Untersuchungen zum mechanischen Verhalten von oligokristallinem X2 CrNiMo 18-15-3

der Fakultät 3 (Maschinenbau, Elektro- und Energiesysteme) der Brandenburgischen Technischen Universität Cottbus– Senftenberg vorgelegten Dissertation zur Erlangung des akademischen Grades eines Dr.-Ing.

von

Bojan Mitevski, M.Sc.

geboren am 07.08.1987 in Duisburg

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnisi		
Abkürzungen	iv	
Formelzeichen	vi	
1 Einleitung	1	
1.1 Mikrostrukturabhängiges Verformungsverhalten	2	
1.1.1 Einkristalle	2	
1.1.2 Polykristalle	4	
1.1.3 Oligokristalle / Wenigkristalle	5	
1.2 Elektronenmikroskopie	7	
1.2.1 Rasterelektronenmikroskopie (REM)	7	
1.2.1.1 Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDS)	8	
1.2.1.2 Rückstreuelektronenbeugung	9	
1.2.1.2.1 Prinzip der Entstehung der Beugungsbilder (Kikuchi-Pattern)	9	
1.2.1.2.2 Auswertung der Kikuchi-Pattern	10	
1.2.1.2.3 Berechnung von lokalen Orientierungen	11	
1.2.1.2.4 Berechnung von lokalen Missorientierungen	13	
1.2.1.2.5 Berechnung von korn- und kernbasierten Missorientierungen	14	
1.3 Transmissionselektronenmikroskopie	15	
1.4 Austenitische CrNiMo-Stähle / X2 CrNiMo 18-15-3	16	
1.5 Ziel der Arbeit	19	
2 Materialien und experimentelle Methoden	21	
2.1 Versuchswerkstoff	21	
2.2 Verwendete Probengeometrien und Probenpräparation	22	
2.2.1 Runddrahtproben	22	
2.2.2 Flachdrahtproben	24	
2.2.3 Blechproben	25	
2.3 Rasterelektronenmikroskopie	26	
2.3.1 Fraktographie	26	
2.3.2 Rückstreuelektronenbeugung (engl. "EBSD")	26	

			2.3.	2.1	Darstellung von EBSD-Daten (engl. "mappings")	. 27
			2.3.	2.1.1	Korngrenzen-Mapping und image quality (IQ)-Mapping	. 27
			2.3.	2.1.2	Inverse pole figure (IPF)-Mapping	. 28
			2.3.	2.1.3	Kernel average misorientation (KAM)-Mapping	. 28
		2	2.3.	2.1.4	Grain orientation spread (GOS)-Mapping	. 29
	2.	.4	ł	Härten	nessung	. 29
	2.	.5	-	Fransn	nissionselektronenmikroskopie	. 30
		2.5	5.1	Prob	penpräparation	. 30
		2.5.		1.1	Focused Ion Beam (FIB)-Präparation	. 30
		:	2.5.	1.2	Gridnetzbasierte Drahtpräparation	. 31
	2.	.6	ſ	Mecha	nische Versuche	. 32
		2.6	5.1	Zug	versuche	. 32
		2.6	5.2	Erm	üdungsversuche	. 36
3		Er	geb	nisse.		. 39
	3.	.1	ſ	Mikros	truktureller Ausgangszustand	. 39
	3.	.2	Z	Zugvei	suche	. 40
		3.2	2.1	Nich	t gekerbte Draht- und Flachproben	. 40
		3.2	2.2	Mild	gekerbte Draht- und spitzgekerbte Flachproben	. 41
	3.	.3	E	Ermüd	ungsversuche (nennspannungskontrolliert)	. 45
		3.3	3.1	316l	_VM Runddrähte	. 45
		;	3.3.	1.1	Lösungsgeglühte, oligokristalline Runddrähte	. 45
			3.3.	1.2	10% kaltverformte, oligokristalline Runddrähte	. 46
		3.3	3.2	316l	_VM-Flachproben	. 47
			3.3.	2.1	Lösungsgeglühte, oligokristalline Blechproben	. 47
			3.3.	2.2	Lösungsgeglühte, oligokristalline Flachdrahtproben	. 48
4		Dis	sku	ssion .		. 49
	4.	.1	Z	Zugvei	suche	. 49
	4.	.2	E	Ermüd	ungsversuche	. 55
		4.2	2.1	Zykl	ische Eigenschaften von oligokristallinen Runddrähten	. 55
		4.2	2.2	Bruc	hverhalten oligokristalliner Runddrähte	. 58
		4.2	2.3	Mikr	ostrukturelle Entwicklung oligokristalliner Runddrähte	. 60
		4.2	2.4	Lösu	ungsgeglühte, oligokristalline Blechproben	. 63
		4.2	2.5	Flac	hdrahtproben	. 65

5	Zusammenfassung und Ausblick6		
	5.1	Zusammenfassung	. 67
	5.2	Ausblick	. 68
6	Abbildungen		
7	Tabellen18		188
8	Literaturverzeichnis		196

Abkürzungen

AISI	American Iron Steel Institute
BSE	Rückstreuelektronen; engl. "backscatter electrons"
CCD	Engl. "charge-coupled device"
DIN	Deutsches Institut für Normung
EBSD	Rückstreuelektronenbeugung; engl. "electron back-
	scattering diffraction technique"
EDS	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
ESU	Elektroschlacke-Umschmelzverfahren
FIB	Engl. "focused ion beam"
GND	Geometrisch notwendige Versetzungen engl. "geomet-
	rical necessary dislocations"
GOS	Engl. "grain orientation spread"
HCF	Engl. "high-cycle fatigue"
HV	Härte nach Vickers
ICAN	Interdisciplinary Center for Analytics on the Nanoscale
IPF	Inverse Polfigur
IQ	Engl. "image quality"
KAM	Engl. "kernel average misorientation"
kfz	Kubisch-flächenzentriert
LCF	Engl. "low-cycle fatigue"
MEMS	Mikroelektromechanische Systeme
MST	Mikrosystemtechnik
ND	Probennormalenachse; engl. "normal direction"
PE	Primärelektronenstrahl
PF	Polfigur
RD	Verformungs- oder Walzrichtungsachse; engl. "rolling
	direction"
REM	Rasterelektronenmikroskop
RGB	Rot-Gelb-Blau-Spektrum
SE	Sekundärelektronen(strahl)

TD	Transversalrichtungsachse; engl. "transverse direction"
ТЕМ	Transmissionselektronenmikroskop/ Transmissions-
	elektronenmikroskopie
VM	Vakuumerschmolzen; engl. "vacuum melted"
WNr.	Werkstoffnummer
AISI	American Iron Steel Institute
BSE	Rückstreuelektronendetektor; engl. "backscatter detec-
	tor"
CCD	Engl. "charge-coupled device"
DIN	Deutsches Institut für Normung

Formelzeichen

$ au_{rss}$	Aufgebrachte Scherspannung; engl. "resolved shear stress"
$ au_{crss}$	Kritische Scherspannung; engl. "critical resolved shear stress"
σ_y	Zugspannung in y-Richtung
m	Reziproker Schmid-Faktor
μ	Schmid-Faktor
λ	1. Winkel zwischen Zugrichtung und der Gleitebenennormalen
	2. Wellenlänge der verwendeten Strahlung
Φ	Winkel Φ zwischen der Zugrichtung und der Gleitrichtung
$ au_0$	Zur Verformung notwendige Spannung
G	Schubmodul
b	Burgers-Vektor
Ν	Versetzungsdichte
$ au_{II}$	Fließspannung im verfestigten Zustand
$ au_0$	Anfangsspannung
R	1. Spannungsverhältnis (R= σ_U/σ_o)
	2. Radius
σ_U	Untere gewählte Spannung bei einem nennspannungskontrollierten Er-
	müdungsversuch
σ_0	Obere gewählte Spannung bei einem nennspannungskontrollierten Er-
	müdungsversuch
θ	1. Braggwinkel
	2. Eulerwinkel zur Drehung des Probenkoordinatensystems um x
n	1. Beugungsordnung
	2. Naturliche Zahl (Anzahl der Nachbarpunkte eines Kernels)
d	1. Netzebenenabstand
	2. Kongroise
	S. Drant-Durchmesser im Kerbgrund
ρ_i	
θ_i	Abariasa im Bildraum (zur Llaush Transformation)
x_k	Abszisse im Bildraum (zur Hougn-Transformation)

${\mathcal Y}_k$	Ordinate im Bildraum (zur Hough-Transformation)
Φ 1	Eulerwinkel zur Drehung des Probenkoordinatensystems um die Blech-
	normale z
φ2	Eulerwinkel zur Drehung des Probenkoordinatensystems um z (nach
	vorheriger Drehung um ϕ_1 und θ)
R(φ ₁), R(θ)	Rotationsmatrizen mit den Rotationswinkeln ϕ_1 , θ oder ϕ_2
und R(φ ₂)	
g	Orientierungsmatrix
Δg_{AB}	Missorientierungsmatrix
ω	Rotationswinkel
n_i	Rotationsachsen zur vollständigen Überlagerung der verglichenen
	Messpunkte hinsichtlich ihrer kristallographischen Orientierung
h : k : l	Miller-Indizes in Bezug zur Probennormalen ND
u : v : w	Miller-Indizes in Bezug zur Verformungsrichtung RD
q:r:s	Miller-Indizes in Bezug zur Transversalrichtung TD
С	Betrag der gemessenen Probennormalen ND
D	Betrag der gemessenen Verformungsrichtung RD
Ε	Betrag der gemessenen Transversalrichtung TD
$\Delta g_{\scriptscriptstyle K}$	Missorientierung anhand des Durchschnitts von einem aktuell betrach-
	teten Messpunkt und der umherliegenden Messpunkte $arDelta g_{Ai}$
Δg_{Ai}	Umschließende Missorientierung zwischen dem Kernel-Punkt und ei-
	nem Nachbarmesspunkt
k	1. Anzahl der in die Missorientierungsberechnung (KAM) einbezo-
	genen, gefilterten Messpunkte
	2. Korngrenzenwiderstand
R _e	Streckgrenze
R_0	Startspannung für die Versetzungsbewegung
$R_{p0,2}$	0,2%-Dehngrenze
R_m	Zugfestigkeit
t	durchschnittliche Zwillingsanzahl je Korn
GOS	engl. "grain orientation spread" (Variable)
Ν	Anzahl der Messpunkte für die Berechnung des GOS
$\Delta g_{ij}(g_i,g_j)$	Missorientierung zwischen den Messpunkten g_i und g_j innerhalb eines
	Korns

¢	Kerbformzahl
r	Kerbradius
t	Kerbtiefe
Le	Probenverlängerung im Einschnürbereich
ΔL	Gesamtverlängerung der Probe bis zum Bruch
A _e	Probendehnung Einschnürbereich
A _{ges}	Gesamtdehnung der Probe bis zum Bruch
L ₀	Anfangsmesslänge laut DIN EN ISO 6892-1:2017
b_0	Anfangsbreite der Streifenprobe laut DIN EN ISO 6892-1:2017
d_{Anfang}	Ausgangskorndurchmesser
S	Blechdicke
	1

1 Einleitung

Die Fertigung von Mikrobauteilen und -komponenten hat in den vergangenen Jahrzehnten stark an Bedeutung hinzugenommen. Anwendung finden diese Bauteile und Komponenten vor allem in den Gebieten der Mikrosystemtechnik (MST) bzw. der Mikro-Elektromechanischen-Systeme (MEMS) und in der Medizintechnik z.B. in Form von (Koronar-)Stents. Koronarstents werden in der Kardiologie bei verengten Blutgefäßen als Gefäßstützen verum einen ungehinderten Blutdurchfluss wiederherzustellen wendet. (Abbildungen 1 und 2). Sie bestehen aus einer verzweigten, metallischen Drahtgeflecht-Struktur, bei der die einzelnen Streben einen Durchmesser von nur etwa 80-120 µm besitzen [2]. MEMS werden aufgrund ihrer ebenfalls sehr dünnen Bauweise und der daraus resultierenden thermischen und mechanischen Empfindlichkeit beispielsweise als Bestandteil von Temperatur-, Druck- oder Beschleunigungssensoren verwendet, welche u.a. in der Automobilindustrie und in der Unterhaltungselektronik in milliardenfacher Anzahl genutzt werden [3]. Je nach Anwendung werden diese mechanischen Komponenten vor allem durch (thermo-)mechanische Ermüdung belastet [4-8]. Neben den silikonbasierten MEMS, bei denen die günstigen Halbleitereigenschaften des Siliziums genutzt werden, finden metallbasierende und metallbeschichtete MEMS aufgrund ihrer nutzbaren elektrischen, thermischen und mechanischen Eigenschaften Einsatz [5-7,9-11].

Diese metallischen Mikrobauteile und -komponenten weisen infolge ihrer geringen Bauteildimension im Vergleich zu dickeren, polykristallinen Bauteilen häufig nur noch wenige Kristalle bzw. Körner im Bauteilquerschnitt auf. Da die mechanischen Eigenschaften von Metallen jedoch standardmäßig an polykristallinen, zumeist relativ dicken und deshalb oft kornreichen Proben ermittelt werden, sind diese Tests für Bauteildimensionen im Mikrobereich, in dem wenigkristallin (bzw. oligokristallin) aufgebaute Mikrostrukturen auftreten können, unpassend [2,12]. Die mechanischen Eigenschaften weichen bereits durch Einfluss der Korngröße stark innerhalb der Gruppe der polykristallinen Metalle ab, was von Hall und Petch in Bezug zur Dehngrenze empirisch nachgewiesen werden konnte [13,14]. Darüber hinaus wurde z.B. in vorangegangenen Publikationen [2,12] eine mögliche, aber nicht vollständig erklärte starke Streuung der monotonen mechanischen Eigenschaften durch den zunehmenden Kornorientierungseinfluss aufgezeigt, welcher sich bei einer polykristallinen Mikrostruktur nur bei starker Texturierung ergibt.

Weitere Arbeiten und Studien weisen darauf hin [15-20], dass die geometrischen Einflussfaktoren neben den vielfältigen prüf- und werkstoffspezifischen Einflussfaktoren (z.B. Position innerhalb des Bauteils) sehr vielfältig sind und somit zunächst grundlegende Untersuchungen an einfacheren Probengeometrien erfordern.

1.1 Mikrostrukturabhängiges Verformungsverhalten

1.1.1 Einkristalle

Einkristalle besitzen aufgrund der fehlenden Korngrenzen grundlegend andere Verformungseigenschaften im Vergleich zu polykristallinen Proben oder Bauteilen. Im entspannten und nicht plastisch verformten Ausgangszustand ist der Spannungszustand im Kristall theoretisch überall gleich. Wegen der fehlenden Korngrenzen können sich Versetzungen ungehindert durch die gesamte Probe bewegen. Die plastische Verformung findet auf einem oder auch mehreren Gleitsystemen statt. Die potentiellen Gleitsysteme sind in Bezug auf die Beanspruchungsachse für einen bestimmten Spannungszustand unterschiedlich ausgerichtet. Daher ist die aufgebrachte Scherspannung τ_{rss} (engl. "resolved shear stress") auf jedem Gleitsystem verschieden. Wenn τ_{rss} groß genug ist, um eine plastische Verformung auszulösen, ist die kritische Scherspannung τ_{crss} (engl. "critical resolved shear stress") erreicht. In Schmid'schen Schubspannungsgesetz wird eine Beziehung zwischen τ_{crss} und der Zugspannung σ_v eines Materials hergestellt.

$$\sigma_y = m * \tau_{crss} \tag{1}$$

Der Parameter *m* ist ein Geometriefaktor, der aus der Orientierung des betrachteten Gleitsystems im Vergleich zur Spannungsachse abgeleitet werden kann (Abbildung 3). Hierfür wird zum einen der Winkel λ zwischen Zugrichtung und der Gleitebenennormalen und zum anderen der Winkel Φ zwischen der Zugrichtung und der Gleitrichtung verwendet. Der reziproke Geometriefaktor wird auch als Schmid-Faktor μ bezeichnet:

$$\frac{1}{m} = \mu = \cos \Phi * \cos \lambda \tag{2}$$

Der Schmid-Faktor kann in einem Einkristall dazu verwendet werden, um festzustellen, welches Gleitsystem am wahrscheinlichsten bei Beanspruchung in der Spannungsachse aktiviert wird [21]. Das Gleitsystem mit dem höchsten Schmid-Faktor erreicht als erstes τ_{crss} . Ist die Spannungs- bzw. Belastungsachse während des Verformungsvorgangs (z.B. eines Zugversuchs) gleichbleibend, so muss sich die Kristallorientierung durch Rotation des Einkristalls verändern, damit die Probe in Zugrichtung ausgerichtet bleibt. Die Kristall-rotation bewirkt dabei eine Annäherung der Gleitrichtung an die Zugrichtung. Der Spannungseinfluss eines Nachbarkorns wird in diesem Modell nicht beachtet.

Während der monotonen Verformung können für kubisch-flächenzentrierte (kfz) Einkristalle drei verschiedene Fließbereiche beobachtet werden (Abbildung 4): (I) Nachdem die kritische Schubspannung τ_{crss} erreicht wird, setzt zunächst eine Einfachgleitung ein, bei der es keine nennenswerte Wechselwirkung zwischen den einzelnen Versetzungen gibt. Im folgenden Bereich (II) setzt bei erhöhter Schubspannung eine Mehrfachgleitung ein, da weitreichende Spannungsfelder infolge der Aufstauung von Versetzungen in der Gleitebene erzeugt werden. Im Bereich (III) ist neben der Mehrfachgleitung zusätzlich eine Entfestigung bzw. dynamische Erholung zu beobachten.

Ausgehend von einem einkristallinen Verhalten wurde bereits von Gottstein [22] für kubisch-flächenzentriertes (kfz) reines Aluminium (Abbildung 5) gezeigt, dass Festigkeit und Duktilität des Metalls stark von der Kristallorientierung abhängt. Es wird zwischen sogenannten "weichen" und "harten" Orientierungen unterscheiden, da die Streckgrenze bei einer verhältnismäßig weichen <100> Orientierung beispielsweise nur ca. 40% im Vergleich zu einer polykristallinen Probe gleichen Werkstoffs betragen kann. Auf der anderen Seite können "hart" orientierte <111> Einzelkristalle dieser Legierung eine wesentlich höhere Festigkeit bei deutlich geringerer Bruchdehnung im Verhältnis zu einer polykristallinen Probe mit gleicher Geometrie besitzen.

1.1.2 Polykristalle

Anders als Einkristalle sind Polykristalle bzw. die einzelnen Kristalle eines Polykristalls in ihrer Verformungsfähigkeit durch das Vorhandensein benachbarter Körner mit unterschiedlichen Kristallorientierungen und somit auch Korngrenzen eingeschränkt. Während der Verformung muss jeder Kristall bzw. jedes Korn einen Beitrag zur Deformation leisten, damit der polykristalline Körper nicht in seine Einzelkristalle zerfällt. Das bedeutet auch, dass nicht nur die Kristallorientierung des einzelnen Korns für die Verformung maßgeblich ist, sondern auch die Beeinflussung bzgl. der Spannungen und Verformungen der Nachbarkörner zueinander. Nimmt man als Beispiel eine polykristalline Probe, die einem Zugversuch unterzogen wird, so werden zuerst die Gleitsysteme in den Körnern mit einem hohen Schmid-Faktor aktiviert, da hier die kritische Schubspannung erreicht wurde. In weiteren Körnern mit geringerem Schmid-Faktor ist die von außen angelegte Spannung noch nicht kritisch, weshalb sich diese Körner einzeln betrachtet nicht verformen sollten. Sie unterdrücken zunächst dadurch die Verformung der Körner mit hohem Schmid-Faktor und erzeugen in diesen zusätzliche lokale elastische Spannungen, welche dazu führen, dass auch die kritische Schubspannung im Nachbarkorn mit höherem Schmid-Faktor erreichet wird. Wenn sich alle Körner plastisch verformen, ist die Streckgrenze erreicht. Hierfür müssen mindestens fünf linear unabhängige Gleitsysteme aktiviert werden. In Polykristallen mit kfz-Gitterstruktur gibt es potentiell 12 {111} <110> -Gleitsysteme [22].

Um zu verhindern, dass der Polykristall entlang der Korngrenzen während der Verformung in seine Einzelkristalle zerfällt, bilden sich innerhalb der Körner (meist in Korngrenzennähe) sog. geometrisch notwendige Versetzungen (engl. "geomtrical necessary dislocations" kurz: GNDs) [38,39]. Das Prinzip ist in Abbildung 6 verdeutlicht: Betrachtet man die losgelöste potentielle Verformung der Körner im zweiten Teilbild (gemäß ihrer Kristallorientierungen und Schmid-Faktoren), so ergeben sich ohne die Restriktionen aus den Nachbarkörnern Bereiche, die sich überlappen und andere Bereiche ohne verbleibendes Material. Die infolge der Inkompabilitätsspannungen erzeugten GNDs sorgen jedoch für einen kontinuierlichen Zusammenhalt des Polykristalls [22].

Der Beitrag der Verfestigung während einer Umformung aus dem Korninneren kann mithilfe der Taylor-Formel [23] berechnet werden, welche sich aus den notwendigen Passierund Schneidspannungen von Versetzungen herleitet, die sich auf die Versetzungsdichte Nund damit die Fließspannung im verfestigten Zustand τ_{II} auswirkt [24]:

$$\tau_{II} = \tau_0 + \alpha_1 * G * b * \sqrt{N} \tag{3}$$

Hierbei beschreibt α_1 eine metallabhängige Konstante, *G* ist der Schubmodul, *b* der Burgers-Vektor und τ_0 die Anfangsspannung.

1.1.3 Oligokristalle / Wenigkristalle

Wenigkristalle bzw. Oligokristalle (griechisch: "ολίγο"/ "oligos", deutsch "wenig") bilden eine mikrostrukturelle Übergangsform zwischen Polykristallen und Einkristallen. Eine solche Mikrostruktur entsteht zwingend, wenn bei sehr kleinen Bauteilabmessungen gleichzeitig relativ große Kristalle auftreten und infolgedessen nur noch eine geringe Anzahl an Kristallen im Bauteilquerschnitt vorliegt. Die mechanischen Eigenschaften unterliegen in diesem Fall einem Größeneffekt, welcher durch den Dimensionszwang hervorgerufen wird [25]. In vorangegangenen Arbeiten von Weiß und Meißner [2,12] sowie einer irischen Forschergruppe [20,26,27] fand man heraus, dass es ein kritisches Verhältnis der Anzahl der Kristalle im Bauteilquerschnitt gibt und dieses für den Werkstoff 316L bei etwa 4-10 Körnern liegt. Oberhalb dieses kritischen Verhältnisses verhält sich das Bauteil polykristallin; darunter findet eine Spannungslokalisierung in wenigen Körnern statt mit der Folge einer geringen Bruchdehnung bezüglich der Gesamtprobe. Zur Prüfung der mechanischen Eigenschaften oligokristallin aufgebauter Mikrostrukturen bieten sich bei ausreichend geringem Querschnitt Drähte und Bleche bzw. Folien an.

Eine Übersicht der in der Literatur beschriebenen Größeneffekte bzgl. der monotonen und zyklischen Festigkeitseigenschaften an den kfz-Werkstoffen Kupfer, Aluminium und AISI 316L (W.-Nr. 1.4404 und 1.4441) sollen im Folgenden gegeben werden:

Hofbeck et al. fanden heraus, dass dünnere Kupferdrähte unter Ermüdungs- und quasistatischer Belastung höhere Festigkeiten als dickere Drähte aufweisen. Während bei den dickeren Proben ein transkristallines Bruchbild zu erkennen war, wiesen dünnere Proben eine scharfkantige Bruchfläche auf [28]. Wimmer et al. zeigten in "low-cycle fatigue" (LCF) Versuchen für Kupferstreben eine abnehmende Festigkeit mit zunehmender Korngröße. Bei nur einem Kristall im Querschnitt verhielt sich die Strebe in diesem Bereich wie ein Einkristall mit einer überwiegenden Einfachgleitung bis zum Bruch. Die spannungskontrollierten Versuche im Zugbereich (R≈0) begünstigten ein zyklisches Kriechen. Die resultierende Kriechrate konnte in Zusammenhang mit der Lebensdauer gestellt werden [29].

Meißner fand im Rahmen seiner Dissertation heraus, dass in den plastisch verformten Bereichen von Stents Kornrotationen und eine starke Zunahme der Versetzungsdichte zu erkennen sind. Außerdem zeigt er auf, dass durch die zahlreichen, unsymmetrischen Einschnürbereiche bei einer oligokristallinen Probe im Zugversuche keine Auswertung für die wahre Spannung bzw. wahren Dehnung möglich ist, da hierfür keine Korrekturfunktion existiert, die diesen mehrachsigen Spannungszustand in einen einachsigen überführt [12]. Murphy et al. bewiesen eine abnehmende makroskopische Bruchdehnung und Duktilität von dünnen im Vergleich zu dickeren Proben und die Bildung von mehreren Einschnürbereichen nach quasistatischen Zugversuchen an lösungsgeglühtem, grobkristallinem 316L [30,31].

Donnelly et al. wiesen eine Herabsetzung der Dauerfestigkeit von 316L mit abnehmender Drahtdicke nach. Gleichermaßen wird in dieser Studie eine große Streuung der Ermüdungsergebnisse gemessen. Die Autoren vermuten eine örtliche Dehnungslokalisierung, welche zum Probenversagen führt. Es konnte weiterhin herausgearbeitet werden, dass die im Werkstoff enthaltenen Titan-Nitride keinen signifikanten Einfluss auf das Probenversagen haben [20,32].

In der Habilitation von Weiß wird u.a. gezeigt, dass 316L bei quasistatischer Zugbelastung zwar eine geringere makroskopische Bruchdehnung aufweist, lokal jedoch die Dehnung von einzelnen Körnern in einem überproportionalen Anteil aufgenommen wird. Es wurde weiterhin für den quasistatischen Zugbelastungsfall festgestellt, dass Kornrotationen vorzugsweise in Richtung der metastabilen [112] - und der stabilen [111] -Orientierung auftreten. Oligokristallines 316L zeigt tendenziell ein welliges Gleitverhalten, wobei in oberflächennahen Körnern eher eine Einfachgleitung stattfindet. Die in dieser Arbeit ermüdeten Stents wiesen die für polykristalline Proben dieses Werkstoffs üblichen Versetzungszellen nur im Inneren auf. Die Entstehung der Versetzungszellen ist also eine Folge der erzwungenen Aktivierung sekundärer Gleitsysteme, welche wiederum durch Kompabilitätsbedingungen zwischen den Körnern an den Korngrenzen (geometrisch notwendige Versetzungen) aktiviert werden [2].

1.2 Elektronenmikroskopie

1.2.1 Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Im Rasterelektronenmikroskop (REM) können wie im Auflichtmikroskop Probenoberflächen betrachtet werden. Da die theoretische Auflösung nach der Abbe'schen Theorie aus dem Jahr 1867 durch Beugungseffekte begrenzt und damit die tatsächlich mögliche Vergrößerung bei einem Lichtmikroskop selbst mit Zusatz eines Fluids auf etwa 1500x beschränkt ist [33], werden beim REM statt Lichtwellen Elektronen zur Abbildung der Objekte genutzt. Diese ermöglichen Vergrößerungen von mehr als 100.000x bei einer wesentlich größeren Schärfentiefe [34-36]. Innerhalb dieser Arbeit wird als Elektronenemissionsquelle eine Feldemissionsquelle mit einem ZrO/W -Ionenemitter (Denka, Tokio, Japan) genutzt, welche eine etwa 100-fach höhere Helligkeit als monokristalline LaB₆ Kathoden aufweist [37].

Die zu untersuchende Probe muss elektrisch leitfähig sein, damit sich zwischen die als Anode geschaltete Probe und der Emissionsquelle (Kathode) ein Elektronenstrahl ausbilden kann. Dieser sog. Primärelektronenstrahl (PE) wird mithilfe von elektrostatischen und magnetischen Linsen fokussiert und die Probe wird zeilenförmig – Punkt für Punkt –gerastert. Die Primärelektronen treffen dabei auf die Probe und dringen in diese ein. Die Eindringtiefe ist dabei abhängig von der Beschleunigungsspannung und der Ordnungszahl der dort vorhandenen Atome [34,36,38]. Innerhalb der sog. Eindringbirne werden die Primärelektronen elastisch und inelastisch gestreut [39].

Elastisch gestreute Elektronen (>50 eV) treten infolge der Streuprozesse mit Streuwinkeln zwischen ±90° zur Primärelektronenstrahlachse aus der Probe aus und werden deshalb Rückstreuelektronen genannt. Ihre Intensität wird mithilfe eines ringförmigen, um den Polschuh liegenden BSE-Detektors (engl. "backscatter electrons") gemessen, weil die meisten elastisch gestreuten Primärstrahlelektronen bei einem senkrechten Einfall auf die

Oberfläche in einem Winkel von nahe 0° zurückgestrahlt werden [39]. Rückstreuelektronen können zur Darstellung des Materialkontrasts genutzt werden, da die Intensität der rückgestreuten Elektronen für Elemente niedriger Ordnungszahlen kleiner ist als für Elemente mit hohen Ordnungszahlen [40]. Bei entsprechender Neigung der Probe von 70° und angepasster Probenpräparation können die Rückstreuelektronen auch für die nachfolgend in Kapitel 1.2.1.2 erläuterten Rückstreuelektronenbeugungsmessungen genutzt werden.

Inelastisch gestreute Elektronen besitzen eine niedrige Energie (<50eV) und werden durch die Interaktion des Primärelektronenstrahls mit den an der Probenoberfläche enthaltenen Atomen aus deren Atomhüllen herausgestoßen. Das niedrige Energieniveau sorgt dafür, dass nur oberflächennahe sog. Sekundärelektronen die Probe verlassen können und diese Art der Elektronen zur Darstellung der Oberflächentopographie genutzt werden kann [34,36]. Die maximale Austrittstiefe bei Metallen liegt bei etwa 5 nm, weshalb die mögliche Auflösung bei einer Feldemissionskathode und einer Beschleunigungsspannung von 20 kV ca. 1-2 nm beträgt [36]. Zur Darstellung der Oberflächentopographie wird ein Everhart-Thornley-Detektor verwendet, dessen Aufbau nicht weiter erläutert werden soll. Das hieraus genutzte Signal wird nach erfolgter Signalverarbeitung für den REM-Bediener auf dem Bildschirm als hell angezeigt, wenn ein spitzer, freiliegender Oberflächenpunkt (Abbildung 7) gerastert wird und umgekehrt wird der Punkt dunkel dargestellt, falls der Punkte im tief umschlossenen Bereich liegt, aus welchem relativ wenige Sekundärelektronen austreten können.

1.2.1.1 Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDS)

Die energiedispersive Röntgenspektroskopie ist ein Verfahren zur quantitativen und qualitativen Elementanalyse im Mikrometerbereich [41], wobei ein Messpunkt, eine Messlinie oder ein Messbereich in der Steuerungssoftware ausgewählt werden kann. Das Prinzip dieser Methode ist die Ausweitung der charakteristischen Röntgenstrahlung infolge der Interaktion der Probe mit dem Primärelektronenstrahl. Der Emissionsvorgang wird durch das Ausstoßen eines Elektrons aus einer inneren Schale durch ein eingestrahltes Elektron ausgelöst. Das innere, frei gewordene Energieniveau (bzw. der Elektronenplatz) wird infolgedessen mit einem Außenelektron aufgefüllt. Der letzte Schritt ist mit einem Energiegewinn verbunden, welcher als elementspezifische Röntgenstrahlung emittiert wird. Mithilfe der meisten EDS-Detektoren (mit Fenster) können nur Elemente mit einer Ordnungszahl größer 11 (Natrium) mit einer Nachweisgrenze von ca. 0,1at-% bestimmt werden [41].

1.2.1.2 Rückstreuelektronenbeugung

Mithilfe der Rückstreuelektronenbeugung (engl.: electron backscatter diffraction technique) kann die lokale Kristallorientierung auf der Oberfläche eines ebenen, kristallin aufgebauten Körpers bestimmt werden. Diese Methode wird innerhalb des Rasterelektronenmikroskops (REM) verwendet und hat sich als leistungsfähige und Im Vergleich zum aufwändigen Beugungsverfahren im Transmissionselektronenmikroskop (TEM) schnelleren Alternative in der Orientierungsanalyse etabliert. Die Gründe hierfür liegen in der ausreichend hohen lateralen Auflösung von bis zu 20 nm und in der genügend genauen Bestimmung der Orientierungswinkel (je nach Einstellung der Messtoleranz), die nur eine absolute Ungenauigkeit zwischen 0,5° und 2° besitzt [21]. In den meisten Fällen können aus relativ dicken Ausgangsproben schneller untersuchungsbereite Proben für das EBSD-Verfahren präpariert werden als für die Untersuchung im TEM. Das Prinzip der EBSD-Methode soll im Folgenden erläutert werden.

