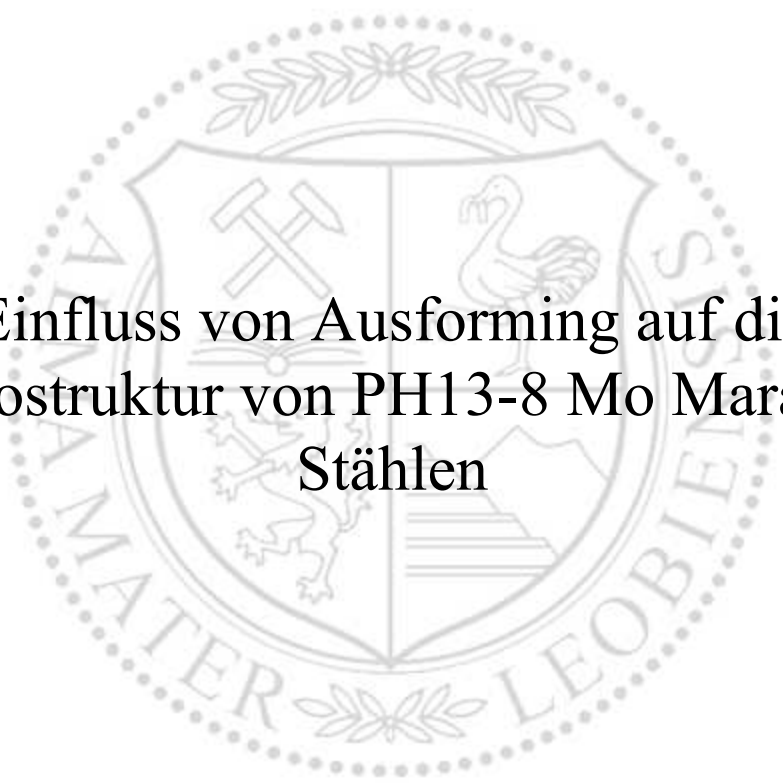




Lehrstuhl für Metallkunde

Masterarbeit

The background features a large, faint watermark of the Leoben University seal. The seal is circular and contains a shield with various symbols: a hammer and pickaxe, a swan, a lion, and a mountain range. The text 'UNIVERSITAS MONTANA LEOBENSIS' is written around the perimeter of the seal.

Einfluss von Ausformung auf die
Mikrostruktur von PH13-8 Mo Maraging
Stählen

Klaus Krammer, BSc

Februar 2024



EIDESSTÄTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt, den Einsatz von generativen Methoden und Modellen der künstlichen Intelligenz vollständig und wahrheitsgetreu ausgewiesen habe, und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Ich erkläre, dass ich den Satzungsteil „Gute wissenschaftliche Praxis“ der Montanuniversität Leoben gelesen, verstanden und befolgt habe.

Weiters erkläre ich, dass die elektronische und gedruckte Version der eingereichten wissenschaftlichen Abschlussarbeit formal und inhaltlich identisch sind.

Datum 05.02.2024

Unterschrift Verfasser/in
Klaus Krammer

Danksagung

Ich möchte mich bei Herrn Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Ronald Schnitzer für die Bereitstellung dieser Masterarbeit, sein stets offenes Ohr, sowie für die Korrektur und Verbesserungsvorschläge bedanken.

Ebenfalls möchte ich mich bei Herrn Dipl.-Ing Andreas Rosenauer bedanken, der mir im Zuge dieser Masterarbeit mit seiner Betreuung stets zur Seite stand und immer alle Unklarheiten aus dem Weg räumte. Vielen Dank für die gemeinsame Zeit, das äußerst kollegiale Umfeld, sowie den Rückhalt abseits der Masterarbeit.

Einen weiteren Dank möchte ich den Bediensteten des Lehrstuhls für Metallkunde zukommen lassen, welche mir die Bedienung der Geräte näherbrachten und mir bei der Durchführung der Versuche mit wertvollen Hinweisen zur Seite standen.

Des Weiteren bin ich der voestalpine BÖHLER Edelstahl GmbH & Co KG für die Bereitstellung des zu untersuchenden Materials zu Dank verpflichtet.

Ich möchte mich bei meinen Geschwistern Lena und Stefanie bedanken, welche während meiner Studienzzeit immer aufbauende Worte für mich fanden und mich auf persönlicher Ebene in schwierigen Zeiten bestärkten und unterstützten.

Ein ganz besonderer Dank gilt meinen Eltern Jutta und Fritz, ohne welche mein Studium und in weiterer Folge diese Arbeit nicht möglich gewesen wären. Ich möchte mich für den ausnahmslosen Rückhalt, die seelische Unterstützung, die zahlreichen gedrückten Daumen, sowie eure stolzen Worte nach jeder geschafften Leistung bedanken. Ihr, meine Familie, seid der Grund dafür, dass ich an diesem Punkt meines Lebens stehen darf. Ich werde versuchen mein Wissen und meine Begeisterung weiterzugeben, so wie ihr es stets tat und immer noch tut.

Einen Dank aus tiefstem Herzen möchte ich meiner Freundin Stefanie aussprechen, welche fast meine gesamte Studienzzeit mit mir durch dick und dünn gegangen ist. Egal ob gemeinsame Lernstunden oder Urlaube, wir waren und sind ein unschlagbares Team. Ich möchte dir danken, dass du immer für mich da bist, egal wie schlimm die Dinge stehen.

Ein letzter Dank geht an meine WG-Kameraden Simon und Markus, sowie an Mario und Max für unsere besondere Freundschaft. Ihr seid mir sehr ans Herz gewachsen.

Kurzfassung

Das Ziel dieser Masterarbeit ist es, die Auswirkung von Verformung im Austenitgebiet (Ausforming) auf die Mikrostruktur des Maraging Stahls PH 13-8 Mo zu untersuchen. Die thermomechanische Behandlung dieses ausscheidungsgehärteten Stahls umfasst eine Lösungsglühung, eine Verformung im Austenitgebiet (Ausforming), sowie eine anschließende Auslagerung. Um die Einflüsse der unterschiedlichen Ausforming-Parameter zu verstehen, wurden verschiedene Zustände des Materials mithilfe eines Umformdilatometers hergestellt. Ausforming wurde bei Umformtemperaturen von 400 und 600°C sowie mit Umformgraden von $\varphi=0$, $\varphi=0,4$ und $\varphi=0,7$ durchgeführt. Die Auslagerungstemperatur wurde in einem Bereich von 482°C bis 593°C variiert.

Anhand von Härtemessungen nach Vickers konnte die Härte der unterschiedlichen Materialzustände ermittelt werden. Mithilfe von lichtmikroskopischen Untersuchungen wurde die ehemalige Austenitkorngröße und Gefügeverformung ermittelt. Des Weiteren konnte mittels Elektronenrückstreubeugung die Blockgröße des Martensits, sowie das Auftreten von Texturen untersucht werden. Anhand der aufgezeichneten Daten des Umformdilatometers konnte die Martensitstarttemperatur bestimmt werden. Für die Bestimmung der Phasenanteile wurde Röntgenbeugung eingesetzt. Abschließend erfolgte eine Untersuchung mittels hochauflösender Atomsondentomographie mit welcher die Größe und Zusammensetzung von Ausscheidungen bestimmt werden konnte.

Im Rahmen dieser Masterarbeit konnte gezeigt werden, dass Ausforming zu einer signifikanten Verringerung der Austenitkorngröße führt. Nach der martensitischen Umwandlung wurde auch eine deutliche Feinung der Martensitstruktur nachgewiesen, welche mit einem Härteanstieg sowie der Ausbildung einer Verformungstextur einher geht. Des Weiteren wird die Martensitstarttemperatur durch Ausforming verringert. Nach anschließender Auslagerung wurde festgestellt, dass für sämtliche Auslagerungstemperaturen, die Härte der umgeformten Proben höher ist als jene der unverformten Referenzproben. Schließlich zeigen die Ergebnisse einen starken Einfluss von Ausforming auf die intermetallischen Ausscheidungen sowie auf die Menge an rückumgewandeltem Austenit.

Abstract

The aim of this master's thesis is, to investigate the influence of deformation in the austenitic phase field on the microstructure of the maraging steel PH 13-8 Mo. The thermomechanical treatment of this precipitation hardened steel consists of solution annealing, deformation in the austenitic phase field (ausforming) and aging. In order to understand the influences of the different ausforming parameters, different states of the material were produced using a deformation dilatometer. Ausforming was performed at deformation temperatures of 400°C and 600°C and with degrees of deformation of $\varphi=0$, $\varphi=0,4$ and $\varphi=0,7$. The aging temperature was varied between 482°C – 593°C.

Based on hardness measurements according to Vickers, it was possible to determine the hardness of the different material states. With an optical microscope the former austenite grain size as well as the structural deformation were obtained. By electron backscatter diffraction the block size of the martensite as well as the appearance of texture was observed. With the help of the data from the deformation dilatometer, it was possible, to define the martensite start temperature. Additionally, X-ray diffraction was used, to determine the different phase fractions. Subsequently, the size and composition of the precipitates were examined with high resolution atom probe tomography.

