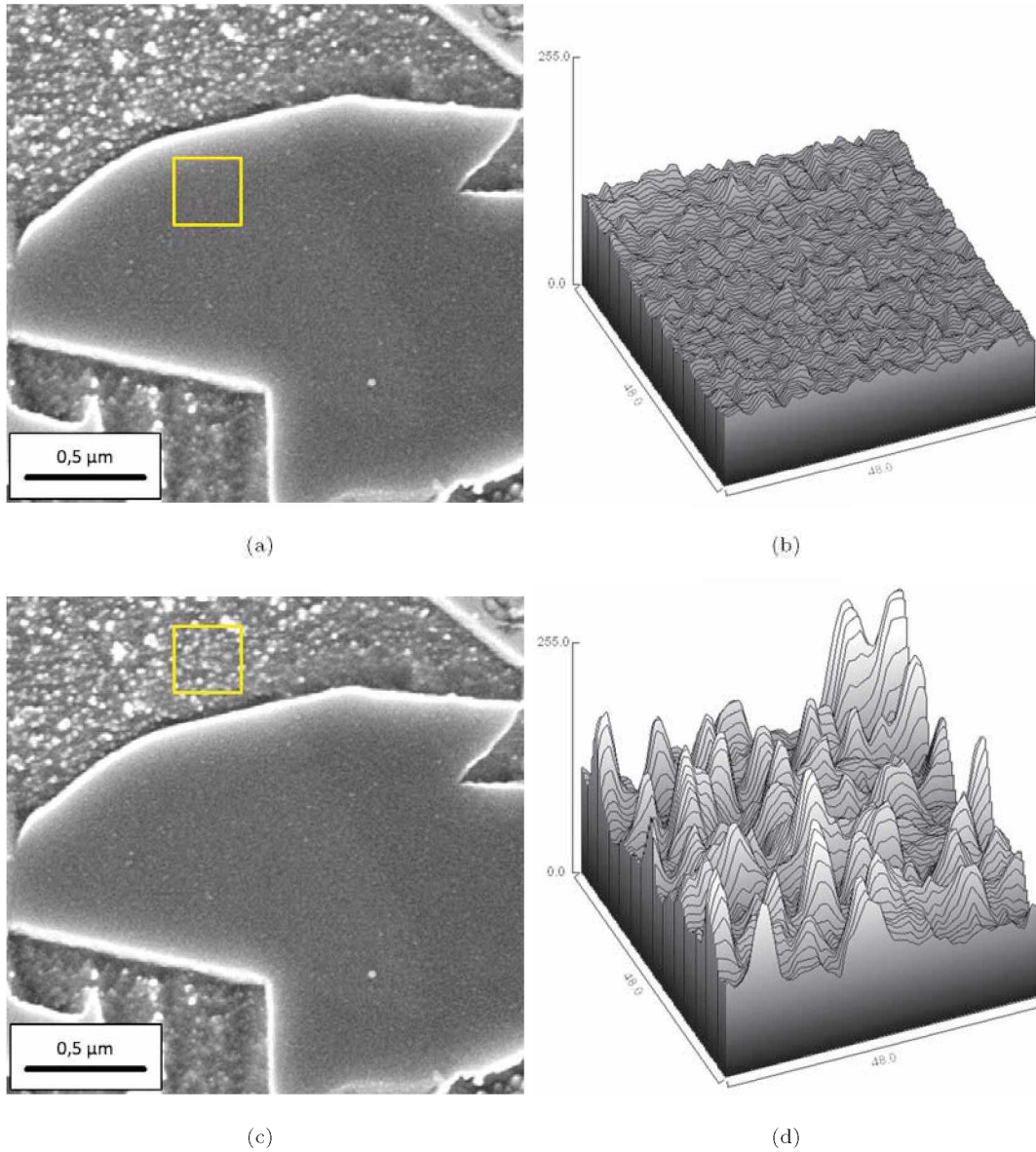


Abbildung B.8.: (a) Einzelnes Austenitkorn mit markiertem 48 x 48 Pixel-Bereich (entspricht 6 x 6 homologen Punkten) sowie (b) Oberflächen-Plot der Grauwerte in dem markierten Bereich. Das Oberflächenrelief in (b) wird nur durch das Rauschen des inLens-Detektors erzeugt. Zum direkten Vergleich ist in (c) ein 48 x 48 Pixel-Bereich im Ferrit markiert, (d) zeigt die dazugehörigen Grauwerte.