1.2.1.2.1 Prinzip der Entstehung der Beugungsbilder (Kikuchi-Pattern)

Anders als bei der Standarduntersuchung einer Probe im REM wird eine Probe zur Durchführung einer EBSD-Untersuchung um 70° geneigt, sodass der Primärelektronenstrahl mit einem 20° Winkel auf die Probenoberfläche trifft (Abbildung 8), weshalb sich die Auflösung in den drei Raumrichtungen bei der anschließenden Untersuchung unterscheidet. Die Primärelektronen werden beim Auftreffen auf die Oberfläche elastisch und inelastisch diffus in alle Richtungen gestreut, weshalb ein Teil des Probenvolumens und nicht nur der Auftreffpunkt des Primärelektronenstrahls mit in die Messung einwirkt.

Dabei nimmt der Anteil der inelastisch zurückgestreuten Elektronen (auch Rückstreuelektronen genannt) mit zunehmender Tiefe, aus der sie stammen, zu. Während der Beugung unter dem Winkel θ erfüllen die Rückstreuelektronen bezüglich der Netzebenen (h k l) die Bragg-Bedingung:

$$n * \lambda = 2d * \sin\theta \tag{4}$$

9

Dabei beschreibt n die Beugungsordnung, λ die Wellenlänge der verwendeten Strahlung, d den Netzebenenabstand und θ den Braggwinkel [42,43]. Aus der geringen Wellenlänge der Rückstreuelektronen ergibt sich ein sehr geringer Bragg-Winkel im Bereich von ein bis zwei Hundertstel Grad. Zur Beugung tragen jeweils zwei Netzebenen bei, die die Probenoberfläche in Form eines doppelten Kegels (des sog. Kossel-Kegels) mit einem Öffnungswinkel nahe 180° je Kossel-Kegel verlassen. Die Rückstreuelektronen aus diesem Kossel-Kegel werden u.a. auf einen Phosphorschirm gestreut, welcher als Projektionsebene in Form eines Kegelschnitts dient. Der Kossel-Kegel erscheint aufgrund des großen Öffnungswinkels und des relativ großen Abstands zwischen Probe und Phosphorschirm theoretisch in Form von zwei scharfen, quasiparallelen Linien, die die für jedes Material spezifischen Netzebenen abbilden. Man erhält im Praxisfall jedoch ein helles Band, das sog. Kikuchi-Band, welches sich durch die nicht gänzlich scharfe Energieverteilung der Rückstreuelektronen bildet. Die Mittellinie dieses Bands dient als Projektion der gemessenen Netzebene. Im realen Fall werden aufgrund der mehr als eine Elementarzelle breiten und tiefen Rückstreubirne mehrere Kikuchi-Bänder gleichzeitig dargestellt, welche das auszuwertende Beugungsmuster (Kikuchi-Pattern) ergeben. Die Kreuzungspunkte der Kikuchi-Bänder werden als Pole bzw. Zonenachsen der dazugehörigen Netzebenen bezeichnet. Aus ihren Winkeln zueinander und deren Position auf dem Phosphorschirm lässt sich nach Korrekturen (u.a. des Bildhintergrundrauschens) und einer Überführung in den Hough-Raum die kristallographische Orientierung im Messpunkt bestimmen [44]. Die Berechnungsgrundlage und der Analyseablauf hierzu werden in den nachfolgenden Teilkapiteln behandelt. Innerhalb dieser Arbeit wird diese Auswertung mithilfe der Analysesoftware OIM Data Collection[™] und OIM Analysis[™] 6.1 (Ametek Inc., Berwyn, PA, USA) durchgeführt. Die Software beinhaltet einen Datensatz an gespeicherten Zonenachsen und Winkelbeziehungen für ausgewählte Phasen, welche mit den gemessenen Polen abgeglichen und so identifiziert werden.

1.2.1.2.2 Auswertung der Kikuchi-Pattern

Die auf dem Phosphorschirm sichtbaren Kikuchi-Pattern werden durch eine dahinter befindliche CCD-Kamera aufgezeichnet (Schema siehe Abbildung 9), welche durch ein Bleiglasfenster geschützt ist. Das Beugungsbild wird anschließend mithilfe eines Bildverstär-

10

kers und eines Bildprozessors an einen Messrechner mit Bildschirm weitergeleitet. Im Bildverarbeitungsprozess wird das Bild durch das Zusammenfassen von Pixeln (engl. "binning") vereinfacht, um die Messgeschwindigkeit zu erhöhen. Anschließend wird der Kontrast des Bildes verstärkt und das Bildhintergrundrauschen mithilfe der Funktion "Background Subtraction" gefiltert, damit die Zonenachsen und deren Schnittpunkte deutlicher zu detektieren sind. Das bearbeitete Bild wird in dem folgenden Prozess in den sog. Hough-Raum transformiert. Die Hough-Transformation ist ein Verfahren zur Erkennung von parametriesierbaren geometrischen Figuren in einem Binärbild [46] und funktioniert durch die folgende Transformationsgleichung:

$$\rho_i = x_k * \cos \theta_i + y_k * \sin \theta_i \tag{5}$$

Die Koordinaten im Bildraum werden durch x_k und y_k und die Koordinaten im Hough-Raum durch ρ_i und θ_i angegeben. Hierbei wird letztlich - übertragen auf den Fall der Kikuchi-Pattern - eine Darstellung erzeugt, die den Abstand der Pole zu einem Referenzpunkt (z.B. Bildmittelpunkt) sowie den Winkel zum Referenzpunkt ergibt (Abbildung 10). Die sich in dieser Darstellung aus der Geometrie der Linien ergebenden hellen Häufungspunkte stellen die Kikuchi-Bänder dar. Nachdem die örtliche Position und die Winkel durch die Transformation in Bezug gesetzt wurden, kann auf die Kristallorientierung geschlossen werden.

Dieser Vorgang wird nun für jeden Pixel eines Bildausschnitts (mit einer vorher gewählten Schrittweite) im ablaufenden EBSD-Scan wiederholt und parallel dazu ein Orientierungsbild aus den Einzelpunkten erzeugt.

1.2.1.2.3 Berechnung von lokalen Orientierungen

Als ein Ergebnis der Auswertung der EBSD-Pattern wird die Kristallorientierung in den drei Euler-Winkeln (φ_1 , θ , φ_2) hinterlegt, welche die Lage bzw. Orientierung des aktuellen Messpunkts bzgl. eines definierten Bezugsystems – in diesem Falle die Probe selbst - beschreibt. Hierzu wird das Probenkoordinatensystem durch die schrittweise Rotation um die drei Eulerwinkel in das Kristallkoordinatensystem überführt.

Die drei Einzeldrehungen in Form der folgenden drei Rotationsmatrizen R(φ_2), R(θ) und R(φ_1) ergeben diese Transformation in die sog. Orientierungsmatrix *g* :

$$g = \begin{bmatrix} \cos\varphi 2 & \sin\varphi 2 & 0\\ -\sin\varphi 2 & \cos\varphi 2 & 0\\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0\\ 0 & \cos\theta & \sin\theta\\ 0 & -\sin\theta & \cos\theta \end{bmatrix} x \begin{bmatrix} \cos\varphi 1 & \sin\varphi 1 & 0\\ -\sin\varphi 1 & \cos\varphi 1 & 0\\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$
(6)

$$g(\varphi 1, \theta, \varphi 2) \tag{7}$$

$$= \begin{bmatrix} \cos\varphi 1 * \sin\varphi 2 - \sin\varphi 1 * \sin\varphi 2 * \cos\theta & \sin\varphi 1 * \cos\varphi 2 + \cos\varphi 1 * \sin\varphi 2 * \cos\theta & \sin\varphi 2 * \sin\theta \\ -\cos\varphi 1 * \sin\varphi 2 - \sin\varphi 1 * \cos\varphi 2 * \cos\theta & -\sin\varphi 1 * \sin\varphi 2 + \cos\varphi 1 * \cos\varphi 2 * \cos\theta & \cos\varphi 2 * \sin\theta \\ \sin\varphi 1 * \cos\theta & -\cos\varphi 1 * \sin\theta & \cos\theta \end{bmatrix}$$

Wie in Abbildung 11 veranschaulicht, wird im ersten Schritt das Probenkoordinatensystem (RD, TD, ND) um die ND-Achse im Winkel φ_1 gedreht. Betrachtet man nun das gedrehte Probenkoordinatensystem, so sind die ursprüngliche RD- und TD-Achse nun gedreht und werden mit RD' und TD' bezeichnet. Es folgt eine Drehung um die neue Achse RD' mit dem Winkel θ , wobei die neue ND'-Achse der [001]-Achse des Kristallkoordinatensystems entspricht. Durch die dritte Rotation um die [001]-Achse werden die verbleibenden zwei Achsen um den Winkel φ_2 gedreht und die RD'- bzw. TD'-Achsen in das Kristallkoordinatensystem mit den Achsen [100], [010], [001] überführt.

Eine weiterhin gebräuchliche Schreibweise in der Kristallographie sind die ganzzahligen Miller-Indizes, wobei (*hkl*) einen direkten Bezug zur Probennormalen (ND) herstellt und [uvw] den Bezug zur Verformungsrichtung (RD) bzw. [qrs] der Transversalrichtung (TD) liefern [47]. Die Orientierungsmatrix in dieser Schreibweise lautet:

Mit:

$$C = \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$$
(8)

$$D = \sqrt{u^2 + v^2 + w^2}$$
(9)

$$E = \sqrt{q^2 + r^2 + s^2}$$
(10)

$$g\left((hkl)[uvw]\right) = \begin{bmatrix} \frac{u}{D} & \frac{q}{E} & \frac{h}{C} \\ \frac{v}{D} & \frac{r}{E} & \frac{k}{C} \\ \frac{w}{D} & \frac{s}{E} & \frac{l}{C} \end{bmatrix}$$
(11)

Hierbei werden die Koordinaten der einzelnen Spalten RD, TD und ND durch die Beträge C, D und E normiert.

Zur Darstellung der berechneten Orientierungsinformationen kann man Kartierungen (engl. "mappings"), Figur-Plots und Diagrammauswertungen (z.B. Histogramme) aus einer entsprechenden Software nutzen [21]. Als Figur-Plots werden zumeist zur Orientierungsdarstellung Polfiguren (PF) und inverse Polfiguren (IPF) genutzt, die auf dem Prinzip der stereographischen Projektion basieren. Bei den inversen Polfiguren wird die Orientierung bezüglich nur einer Bezugsachse aufgetragen. Diese Darstellung ist somit für längliche Proben wie z.B. Drähte geeignet, da diese selbst eine eindeutige Bezugsachse besitzen [2].

1.2.1.2.4 Berechnung von lokalen Missorientierungen

Zur Berechnung der Missorientierung zwischen zwei Messpunkten wird eine Missorientierungsmatrix Δg_{AB} genutzt, welche die Orientierungsbeziehung der beiden Elementarzellachsen der Messpunkte zueinander angibt. Mit der Kristallorientierung in Punkt 1 (g_A) und der benachbarten Kristallorientierung in Punkt 2 (g_B) ergibt sich Δg_{AB} mit [47]:

$$\Delta g_{AB} = g_A x \ g_B^{-1} \tag{12}$$

Aufgrund der Kristallsymmetrie gibt es eine Vielzahl von möglichen Achsen/Winkel-Paarungen. Im kubischen Raum besitzt die Symmetriegruppe 24 Elemente. Soll nun die Lage zu einem benachbarten Punkt beschrieben werden, ergeben sich aus deren Kombination $24^2 = 576$ mögliche Achsen/Winkel–Paarungen. Da die inverse Missorientierung der Missorientierung äquivalent ist, verdoppelt sich die Anzahl auf 1152 Achsen/Winkel – Paarungen für kubische Kristalle. Sowohl die inverse Missorientierung als auch jedes der Symmetrieelemente sind physikalisch nicht unterscheidbar und nur mathematisch verschieden. Dies reduziert die Anzahl der physikalisch messbaren Kristallsymmetrien auf insgesamt 24 Möglichkeiten. In den Mappings wird meist die Drehachse mit dem kleinsten Drehwinkel ω genutzt und als Rotationswinkel bezeichnet [47-50]:

$$\cos \omega = \frac{1}{2} \left(\Delta g_{11} + \Delta g_{22} + \Delta g_{33} - 1 \right) \tag{13}$$

Dabei ergeben sich die Werte für Δg_{11} , Δg_{22} und Δg_{33} aus der Missorientierungsmatrix Δg_{AB} [47,48]:

$$\Delta g_{AB} \tag{14}$$

 $= \begin{pmatrix} (1-n_1^2)\cos\omega + n_1^2 & n_1n_2(1-\cos\omega) + n_3\sin\omega & n_1n_3(1-\cos\omega) - n_2\sin\omega \\ n_2n_1(1-\cos\omega) - n_3\sin\omega & (1-n_2^2)\cos\omega + n_2^2 & n_2n_3(1-\cos\omega) + n_1\sin\omega \\ n_3n_1(1-\cos\omega) - n_2\sin\omega & n_3n_2(1-\cos\omega) + n_1\sin\omega & (1-n_3^2)\cos\omega + n_3^2 \end{pmatrix}$

Die Variablen n_i repräsentieren hierbei die drei Rotationsachsen, die dazu notwendig sind, um die beiden Kristallgitter der verglichenen Messpunkte vollständig zu überlagern. Mithilfe von Formel 15 lässt sich außerdem die Rotation in die Miller-Indizierung überführen:

$$h:k:l = (\Delta g_{32} + \Delta g_{23}): (\Delta g_{13} + \Delta g_{31}): (\Delta g_{21} + \Delta g_{12})$$
(15)

1.2.1.2.5 Berechnung von korn- und kernbasierten Missorientierungen

Um stark lokalisierte Verdrehungen und Dehnungen in kristallinen Materialien festzustellen, sind Missorientierungen ein guter Indikator. Dabei gibt es korn- und kernbasierte (engl. "kernel") Arten zur Berechnung der Missorientierung. Die kornbasierte Missorientierung untergliedert sich in die drei Typen "grain average misorientation", "grain reference orientation deviation" und der im Rahmen dieser Arbeit genutzte "grain orientation spread (GOS)". Beim letzten Typ wird die Missorientierung aus der durchschnittlichen Abweichung der Kristallorientierungen der verschiedenen Messpunkte aus einem Korn untereinander berechnet. Das gesamte Korn erhält eine einheitliche Färbung entsprechend dem Wert. Es werden also keine Missorientierungsverläufe innerhalb eines Korns angezeigt. Stattdessen ergibt sich der Vorteil, dass stärker und schwächer verdrehte Körner optisch besser zu unterscheiden sind.

Die ebenfalls in dieser Arbeit genutzte kernbasierte Missorientierungsberechnung "kernel average misorientation (KAM)" nutzt die vorangegangenen Berechnungen. Hierbei wird – ein hexagonales Rasternetz vorausgesetzt – die Missorientierung Δg_K anhand der durchschnittlichen Abweichung von einem aktuell betrachteten Messpunkt und der umherliegenden Messpunkte Δg_{Ai} in einem vorher selbst bestimmten Radius berechnet (Abbildung 12, [21]). Zusätzlich muss eine maximale Missorientierung festgelegt werden, die für die Berechnung des Durchschnitts und die farbcodierte Darstellung beachtet werden soll. Diese Beschränkung kann den Einfluss des lokalen Messrauschen auf die Darstellung vermindern. Der Wert k gibt dabei die Anzahl der in die Berechnung einbezogenen, gefilterten Messpunkte an:

$$\Delta g_K = \frac{1}{k} * \sum_{i=1}^k \Delta g_{Ai} \tag{16}$$

1.3 Transmissionselektronenmikroskopie

Bei der Anwendung eines Transmissionselektronenmikroskops (TEM) werden die an einer Kathode erzeugten Primärelektronen nicht zur Abbildung einer Probenoberfläche genutzt, wie es bei einem REM der Fall ist. Stattdessen werden die Primärelektronen abhängig von der gewählten Beschleunigungsspannung und der Ordnungszahl der Elemente durch eine bis zu etwa 80-300 nm dünne Probe transmittiert [35]. Das TEM bietet eine bessere Auflösung (0,17-0,35 nm [35]) im Vergleich zum REM, da u.a. die genutzte Beschleunigungsspannung typischerweise mit 100-400 kV im Vergleich zum REM mit bis zu 30 kV einen deutlich schmaleren Primärelektronenstrahl zulässt. Das TEM wird genutzt, um Gitterfehler und Auffälligkeiten in der Größenordnung von Versetzungen oder beispielsweise Ausscheidungen zu untersuchen. Außerdem lassen sich mithilfe der Feinbereichsbeugung

Phase und Kristallorientierung des betrachteten Probenbereichs bestimmen [35]. Aufgrund der geringen Probengröße und des noch geringeren durchstrahlbaren Probenbereichs sollten für repräsentative Aussagen mehrere Proben im gleichen Zustand zur Absicherung genutzt werden.

Der Aufbau eines TEM im Vergleich zu einem Lichtmikroskop und einem REM ist in Abbildung 13 dargestellt. Als Filament bzw. Kathode dient häufig eine Wolframkathode. Diese setzt die Primärelektronen frei, welche im Anschluss mithilfe von Kondensorlinsen und - blenden gebündelt und als paralleler Strahl auf die Probe gerichtet werden. In der Probe werden die Elektronen kohärent gestreut, sodass eine Beugung dieser Strahlen ermöglicht wird. Die Abbildung des sich einstellenden Bildes erfolgt auf einem fluoreszierenden Bildschirm. Durch die Kombination von verschiedenen Einstellungen bezüglich der Kondensorlinsen und -blenden kann das Probengefüge im Hell- oder Dunkelfeld abgebildet werden. Zur Feinbereichsbeugung wird eine Feinbereichsblende genutzt, welche das örtliche Elektronenbeugungsmuster infolge der Interferenz der Elektronenwellen an den Netzebenen darstellen kann. Die Dunkelfelddarstellung repräsentiert die Körner (Probenbereiche) mit den in der Feinbereichsbeugung fokussierten Netzebenen gleicher Ausrichtung.

1.4 Austenitische CrNiMo-Stähle / X2 CrNiMo 18-15-3

Bei dem Versuchswerkstoff handelt es sich um einen austenitischen Chrom-Nickel-Stahl X2 CrNiMo 18-15-3 mit der Werkstoffnummer 1.4441 (ISO 5832-1). Im englischsprachigen Raum wird dieser Stahl auch nach AISI mit 316LVM bezeichnet. 316LVM wird aufgrund der guten Biokompatibilität und Korrosionsbeständigkeit vorwiegend im Bereich der Medizintechnik beispielsweise für chirurgische Instrumente, Knochenplatten/-schrauben und Koronarstents verwendet [51]. Im Vergleich zum 316L (z.B. 1.4404) wird der 316LVM aus dem 316L im Vakuumlichtbogenofen umgeschmolzen oder direkt vakuumerschmolzen (VM - engl. "vacuum melted"), um einen hohen Reinheitsgrad zu erzielen. Der hohe Reinheitsgrad wirkt sich in Kombination mit auf der Oberfläche befindlichen Chromoxidschicht und dem Kohlenstoffgehalt von unter 0,8 Gew.-% in einer sehr guten chemischen Beständigkeit vor allem gegen interkristalline Korrosion, Lochkorrosion und auch Spaltkorrosion aus [52]. Der erhöhte Nickelgehalt hat bei Nickelallergikern eine schlechte Hautverträglichkeit zur Folge [53-55]. Das Vakuumschmelzverfahren gehört zur Gruppe der Elektroschlacke-Umschmelzverfahren (ESU) und sorgt u.a. aufgrund der erhöhten Reinheit für eine hohe Oberflächengüte. Neben den guten chemischen Eigenschaften im lösungsgeglühten Zustand besitzt der 316LVM ein ausgeprägtes Kaltverfestigungsvermögen und ein dadurch bedingtes gutes Verhältnis von Festigkeit und Zähigkeit, bei allerdings dann abnehmender Korrosionsbeständigkeit. Der Korrosionswiderstand wird durch den niedrigen C-Gehalt und der damit einhergehenden Vermeidung von Karbiden an den Korngrenzen verbessert, allerdings führt der geringe C-Gehalt auch zu einer verringerten Festigkeit [56]. Der wichtigste Verfestigungsmechanismus des Werkstoffs ist die Mischkristallverfestigung durch Kohlenstoff, welche eine Erhöhung der Versetzungsdichte bewirkt und die Bildung von Zwillingskorngrenzen im kaltverformten Zustand fördert. Eine untergeordnete Rolle spielt im Austenit die Kornfeinung [57], welche nur etwa die Hälfte des Verfestigungsvermögens gegenüber ferritischen Stählen besitzt [58,59]. Approximiert man die Dehngrenze bzw. Festigkeit aus der Hall-Petch Beziehung [13,14],

$$R_e = R_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \tag{17}$$

 $R_e := Streckgrenze$; $R_0 := Startspannung$ für die Versetzungsbewegung; d := Korndurchmesser

so wird für die Konstante des Korngrenzwiderstands *k* deshalb ein relativ kleiner Wert genutzt. Der Wert ist jedoch nach Speidel [60] mit 11-16 $MPa\sqrt{mm}$ hinreichend groß, sodass für den 316L bei kleinerer Korngröße die Festigkeit ansteigt und die Bruchdehnung sinkt. Der Einfluss der einzelnen Legierungselemente (in Gew.-%), des δ – *Ferrit* -Anteils (in Vol.-%), der Zwillingsanzahl je Korn *t* und der Korngröße *d* wurde von Vogt und Irvine [61,62] in empirischen Gleichungen für die Dehngrenze und die Zugfestigkeit ermittelt: Nach Irvine:

$$R_{p0,2} = 63,5 + 496(N) + 356,5(C) + 20,1(Si) + 3,7(Cr) + 14,6(Mo) + 18,6(V)$$

$$+ 4,5(W) + 40,3(Nb) + 26,3(Ti) + 12,7(Al) + 2,5(\delta - Ferrit)$$

$$+ \frac{7,1}{\sqrt{d}}$$
(18)

$$R_m = 449,5 + 852,5(N) + 542,5(C) + 37,2(Si) - 1,5(Ni) + 18,6(Mo) + 77,5(Nb)$$
(19)
+ 46,5(Ti) + 18,6(Al) + 2,2(δ - Ferrit) + $\frac{7,1}{\sqrt{t}}$

Die Formeln 17-19 gelten jedoch nur für den polykristallinen Zustanden des Werkstoffs bzw. darin werden nicht die Probendimension oder das damit verbundene Kornanzahl zu Probendicke-Verhältnis beachtet.

Die austenitische Phase des 316LVM wird insbesondere durch die günstigen Gehalte an Chrom und Nickel stabilisiert. Mithilfe des Schäffler-Diagramms [63,64] lässt sich die Phase über die Elementgehalte von Chrom und Nickel bzw. deren für das Diagramm äquivalente Elemente für schnelle Abkühlzeiten abschätzen. Bei ca. 18 Gew.-% Chrom in Lösung, was dem Chromgehalt des im Rahmen dieser Arbeit untersuchten 316LVM entspricht, wird eine voll austenitische Erstarrung sichergestellt.

1.5 Ziel der Arbeit

Das Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Untersuchung des mechanischen Verhaltens und der Mikrostrukturentwicklung des austenitischen Werkstoffs AISI 316LVM (W.-Nr. 1.4441) in oligokristallin, lösungsgeglühtem (entspricht vorheriger Grobkornglühung) und oligokristallin, kaltverfestigtem Zustand.

Ein Teil dieser Arbeit befasst sich mit der Weiterentwicklung bestehender Prüfmethoden zur Sicherstellung von validierbaren quasistatischen und zyklischen Testergebnissen. Es wurde im Vorfeld erkannt, dass die geometrischen Einflussfaktoren zu vielfältig sind, um grundlegende Eigenschaften der oligokristallinen Strukturen am Bauteil selber zu analysieren. Daher sollen grundlegende Untersuchungen zur Generierung von Daten anhand von oligokristallinem 316LVM an dünnen Drähten und Blechen durchgeführt werden.

Anders als in der Arbeit von Donnelly [32] soll die Mikrostrukturentwicklung mithilfe der Rückstreuelektronenbeugung anstelle von Computersimulationen aufgezeigt und beschrieben werden. Die von Donnelly gemessenen Streuungen hinsichtlich der mechanischen Daten werden zwar hypothetisch auf lokale Mikrostruktureffekte zurückgeführt, aber nicht mikroskopisch bewiesen. Anstelle dessen wird dort verstärkt auf den Größeneffekt bei dünnen Querschnitten im größtenteils polykristallinen Zustand eingegangen, bei dem unterschiedliche Strebendicken bei ähnlicher Korngröße ermüdet wurden. Das bedeutet, dass sich die Kornanzahl im Probenquerschnitt zwangsläufig mit ansteigender Strebendicke erhöht und sich nicht mehr im oligokristallinen Bereich befindet, was die verbesserten Festigkeitseigenschaften alleine aufgrund des Effekts der Korngrenzenverfestigung nach Hall und Petch [13,14] erklären würde. In dieser Arbeit hingegen sollen tatsächlich oligokristalline Mikrostrukturen des gleichen Werkstoffs untersucht werden. Weiterhin sollen das guasistatische sowie das zyklische Verhalten an gekerbten und nicht gekerbten Rundddraht- und Flachproben im lösungs- und grobkorngeglühten sowie kaltverfestigten Zustand bei Raumtemperatur untersucht werden. Bevor die mechanischen Tests durchgeführt werden konnten, mussten geeignete Probenpräparationsverfahren und Einspannungsvorrichtungen entwickelt werden, um die Untersuchung von Flachprobengeometrien ohne den Ausbau der Proben und die damit verbundenen Setzeffekte durchzuführen und die Mikrostrukturuntersuchung zu ermöglichen.

Die mechanischen Untersuchungen beinhalten

- 1. Zugversuche innerhalb und außerhalb des Rasterlektronenmikroskops (REM) mithilfe eines Mikro-Zug-Druck-/Geräts und einer Spindelzugmaschine
- Nennspannungskontrollierte Zug-Schwell-Ermüdungsversuche in Vakuumatmosphäre im "low-cycle fatigue" (LCF)-Bereich innerhalb des REM mithilfe eines Mikro-Zug-Druck-/Geräts
- 3. Nennspannungskontrollierte Zug-Schwell-Ermüdungsversuche bei Raumtemperatur im "high-cycle fatigue" (HCF) Bereich außerhalb des REM

Die Gefügeuntersuchungen setzen sich aus den folgenden Komponenten zusammen:

- 1. Lichtmikroskopie
- 2. Härtemessungen
- Rasterelektronenmikroskopie (REM) mit energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDS) und Rückstreuelektronenbeugung (EBSD)
- 4. Transmissionselektronenmikroskopie inkl. Feinbereichsbeugung bei ausgewählten Proben

Bei ausgewählten Zug- und Ermüdungsversuchen wurde der mechanische Test entweder bei definierten Dehnungen oder definierten Zyklenzahlen gestoppt, um den aktuellen Zustand eines Mikrostrukturbereichs mithilfe des EBSD-Verfahrens zu dokumentieren.

2 Materialien und experimentelle Methoden

Die mechanische Prüfung von dünnen Blechen und Drähten bedarf spezieller, nicht standardisierter Versuchseinrichtungen. Bei nicht gekerbten Proben oder bei Proben ohne vorgefertigte Messlänge kann die Probeneinspannung durch die am Übergang zur Probeneinspannung erzeugte Kerbwirkung Einfluss auf das Versuchsergebnis haben. Dabei entsteht die Kerbwirkung durch das Festklemmen der Probe und die damit verbundenen, aber notwendigen, plastischen Deformation [65]. Die Fertigung von konischen, sich selbst-zentrierende Probengeometrien wie bei Kegelkopfermüdungsproben [66,67] ist aufgrund der geringen Probengröße nicht mit der geforderten Gleichmäßigkeit im Durchmesser und nicht ohne eine Verbiegung der Proben während des Fertigungsvorgangs möglich. Aus diesem Grund müssen reib- bzw. kraftschlüssige Einspannungen verwendet werden. Aufgrund ihres im Vergleich zu den dünnen Proben relativ hohen Gewichts können mechanisch aufzubringende Dehnungsmesssensoren Biegungen vor und während des Versuchs verursachen, weshalb sie für das Testen dünner Proben ungeeignet sind. Stattdessen wird die Wegmesszelle des Mikro-Zug-Druck-Geräts genutzt.

2.1 Versuchswerkstoff

Bei dem verwendeten Versuchswerkstoff X2 CrNiMo18-15-3 (316LVM) handelt es sich um einen austenitischen, CrNiMo-Stahl mit der Werkstoffnummer 1.4441.

Für die mechanischen Untersuchungen wurden die Stähle im lösungsgeglühten bzw. grobkorngeglühtem und kaltverfestigten Zustand verwendet. Die mittels Vakuumemissionsspektroskopie gemessene chemische Zusammensetzung der Bleche, Flach- und Runddrähte ist Tabelle 1 zu entnehmen. Die Messungen wurden an den Blechproben bei Zapp Medical Alloys GmbH (Schwerte, Deutschland), an den Flachdrähten bei Alloy Wire International (Brierley Hill, Großbritannien) und an den Runddrähten bei Vogelsang Edelstähle (Hagen, Deutschland) durchgeführt.

2.2 Verwendete Probengeometrien und Probenpräparation

2.2.1 Runddrahtproben

Die in dieser Arbeit genutzten, zu Spulen aufgewickelten Runddrähte (Vogelsang Edelstähle, Hagen, Deutschland) lagen in einem schlussgeglühten Anlieferungszustand mit Drahtdurchmessern von 1 mm und 0,51 mm vor.

Durch die Aufwicklung und den daraus resultierenden Biegeradius mussten die Drähte vor der weiteren Präparation zunächst begradigt werden. Hierzu wurde im Gleitziehverfahren nach DIN 8584-2 [68] in jeweils einer Ziehstufe die Querschnittsfläche der Drähte mithilfe einer Drahtziehanlage (max. Länge: 4 m) am Lehrstuhl für Umformtechnik an der Universität Duisburg-Essen (Prof. P.J. Mauk, Duisburg) um ca. 10% von 1 mm auf 0,95 mm und um 22% von 0,51 mm auf 0,45 mm verringert. Dabei wurden Hartmetall-Ziehsteine (Willi Bremer GmbH, Mittenaar/ Bicken, Deutschland) und ein Trockenziehmittel (Cortrax 4, TRAXIT INTERNATIONAL, Schwelm, Deutschland) genutzt.

Die kaltverfestigten, begradigten Drahtabschnitte wurden zur anschließenden Wärmebehandlung in ca. 350 mm lange Abschnitte geschnitten. Die Wärmebehandlung erfolgte konduktiv mithilfe des in Abbildung 14 dargestellten Aufbaus und hatte das Ziel der Kornvergröberung, um ein oligokristallines Gefüge zu erhalten. Der Aufbau besteht aus einem speziell angefertigten Quarzglas-Glührohr, an dessen Enden jeweils Glasstopfen mit Klemmen fixiert sind. Der zu glühende Draht wird zuerst durch den oberen Glasstopfen und anschließend durch das Glührohr und den unteren Glasstopfen geführt. Mit einer fest an einem Stativ angebrachten Krokodilklemme wird der Draht oben befestigt. Am unteren Ende hängt die Krokodilklemme frei, lediglich das Zuleitungskabel ist befestigt, um die während des Glühvorgangs wirkende Gewichtskraft des Drahtes zu minimieren. Die untere Krokodilklemme selbst muss aufgrund der Wärmeausdehnung in Längsrichtung des Drahtes beweglich sein, da ansonsten Drahtbiegungen bis hin zum Drahtbruch auftreten können. Die beiden Krokodilklemmen werden in einem Abstand von etwa 10 mm zu den Stopfen befestigt und sind mit einer Spannungsquelle (Power Supply SM 35-45, Delta Elektronika, Zierikzee, Niederlande) verbunden. Um eine Verzunderung bzw. Oxidation des Drahtes während des Glühens zu vermeiden, wird das Quarzglasrohr mit einem leichten Überdruck von 1,25 bar mit Argon (+2% Wasserstoff) als Schutzgas durchströmt. Die Drahttemperatur wurde über die Glühfarbe und eine Vergleichstafel (Abbildung 15) bestimmt und muss für eine optimale Kornvergröberung und zur Vermeidung der Bildung zweiter Phasen zwischen 1050 und 1150°C betragen. Die optimalen Einstellungen zur Wärmebehandlung sind in Tabelle 2 angegeben. Abbildung 16 zeigt eine lichtmikroskopische Aufnahme des Gefüges vor und nach dieser konduktiven Grobkornglühung. Da im Quarzglasrohr aufgrund der Argon-Einströmung eine ungleichmäßige Wärmeverteilung im oberen Rohrbereich herrscht, wird aus dem unteren Bereich mit einer gleichmäßigen Glühfärbung eine 50 mm lange Drahtprobe entnommen, weil nur hier potentiell ein oligokristallines Gefüge mit den geforderten Eigenschaften auftreten kann. Beispielhaft für die Mikrostruktur in Bezug auf die Korngröße sind in den Abbildung 17 verschiedene Drahtbereiche dargestellt. Aus diesem Grund wurde eine Anfangsmesslänge für die mechanischen Versuche von 10 mm genutzt, um ein möglichst gleichmäßiges, homogenes Gefüge im Prüfbereich zu haben.