Within the scope of this master's thesis, it could be shown that ausforming led to a significant reduction in the austenite grain size. After the martensitic transformation a noticeable refinement of the martensite structure was proven. This refinement accompanied with the rise of the hardness and the formation of deformation texture. After subsequent aging, it was found that for all aging temperatures the hardness of the deformed samples is higher than that of the undeformed reference samples. After all, the results show a strong influence of ausforming on the intermetallic precipitates as well as on the amount of reverted austenite.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung und Motivation	1
2. Theoretische Grundlagen	3
2.1. PH 13-8 Mo	3
2.2. Ausforming.....	6
2.2.1. Ausforming von 17-4 PH Stählen	7
2.2.2. Ausforming abseits von martensitischen Stählen	9
2.3. Zusammenhang Ausscheidungen und Versetzungen	13
3. Experimentelle Methoden.....	15
3.1. Untersucher Werkstoff und Probenfertigung	15
3.2. Mikrohärteprüfung	18
3.3. Lichtmikroskopische Untersuchungen.....	18
3.4. EBSD.....	19
3.5. XRD	20
3.6. Bestimmung der Martensitstarttemperatur (Ms)	21
3.7. Atomsonde.....	21
4. Ergebnisse.....	22
4.1. Bestimmung der Mikrohärten.....	22
4.2. Lichtmikroskopische Untersuchungen.....	24
4.3. Ergebnisse der EBSD Untersuchungen.....	26
4.4. Charakterisierung der Gefügeanteile mittels XRD.....	32
4.5. Bestimmung der Ms Werte.....	33
4.6. Charakterisierung der Ausscheidungen mittels Atomsonde	34
5. Diskussion der Ergebnisse.....	39

5.1. Zustände vor der Auslagerung	39
5.2. Zustände nach der Auslagerung	41
6. Zusammenfassung	45

Abkürzungsverzeichnis

EBSD Elektronenrückstreubeugung

M_s Martensitstarttemperatur

XRD Röntgendiffraktometrie

APT Atomsondentomographie

PH precipitation hardening

RA rückumgewandelter Austenit

PAG Austenitkorngrenzen

KAM kernel average misorientation

CFB carbide free bainitic

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Schematische Darstellung des Gefüges von PH 13-8 Mo [20].....	5
Abbildung 2: Exemplarisches Temperatur-Zeit Diagramm eines Ausformingprozess.	6
Abbildung 3: Härteverläufe verschiedener Auslagerungstemperaturen eines a) unverformten und b) eines mit 50% verformten 17-4 PH Maragingstahls abhängig von der Auslagerungszeit [22].	8
Abbildung 4: Einfluss von Belastung und Ausformingtemperatur auf die Härte für einen low-carbon CFB Stahl [27].	9
Abbildung 5: EBSD-Bilder eines Materials ohne Ausforming (a) und eines Materials mit Ausforming bei einer Temperatur von 500°C (b) [28].	11
Abbildung 6: Schematische Darstellung der Bainitbildung aus einem Austenitkorn ohne Ausforming im Austenitgebiet (a), bei 300°C (b) und bei Raumtemperatur (c) [28].	12
Abbildung 7: Schematische Darstellung der Bainitbildung aus einem Austenitkorn mit Ausforming im Austenitgebiet (a), bei 300°C (b) und bei Raumtemperatur (c) [28].	12
Abbildung 8: Übersicht der Probenlage bei der Probenentnahme.	15
Abbildung 9: Schematische Darstellung der Wärmebehandlung einer Probe, welche bei 600°C verformt wurde und eine Auslagerung bei 552° erfahren hat (Probe H1025 – Z2).	18
Abbildung 10: Stereomikroskopische Aufnahme einer bei 600°C und mit $\phi=0,7$ umgeformten Probe zur Darstellung des Schmiedekreuzes, sowie der Lage des mit dem Mikroskop aufgenommenen Bereichs.....	19
Abbildung 11: Bragg-Brentano-Anordnung in den XRD Untersuchungen [43].....	20

Abbildung 12: Exemplarischer Ausschnitt der gesamten Dilatation-Temperatur-Kurve von Probe H900 – R, welche den charakteristischen Knick für die Bestimmung der Martensitstarttemperatur beinhaltet.....	21
Abbildung 13: Darstellung der Härte über die Auslagerungstemperatur abhängig von den Ausformingparametern Umformgrad und -temperatur.	23
Abbildung 14: Darstellung der Gefügeverformung der vier Ausformingszustände.....	24
Abbildung 15: Ehemalige Austenitkorngrenzen im Zentrum der Probe OA – R.....	25
Abbildung 16: Ehemalige Austenitkorngrenzen im unverformten Randbereich der Probe OA – Z3.....	25
Abbildung 17: IPF maps von Fe-krz zur Darstellung der martensitischen Mikrostruktur der Proben von H1025 – Z1 bis H1025 – R.....	27
Abbildung 18: Darstellung der Anteile von kubisch-raumzentriert (blau) und kubisch-flächenzentriert (rot) für die Proben H1025 – Z1 bis H1025 – R.....	28
Abbildung 19: Grafische und numerische Verteilung der KAM Werte aus den EBSD Messungen an den Proben H1025 – R und H1025 – Z1.....	29
Abbildung 20: Grafische und numerische Verteilung der KAM Werte aus den EBSD Messungen an den Proben H1025 – Z2 und H1025 – Z3.....	30
Abbildung 21: Darstellung der Polfiguren von {100}, {110} und {111} für die vier Proben H1025 – Z1 bis H1025 – R.....	31
Abbildung 22: Darstellung des Austenitgehalts in Abhängigkeit der Auslagerungstemperatur jeweils für jeden der vier Ausformingzustände. Das linke Diagramm zeigt die gesamten Daten, wohingegen das rechte Diagramm ein Ausschnitt	

des linken Diagramms ist und den Bereich von bis zu 6 Vol.-% Austenitgehalt abbildet.
..... 33

Abbildung 23: Darstellung der Dilatation abhängig von der Temperatur für die unausgelagerten Proben OA – Z1 bis OA – R..... 34

Abbildung 24: Ni-Atom Verteilungen inklusive Isokonzentrationsflächen von Bereichen mit einem Ni + Al Gehalt von größer 25 at.% für die Proben H1025 – Z3 und H1025 – R... 35

Abbildung 25: Proxigramme der Proben H1025 – Z3 und H1025 – R..... 35

Abbildung 26: Ni-Atom Verteilungen inklusive Isokonzentrationsflächen von Bereichen mit einem Ni + Al Gehalt von größer 25 at. % für die Proben H1100 – Z1 bis H1100 – R. .. 37

Abbildung 27: Proxigramme der Proben H1100 – Z1 bis H1100 – R. 38

Tabellenverzeichnis

Tabelle 1: Vorgabe der chemischen Zusammensetzung für PH 13-8 Mo in m.% [3].....	3
Tabelle 2: Einfluss der Ausformingtemperatur auf die mechanischen Eigenschaften von ultrafeinen bainitischen Stählen [28].....	10
Tabelle 3: Chemische Zusammensetzung des untersuchten Material PH 13-8 Mo in m.%.	16
Tabelle 4: Übersicht der Parameter in den mittels Umformdilatometer durchgeführten Ausformingversuchen. „R“ bezeichnet den Referenzzustand ohne Ausforming.....	16
Tabelle 5: Übersicht der Probenbezeichnungen mit den jeweiligen Parametern des jeweiligen Ausformingprozess.	17
Tabelle 6: Härtewerte der unausgelagerten Proben OA – Z1 bis OA – R.....	22
Tabelle 7: Auflistung der Korngrößenzahlen, Mittelwert sowie Standardabweichung der jeweiligen Bilder der Proben OA – R und OA – Z3.	26
Tabelle 8: Auflistung der Mittelwerte aller Martensitstarttemperaturen für die vier verschiedenen Ausformingzustände.	34
Tabelle 9: Mittels cluster search bestimmten Anzahlichten der β -NiAl Ausscheidungen in den Proben H1025 – Z3 und H1025 – R	35

1. Einleitung und Motivation

Diese Arbeit beschäftigt sich mit dem Maragingstahl PH 13-8 Mo, welcher eine sehr gute Kombination aus Festigkeit, Zähigkeit und Korrosionsbeständigkeit aufweist [1]. Der Fokus der Arbeit liegt auf dem Einfluss der thermomechanischen Behandlung Ausforming auf die Mikrostruktur von PH 13-8 Mo. Als Ausforming bezeichnet man einen Prozess, welcher aus einer Lösungsglühung mit anschließender Umformung vor dem Abschrecken auf Raumtemperatur besteht. Die Namensgebung Ausforming setzt sich aus den Begriffen „Austenit“ und „forming“ zusammen [2–5].

Im Rahmen dieser Arbeit wird die im Zuge durch Ausforming entstehende Kornverfeinerung sowie die Veränderung der Härte untersucht. Zusätzlich wird auch auf die Größe und Verteilung von Ausscheidungen, sowie den Einfluss auf die Bildung von rückumgewandeltem Austenit während einer anschließenden Auslagerung eingegangen.

Im Zuge dieser Arbeit wurden mittels Umformdilatometer verschiedene Zustände hergestellt, bei welchen sich nicht nur die Umformparameter unterscheiden, sondern zusätzlich die Auslagerungstemperatur in einem Bereich von 482 bis 593°C variiert wurde. Die Proben wurden im Anschluss einer Vielzahl von Messmethoden unterzogen. Darunter befinden sich Härtemessungen nach Vickers, sowie Untersuchungen der ehemaligen Austenitkorgrenzen und Gefügeverformung mittels Lichtmikroskopie. Des Weiteren erfolgten Analysen der Mikrostruktur mittels Elektronenrückstreubeugung (EBSD). Für die Bestimmung der Martensitstarttemperatur (M_s) wurden die Daten des Umformdilatometers analysiert. Zusätzlich zu den zuvor genannten Messmethoden erfolgten Phasenanteilbestimmungen mit Hilfe der Röntgendiffraktometrie (XRD) und Untersuchungen der intermetallischen Ausscheidungen im Werkstoff durch die hochauflösende Atomsondentomographie (APT).

Einleitend soll ein allgemeiner Überblick über den untersuchten Werkstoffes PH 13-8 Mo vermittelt werden. Anschließend wird auf Ausforming näher eingegangen, insbesondere am Beispiel des bereits in dieser Hinsicht viel untersuchten PH 17-4 Maragingstahls. Eine wichtige Rolle spielt hierbei der Zusammenhang zwischen

Versetzungen und Ausscheidungen, da durch Ausformung die Anzahl der Versetzungen im Gefüge signifikant erhöht wird.

Am Ende der Arbeit werden die Ergebnisse und Resultate der Versuche kritisch resümiert und die daraus erkennbaren Zusammenhänge und Schlussfolgerungen erörtert.