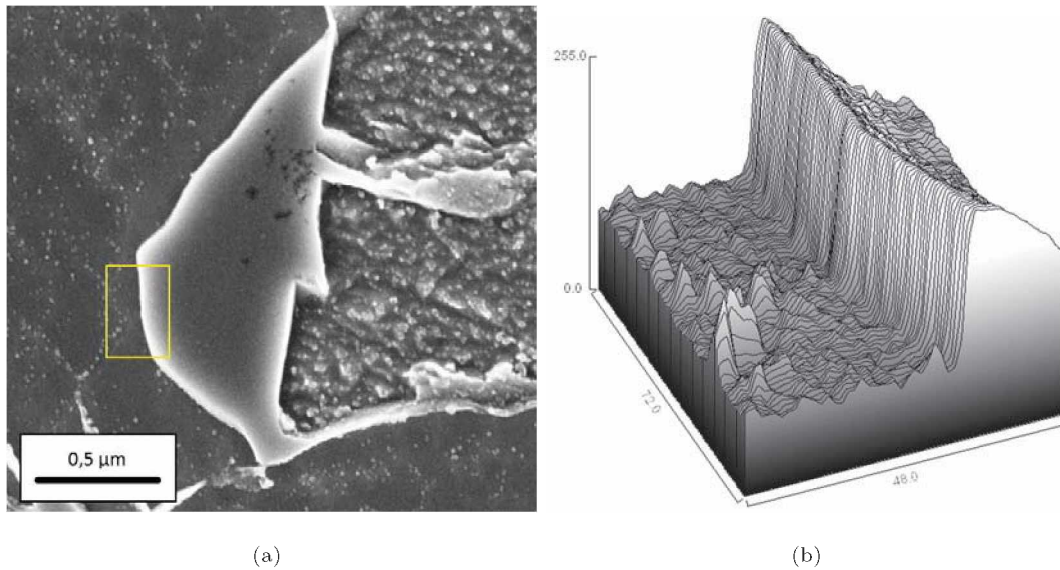


Abbildung B.9.: Überstrahlte Korngrenzen in Verbindung mit strukturlosen, korngrenzennahen Bereichen können zur fehlerhaften Platzierung von homologen Punkten führen. (a) Einzelnes Austenitkorn mit markiertem 48 x 72 Pixel-Bereich (entspricht 6 x 9 homologen Punkten) sowie (b) Oberflächen-Plot der Grauwerte in dem markierten Bereich.

B.2.3. Matching-Artefakte

Bei sehr kleinen Verformungsschritten sind Matching-Artefakte zu beobachten. Diese äußern sich in Form von Bändern, die exakt normal zu der betrachteten Zug- oder Querdehnung stehen (vgl. Abb. B.10). Bänder mit positiven Dehnungen treten dabei immer abwechselnd mit Bändern negativer Dehnungen auf, sodass die globale Dehnung im Mittel der wahren Dehnung entspricht. Die Höhe dieser Artefakt-Dehnungen ist abhängig von der Größe des betrachteten Verformungsschrittes und kann bis zu zwei Prozentpunkte betragen. Mit zunehmender Gesamtverformung nehmen diese Dehnungen jedoch ab, ehe sie ab einer Verformung von etwa 2 % verschwinden. An dieser Stelle sei nochmals erwähnt, dass die Genauigkeit der Dehnungen prinzipiell von der Messlänge abhängig ist [39].

Es besteht durchaus die Gefahr der Verwechslung mit den 'wahren' Dehnungskonzentrationen, die ebenfalls in Form von Bändern auftreten können. Aus diesem Grunde sollte die Bildkorrelation nur bei Verformungsschritten ausreichender Größe, also über 2 % Verformung, angewendet werden.

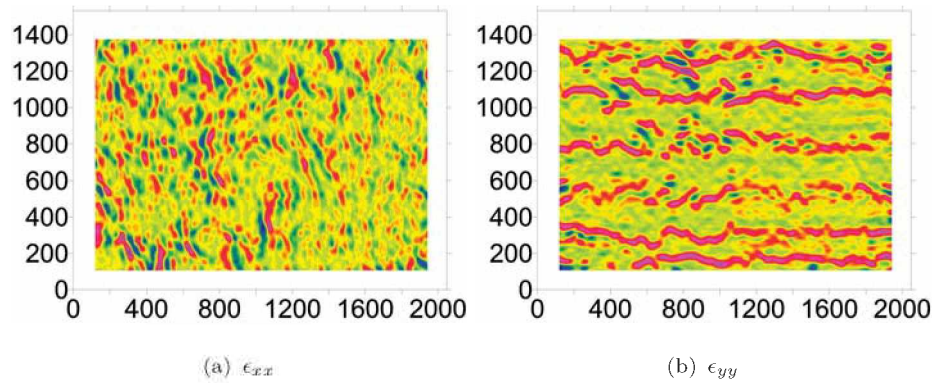


Abbildung B.10.: Beispiel für bänderförmige Matching-Artefakte in den Dehnungskarten (a) in Zugrichtung und (b) quer zur Zugrichtung bei sehr kleinen Verformungen und einer Auflösung von 2048 x 1536 Pixel. Die Höhe dieser Artefaktdehnungen ist abhängig von der Gesamtverformung.