Nicht gekerbte Drähte werden im letzten Präparationsschritt elektrolytisch poliert. Die hier verwendeten Parameter sind in Tabelle 3 aufgeführt. Als Elektrolyt wird dabei ein aus zu elf Teilen aus H₃PO₄ (85%ig) und zu sieben Teilen aus H₂SO₄ (96%ig) bestehendes Säuregemisch verwendet. Der Aufbau zum elektrolytischen Polieren ist in Abbildung 18 dargestellt.

Zur Kerbeinbringung wird grundsätzlich das gleiche vorgenannte Verfahren genutzt. Der zu kerbende Draht wird zuvor allerdings mit einem säurebeständigen Lack (Lacomit Varnish, Agar Scientific Ltd., Stansted, Großbritannien) maskiert, wobei der vorher festgelegte Kerbbereich freigelassen wird. Die Drahtprobe hängt senkrecht in der Mitte des zylindrischen Elektrolytbehälters, welcher eine umschließende Bleikathode enthält. Zudem wird der Elektrolyt während der elektrolytischen Abtragung mit einem Magnetrührer umgerührt, um einen gleichmäßigen, im Querschnitt kreisrunden Abtrag der Kerbe zu erhalten. Hierfür genutzte Parameter sind in Tabelle 3 angegeben. Die hiermit erzeugten milden Rundkerben bzw. Verjüngungen wurden mit einer der vier Kombination auf eine Kerbbreite von entweder ca. 2 oder 4 mm und einem Durchmesser im Kerbgrund von ca. 0,5 oder 0,75 mm gedünnt. Schärfere Kerben waren mit dieser Methode nur stark eingeschränkt möglich, da zum einen die Stromschwankungen aufgrund der kleineren Kontaktfläche zum Elektrolyten erheblich waren und zudem sich eine ovale Querschnittsform im Kerbbereich zeigte, die eine nicht reproduzierbare Geometrie darstellte. Dies konnte weder mit einer Kühlung auf 5-10°C noch mit dem Umrühren des Elektrolyts verhindert werden. Die Geometrie der Drahtproben wurde nach zwei Minuten elektrolytischer Abtragung jede 30 Sekunden mit einem Lichtmikroskop und unterstützend mit einem Laserscanmikrometer (LS-5041T, Keyence, Osaka, Japan) vermessen. Der Vorgang wurde so lange wiederholt, bis die gewünschte Kerbform mit einer Genauigkeit von ±0,1 mm in der Kerbbreite und ±0,02 mm im Kerbgrund erreicht wurde. Sowohl nach dem elektrolytischen Polieren als auch nach dem elektrolytischen Abtragen müssen die Drahtproben mit destilliertem Wasser und Ethanol abgespült und in einem Acetonbad für fünf Minuten ultraschallgereinigt werden, um Rückstände der Säure zu entfernen.

Um EBSD-Untersuchungen an den Runddrähten durchführen zu können, mussten die Drähte mithilfe eines eingekerbten Probenhalters und einer Epoxidharz-Fixierung quergeschliffen und mit Poliersuspension der Körnung von 6 µm bis 1 µm poliert werden. Dabei wurde mit einem Lichtmikroskop ständig überprüft, ob der Draht bis zur Mitte der Querschnittsebene plangeschliffen wurde. Die fragile Probe wurde anschließend unter Wärmeeinfluss (100-120°C) auf einer Heizplatte vom Metallhalter gelöst, indem diese bei Verflüssigung des Epoxidharzes in Längsrichtung des Drahts mit einer Pinzette abgezogen wurde. Zuletzt wurde die Probe einer elektrolytischen Politur für 20 Sekunden unterzogen und abschließend für fünf Minuten in einem Acetonbad ultraschallgereinigt.

2.2.2 Flachdrahtproben

Die Flachdrahtproben mit den Querschnittsabmaßen 0,5 x 0,2 mm lagen in einem kaltverfestigten Anlieferungszustand (Alloy Wire International, Brierley Hill, UK) vor. Aus diesem Grund wurde der Flachdraht, analog zum Verfahren der Runddrahtproben, einer konduktiven Grobkornglühung unterzogen (Parameter in Tabelle 2) und anschließend der 50 mm-Bereich des Drahtabschnitts herausgeschnitten, welcher eine gleichmäßige Glühung erfahren hat. Um die Probenoberfläche für die EBSD-Untersuchungen zu präparieren, wurde ebenfalls das Verfahren des elektrolytischen Polierens nach Tabelle 3 eingesetzt. Ein vorheriges mechanisches Schleifen oder Polieren war aufgrund der guten Oberflächenbeschaffenheit nicht notwendig.

2.2.3 Blechproben

Zur Herstellung der Blechproben wurde ein kaltgewalztes Blech mit einer Blechdicke von 0,5 mm von der Firma Zapp Medical Alloys GmbH (Schwerte, Deutschland) bereitgestellt. Bevor das Blech grobkorngeglüht werden konnte, musste es in kleinere Rohlinge (60 x 12,7 mm) geschnitten werden (Abbildung 19). Da die Bleche aufgrund ihrer Größe nicht für das konduktive Glühen mit den vorhandenen Apparaturen geeignet waren und kein Schutzgasofen für den Bereich 1050-1150°C genutzt werden konnte, mussten die Rohlinge an der Glasbläserei der Universität Duisburg-Essen unter Argon-Einspülung in passende Quarzglasrohre eingeschweißt werden (Abbildung 20).

Die eingeschweißten Rohlinge wurden zur Erzeugung der oligokristallinen Mikrostruktur bei 1150 °C für vier Tage in einem Hochtemperaturofen (Nabertherm, Lilienthal, Deutschland) geglüht und in einem Wasserbad abgeschreckt, indem das Glasröhrchen im Wasser zerdrückt wurde.

Anschließend wurde die Probenkontur mittels Laserschneiden in den mechanischen Werkstätten der Universität Duisburg-Essen ausgeschnitten. Dabei wurden grundsätzlich zwei Probengeometrien innerhalb dieser Arbeit genutzt (Abbildungen 21-23): Kerbfrei und spitzgekerbt. Die spitzgekerbten Proben besitzen eine Kerbbreite von 1, 2 oder 4 mm mit einer gleichen Kerbtiefe bei allen Probengeometrien. Im kleinsten Querschnitt besitzen alle Proben somit eine vergleichbare Querschnittsfläche von 0,25 m² (0,5 x 0,5 mm). Das Laserschneiden wurde aufgrund der gezielten Wärmeeinbringung und der unbedeutenden Gefügeveränderung genutzt. Ein Nachteil dieser Methode sind die aufgerauten Schnittkanten der Proben, welche aufgrund dessen nachbehandelt werden müssen. Dies geschieht mithilfe einer aggressiven elektrolytischen Politur beschränkt auf den späteren Messbereich, nachdem die Proben - wie bei den Runddrahtproben zuvor beschrieben mithilfe eines Speziallacks maskiert worden sind. Die Parameter zur elektrolytischen Politur können in Tabelle 4 nachvollzogen werden. Nach diesem Schritt sind die zuvor rauen Seitenflächen geglättet; die zur späteren EBSD-Analyse bestimmte Oberfläche liegt aufgrund der aggressiven elektrolytischen Politur nun jedoch in einer örtlich abgerundeten Struktur vor, welche teilweise durch eine rillenförmige Oberflächenstruktur geprägt ist. Aus diesem Grund wurden die Proben manuell beidseitig mit Schleifpapier der Körnung P1200 (Struers, Willich, Deutschland) geschliffen und bis 1 µm mit Diamantpaste (Buehler-Met GmbH, Düsseldorf, Deutschland) poliert. Dabei wurden die Proben mithilfe eines Epoxidharzes auf einen länglichen Probenhalter angeklebt. Nach dem mechanischen Poliervorgang wurden die Proben erneut maskiert und für 15-20 Sekunden elektrolytisch poliert.

2.3 Rasterelektronenmikroskopie

Das Feldemissionsrasterelektronenmikroskop vom Typ LEO 1530 Gemini (Carl Zeiss Microscopy GmbH, München. Deutschland) am Lehrstuhl für Werkstofftechnik an der Universität Duisburg-Essen (Prof. A. Fischer, Duisburg) wurde für die rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen genutzt. Für die örtlichen Element- und Kristallorientierungsanalysen ist ein kombiniertes Detektorsystem (AMETEK – EDAX, Ametek GmbH, Wiesbaden, Deutschland) an das REM angebracht: Es besteht zur Elementanalyse aus einem Apollo X Siliziumdetektor inklusive der "TEAM 4.5" Software und zur Phasen- und Kristallorientierungsanalyse aus der Digiview IV CCD Kamera mit der Datenaufzeichnungssoftware "OIM 7.3.1 data collection[™]"</sup> und der Analysesoftware "OIM 7.3.1 data analysis[™]"</sup>.

2.3.1 Fraktographie

Bei den fraktographischen Untersuchungen wird die Morphologie der Bruchfläche untersucht. Hierzu kann neben dem Sekundärelektronen (SE)-Signal zur Darstellung der Oberflächentopographie auch das Rückstreuelektronen (BSE)-Signal und zur örtlichen chemischen Analyse das EDS genutzt werden.

2.3.2 Rückstreuelektronenbeugung (engl. "EBSD")

Das EBSD-Verfahren wurde zur Kristallorientierungsanalyse an ausgewählten Draht und Blechproben genutzt. Die Probenoberfläche muss für aussagefähige EBSD-Messungen flach sein. Bei den Blech- und Flachdrahtproben und zuvor plangeschliffenen Runddrähten waren EBSD-Analysen nach definierten Verformungsgraden (bei Zugversuchen) oder bestimmten Lastzyklenzahlen (bei Ermüdungsversuchen) generell möglich. Problematisch ist hierbei die sich bei plastischer Verformung einschnürende und somit verdrehende Probenoberfläche und die Verschlechterung der Pattern-Qualität durch die Kontamination im Zuge des häufigen "Abrasterns" mit dem Elektronenstrahl. Die EBSD-Messungen an den Runddrähten konnten nur im Anschluss an die mechanischen Tests durchgeführt werden, da die Drähte vor den EBSD-Messungen, wie in Kapitel 2.2.1 beschrieben, geschliffen und poliert werden mussten.

2.3.2.1 Darstellung von EBSD-Daten (engl. "mappings")

Während der EBSD-Messungen wurden die kristallographischen Orientierungen einer Probenoberfläche in einem hexagonalen Rasternetz erfasst. Die Scan-Rate bzw. der Abstand zu dem benachbarten Messpunkt beträgt im Rahmen dieser Arbeit zwischen 0,2 und 2 µm. Das hexagonale Gitter gewährleistet einen gleichmäßigen Abstand zu den Nachbarpunkten (Abbildung 12) und verhindert somit Richtungseinflüsse in der Darstellung der Messergebnisse. Mithilfe einer computergestützten Analyse der EBSD-Daten werden die aufgezeichneten Orientierungsinformationen in Form von Darstellungsalgorithmen, den sog. Mappings, wiedergegeben. Neben den Schmid- und Taylor-Faktor-Mappings, welche den entsprechenden Faktor je Messpunkt in einer eigens gewählten Kolorierung darstellen, werden im Folgenden die weiteren angewandten Mappings beschrieben.

2.3.2.1.1 Korngrenzen-Mapping und image quality (IQ)-Mapping

Zur Detektion eines Korns werden die Standardeinstellungen des Auswerteprogramms "OIM 7.3.1 data analysisTM" genutzt, wonach zwei benachbarte Messpunkte eine Verdrehung von weniger als 15° und mindestens zwei Messpunkte aufweisen müssen, um als ein Korn detektiert zu werden. Subkorngrenzen werden ab einer Verdrehung um 7,5° definiert und in grün und Großwinkelkorngrenzen ab 15° in gelb dargestellt. Σ 3 Zwillingskorngrenzen werden in rot und Σ 9 Zwillingskorngrenzen in blau dargestellt.

Das image quality-Mapping stellt die Qualität der Kikuchi-Pattern mithilfe einer linearen Grauwertskala dar, welche in [21,69] definiert wurde. Dem niedrigsten IQ-Wert der Messung wird hierbei der Wert "Schwarz" und dem höchsten "Weiß" zugeteilt. Die dazwischenliegenden Werte werden in der Grauskalierung wiedergegeben
2.3.2.1.2 Inverse pole figure (IPF)-Mapping

Bei Kenntnis einer vorhandenen Walzrichtung ist die Anwendung einer inversen Polfigur anstelle oder zusätzlich zur Polfigur-Darstellung von Vorteil. Hierbei wird innerhalb eines Einheitsdreiecks jeder kristallographischen Orientierung eine Farbe aus dem RGB-Spektrum zugeordnet [21]. Die Pole des in dieser Arbeit verwendeten Standarddreiecks sind [001] in roter, [101] in grüner und [111] in blauer Färbung wiedergegeben (Abbildung 24). Die Hauptrichtungen spannen das Standarddreieck der IPF auf. Den dazwischenliegenden Orientierungsrichtungen wird jeweils eine sich aus den Übergängen der Basisfarben ergebende Farbe zugewiesen.

In der Regel wird eine Projektionsebene parallel zur Normalrichtung (ND – engl. "normal direction"), zur Walzrichtung (RD - engl. "rolling direction") oder zur Querrichtung (TD – engl. "traverse direction") der Probenoberfläche gewählt. Die Nomenklatur für den letztgenannten Fall wäre "IPF||TD".

2.3.2.1.3 Kernel average misorientation (KAM)-Mapping

Die bereits in Abschnitt 1.2.1.2.5 aufgegriffene kernbasierte Missorientierung wird durch ein kernel average misorientation (KAM)-Mapping dargestellt. Hier wird die lokale Missorientierung in Bezug auf einen Messpunkt g_i und die Anzahl der umschließenden Nachbarmesspunkte n bestimmt. Die Anzahl der Nachbarpunkte im hexagonalen Rastergitter wird bestimmt mit:

$$n = \sum_{i=1}^{R} 6 * i$$
 (20)

Hierbei entspricht *R* dem Abstand vom Messpunkt g_i bis zum äußersten für die Berechnung eingeschlossenen Ringes, gemessen in der Anzahl der Messpunkte. Aus der Multiplikation von *R* und der Schrittweite der Messung lässt sich der Radius bestimmen. Je nach Wahl von *R* und der maximal dargestellten Missorientierung Δg_K kann die Darstellung des Mappings entscheidend verändert werden. Daher wird die Nomenklatur in der Form "KAM Δg_K *R*R" angegeben. Der in dieser Arbeit häufigsten genutzten KAM-Mapping-Typ ist "KAM 5° 5R".

2.3.2.1.4 Grain orientation spread (GOS)-Mapping

Die mittlere Missorientierung der Messpunkte eines Korns zur mittleren kristallographischen Orientierung des gleichen Korns wird als "Grain Orientation Spread" (*GOS*) bezeichnet. In diesem Mapping wird jeder Punkt eines Korns mit der gleichen Farbe - entsprechend dem *GOS* -Wert des Korns – gefärbt. Der *GOS* wird mit der folgenden Formel bestimmt:

$$GOS = \frac{1}{N-1} \frac{1}{N} \sum_{j=1}^{N} \sum_{i=1}^{N} \Delta g_{ij}(g_i, g_j), \quad j \neq i$$
(21)

N beschreibt hierbei die Anzahl der Messpunkte und $\Delta g_{ij}(g_i, g_j)$ die Missorientierung zwischen dem Messpunkt g_i und dem Messpunkt g_j innerhalb des gleichen Korns.

2.4 Härtemessung

Härte ist definiert als der mechanische Widerstand eines Körpers gegen das Eindringen eines härteren Prüfkörpers. Zur Bestimmung der Härte diente das Prüfverfahren nach Vickers. Dabei ist zu beachten, dass eine höhere Kaltverfestigung oder Verformung des Prüfkörpers die Versetzungsdichte und damit die Härte steigert. Das Härteprüfverfahren nach Vickers [70,71] mit einer Prüfkraft von 0,4903 N (entspricht HV 0,05) wurde nach Abschluss des konduktiven Grobkornglühens an ausgewählten Drähten mit oligokristallinem Gefüge durchgeführt. Hierzu wurde das Prüfgerät Miniload der Firma Leitz (Wetzlar, Deutschland) verwendet. Die Runddrähte mussten zuvor mit Hilfe einer Warmeinbettpresse SimplyMet[™] 3000 und des Einbettmittels EpoMet® F Molding Compound (beides von Buehler GmbH, Düsseldorf, Deutschland) bei 200 bar und 150°C eingebettet werden. Danach wurden die Runddrähte in einer Nasschleifmaschine (Automet®2, Buehler GmbH, Düsseldorf, Deutschland) mit einer Körnung von P1200 geschliffen und mit der Poliermaschine RotoPol-31 (Struers GmbH, Willich, Deutschland) bis zu einer Endpolitur von 1 µm Körnung (Diamantsuspension, ATM, Altenkirchen Westerland, Deutschland) poliert.

2.5 Transmissionselektronenmikroskopie

Für die Untersuchungen wurde ein Philips Transmissionselektronenmikroskop (TEM) des Typs EM400 (Philips GmbH, Hamburg, Deutschland) mit einer Wolframkathode und einer Beschleunigungsspannung von 120 kV genutzt. Mithilfe der Feinbereichsbeugung kann die Gitterstruktur eines ausgewählten Probenbereichs bis ca. 50 nm analysiert werden [35,72,73]. Die Detektion von möglichen Substrukturen (z.B. Versetzungszellen) im Hellfeld stand bei den TEM-Untersuchungen im Vordergrund.

2.5.1 Probenpräparation

Für die TEM-Untersuchungen wurden einerseits FIB-Schnitte und andererseits eine gridnetzbasierte Drahtpräparation genutzt. Die FIB-Schnitte, die eine Größe von etwa 10-15 x 10 µm bei einer Dicke von weniger als hundert Nanometern haben, wurden aus unterschiedlich orientierten Körnern entnommen, nachdem die kristallographische Orientierung an der zu untersuchenden, mechanisch getesteten, Blechprobe mithilfe von EBSD herausgefunden wurde. Die Drahtpräparation bietet den Vorteil eines generell größeren zu betrachtenden Ausschnitts, gleichzeitig aber den Nachteil, dass der durchstrahlte Bereich den zuvor durchgeführten EBSD-Messungen nicht zugeordnet werden kann. Das Ziel der Drahtpräparation ist die Erzeugung eines von Elektronen durchstrahlbaren Bereichs mit einer Materialdicke von maximal 100 nm.

2.5.1.1 Focused Ion Beam (FIB)-Präparation

Für die FIB-Präparation wurde ein FEI Helios NanoLab[™] 600 DualBeam[™] FIB/REM (Thermo Fisher Scientific, Waltham, MA, USA) mit Schottky-Feldemitter und Gallium-Ionen-Quelle bei einer Beschleunigungsspannung von 30 kV am ICAN der Universität Duisburg-Essen genutzt. Die FIB-Proben wurden aus ausgewählten, ermüdeten Blechproben entnommen, nachdem diese mit dem EBSD-Verfahren untersucht wurden. Vor der Materialabtragung wurde eine Platin-Schutzschicht einseitig auf die Probe abgeschieden und die Probe selbst nochmal ionisch gedünnt, da die Ausgangsprobe noch wenige Mikrometer dick ist und im TEM noch nicht durchstrahlt werden kann.

2.5.1.2 Gridnetzbasierte Drahtpräparation

Ausgewählte plangeschliffene Drahtproben mit einem Ausgangsdurchmesser von einem Millimeter wurden, nach mechanischer Belastung und EBSD-Untersuchung für die TEM Präparation zunächst in 3 mm lange Stücke gestanzt. Dabei wurden die Bereiche nahe der Bruchstelle bzw. bei den Durchläufern jeweils der schmalste Bereich ausgewählt. Die ausgestanzten Drahtabschnitte wurden im ersten Schritt mit SiC Papier der Körnung P1200 (Struers, Willich, Deutschland) beidseitig bis zu einer Restdicke von 90 µm an der Phoenix 3000 Schleifmaschine (Buehler-Met GmbH, Düsseldorf, Deutschland) mit 50 U/min plangeschliffen und anschließend poliert. Der Poliervorgang an der RotoPol-31 Poliermaschine (Struers, Willich, Deutschland) wurde zweistufig mit zunächst 6 µm und anschließend 1 µm Diamantsuspension der Fa. ATM (Altenkirchen Westerland, Deutschland) auf einem MD Dac-Tuch (6 µm) und MD Nap-Tuch (1 µm) (beide Struers, Willich, Deutschland) beidseitig durchgeführt. Für den Schleif- und Poliervorgang wurde die Drahtprobe auf der bereits ebenen Seite mit Epoxidharz auf einen Probenhalter bei einer Temperatur von 150°C geklebt. Nach den Schleif- und Polierzwischenstufen wurden die Probe und deren Halter mit Wasser und Spülmittel gereinigt, um Partikel aus der Vorstufe zu beseitigen. Nach dem letzten Poliervorgang wurde der Probenhalter wieder auf 150°C erhitzt und die Drahtprobe in Längsrichtung abgezogen. Diese wurde in Aceton gereinigt und mit Filterpapier getrocknet. Im nächsten Schritt wurde die Probe in ein Kupfer-Falt-Netz (Plano GmbH, Wetzlar, Deutschland) mit 3 mm Durchmesser geklebt. Dazu wurde der Harzkleber EPO-TEK 375 (Epoxy Technology, Billerica, MA, USA) auf das Netz gegeben und bei 120°C zwei Stunden lang in einem Ofen der Fa. Heraeus (Hanau, Deutschland) ausgehärtet. Dabei waren die verklebten Netze zwischen zwei Teflon-Platten eingespannt, um eine gleichmäßige Verteilung des Klebers ohne Anbindung zum Halter zu gewährleisten. Die verklebten Proben werden im Anschluss mit einem Muldenschleifgerät (Dimple Grinder 656, Gatan Inc. Pleasanton, CA, USA) mit monokristalliner 1 µm Diamantpaste (ATM, Altenkirchen Westerland, Deutschland) und im zweiten Schritt mit hochkonzentrierter 1/4 µm Diamantpaste (Oberflächentechnologien Dieter Ziesmer, Kempen, Deutschland) poliert. Der Vorgang ist in Abbildung 25 schematisch dargestellt. Die Politur erfolgte mit dem Filzrad "FELT POLISHING RING, 15mm" der Fa. Gatan, bis schließlich der kreisförmig abgetragene Bereich 2 bis 8 µm dünn war. Um einen durchstrahlbaren Bereich zu erhalten, wurde zuletzt mit einem "Precision Ion Polishing System (PIPS)" von

Gatan mithilfe eines Argon-Ionenstrahls, der bei einer Spannung von 3,5 keV im Winkel von 6° beidseitig auf die Probe gelenkt wurde ein Loch in den gedimpelten Bereich gedünnt. Der das Loch umschließende Bereich ist dünn und glatt genug, um für TEM-Untersuchungen geeignet zu sein.

2.6 Mechanische Versuche

2.6.1 Zugversuche

Die Ermittlung der quasistatischen Kennwerte nicht gekerbter Drahtproben mit einem Durchmesser von 0,95 mm im Zugversuch erfolgte an einer Spindelzugmaschine RM100 (Schenck-Trebel, Darmstadt, Deutschland), welche für eine maximale Prüflast von 100 kN ausgelegt ist. Hierbei wurde ein Versuchsaufbau (Abbildung 26) mit einer lasergestützten Dehnungsmessung zwischen den selbst konstruierten Einspannbacken genutzt. Die untere Einspannbacke wird vor einer Versuchsreihe mithilfe des darunter befindlichen Mikrometertischs und einer "Dummy"-Probe zentriert, um die Wahrscheinlichkeit eines Probenbruchs in den Einspannungen aufgrund von Verkantungen zu minimieren. Bei Versuchsbeginn beträgt die Anfangsmesslänge 10 mm und die Traversengeschwindigkeit während des Zugversuchs 0,05 mm/s.

Ergänzend zu den Versuchen an der Spindelzugmaschine wurden Zugversuche an weiteren nicht gekerbten Proben, sowie an den gekerbten Runddrähten und an spitzgekerbten Blech- bzw. Flachproben mit 20 µm/s mithilfe eines Mikro-Zug-/Druckmoduls der Fa. Kammrath & Weiss (Dortmund, Deutschland; Abbildung 27) im Rasterelektronenmikroskop durchgeführt, um Veränderungen der Probenoberflächentopographie während des Versuchs aufzeichnen zu können. Dabei wurden vor Versuchsbeginn und bei Erreichen der Gleichmaßdehnung/dem Einschnürbeginn EBSD-Messungen von den Blechproben durchgeführt, um die Entwicklung der Mikrostruktur erkennen zu können. Dazu mussten die Versuche an diesem Punkt pausiert werden. Die Dehnungsmessung fand dabei durch einen Linear-Enkoder am Modul selbst statt. Ein an der Probe direkt festgespanntes Extensometer führte in Vorversuchen zu unzulässigen Verbiegungen und wurde daher nicht weiterverwendet. Da der Messbereich der Kraftmesszelle bei diesen Zugversuchen gerätbedingt auf ±5 kN begrenzt war, konnten die nicht gekerbten Drahtproben (Ø 0,95 mm) aufgrund des größeren Anfangsquerschnitts und der dadurch notwendigen höheren Kraftaufbringung während des Zugversuchs nicht mithilfe des Moduls geprüft werden.

Die Probengeometrie zur Untersuchung der mechanischen Eigenschaften und des mikrostrukturellen Verhaltens oligokristallin aufgebauter Mikrostrukturen unterliegt der Restriktion eines deutlich kleineren Probenquerschnitts im Vergleich zur Standardzugprobengeometrie für metallische (polykristalline) Werkstoffe (DIN EN ISO 6892-1:2017-02) [74]. Die angegebene Norm berücksichtigt in den angegebenen Probenarten Flacherzeugnisse mit einer Dicke zwischen 0,1 mm und 3 mm (Anhang B) und Drähte unter 4 mm Durchmesser (Anhang C). Die dort angegebenen Vorgaben lassen sich jedoch nur bedingt auf sehr dünne Probenguerschnitte anwenden: Für Flacherzeugnisse unter 0,5 mm – welche in dieser Arbeit genutzt werden - "können besondere Vorkehrungen erforderlich sein" (DIN EN ISO 6892-1:2017-02 [74] Anhang B), welche nicht näher spezifiziert werden. Wenn Flacherzeugnisse ≤ 20 mm breit sind, dürfen diese als Streifenprobe, bei der die Breite im Messbereich äguivalent zu der Breite im Einspannbereich ist, geprüft werden. Die beiden in dieser Arbeit genutzten Flachdrähte entsprechen in diesem Kriterium der Norm. Auch eingehalten werden konnte hierbei die geforderte Anfangsmesslänge L₀ von 50 mm und die freie Länge zwischen den Einspannungen, welche $L_0 + 3b_0$ betragen muss. Dabei bezeichnet b₀ die Anfangsbreite der Streifenprobe. Daraus resultiert eine freie Länge zwischen den Einspannungen von 50 mm + 3 * 0,5 mm = 51,5 mm. Bei den mild gekerbten Drähten wurde eine deutlich geringere Anfangsmesslänge von 10 mm ausgewählt, da die Probendehnung sich erwartungsgemäß auf den mild gekerbten Bereich konzentriert. Der Anfangsmessbereich wurde wie bei allen anderen geprüften Zugproben auf eine Anfangsmesslänge von 10 mm umgerechnet, um eine verbesserte Vergleichbarkeit zwischen den verschiedenen Probengeometrien zu gewährleisten. Die Ermittlung der Bruchdehnung ist für diesen Fall durch eine Dezimalverschiebung möglich. Zudem lässt die Auftragung der Probenverlängerung einen Vergleich zwischen nicht gekerbten und (mild) gekerbten Proben zu. Bei den gekerbten Proben hat die Wahl der Referenzmesslängen je nach Kerbbreite einen starken Einfluss auf die prozentual zu bestimmende Bruchdehnung: Misst man für eine Probe mit 4 mm Kerbbreite beispielsweise eine Probenverlängerung bis zum Bruch von 1 mm, ergibt die Wahl der Referenzmesslänge bzw. Anfangsmesslänge von 10 mm eine Gesamtdehnung beim Bruch von 10 %. Wählt man jedoch eine doppelt so hohe Anfangsmesslänge von 20 mm, wird die Gesamtdehnung beim Bruch etwa halb so

groß sein (5%), da sich die Probendehnung bei einer ausreichend scharfen Kerbung auf den gekerbten Bereich konzentrieren wird. Daher ist eine prozentuale Analyse der Dehnung hier nicht sinnvoll.

Das in dieser Arbeit genutzte Mikrozug/-druck-Modul, das mit einer maximal zu prüfenden Probenlänge von 60 mm angegeben ist, ermöglicht trotz des geringen Bauraumes das Prüfen von Flachproben deren Form genormt ist. Die in den Abbildungen 22 und 23 beschriebene Probengeometrie liegt mit einer Probenlänge von 55 mm nahe des Maximums, ist zugleich aber auch notwendig, um eine Probe prüfen zu können und zugleich EBSD-Messungen bei einer Probenneigung von 70° durchführen zu können ohne die Probe ausbauen zu müssen. Das Mikrozug/-druck-Modul musste im verwendeten REM Leo Gemini 1530 seitlich unter den Polschuh herangefahren werden. Dabei befand sich der Polschuh in der Endposition mittig zwischen den Einspannbacken (Abbildung 28) bei einem für Rückstreuelektronenbeugungsmessungen optimalen Arbeitsabstand von 15 mm zwischen Probenoberfläche und Polschuh für das hier verwendete System. Bei einem tiefer verbauten Phosphorschirm wäre ein größerer Arbeitsabstand möglich und damit auch die Betrachtung von einspannungsnahen Bereichen der Probe, falls die Abschattung der Kikuchi-Pattern gering genug bleibt. Dies war an der Vakuumkammer des verwendeten Systems aufgrund fehlender tieferer Flansche nicht veränderbar. Dadurch, dass die Probeneinspannungen bauraumbedingt eng um den Polschuh positioniert werden muss, ist nur ein geringfügiges Verfahren um 1-2 mm von der Probenmitte in Richtung der Längsachse der Probe möglich, ohne eine Kollision des Polschuhs mit den Probeneinspannungen zu verursachen. Daher wurde die Anfangsmesslänge der Blechprobe mit 1 mm relativ klein gewählt, um sicherstellen zu können, dass die wesentlichen Veränderungen der Probe im erreichbaren Sichtfeld des Rasterelektronenmikroskops liegen. Ein Problem, welches sich unabhängig vom Arbeitsabstand ergibt, ist die Abschirmung eines Teils der Rückstreuelektronen durch die Spindeln des Mikrozug/-druck-Moduls (Abbildungen 28 und 29), bevor diese auf den Phosphorschirm gestrahlt werden können, um eine Kristallorientierungsinformation zu liefern. Aus diesem Grund bildet sich auf dem der Phosphorschirm bei diesen Messungen ein Schatten im unteren Bereich, wo sich keine Kikuchi-Pattern zur Auswertung der Kristallorientierung nutzen lassen (Abbildung 29). Infolgedessen ist der auszuwertende Bereich etwas geringer und die Messunsicherheit leicht erhöht.

Bei wiederholenden EBSD-Messungen im gleichen Bereich der Probe – wie es bei Messungen von Proben nach verschiedenen Verformungsstufen der Fall ist – kann es zu einer

Kontamination der Probenoberfläche kommen. Deshalb wurde die Schrittweite der EBSD-Messungen bei Übersichtsmessungen mit 1-2 µm relativ grob gewählt, um die Intensität des Elektronenstrahls bzw. dessen Verweildauer in einem Probenbereich zu verringern. Lediglich in ausgewählten Bereichen, in denen eine Detailmessung notwendig schien, wurde eine feine Schrittweite von 0,2 µm genutzt, um mikrostrukturelle Gegebenheiten wie Mikrozwillinge messen zu können.