2. Theoretische Grundlagen

2.1. PH 13-8 Mo

Der Werkstoff PH 13-8 Mo ist ein hochlegierter martensitischer Stahl, welcher durch Ausscheidungen eine deutliche Festigkeitssteigerung erfährt. „PH“ in der Werkstoffbezeichnung steht für „precipitation hardening“, zu Deutsch Ausscheidungsgehärtet. Die Legierung fällt in die Klasse der Maragingstähle und findet Anwendung in Bereichen wie der Luft- und Raumfahrt, Automobilbranche, sowie Öl- und Gasindustrie. Dieser Werkstoff ist bis 316°C hochfest und weist eine gute Beständigkeit gegen allgemeine und Spannungsrisskorrosion auf [3]. Zusätzlich wird durch Wärmebehandlung ein ausgezeichnetes Verhältnis zwischen der Festigkeit, Zähigkeit und Duktilität eingestellt. Um diese Eigenschaften zu realisieren, werden zum Grundelement Fe eine Vielzahl an Legierungselementen hinzugegeben. Die chemische Zusammensetzung eines PH 13-8 Mo wird in Tabelle 1 dargestellt. Des Weiteren werden nachfolgend die Einflüsse und Wirkungen der wichtigsten Legierungselemente beschrieben [3,4].

Tabelle 1: Vorgabe der chemischen Zusammensetzung für PH 13-8 Mo in m.% [3].

C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	Al
< 0,05	< 0,10	< 0,10	12,25 – 13,25	2,00 – 2,50	7,50 – 8,50	0,90 – 1,35

C gilt im Allgemeinen als das wichtigste Legierungselement von Stählen. Er erweitert das Austenitgebiet und stabilisiert dadurch den Austenit. Jedoch wird der C-Anteil im Stahl PH 13-8 Mo so gering wie möglich gehalten, um die Bildung von Cr-haltigen Karbiden zu unterdrücken. Dadurch würde elementares Cr abgebunden werden, was die Korrosionsbeständigkeit lokal verringert, sodass eine Anfälligkeit gegen interkristalline Korrosion entstehen würde [6,7].

Enthält ein Stahl mehr als 12 m.% Cr, so bildet sich eine dünne beständige Oxidschicht aus, welche dem Stahl eine gewisse Korrosionsresistenz gibt [7]. Ein ausreichend hoher, jedoch nicht zu hoher Chromgehalt muss eingestellt werden, da sich bei einem

zu hohen Cr-Anteil die Sigma-Phase bildet, welche die mechanischen Eigenschaften negativ beeinflusst. Die Wirkung von Cr auf das Gefüge ist ferritstabilisierend [8].

Um die Korrosionsbeständigkeit weiter zu verbessern, wird Mo hinzulegiert. Dieses Element wirkt als Austenitstabilisator und schützt vor dem Angriff von Cl-Ionen [7]. Mit steigendem Mo-Gehalt steigt ebenfalls der Restaustenitgehalt. In Bezug auf die mechanischen Eigenschaften begünstigt Mo den Erhalt der Festigkeit, sowie eine Steigerung der Härte durch Ausscheidungshärtemechanismen. Besonders bei langen Wärmebehandlungen scheint Mo diese Eigenschaften besonders gut zu erhalten bzw. zu verbessern. Zusätzlich lassen sich Anreicherungen von Mo in Karbiden finden [9–11].

Das wichtigste Legierungselement in Maragingstählen ist Ni. Dieses Element hat eine stark austenitstabilisierende Wirkung [7]. Da bei Maragingstählen ein sehr geringer Gehalt an C vorhanden ist, bildet Ni einen versetzungsreichen Fe-Ni-Martensit aus. Zusätzlich bildet Ni zusammen mit anderen Legierungselementen, insbesondere Al, Ausscheidungen aus und hat einen großen Einfluss auf die Bildung von rückumgewandeltem Austenit [12].

Im Gegensatz zu Ni ist Al ein Ferritstabilisator, wodurch es auch die Bildung von Deltaferrit begünstigt, welcher die mechanischen Eigenschaften ungünstig beeinflusst [7,13]. Bei vielen Maragingstählen ist Al allerdings von großer Wichtigkeit, da es für die Bildung von Ausscheidungen (β -NiAl) benötigt wird, welche wiederum die mechanischen Eigenschaften günstig beeinflussen [14].

Um das Legierungselement Ni anteilmäßig zu reduzieren, wird stattdessen teilweise Mn zulegiert. Dadurch können die Kosten verringert werden, jedoch bringt der teilweise Austausch Probleme wie Korngrenzenversprödung mit sich [15]. Eine weitere Problematik ist die vermehrte Bildung von Deltaferrit, da Mn im Vergleich zu Ni den Austenit nicht so stark stabilisiert. Mn baut sich in kleinen Mengen in β -NiAl Ausscheidungen ein und verringert die kritische Bildungsenergie, wodurch die Ausbildung dieser Ausscheidungen begünstigt wird [13]. Mn wird bei PH 13-8 Mo jedoch nicht bewusst zulegiert [15,16].

Damit PH 13-8 Mo die gewünschten Eigenschaften erhält, wird der Stahl einem definierten Prozess von Wärmebehandlungen unterzogen. Die Warmformgebung erfolgt in einem Umformtemperaturbereich von 1000 bis 1200°C, gefolgt von einer Abkühlung an Luft [3]. Eine Tiefkühlung zur Verhinderung von Restaustenit, wie es für einige Maragingstähle üblich ist, wird hierbei nicht benötigt. Grund dafür ist der hohe Ni-Gehalt, welcher dafür sorgt, dass immer Martensit ausgebildet wird. Anschließend wird der Werkstoff bei $925 \pm 15^\circ\text{C}$ einer Lösungsglühung unterzogen. Hierbei werden ungewollte zuvor gebildete Phasen, wie Karbide, aufgelöst. Die Temperatur von $925 \pm 15^\circ\text{C}$ liegt hierbei hoch genug, um das Auflösen der Phasen zu ermöglichen, jedoch niedrig genug, um eine Vergrößerung der Körner zu verhindern [17]. Nachdem das Lösungsglühen des Stahls abgeschlossen ist, wird dieser mit Wasser oder an Luft auf Raumtemperatur abgekühlt. Als letzte Wärmebehandlung erfolgt das Auslagern in einem Temperaturbereich von 510 bis 560°C für mehrere Stunden. Das Auslagern bewirkt die Bildung von feinverteilten intermetallischen β -NiAl Ausscheidungen, welche die Festigkeit deutlich verbessern, sowie die Entstehung von rückumgewandeltem Austenit (RA) [3,17,18].

Nach der Wärmebehandlung weist das Gefüge von PH 13-8 Mo mehrere Komponenten auf, welche in Abbildung 1 ersichtlich sind. Das Gefüge besteht aus einer Ni-martensitischen Matrix, rückumgewandeltem Austenit, sowie intermetallischen Ausscheidungen (β -NiAl). Ebenfalls sind ehemalige Austenitkorngrenzen (PAG) abgebildet. Zusätzlich ist es möglich einen gewissen Anteil an Deltaferrit anzutreffen, dies hängt jedoch stark von den Erstarrungsbedingungen und der chemischen Zusammensetzung ab [19].

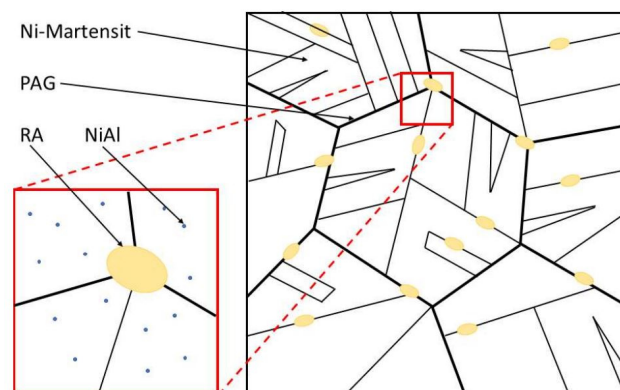


Abbildung 1: Schematische Darstellung des Gefüges von PH 13-8 Mo [20].

2.2. Ausforming

Als Ausforming wird eine mehrstufige Wärmebehandlung bezeichnet, welche zusätzlich eine Umformung bei martensitischen oder bainitischen Stählen beinhaltet. Ein beispielhafter Temperatur-Zeit Verlauf ist anhand Abbildung 2 dargestellt. Zuerst wird das Material lösungsgeglüht. Unter dem Begriff Lösungsglühung versteht man das Halten auf einer Temperatur, bei welcher Sekundärphasen aufgelöst werden und somit Legierungselemente in Lösung gebracht werden [21]. Anschließend wird das Material auf die gewünschte Umformtemperatur abgekühlt und der unterkühlte Austenit verformt, wobei Versetzungen in die Mikrostruktur eingebracht werden. Nach dem Umformprozess wird auf Raumtemperatur abgekühlt und der Prozess des Ausformings ist beendet [22].

Bei Maragingstählen erfolgt im Anschluss eine Auslagerung. Durch das Erreichen der Auslagerungstemperatur ist genügend Energie für Diffusion zur Bildung von Ausscheidungen vorhanden [23]. Um die gewünschte Größe dieser Ausscheidungen zu erhalten, ist es von großer Bedeutung die Auslagerungstemperatur und Haltezeit genau auf das Material abzustimmen. Bei zu langen Haltezeiten vergrößern sich die Ausscheidungen zu stark, wodurch die mechanischen Eigenschaften negativ beeinflusst werden [21]. Nach dem Auslagern erfolgt eine Abkühlung auf Raumtemperatur und die gesamte thermomechanische Behandlung ist vollzogen [22].

Um die technische Bedeutung von Ausforming zu unterstreichen, kann beispielhaft eine Forschung im militärischen Bereich zum Thema Ausforming angeführt werden. Dabei handelte es sich um eine Verlängerung der Lebenszeit von Panzerraupen des Werkstoffs AISI 4140 [24]. Dieser ist ein Cr-Mo gehärteter Stahl [25].