B.3. Dehnungsberechnung

Wie in Kapitel 2.5 angesprochen, werden die aus der Bildkorrelation gewonnenen Verschiebungsvektoren vor der Dehnungsberechnung mathematisch manipuliert. Die notwendige Glättung der Verschiebungswerte erfolgt dabei in einer Matrix von jeweils 5 x 5 homologen Punkten, bzw. 40 x 40 Pixel. Dies eliminiert zwar unerwünschtes Rauschen in den Dehnungsverteilungen, könnte aber auch durch den TRIP-Effekt hervorgerufene lokale Dehnungsspitzen abschwächen.

Anhang C.

Tabellen

Tab. C.1 listet die Koordinaten der Härteeindrücke auf, die im Rahmen des in Kap. 4.3.2 beschriebenen ex-situ-Verformungsversuches bei 30.000-facher Vergrößerung zur Abschätzung der globalen Dehnung (Tab. C.2), sowie zum Ausgleich einer relativen Probenrotation (Tab. C.3) verwendet wurden; in Tab. C.4 wurde die Probenkipfung bei den unterschiedlichen Verformungsstufen abgeschätzt. In den Tab. C.5 bis C.7 sind die Koordinaten der Härteeindrücke und die daraus berechneten Rotationskorrekturwinkel und globalen Dehnungen für den ex-situ-Versuch bei 60.000-facher Vergrößerung (Kap. 4.3.3) dargestellt.

Tabelle C.1.: Stagekoordinaten der in zwei parallelen Reihen (H1.X bzw. H2.X) angeordneten Härteeindrücke in Millimetern im unverformten Zustand und nach den Verformungsschritten für die Bestimmung der globalen Dehnung im in Kapitel 4.3.2 beschriebenen Versuch bei 30.000-facher Vergrößerung.

Härteeindruck	Unverformt		1. Verformung		2. Verformung		3. Verformung	
	x	y	x	y	x	y	x	y
H1.1	58,653	31,278	58,569	31,261	58,455	31,220	58,315	31,250
H1.2	60,658	31,317	60,603	31,297	60,512	31,243	60,393	31,278
H1.3	62,652	31,356	62,624	31,333	62,556	31,259	62,470	31,303
H1.4	64,652	31,400	64,645	31,373	64,604	31,281	64,543	31,333
H1.5	66,665	31,434	66,670	31,410	66,655	31,306	66,620	31,363
H2.1	58,636	32,285	58,551	32,262	58,443	32,215	58,302	32,240
H2.2	60,641	32,322	60,588	32,294	60,500	32,236	60,379	32,264
H2.3	62,641	32,365	62,612	32,338	62,550	32,258	62,463	32,298
H2.4	64,643	32,403	64,633	32,372	64,595	32,274	64,534	32,320
H2.5	66,645	32,441	66,648	32,417	66,629	32,313	66,594	32,367

Tabelle C.2.: Abschätzung der globalen Dehnung aus der Verschiebung der Härteeindrücke, Tab. C.1.

	Reihe 1		Reihe 2		Mittlere Dehnung [%]
	H1.2 - H1.4 [mm]	Dehnung [%]	H2.2 - H2.4 [mm]	Dehnung [%]	
Unverformt	3,994	-	4,002	-	
1. Verformung	4,042	1,20	4,045	1,07	1,14
2. Verformung	4,092	2,45	4,095	2,32	2,39
3. Verformung	4,150	3,91	4,155	3,82	3,86

Tabelle C.3.: Steigung k der Regressionsgeraden ($y=kx+d$) zwischen den Härteeindruck-Koordinaten aus Tab. C.1, Umrechnung in Grad ($\alpha = 180/\pi \arctan(k_{Reihe1} + k_{Reihe2})/2$) und daraus resultierender Korrekturwinkel α_{korr} für die Scan Rotation.

	k_{Reihe1} [-]	k_{Reihe2} [-]	α [Grad]	α_{korr} [Grad]
Unverformt	0,0196	0,0197	1,126	-
1. Verformung	0,0192	0,0185	1,080	0,046
2. Verformung	0,0114	0,0102	0,619	0,507
3. Verformung	0,0149	0,0135	0,814	0,312

Tabelle C.4.: Abschätzung der Probenkipfung mithilfe des Arbeitsabstandes bei verschiedener Positionen im in Kapitel 4.3.2 beschriebenen Versuch.