Bei weitergehender Verformung wurde die zu Testbeginn glatte Probenoberfläche nicht von der Verformung verschont und zeigte mit zunehmender Probendehnung keine ideale 70°-Ausrichtung der Probenoberfläche zum Phosphorschirm bzw. durch die Verformung für jeden verformten Oberflächenpunkt eine andere Ausrichtung. Dies kann im ungünstigen Fall dazu führen, dass die Bragg-Bedingungen beim Auftreffen der Elektronen vom Elektronenstrahl nicht erfüllt werden, da der Winkel in diesem Messpunkt nicht nahe 70° liegt. Ein Indizieren der Kristallorientierungsinformation ist in diesem Fall nicht möglich, da keine Kikuchi-Pattern dargestellt werden können. Probenkontamination infolge von wiederholenden Messungen auf der gleichen Probenstelle und die Auswirkungen der Abweichung von den 70° bei den Rückstreuelektronenbeugungsmessungen wurden auch von Weiß [2] beobachtet. Hierbei fand man heraus, dass zwischen 65° und 75° Probenneigung die besten Resultate für aussagefähige EBSD-Messungen erreicht werden.

Runddrahtproben sind aus diesem Grund für EBSD-Messungen ohne weitere Behandlung, wie Längsschleifen und Längspolieren, nicht brauchbar. Neben den Flach- bzw. Blechproben wurden trotzdem Runddrähte geprüft, da diese eine gleichmäßig glatte Probenoberfläche rundherum besitzen. Flach- bzw. Blechproben können infolge des Laserschneidens relativ scharfe Fehlstellen aufweisen (Abbildung 30), die nicht vollständig durch eine chemische Nachbehandlung wie dem elektrolytischen Polieren entfernt werden können. Es bleiben somit in geringem Ausmaß Fehlstellen für einen äußeren, nicht werkstoffbedingten Rissbeginn vorhanden. Diese können gegebenenfalls die Kennwertermittlung beeinträchtigen.

Ein Einhalten der in Anhang C der Norm DIN EN ISO 6892-1:2017-02 [74] beschriebenen Anfangsmesslänge von mindestens 100 mm konnte aus verschiedenen Gründen nicht eingehalten werden:

1. Das Mikrozug/-druck-Modul ist zu klein, um einen solchen Test durchführen zu können.

2. Auch bei Verwendung der Spindelzugmaschine, bei der während des Zugversuchs keine mikrostrukturellen Aufnahmen getätigt werden können, würde das Problem der inhomogenen Korngröße bei den grobkorngeglühten Drähten auf einer so großen Anfangsmesslänge verbleiben.

2.6.2 Ermüdungsversuche

Für die zyklischen Untersuchungen an Runddraht-, Flachdraht- und Blechproben wurden nennspannungsgeregelte Versuche im Zug-Schwell Bereich durchgeführt. Das Spannungsverhältnis während der Versuche wurde aus Gründen einer stabilen Maschinenregelung mit R=0,5 gewählt. Da die Proben im Messbereich sehr dünn im Vergleich zur Probenlänge sind und das Euler-Knickkriterium hiermit erfüllt würde, wurde der Druckbereich vermieden. Durch die fragile Probendimension ist ein Aufbringen eines Dehnungssensors an der Probe nicht direkt möglich, weshalb totaldehnungskontrollierte Versuche immer nur ausgehend von einer äußeren Wegmesszelle geregelt werden würden und dies je nach Aufbau zu stark schwankenden und nicht interpretierbaren Ergebnissen führt. Es wurden insgesamt drei Prüfsysteme eingesetzt:

1.) Mikrozug-/Druck-Prüfmodul Typ: MZ0-1 (Kammrath & Weiss, Dortmund, Deutschland) – Abbildung 27

Mithilfe des elektrisch angetriebenen Mikrozug-/Druck-Prüfmoduls und der dazugehörigen Steuereinheit DDS inklusive der Steuersoftware "DDS32 Version 3.2.5.0" können zyklische Versuche innerhalb und außerhalb des Rasterelektronenmikroskops durchgeführt werden. Anstelle einer Prüffrequenz wird bei diesem Prüfsystem die Zieh- bzw. Druckgeschwindigkeit eingestellt. Für die zyklischen Versuche innerhalb dieser Arbeit wurde eine Maximalgeschwindigkeit von 20 µm/s verwendet. Je nach Versuchsparameter lag die Prüffrequenz umgerechnet bei 0,05-0,2 Hz. Da das Getriebe des Moduls aus den Erfahrungen der Vorversuche nach spätestens 1000 Zyklen nachgeschmiert und hierzu die eingebaute Probe wieder ausgebaut werden müsste, wurden die Versuche spätestens nach 1000 Zyklen gestoppt. Bedingt durch die geringe prüfbare Zyklenzahl wurde die Oberkraft für den Ermüdungsversuch relativ hoch mit der jeweiligen Dehngrenze der Probe gewählt.

Dazu wurde im ersten Zyklus mit einer langsamen Zuggeschwindigkeit von 5 µm/s bis zu dem Verlassen des Hook'schen Bereichs gezogen und abgestoppt, um die Lastgrenzen in der Steuerungseinheit festzulegen. Dieses Vorgehen wurde angewandt, da von einer verstärkten Beeinflussung der mechanischen Eigenschaften durch das Gefüge ausgegangen werden musste. Während des Ermüdungsversuchs befand sich das Prüfmodul in der Vakuumkammer des Rasterelektronenmikroskops. Da der Polschuh zur Realisierung des optimalen Arbeitsabstands von 15 mm bauraumbedingt zwischen den Einspannbacken des Prüfmoduls liegen muss (Abbildung 28), kann eine mikroskopische Untersuchung nur in den mittleren 2 mm der Probe entlang deren Längsachse erfolgen, wenn die Probe eine Gesamtlänge von 55 mm aufweist. Daher konnten Ermüdungsversuche nur an Blechproben mit einem durch die Kontur definierten Messbereich von ≤ 1 mm erfolgen. Drahtproben ohne einen verschmälerten Messbereich sind demzufolge für diese Untersuchung ungeeignet.

2.) MTS Tytron[™] 250 (MTS Systems Corp., Eden Prairie, MN, USA) – Abbildung 31

Das mit einem elektrischen Linearantrieb ausgestattete und luftgelagerte MTS Tytron[™] 250 Prüfsystem ist für monotone und zyklische Prüfungen bis zu einer Kraft von ±250 N bei einer maximalen Testfrequenz von 50 Hz ausgelegt. Die Auflösung des Wegaufnehmers direkt am Aktor beträgt 0,005 mm. Es wurden Runddrähte und Flachdrähte mit diesem Prüfsystem getestet.

Die Runddrähte mit einem Durchmesser von 1 mm wurden nach einer elektrolytischen Politur gemäß Tabelle 3 mit einem freiliegenden Messbereich von 20 mm in zwei, als Probeneinspannung fungierende, Dreibackenbohrfutter eingespannt (Abbildung 32). Die beiden Bohrfutter wurden zuvor mit einem Mikrometertisch zueinander zentriert und antriebsseitig auf eine vorgegebene Nullposition gefahren. Nach dem Einspannen wurde die Drahtprobe mithilfe einer Rampenfunktion in der Steuerungssoftware "MTS TestStar" auf die für den Versuch vorher bestimmte Mittelspannung gefahren und beide Bohrfutter nochmals nachgezogen, um ein Probenrutschen während des Versuchs zu vermeiden. Anders als in der Arbeit von Meißner [12] konnten Ermüdungsversuche trotz der dort beschriebenen Regelungsprobleme im Rahmen dieser Arbeit an diesem Prüfsystem durchgeführt werden. Hierzu wurde zu Beginn des Tests die P-Verstärkung auf 0,5, die D-Verstärkung auf 0,2368 und die Integral-Verstärkung der Regelung auf einen geringen Wert von 380 gestellt und der Versuch gestartet. Anschließend wurde während des Versuchs schrittweise die Integral-Verstärkung auf Werte zwischen 3800 und 4300 erhöht, bis das Istwert-Signal an das Sollwertsignal angeglichen war. Für die Versuche wurden ein Sinussignal und eine Frequenz von 7 Hz gewählt, um eine Probenerwärmung zu vermeiden und eine stabile Regelung zu gewährleisten. Die Angleichung des Istwert-Signals dauerte ca. 1000-2000 Zyklen. Während des Versuchs wurde ein Laser-Scan-Mikrometer (LS-5041T, Keyence, Osaka, Japan) in Höhe der dünnsten Probenstelle positioniert, um Querschnittsveränderungen näherungsweise zu dokumentieren. Nach dem Probenbruch oder bei Erreichen einer Lastspielzahl von zwei Millionen Zyklen wurde der Versuch beendet. Ausgewählte Proben wurden, wie in Abschnitt 2.2.1 beschrieben, plangeschliffen (bei Bruch eine Hälfte) und für EBSD-Untersuchungen feingeschliffen und poliert.

Für die Ermüdung der Flachdrahtproben wurde eine modulare Probeneinspannung entwickelt, die das Testen der Probe bis zu festgelegten Intervallen (0,10⁴, 5x10⁵, 10⁷ Lastwechsel) ermöglicht (Abbildung 33). Beim Erreichen von einem dieser Haltepunkte wird der Versuch gestoppt und das innere Einspannungsmodul zusammen mit der fixierten und gesicherten Probe herausgelöst. Dieses Modul kann zusammen mit der Probe nach einem fünfminütigen Acetonbad im Ultraschallgerät auf einer Kipphalterung für EBSD-Messungen angebracht werden. Die Versuche wurden bei einer Frequenz von 7 Hz und einem Sinussignal maximal bis zu einer Lastwechselzahl von 10 Millionen bzw. bis zum Probenbruch gefahren.

3.) DHM-Prüfgerät (DHM, Clausthal-Zellerfeld, Deutschland) – Abbildung 34

Die Versuche an den kaltverfestigten, oligokristallinen Runddrähten wurden an einem pneumatischen, vertikal aufgebauten Prüfgerät der Fa. DHM durchgeführt. Die Versuchsparameter und die Probeneinspannungen entsprechen denen der Ermüdungsversuche an der MTS Tytron[™] 250 an den oligokristallinen, lösungsgeglühten bzw. grobkorngeglühten Runddrähten.

3 Ergebnisse

In diesem Abschnitt werden die mechanischen Ergebnisse dargelegt, welche mithilfe der in Kapitel 2 beschriebenen mikroskopischen Verfahren in Kapitel 4 diskutiert werden sollen.

3.1 Mikrostruktureller Ausgangszustand

In den Abbildungen 35 und 36 ist eine Auswahl der Gefüge der verwendeten Draht- und Blechproben nach der Lösungs- bzw. Grobkornglühung zur Erzeugung des oligokristallinen Gefüges mit weniger als zehn Körnern im Probenquerschnitt dargestellt. Das sich nach der Grobkornglühung einstellende Gefüge zeigt je nach Probe, ein bis zehn Körner im Probenquerschnitt und eine von den Eckorientierungen (001) und (111) dominierte Kristallorientierungsverteilung auf, welche bei der Blechprobe etwas ausgeprägter und auf den Herstellungsprozess (Walzen) zurückzuführen ist. Die zwillingsbereinigte, mittlere Korngröße von 284-321 µm Durchmesser ist bei annähernd allen Proben homogen und kann bei vereinzelten Proben neben großen Körnern auch verhältnismäßig kleine Körner mit einem Durchmesser von nur einem Zehntel der großen Körner enthalten (Abbildungen 35,36). Deshalb streut die Standardabweichung der Korngröße der betrachteten Proben zwischen 91 µm und 157 µm. Die Vickershärte (HV 0,05) zeigt für den grob- bzw.weichgeglühten Zustand des Werkstoffs typische Werte auf (Tabelle 5). Bedingt durch den Herstellungs- und Wärmebehandlungsprozess und die geringe Stapelfehlerenergie von 316LVM zeigen alle Proben Rekristallisationszwillinge auf, welche für ein austenitisches Gefüge typisch sind. Wegen der geringen kornspezifischen Missorientierung von weniger als 1° (GOS-Mappings aus den Abbildungen 35 und 36) können die genutzten Proben in Bezug auf die Eigenspannungen erster Ordnung als eigenspannungsfrei angenommen werden.

Karbide waren im oligokristallinen Ausgangszustand nach dem Grobkornglühen nicht nachweisbar. Ebenso konnten keine Titan-Nitride an der Probenoberfläche mittels EDS nachgewiesen werden (vgl. [20]).

3.2 Zugversuche

Die gängige Darstellung der Versuchsergebnisse aus den Zugversuchen in Spannung-Dehnung Diagrammen wurde bei der Abbildung der gekerbten Proben in Spannung-Verlängerung Diagrammen geändert, um die kerbgeometrieabhängigen, unterschiedlichen Referenzmesslängen vergleichen zu können. Die Referenzmesslänge zu Versuchsbeginn aller gekerbten Proben wurde bei 10 mm festgelegt und lässt somit über eine Dezimalverschiebung eine einfache Umrechnung in die prozentuale, technische Dehnung für die nicht gekerbten Proben zu.

3.2.1 Nicht gekerbte Draht- und Flachproben

Abbildung 37 zeigt die Spannung-Dehnung-Kurven von nicht gekerbten, oligokristallinen und polykristallinen Draht-, Flach- und Standardproben. Deren Kennwerte sind in Tabelle 6 angegeben.

Die kaltverfestigte, polykristalline Standardzugprobe nach Göbbler [76] und die kaltverfestigten, oligokristallinen Drähte weisen, gefolgt von der lösungsgeglühten, polykristallinen Standardzugprobe und den (grobkorngeglühten) oligokristallinen Blechproben die höchsten $R_{p0,2\%}$ - Dehngrenzen und Zugfestigkeiten auf. Die geringste Dehngrenze (163 ± 43 MPa) und Zugfestigkeit (410 ± 105 MPa) besitzen die (grobkorngeglühten) oligokristallinen Drahtproben. Die drei gemessenen polykristallinen, lösungsgeglühten Drähte zeigen im Mittel eine sehr geringe Streuung hinsichtlich der Zugfestigkeiten (± 1 MPa) und ihrer Dehngrenzen (± 16 MPa). Grobkorngeglühte, oligokristalline Drähte weisen dagegen höhere Streuungen für die Dehngrenze (± 43 MPa) und die Zugfestigkeit (± 105 MPa) im Vergleich zu den polykristallinen, lösungsgeglühten Drähte nauf.

Die Bruchdehnung der hier gezeigten oligokristallinen, grobkorngeglühten Drahtproben (34%) ist in etwa mit der der Standardzugprobe (40%) vergleichbar und damit weniger als halb so groß im Vergleich zu der der polykristallinen Drähte (85%). Die mit 8 % geringste Bruchdehnung besitzen die kaltverfestigten, oligokristallinen Drähte. Anhand der sechs beispielhaft gezeigten Zugkurven wird die breite Streuung hinsichtlich der Bruchdehnungen innerhalb der Gruppe der oligokristallinen Proben deutlich (Tabelle 6): Betrachtet man

dabei speziell die oligokristallinen Blechproben, so ist eine Verdoppelung der Bruchdehnung gegenüber der der Drähte von durchschnittlich etwa 34% auf 80% zu erkennen. Die Zunahme der Bruchdehnung bei den Blechproben ist auf die flach auslaufende Probengeometrie (Abbildung 36) zurückzuführen, in welcher auch außerhalb der Referenzmesslänge Dehnung stattfinden kann. Nimmt man an, dass Dehnung auch jeweils 500 µm außerhalb des Messbereichs stattfindet, dann halbiert sich die Bruchdehnung und liegt somit im Bereich der anderen gemessenen oligokristallinen Proben. Beispielhaft ist in Abbildung 37 zu erkennen, dass innerhalb der oligokristallinen Flachproben eine Kornanzahl von weniger oder mehr als vier zu vergleichsweise großen Unterscheiden in der Festigkeit führt. Dieses Ergebnis deutet darauf hin, dass sich die Probe mit mehr Körnern (5-10) an der Grenze zur Polykristallinität befindet. Dieser Umstand wird im Folgenden noch diskutiert.

3.2.2 Mild gekerbte Draht- und spitzgekerbte Flachproben

Die Ergebnisse der Zugversuche sind an einer Auswahl der mild gekerbten Drahtproben in den Abbildungen 38 und 39 dargestellt. Die gängigen Kennwerte zur Auswertung der Zugversuche sind in Tabelle 7 zusammengefasst. In Anlehnung an die prozentual berechnete $R_{p0,2\%}$ -Dehngrenze wird die Dehngrenze im Spannung-Verlängerung-Diagramm bei 20 µm (nach Abzug des elastischen Anteils) abgelesen. Die Kerbgeometrie wird mithilfe der Kerbformzahl α (DIN 743-2:2012-12) [77] quantifiziert:

$$\propto = 1 + \frac{1}{\sqrt{0,22 * \frac{r}{t} + 2,74 * \frac{r}{d} * \left(1 + 2 * \frac{r}{d}\right)^2}}$$
(22)

Die Kerbformzahl \propto wird vom Kerbradius r, dem Durchmesser im Kerbgrund d und der Kerbtiefe t beeinflusst. Diese Formel für \propto kann für umlaufende Rundkerben genutzt werden, wenn die folgenden drei Voraussetzungen erfüllt sind:

$$\frac{r}{t} \ge 0.03 \tag{23}$$

$$\frac{d}{D} \le 0.98 \tag{24}$$

und
$$\alpha \le 6$$
 (25)

Bezugnehmend auf die vorgenannten Gleichungen 22-25 konvergiert die Kerbformzahl \propto für Kerben mit geringer Kerbtiefe und breiter Kerbbreite gegen 1. Um nicht gekerbte und gekerbte Drähte miteinander vergleichen zu können, wurde den nicht gekerbten Drähten in den Darstellungen der Grenzwert \propto = 1 zugeordnet.

Die polykristallinen, gekerbten Runddrähte weisen im Durchschnitt die höchsten Dehngrenzen (429 ± 6 MPa) und Zugfestigkeiten (693 ± 10 MPa) vor den gekerbten Runddrähten mit 5-15 Körnern im Querschnitt auf. Die geringsten Dehngrenzen zeigen mit 198 ± 40 MPa die oligokristallinen, gekerbten Runddrähte. Ebenso ist deren Zugfestigkeit die geringste, der gekerbten Runddrahtproben (468 ± 18 MPa). Die Zugfestigkeiten über der Kerbformzahl \propto sind Abbildung 40 zu entnehmen: Eine milde Kerbung führt bei den oligokristallinen Proben mit 2-5 Querschnittskörnern zu einer Erhöhung der Zugfestigkeit um 40-86 MPa (ca.10-20%) und bei den äquivalenten Proben mit 8-15 Querschnittskörnern zu einer Erhöhung um 33-188 MPa (ca. 5-30%). Bei den polykristallinen Drähten führt eine milde Kerbung zu einer moderaten Verringerung der Zugfestigkeit um 83-110 MPa (ca. 10-15%). Die Kerbung führt in allen Fällen zu einem zügigen Anstieg der Spannung im Zugversuch, da die sich Probendehnung weitestgehend auf den Kerbbereich konzentriert und somit eine weniger dehnbare Probenlänge zur Verfügung steht.

Im gekerbten Zustand zeigen die Proben mit 8-15 Körnern im Querschnitt wechselhafte Kennwerte: Bei den beiden Kerbgeometrien mit einem Durchmesser im Kerbgrund von 0,5 mm liegt die Dehngrenze bei etwa 350 MPa und damit zum einen etwas näher an der Dehngrenze der polykristallinen, gekerbten Proben, als zu denen mit nur 2-5 Körnern. Die beiden verbleibenden Proben mit 8-15 Körnern im Querschnitt und einem Durchmesser im Kerbgrund von 0,75 mm zeigen demgegenüber eine deutlich geringere Dehngrenze von 220-230 MPa.

Wie aus der Abbildung 41 zu erkennen ist, verringert sich die Bruchverlängerung tendenziell mit steigender Kerbformzahl. Eine Ausnahme stellen alle Runddrähte mit einer Kerbformzahl \propto von ca. 1,015 dar, welche eine Kerbbreite von 2 mm und einen Durchmesser im Kerbgrund von 0,75 mm besitzen: Bei diesen Runddrähten ist die Bruchverlängerung

im Mittel mit 2056 \pm 285 µm mehr als doppelt so hoch, wie bei den Runddrähten mit einem geringerem \propto von ca. 1,004, welche eine Kerbbreite von 4 mm und einem Durchmesser im Kerbgrund von 0,5 mm besitzen. Die Kerbtiefe bzw. der Durchmesser im Kerbgrund ist in dieser Hinsicht bei der Ermittlung der Kerbformzahl \propto unterrepräsentiert. Dünnere Proben zeigen im Vergleich zu mikrostrukturell adäquaten dickeren Proben auch bei anderen Metallen eine geringere Bruchverlängerung bzw. Bruchdehnung [20].

In allen Fällen zeigen die mild gekerbten Runddrähte eine wesentlich geringere Bruchverlängerung im Vergleich zu den nicht gekerbten Runddrähten (Abbildung 42): Je nach Kerbgeometrie verringert sich die Bruchverlängerung bei den polykristallinen, gekerbten Drähten um 75 bis 94% trotz der nur milden, runden Kerbgeometrie. Bei den oligokristallinen, mild gekerbten Drähten mit 2-5 Körnern im Querschnitt (Abbildungen 41 und 42) verringert sich die Bruchverlängerung durch die Kerbung um 36 bis 90% im Vergleich zum nicht gekerbten, oligokristallinen Runddrähten. Die vergleichsweise zu den polykristallinen Runddrahtproben etwas schwächere Verringerung der Bruchverlängerung durch die milde Kerbung, ist durch die bereits relativ geringe Bruchverlängerung der nicht gekerbten, oligokristallinen Runddrahtproben begründet. Die im Übergangsbereich zwischen 8 und 15 Körnern im Querschnitt befindlichen mild gekerbten Runddrähte zeigen im Vergleich mit den polykristallinen, nicht gekerbten Runddrahtproben einen ähnlich starken Abfall der Bruchverlängerung im gekerbten Fall (Abbildung 41, Tabelle 7). Der große Unterschied der Bruchverlängerung zwischen den Proben mit unterschiedlicher Kornanzahl im Drahtquerschnitt im nicht gekerbten Zustand ($\propto = 1$) ist im mild gekerbten Zustand nicht mehr gegeben und zeigt dort keine Abhängigkeit mehr von der Anzahl der Körner im Runddrahtquerschnitt (Abbildung 41). Dies bedeutet, dass der Kerbeffekt selbst aus einer milden Kerbung in Bezug auf die Bruchverlängerung die Anzahl der Körner im Querschnitt überlagert. Vergleicht man die Bruchverlängerung und die Zugfestigkeit der gekerbten Runddrahtproben, so zeigt sich, dass sich die Drahtproben mit einer Kornanzahl von 8-15 Körnern im Querschnitt wie die Proben mit 15-25 Körnern, also polykristalline gekerbte Proben in Bezug auf diese beiden Kennwerte verhalten (Abbildungen 40 und 41). Die nicht gekerbte Runddrahtprobe mit 8-15 Körnern im Querschnitt liegt demgegenüber mit knapp unter 600 MPa Zugfestigkeit zwischen der Zugfestigkeit von den Runddrähten mit 2-5 Körnern und den polykristallinen mit mehr als 15 Körnern im Querschnitt.

Abbildung 43 stellt die Einschnürverlängerung L_e im Verhältnis zur Bruchverlängerung Δ L über der Kerbformzahl \propto dar. Die Bruchverlängerung Δ L liegt für alle gekerbten Proben

zwischen 485 und 2553 μm unabhängig von der Kerbform. Das L_e/ΔL-Verhältnis ist bei den mild gekerbten Runddrahtproben unabhängig von der Querschnittskornanzahl auf dem gleichen Niveau. Eine Korrelation von \propto und dem L_e/ΔL-Verhältnis zeigt sich nicht. Bei den oligokristallinen Proben mit 2-5 Körnern im Querschnitt erhöht sich tendenziell das L_e/ΔL-Verhältnis mit steigender Kerbformzahl (R² = 0,7942). Für die polykristallinen, mild gekerbten Drähte (R² = 0,1803) und Drähte mit einer Übergangsmikrostruktur von 8 bis 15 Querschnittskörnern (R² = 0,3204) ist diese Tendenz ebenso vorhanden. Der Unterschied im Bestimmtheitsmaß der drei verschiedenen Mikrostrukturen ist durch die Abweichung des L_e/ΔL -Verhältnisses bei \propto = 1,004 auszumachen (rote Markierung in Abbildung 43). Die Einschnürverlängerung in absoluten Werten nimmt im polykristallinen, gekerbten Fall im Vergleich zu einer nicht gekerbten, polykristallinen Probe sehr stark ab (-92%), während diese für die beiden anderen Drahtzustände (2-5 und 8-15 Querschnittskörner) auf einem sehr geringen (Abbildung 44) Ausgangsniveau zwischen 392 und 162 μm stagniert.

Die Zugversuche an oligokristallinen, spitzgekerbten Blechproben mit 1, 2 und 4 mm Kerbbreite und ausgewählte Kennwerte sind in Tabelle 8 und Abbildung 45 dargestellt. Durch das Abstoppen der Zugversuche für EBSD-Untersuchungen sind entlang der Spannung-Verlängerung-Kurven Bereiche mit Spannungsrelaxation zu erkennen (Abbildung 45).

Die oligokristallinen, spitzgekerbten Blechproben besitzen unabhängig von der Kerbbreite Zugfestigkeiten zwischen 675 und 695 MPa. Die mit 4 mm Kerbbreite versehene Blechprobe zeigt die größte Bruchverlängerung (883 µm) der drei spitzgekerbten Proben an. Mit kleiner Kerbbreite (1 und 2 mm) und somit spitzer Kerbe tritt eine Verkürzung der Bruchverlängerung ein, welche bei der schärfsten Kerbe (1 mm Kerbbreite) auf 424 µm absinkt. Die Verkürzung der Bruchverlängerung bei schärferen Kerben bzw. geringeren Kerbbreiten ten ist durch die konzentriertere Dehnungslokalisierung zu erklären.

Beim Vergleich der Zugfestigkeiten der oligokristallinen, gekerbten Blechproben und nicht gekerbter polykristalliner und oligokristalliner Proben zeigt sich eine Erhöhung der Zugfestigkeit der oligokristallinen, gekerbten Blechproben durch die Kerbung von ca. 250-550 MPa im nicht gekerbten Fall hin zum Zugfestigkeitsbereich der nicht gekerbten, polykristallinen Proben bei etwa 700 MPa.

3.3 Ermüdungsversuche (nennspannungskontrolliert)

Die für die Ermüdungsversuche genutzten Drähte und Flachproben haben nachfolgend eine Probenbezeichnung, welche sich nach dem folgenden Schema richtet:

(1) Fortlaufende Nummerierung (#)

(2) Werkstoffzustand (L – lösungsgeglüht; 10KV – 10 % kaltverformt; FD – lösungsgeglüh-

ter Flachdraht; B – lösungsgeglühte Blechprobe)

(3) Oberspannung des Versuchs in MPa.

Die detaillierten Werte aus den nachfolgend beschriebenen Wöhler-Diagrammen und aus den Diagrammen der Probenverlängerung bzw. -dehnung können in den Tabellen 8 und 9 nachvollzogen werden.

3.3.1 316LVM Runddrähte

3.3.1.1 Lösungsgeglühte, oligokristalline Runddrähte

In Abbildung 46 ist das Wöhler-Diagramm der lösungsgeglühten, oligokristallinen Runddrähte dargestellt. Die Dauerfestigkeit dieses Zustands ist bei 250 MPa, da auf diesem und unterhalb dieses Lasthorizonts keine der neun getesteten Proben gebrochen ist. Ab 275 MPa Oberspannung ist die Streuung der Bruchlastspielzahlen hoch. Die hohe Streuung der Bruchlastspielzahlen innerhalb eines Lasthorizonts und zwischen den Lasthorizonten (275 MPa bis 350 MPa) veranschaulicht ein stark abweichendes Ermüdungsverhalten innerhalb der Gruppe, der geprüften oligokristallinen Runddrähte. Durchläufer finden sich auf allen Lasthorizonten inklusive und unterhalb von 350 MPa. Die Anzahl der gebrochenen Proben auf einem Lasthorizont ist oberhalb von 300 MPa gleich oder höher als die der Durchläufer. Bei 200 MPa und 250 MPa Oberspannung sind alle Proben der Lasthorizonte durchgelaufen. Die gebrochenen Proben haben in 17 von 18 Fällen knapp 177.000 Zyklen (bei 275 MPa, #19 L 275) erreicht. Eine der 18 gebrochenen Proben stellt mit einer Bruchlastspielzahl von 1,995 Millionen die Ausnahme dar (bei 300 MPa, #4 L 275). Auf den Lasthorizonten 375 und 400 MPa konnten nur drei bzw. eine Probe geprüft werden, da die potentiellen Drahtproben bereits bei einer geringeren Oberspannung während des Anfahrens gebrochen sind.

Die Entwicklung der Drahtverlängerung für die jeweiligen Lasthorizonte kann den Abbildungen 47-53 entnommen werden. Alle Proben zeigen zu Versuchsbeginn eine initiale Dehnung von bis zu 19 % (Abbildung 50, Probe #12 L 300) an, welche auf das Anfahren auf die positive Mittelspannung unmittelbar vor dem Versuch zurückzuführen ist. Die bei 200 und 250 MPa Oberspannung ermüdeten Runddrahtproben zeigen kein frühzeitiges Versagen vor Versuchsende. Am Verlauf der Probendehnung während des Versuchs ist beim überwiegenden Teil der Proben 10³ und 10⁴ Zyklen eine verstärkte Probendehnung zu erkennen, welche ab 10⁴ Zyklen weniger stark voranschreitet. Während die Probendehnung nach Versuchsende bei den Durchläufern bei geringen Belastungen zwischen 200 und 250 MPa (Abbildungen 47 und 48) maximal 12% und minimal 0,5% beträgt, sind bei den zyklischen Versuchen mit einer Oberspannung oberhalb von 250 MPa stark streuende Probendehnungswerte (von 2% bis 31%) nach dem Versuch erkennbar. Bei einem Belastungsniveau zwischen 275 MPa und 400 MPa zeigt sich keine Korrelation des Belastungsniveaus und der gemessenen Probendehnung nach dem Versuch (R²=0,05). Abbildung 53 zeigt hierzu beispielhaft, dass die am höchsten belastete Probe mit 13% Dehnung eine im Vergleich zu den übrigen, niedriger belasteten Drähten in den Abbildungen 49 bis 53 relativ geringe Dehnung aufweist. Lasthorizontübergreifend zeigen 26 von 35 Proben eine Probendehnung von über 5% nach Versuchsende. Der Dauerfestigkeitsbereich liegt mit 250 MPa (Abbildung 46) im Vergleich zur $R_{p0,2\%}$ -Dehngrenze (163 ± 43 MPa; Tabelle 6) höher und zeigt dadurch, dass das zyklische Verhalten bei mindestens 250 MPa Oberspannung innerhalb des lösungsgeglühten Zustands neben den elastischen Dehnungsanteilen auch plastische Dehnungsanteile aufweist. Die in den Abbildungen 54 und 55 dargestellten Hysteresen verdeutlichen durch das translative Fortschreiten der kaum geöffneten Hysteresen, dass die Probendehnung zu einem maßgeblichen Anteil auf zyklisches Kriechen zurückzuführen ist.

3.3.1.2 10% kaltverformte, oligokristalline Runddrähte

Abbildung 56 veranschaulicht das Wöhler-Schaubild der 10 % kaltverformten, oligokristallinen Runddrähte. Die Dauerfestigkeit dieses Werkstoffzustands liegt bei 450 MPa und ist hier so definiert, dass unterhalb dieser Schwingbelastung keiner der getesteten Drähte gebrochen ist. Ab 450 MPa Oberspannung ist die Streuung der Bruchlastspielzahlen hoch. Bei einer Oberspannung von 500 MPa ist eine Durchläuferprobe gemessen worden. Vier der sechs Proben auf diesem Lasthorizont zeigen allerdings ein Versagen nach weniger als 2000 Zyklen. Der Übergang vom Dauerfestigkeits- in den Kurzzeitfestigkeitsbereich ist im schmalen Bereich zwischen 450 MPa und 500 MPa zu finden.