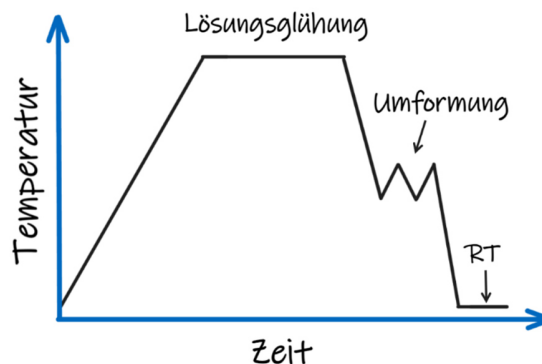


Abbildung 2: Exemplarisches Temperatur-Zeit Diagramm eines Ausformingprozesses.

2.2.1. Ausforming von 17-4 PH Stählen

Ausforming kann an C-reichen Stählen, aufgrund des hohen Widerstands gegen Verformung, häufig nicht angewendet werden. Dieses Problem entsteht bei Maragingstählen nicht, da diese einen sehr geringen C-Gehalt aufweisen und somit der Verformungswiderstand in einem Rahmen der möglichen Verarbeitung liegt. Aufgrund dieser Eigenschaft konnten Ausformingversuche durchgeführt und die nachfolgenden Erkenntnisse über den Maragingstahl 17-4 PH ermittelt werden. Dieser ist einer der am meisten genutzten Maragingstähle. Er enthält 3 m.% Cu, welches sich fein in der martensitischen Matrix ausscheidet und den Werkstoff verfestigt [22].

Es konnte gezeigt werden, dass die Umformung beim Ausforming im Regelfall zu einer Steigerung der Härte nach dem Auslagern führt [22]. Als Nachweis wurde die Härte nach dem Umformen, vor dem Auslagern gemessen. Mit steigendem Umformgrad, konnte eine immer höhere Härte erzielt werden. Betrachtet man den Ausformingprozess mit anschließender Auslagerung, so lassen sich unterschiedliche Verhalten der Härte je nach Auslagerungstemperatur erkennen. In Abbildung 3 sind für jeweils eine unverformte und um 50% verformte Probe die Härteverläufe abhängig von der Auslagerungszeit und für verschiedene Auslagerungstemperaturen abgebildet. Wie in Abbildung 3b ersichtlich, fällt die Härte der um 50% verformten Probe bei einer Auslagerungstemperatur von 600°C nach einem kleinen Härteanstieg mit steigender Auslagerungszeit immer weiter ab. Schlussendlich ist der Härtewert niedriger als im Ausgangszustand. Derselbe Effekt, nur deutlich schwächer, lässt sich am unverformten Material, welches in Abbildung 3a dargestellt ist, erkennen. Hierbei bleibt der Härtewert nach ca. 4 Stunden annähernd konstant. Als Erklärung dafür kann die Bildung von lamellarem Ferrit und rückumgewandeltem Austenit, sowie die Vergrößerung der Cu-Ausscheidungen herangezogen werden. Betrachtet man die Kurve zur Auslagerung bei 400°C, so zeigt sich sowohl bei verformtem als auch bei unverformtem Stahl die Ausbildung einer immer höheren Härte je länger die Auslagerung stattfindet. Dies ist auf die kontinuierliche Ausbildung von Ausscheidungen zurückzuführen. Bei 500°C lässt sich eine Mischung der Phänomene von 600 und 400°C erkennen. Zuerst steigt die Härte aufgrund der Bildung von

Ausscheidungen, jedoch vergrößern diese durch die höhere Temperatur ab einem bestimmten Zeitpunkt und sorgen dadurch für einen Härteabfall.

Ein weiterer wichtiger Aspekt ist der Umformgrad, sprich wie stark das Material verformt wurde. Es konnte gezeigt werden, dass mit steigendem Umformgrad die Größe der Martensitlatten abnimmt. Kleinere Martensitlatten führen zu einer höheren Härte. Dieser Einfluss der Verformung, im Zuge des Ausformings, ist beim Vergleich der beiden Diagramme der Abbildung 3 deutlich zu erkennen. Ebenfalls wird deutlich, dass sich der Großteil der Härteänderung innerhalb der ersten 5 Stunden ereignet [2,22].

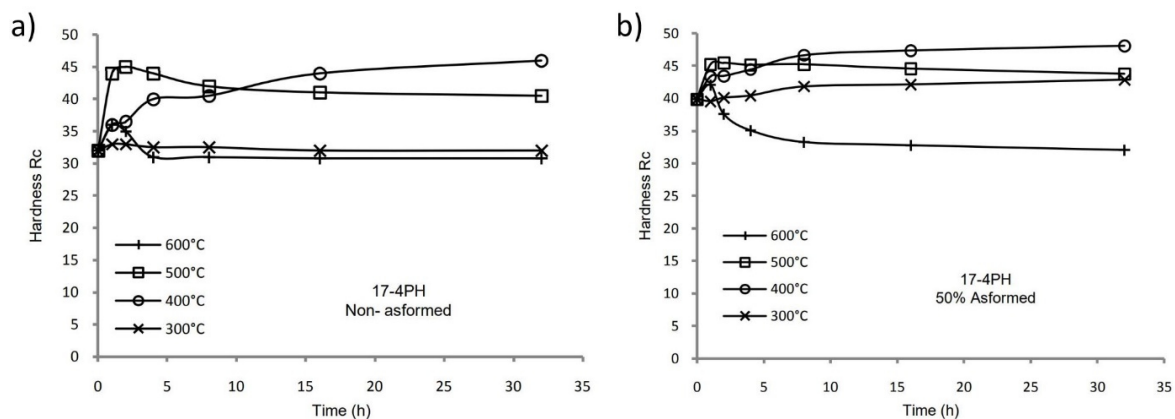


Abbildung 3: Härteverläufe verschiedener Auslagerungstemperaturen eines a) unverformten und b) eines mit 50% verformten 17-4 PH Maragingstahls abhängig von der Auslagerungszeit [22].

Wie bereits erwähnt können bei der Auslagerung neben Martensit noch andere Gefügebestandteile entstehen. So ist die Bildung von lamellarem Ferrit sowie von rückumgewandeltem Austenit möglich [22]. Beide Gefügebestandteile vermindern die Härte des Materials, sind jedoch gut für die Zähigkeit und Duktilität. Vor allem rückumgewandelter Austenit spielt hierbei eine wesentliche Rolle. Weitere mechanische Eigenschaften, welche durch Ausforming beeinflusst werden, sind die Duktilität, die 0.2%-Streckgrenze, sowie die Kerbschlagarbeit. Alle drei Kennwerte werden durch den Prozess des Ausformings verbessert. Besonders dabei ist die gleichzeitige Erhöhung von Streckgrenze und Duktilität. Ein Grund dafür ist die Kornfeinung, welche ein Resultat des Ausformings ist [26]. Die, während dem Ausforming gebildeten Versetzungen, können als Keimstelle wirken und dadurch die Bildung eines feinen Gefüges unterstützen [2,22,26].

2.2.2. Ausforming abseits von martensitischen Stählen

In den vorhergehenden Absätzen wurde das Ausforming von martensitischen Stählen besprochen. In weiterer Folge wird nun auf Ausforming von anderen Stählen eingegangen und welche Auswirkungen dieses mit sich bringt.

Die Anwendung von Ausforming an bainitischen Stählen zeigt eine deutliche Veränderung in den mechanischen Eigenschaften [27]. Abbildung 4 zeigt hierbei den Einfluss verschiedener Parameter auf die Härte eines carbide free bainitic (CFB) steels. Interessant ist hierbei die sinkende Härte mit zunehmender Umformung, da bei martensitischen Stählen genau das gegenteilige Verhalten verzeichnet wurde [22]. Obwohl das Gefüge größtenteils aus Bainit besteht, ist dieser Trend durch die Anteile an Martensit und Austenit erklärbar. Dabei ist Martensit für die Härte des Materials maßgebend, wohingegen Austenit für eine Reduktion der Härte sorgt. Durch das Ausforming werden die ehemaligen Austenitkörner verfeinert, wodurch der Austenit stabilisiert wird und somit mehr Restaustenit bei Raumtemperatur vorhanden ist. Abhängig davon entsteht weniger Martensit, wodurch das Verhältnis dieser beiden Phasen in Richtung Austenit verschoben wird. Dadurch erhält man einen geringeren Härtewert. Der Härteanstieg mit steigender Ausformingtemperatur lässt sich ebenfalls anhand des Martensitanteils erklären. Die Martensitstarttemperatur erhöht sich je höher die Ausformingtemperatur liegt. Infolgedessen steigt der Martensitanteil im Stahl [21,22,27].

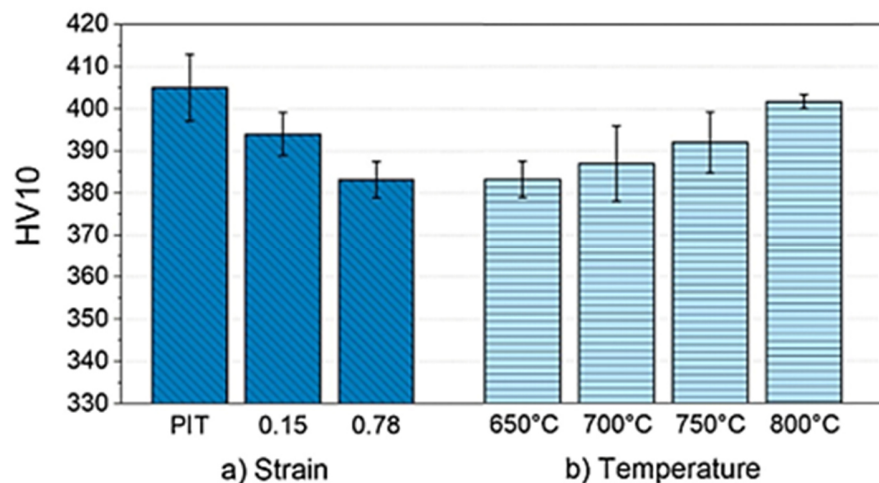


Abbildung 4: Einfluss von Belastung und Ausformingtemperatur auf die Härte für einen low-carbon CFB Stahl [27].