	Position 1			Position 8			Distanz [mm]	Δ WD [mm]	Neigungswinkel [Grad]
	x [mm]	y [mm]	WD [mm]	x [mm]	y [mm]	WD [mm]			
Unverformt	60,641	32,091	5,003458	60,698	32,156	5,000808	0,0865	0,00265	1,76
1. Verformung	60,582	32,066	4,995208	60,647	32,130	4,991174	0,0912	0,00403	2,53
2. Verformung	60,500	32,006	4,996902	60,570	32,064	4,994785	0,0909	0,00212	1,33
3. Verformung	60,378	32,037	5,011918	60,443	32,101	5,008638	0,0912	0,00328	2,06

Tabelle C.5.: Stagekoordinaten der Härteeindrücke in Millimetern im unverformten Zustand und nach beiden Verformungsschritten für die Bestimmung der globalen Dehnung im in Kapitel 4.3.3 beschriebenen Versuch bei 60.000-facher Vergrößerung.

Härteeindruck	Unverformt		1. Verformung		2. Verformung	
	x	y	x	y	x	y
H1	69,406	64,008	69,772	64,004	69,695	63,874
H2	67,410	64,058	67,744	64,046	67,637	63,918
H3	65,416	64,109	65,696	64,091	65,539	63,971
H4	63,415	64,160	63,641	64,145	63,446	64,030
H5	61,424	64,214	61,588	64,195	61,351	64,086
H6	59,425	64,263	59,545	64,253	59,269	64,152

Tabelle C.6.: Steigung k der Regressionsgeraden ($y=kx+d$) zwischen den Härteeindruck-Koordinaten aus Tab. C.5, Umrechnung in Grad ($\alpha = 180/\pi \arctan k$) und daraus resultierender Korrekturwinkel α_{korr} für die Scan Rotation.

	k [-]	α [Grad]	α_{korr} [Grad]
Unverformt	-0,0257	-1,472	0
1. Verformung	-0,0244	-1,398	-0,074
2. Verformung	-0,0267	-1,529	0,057

Tabelle C.7.: Abschätzung der Dehnung über die Verschiebung der Härteeindrücke aus Tab. C.5.

	H1 - H6	Dehnung
Unverformt	9,981 mm	-
1. Verformung	10,227 mm	2,46 [%]
2. Verformung	10,426 mm	4,46 [%]

Abbildungsverzeichnis

2.1. Schematische TRIP-Wärmebehandlung	5
2.2. Gefügeentstehung während der Wärmebehandlung	6
2.3. LePera-Ätzung einer unverformten TRIP800-Probe	8
2.4. Klemm-Farbätzung einer getesteten C(T)-Probe	9
2.5. Einschnürverzögerung durch den TRIP-Effekt	11
2.6. Mechanische Eigenschaften der einzelnen Phasen	13
2.7. Darstellung der Mischungsregel in einem Kompositwerkstoff	14
2.8. TEM-Aufnahme eines teilweise umgewandelten Martensitkorns	15
2.9. Bain'sches Modell der Martensitbildung	19
2.10. Gestaltsänderungen bei der Martensitumwandlung	19
2.11. Elektrostatische Aufladung einer Probe	23
2.12. Topographiekontrast eines SE-Detektors	24
2.13. Überstrahlung einer Korngrenze	25
2.14. Verzerrung durch Astigmatismus	26
3.1. Magnetische Messung der Restaustenit-Stabilität	29
3.2. Abmessungen der Zugproben	29
3.3. Typische TRIP-Mikrostruktur, elektrolytisch poliert	30
3.4. Zug-Druck-Modul der Firma Kammrath & Weiss	32
3.5. Verlauf von Spannung und Verschiebung im in-situ-Zugversuch.	34
3.6. in-situ-Verformung, 2.360x, REM-Aufnahmen	35
3.7. in-situ-Verformung, 2.360x, κ_{xx} -Dehnungskarten	38
3.8. in-situ-Verformung, 2.360x, κ_{yy} -Dehnungskarten	40
3.9. in-situ-Verformung, 11.800x, REM-Aufnahmen	42
3.10. in-situ-Verformung, 11.800x, ausgewählte Körner	43
3.11. in-situ-Verformung, 11.800x, κ_{xx} -Dehnungskarten	46
3.12. in-situ-Verformung, 11.800x, κ_{yy} -Dehnungskarten	48
4.1. ex-situ-Verformung, verwendeter Probenhalter	53