Die Dehnungs- und Verlängerungsverläufe der kaltverformten Drahtproben lassen sich aus den Abbildungen 57 bis 60 ablesen. Auf einem Lastniveau von 400 MPa und kleiner tritt kein Probenbruch auf und die Probendehnungen sind dabei äußerst gering (maximal ca. 0,6% bei 400 MPa Oberspannung). Bei 450 MPa Oberspannung ist eine der fünf Proben bereits früh (50 Zyklen, #41 10KV 450) gebrochen. Die weiteren vier Proben sind Durchläufer, welche bis zum Versuchsende eine Gesamtdehnung von 3 bis maximal ca. 9 % erfahren. Im Zeitfestigkeitsbereich bei 475 MPa haben zwei Proben (#6 10KV 475 und #17 10KV 475) die Maximalzyklenzahl erreicht. Zwei weitere Proben sind früh gebrochen (#27 10 KV 475 und #39 10KV 475) und zeigten dabei im letzteren Fall eine erhöhte Gesamtdehnung von knapp unter 5 % an. Eine weitere Drahtprobe erreichte ca. 530.000 Zyklen bei einer relativ hohen Gesamtdehnung von etwa 10 %. Auf dem höchsten getesteten Lasthorizont (500 MPa) zeigen sich für alle Drahtproben leicht erhöhte Gesamtdehnungen gegenüber denen der niedrigen Lasthorizonte nach Versuchsende: Ein Durchläufer (#33 10 KV 500) zeigt etwa 4% Gesamtdehnung; drei bereits nach weniger als 2000 Zyklen gebrochenen Proben (#12 10KV 500, #14 10KV 500 und #18 10KV 500) zeigen eine Gesamtdehnung nach Bruch von 6-12 %. Die nach 68 Zyklen gebrochene Drahtprobe #36 10KV 500 zeigt weniger als ein Prozent Dehnung. Die mit ca. 17 % höchste Dehnung erreichte die Probe #35 10KV 500 nach ca. 693.000 Zyklen.

3.3.2 316LVM-Flachproben

3.3.2.1 Lösungsgeglühte, oligokristalline Blechproben

Die Gesamtdehnung und die Dehngrenzen der fünf bis 1000 Zyklen geprüften Blechproben sind in Abbildung 61 dargestellt. Die ermittelten $R_{p0,2\%}$ -Dehngrenzen schwanken von 72 MPa (#6 B 72) bis 306 MPa (#8 B 250) stark, ebenso wie die Verlängerung bzw. Dehnung der Proben nach 1000 Zyklen, welche von 2 µm (0,2 % Dehnung, #6 B 72) bis 123 µm (12,3 % Dehnung, #7 B 250) streut. Der Verlauf der Probenverlängerung (Abbildung 62) zeigt für die Probe #6 B 72 mit der geringsten Dehngrenze nur eine minimale Verlängerung von 2 µm bis zum Testende. Bis auf Probe #8 B 306 mit einem verstärkten

Anstieg der Verlängerung ab dem 100. Zyklus zeigen alle weiteren Blechproben eine kontinuierliche Verlängerung der Proben bis zum Versuchsende. Die Probenverlängerung ist dabei signifikant davon abhängig, welche Dehngrenze bzw. Oberspannung die Probe während des Versuchs erfahren hat (R^2 =0,75): Eine höhere Oberspannung wirkt sich hier in einer größeren Probenverlängerung aus. Ebenso erkennt man bei Betrachtung der Hysteresen der einzelnen Proben (Abbildungen 63 bis 67) das zyklische Kriechverhalten der Proben: Die Hysteresen zeigen eine Translation hin zu höheren Dehnungen, während die Hysterese selbst nur geringfügig - elastisch dominiert - geöffnet ist. Das zyklische Kriechverhalten in Form der höheren Probendehnung bei Versuchsende nimmt mit steigender Oberspannung zu ($R^2 = 0,75$; Abbildung 61).

3.3.2.2 Lösungsgeglühte, oligokristalline Flachdrahtproben

Abbildung 68 zeigt die Ergebnisse der oligokristallinen Flachdrähte gemeinsam mit den oligokristallinen Runddrahtproben in einem Wöhler-Schaubild. Die Ermüdung der oligokristallinen Flachdrähte ergab zwei Durchläuferproben, welche 10 Millionen Zyklen bei 150 MPa ohne Bruch erreicht haben (#4 FD 150 und #5 FD 150). Bei einem Lasthorizont von 175 MPa im Zeitfestigkeitsbereich hielt die Probe 20.000 Zyklen (#7 FD 150). Die Proben #1 FD 250, #2 FD 200 und #3 FD 200 wiesen im Kurzzeitfestigkeitsbereich allesamt Bruchlastspielzahlen von weniger als 2500 Zyklen auf. Im Vergleich zu den oligokristallinen Runddrahtproben ist die Dauerfestigkeit für diese Probengeometrie um 100 MPa geringer. Die Flachdrähte besitzen mit 0,1 mm² einen deutlich geringeren nominellen Querschnitt im Vergleich zu den Runddrahtproben mit 0,71 mm². Eine geringere Dauerfestigkeit bei dünneren Proben des gleichen Werkstoffs fand auch Donnelly [20], welcher dieses Verhalten damit begründet, dass sich ein potenzieller Ermüdungsriss bei einer Probe mit geringerem Querschnitt weniger weit ausbreiten muss, bis der Querschnitt sich so sehr verringert hat, um den Gewaltbruch auszulösen.

Die Probenverlängerungen bzw. -dehnungen der oligokristallinen Flachdrähte sind in Abbildung 69 dargelegt. Die beiden Durchläufer erzielen eine Gesamtdehnung von weniger als 5 %. Die drei frühzeitig gebrochenen Proben weisen nach dem Bruch Dehnungen zwischen 7 % (#1 FD 250) und 22 % (#2 FD 200) auf.

4 Diskussion

4.1 Zugversuche

Das duktile Bruchverhalten des Werkstoffs ist bei den polykristallinen und bei den oligokristallinen Draht- und Blechproben mithilfe der lokalen, sichtbaren Brucheinschnürung erkennbar (Abbildungen 70-71). Die nicht gekerbten, polykristallinen Runddrahtproben zeigen einen Trichter-Kegel-Bruch (Abbildung 70), wohingegen die nicht gekerbten, oligokristallinen Runddrahtproben zumeist einen 45° abgewinkelten Scherlippenbruch aufweisen (Abbildungen 71 und 72). Dies könnte in Bezug gesetzt werden zu einer Rotation der Gleitebenen der Körner und deren Korngrenzen in Richtung der günstigen, mit maximaler Dehnung verbundenen Gleitrichtung. Im Mikroskop zeigen alle Proben auf ihren Bruchflächen in verschiedenen Bereichen unterschiedlich ausgeprägte Waben auf, deren Größe variieren kann (Abbildungen 70 und 71). Die nicht gekerbten und gekerbten, oligokristallinen Runddrähte weisen ein transkristallines Bruchverhalten auf (Abbildung 71). Der Rand der Bruchfläche bei den nicht gekerbten, oligokristallinen Runddrahtproben ist im Querschnitt gesehen nicht gleichmäßig in alle Richtungen rund wie bei den nicht gekerbten, polykristallinen Runddrahtproben, sondern deutlich eckiger (Abbildungen 70 und 71). Die ungleichmäßige, inhomogene Querschnittsverringerung der oligokristallinen Runddrahtproben ist bedingt durch die höhere Anzahl an Freiheitsgraden der dortigen Körner. Im Gegensatz dazu kommt es bei einem feineren Korn, wie bei den polykristallinen Drahtproben, durch die geringe Anzahl an Freiheitsgraden zu einer gleichmäßigen, homogenen Einschnürung. Bei sehr langsamen Zuggeschwindigkeiten unter 10 µm/s bildet sich eine noch stärker verformte Bruchfläche mit zahlreichen Waben bei den nicht gekerbten und gekerbten, polykristallinen und oligokristallinen Runddrahtproben.

Der schematische Verlauf eines Zugversuchs an einer mild gekerbten, oligokristallinen Runddrahtprobe ist in Abbildung 73 dargestellt. Die Spannung-Dehnung-Kurve wurde in fünf Abschnitte unterteilt und das Gefüge der einzelnen Abschnitte in den Abbildungen 74-79 mithilfe von REM-Aufnahmen veranschaulicht. Gut zu erkennen ist die Gleitlinienbildung auf der Probenoberfläche, welche sich mit voranschreitender Verformung ausprägt. Bei höherer Vergrößerung (Abbildung 77) im hochverformten Bereich erkennt man Mehrfachgleitung, welche an den sich überkreuzenden, rautenförmigen Gleitlinien erkennbar ist. Die Mehrfachgleitung resultiert bei Werkstoffen, die zur ebenen Gleitung neigen, aus der Versetzungsbewegung in linear unabhängigen Gleitsystemen, da Quergleiten nicht möglich ist. Eine Lokalisierung der plastischen Verformung ist so in Mikrobereichen, wie sie in den Abbildungen 77 zu sehen ist, erkennbar. Die austretenden Gleitlinien sind Orte, an denen sich Extrusionen und Intrusionen bilden und die sich als Keimstellen für eine Rissbildung eignen [24,78].

Die getesteten Blechproben zeigen ähnlich zu den oligokristallinen Runddrahtproben (Abbildung 80) starke Einschnürungen und Wabenbildungen (Abbildung 81) auf der Bruchfläche und Mehrfachgleitung auf der Probenoberfläche neben der Bruchstelle (Abbildung 82). Sie weisen außerdem eine im Vergleich zu den oligokristallinen Runddrahtproben auffällig hohe Bruchdehnung (ca. 80 %) auf. Dies hat zwei Gründe: Durch die Probengeometrie mit sanft auslaufendem Steg (Abbildung 22) und die grobkörnige Mikrostruktur (Körner gleichzeitig innerhalb und außerhalb des Steges) ist auch außerhalb des 1 mm langen Steges und damit außerhalb der festgelegten Referenzmesslänge eine Probenverlängerung möglich. Diese ist in den dargestellten Zugkurven enthalten, da aus den in Kapitel 2 genannten Gründen ein Linear-Enkoder genutzt werden musste, welcher die Gesamtprobenverlängerung misst. Zudem ist hier im Vergleich zu 10 μ m/s bei den Drähten eine sehr geringe Zuggeschwindigkeit von 5 μ m/s gewählt worden, welche eine höhere Bruchdehnung begünstigt [76].

Der Einfluss der Kristallorientierung bei der Deformation von oligokristallinen Runddrähten wird nachfolgend mithilfe von Rückstreuelektronenbeugungsmessungen diskutiert. Abbildung 83 (a) zeigt ein repräsentatives IPF-Mapping eines Längsschliffs einer gekerbten, oligokristallinen Runddrahtprobe nach dem Zugversuch. Der bruchnahe Bereich setzt sich aus Körnern zusammen, die eine pink bis lila gefärbte {112} bis {113}-nahe Orientierung bzw. eine blau gefärbte {111}-nahe Orientierung in Bezug auf die Verformungsachse besitzen. Die {111}-orientierten Körner sind in kfz-Metallen nach Gottstein [22] bekannt als stabile Orientierung, deren Kristalle nicht bzw. in nur sehr geringem Ausmaß an der Deformation eines Gefüges teilnehmen. Daher sind sie nach der Deformation im Zugversuch immer noch vorhanden. Die {112} und {113}-nahen Orientierungen bilden sich im oligokristallinen Gefüge dagegen während der monotonen Deformation infolge einer Kornrotation, die durch primäres und sekundäres Gleiten induziert wird [2]. Dieses Verhalten aus dem

4 Diskussion

nicht gekerbten, oligokristallinen Fall [2] ist bei der Betrachtung von Abbildung 83 (a) auch für eine mild gekerbte oligokristalline Probe gültig.

Die plastische Deformation geht bei austenitischen Stählen wie dem 1.4441 mit der Erzeugung von (Mikro-)Zwillingen einher [76]. Weiß beobachtete in [2] für den Fall der monotonen Verformung des 1.4441, dass sich die (Mikro-)Zwillingsbildung in den {111}-orientierten Körnern konzentriert, was im Rahmen dieser Untersuchungen bestätigt werden kann (Abbildungen 83 (a)).

Ein Ansatz, um eine sehr lokalisierte Kornverdrehung, die Missorientierung, festzustellen, sind KAM-Mappings und GOS-Mappings, welche die Missorientierung eines gesamten Korns berücksichtigen. KAM-Mappings sind abhängig von der maximal dargestellten Missorientierung (hier 5°) und der Größe der Kernels, welcher sich durch den Radius und damit durch die Anzahl der für die Mittelwertberechnung verwendeten umherliegenden Messpunkte eines hexagonalen Rasters und schließlich durch die Schrittweite der Messung beeinflussen lässt. Eine Verfeinerung der Schrittweite um die Hälfte verringert bei gleich gewähltem Kernelradius auch die betrachtete Fläche für die KAM-Berechnung um 75% (Abbildung 84). Wenn sich ein Korn in eine Orientierung eingedreht hat, also das Orientierungsgefälle innerhalb des Kernels wieder sinkt, verringert sich auch die KAM, obwohl das Korn im Vergleich zum Ausgangszustand stark rotiert ist. Daher ist die KAM nur ein Indikator für eine Deformation für polykristalline Werkstoffe, bei denen sich die Körner aufgrund der sich ergebenden Restriktionen zu den Nachbarkörnern zum größten Teil nicht in eine andere Orientierung verdrehen können. Einen Beweis dafür sieht man in den eingekreisten Bereichen der zuvor gezeigten gekerbten Drahtprobe in Abbildung 85. Man erkennt eine geringe, in blau dargestellte Missorientierung bei den Körnern mit hoher Kornrotation und deshalb hohem GOS-Wert (5-10°). Diese Körner besitzen eine bereits (vollständig) in die {112} bzw. {113}-Lage verdrehte Kristallorientierung, die im IPF-Mapping pink bzw. lila dargestellt wird. Ein blau dargestellter, niedriger KAM-Wert repräsentiert hier also nur eine gleichmäßige Kristallorientierungsverteilung in diesem Bereich. Demgegenüber nehmen rötliche, {001}-nahe Körner, welche nach Gottstein [22] eine instabile Orientierung darstellen, den Großteil der Verformung auf. Diese roten Körner im IPF-Mapping (Abbildung 85) signalisieren eine erhöhte Missorientierung. Tatsächlich ist es in diesen Körnern vor Probenbruch wahrscheinlich nur zu einer geringeren Verformung im Vergleich zu den nun pink dargestellten Körnern gekommen, sodass diese Körner in sich noch lokal stark verformt, aber noch nicht in die {112} oder {113}-Lage eingedreht sind. Eine

sehr starke Kornrotation, sichtbar durch die sehr hohen GOS-Werte (>10°), zeigen Körner mit "mittel" orientierten, im IPF-Mapping (Abbildung 85 (a)) gelb dargestellten Anteilen an. Diese besitzen im vermutlich vollständig gelben Ausgangszustand eine für die Verformung günstige Lage, welche sich durch einen hohen Schmid-Faktor ausdrückt (Abbildung 86). Die Dehnung bzw. Verformung konzentriert sich (mit zusätzlicher Überlagerung durch den Kerbeffekt) somit auf einzelne, für die Verformung günstige Körner und bestätigt damit die Beobachtungen von Weiß aus einer vorangegangenen Arbeit an nicht gekerbten Drähten aus 316L [2]. Im Allgemeinen lässt sich aus dem KAM-Mapping (Abbildung 83 (b)) trotzdem ein Gradient in Richtung einer höheren Missorientierung feststellen, je näher man der Bruchkante bzw. Bruchfläche kommt. Der nicht gekerbte Bereich der gekerbten Probe zeigt eine geringe Missorientierung, welche nur in Korngrenzennähe leicht erhöht ist, während innerhalb des Bereichs der milden Kerbung mit höherer Häufigkeit mittlere und in geringem Ausmaß auch hohe KAM-Werte messbar sind. Die KAM-Mappings in Abbildung 87 (a) und 87 (b) illustrieren die Unterschiede zwischen einer ähnlich gekerbten, polykristallinen und oligokristallinen Drahtprobe: Während bei den oligokristallinen Drähten aufgrund der voran beschriebenen Effekte lokal auch innerhalb der Kerbung geringe KAM auftreten können, ist bei den polykristallin, gekerbten Drähten eine klar ausgeprägte Tendenz hin zu einer stark erhöhten KAM in Richtung der Bruchfläche zu erkennen. In dem polykristallinen Fall zeigt das KAM-Mapping auch die innere Spannung der Probe wahrheitsgemäßer an, denn die sich bei Anbringung einer äußeren Spannung bildenden Versetzungen werden bei dem feineren Korn im Versuchsverlauf früher durch die Korngrenzen und die sich aufstauenden Versetzungen aufgehalten, sodass die kleinen Körner keine ausreichende Möglichkeit besitzen, sich in eine eventuell günstigere {112}- oder {113}-Lage einzudrehen. Zudem werden die kleinen Körner unter der Restriktion der vielen benachbarten Körner eine geringe Anzahl an Freiheitsgraden zur Verformung besitzen und müssen außerdem aus dem gleichen Grund geometrisch notwendige Versetzungen bilden, um ein Zerfallen der Probe an den Korngrenzen zu vermeiden (Abbildung 6). Diese Aspekte verhindern bzw. behindern die Kornrotation in einer polykristallinen Probe. Die Abbildungen 87 (b) und 87 (c) zeigen einen Vergleich der KAM-Mappings zweier unterschiedlich mild gekerbter polykristalliner Drahtproben. Hier ist bei der Drahtprobe mit der milderen Kerbung (Abbildung 87 (b)) auch außerhalb des Kerbbereichs eine erhöhte KAM

festzustellen. Dies bedeutet, dass auch eine Dehnung außerhalb des Kerbbereichs stattgefunden hat und erklärt gleichzeitig die höhere Bruchverlängerung der mit 0,75 mm Durchmesser im Kerbgrund schwächer gekerbten Drähte (Abbildungen 38 und 39).

Bei allen Proben, an denen eine Rückstreuelektronenbeugungsmessung durchgeführt werden konnte, wurde keine dehnungsinduzierte $\gamma - Fe \rightarrow \alpha' - Fe$ Phasenumwandlung festgestellt (Abbildung 88), wie sie bei Verformung bei Raumtemperatur für die ähnlichen CrNi(Mo)-Stähle 316, 316L und 316LN nachgewiesen wurde [81-83].

Repräsentative Mappings der zweistufigen Zugversuche von spitzgekerbten, oligokristallinen Blechproben mit 1, 2 und 4 mm Kerbbreite sind in den Abbildungen 89-96 dargestellt. In den jeweiligen IPF-Mappings (Abbildungen 89, 92, 94) sind bei der Probe mit 1 mm Kerbbreite vor allem {111} und {112}-nahe Körner im Ausgangszustand zu erkennen (Abbildung 89), während die Proben mit 2 mm Kerbbreite (Abbildung 92) und mit 4 mm Kerbbreite (Abbildung 94) vor allem {111} und {101}-nahe Körner im Ausgangszustand aufweisen. Nach Beginn der Einschnürung ist in allen spitzgekerbten Proben eine deutliche Deformation der Proben ausgehend vom Kerbinneren zu erkennen, welche mit Kornrotationen, ähnlich denen der mild gekerbten, oligokristallinen Runddrähte, einhergeht und anhand der KAM- und GOS-Mappings in den Abbildungen 90,93 und 95 (jeweils Teilbilder (a) und (b)) zu erkennen ist. Genauer zeigt dabei die mit einem Millimeter Kerbbreite spitzgekerbte Probe (Abbildung 93 (a), (b) rechts) Kornrotationen und Deformationen bis in den äußeren Bereich der Kerbe und vor allem in den im Ausgangszustand {112}-nahen Körnern, während diese bei denen mit zwei und vier Millimeter Kerbbreite nicht mehr die äußeren Bereiche erreicht (Abbildungen 93 und 95 jeweils Teilbilder (a) und (b)). Eine Erklärung für die unterschiedliche Ausprägung der Verformung und Kornrotation ist, dass sich bei geringer Kerbbreite (1mm) die Körner relativ gesehen über einen größeren Teil der Kerbe erstrecken, als gleich große Körner in einer Probe mit breiterer Kerbbreite: In Abbildung 90 lassen sich passend hierzu bei der Probe mit 1 mm Kerbbreite relativ hohe KAM und GOS-Werte bis in den äußersten Kerbbereich erkennen. Versetzungen aus dem Kerbbereich können in zur Kerbbreite vergleichsweise großen Körnern durch damit fehlende Korngrenzen weiter in den äußeren Kerbbereich wandern. Die höchsten Kornrotationen sind aufgrund der erhöhten Mehrachsigkeit ebenfalls in der Blechprobe mit einem Millimeter Kerbbreite vorhanden, bei der der überwiegende Teil der Kerbe einen GOS von über 5° und 10° aufweisen (Abbildung 90 (b)). Exemplarisch zeigt das untere {112}-nah bis mittel orientierte Korn im Kerbinneren der Probe mit 1 mm Kerbbreite (Abbildung 89), welches

im verformten Zustand eine massive Rotation mit hellblau, lila, rosa und grün dargestellten Orientierungsanteilen erfährt. Die massive Kornrotation ist mithilfe der in der IPF (Abbildung 89) dargestellten Orientierungen der einzelnen Messpunkte des Korns vor und nach der Verformung dargestellt. Der GOS und damit die Kornrotation beschränken sich bei den beiden weiteren schwächer gekerbten Blechproben weitestgehend auf Werte von weit unter 10° (Abbildungen 93 (b), 95 (b)). Eine Mikrozwillingsbildung im hoch deformierten (und noch messbaren) Bereich ist vermutlich bei allen Proben vorhanden, kann aber in Abbildung 90 (c) nur bei der Probe mit einem Millimeter Kerbbreite gezeigt werden, da in den beiden weiteren Proben ein großer Teil aus dem höchst deformierten (wie in Abbildung 96), abgekanteten Bereich nicht gemessen werden konnte (Abbildungen 93 (c), 95 (c)). Die Schmid- und Taylor-Mappings (Abbildungen 91, 93 (d) und (e), 95 (d) und (e)) zeigen tendenziell eine stärkere Kornrotation bei einem hohen Schmid- bzw. geringen Taylor-Faktor (z.B. Abbildungen 90 (b), 91) an, deren Effekt auf das mechanische Verhalten der Proben aufgrund der überlagerten Kerbwirkung allerdings in diesen spitzgekerbten Proben eher zweitrangig ist. Daher ergeben sich in den Zugkurven der drei spitzgekerbten Proben (Abbildung 45) eine von der Kerbreite und somit von der Kerbgeometrie bestimmte Bruchverlängerung, bei der mit steigender Kerbbreite die Bruchverlängerung ansteigt (Abbildung 97).

Dieselbe Beobachtung lässt sich bei den Zugversuchen an den mild gekerbten, oligokristallinen Drähten machen: Hier steigt die Bruchverlängerung mit höher Kerbbreite bei ähnlichem Drahtdurchmesser im Kerbgrund auch an (Abbildung 97). Deutlich höher ist der Einfluss der Drahtdurchmesser im Kerbgrund auf die Bruchverlängerung selbst (Abbildung 98). Dies liegt daran, weil sich bei höherer Kerbbreite potentiell mehr Körner innerhalb der Kerbe an der Gesamtdeformation beteiligen können. Der vorherig beschriebene Effekt, dass bei sanfterer Kerbung nicht mehr der gesamte Kerbbereich an der Deformation teilnimmt, konkurriert hierbei mit dem trotzdem breiteren Bereich der restlichen Körner in diesen Proben, welche die Deformation aufnehmen. Dabei ist der zweitgenannte Effekt bestimmend. Die sehr hohe lokale Dehnung in Kerbgrundnähe der Blechprobe mit einem Millimeter Kerbbreite (Abbildung 90 (b)), wird ausgedrückt durch hohe Kornrotationen. Diese hohe lokale Dehnung in Kerbgrundnähe ergibt gemeinsam mit den relativ wenig rotierten Körnern aus dem Messbereich in der Gesamtprobe eine geringere Dehnung als die Proben mit 2 und 4 mm Kerbbreite, die weniger stark rotierte Körner im Kerbgrund

enthalten, obwohl in den Proben mit 2 und 4 mm Kerbbreite im Kerbgrund Körner mit höheren Schmid-Faktoren (Schmid-Faktor > 0,4; Abbildungen 93 (d) und 95 (d)) und damit potenziell dehnbarere Körner besitzt als die Probe mit 1 mm Kerbbreite, welche auch im blauen Körn trotz "harter", gering verformbarer {111}-naher Lage im Kerbgrund (Schmid-Faktor < 0,35; Abbildung 91 (d)) eine sehr hohe Kornrotation bzw. GOS-Wert von über 10° besitzt. Die höhere Gesamtdehnung in den Proben mit 2 und 4 mm Kerbbreite ist dort durch ihre höhere Anzahl der an der Deformation beteiligten Körner zu erklären, die einzeln einen vergleichsweise geringen Deformationsanteil aufnehmen (Abbildungen 93, 95). Vergleicht man weiterhin die Zugfestigkeiten mit der der polykristallinen und oligokristallinen Anzahl der Körner im Querschnitt der spitzgekerbten Blechproben und der mild gekerbten Runddrahtproben, so lässt sich durch die Einbringung einer Kerbung selbst zwar eine Zugfestigkeitssteigerung bei den oligokristallinen Proben feststellen, aber innerhalb der mild oder spitzgekerbten Proben gibt es kaum ein Zugfestigkeitsunterschied (Abbildung 99). Die Probengeometrie mit Kerbe und übergeordnet die Anzahl der Körner selbst ist also die wesentliche Einflussgröße für die Festigkeit der Probe: Gekerbte Drähte mit polykristalliner Mikrostruktur zeigen eine signifikant höhere Zugfestigkeit (Abbildung 40) im Vergleich zu gleich gekerbten oligokristallinen Drähten. Für den nicht gekerbten Fall, ist in ähnlicher Signifikanz die Bruchverlängerung grundsätzlich zunächst einmal von der Anzahl der Körner im Querschnitt abhängig. Im (mild) gekerbten Fall unterscheidet sich die Bruchverlängerung nur noch sehr gering, wenn diese nach der Anzahl der Körner im Querschnitt verglichen wird (Abbildung 41).

4.2 Ermüdungsversuche

4.2.1 Zyklische Eigenschaften von oligokristallinen Runddrähten

Die Abbildung 100 stellt die Wöhler-Diagramme der oligokristallinen Runddrähte im grobkorngeglühten und im zusätzlich 10% kaltverformten Zustand als Vergleich dar. Für oligokristalline, dünne Runddrahtproben im kaltverfestigten Zustand ergibt sich eine Dauerfestigkeit von 450 MPa im Vergleich zu dem grobkorngeglühten Ausgangszustand mit einer Dauerfestigkeit von 250 MPa ein deutlich erhöhter Wert. Eine Steigerung der Dauerfestigkeit durch Kaltverfestigung konnte auch durch Göbbler [76] für 316LVM, aber mit polykristalliner Mikrostruktur nachgewiesen werden.

Häufig wird bei der Ermittlung der zyklischen Eigenschaften die erste Durchläuferprobe der Testprozedur der Dauerfestigkeit gleichgesetzt [z.B. 20], wobei die Bruchwahrscheinlichkeit in diesem Lasthorizont angegeben werden muss. Bei den oligokristallinen Runddrahtproben schwanken die Bruchlastspielzahlen auf den Lasthorizonten zwischen 275 MPa und 350 MPa jedoch erheblich zwischen einem Probenversagen im ersten Zyklus und keinem Probenversagen bis 2 Millionen Lastwechsel. Dabei können Überschwingen oder Unterschwingen über die gesetzten Spannungsgrenzen hinaus wegen der dynamischen Anpassung der Regelung während der ersten 1000-2000 Zyklen mit zu Beginn etwas geringeren Spannungswerten ausgeschlossen werden. Mit Rücksicht auf die hohe Streuung innerhalb eines Lasthorizonts wurde die Dauerfestigkeit als solche definiert, bei welcher mindestens fünf Drähte auf einem Lasthorizont mindestens zwei Millionen Zyklen durchlaufen haben und es keine weitere Probe auf diesem Lasthorizont gibt, welche gebrochen ist. Der letzte Aspekt sichert dabei insbesondere gegen die hohe Streuung der Bruchlastspielzahlen ab, weshalb auch eine relativ hohe und klassische Anzahl von mindestens fünf Proben auf einem Lasthorizont ratsam sind. Donnelly [20] fand in seiner Arbeit mit 50, 75, 100 und 150µm dicken, nicht runden Streben, welche aus einem 316L Röhrchen lasergeschnitten wurden, ebenfalls eine hohe Streuung für die Bruchlastspielzahl innerhalb eines Lasthorizontes. Die Oberspannung, bei der auch Durchläuferproben auftreten, steigt dabei mit einer Erhöhung der Strebendicke von 50 µm mit 500 MPa und bei 75, 100 und 150 µm-Streben auf 600 MPa. Allerdings kann die Dauerfestigkeit aufgrund der geringen Anzahl an Durchläuferproben und der auch hier auftretenden Problematik in der Streuung der Bruchlastspielzahlen nur abgeschätzt werden. Die Resultate von Donnelly sind mit dieser Arbeit schwierig zu vergleichen, da innerhalb der dortigen Streben ein polykristallines Gefüge zu finden ist, obwohl die Strebendicke deutlich geringer ist als die der hier getesteten Runddrähte. Außerdem wurden die Streben in Donnellys Arbeit mit einer deutlich höheren Prüffrequenz von 60 Hz getestet. Einen weiteren Vergleich bietet die Arbeit von Göbbler [76], in der die Dauerfestigkeit von polykristallinem 316LVM mit 260 MPa angegeben wird. Dabei wurde das Spannungsverhältnis R = -1 gewählt, welches die Dauerfestigkeit aufgrund des Zug-Druck-Wechsels in jedem Zyklus verringert.

Die Ermüdungsergebnisse der kaltverformten oligokristallinen Runddrähte (Abbildung 100) zeigen eine relativ hohe Dauerfestigkeit von 450 MPa, welche damit um 50 MPa höher als die der in Göbblers Arbeit geprüften, polykristallinen, dicken Flachproben [76]. Die Bruchlastspielzahl fällt in den Lasthorizonten oberhalb von 450 MPa drastisch auf wenige hundert oder tausend Zyklen ab. Der in einer klassischen Wöhler-Auswertung vorhandene Zeitfestigkeitsbereich ist hier nicht erkennbar. Stattdessen gehen der Kurzzeitfestigkeitsund Dauerfestigkeitsbereich nahtlos ineinander über.

Abbildung 101 stellt die Verlängerung der grobkorngeglühten und kaltverformten oligokristallinen Runddrähte nach Beendigung des Ermüdungsversuchs dar. Die Verlängerung nach Testende ist bei den grobkorngeglühten etwa so hoch wie bei den kaltverformten oligokristallinen Drähten. Das hierbei stattfindende zyklische Kriechen wird durch das positive Spannungsverhältnis von R=0,5 begünstigt, da der Draht während des Ermüdungsversuchs durchgängig im Zugbereich belastet wird. Das zyklische Kriechen ist eine gerichtete sekundäre plastische Dehnungsakkumulation, welche zusätzlich zur primären ermüdungsbedingten Dehnungsakkumulation auftreten kann, falls die Mittelspannung während der Ermüdung höher als 0 MPa ist. Selbst bei einem theoretisch als mittelspannungsfrei gewähltem Spannungsverhältnis von R = -1 kann die tatsächlich auftretende Mittelspannung etwas höher als 0 MPa sein und ein zyklisches Kriechen verursachen. Nach Göbbler [76] erfolgt nach der Verfestigung im ersten Lastanstieg keine vollständige Rückverformung bei der anschließenden Verformung in Druckrichtung bei einer betragsmäßig gleichen Spannung wie der Zugrichtung zuvor. Die Mitteldehnung ist infolgedessen positiv. Der Grund hierfür sind Eigenspannungen in der Ebene der Versetzungsstrukturen, welche bei Rückverformung zu einer Verringerung der Dehngrenze führen [84]. Der hier beschriebene Bauschinger-Effekt [85] führt demzufolge bei einer Erstverformung in Zugrichtung zu einer positiven Mittelspannung. Dies wiederum begünstigt das zyklische Kriechen. Das zyklische Kriechen von 316L wurde neben Göbbler [76] auch von Donnelly [20], Weiß et al. [86], Gaudin et al. [87], Kang et al. [88] und Feaugas et al. [89] beobachtet.

Die Ursache der bereits beschriebenen Streuungen und sonstigen mechanischen Eigenschaften sollen im folgenden Kapitel anhand der Mikrostruktur unter dem besonderen Aspekt der Kristallorientierung diskutiert werden.