Bei ultra-feinen bainitischen Stählen zeigt sich für den Einfluss der Ausformtemperatur ein anderes Bild [28]. In diesem Fall zeigt sich zwar, dass die Mikrostruktur, welche den Prozess des Ausformings erfahren hat, bessere mechanische Eigenschaften aufweist, jedoch verbessern sich die mechanischen Eigenschaften mit sinkender Ausformtemperatur. So führt beispielsweise eine Umformung bei 300°C zu einer höheren Härte als eine Umformung bei 950°C. Wie in Tabelle 2 ersichtlich, konnte mit der Ausformtemperatur von 300°C in fast allen mechanischen Eigenschaften deutlich der höchste Wert erzielt werden. Einzig die Kerbschlagarbeit ist geringer als bei höheren Ausformtemperaturen. Der Grund für diese Verbesserung der Eigenschaften ist in der Verfeinerung der Mikrostruktur zu finden. Dünnere Latten von Bainit-Ferrit führen zu einer verringerten freien Weglänge des Versetzungsgleitens und sind somit hauptverantwortlich für die Erhöhung der Festigkeit und Härte [29]. Mit steigender Ausformtemperatur steigen hingegen die Lattendicken und ebenfalls sinkt der Bainitanteil. Beides sorgt für schlechtere Eigenschaften [28].

Tabelle 2: Einfluss der Ausformtemperatur auf die mechanischen Eigenschaften von ultrafeinen bainitischen Stählen [28].

Ausform- Temperatur [°C]	Streckgrenze [MPa]	Zugfestigkeit [MPa]	Gesamtdehnung [%]	Schlagarbeit (Charpy) [J]	Härte [HV]
keine	1244 ± 18	1620 ± 20	16,3 ± 1,7	23,8 ± 1,0	500 ± 15
950	1320 ± 15	1700 ± 17	19,1 ± 1,4	32,2 ± 1,0	508 ± 13
500	1255 ± 16	1650 ± 14	17,9 ± 1,1	21,8 ± 0,67	514 ± 17
300	1500 ± 20	1860 ± 25	23,3 ± 1,1	17,1 ± 0,53	585 ± 21

Die Verschlechterung der Kerbschlagarbeit hängt mit der Verringerung der Anzahl an Variationen von Bainit-Ferrit-Latten im Austenitkorn zusammen. Durch die Verformung werden Versetzungen an aktiven Gleitebenen in das Material eingebracht, welche als Keimstellen für die Bildung von Bainit wirken. Dabei überlagert sich die Habitus-Ebene des Bainits mit der Gleitebene und die Latten des Bainits wachsen hauptsächlich parallel zu dieser Richtung. Abbildung 5 verdeutlicht die geringere Variation im Korn.

Hierbei handelt es sich in Abbildung 5a um unverformtes Material und in Abbildung 5b um bei 500°C umgeformtes Material. Es ist deutlich zu erkennen, dass das unverformte Material mehr Variation aufweist als das verformte [28,29].

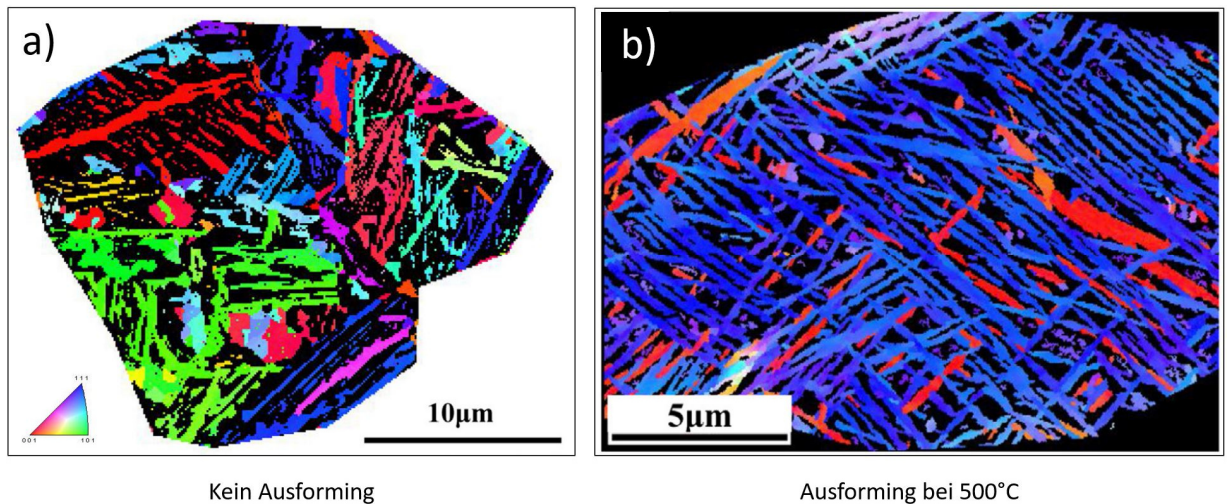


Abbildung 5: EBSD-Bilder eines Materials ohne Ausformung (a) und eines Materials mit Ausformung bei einer Temperatur von 500°C (b) [28].

Das Wachstum von Bainit aus einem Austenitkorn ist schematisch in Abbildung 6 dargestellt. Hierbei wird zu Beginn ein unverformtes Austenitkorn gezeigt. Anschließend wird das Material abgekühlt und betrachtet man das Korn bei 300°C so lässt sich erkennen, dass Bainit-Ferrit-Latten von den Korngrenzen in das Korninnere wachsen. Diese wachsen bei weiterer Abkühlung immer weiter, bis sie schließlich aufeinandertreffen und das gesamte Korn umgewandelt ist. Dieser Zustand wird anhand des Kornes bei Raumtemperatur dargestellt. Dabei muss erwähnt werden, dass neben Bainit-Ferrit noch Restaustenit in film- und blockartiger Weise vorliegt. Bei einer Verformung im Einsatz des Materials, kann es zu einer nachträglichen Umwandlung des Restaustenits kommen [30]. Dabei wird bevorzugt der blockartige Restaustenit umgewandelt, während der filmartige nur schwer bis überhaupt keine Umwandlung erfährt [28,31].

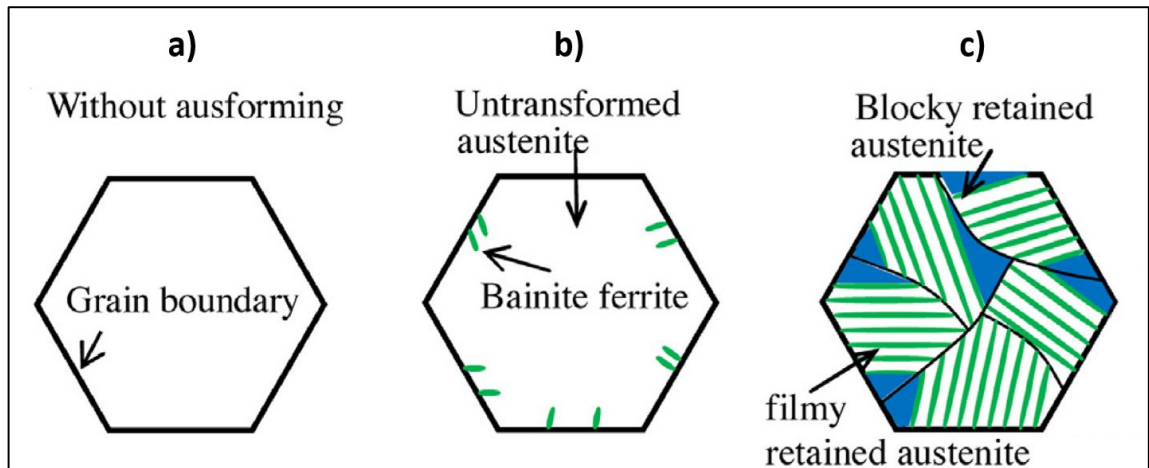


Abbildung 6: Schematische Darstellung der Bainitbildung aus einem Austenitkorn ohne Ausforming im Austenitgebiet (a), bei 300°C (b) und bei Raumtemperatur (c) [28].

Betrachtet man hingegen ein durch das Ausforming verformtes Austenitkorn, so erhält man einen abweichenden Ablauf, welcher in Abbildung 7 dargestellt wird. Hierbei ist das Ausgangsaustenitkorn bereits verformt und weist eine erhöhte Versetzungsdichte auf. Wird das Material abgekühlt, so lässt sich erkennen, dass sich bei 300°C abermals Bainit-Ferrit-Latten gebildet haben. Der Unterschied zum unverformten Korn besteht darin, dass die Bainit-Ferrit-Latten nicht nur von den Korngrenzen, sondern ebenfalls von den Versetzungen zu wachsen beginnen. Dadurch stoßen die Latten in ihrem Wachstum schneller auf andere Latten, wodurch ein feineres Gefüge entsteht. Wird das Korn bei Raumtemperatur betrachtet, so weist es, gleich wie die unverformte Mikrostruktur, Restaustenit mit block- und filmartiger Morphologie auf [28,31].

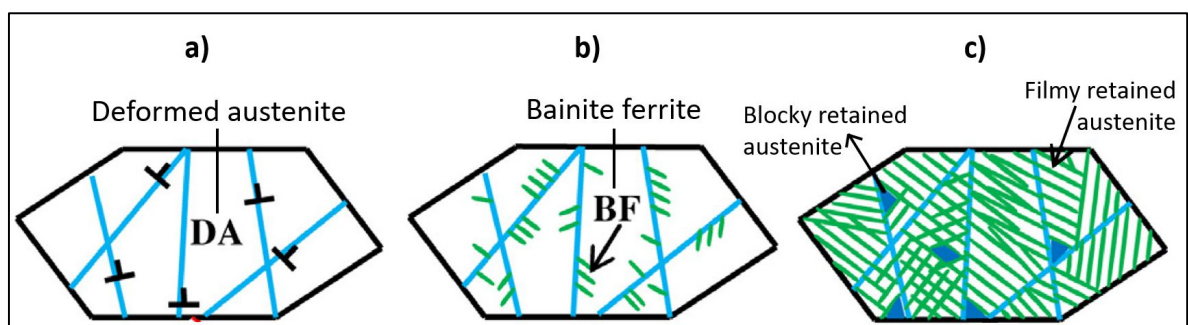


Abbildung 7: Schematische Darstellung der Bainitbildung aus einem Austenitkorn mit Ausforming im Austenitgebiet (a), bei 300°C (b) und bei Raumtemperatur (c) [28].