4.2. REM-Aufnahme, 15.000x, Mikrostruktur vor und nach dem Anlassen	55
4.3. REM-Aufnahme, 30.000x, nicht angelassene Mikrostruktur	56
4.4. Stereophotogrammetrische Aufnahme der TRIP-Mikrostruktur	57
4.5. ex-situ-Verformung, EBSD-Messung vor und nach einer Verformung	60
4.6. ex-situ-Verformung, REM-Aufnahmen vor und nach einer Verformung	61
4.7. Stereobild eines umgewandelten Austenitkorns	62
4.8. ex-situ-Verformung, 30.000x, Verlauf von Spannung und Verschiebung	66
4.9. ex-situ-Verformung, 30.000x, REM-Aufnahmen	68
4.10. ex-situ-Verformung, 30.000x, EBSD	69
4.11. ex-situ-Verformung, 30.000x, ϵ_{xx} und ϵ_{yy} -Dehnungskarten	71
4.12. ex-situ-Verformung, 30.000x, Position der Dehnungsmessungen in γ_1	74
4.13. ex-situ-Verformung, 30.000x, Position der Dehnungsmessungen in γ_2	76
4.14. ex-situ-Verformung, 30.000x, Position der Dehnungsmessungen in γ_2	77
4.15. ex-situ-Verformung, 60.000x, Verlauf von Spannung und Verschiebung	80
4.16. ex-situ-Verformung, 60.000x, REM-Aufnahmen	82
4.17. ex-situ-Verformung, 60.000x, Verschiebungsprofile	84
4.18. ex-situ-Verformung, 60.000x, ϵ_{xx} -Dehnungskarten	86
4.19. ex-situ-Verformung, 60.000x, ϵ_{yy} -Dehnungskarten	86
4.20. ex-situ-Verformung, 60.000x, Position der Dehnungsmessungen in γ_1	88
4.21. ex-situ-Verformung, 60.000x, Position der Dehnungsmessungen in γ_3	89
A.1. ex-Situ-Verformung, 30.000x, REM-Aufnahmen	96
A.2. ex-Situ-Verformung, 30.000x, REM-Aufnahmen	96
A.3. ex-Situ-Verformung, 30.000x, ϵ_{xx} - und ϵ_{yy} -Dehnungskarten	97
A.4. ex-Situ-Verformung, 30.000x, ϵ_{xx} - und ϵ_{yy} -Dehnungskarten	98
B.1. Auswirkung der Kohlenstoffkontamination auf die Grauwertverteilung	103
B.2. Oberflächenkontamination durch Kohlenstoff	104
B.3. Darstellung von projizierten Flächen durch Kippung	105
B.4. Virtuelle Kontraktion eines Kornes durch Kippung	105
B.5. Verzerrung einer Struktur durch Bilddrift	108
B.6. Abschätzung der driftinduzierten Dehnungen	109
B.7. Probenrotation	110
B.8. Vergleich der typischen Grauwertverteilungen	112
B.9. Grauwert-Oberflächenplot in der Umgebung einer Austenitkorngrenze	113
B.10. Matching-Artefakte bei kleinen Dehnungen	114

Tabellenverzeichnis

2.1. Zusammensetzungen der Ätzlösungen für die Farbätzung nach Klemm.	10
3.1. Zusammensetzung des verwendeten TRIP800	28
3.2. Wichtige mechanische Kennwerte des TRIP800	28
3.3. Parameter für die elektrolytische Probenpräparation.	31
3.4. in-situ-Verformung, experimentelle Parameter	33
4.1. Parameter für die EBSD-Untersuchungen	59
4.2. ex-situ-Verformung, 30.000x, experimentelle Parameter	64
4.3. ex-situ-Verformung, 60.000x, experimentelle Parameter	65
4.4. ex-situ-Verformung, 30.000x, ϵ_{xx} -Messungen im Korn γ_1	73
4.5. ex-situ-Verformung, 30.000x, ϵ_{xx} -Messungen im Korn γ_1	73
4.6. ex-situ-Verformung, 30.000x, ϵ_{xx} -Messungen im Korn γ_2	75
4.7. ex-situ-Verformung, 30.000x, ϵ_{yy} -Messungen im Korn γ_2	76
4.8. ex-situ-Verformung, 30.000x, ϵ_{xx} -Messungen im Korn γ_5	77
4.9. ex-situ-Verformung, 30.000x, ϵ_{yy} -Messungen im Korn γ_5	77
4.10. ex-situ-Verformung, 30.000x, ϵ_{xx} -Messungen im Korn α'_1	78
4.11. ex-situ-Verformung, 30.000x, ϵ_{yy} -Messungen im Korn α'_1	78
4.12. ex-situ-Verformung, 30.000x, ϵ_{xx} -Messungen im Korn α'_2	78
4.13. ex-situ-Verformung, 30.000x, ϵ_{yy} -Messungen im Korn α'_2	79
4.14. ex-situ-Verformung, 60.000x, ϵ_{xx} -Messungen im Korn γ_1	87
4.15. ex-situ-Verformung, 60.000x, ϵ_{yy} -Messungen im Korn γ_1	87
4.16. ex-situ-Verformung, 60.000x, ϵ_{xx} -Messungen in γ_3	88