4.2.2 Bruchverhalten oligokristalliner Runddrähte

Die im Anschluss an die Ermüdungsuntersuchungen durchgeführten rasterelektronenmikroskopischen Betrachtungen von ausgewählten grobkorngeglühten bzw. lösungsgeglühten und kaltverfestigten, oligokristallinen Drähten (Abbildungen 102 und 103) zeigen auch außerhalb des Bruchbereichs der Drähte Regionen mit hoher Verformung. Diese sind aufgrund des hohen Deformationsgrads des grobkörnigen Gefüges unter anderem in Form einer Beulenstruktur makroskopisch erkennbar (Abbildungen 102 und 103). Auf mikroskopischer Betrachtungsebene sind für beide Drahtzustände Gleitlinien auf der gesamten verformten Oberfläche der Drähte sichtbar (Abbildungen 102-105), welche sich je nach Kornorientierung in ihrer Richtung unterscheiden. Infolge der Ausbildung der Beulenstruktur und durch die dadurch entstandene Vielzahl von lokalen Einschnürungen tritt eine massive Querkontraktion auf, welche lokal zu kleinen Drahtguerschnitten und dort somit zu Spannungsspitzen und zusätzlichem Kerbeinfluss führen. Diese Orte lokaler Einschnürung sind daher als potentielle Bruchstelle anzusehen. Tatsächlich zeigt sich an den meisten Bruchstellen der grobkorngeglühten und an einem Teil der nach weniger als 10.000 Zyklen gebrochenen kaltverfestigten Drähte (Abbildungen 106 und 107) ein sehr kleiner Drahtquerschnitt, welcher zumeist deutlich kleiner ist als der restliche Drahtquerschnitt. Es ist daher davon auszugehen, dass zunächst mehrere Körner im Verlauf der Ermüdung einen Beitrag zur Deformation liefern und dass sich die Verformungsbereiche anschließend auf die günstig gelegenen Körner innerhalb der Einschnürbereiche konzentrieren. Bei den 10% kaltverfestigten Runddrahtproben ist der Großteil der Durchmesserverringerung auf die Kaltverformung vor der Ermüdung zurückzuführen. Nach dieser besitzen diese Drähte im Durchschnitt einen Durchmesser von 0,374 (±0.047) mm. Die dünnste gemessene Probe besaß einen Durchmesser von nur 0,3 mm. Die Gleitlinien neben der Bruchfläche sind für beide Drahtzustände überwiegend in Richtung der Bruchfläche ausgerichtet, wobei diese sich aufgrund der auftretenden Mehrfachgleitung überkreuzen (Abbildungen 106 und 107). Zudem verlaufen die Gleitlinien nahe der Bruchstelle in den meisten Fällen nicht gerade, sondern gebogen in Richtung der Bruchfläche (Abbildungen 106 und 107). Dies zeigt die massive Verdrehung der Körner nahe der Bruchstelle. Mehrfachgleitung und die daraus sichtbaren sich kreuzenden Gleitlinien sind in den deformierten Bereichen der grobkorngeglühten und kaltverformten oligokristallinen Runddrähte sichtbar. Die zuvor kaltverformten Drähte zeigen bis auf wenige bei hohen Beanspruchungen ermüdeten Proben (Oberspannung 500 MPa) eine deutlich geringere aber immer noch vorhandene Beulenstruktur (Abbildungen 103) welche den Draht weniger stark einschnürt als im Fall des grobkorngeglühten Ausgangszustandes (Abbildung 107).

Die Bruchfläche der grobkorngeglühten und bei weniger als 10.000 Lastzyklen gebrochenen kaltverfestigten Runddrahtproben (Abbildung 107) erscheint nicht wie eine konventionelle Ermüdungsbruchfläche, mit Rastlinien und Schwingstreifen, was für 316L auch im polykristallinen Zustand gezeigt werden konnte [90].

Die hier ermüdeten Drähte haben nur wenige Körner im Drahtquerschnitt. Deren Zahl kann sich im Verlauf des zyklischen Kriechens und der damit einhergehenden Querschnittsverringerung weiter auf eine lokale Kornanzahl von ein bis zwei Körnern im Querschnitt verringern. Dadurch sind weniger Korngrenzen vorhanden, welche, wie nach dem Modell von Wiersma et al. [91], den Verlauf den sich durch die fortschreitende Ermüdung potenziell bildenden Risse nach der Anrissbildung verzögern und das Probenversagen damit verlangsamen können (Abbildung 108). Passend dazu weist die Bruchfläche eine glatte, verwischte Wabenstruktur auf, die sich vermutlich durch ein schnelles Fortschreiten einer oder mehrerer ermüdungsbedingter Risse durch die Probe gebildet hat. Das zyklische Kriechen führt hierbei zu einem massiven lokalen Einschnüren, welches während jedes einzelnen Zyklus fortschreitet. Die lokale Spannung steigt mit kleiner werdendem Querschnitt bis dieser klein genug ist, um den Draht versagen zu lassen.

Eine Ausnahme zu dem vorher beschriebenen Bruchverhalten bilden die wenigen oligokristallinen, kaltverfestigten Drähte, welche mehr als 4.000 Zyklen gehalten haben (Abbildung 109). Bei diesen Proben ist bis zum Bruch ist keine ausgeprägte Einschnürung, welche auf die im Bruchbereich der Drahtprobe sichtbar. Stattdessen ist eine zerklüftete, zum Teil mit Waben versehene Bruchfläche zu erkennen. Diese Art der Bruchfläche mit einer Ermüdungsbruchfläche und einer duktilen Restgewaltbruchfläche ist auch von Donnelly [20] beobachtet worden. Donnelly [20] und Bradley et al. [92] beobachteten, dass als Anrissort das Vorhandensein von kubischen Titan-Nitrid-Ausscheidungen, die sich während des Schmelzprozesses in der Fertigung bilden, nicht ausschlaggebend sind. Donnelly vermutet in [20] stattdessen eine Anrissbildung an einem günstig orientierten Gleitband infolge der Modus I [20,93,94] Ermüdung, welcher sich schnell ausbreitet und von den (wenigen) Korngrenzen behindert wird. Danach beginnt die lokale Probeneinschnürung, die mit der für duktile Werkstoffe typischen Porenbildung und durch Ausweitung zum Bruch führt [20]. Da in Donnellys Strebenproben deutlich mehr Körner im Probenquerschnitt enthalten sind, verläuft der Riss dort vermutlich langsamer als bei den sehr grobkörnigen Drahtproben, die im Großteil dieser Arbeit untersucht wurden, da ein grobkörnigeres Gefüge noch weniger Korngrenzen besitzt, welche den Riss oder die Risse zeitweise aufhalten können.

4.2.3 Mikrostrukturelle Entwicklung oligokristalliner Runddrähte

Die IPF-, KAM- und GOS-Mappings in den Abbildungen 110-114 verdeutlichen und quantifizieren die massive Kornrotation, welche häufig im Korn neben der Bruchfläche und teilweise auch an weiteren Stellen der lösungs- bzw. grobkorngeglühten Drähte im nicht kaltverfestigten Zustand zu finden ist. Stellvertretend für eine Großzahl der grobkorngeglühten Drähte ist in den Abbildungen 110 und 111 u.a. ein Draht mit stark rotiertem Bruchkorn hin zu einer {113}-nahen Lage zu erkennen. In der inversen Polfigur des Korns ist die massive Kornrotation des nach Gottstein "mittel" orientierten Korns (Lage in der Mitte der stereographischen Standardprojektion) [22] als Ausschmierung erkennbar (Abbildung 111). "Mittel" orientierte Körner besitzen durch ihre für Deformation günstige Ausrichtung einen hohen Schmid-Faktor (>0,44) (Abbildung 111). In Bezug auf alle analysierten Bruchkörner der gebrochenen, ermüdeten Runddrähte wurde in 77% aller lösungsgeglühten, oligokristallinen Drähte und in 88% aller 10% kaltverfestigten Drähte im Bruchkorn eine {113}-Lage festgestellt, die vermutlich durch Gleitung mittleren Orientierung entstand. Eine Durchläuferprobe im gleichen Ausgangszustand besitzt eine {111} bzw. {112}-Textur (Abbildung 112). Diese Probe zeigt örtlich stark schwankende GOS-Werte zwischen nahe 1° und über 10° (Abbildung 112 (c)). Die hohen KAM und GOS-Werte sind eine Folge der starken Kornrotation der Gleitebenen und der Erzeugung von Versetzungen (Abbildungen 113 und 114). Die KAM und der GOS innerhalb des Bruchkorns sind auch bei den übrigen Proben gleicher Art sichtbar höher als in dem {111}-nah orientierten Nachbarkorn darüber (Abbildung 114).

Eine eintretende Kaltverfestigung äußert sich über eine für das Material typische Mikrozwillingsbildung, erkennbar in den Korngrenzen-Mappings (Abbildung 115 (a,b,d)). Dabei zeigen die Σ3 Zwillingskorngrenzen eine hohe Anzahl und Dichte in nächster Nähe zur

4 Diskussion

Bruchfläche. Ein Blick auf das Missorientierungsprofil des Bruchkorns aus Abbildung 110 (a) zeigt eine Vielzahl an Subkorngrenzen zwischen 5 und 10° im "Point-to-Point" Profil an (Abbildung 111). Damit sind die Missorientierungen zu klein für eine Großwinkelkorngrenze (ab 15°) aber verkippt genug um die Kornbereiche innerhalb des Korns aufzuteilen. Die Mappings von zwei weiteren gebrochenen, grobkorngeglühten Runddrähten sind in den Abbildungen 110 (b), 113 (b,d), 114 (b,d) und 115 (b,d) zu sehen. In diesen Runddrähten ist neben der starken Kornrotation auch eine ausgeprägtere Mikrozwillingsbildung als im zuvor gezeigten Draht zu erkennen. Die in Abbildung 110 (c) dargestellte Drahtprobe zeigt eine sehr starke Lokalisierung der Verformung bis auf weniger als 100 µm hinter der Bruchkante (Abbildungen 113 (c) und 114 (c)). Hierbei zeigt die dargestellte Probenbruchhälfte nur einen kleinen Teil eines an der Bruchstelle gelegenen Korns, da der Bruch in der Nähe der Korngrenze liegt.

Die vorher genannten Aspekte für die nahe der Bruchstelle gelegenen Körner konnten auch bei den kaltverformten oligokristallinen Runddrähten beobachtet und auf diese übertragen werden (Abbildungen 116 bis 123). Betrachtet man die vom Bruch entfernten Bereiche auf den jeweiligen Proben und die Durchläuferproben beider Zustände, so erkennt man, dass die nicht gebrochenen Bereiche bzw. Proben eine {111}- bzw. {111}-nahe Textur mit einem Gemisch aus {111} und {112} Körnern infolge der Streckung dieser Körner in Längsrichtung ausgebildet haben (Abbildungen 116 und 120). Diese Textur scheint unabhängig von dem Verfestigungszustand des Drahtes eine für den hier getesteten Ermüdungsfall stabile Orientierungsverteilung zu sein. Betrachtet man exemplarisch die REM und EBSD-Bilder des in Abbildung 105 und 120 gezeigten Durchläufer mit kaltverformten Ausgangszustands, so ist für die meisten Proben infolge der günstigen {111}- bzw. {111}nahen Textur lediglich eine geringere Ausbildung der Beulenstruktur bzw. Einschnürung sichtbar, welche eine geringere Kerbwirkung und Querschnittsverminderung zur Folge hat. Zudem ist bei diesen nicht gebrochenen Drähten eine deutlich geringere Probenverlängerung im Vergleich zu den gebrochenen Drähten gemessen worden (Abbildung 101), was für eine Stabilisierung der Verformung durch die günstige {111}- bzw. {111}-nahe Textur spricht.

Für den monotonen Fall konnte Weiß [2] demgegenüber bereits zeigen, dass das neben der Bruchstelle gelegene Korn meist eine {112}-nahe Orientierung aufweist. Wird die Kaltverformung nicht bis zum Bruch sondern wie in diesem Fall um 10 % durchgeführt, drehen sich die Körner mit hohem Schmid-Faktor bereits häufig in die {112}-Lage ein. Auf der

anderen Seite ist die 10%-ige Kaltverformung hoch genug, um auch eine Zwillingsbildung stattfinden zu lassen, welche nach Göbbler bei etwa 5%-Verformung durch den Anstieg der Versetzungsdichte, die Bildung von Lomer-Cotrell-Versetzungen und das Vorhandensein von zahlreichen, ausgedehnten Stapelfehlern eintritt [76] und einen Anteil an einer potentiellen Festigkeitssteigerung haben kann. Dabei findet die Zwillingsbildung vor allem in den in <111>-Richtung parallel zur Verformungsrichtung orientierten Körnern statt, da dort eine Vergrößerung der Versetzungsaufspaltung und im Fall der <100>-orientierten Körner eine Verkleinerung der Aufspaltungsweite bewirkt wird [76,95].

Grobkorngeglühte, oligokristalline Runddrähte mit "mittel" orientierten Körnern zeigten (Abbildung 124) im Vergleich zu den {111}-nah texturierten Drähten ohne "mittel" orientierte Körner (Abbildung 120) häufig ein frühes Versagen während der Ermüdung infolge des zyklischen Kriechens.

Die in wenigen (v.a. grobkorngeglühten) Proben mithilfe der EBSD-Technik detektierte Subkorngrenzenbildung (Abbildung 115) bzw. eine ähnlich aufgebaute Versetzungszellbildung kann aufgrund von deren geringer Größe nicht alleine mithilfe dieser Technik abschließend untersucht werden, weshalb hier in geringem Umfang auch TEM-Untersuchungen genutzt wurden, um das Auftreten und die Entstehung der Subkörner nachfolgend zu zeigen: Voraussetzung für eine Subkornbildung ist die Ausbildung von Versetzungszellen, welche bei welligen Gleitern auftreten können, wie es beim 316LVM bei hohen Belastungsamplituden unter zyklischer Beanspruchung der Fall ist [76]. Die Größe der Versetzungszellen bzw. Subkörner ist u.a. abhängig von der Dehnungsamplitude und steigt mit einer Zunahme dieser Amplitude [96]. Versetzungszellen können sich im Anfangsstadium der plastischen Deformation bilden, indem eine labyrinthartige Versetzungsstruktur geformt wird, welche bei höheren Dehnungsamplituden zu einer groben Zellstruktur umgebildet wird, wie in der Arbeit von Göbbler [76] zu sehen ist. Diese Art der Zellbildung wurde bereits von Das, Marinelli, Raman und Padmanabhan beschrieben [97-99]. Im weiteren Verlauf beschreibt Das [97] ein Wandern der Versetzungen von außen weiter in Richtung des Versetzungszellinneren, wo sie an den Übergängen der Zellwände zum Zellinneren aufgestaut werden. Die Versetzungen einer Versetzungszelle aus verschiedenen Gleitrichtungen annihilieren sich und ordnen sich energetisch günstig an [100,101]. So bilden sich schließlich aus den groben, dicken Versetzungszellwänden schärfere, dünne und ha-

ben demzufolge einen Subkorngrenzencharakter. Versetzungszellen besitzen eine "dicke" Grenze aus nicht annihilierungsfähigen Stufenversetzungen, im Gegensatz zu den scharf abgegrenzten Kleinwinkel- bzw. Subkorngrenzen [102].

Wiese [102] beschreibt weiterhin für den Fall einer anschließenden Absenkung der Versetzungsdichte, dass die noch vorhandenen frei beweglichen Versetzungen nun mehr Platz zum Wandern besitzen, was zu einem geringeren Widerstand gegen plastische Verformung führt. Daraus ergibt sich eine zyklische Entfestigung des Metalls, dessen Ursache nicht in der Bildung von Poren oder Mikrorissen liegt [100,103]. Letzterer Punkt ist insofern interessant, als dass auch bei den grobkorngeglühten Drähten Versetzungszellen nachgewiesen werden konnten (Abbildung 125), die potentiell eine lokale Entfestigung verursacht haben und somit auch zum früheren Probenversagen dieser Probenart beigetragen haben könnten. Diese Beobachtungen decken sich mit den Erkenntnissen von Göbbler [76], in denen das Absinken der Versetzungsdichte in den Versetzungszellen im polykristallinen, lösungsgeglühten und auch im kaltverfestigten Zustand zur zyklischen Entfestigung geführt hat. Nimmt man ein analoges, hier nicht gezeigtes Verhalten für die kaltverfestigten Drähte an, so ist auch hier von einer Versetzungszellbildung auszugehen. Mithilfe der TEM-Bilder in den Abbildungen 126-128 kann außerdem die Mikrozwillingsbildung für die ermüdeten, oligokristallinen Runddrahtproben dargestellt und nachgewiesen werden.

4.2.4 Lösungsgeglühte, oligokristalline Blechproben

In den Abbildungen 129 bis 158 sind die Mappings von fünf repräsentativen Proben nach 0, 1, 10, 100 und 1000 Zyklen dargestellt. Die starken Schwankungen in Bezug auf die $R_{p0,2\%}$ -Dehngrenze und die Verlängerung der Proben nach dem Versuch lassen sich mithilfe der Mappings erläutern.

Betrachtet man die Probe #6 B 72 (Abbildungen 129-134) mit der geringsten Dehngrenze von nur 72 MPa fällt das "mittel"-orientierte Korn (rot umkreist in Abbildung 129) mit einem hohen Schmid-Faktor von über 0,46 auf. Diese Art von Körnern besitzt eine vergleichsweise geringe Festigkeit [22] aber auch eine gute Verformbarkeit. Da das Zug-/Druckmodul aufgrund der insgesamt sehr geringen Kräfte bei Probe #6 B 72 (unter 10 N bei der Dehngrenze) verspätet gestoppt wurde und die Dehngrenze bei der Messung somit
schlecht abschätzbar war, wurde dort eine Kaltverfestigung vor Versuch von 5% (50 µm plastisch gezogen) eingebracht. Die Kaltverfestigung zeigte im anschließenden Ermüdungsversuch der Probe #6 B 72 eine ähnliche Wirkung wie bei der Kaltverfestigung der geprüften Runddrähte. Es ist ein Eindrehen des flächenmäßig größten Korns mittlerer-Orientierung (rot umkreist in Abbildung 129) in die {112}-Lage zu erkennen. Die KAM- und GOS-Werte erhöhen sich infolgedessen stark in diesem Korn (Abbildungen 130 und 131). Im weiteren Verlauf zeigt sich kein weiteres zyklisches Kriechen, da dies durch die Kaltverfestigung unterbunden wird. Den höchsten Betrag bezüglich des zyklischen Kriechens liefert nach 1000 Zyklen die Probe #7 B 250 (Abbildung 61). In dieser Probe ist ebenfalls das flächenmäßig größte Korn ein "mittel" orientiertes Korn (rot in Abbildung 135). Diese rotiert bis zum 100. Zyklus von der {103}-in Richtung der {113}-Lage und schmiert danach in Richtung der {001}-Lage aus. Demgegenüber zeigt Probe #8 B 250 (Abbildung 141) mit etwa zwei bis drei Körnern im Blechquerschnitt zunächst ein leicht feineres Korn, bei der die Korngrenzen einen Beitrag zu einer höheren Festigkeit haben. Zusätzlich sind hier größere Anteile an {111}-nah orientierten Kornbereichen zu erkennen, die einen niedrigen Schmid-Faktor besitzen und damit eine relativ hohe Festigkeit bei verminderter Verformbarkeit aufweisen. Erkennbar ist auch hier eine Dehnungslokalisierung durch das zyklische Kriechen in Form einer Rotation des Kornes (rot in den Abbildungen 141 bis 144), das den höchsten Schmid-Faktor der verfügbaren Körner besitzt. Im weiteren Verlauf zeigt sich eine Kornrotation in den übrig gebliebenen, nicht {111}-nah orientierten Körnern. Es findet also eine Verformungskaskade beginnend mit dem "schwächsten" Korn mit hohem Schmid-Faktor hin zu den festeren Körnern mit niedrigeren Schmid-Faktoren statt, wie es auch für die monotone Verformung in dieser Arbeit und bei Weiß [2] gemessen wurde. Probe #9 B 164 zeigt infolge der Ermüdung keine sichtbaren Orientierungsveränderungen (Abbildung 147) und Probe #10 B 249 nur im mittel orientierten, {213}- nahen Korn links der Probenmitte eine Rotation in Richtung der {112}-Lage (Abbildung 153).

Betrachtet man die Schmid- und Taylor-Faktor-Mappings aller getesteten Proben (Abbildungen 133,134,139,140,145,146,151,152,157,158), so ist zu erkennen, dass ein Korn mit relativ hohem Schmid-Faktor bei einer ausreichend großen Größe des Korns sich eher verformt, im Vergleich zu Körnern mit niedrigem Schmid-Faktor. Dies spricht für ein Verformungsverhalten, das dem eines Einkristalls ähnelt und das zugleich der Rolle der Korngrenzen eine niedrigere Bedeutung für das Verformungsverhalten zuschreibt, was bei nur einem Korn im Blechquerschnitt auch sinnvoll ist. Weiterhin ist auch bei den übrigen Proben ähnlich zu der monotonen Verformung eine Kornrotation der Körner mit hohem Schmid-Faktor in die {112}-Lage (z.B. Abbildung 129) oder {113}-Lage zu erkennen (z.B. Abbildung 135), wobei die {112}-Lage der stabilen Endlage für den Einkristall-Zugversuch entspricht [2].

Aus den TEM-Aufnahmen der Probe #6 B 72 geht exemplarisch für alle weiteren Blechproben der Beginn der Versetzungszellbildung in den stark rotierten Kornbereichen hervor, welcher eine Subkornbildung im weiteren Ermüdungsverlauf ermöglichen könnte (Abbildung 159).

4.2.5 Flachdrahtproben

Die Mappings von zwei ermüdeten oligokristallinen, grobkorngeglühten Flachdrahtproben sind in den Abbildungen 160 bis 169 dargestellt und zeigen die Mikrostrukturentwicklung der Proben nach 0 bis 10⁷ Schwingspielen bzw. bis zum Probenbruch.

In den Abbildungen 160 und 163 ist gut zu erkennen, dass sich die Körner mit einem hohen Schmid-Faktor im Ausgangszustand bevorzugt an der Kornrotation und der Verformung beteiligen. Dies ist auch in den Abbildungen 165 und 168 deutlich zu sehen und kann für die Beulenstruktur bzw. ungleichmäßige Verformung der Probenoberfläche verantwortlichgemacht werden. Der Blick auf die inversen Polfiguren nach den verschiedenen Ermüdungsschritten der Proben (Abbildungen 160 und 165) zeigt eine {111}- bzw. {001}-Textur in den jeweiligen Anfangszuständen der Probe. Diese hat ihren Ursprung im Drahtziehprozess und wurde durch den Grobkornglühprozess mit der dortigen Entstehung von anders orientierten Körnern abgeschwächt. Ähnlich wie bei der monotonen Verformung bei Weiß [2] zeigt sich infolge der nachfolgenden Ermüdungsbelastung zunächst ein Eindrehen der Körner in die und ein anschließendes Ausschmieren z.B. in die {112}– oder {113}-Lage. Eine Auswertung der GOS der einzelnen Körner im Endzustand im Vergleich zu deren Schmid- bzw. Taylor-Faktor im Ausgangszustand (Abbildungen 170 und 171) demonstriert, dass nur der Schmid-Faktor zuverlässig zur Vorhersage von Kornrotationsorten genutzt werden kann. Dabei wurden Körner mit einem Ausgangskorndurchmesser d_{Anfang} von mindestens 150 µm bei einer Probenbreite von 250 µm, d.h. mit einem Verhältnis

$$\frac{d_{Anfang}}{250} = 0.6 \tag{26}$$

betrachtet, da hier von einem geringem Korngrenzeneinfluss ausgegangen wird. Das Bestimmtheitsmaß des Schmid-Faktors bezüglich der ΔGOS der insgesamt 37 betrachteten Körner liefert mit R² = 0,873 im Vergleich zum Taylor-Faktor mit einem R² von 0,019 eine erheblich bessere Vorhersagewahrscheinlichkeit für eine im Laufe der Ermüdung auftretende Kornrotation (Abbildungen 170 und 171). Die parallelen Gleitlinien auf den Probenoberflächen zeigen Einfachgleitung und die gekreuzten Gleitlinien in einigen {112}-nah orientierten, in der IPF lila dargestellten Körnern und in großen Körnern in einzelnen Bereichen, Mehrfachgleitung an (Abbildungen 172 bis 175). In den Untersuchungen von El Bartali et al. [104] und Das [97] an polykristallinem AISI 304LN wird das Auftreten von Einfachgleitung und Mehrfachgleitung in Relation zum Schmid-Faktor gesetzt. Der erste Schmid-Faktorbereich (0,275 \leq m \leq 0,354) kennzeichnet dabei den Bereich, bei dem in den zuvor genannten Studien [97,104] kein oder wenig Gleiten auftritt. Im zweiten Intervallbereich ($0.355 \le m \le 0.425$) werden mehrere bzw. ein sekundäres Gleitsystem aktiviert und im dritten Intervallbereich ($0,426 \le m \le 0,5$) wird im dortigen Fall nur ein Gleitsystem aktiviert. Diese Aussagen lassen sich anhand eines Vergleichs der REM- Aufnahmen und der dazugehörigen EBSD-Messung (Abbildungen 172 bis 175) qualitativ bestätigen und zeigen eine Ausnahme bei vergleichsweise großen Körnern, bei denen ein sekundäres Gleitsystem aktiviert wird. Diese Stellen, an denen Mehrfachgleitung auftritt, eigenen sich wegen der sich auf kreuzenden Gleitebenen bewegenden Versetzungen zur Ausbildung von Versetzungszellstrukturen, welche bei weiterer Verformung zu der in Kapitel 4.2.3 erläuterten Subkorngrenzenbildung führen [102]

5 Zusammenfassung und Ausblick

5.1 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde das mechanische Verhalten von oligokristallinen Mikrostrukturen am Beispiel des v.a. in der Medizintechnik verwendeten Stahls X2 CrNiMo 18-15-3 in Form von Drähten und Blechproben untersucht. Es wurden Zugversuche an gekerbten bzw. nicht gekerbten Runddrähten und Blechproben und nennspannungskontrollierte Ermüdungsversuche an Runddrähten, Flachdrähten und Blechproben durchgeführt. Hierbei wurde die Veränderung der Mikrostruktur der Proben v.a. mithilfe der Rückstreuelektronenbeugung (engl. "EBSD") erfasst. Dazu wurden bei ausgewählten Proben mit flacher Probengeometrie vor Versuchsbeginn, während des abgestoppten Versuchs und nach Versuchsende EBSD-Messungen durchgeführt. Hierzu wurde u.a. eine modular aufgebaute Probeneinspannung konstruiert, welche am Prüfgerät und zur Analyse im Rasterelektronenmikroskop verwendet werden kann. Die Runddrahtproben mussten für die EBSD-Untersuchungen nach Versuchsende plangeschliffen werden, um eine solche Untersuchung zu ermöglichen.

Im Zugversuch zeigen oligokristalline, lösungsgeglühte Runddrahtproben deutlich geringere Festigkeits- und Zähigkeitskennwerte ($R_m = 163 \pm 43$ MPa, $A_{ges} = 34 \pm 14$ %) im Vergleich zu polykristallinen Runddrahtproben ($R_m = 380 \pm 16$ MPa, $A_{ges} = 85 \pm 3$ %). Eine milde Kerbung ($\alpha < 1,028$) der oligokristallinen und polykristallinen Drähte verringert die Bruchverlängerung unabhängig von der Kornanzahl der Proben im Kerbinneren auf ein niedriges Niveau mit einer Bruchverlängerung, die kleiner als die jeweilige Kerbbreite ist. Ein deutlicher Unterschied abhängig von der Kornanzahl lässt sich in der Zugfestigkeit lässt sich zwischen den gekerbten Proben mit weniger ($R_m = 420-482$ MPa) und mehr als fünf Körnern im Querschnitt ($R_m = 595-727$ MPa) erkennen. Proben aus dem mikrostrukturellen Übergangsbereich mit 5-15 Körnern im Querschnitt zeigen dabei im gekerbten Zustand ähnliche Festigkeitskennwerte ($R_m = 682 \pm 61$ MPa) wie die Proben im polykristallinen Zustand an ($R_m = 688 \pm 15$ MPa).

Die EBSD-Untersuchungen an den nicht gekerbten, oligkristallinen, lösungsgeglühten Runddrahtproben und an den nicht gekerbten, oligokristallinen Blechproben zeigen massive Kornrotationen von über 10° (GOS) in Bruchnähe und v.a. in relativ großen Körnern mit hohem Schmid-Faktor an. Die gekerbten, oligokristallinen Draht- und Blechproben zeigen im Kerbbereich ebenfalls eine massive Kornrotation an, welche durch den mehrachsigen Spannungszustand durch die Kerbung und weniger durch den Schmid-Faktor der Körner im Kerbinneren bestimmt ist.

Die axialen Ermüdungsuntersuchungen wurden durch das bei dünnen Proben notwendige positive Spannungsverhältnis durch zyklisches Kriechen überlagert und führten im oligokristallinen, lösungsgeglühten Zustand zu starken Streuungen bzgl. der Bruchlastspielzahl: So zeigten z.B. eine Probe bei 300 MPa Oberspannung bereits bei zwei Zyklen einen Bruch, während eine weitere Probe im gleichen Zustand bis 2 Millionen Zyklen nicht gebrochen ist.

Eine Kaltverfestigung um 10% des oligokristallinen Zustands führt zu einer deutlichen Erhöhung der Dauerfestigkeit auf 450 MPa im Vergleich zum oligokristallinen, lösungsgeglühten Zustand (250 MPa) durch die Erzeugung einer stabilen {111} bzw. {112} – Textur. Die Bruchkörner des lösungsgeglühten und kaltverfestigten Zustands zeigen überwiegend eine starke Verdrehung in die {113} – Lage, ausgehend von einer Kristallorientierung mit hohem Schmid-Faktor (>0,44). Die Verdrehung ist dabei mit einer starken lokalen Dehnung verbunden, welche sich örtlich stark unterscheiden und aufgrund dieser Dehnungs- und Rotationsunterschiede zu einer beulenartigen Oberflächentopographie führt. In oligokristallinen Proben mit weniger als fünf Körnern im Querschnitt kann ein einzelnes Korn durch massive Rotation und durch wenige Korngrenzen zu nahezu ungestörtem Abgleiten der Gleitebenen und damit zum frühzeitigen Versagen führen.

5.2 Ausblick

Da in dieser Arbeit Untersuchungen mit dem Transmissionselektronenmikroskop nur begrenzt möglich waren, sollten zur Klärung des Einflusses der Subkörner auf das Verformungsverhalten weitere Untersuchungen in unterschiedlich orientieren Körnern durchgeführt werden. Auf die FIB-Methode sollte dabei nur bedingt zurückgegriffen werden, da die hohen Eigenspannungen der zuvor mechanisch belasteten Proben zu einem nicht unerheblichen Anteil an Biegelinien führen.

Weiterhin sollte der Einfluss der Kaltverformung auf oligokristalline Mikrostrukturen untersucht und optimiert werden. Da die Bruchdehnung bei dünneren Proben absinkt, sollte bei der Wahl der optimalen Kaltverformung die Probendicke beachtet werden. Hierbei sollte die Kaltverformung im Vergleich zu den in dieser Arbeit gewählten 10% auf geringere Dehnungen angepasst werden, falls dünnere Proben für weitere Versuche genutzt werden. Die durchgeführten axialen Versuche sollten durch monotone und zyklische Biegeversuche ergänzt werden, um den Einfluss des mehrachsigen Belastungseinflusses auf oligokristalline Mikrostrukturen und im speziellen auf die Kornorientierung analysieren zu können. Hierfür wird eine in-situ Biegevorrichtung empfohlen, welche EBSD-Messungen nach unterschiedlichen Verformungsstadien ermöglicht. Der Einfluss der Kaltverformung sollte zur potentiellen Verbesserung der zyklischen Eigenschaften untersucht werden.

Da sich während der axialen Ermüdungsversuche mit einem positiven Spannungsverhältnis bei einem Großteil der nicht kaltverfestigten, oligokristallinen Drahtproben ein ausgeprägtes zyklisches Kriechen zeigte, sollte man Kriechversuche an diesen Drähten durchführen, um den Einfluss der Mittelspannung auf das Kriechen auszumachen.

Unter realen Einsatzbedingungen, bei denen die Bauteile eine oligokristalline Mikrostruktur aufweist, kann neben der mechanischen Beanspruchung zusätzlich eine korrosive Last (z.B. beim Einsatz von Koronarstents im menschlichen Körper) auf das Bauteil einwirken. Deshalb sollten die hierfür relevanten Werkstoffe mit oligokristalliner Mikrostruktur unter anwendungsnahen Bedingungen im Labor geprüft werden.