2.3. Zusammenhang Ausscheidungen und Versetzungen

Im Folgenden wird der Zusammenhang zwischen Ausscheidungen und Versetzungen behandelt. Dieser spielt eine bedeutende Rolle für die Auslagerung, welche im Anschluss an das Ausforming durchgeführt wird. Durch die Verformung eines Stahls werden in diesem Versetzungen induziert [32]. Versetzungen sind eindimensionale Gitterfehler, welche in Stufen- und Schraubenversetzungen unterteilt werden können. Sie sind eine Unregelmäßigkeit im Kristallgitter und behindern oftmals Verschiebungen von Atomen. Als Ausscheidung wird eine lokale Bildung einer Phase bezeichnet, welche sich von der Grundmatrix unterscheidet. Dabei handelt es sich um einen dreidimensionalen Gitterfehler, auch Volumenfehler genannt [33]. Die Entstehung einer Ausscheidung kann durch eine homogene oder eine heterogene Keimbildung stattfinden. Da Versetzungen als Keimstellen für die heterogene Keimbildung dienen können, jedoch nicht für die homogene, wird im Weiteren nur die heterogene Keimbildung betrachtet [34].

Der Grund für die Wirkung einer Versetzung als heterogene Keimstelle liegt in der Energieminimierung. Eine Versetzung weist eine sogenannte Versetzungsenergie pro Längeneinheit auf, welche bei der Entstehung einer Ausscheidung verringert wird. Die Energiedifferenz, welche dadurch zur Verfügung steht, begünstigt die Bildung der Ausscheidung. Das Volumen der Ausscheidung spielt hierbei eine entscheidende Rolle, da ein elastisches Verformungsfeld um die Ausscheidung herum bestehen bleibt und somit nicht die gesamte Versetzungsenergie genutzt werden kann [5,35].

Ein weiterer Effekt, welcher die Ausbildung von Ausscheidungen an Versetzungen begünstigt, ist die Ansammlung von Legierungselementen an Versetzungen. Dadurch ist die lokale Konzentration, der für die Ausscheidung benötigten Elemente, höher als in der Matrix des Grundmaterial. Dadurch wird es energetisch günstiger für die Ausscheidung sich an jenem Ort zu bilden, welcher weniger Atome durch Diffusion zu sich bringen muss. Diffusion spielt eine große Rolle bei der Ausscheidungsbildung, denn mit steigender Diffusion wird die Bildung der Ausscheidung begünstigt. Bei Versetzungen tritt ein Diffusionseffekt namens pipe-diffusion auf, welcher für eine

höhere Diffusionsrate sorgt und dadurch einen weiteren positiven Einfluss für die Bildung von Ausscheidungen hervorruft [33–36].

Es ist bereits bekannt dass Diffusion entlang von Korngrenzen erhöhte Geschwindigkeiten aufweisen [37]. Nun konnte zusätzlich gezeigt werden, dass die Diffusion entlang von Versetzungen ebenfalls, durch die Ausbildung von Diffusionskanälen, erhöht werden kann. Durch diesen Effekt, auch pipe-diffusion genannt, lässt sich die Diffusion um nahezu 3 Größenordnungen erhöhen. Als maßgebende Faktoren für die Diffusionsrate entlang Diffusionskanälen sind einerseits die Kinetik sowie die treibende Kraft der grundsätzlichen Diffusion zu nennen [37–39].

In einem Versuch von Love [36] den Pipe-Diffusion-Vorgang zu beschreiben, erklärt er, dass ein Atom, welches sich von der Kante einer Stufenversetzung in die Gitterreihe überträgt, in welche die Stufenversetzung hineinwachsen würde, eine Leerstelle in der Kante der Stufenversetzung erzeugt. Gleichzeitig wird ein Zwischengitteratom in der benachbarten Gitterreihe erzeugt. Bewegen sich diese Fehlstellen entlang dem Versetzungskern, so ergibt sich ein Materialstrom parallel zur Versetzung.

Für PH 13-8 Mo ist der Zusammenhang von Ausscheidungsbildung an Versetzungen von großer Bedeutung, da durch die Umformung im Ausformingprozess viele Versetzungen induziert werden, welche als Keimstellen für die Ausscheidungen im Auslagerprozess dienen sollen. Diese Bildung entlang von Versetzungen konnte für PH 13-8 Mo nachgewiesen werden. Dabei wurde für die Kinetik der Ausscheidungsbildung ein Modell erstellt, welches unter anderem auch pipe-diffusion miteinbezieht. Jedoch dient dieses als Richtungsweiser, da es einige Fehler aufweist und nicht vollständig die Kinetik der Bildung von Ausscheidungen beschreibt [40,41].

3. Experimentelle Methoden

3.1. Untersucher Werkstoff und Probenfertigung

Im Rahmen dieser Masterarbeit wurde der Maraging Stahl PH 13-8 Mo untersucht, welcher von voestalpine Böhler Edelstahl GmbH & Co KG in Kapfenberg produziert wurde. Die chemische Analyse ist in Tabelle 3 ersichtlich. Als Ausgangsprodukt wurde ein Abschnitt eines warmgewalzten Rundstabes mit 90 mm Durchmesser verwendet, aus dem in Folge zylindrische Proben mit 5 mm Durchmesser und einer Länge von 10 mm für Umformdilatometerversuche entnommen wurden. Dabei wurde darauf geachtet, dass die Längsachse der Proben tangential orientiert war und die Proben am halben Radius entnommen wurden. Abbildung 8 zeigt schematisch die Probenorientierung und -lage. Die Stirnflächen wurden zusätzlich planparallel geschliffen, damit die Proben im Umformdilatometer passend aufliegen.

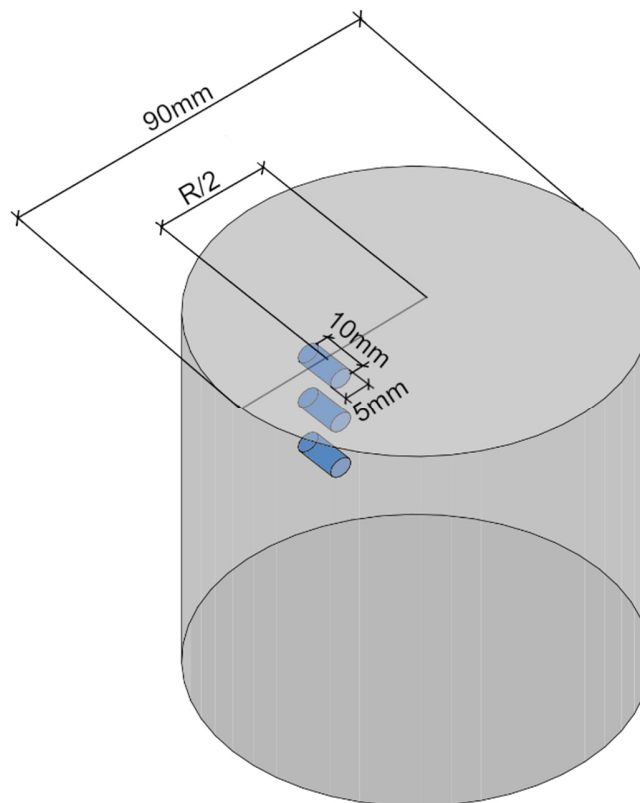


Abbildung 8: Übersicht der Probenlage bei der Probenentnahme.

Tabelle 3: Chemische Zusammensetzung des untersuchten Material PH 13-8 Mo in m.% [3].

C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	Al
< 0,05	< 0,10	<0,10	12,25 – 13,25	2,00 – 2,50	7,50 – 8,50	0,90 – 1,35

Die thermomechanischen Behandlungen wurden mithilfe des Zug-/Druck-Umformdilatometers DIL 805A/D/T der Fa. TA-Instruments durchgeführt. Alle Proben wurden zunächst linear mit einer Aufheizgeschwindigkeit von $1,5 \text{ Kmin}^{-1}$ auf 927°C unter Vakuum erhitzt und anschließend für 30 Minuten lösungsgeglüht. Mit Beendigung des Glühens startete das Ausforming, wodurch vier verschiedene Zustände eingestellt wurden. Als Zustand wird hierbei das Ausforming bei einer bestimmten Umformtemperatur mit einem bestimmten Umformgrad verstanden. Diese vier Zustände sind in Tabelle 4 erläutert. Dabei steht der Zustand R für den Referenzzustand, welcher keine Umformung erfahren hat. Die Umformrate des Ausforming betrug 10 s^{-1} . Die Abkühlgeschwindigkeit bis zum Ausforming betrug dabei -3 Ks^{-1} und die Abkühlrate nach dem Ausforming -20 Ks^{-1} . Nach dem Erreichen der Raumtemperatur wurde diese für 10 Minuten gehalten, bevor mit $1,5 \text{ Ks}^{-1}$ auf ausgewählte Auslagerungstemperaturen aufgeheizt wurde. Die Auslagerungsdauer betrug 4 Stunden, bevor durch eine Abkühlung mit -3 Ks^{-1} auf Raumtemperatur die Wärmebehandlung der Probe abgeschlossen wurde.

Für jeden der in Tabelle 4 ersichtlichen Zustände wurden Auslagerungsvariationen mit sechs unterschiedlichen Temperaturen durchgeführt. Die genaue Versuchsmatrix ist in Tabelle 5 dargestellt. Dabei gibt in der Bezeichnung die Zahl nach dem Buchstaben „H“ die Auslagerungstemperatur in Fahrenheit an. Abbildung 9 dient dazu, exemplarisch die Wärmebehandlung der Probe H1025 – Z2 zu veranschaulichen.

Tabelle 4: Übersicht der Parameter in den mittels Umformdilatometer durchgeführten Ausformingversuchen. „R“ bezeichnet den Referenzzustand ohne Ausforming.