Literaturverzeichnis

- [1] Ashby M.F. Deformation of plastically non-homogeneous materials. *Phil Mag*, 21(170):399–424, 1970.
- [2] A. Pichler, S. Traint, H. Pauli, H. Mildner, J. Szinyur, M. Blaimschein, P. Stiaszny, and E.A. Werner. Processing and properties of cold-rolled TRIP steels. In *Proc. 43rd Mechanical Working and Steel Processing Conference*, pages 411–434, Warrendale, PA, USA, October 2001. Iron & Steel Society.
- [3] P.J. Jacques, E. Girault, P. Harlet, and F. Delannay. The developments of cold-rolled TRIP-assisted multiphase steels. low silicon TRIP-assisted multiphase steels. *ISIJ International*, 41(9):1061–1067, 2001.
- [4] S. Zaefferer, J. Ohlert, and W. Bleck. A study of microstructure, transformation mechanisms and correlation between microstructure and mechanical properties of a low alloyed TRIP steel. *Acta Materialia*, 52(9):2765–2778, 2004.
- [5] P.J. Jacques, E. Girault, A. Mertens, B. Verlinden, J. Van Humbeeck, and F. Delannay. The developments of cold-rolled TRIP-assisted multiphase steels. al-alloyed TRIP-assisted multiphase steels. *ISIJ International*, 41(9):1068–1074, 2001.
- [6] H.C. Chen, H. Era, and M. Shimizu. Effect of phosphorus on the formation of retained austenite and mechanical properties in si-containing low-carbon steel sheet. *Metallurgical Transactions A*, 20(3):437–445, 1989.
- [7] Birgit Röthler. *Möglichkeiten zur Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften*

- von kaltgewalzten TRIP-Stählen. PhD thesis, Technische Universität, München, 2005.
- [8] F.S. LePera. Improved etching technique for the determination of percent martensite in high-strength dual-phase steels. *Metallography*, 12(3):263–268, 1979.
- [9] E. Weck and E. Leistner. *Metallographic instructions for colour etching by immersion*. Deutscher Verlag für Schweißtechnik, 1982.
- [10] A.K. De, J.G. Speer, and D.K. Matlock. Color tint-etching for multiphase steels. *Advanced Materials and Processes*, 161(2):27–30, 2003.
- [11] J. Angeli, E. Füreder, M. Panholzer, and A.C. Kneissl. Etching techniques for characterizing the phases of low-alloy dual-phase and TRIP steels. *Praktische Metallographie/Practical Metallography*, 43(10):489–504, 2006.
- [12] I.B. Timokhina, P.D. Hodgson, and E.V. Pereloma. Effect of microstructure on the stability of retained austenite in transformation-induced-plasticity steels. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 35 A(8):2331–2341, 2004.
- [13] R. Scheck, K. Maile, and C. Scheu. Gefügecharakterisierung von mehrphasenstählen mit hilfe der interferenzschichten-metallographie. In *Prakt. Met. Sonderband 36 (2004)*, pages 39–43, Berlin, October 2004.
- [14] S. Traint. *Untersuchung von alternativen Legierungskonzepten zur Herstellung von niedriglegierten TRIP-Feinblechen mit Kupferzusatz*. Diplomarbeit, Montanuniversität Leoben, 1998.
- [15] Tatsuo Yokoi, Kaoru Kawasaki, Manabu Takahashi, Kazuo Koyama, and Masaya Mizui. Fatigue properties of high strength steels containing retained austenite. *JSAE Review*, 17(2):210–212, April 1996.
- [16] V.F. Zackay, E.R. Parker, D. Fahr, and R. Busch. The enhancement of ductility in high strength steels. *Trans. ASM*, 60:252–259, 1967.