Neben dem Anwendungsbereich der Koronarstents und MEMS sind sehr dünne Drahtgeflecht-Strukturen unabhängig auch als Bestandteil von Mikro- und Kleinbauteilen zu finden, die im Zuge der "Industrie 4.0"-Umstellung zunehmend in kleinerer Anzahl durch additive Fertigungsverfahren hergestellt werden. Auch hier werden zur Bewertung der Materialeigenschaften häufig nur quasistatische Kennwerte ermittelt, welche den realen Anwendungsfall mit zyklischen Belastungen nur unzureichend bewerten. Daher sollte die oligokristalline Mikrostruktur auch für die dort verwendeten Legierungen und die im Anwendungsfall auftretende zyklische Belastung untersucht werden.

6 Abbildungen



Abbildung 1 – Makroskopische Aufnahmen von dilatierten Koronarstent-Beispielen aus [1] mit Angabe der mittleren Strebendicke: (a) Multi Link Vision (81µm) (b) Coroflex® Blue (60µm) (c) Medtronic Driver (91µm)



Abbildung 2 – Schema der Dilatation eines Stents im Körper (A) Einführung des Ballonkatheters mit darauf befindlichen Stent (B) Expansion/Dilatation des Stents (C) Entnahme des Katheters



Abbildung 3 - Winkelbeziehungen zur Ermittlung des Schmid-Faktors



Abbildung 4 – Schematische Schubspannung-Abgleitung Kurve nach Gottstein [22] eines bzgl. des Schmid-Faktors "mittel" orientierten Korns. (I) Einfachgleitung (II) Mehrfachgleitung (III) Mehrfachgleitung und Entfestigung/dynamische Erholung



Abbildung 5 – Schematische Verfestigungskurven von einkristallinem Aluminium unterschiedlicher Kristallorientierung im Vgl. zu polykristallinem Aluminium (nach Gottstein [22])



Abbildung 6 - Darstellung der Notwendigkeit von geometrisch notwendigen Versetzungen



Abbildung 7 – Veranschaulichung der topographieabhängigen Sekundärelektronen (SE)- Ausbeute im Rasterelektronenmikroskop



Abbildung 8 - EBSD-Messanordnung im verwendeten LEO Gemini 1530 beispielhaft dargestellt anhand einer eingebetteten Probe



Abbildung 9 – Veranschaulichung des verwendeten REM/EBSD-Aufbaus nach (abgeändert von [45])



Abbildung 10 – Beugungsmuster und die dazugehörige Hough-Raum Darstellung. Mit freundlicher Genehmigung von Schymura [66] (verändert)



Abbildung 11 – Überführung des Probenkoordinatensystems RD, TD, ND in das Kristallkoordinatensystem [100], [010], [001] mithilfe der drei Euler-Winkel ϕ_1 , θ , ϕ_2 ; verändert von [47]



Abbildung 12 - Berechnung der kernbasierten Missorientierung im hexagonalen Messgitter nach [21] (abgeändert und erweitert)



Abbildung 13 – Stark vereinfachter Aufbau eines Lichtmikroskops (links) im Vergleich zu einem Transmissionselektronenmikroskop (rechts)



Abbildung 14 – Vorrichtung zum konduktiven Glühen unter Schutzgasatmosphäre: (a) Schema (b) während des Glühens



Abbildung 15 – Glühfarbe von Stahl a) 900°C b) 1000°C c) 1100°C



Abbildung 16 – 316LVM Draht (Ø 0,95 mm) nach 20 s Lösungsglühen und 320 s Grobkornglühen



Abbildung 17 – Inhomogene Korngrößenverteilung in verschiedenen Drahtabschnitten (1-5) infolge der ungleichmäßigen Wärmeverteilung während des konduktiven Glühens. Einströmendes Argon kühlt den Drahtabschnitt 5 am stärksten und führt zu kleinerer Korngröße.



Abbildung 18- Schematischer Aufbau zum elektrolytischen Polieren von Drähten



Abbildung 19 – Flachprobenrohling (60 x 12,7 x 0,5 mm) aus gewalztem 316LVM Blech (Längsseite des Rohlings entspricht der Walzrichtung)



Abbildung 20 – In Quarzglas unter Argonatmosphäre eingeblasener Rohling für die Wärmebehandlung im Hochtemperaturofen



Abbildung 21 - Flachprobe nach der Wärmebehandlung und dem Laserschneiden



Abbildung 22 – Maße der Flachproben ohne Kerbung





Abbildung 23 – Maße der Flachproben mit Spitzkerbung



Abbildung 24 – Gewählte Farbauftragung der Kristallorientierungen in den inversen Polfigur (IPF) – Mappings der Analysesoftware OIM DataAnalysis[™]



Abbildung 25 – Schematische Darstellung eines "Dimpel"-Vorgangs



Abbildung 26 – Versuchsaufbau für die Zugversuche an Ø0,95 mm Runddrähte: (1) Mikrometertisch (2) Lasergerät zur Dehnungsmessung zwischen den Einspannbacken (3) Kraftmesszelle (4) Einspannbacke (5) Prüfdraht



Abbildung 27 – Aufbau eines Mikrozug/-druck-Moduls. Aufnahme nach einem Zugversuch im REM an einem gekerbten Draht



Abbildung 28 - Mikrozug/-druck-Modul während eines Versuchs im REM mit eingefahrenem Phosphorschirm zur EBSD-Messung



Abbildung 29 – Abschirmung des Phosphorschirms durch die untere Spindel des Mikrozug- /druck-Moduls



Abbildung 30 – Lichtmikroskopische Aufnahme des aufgerauten Blechprobenrands nach dem Laserschneiden (vor dem mechanischen und elektrolytischen Polieren)



Abbildung 31 – MTS Tytron[™] 250 – pneumatisches Prüfgerät für zyklische Versuche



Abbildung 32 – Versuchsaufbau für gekerbte Runddrähte an der MTS Tytron[™] 250



Abbildung 33 - Modulare Flachprobeneinspannung zur Verwendung an der MTS Tytron[™] 250 und im REM (hier eingesetzt an der Prüfmaschine) – während des Versuchs sind die Nylonschrauben gelöst und während des Ausbaus und der Analyse am REM fixiert



Abbildung 34 – Pneumatisches Testsystem von DHM mit selbstkonstruierten Einspannungen (Bohrfutter entsprechen jenen an der MTS Tytron[™] 250)



Abbildung 35 – Exemplarische IPF und GOS-Mappings der verwendeten Runddrahtproben. (IPF parallel zur Verformungsrichtung) – Im grobkorngeglühten Zustand ist eine schwache {111}-Textur (max. 1,429) mit wenigen {001}-nahen Körnern (erkennbar in IPF unten links). Die zusätzliche Kaltverfestigung (rechts) erzeugt eine etwas stärkere Texturierung in Richtung der {111}-Lage (max. 1,875; IPF unten rechts)



Abbildung 36 - Exemplarische IPF und GOS-Mappings der verwendeten Flachdraht- und Blechproben. (IPF parallel zur Verformungsrichtung) – Im grobkorngeglühten Zustand zeigt der Flachdraht eine schwache {111}-Textur (max. 1,331) mit wenigen {101}-nahen Körnern (erkennbar in IPF unten links). Die Blech-/Flachprobe (rechts) zeigt in diesem Beispiel eine Texturierung in Richtung der {111}-Lage (max. 3,775; IPF unten rechts)



Abbildung 37 – Spannung-Dehnung Kurven von verschiedenen Wärmebehandlungszuständen und Probengeometrien von 316LVM; Kennwerte in Tabelle 6; QS = Querschnitt



Abbildung 38 - Spannung-Dehnung Kurven von polykristallinen (nicht) gekerbten Drähten; Kennwerte in Tabelle 7



Abbildung 39 - Spannung-Dehnung Kurven von oligokristallinen, (nicht) gekerbten Drähten; Kennwerte in Tabelle 7



Abbildung 40 - Zugfestigkeit über der Kerbformzahl α ; Anfangsmesslänge der 316LVM Runddrähte = 10 mm



Abbildung 41 - Bruchverlängerung ΔL über der Kerbformzahl α ; Anfangsmesslänge der 316LVM Runddrähte = 10 mm



Abbildung 42 – Bruchverlängerung der 316LVM Drähte im Vergleich. Die oligokristallinen Drähte besitzen weniger als 5 Körner im Drahtquerschnitt



Abbildung 43 – Verhältnis der Einschnürverlängerung L_e zur Gesamtverlängerung Δ L aufgetragen über der Kerbformzahl α . Anfangsmesslänge der 316LVM Runddrähte = 10 mm



Abbildung 44 -Einschnürverlängerung Le über der Kerbformzahl α ; Anfangsmesslänge der 316LVM Runddrähte = 10 mm



Abbildung 45 – Spannung-Verlängerung Kurven von gekerbten oligokristallinen Blech-/Flachproben. Angegebene Zugfestigkeitsbereiche nicht gekerbter Proben beziehen sich auf Abbildung 33



Abbildung 46 – Wöhlerschaubild von oligokristallinen (Kornanzahl im Querschnitt unter 5) 316LVM Runddrahtproben - *RT* - *Raumtemperatur*



Abbildung 47 - Probenverlängerung während der Ermüdung von oligokristallinen 316LVM Runddrahtproben– Proben des Lasthorizonts 200 MPa



Abbildung 48 - Probenverlängerung während der Ermüdung von oligokristallinen 316LVM Runddrahtproben– Proben des Lasthorizonts 250 MPa



Abbildung 49 - Probenverlängerung während der Ermüdung von oligokristallinen 316LVM Runddrahtproben– Proben des Lasthorizonts 275 MPa



Abbildung 50 - Probenverlängerung während der Ermüdung von oligokristallinen 316LVM Runddrahtproben– Proben des Lasthorizonts 300 MPa



Abbildung 51 - Probenverlängerung während der Ermüdung von oligokristallinen 316LVM Runddrahtproben– Proben des Lasthorizonts 325 MPa



Abbildung 52 - Probenverlängerung während der Ermüdung von oligokristallinen 316LVM Runddrahtproben– Proben des Lasthorizonts 350 MPa



Abbildung 53 – Probenverlängerung während der Ermüdung von oligokristallinen 316LVM Runddrahtproben – Proben der Lasthorizonte 375 MPa und 400 MPa



Abbildung 54 – Darstellung einzelner Hysteresen der Probe #13 L 325 (Einlaufphase: 0-2000 Zyklen)



Abbildung 55 – Darstellung einzelner Hysteresen der Probe #13 L 325 (Detail)



Abbildung 56 - Wöhlerschaubild von oligokristallinen, 10% kaltverformten (Kornanzahl im Querschnitt unter 5) 316LVM Runddrahtproben; *RT - Raumtemperatur*


Abbildung 57 - Probenverlängerung während der Ermüdung von oligokristallinen, 10 % kaltverfestigten 316LVM Runddrahtproben – Proben der Lasthorizonte 200 MPa, 250 MPa, 300 MPa und 400 MPa



Abbildung 58 - Probenverlängerung während der Ermüdung von oligokristallinen, 10 % kaltverfestigten 316LVM Runddrahtproben –Proben des Lasthorizonts 450 MPa



Abbildung 59 - Probenverlängerung während der Ermüdung von oligokristallinen, 10 % kaltverfestigten 316LVM Runddrahtproben – Proben des Lasthorizonts 475 MPa



Abbildung 60 - Probenverlängerung während der Ermüdung von oligokristallinen, 10 % kaltverfestigten 316LVM Runddrahtproben – Proben des Lasthorizonts 500 MPa



Abbildung 61 - 0,2%-Dehngrenze der Blechproben über der Probenverlängerung. Zyklisches Kriechen auch bei Ermüdung bis zur Dehngrenze als Oberspannung



Abbildung 62 - Probenverlängerung während der Ermüdung von oligokristallinen 316LVM Blechproben. Die Proben wurden der der jeweiligen 0,2%-Dehngrenze als Oberspannung belastet



Abbildung 63 – Hysteresen nach unterschiedlichen Zyklen (Probe #6 B 72)



Abbildung 64 - Hysteresen nach unterschiedlichen Zyklen (Probe #7 B 250)



Abbildung 65 - Hysteresen nach unterschiedlichen Zyklen (Probe #8 B 306)



Abbildung 66 - Hysteresen nach unterschiedlichen Zyklen (Probe #9 B 164)



Abbildung 67 - Hysteresen nach unterschiedlichen Zyklen (Probe #10 B 249)



Abbildung 68 - Wöhlerschaubild der ermüdeten, oligokristallinen Flachdrähte im Vergleich zu den ermüdeten, oligokristallinen Runddrähten



Abbildung 69 - Probenverlängerung während der Ermüdung von oligokristallinen 316LVM Flachdrahtproben – Proben der Lasthorizonte 150 MPa, 175 MPa, 200 MPa und 250 MPa



Abbildung 70 – Bruchfläche einer nicht gekerbten, polykristallinen Runddrahtprobe (REM-Aufnahme)



Abbildung 71 - Bruchfläche einer nicht gekerbten, oligokristallinen Runddrahtprobe (REM-Aufnahme)



Abbildung 72 – Abgewinkelte Bruchfläche einer oligokristallinen Drahtprobe



Abbildung 73 – Schematische Zugkurve mit Angabe des qualitativen Verformungszustands der in den Abbildungen 71-76 dargestellten REM-Aufnahmen einer oligokristallinen Runddrahtprobe



Abbildung 74 – Erste sichtbare Gleitlinien in vereinzelten Körnern im Bereich der Dehngrenze (Abbildung 73)



Abbildung 75 – Ausgeprägte Gleitlinien vor Erreichen der Gleichmaßdehnung (Abbildung 73)



Abbildung 76 - Risse an der Probenoberfläche nach Beginn der Einschnürung (Abbildung 73)



Abbildung 77 – Detail aus Abbildung 76 – Rautenförmige Überlagerung der Gleitlinien im Bereich der Rissbildung (Mehrfachgleitung)



Abbildung 78 – Fortschreitendes Aufklaffen der Risse vor Probenbruch (Abbildung 73)



Abbildung 79 - Abgleiten der Bruchhälften (Abbildung 73)



Abbildung 80 – Wabenstruktur auf der Bruchfläche einer oligokristallinen Runddrahtprobe



Abbildung 81 - Wabenstruktur auf der Bruchfläche einer oligokristallinen Blechprobe



Abbildung 82 – Mehrfachgleitung neben der Bruchfläche einer oligokristallinen Blechprobe



Abbildung 83 – (a) IPF (b) KAM5°5R und (c) GOS-Mapping von einer mild gekerbten, oligokristallinen Runddrahtprobe – Bruchseite rechts (Messungen bereits verwendet in [79])



Schrittweite innerer Kreis = ½ x Schrittweite äußerer Kreis

Abbildung 84 – Die Kernel Average Misorientation hängt neben dem Kernelradius auch von der gewählten Schrittweite ab. Kleinere Schrittweiten glätten die Missorientierung benachbarter Messpunkte ab und führen zu einer geringeren KAM.



Abbildung 85 – In die {112}-Lage eingedrehte Körner (lila eingekreist) zeigen trotz starker Kornrotation (GOS 5-10°) eine geringe KAM an. Körner der {001}-Lage, welche nicht bereits in die {112}-Lage verdreht wurden (rote Kreise), zeigen eine hohe KAM an. Körner mit sehr hohem GOS (>10°, gelbe Kreise) zeigen im IPF-Mapping (a), gelbe, "mittel" orientierte, Anteile an, welche auf eine "mittlere" Ausgangsorientierung mit hohem Schmidfaktor schließen lassen. (Messungen bereits verwendet in [79])



Abbildung 86 - Schmid-Faktor Werte in der inversen Polfigur nach [80] (verändert)



Abbildung 87 – KAM-Mappings von mild gekerbten Runddrähten (oligo- und polykristallin) nach dem Zugversuch. Bruchseite rechts (Messungen bereits verwendet in [79]) - $KB = Kerbbreite, \emptyset - KG = \emptyset$ im Kerbgrund (beide zu Versuchsbeginn)



Abbildung 88 – Phasen-Mapping von mild gekerbten Runddrähten (oligo- und polykristallin) nach dem Zugversuch. Bruchseite rechts - KB = Kerbbreite, \emptyset - $KG = \emptyset$ im Kerbgrund (beide zu Versuchsbeginn)



Abbildung 89 – IPF-Mappings einer spitzgekerbten, oligokristallinen Blechprobe (Kerbbreite zu Versuchsbeginn= 1mm) im Anfangszustand und nach einsetzender Einschnürung. Die Probe zeigt bei Versuchsbeginn eine {111}-Textur (max. 2,37), welche sich bis zum Einschnürbeginn leicht verstärkt (max. 2,41). Eine besonders starke Kornrotation bis zum Einschnürbeginn zeigt das unten dargestellte Korn mit {213},{112},{212} und {102}-Anteilen (IPF unten rechts)



Abbildung 90 – (a) KAM5°5R- (b) GOS- und (c) Korngrenzen-Mappings einer spitzgekerbten, oligokristallinen Blechprobe (Kerbbreite zu Versuchsbeginn= 1mm) im Anfangszustand und nach einsetzender Einschnürung



Abbildung 91 – (a) Schmid-Faktor- und (b) Taylor-Faktor-Mappings einer spitzgekerbten, oligokristallinen Blechprobe (Kerbbreite zu Versuchsbeginn= 1mm) im Anfangszustand und nach einsetzender Einschnürung



Abbildung 92 - IPF-Mappings einer spitzgekerbten, oligokristallinen Blechprobe (Kerbbreite zu Versuchsbeginn= 2mm) im Anfangszustand und nach einsetzender Einschnürung. Die Probe besitzt bei Versuchsbeginn eine schwache {111} bzw. {101}-Textur (max. 1,555), welche bis zum Einschnürbeginn leicht verstärkt wird (max. 1,74)



Abbildung 93 - (a) KAM5°5R-, (b) GOS-, (c) Korngrenzen-, (d) Schmid-Faktor- und (e)Taylor-Faktor-Mappings einer spitzgekerbten, oligokristallinen Blechprobe (Kerbbreite zu Versuchsbeginn= 2mm) im Anfangszustand und nach einsetzender Einschnürung



Abbildung 94 - IPF-Mappings einer spitzgekerbten, oligokristallinen Blechprobe (Kerbbreite zu Versuchsbeginn= 4mm) im Anfangszustand und nach einsetzender Einschnürung. Die Probe besitzt bei Versuchsbeginn eine {111} bzw. {101}-Textur (max. 2,11), welche bis zum Einschnürbeginn leicht in Richtung der {111}-Lage verstärkt wird (max. 2,382)



Abbildung 95 - (a) KAM5°5R-, (b) GOS-, (c) Korngrenzen-, (d) Schmid-Faktor- und (e)Taylor-Faktor-Mappings einer spitzgekerbten, oligokristallinen Blechprobe (Kerbbreite zu Versuchsbeginn= 4mm) im Anfangszustand und nach einsetzender Einschnürung



Abbildung 96 – Image Quality mit überlagertem KAM5°5R-Mapping einer spitzgekerbten, oligokristallinen 316LVM Blechprobe. Die starke Deformation/Kornrotation während des Zugversuchs verschlechtert und verdreht Teile der Oberfläche zu stark, um dort auswertbare Pattern zu erhalten



Abbildung 97 – Die Bruchverlängerung der oligokristallinen spitzgekerbten Blechproben und der oligokristallinen, mild gekerbten Runddrähte nimmt mit steigender Kerbreite zu



Abbildung 98 – Die Bruchverlängerung der der oligokristallinen, mild gekerbten Runddrähte nimmt mit steigendem Durchmesser der Runddrähte im Kerbgrund zu



Abbildung 99 – Die Kerbbreite zeigt keine Auswirkungen auf die Zugfestigkeit (Oligokristalline, spitzgekerbte Blechproben)



Abbildung 100 – Wöhlerdiagramme der beiden Zustände (**schwarz**) oligokristallin, grobkorngeglüht und (**rot**) oligokristallin, 10% kaltverformt im Vergleich



Abbildung 101 – Geringstes zyklisches Kriechen bei 10% kaltverfestigten Durchläuferrunddrahtproben



Abbildung 102 – REM Aufnahme eines nach 1,955 Millionen Zyklen gebrochenen, oligokristallinen 316LVM Runddrahts. Beulenstruktur im gesamten Messbereich des Drahts.



Abbildung 103 – REM Aufnahme eines nach 252 Zyklen gebrochenen, oligokristallinen, 10% kaltverfestigten 316LVM Runddrahts. Beulenstruktur im gesamten Messbereich des Drahts. Links: geschliffener Bereich für EBSD-Untersuchung nach vorherigem Drehen des geschliffenen Drahtbereichs in Richtung des Polschuhs



Abbildung 104 – Kreuzende Gleitlinien auf einem gebrochenem, oligokristallinem 316LVM Runddraht nach Ermüdungsbeanspruchung



Abbildung 105 – Gleitlinien auf einem gebrochenen, oligokristallinen, 10% kaltverfestigten 316LVM Runddraht nach Ermüdungsbeanspruchung



Abbildung 106 – REM Aufnahme einer repräsentativen Bruchfläche eines oligokristallinen Runddrahts nach ausgeprägtem zyklischen Kriechen während der Drahtermüdung



Abbildung 107 – REM Aufnahme einer repräsentativen Bruchfläche eines oligokristallinen, 10% kaltverfestigten Runddrahts nach ausgeprägtem zyklischen Kriechen während der Drahtermüdung. Die starke Einschnürung aus der Kaltverfestigung führt zu frühem Versagen (hier nach 500 Zyklen)



Abbildung 108 – Schema der Rissausbreitung in einem großen (links) und kleinen (rechts) Korn während der Ermüdung (nach Donnelly [35] und Wiersma et al. [91]).



Abbildung 109 – REM Aufnahme einer repräsentativen Bruchfläche eines oligokristallinen, 10% kaltverfestigten Runddrahts nach 530.000 Zyklen und geringem zyklischen Kriechen während der Drahtermüdung



Abbildung 110 – IPF-Mappings von gebrochenen, oligokristallinen 316LVM-Runddrähten nach Ermüdung: Oberspannung bei (a) 300 MPa (b) 300 MPa (c) 350 MPa (d) 375 MPa



Abbildung 111– IPF-Mapping mit Missorientierungsprofil eines Bruchkorns und der direkten Umgebung (oben) und Darstellung der Ausschmierung der Kornorientierung des Bruchkorns (unten). Das Korn besitzt in allen Bereichen einen hohen Schmid-Faktor (>0,44).



Abbildung 112 – EBSD-Mappings von einer Durchläuferprobe der oligokristallinen Runddrähte. Oberspannung bei 350 MPa (a) IPF (b) KAM5°5R-, (c) GOS-, (d) IQ+Korngrenzen-, (e) Schmid-Faktor- und (f) Taylor-Faktor-Mappings. Die Orientierungsverteilung (bei a) zeigt eine {111}-Textur.



Abbildung 113 – KAM5°5R-Mappings von gebrochenen, oligokristallinen 316LVM-Runddrähten nach Ermüdung: Oberspannung bei (a) 300 MPa (b) 300 MPa (c) 350 MPa (d) 375 MPa



Abbildung 114 – GOS-Mappings von gebrochenen, oligokristallinen 316LVM-Runddrähten nach Ermüdung: Oberspannung bei (a) 300 MPa (b) 300 MPa (c) 350 MPa (d) 375 MPa



Abbildung 115 – IQ+ Korngrenzen-Mappings von gebrochenen, oligokristallinen 316LVM-Runddrähten nach Ermüdung: Oberspannung bei (a) 300 MPa (b) 300 MPa (c) 350 MPa (d) 375 MPa


Abbildung 116 – IPF-Mappings von gebrochenen, oligokristallinen, 10%-kaltverfestigten 316LVM-Runddrähten nach Ermüdung: Oberspannung bei (a) 475 MPa (b) 500 MPa (c) 500 MPa



Abbildung 117 – KAM5°5R-Mappings von gebrochenen, oligokristallinen, 10%-kaltverfestigten 316LVM-Runddrähten nach Ermüdung: Oberspannung bei (a) 475 MPa (b) 500 MPa (c) 500 MPa



Abbildung 118 – GOS-Mappings von gebrochenen, oligokristallinen, 10%-kaltverfestigten 316LVM-Runddrähten nach Ermüdung Oberspannung bei (a) 475 MPa (b) 500 MPa (c) 500 MPa



Abbildung 119 – IQ+Korngrenzen-Mappings von gebrochenen, oligokristallinen, 10%-kaltverfestigten 316LVM-Runddrähten nach Ermüdung: Oberspannung bei (a) 475 MPa (b) 500 MPa (c) 500 MPa



Abbildung 120 – IPF-Mappings von nicht gebrochenen, oligokristallinen, 10%-kaltverfestigten 316LVM-Runddrähten nach Ermüdung: Oberspannung bei (a) 450 MPa (b) 450 MPa (c) 475 MPa und (d) 500 MPa. Die IPF (rechts) zeigen für alle Proben eine {111}-Textur (2,089 - 2,86)



Abbildung 121 – KAM5°5R-Mappings von nicht gebrochenen, oligokristallinen, 10%-kaltverfestigten 316LVM-Runddrähten nach Ermüdung: Oberspannung bei (a) 450 MPa (b) 450 MPa (c) 475 MPa und (d) 500 MPa



Abbildung 122 – GOS-Mappings von nicht gebrochenen, oligokristallinen, 10%-kaltverfestigten 316LVM-Runddrähten nach Ermüdung: Oberspannung bei (a) 450 MPa (b) 450 MPa (c) 475 MPa und (d) 500 MPa



Abbildung 123 – IQ+Korngrenzen-Mappings von nicht gebrochenen, oligokristallinen, 10%-kaltverfestigten 316LVM-Runddrähten nach Ermüdung: Oberspannung bei (a) 450 MPa (b) 450 MPa (c) 475 MPa und (d) 500 MPa



Abbildung 124 – Textur von oligokristallinen, nicht kaltverfestigten Runddrähten: (a) IPF- und (b) GOS-Mapping einer bei 375MPa Oberspannung frühzeitig (2200 Zyklen) gebrochenen Runddrahtprobe und (c) IPF und (d) GOS-Mapping einer nicht gebrochenen Probe. Die nicht gebrochene Probe in (c) und (d) zeigt eine stärkere Texturierung (IPF unten rechts; max.2,728), als die gebrochene Probe aus (a) und (b) auf (IPF unten links; max.2,438).



Abbildung 125 – TEM-Hellfeld Aufnahme einer ermüdeten Runddrahtprobe. Beginnende Versetzungszellbildung



Abbildung 126 – TEM-Hellfeld Aufnahme einer ermüdeten Runddrahtprobe. Überkreuzte Zwillinge erkennbar



Abbildung 127 – Hellfeld- (links) und Dunkelfeld (rechts) Aufnahme von sich überkreuzenden Zwillingen



Abbildung 128 – Beugungsbild aus dem zentralen Bereich der Abbildung 127 (roter Kreis) mit sichtbaren Doppelreflexen



Abbildung 129 – IPF-Mappings von Probe #6 B 72 nach 0-1000 Zyklen. "Mittel"-orientiertes Korn dreht sich nach einem Zyklus in die {112}-Lage ein (siehe IPF rechts, roter Pfeil).



Abbildung 130 – KAM5°5R-Mappings von Probe #6 B 72 nach 0-1000 Zyklen.



Abbildung 131 – GOS-Mappings von Probe #6 B 72 nach 0-1000 Zyklen.



Abbildung 132– IQ+Korngrenzen-Mappings von Probe #6 B 72 nach 0-1000 Zyklen.



0.0 0.0 0.0 0.0 1.0 0.0 0.0 0.0 0.0 Min Max 0.275 0.3 0.3 0.35 0.35 0.4 0.4 0.44 0.44 0.46

0.46

0.48

0.48

0.5

Abbildung 133 – Schmid-Faktor-Mappings von Probe #6 B 72 nach 0-1000 Zyklen.



Abbildung 134 – Taylor-Faktor-Mappings von Probe #6 B 72 nach 0-1000 Zyklen.



Abbildung 135 – IPF-Mappings von Probe #7 B 250 nach 0-1000 Zyklen. "Mittel"-orientiertes Korn dreht sich nach einem Zyklus in die {113}-Lage ein und schmiert ab dem 100. Zyklus aus (siehe IPF rechts, rote Pfeile).



Abbildung 136 – KAM5°5R-Mappings von Probe #7 B 250 nach 0-1000 Zyklen.



Abbildung 137 – GOS-Mappings von Probe #7 B 250 nach 0-1000 Zyklen.



Abbildung 138 – IQ+Korngrenzen-Mappings von Probe #7 B 250 nach 0-1000 Zyklen.



Abbildung 139 – Schmid-Faktor-Mappings von Probe #7 B 250 nach 0-1000 Zyklen.



Abbildung 140 – Taylor-Faktor-Mappings von Probe #7 B 250 nach 0-1000 Zyklen.



Abbildung 141 – IPF-Mappings von Probe #8 B 250 nach 0-1000 Zyklen. Ein Teil des {103]-nahen Korns dreht sich zwischen dem 100, und 1000.Zyklus in die {113}-Lage ein und (siehe IPF rechts, roter Pfeil).



Abbildung 142 – KAM5°5R-Mappings von Probe #8 B 250 nach 0-1000 Zyklen.



Abbildung 143 – GOS-Mappings von Probe #8 B 250 nach 0-1000 Zyklen.



Abbildung 144 – IQ+Korngrenzen-Mappings von Probe #8 B 250 nach 0-1000 Zyklen.



Abbildung 145 – Schmid-Faktor-Mappings von Probe #8 B 250 nach 0-1000 Zyklen.



Abbildung 146 – Taylor-Faktor-Mappings von Probe #8 B 250 nach 0-1000 Zyklen.



Abbildung 147 – IPF-Mappings von Probe #9 B 164 nach 0-1000 Zyklen. IPF rechts zeigen keine nennenswerte Kornverdrehung



Abbildung 148 – KAM5°5R-Mappings von Probe #9 B 164 nach 0-1000 Zyklen.



Abbildung 149 – GOS-Mappings von Probe #9 B 164 nach 0-1000 Zyklen.

Max



Abbildung 150 – IQ+Korngrenzen-Mappings von Probe #9 B 164 nach 0-1000 Zyklen.



Abbildung 151 – Schmid-Faktor-Mappings von Probe #9 B 164 nach 0-1000 Zyklen.



Abbildung 152 – Taylor-Faktor-Mappings von Probe #9 B 164 nach 0-1000 Zyklen.



Abbildung 153 – IPF-Mappings von Probe #10 B 249 nach 0-1000 Zyklen. IPF rechts zeigen eine kontinuierliche, geringfügige Kornrotation der "mittel" und {001}-nahen Körner


Abbildung 154 – KAM5°5R-Mappings von Probe #10 B 249 nach 0-1000 Zyklen.



Abbildung 155 – GOS-Mappings von Probe #10 B 249 nach 0-1000 Zyklen.

Min

Max



Abbildung 156 – IQ+Korngrenzen-Mappings von Probe #10 B 249 nach 0-1000 Zyklen.



Abbildung 157 – Schmid-Faktor-Mappings von Probe #10 B 249 nach 0-1000 Zyklen.



Abbildung 158 – Taylor-Faktor-Mappings von Probe #10 B 249 nach 0-1000 Zyklen.







Abbildung 159 – TEM Hellfeld Aufnahmen an einer FIB-Lamelle aus dem stark rotierten Korn in Probe #6 B 72



Abbildung 160 – IPF-Mappings von Probe #1 FD 250 nach 0 und 2130 Zyklen (Bruch). Die IPF unten zeigen eine deutliche Verstärkung der Textur von max. 2,343 bei 0 Zyklen und max. 3,434 nach Versuchsende/Probenbruch. Dabei ist ein verstärktes Eindrehen in die {111}-Lage erkennbar.



Abbildung 161 – KAM5°5R-Mappings von Probe #1 FD 250 nach 0 und 2130 Zyklen (Bruch).



Abbildung 162 – GOS-Mappings von Probe #1 FD 250 nach 0 und 2130 Zyklen (Bruch).



Abbildung 163 – Schmid-Faktor-Mappings von Probe #1 FD 250 nach 0 und 2130 Zyklen (Bruch).



Abbildung 164 – Taylor-Faktor-Mappings von Probe #1 FD 250 nach 0 und 2130 Zyklen (Bruch).





Abbildung 165 – IPF-Mappings von Probe #4 FD 150 nach 0 bis 10 Mio. Zyklen (kein Probenbruch). Die IPF unten zeigen eine deutliche Schwächung der Textur von max. 3,000 bei 0 Zyklen und max. 1,875 nach Versuchsende (10 Mio. Zyklen).



Abbildung 166 – KAM5°5R-Mappings von Probe #4 FD 150 nach 0 bis 10 Mio. Zyklen (kein Probenbruch).



Abbildung 167 – GOS-Mappings von Probe #4 FD 150 nach 0 bis 10 Mio. Zyklen (kein Probenbruch).



Abbildung 168 – Schmid-Faktor-Mappings von Probe #4 FD 150 nach 0 bis 10 Mio. Zyklen (kein Probenbruch).