Zustand	Umformtemperatur [$^\circ\text{C}$]	Umformgrad ϕ
Z1	400	0,4
Z2	600	0,4
Z3	600	0,7
R	-	-

Tabelle 5: Übersicht der Probenbezeichnungen mit den jeweiligen Parametern des jeweiligen Ausformingprozess.

Bezeichnung	Auslagerungstemp. [°C]	Umformtemp. [°C]	Umformgrad
H900 – Z1	482	400	0,4
H900 – Z2	482	600	0,4
H900 – Z3	482	600	0,7
H900 – R	482	-	-
H950 – Z1	510	400	0,4
H950 – Z2	510	600	0,4
H950 – Z3	510	600	0,7
H950 – R	510	-	-
H1000 – Z1	538	400	0,4
H1000 – Z2	538	600	0,4
H1000 – Z3	538	600	0,7
H1000 – R	538	-	-
H1025 – Z1	552	400	0,4
H1025 – Z2	552	600	0,4
H1025 – Z3	552	600	0,7
H1025 – R	552	-	-
H1050 – Z1	566	400	0,4
H1050 – Z2	566	600	0,4
H1050 – Z3	566	600	0,7
H1050 – R	566	-	-
H1100 – Z1	593	400	0,4
H1100 – Z2	593	600	0,4
H1100 – Z3	593	600	0,7
H1100 – R	593	-	-

Zusätzlich wurden vier Proben ohne Auslagerung angefertigt, jeweils eine für die vier verschiedenen Zustände. Diese vier Proben wurden für die Visualisierung der ehemaligen Austenitkorngrenzen und für die Bestimmung der Korngröße verwendet und werden im Weiteren als OA – Z1 bis OA – R bezeichnet.

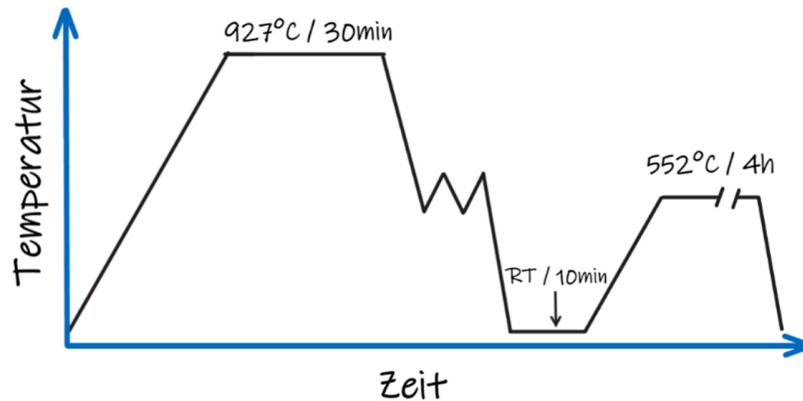


Abbildung 9: Schematische Darstellung der Wärmebehandlung einer Probe, welche bei 600°C verformt wurde und eine Auslagerung bei 552° erfahren hat (Probe H1025 – Z2).

3.2. Mikrohärteprüfung

Zur Bestimmung der Mikrohärte wurden die Dilatometerproben vorab in der Mitte längs getrennt, eingebettet, geschliffen und anschließend mit 3 µm und 1 µm Poliermittel poliert. Die Härte nach Vickers wurde mit der Härteprüfmaschine Q60A+ der Fa. ATM bestimmt. Die Bestimmung des Härtevalue erfolgte bei 5 kg Belastung (HV5) und je Probe wurden 9 Eindrücke im Zentrum durchgeführt.

3.3. Lichtmikroskopische Untersuchungen

Die präparierten Proben wurden nach der Härteprüfung erneut geschliffen und poliert, um sie anschließend elektrolytisch mit konzentrierter Salpetersäure mittels LectroPol-5 der Fa. Struers nach Brandl et al. [42] zu ätzen. Bei dieser Ätzung werden die ehemaligen Austenitkorngrenzen selektiv geätzt. Hierbei wurden lediglich die unausgelagerten Proben OA – Z1 bis OA – R herangezogen, da die Ätzung nach einer Auslagerung zu nicht zufriedenstellenden Ergebnissen führen würde. Anschließend wurden Bilder der Mikrostruktur mit dem Lichtmikroskop Axio Imager 1 der Fa. Zeiss bei 50-facher Vergrößerung aufgenommen. Zur Quantifizierung der Korngrenze der

ehemaligen Austenitkörner wurde das Linienschnittverfahren nach ASTM E 112-13 mithilfe der Software Olympus Stream Motion der Fa. Olympus verwendet.

Des Weiteren wurden bei den präparierten Proben die Gefügeverformung im Zentrum untersucht. Dabei wurden Bilder in der Mitte des Schmiedekreuzes aufgenommen. Das Schmiedekreuz (durch blaue Striche gekennzeichnet) sowie die Position der Aufnahmen (grün) sind in Abbildung 10 dargestellt. Der rote Rahmen in Abbildung 10 kennzeichnet den quasi unverformten Bereich, welche für die Ermittlung der Korngröße der verformten Probe herangezogen wurden.

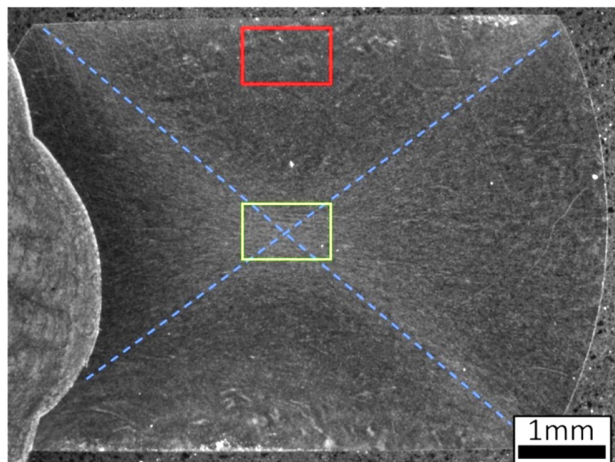


Abbildung 10: Stereomikroskopische Aufnahme einer bei 600°C und mit $\varphi=0,7$ umgeformten Probe zur Darstellung des Schmiedekreuzes, sowie der Lage des mit dem Mikroskop aufgenommenen Bereichs.

3.4. EBSD

Um eine möglichst verformungsfreie Oberfläche zu erhalten, wurden die Proben erneut mechanisch aufpoliert und im Anschluss mittels LectroPol-5 der Fa. Struers elektrolytisch poliert. Der Poliervorgang erfolgte mit Struers A2 Elektrolyt bei 20 V für 20 Sekunden. Nachfolgend wurden von den aufbereiteten Proben mithilfe des Rasterelektronenmikroskops CLARA der Firma TESCAN und eines Symmetry S3 Detektors der Fa. Oxford Instruments EBSD Aufnahmen im Zentrum der Proben gemacht. Dabei wurde eine Beschleunigungsspannung von 20 kV verwendet. Der Scanbereich betrug hierbei $150 \times 150 \mu\text{m}^2$ und wurde mit einer Schrittweite von 150 nm aufgezeichnet. Anschließend wurde jeweils eine Detailaufnahme von $50 \times 50 \mu\text{m}^2$ mit einer Schrittweite von 50 nm im selben Bereich aufgenommen. Die erhaltenen Messdaten wurden mit AZtech Crystal 2.2 der Fa. Oxford Instruments

Nanotechnology Tools Limited analysiert und ausgewertet. Für eine bessere Darstellung der Ergebnisse wurde das Hintergrundrauschen mittels cleanup reduziert.

3.5. XRD

Mithilfe des Diffraktometers D8 Advance DaVinci der Fa. Bruker AXS wurden die polierten Proben auf ihre Phasenanteile, bestehend aus Austenit und Martensit, untersucht. Die Messung erfolgte anhand der Bragg Brentano Anordnung, welche in Abbildung 11 schematisch dargestellt ist, und mit Hilfe eines 1D Detektors. Der Messbereich befand sich im Zentrum der Proben. Die Proben erfuhren während der gesamten Messung eine Drehung um die eigene Achse. Dies ist im Allgemeinen unter Rotationsmodus bekannt, welcher zu einer besseren Statistik führt. Die Röntgenröhre wurde mit einer Spannung von 40 kV und einem Strom von 40 mA betrieben. Für die Messung wurde Cu K- α -Strahlung verwendet, welche eine Wellenlänge von 1,54 Å aufweist. Der 2θ -Messbereich wurde mit 40 bis 100° festgelegt und es wurde eine Schrittweite von 0,02° sowie eine Verweildauer von 1,2 s pro Schritt eingestellt. Die Auswertung erfolgte mit der Software TOPAS v6 der Firma Bruker-AXS anhand der Rietveld-Methode. Für das Fitting der Peaks wurde die Pseudo-Voigt Funktion verwendet. Es ist festzuhalten, dass für die Bestimmung von Martensit zur Vereinfachung das Strukturfile von Fe-krz verwendet wurde, da durch den niedrigen Anteil an interstitiellen Elementen die Gitterverzerrung des Martensits gering ist.

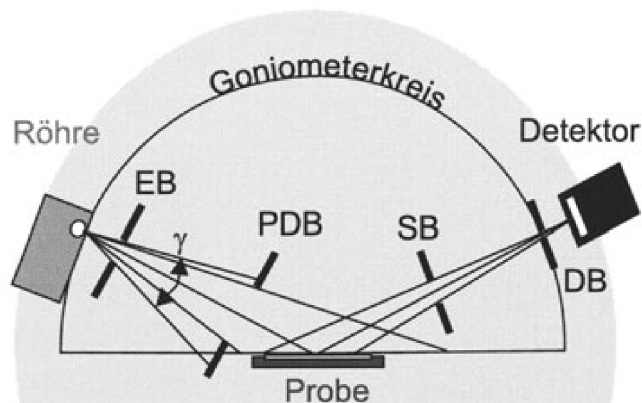


Abbildung 11: Bragg-Brentano-Anordnung in den XRD Untersuchungen [43].