-
- [17] A. Wasilkowska, P. Tsipouridis, E.A. Werner, A. Pichler, and S. Traint. Microstructure and tensile behaviour of cold-rolled TRIP-aided steels. *Journal of Materials Processing Technology*, 157-158(SPEC. ISS.):633–636, 2004.
- [18] P.J. Jacques, Q. Furnémont, F. Lani, T. Pardoën, and F. Delannay. Multiscale mechanics of TRIP-assisted multiphase steels: I. characterization and mechanical testing. *Acta Materialia*, 55(11):3681–3693, 2007.
- [19] J. Angeli and A.C. Kneissl. Characterization of dual-phase- and TRIP-steels by nanohardness and x-ray diffraction. *Zeitschrift fuer Metallkunde/Materials Research and Advanced Techniques*, 95(7):601–606, 2004.
- [20] H. Bhadeshia and J. Christian. Bainite in steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 21(3):767–797, 1990.
- [21] Q. Furnémont, M. Kempf, P.J. Jacques, M. Göken, and F. Delannay. On the measurement of the nanohardness of the constitutive phases of TRIP-assisted multiphase steels. *Materials Science and Engineering A*, 328(1):26–32, 2002.
- [22] N.C. Goel, S. Sangal, and K. Tangri. A theoretical model for the flow behavior of commercial dual-phase steels containing metastable retained austenite: Part i. derivation of flow curve equations. *Metallurgical Transactions A*, 16(11):2013–2021, 1985.
- [23] H.K.D.H. Bhadeshia. TRIP-assisted steels? *ISIJ International*, 42(9):1059–1060, 2002.
- [24] G. W. Greenwood and R. H. Johnson. The deformation of metals under small stresses during phase transformations. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, 283(1394):403–422, January 1965.
- [25] M. Mukherjee, T. Bhattacharyya, and S.B. Singh. Models for austenite to martensite transformation in TRIP-aided steels: A comparative study. *Materials and Manufacturing Processes*, 25(1-3):206–210, 2010.

-
- [26] A. Pichler and P. Stiaszny. TRIP steel with reduced silicon content. *Steel Research*, 70(11):457–465, 1999.
- [27] M.-X. Zhang and P.M. Kelly. Determination of carbon content in bainitic ferrite and carbon distribution in austenite by using CBKLD. *Materials Characterization*, 40(3):159–168, 1998.
- [28] S.O. Kruijver, L. Zhao, J. Sietsma, S.E. Offerman, N.H. Van Dijk, E.M. Lauridsen, L. Margulies, S. Grigull, H.F. Poulsen, and S. Van Der Zwaag. In situ observations on the mechanical stability of austenite in TRIP-steel. In *Journal De Physique. IV : JP*, volume 104, pages 499–502, 2003.
- [29] E. Jimenez-Melero, N.H. van Dijk, L. Zhao, J. Sietsma, S.E. Offerman, J.P. Wright, and S. van der Zwaag. Martensitic transformation of individual grains in low-alloyed TRIP steels. *Scripta Materialia*, 56(5):421–424, March 2007.
- [30] G.K. Tirumalasetty, M.A. Van Huis, C. Kwakernaak, J. Sietsma, W.G. Sloof, and H.W. Zandbergen. Deformation-induced austenite grain rotation and transformation in TRIP-assisted steel. *Acta Materialia*, 60(3):1311–1321, 2012.
- [31] J. Wang and S. Van der Zwaag. Stabilization mechanisms of retained austenite in transformation-induced plasticity steel. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 32(6):1527–1539, 2001.
- [32] A. Basuki and E. Aernoudt. Influence of rolling of TRIP steel in the intercritical region on the stability of retained austenite. *Journal of Materials Processing Technology*, 89-90:37–43, 1999.
- [33] T.K. Shan, S.H. Li, W.G. Zhang, and Z.G. Xu. Prediction of martensitic transformation and deformation behavior in the TRIP steel sheet forming. *Materials and Design*, 29(9):1810–1816, 2008.
- [34] Günter Gottstein. *Physikalische Grundlagen der Materialkunde (Springer-Lehrbuch)*. Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 3. Aufl. 2007 edition, 2007.