Abbildung 168 – Taylor-Faktor-Mappings von Probe #4 FD 150 nach 0 bis 10 Mio. Zyklen (kein Probenbruch).



Abbildung 170 – Δ GOS der Flachdrahtproben ermittelt nach 0 Zyklen und nach Probenbruch bzw. 10. Mio. Zyklen. Schmid-Faktor aus dem Ausgangszustand (0 Zyklen) entnommen



Abbildung 171 – Δ GOS der Flachdrahtproben ermittelt nach 0 Zyklen und nach Probenbruch bzw. 10. Mio. Zyklen. Taylor-Faktor aus dem Ausgangszustand (0 Zyklen) entnommen



Abbildung 172 – Gleitlinien auf Probe #4 FD 150 nach 10Mio. Zyklen zugeordnet zum IPF- und Schmid-Faktor-Mapping (Korn 1-2)

6 Abbildungen



Abbildung 173 – Gleitlinien auf Probe #4 FD 150 nach 10Mio. Zyklen zugeordnet zum IPF- und Schmid-Faktor-Mapping (Korn 3-4)

6 Abbildungen



Abbildung 174 – Gleitlinien auf Probe #4 FD 150 nach 10Mio. Zyklen zugeordnet zum IPF- und Schmid-Faktor-Mapping (Korn 5-6)

6 Abbildungen



Abbildung 175 – Gleitlinien auf Probe #4 FD 150 nach 10Mio. Zyklen zugeordnet zum IPF- und Schmid-Faktor-Mapping (Korn 7)

7 Tabellen

Herstel-	Zapp Medical	Alloy Wire	Vogelsang Edelstähle		
ler/Händ-	Alloys GmbH	International	(Hage	n, GER)	
ler	(Schwerte,	(Brierley Hill,		. ,	
	GER)	UK)			
marktübli-					-
che Be-		316L ^v	√M		
zeichnung					
Form	Blech	Flachdraht	Runddraht	Runddraht	
	s=1mm	0,5 x 0,2 mm	Ø =	Ø = 0,45mm	
			0,95mm		
					DIN ISO
	Chemische	Zusammensetzu	ing (Gew%)		5832-1
С	0,015	0,012	0,008	0,030	<=0,03
Cr	17,6	17,35	17,81	18,1	17,0-19,0
Cu	0,12	0,06	0,192	<0,5	<0,5
Fe	Rest	Rest	Rest	Rest	Rest
Mn	1,67	1,9	1,7	1,3	<2,0
Мо	2,8	2,76	2,82	2,8	2,25-3,0
N	0,083	0,084	<0,1	0,04	<0,1
Ni	14,26	14,46	14,02	14,0	13,0-15,0
Р	0,019	0,015	0,019	0,020	<0,025
S	0,001	0,001	0,001	0,005	<0,01
Si	0,5	0,4	0,35	0,4	<1,0

Tabelle 1: Bezeichnung und chemische Zusammensetzung der untersuchten Proben

Drahtgeo-	Temperatur-	Stromspan-	Stromstärke	Argongas-	Glühdauer
metrie	bereich	nung		druck	
[mm]	[°C]	[V]	[A]	[bar]	[s]
Ø 0,95	1050-1150	10,8	17,8	1,25	320
Ø 0,45	1050-1150	18,1	8,1	1,25	160
0,5 x 0,2	1050-1150	17,6	7,7	1,25	160

 Tabelle 2: Wärmebehandlungsparameter zum konduktiven Grobkornglühen von AISI 316LVM

 Drähten

Tabelle 3: Parameter zum elektrolytischen polieren (eP) und elektrolytischen Abtragen (eA) von Ø 0,95mm AISI 316LVM-Drähten (Spannungsquelle: Power Supply SM 35-45, Delta Elektronika, Zierikzee, Niederlande)

Methode	Temperatur	Elektrolyt	Stromspan-	Polierdauer
			nung	
	[°C]		[V]	[s]
Elektrolytisches	20	1100ml H3PO4	12,2	20
Polieren		(85-%ig)		
		+ 700ml H2SO4 (96-%ig)		
Elektrolytisches	20	1100ml H3PO4	9,0	Abhängig von
Abtragen		(85-%ig)		Kerbform, muss
		+		Mikroskopisch kon-
		700ml H2SO4		trolliert werden
		(96-%ig)		

Tabelle 4: Parameter zum elektrolytischen polieren (eP) und elektrolytischen Abtragen (eA) AISI316LVM-Drähten Blechproben bei Raumtemperatur (Spannungsquelle: Power Supply SM 35-45,Delta Elektronika, Zierikzee, Niederlande)

Methode	Zweck	Elektrolyt	Stromspan-	Polier-
			nung	dauer
			[V]	[s]
Elektrolytisches	zur Kantenglättung	1100ml H3PO4	23	35-45
Polieren		(85-%ig)		
Elektrolytisches	EBSD Präparation	+	16-23	15-20
Polieren		700ml H2SO4 (96-%ig)		

Tabelle 5: Vickershärte (u.a. HV0,05|15 und HV10|15) verschiedener Zustände von 316LVM

Zustand	Vickershärte
Kaltgezogen (polykristalliner Draht)	281 ± 14 HV0,05
Grobkorngeglüht (oligokristalliner Draht)	163 ± 7 HV0,05
<100>-Korn aus [76] (kaltumgeformt)	296 HV0,05
<111>-Korn aus [76] (kaltumgeformt)	370 HV0,05
Geglüht [75]	160-200 HV
Vollständig kaltverfestigt [75]	430 HV

WBH –	Probenart	Mikro-	R _{p0,2%} -	Zugfestig-	Bruchdeh-
Zustand		struktur Dehngrenze		keit	nung A _{ges}
			[MPa]	[MPa]	[%]
kv	Standardflach-	р	933*	1016*	17,9*
	zugprobe [76]				
lg	Standardflach-	р	375**	717**	40**
	zugprobe [76]				
lg	Runddraht	р	380 ± 16	789 ± 1	85 ± 3
gg	Runddraht	О	163 ± 43	410 ± 105	34 ± 14
kv	Runddraht	0	645	804	7
gg	Blech-/Flach-	о	199 ± 95	412 ± 133	81 ± 0,2***
	probe				

 Tabelle 6: Ausgewählte Kennwerte (nach [74]) mit Standardabweichung (falls verfügbar) aus den durchgeführten Zugversuchen an nicht gekerbten 316LVM Proben

WBH – Wärmebehandlung, kv – kaltverfestigt, lg – lösungsgeglüht, gg – grobkorngeglüht, o – oligokristallin (weniger als 5 Körner im Drahtquerschnitt), p – polykristallin

*Zuggeschwindigkeit: 8 %/s, **Zuggeschwindigkeit 10%/s

***Dehnung auch außerhalb der Referenzmesslänge erfasst

Mikro- struktur	Kerb- breite	Ø im Kerbgrund	Kerbform- zahl α	R _{p0,2%} - Dehn- grenze	Zugfestig- keit	Bruchver- länge- rung
	[mm]	[mm]		[MPa]	[MPa]	[µm]
р	2	0,5	1,027094964	480	703	552
р	2	0,74	1,016070052	414	686	1732
р	4	0,51	1,003848207	452	665	663
р	4	0,75	1,00214498	361	699	2110
o/p	2	0,51	1,027039751	410	750	550
o/p	2	0,77	1,015241734	360	727	2360
o/p	4	0,52	1,003854797	375	654	841
o/p	4	0,78	1,002370786	270	595	2704
0	2	0,51	1,027855985	260	480	461
0	2	0,76	1,016375236	185	482	2041
0	4	0,48	1,003623592	138	420	1015
0	4	0,73	1,002060798	157	460	2483

Tabelle 7: Ausgewählte Kennwerte (nach [74] aus den durchgeführten Zugversuchen an gekerbten316LVM Drähten

o – oligokristallin (weniger als 5 Körner im Drahtquerschnitt), o/p – zwischen oligo- und polykristallin (weniger als 5-15 Körner im Drahtquerschnitt,) p – polykristallin

Tabelle 8: Ausgewählte Kennwerte (nach [74] aus den durchgeführten Zugversuchen an gekerbten316LVM Blech-/Flachproben

Mikro- struktur	Kerb- breite [mm]	Quer- schnitt im Kerbgrund [mm]	Zugfes- tigkeit [MPa]	Bruchver- längerung [µm]	Bruch- dehnung* [%]
0	1	0,5x0,5	675	424	4,24
0	2	0,5x0,5	691	593	5,93
0	4	0,5x0,5	695	883	8,83

o – oligokristallin (weniger als 5 Körner im Drahtquerschnitt)

*bei Annahme einer Referenzmesslänge von 10 mm

Tabelle 8: Daten aus dem Wöhlerschaubild (Abbildung 46) für oligokristalline Runddrähte und oli gokristalline, 10% kaltverfestigte Runddrähte

Runddrähte oligokristallin		Rundd 10	rähte oligokris % kaltverfest	stallin + tigt	
Proben- nummer	Bruch- lastspiel- zahl*	Ober- spannung	Proben- nummer	Bruchlast- spielzahl*	Ober- spannung
		[MPa]			[MPa]
1	2.000.000	200	2	2.000.000	200
20	2.000.000	200	3	2.000.000	200
31	2.000.000	200	4	2.000.000	250
32	2.000.000	200	15	2.000.000	250
33	2.000.000	250	5	2.000.000	300
34	2.000.000	250	28	2.000.000	300
35	2.000.000	250	24	2.000.000	400
36	2.000.000	250	45	2.000.000	450
37	2.000.000	250	16	2.000.000	450
16	10	275	34	2.000.000	450
19	177.000	275	37	2.000.000	450
17	2.000.000	275	41	50	475
18	2.000.000	275	39	252	475
38	2.000.000	275	27	393	475
25	2	300	44	529.719	475
12	673	300	6	2.000.000	475
3	1.878	300	17	2.000.000	475
4	1.995.000	300	36	68	500

5	2.000.000	300	23	345	500
26	9	325	12	494	500
30	20	325	18	754	500
14	700	325	14	1.737	500
23	1.300	325	35	692.821	500
15	2.000	325	33	2.000.000	500
13	2.000.000	325			
29	500	350			
10	3.158	350			
11	30.600	350			
9	2.000.000	350			
22	2.000.000	350			
24	2.000.000	350			
28	680	375			
8	2.200	375			
2	2.500	375			
27	3.000	400			

*Proben mit 2 Mio. Lastzyklen sind Durchläufer und nicht während der Ermüdungsversuche gebrochen

Prol	pennum	nmer	Bruchlastspielzahl*	Oberspannung [MPa]
#4	FD	150	10.000.000	150
#7	FD	175	20.023	175
#2	FD	200	1150	200
#3	FD	200	1864	200
#1	FD	250	2130	250

Tabelle 9: Daten aus dem Wöhlerschaubild (Abbildung 68) für oligokristalline Flachdrähte

*Proben mit 10 Mio. Lastzyklen sind Durchläufer und nicht während der Ermüdungsversuche gebrochen

8 Literaturverzeichnis

- S. Weiß, B. Mitevski; "Microstructure and Deformation of Coronary Stents from CoCr-Alloys with Different Designs", Materials (2015), 8(5), 2467-2479; doi:10.3390/ma8052467
- [2] S. Weiß, "Einfluss der Wenigkristallinität auf das Verformungsverhalten von Werkstoffen und Bauteilen der Medizintechnik" Habilitation Thesis, University of Duisburg-Essen (2008) VDI-Fortschr. Bericht Reihe 5 Nr. 734 VDI-Verlag, Düsseldorf, Germany (2008)
- [3] Bosch Presse. (Veröffentlichungsdatum: 18.02.2015). http://www.boschpresse.de/pressportal/de/de/fuenf-milliarden-mems-sensoren-von-bosch-42857.html - Abrufdatum 28.03.2018
- [4] W. Merlijn van Spengen; "Static crack growth and fatigue modeling for silicon MEMS", Sensors and Actuators A: Physical, Vol. 183, Aug 2012, S. 57-68
- [5] S.M. Allameh, J. Lou, F. Kavishe, T. Buchheit, W.O. Soboyejo; An investigation of fatigue in LIGA Ni MEMS thin films, Materials Science and Engineering: A, Vol. 371, Ausgaben 1–2, 25. April 2004, S. 256-266
- [6] Y. Yang, B.I. Imasogie, S.M. Allameh, B. Boyce, K. Lianc, J. Loua, W.O. Soboyejo; "Mechanisms of fatigue in LIGA Ni MEMS thin films", Materials Science and Engineering: A, Vol. 444, Ausgaben 1–2, 25. Jan. 2007, S.39-50
- B. Zhang, L. Lei, J. Yang, X. Guo, G. Zhang; "Fatigue properties of titanium alloy thin foils for MEMS applications", Materials Letters, Vol. 89, 15. Dez 2012, S.302-304
- [8] A.R. Maligno, D.C. Whalley, V.V. Silberschmidt; "Thermal fatigue life estimation and delamination mechanics studies of multilayered MEMS structures", Microelectronics Reliability, Volume 52, Ausgabe 8, Aug 2012, S: 1665-1678

- [9] O. Perroud, R. Vayrette, C. Rivero, O. Thomas, O. Ulrich; "X-ray microbeam strain investigation on Cu–MEMS structures", Microelectronic Engineering, Volume 87, Ausgabe 3, Mar 2010, S. 394-397
- [10] N. Jackson, O. Z. Olszewski, C. O'Murchu, A. Mathewson; "Shock-induced aluminum nitride based MEMS energy harvester to power a leadless pacemaker", Sensors and Actuators A: Physical, Vol. 264, 1. Sep 2017, S. 212-218
- [11] S.M. Spearing; "Materials issues in microelectromechanical systems (MEMS)", Acta Materialia, Volume 48, Ausgabe 1, 1. Jan 2000, S.179-196
- [12] Meißner A.; "Mechanische Eigenschaften wenigkristalliner Strukturen" PhD Thesis, University of Duisburg-Essen (2006) VDI-Fortschr. Bericht Reihe 5 Nr. 731 VDI-Verlag, Germany (2006)
- E.O. Hall; "The Deformation and Ageing of Mild Steel: III Discussion of Results".
 Proc. Phys. Soc. London. (1951) 64: 747–753. doi:10.1088/0370-1301/64/9/303
- [14] N.J. Petch; "The Cleavage Strength of Polycrystals". J. Iron Steel Inst. London. (1953) 173: 25–28.
- [15] A. Meißner, S. Weiss, H. Brauer, A. Fischer: Pecularities in Stent Fatigue Testing (Proc.Conf.) Fatigue 2006, 9th Int. Fatigue Congress, Atlanta GA, USA, 14.-19.
 Mai 2006, Elsevier Ltd., UK (2006) CD:FT447
- [16] A. Meißner, A. Fischer: Beitrag zur Untersuchung des Ermüdungsverhaltens von Koronarstents. Materialwissenschaft und Werkstofftechnik 36 (12) (2005) S. 788-794.
- [17] A. Meißner, A. Fischer: Prüfung des Ermüdungsverhaltens ballonexpandierbarer koronarer Stents. Biomedizinische Technik, 49 (2004) (suppl. 2) S. 542.
- [18] S. Weiß, A. Meißner, A. Fischer: Zyklische Beanspruchung und Mikrostruktur von koronaren Stents. Tagungsband Werkstoffprüfung 2006: Fortschritte der Kennwertermittlung, Hrsg. Borsutzki M., Geisler S., ISBN: 978-3-514-00734-5, (2006) S. 463 – 468.

- [19] S. Weiß, A. Meißner; "Ermüdung und Mikrostruktur von koronaren Stents Materialwissenschaft und Werkstofftechnik" 37 (09) (2006) S. 755-761.
- [20] E. Donelly, "Geometry effect in the fatigue behaviour of microscale 316L stainless steel specimens" PhD Thesis, National University of Ireland, Galway (2012); URI: http://hdl.handle.net/10379/3029
- [21] OIM DataAnalysisTM (OIM Analysis 5.3) Manual, Ametek GmbH, EDAX Division, Kreuzberger Ring 6, D-65205 Wiesbaden, 2012. (Veröffentlichungsjahr: 2007), http://www.material.ntnu.no/ebsd/EBSD/OIM%20Analysis%205_3%20%20Manual.pdf (Abrufdatum: 29.03.2018)
- [22] G. Gottstein: "Physikalische Grundlagen der Materialkunde." Berlin u.a., Springer Verlag (1998)
- [23] G. I. Taylor; "Plastic strain in metals", J. Inst. Metals, (1938) 62, S. 307-324
- [24] E. Hornbogen, H. Warlimont, Metallkunde; "Aufbau und Eigenschaften von Metallen und Legierungen", Springer-Verlag, 02.07.2013 – S.104
- [25] E. Arzt; "Size effects in materials due to microstructural and dimensional constraints: A comparative review." Acta mater. (1998) 46(16): 5611-5626
- [26] B.P. Murphy, H. Cuddy, F.J. Harewood, T. Connolley, P.E. McHugh; "The influence of grain size on the ductility of micro-scale stainless steel stent struts." Journal of Materials Science: Materials in Medicine 17(1) (2006): 1-6
- [27] T. Connolley, P.E. McHugh, M. Bruzzi; "A review of deformation and fatigue of metals at small size scales." Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct. 28 (2005), S. 1119 – 1152
- [28] R. Hofbeck, K. Hausmann, B. Ilschner, H.U. Kunzi; "Fatigue of very thin copper and gold wires." Scripta metallurgica (1986) 11: 1601-1605
- [29] A. Wimmer, A. Leitner, T. Detzel, W. Robld, W. Heinz, R. Pippan, G. Dehm;
 "Damage evolution during cyclic tension-tension loading of micron-sized Cu lines", Acta Materialia, Volume 67, April 2014, S. 297-307

- [30] B.P. Murphy, P. Savage, P.E. MHugh, D.F. Quinn; "The stress-strain behavior of coronary stent struts is size dependent.", Annals of Biomedical Engineering (2003) 31: 686-691
- [31] B.P. Murphy, H. Cuddy, F.J. Harewood, T. Connolley, P.E. McHugh; "The influence of grain size on the ductility of micro-scale stainless steel stent struts.", Journal of Materials Science: Materials in Medicine (2006) 17(1): 1-6
- [32] E. Donnelly, F.M. Weafer, T. Connolley, P.E. McHugh, M.S. Bruzzi; "Experimental investigation into the size effect on the microscale fatigue behaviour of 316L stainless steel", International Journal of Fatigue, Volume 95, Feb 2017, S. 1-7
- [33] E. Macherauch, H.W. Zoch; "Praktikum in Werkstoffkunde", Springer Fachmedien Wiesbaden, 2014, S. 57-64, DOI: https://doi.org/10.1007/978-3-658-05038-2
- [34] C. Colliex, H. Kohl; "Elektronenmikroskopie: eine anwendungsbezogene Einführung", Wiss. Verlag-Ges. Stuttgart, 2008.
- [35] E. Hornbogen, B. Skrotzki; "Mikro- und Nanoskopie der Werkstoffe", 3 ed., Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 2009.
- [36] P.F. Schmidt; "Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse", expert-Verlag GmbH, Fachverlag für Wirtschaft und Technik, 2012
- [37] Denka, http://www.denka.us.com/services/electronic-products-department/denka-tfe/ , Abrufdatum: 20.06.2017
- [38] P. Statham, J. Holland; "Prospects for higher spatial resolution quantitative X-ray analysis 3724 using transition element L-lines", IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 3725 2014.
- [39] P.F. Schmidt; "Praxis der Rasterelektronenmikroskopie und Mikrobereichsanalyse", 3719 expert-Verlag GmbH, Fachverlag für Wirtschaft und Technik, 2012.
- [40] Universität Kiel, http://www.tf.uni-kiel.de/servicezentrum/neutral/praktika/anleitungen/b504.pdf, Abrufdatum: 21.06.2017

- [41] J. Bauch, R. Rosenkranz; "Physikalische Werkstoffdiagnostik: Ein Kompendium wichtiger Analytikmethoden f
 ür Ingenieure und Physiker", Springer-Verlag, 13.03.2017 - S.60
- [42] W.L. Bragg; "The Diffraction of Short Electromagnetic Waves by a Crystal", Proceedings of the Cambridge Philosophical Society, 17 (1913) 43-57
- [43] W.H. Bragg, W.L. Bragg; "Die Reflexion von Röntgen-Strahlen durch Kristalle", Zeitschrift für anorganische Chemie, 90 (1914) 169-181
- [44] A.J. Schwartz, M. Kumar, B.L. Adams; "Electron Backscatter Diffraction in Materials Science", Kluwer Academic, 2000.
- [45] O. Engler; "Einzelorientierungsmessungen zur Untersuchung der Rekristallisation in Aluminium-Legierungen", Habilitaton RWTH Aachen (1996)
- [46] P.V.C. Hough; "Method and means for recognizing complex patterns", U.S. Patent 3,069,654, Dec. 18, 1962
- [47] J. Hansen, J. Pospiech, K. Lücke; "Tables for Texture Analysis of Cubic Crystals", Springer Berlin Heidelberg, 1978
- [48] U. F. Kocks, C. N. Tomé, H. -R. Wenk; "Texture and Anisotropy: Preferred Orientations in Polycrystals and Their Effect on Materials Properties", Cambridge University Press, 15.08.2000 – S.69
- [49] G. Ibe, K. Lücke, "Description of Orientation Distributions of Cubic Crystals by Means of 3-D Rotation Coordinates," Texture, Vol. 1, Nr. 2, S. 87-98, 1972. doi:10.1155/TSM.1.87
- [50] J. Pospiech; "Die Parameter der Drehung und die Orientierungsverteilungsfunktion (OVF)", Crystal Research& Technology Vol.7 Nr. 9, S.1057-1072, 1972 https://doi.org/10.1002/crat.19720070908
- [51] Hempel Special Metals GmbH; https://hempel-metals.com/de/14441-316LVM-Dental.htm, Abrufdatum: 01.04.2018

- [52] Fine Tubes Ltd.; http://www.finetubes.de/produkte/materialien/edelstahlrohre/legierung-316lvm-wnr-1.4441/, Abrufdatum: 01.04.2018
- [53] H.F. Hildebrand, C. Veron, P. Martin; "Nickel, chromium, cobalt dental alloys and allergic reactions, an overview." Biomaterials 10 (1989), S. 545.
- [54] G. Hochörteler, J. Bernauer, K. Kriszt; "Corrosion behaviour and nickel release of alloys with various nickel contents", Materials for Medical Engineering, Euromat 99, Vol. 2, Wiley (2000), S. 205.
- [55] The European Parliament; "The European Directive restricting the use of Nickel", Annex 1 zu 76/769/EEC, (Juni 1994)
- [56] V.G. Gavriljuk, H. Berns; "High Nitrogen Steels: Structure, Properties, Manufacture, Applications", Springer, Berlin, Heidelberg, New York, 1999.
- [57] E. Werner; "Solid-Solution and grain-size hardening of nitrogen-alloyed austenitic stainless steels", Materials Science and Engineering A 101 (1988), S. 93–98
- [58] L. A Norström; "The influence of nitrogen and grain size on yield strength in type AISI 316L austenitic stainless steels." Metal Sci. 11 (1977), Nr. 6, S. 208-212
- [59] K.J. Irvine, T. Gladman, F. B. Pickerin; "The strength of austenitic stainless steels." JISI 199 (1969), Nr.2, S. 153-175
- [60] M.O. Speidel; "Nanograin size, high-nitrogen austenitic stainless steels." Z. Metallkunde 94(2003), Nr.6, S.719-722
- [61] J.B. Vogt, S. Degallaix, J. Foct; "Low cycle fatigue life enhancement of 316 L stainless steel by nitrogen alloying", International Journal of Fatigue, 6 (1984) 211-215.
- [62] K.J. Irvine, T. Gladman, F.B. Pickering; "The Strength of Austenitic Stainless Steels", Journal of The Iron and Steel Institute, 207 (1969) 1017-1028
- [63] A. L. Schaeffler; "Constitution Diagram for Stainless Steel Weld Metal." In: Metal Progress. Verlag American Society for Metals, Cleveland, Ohio 1949:56:680-680B. ISSN 0026-0665

- [64] M. Diener, B. Irimescu, H. Sun, P. Uggowitzer, M. Speidel; "Ermüdung und Verschleiß von stickstofflegierten austenitischen Stählen." Ergebnisse der Werkstoff-Forschung, "Stickstofflegierte Stähle", Verlag "Thubal-Kain", Zürich, Schweiz, Bd.4 (1991), S.87-101
- [65] DIN EN 10002-1 (2001); "Metallische Werkstoffe. Zugversuch. Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur." Beuth Verlag GmbH, Berlin
- [66] M.A. Schymura; "Untersuchungen zum Ermüdungsverhalten austenitischer (Cr)Mn-Stähle mit C, N, und C+N", Doktorarbeit, Universität Duisburg-Essen, 2017
- [67] S. Güler; "Einfluss der Kaltverformung auf das Ermüdungsverhalten von austenitischen hochinterstitiell legierten Stählen", Doktorarbeit, Universität Duisburg-Essen, 2017
- [68] DIN 8584-2 (2003): "Fertigungsverfahren Zugdruckumformen Teil 2: Durchziehen; Einordnung, Unterteilung, Begriffe." Beuth Verlag GmbH, Berlin
- [69] S.I. Wright, M.M. Nowell; "EBSD Image Quality Mapping, Microscopy and 3844 Microanalysis", 12 (2006) 72-84
- [70] DIN EN ISO 6507-1:2006-03; "Metallic materials Vickers hardness test Part 1: Test method (ISO 6507-1:2005)"; German version EN ISO 6507-1:2005, Beuth Verlag GmbH, Berlin, Germany, 2006.
- [71] DIN EN ISO 6507-4:2006-03; "Metallic materials Vickers hardness test Part 4: Tables of hardness values (ISO 6507-4:2005)"; German version EN ISO 6507-4:2005, Beuth Verlag GmbH, Berlin, Germany, 2006.
- [72] J. Thomas, T. Gemming; "Analytische Transmissionselektronenmikroskopie", Springer Vienna, 2013.
- [73] B. Flutz, J. Howe; "Transmission Electron Microscopy and Diffractometry of Materials", Springer-Verlag Berlin, Heidelberg, 2013.

- [74] DIN EN ISO 6892-1:2017-02; "Metallische Werkstoffe Zugversuch Teil 1: Pr
 üfverfahren bei Raumtemperatur" (ISO 6892-1:2016); Deutsche Fassung EN ISO 6892-1:2016, Beuth Verlag GmbH, Berlin, Germany, 2017
- [75] PX Group, PX Precimet SA, LA Chaux-de-Fonds, Frankreich, Abrufdatum: 05.04.2018https://www.pxgroup.com/sites/default/files/316Lmdical.pdf
- [76] P. Göbbeler; "Untersuchung zum Ermüdungsverhalten des kaltumgeformten austenitischen Implantatwerkstoffes X2 CrNiMo 18 15 3 - 1.4441", Universität GH Essen, 1997.
- [77] DIN 743-2:2012-12; "Tragfähigkeitsberechnung von Wellen und Achsen Teil 2: Formzahlen und Kerbwirkungszahlen: Beuth Verlag GmbH, Berlin, Germany, 2012
- [78] H. J. Bargel, G. Schulze; ,,Werkstoffkunde", Springer-Verlag Heidelberg, 11. Auflage, 2012
- [79] B. Mitevski, S. Weiß, A. Fischer; "In-situ tensile testing of notched poly- and oligocrystalline 316L wires." Materials Testing: (2017) Vol. 59, No. 2, pp. 130-135.
- [80] G. Zhu, X. Hu, J. Kang, R.K. Mishra, D. S. Wilkinson; "Deformation inhomogeneity in large-grained AA5754 sheets", Materials Science and Engineering A 528 (2011) 4187–419
- [81] N. Solomon, I. Solomon; "Deformation induced martensite in AISI 316 stainless steel", Revista De Metalurgia, 46 (2010) 121-128.
- [82] J. Manjanna, S. Kobayashi, Y. Kamada, H. Kikuchi; "Martensitic transformation in SUS 316LN austenitic stainless steel at RT", Journal of Materials Science, 43 (2008) 2659-2665.
- [83] S.K. Varma, J. Kalyanam, L.E. Murr, V. Srinivas; "Effect of grain size on deformation- induced martensite formation in 304 and 316 stainless steels during room temperature tensile testing", Journal of Materials Science Letters, 13 (1994) 107-111.

- [84] H.-F. Chai, C. Laird; "Mechanisms of Cyclic Softening and Cyclic Creep in Low Carbon Steel", Materials Science and Engineering, 93, (1987), 159 - 174
- [85] J. Bauschinger; "Über die Veränderung der Elasticitätsgrenze und der Festigkeit des Eisens und Stahls durch Strecken und Quetschen, durch Erwärmen und Abkühlen und durch oftmals wiederholte Beanspruchung." In: Mittheilungen aus dem Mechanisch-Technischen Laboratorium der Königlich Technischen Hochschule in München, Bd. 13 (1886), S. 1-116
- [86] E. Weiß, B. Postberg, T. Nicak, J. Rudolph; "Simulation of ratchetting and low cycle fatigue." Int. J. Pres. Ves Pip. (2004) Volume 81, issue 3, 235-242
- [87] C. Gaudin, X. Feaugas; "Cyclic creep process in AISI 316L stainless steel in terms of dislocation patterns and internal stresses." Acta Materilia, (2003) Volume 52, Issue 10, 3097-3110
- [88] G.Z. Kang, Y.G. Li, J. Zhang, Y.F. Sun, Q. Gao; "Uniaxial ratchetting and failure behaviour of two steels." Theor. Appl. Fract. Mech. (2004) Volume 43, Issue 2, 199-209
- [89] X. Feaugas, C. Gaudin; "Ratchetting process in the stainless steel AISI 316L at 300K: an experimental investigation." Int. J. Plas., (2003) Volume 20, issues 4-2, 643-662
- [90] S. Suresh; Fatigue of Materials, Cambridge University Press, 2nd Edition, (2004)S. 336
- [91] S. Wiersma, D. Taylor; Fatigue of materials used in microscopic components.Fatigue Fract. Engng Mater. Struct., (2005) 28, 1153-1160
- [92] D. Bradley, L. Kay, "Optimising fatigue resistance of medical wire", Medical device technology, (2004) Band 15, Ausgabe 7, S. 10-11
- [93] ASM Handbook, Volume 19, "Fatigue and Fracture", 1997, ASM International, Materials Park, Ohio, USA.
- [94] A. Romeyn; "Physics of Plastic Deformation and Fatigue", National Conference
 Publication, Institute of Engineers, Australia, (1993), Vol. 2, Part: 93, S. 457-462

- [95] P. Müllner, C. Solenthaler, P. Uggowitzer, M.O. Speidel; "On the effect of nitrogen on the dislocation structure of austenitic stainless steel", Materials Science and Engineering, A164, (1993), 164 - 169
- [96] R. Schubert.; "Verformungsverhalten und Risswachstum bei Low Cycle Fatigue." Dissertation, TU Braunschweig, 1989
- [97] A. Das; "Enigma of dislocation patterning due to slip in fatigued austenite", International Journal of damage mechanics, 2018, Vol. 27(2), S. 218-237
- [98] M.C. Marinelli, A. El Bartali, J.W. Signorelli et al; "Activated slip systems and microcrack path in LCF of a duplex stainless steel." Mater. Sci. Eng. A-Struc. Mat. Properties Microstructure and Processing (2009), 509, 81–88.
- [99] S.G.S. Raman, K.A. Padmanabhan; "Influence of martensite formation and grain size on room temperature low cycle fatigue behaviour of AISI 304LN austenitic stainless steel", Materials Science and Technology (1994)10: 614
- [100] R. Gersinska; "Strukturuntersuchungen zum Ermüdungsverhalten des 12% Cr-Stahls 1.4914 (X18CrMoVNb 12 1).", Dissertation, Universität Karlsruhe, Fakultät für Maschinenbau, 1992
- [101] R. Klemm; "Zyklische Plastizität von mikro- und submikrokristallinem Nickel.", Dissertation, TU Dresden, 2004
- [102] S. Wiese; "Verformung und Schädigung von Werkstoffen der Aufbau- und Verbindungstechnik - Das Verhalten im Mikrobereich", Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2010, Auflage 1, S.208-210
- [103] P. N. Thielen, M. E. Fine, R. A. Fournelle; "Cyclic stress Strain Relations and Strain-controlled fatigue of 4140 Steel.", In: Acta Metallurgica, Bd. 24 (1976), S. 1-10
- [104] A. El Bartali, V. Aubin, L. Sabatier, P. Villechaise, S. Degallaix-Moreuil; "Identification and analysis of slip systems activated during low-cycle fatigue in a duplex stainless steel", Scripta Materialia 59 (2008), 1231-1234