-
- [35] M. S. Wechsler, D. S. Lieberman, and T. A. Read. On the theory of the formation of martensite. *Trans. Amer. Inst. Min. Metall. Engrs*, 197:1503–1515, 1953.
- [36] F.D. Fischer, G. Reisner, E. Werner, K. Tanaka, G. Cailletaud, and T. Antretter. A new view on transformation induced plasticity (TRIP). *International Journal of Plasticity*, 16(7–8):723–748, June 2000.
- [37] C. L. Magee. *Transformation kinetics, micro-plasticity and aging of martensite in Fe-31 Ni*. PhD thesis, Carnegie Inst. Tech., Pittsburgh, PA, September 1966.
- [38] B. Pan, K. Qian, H. Xie, and A. Asundi. Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement: A review. *Measurement Science and Technology*, 20(6), 2009.
- [39] A. Tatschl and O. Kolednik. A new tool for the experimental characterization of micro-plasticity. *Materials Science and Engineering A*, 339(1-2):265–280, 2003.
- [40] L. Reimer and G. Pfefferkorn. *Raster-Elektronenmikroskopie*. Springer Berlin Heidelberg, 2., neubearb. u. erw. auflage edition, January 1977.
- [41] Peter Fritz Schmidt. *Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse*. expert-Verlag, Renningen-Malmsheim, 1994.
- [42] D. G. Brandon and Wayne D. Kaplan. *Microstructural characterization of materials*. John Wiley, 2008.
- [43] Gerhard Dehm, James M. Howe, and Josef Zweck. *In-situ Electron Microscopy*. Wiley-VCH, Weinheim, 2012.
- [44] www.kammrath-weiss.com. September 2012.
- [45] M. Kapp, T. Hebesberger, and O. Kolednik. A micro-level strain analysis of a high-strength dual-phase steel. *International Journal of Materials Research*, 102(6):687–691, 2011.
- [46] M. Kapp, T. Hebesberger, and O. Kolednik. Deformation and fracture of advanced

- high strength steels. In *Proceedings of the 2nd International Symposium on Steel Science (ISSS 2009)*, Tokyo, Japan, 2010.
- [47] K. Unterweger and O. Kolednik. *Experimental investigation of the local deformation behaviour of MMCs*, volume 482. 2005.
- [48] K. Unterweger and O. Kolednik. The local deformation behaviour of MMCs -an experimental study. *Zeitschrift fuer Metallkunde/Materials Research and Advanced Techniques*, 96(9):1063–1068, 2005.
- [49] E. Girault, P. Jacques, Ph. Harlet, K. Mols, J. Van Humbeeck, E. Aernoudt, and F. Delannay. Metallographic methods for revealing the multiphase microstructure of TRIP-Assisted steels. *Materials Characterization*, 40(2):111–118, 1998.
- [50] J. Stampfl, S. Scherer, M. Gruber, and O. Kolednik. Reconstruction of surface topographies by scanning electron microscopy for application in fracture research. *Applied Physics A: Materials Science and Processing*, 63(4):341–346, 1997.
- [51] S. Scherer and O. Kolednik. A new system for automatic surface analysis in SEM. *Microscopy and Analysis*, (70):15–17, 2001.
- [52] R. Petrov, L. Kestens, A. Wasilkowska, and Y. Houbaert. Microstructure and texture of a lightly deformed TRIP-assisted steel characterized by means of the EBSD technique. *Materials Science and Engineering A*, 447(1-2):285–297, 2007.
- [53] S. Zaefferer, P. Romano, and F. Friedel. EBSD as a tool to identify and quantify bainite and ferrite in low-alloyed al-TRIP steels. *Journal of Microscopy*, 230(3):499–508, 2008.
- [54] M.A. Sutton, N. Li, D.C. Joy, A.P. Reynolds, and X. Li. Scanning electron microscopy for quantitative small and large deformation measurements part i: SEM imaging at magnifications from 200 to 10,000. *Experimental Mechanics*, 47(6):775–787, 2007.
- [55] O. Inoue, T. Kawasaki, and H. Kawada. Compensation of CD-SEM image-

- distortion detected by view-shift method. In *Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering*, volume 8324, 2012.
- [56] M. Pluska, A. Czerwinski, J. Ratajczak, J. Katcki, and R. Rak. Elimination of scanning electron microscopy image periodic distortions with digital signal-processing methods. *Journal of Microscopy*, 224(1):89–92, 2006.
- [57] P. Cizmar, A.E. Vladár, and M.T. Postek. Optimization of accurate SEM imaging by use of artificial images. In *Proceedings of SPIE - The International Society for Optical Engineering*, volume 7378, 2009.
- [58] M. Pluska, L. Oskwarek, R. Rak, and A. Czerwinski. Quantitative measurement of electromagnetic distortions in scanning electron microscope (SEM). In *Conference Record - IEEE Instrumentation and Measurement Technology Conference*, 2007.
- [59] M. Pluska, L. Oskwarek, R.J. Rak, and A. Czerwinski. Measurement of magnetic field distorting the electron beam direction in scanning electron microscope. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, 58(1):173–179, 2009.