3.6. Bestimmung der Martensitstarttemperatur (M_s)

Für die Bestimmung der M_s Werte wurden die Dilatations-Temperatur-Kurven, welche mit dem Zug-/Druck-Umformdilatometer DIL 805A/D/T der Firma TA-Instruments durchgeführt wurden, herangezogen. Durch Anlegung einer Tangente im Bereich der Martensitumwandlung wurde M_s für jede Probe abgeschätzt. Dieses Prozedere wurde für jede Probe durchgeführt und im Anschluss wurde aus den Einzelwerten ein Mittelwert für jeden Ausformungszustand ermittelt. In Abbildung 12 ist exemplarisch die Dilatometerkurve der Probe H900 – R im Bereich der Martensitumwandlung nach dem Ausforming abgebildet.

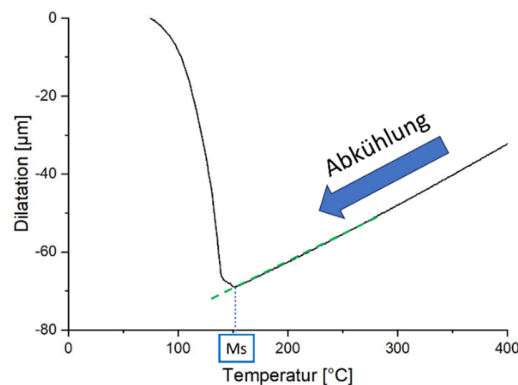


Abbildung 12: Exemplarischer Ausschnitt der gesamten Dilatation-Temperatur-Kurve von Probe H900 – R, welche den charakteristischen Knick für die Bestimmung der Martensitstarttemperatur beinhaltet.

3.7. Atomsonde

Die Charakterisierung der Ausscheidungen wurde mithilfe von Spitzen, welche mithilfe eines fokussierten Ionenstrahles (FIB) aus dem Probenzentrum präpariert wurden, untersucht. Dazu wurde das Elektronenmikroskop Versa 3D™ DualBeam™ der Fa. FEI verwendet, welches mit Ga Ionen arbeitet. Die präparierten Spitzen wurden in die Atomsonde LEAP 5000 XR der Fa. CAMECA transferiert und anschließend wurden die Spitzen im Lasermodus bei einer Temperatur von 20 K evaporiert. Die Energie des Lasers betrug hierbei 0,2 nJ und die Frequenz 200 kHz. Die Auswertung der Messdaten wurde mit der Software IVAS™ v.6.3 der Fa. CAMECA durchgeführt. Zusätzlich wurden die Teilchendichte der Ausscheidungen mithilfe der maximum separation Methode ermittelt [44]. Hierfür wurde Al als das zentrale Atom für die Clustersuche festgelegt. Der maximale Abstand für jeden Cluster wurde auf 0,55 nm und die minimale Anzahl an Ionen je Cluster auf 15 gesetzt.

4. Ergebnisse

In den folgenden Seiten werden die Ergebnisse der unterschiedlichen Untersuchungen dargestellt. Die Ergebnisse beziehen sich auf die 24 Zustände von H900 – Z1 bis H1100 – R, sowie die vier zusätzlich angefertigten Proben OA – Z1 bis OA – R (ohne Auslagerung).

4.1. Bestimmung der Mikrohärten

Um die Härte ohne Auslagerung zu untersuchen, wurde eine Härteprüfung nach Vickers (HV5) an den Proben OA – Z1 bis OA – R durchgeführt. Die Härtewerte dieser unausgelagerten Proben sind anhand Tabelle 6 dargestellt. Die Probe OA – R, welche keine Umformung erfahren hat, weist den geringsten Härtewert der vier Proben auf. Hingegen besitzt die am stärksten verformte Probe OA – Z3 die höchste Härte. Die Zustände 1 und 2 zeigen eine ähnliche Härte, welche zwischen Zustand 3 und dem Referenzzustand liegt. Allgemein lässt sich erkennen, dass jene Proben, welche Ausformung unterzogen wurde, höhere Härtewerte aufweisen als jene Probe, die keine Ausformung erfahren hat.

Des Weiteren wurde die Härte aller 24 ausgelagerten Proben bestimmt. Die Härtewerte aller vier Zustände wurden in Abbildung 13 den jeweiligen Auslagerungstemperaturen grafisch gegenübergestellt. Dabei lässt sich erkennen, dass der Referenzzustand ohne Ausformung bei jeder Auslagerungstemperatur die geringste Härte und Zustand 3 mit der höchsten Verformung (φ) die höchste Härte aufweist. Die beiden anderen Zustände 1 und 2 befinden sich über den gesamten Verlauf dazwischen und haben ähnliche Härtewerte. Im Allgemeinen ist an allen vier Zuständen bei 510°C ein Maximum der Härte erkennbar, welche danach mit steigender Auslagerungstemperatur immer weiter abfällt.

Tabelle 6: Härtewerte der unausgelagerten Proben OA – Z1 bis OA – R.

Probe	OA – Z1	OA – Z2	OA – Z3	OA – R
HV5	363 ± 4	365 ± 4	372 ± 4	352 ± 4

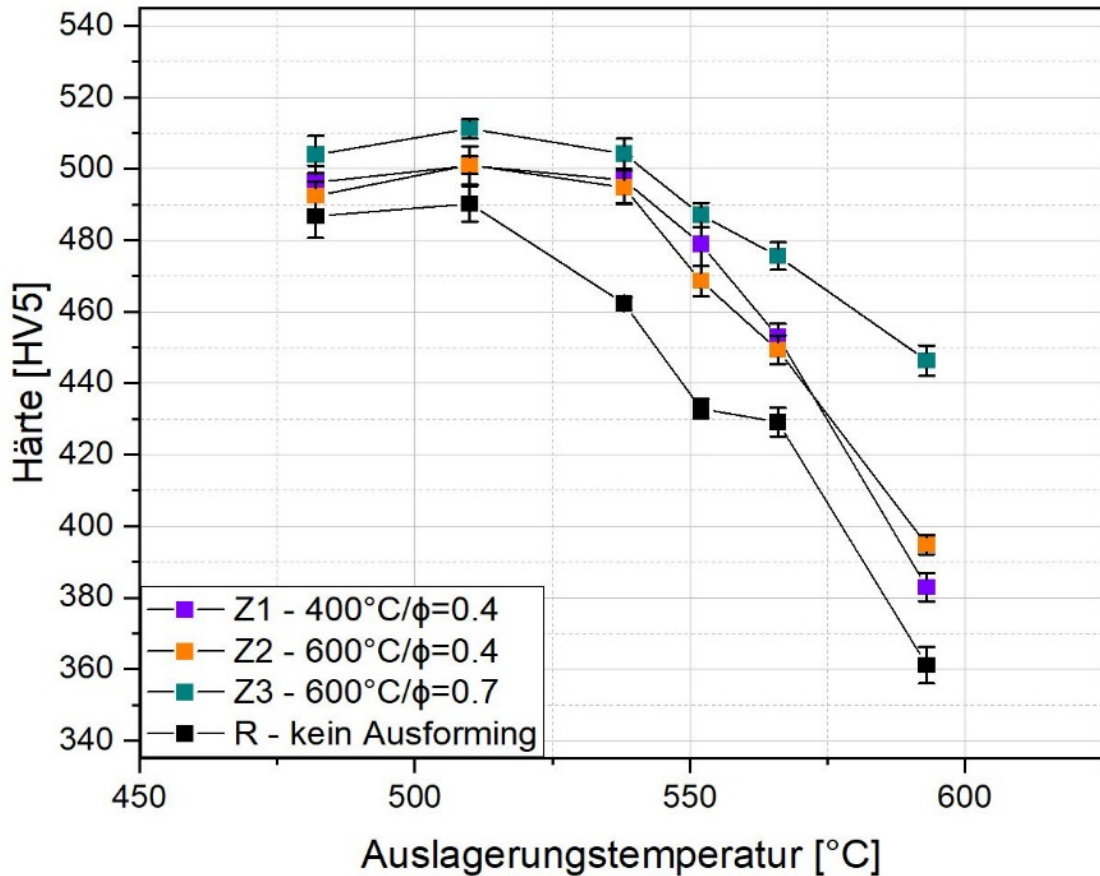


Abbildung 13: Darstellung der Härte über die Auslagerungstemperatur abhängig von den Ausformingparametern Umformgrad und -temperatur.

Vergleicht man die Härtewerte aus Tabelle 6 mit jenen aus Abbildung 13, so zeigt sich, dass die unausgelagerten Proben deutlich niedrigere Härten aufweisen als die ausgelagerten Proben. Dieser Unterschied nimmt für Auslagerungstemperaturen welche über 510°C liegen ab, bleibt jedoch selbst für die höchste Auslagerungstemperatur von 593°C bestehen. Betrachtet man den Härteunterschied bei 510°C, so lassen sich hierbei Unterschiede von deutlich über 100 HV5 erkennen.

4.2. Lichtmikroskopische Untersuchungen

Im Folgenden sind die lichtmikroskopischen Aufnahmen der ehemaligen Austenitkörner der Proben zu sehen. Die unterschiedlichen Ausformungsparameter führen zu den jeweiligen Gefügeverformungen, welche in Abbildung 14 dargestellt sind. Die Aufnahmen erfolgten immer in der Mitte des Schmiedekreuzes, dem am stärksten verformten Bereich (siehe Abbildung 10). Die gelben Pfeile symbolisieren die Bewegungsrichtung der Umformstempel im Dilatometer. Zustand R bildet das Gefüge ohne Umformung ab. Bei Zustand 1, welcher einen Umformgrad von 0,4 aufweist, lässt sich eine leichte horizontale Streckung der Körner erkennen. Eine horizontale Streckung im gleichen Ausmaß lässt sich für Zustand 2 erkennen, wo ebenfalls mit $\varphi=0.4$ umgeformt wurde. Durchaus stärker ist die Streckung der Körner bei der am stärksten verformten Probe (Zustand 3). Hierbei werden die Körner sehr fein und können teilweise nicht mehr als einzelne Körner identifiziert werden, sondern verschwinden in der starken horizontalen Streckung des Gefüges. Des Weiteren erscheint das Gefüge von Zustand 3 leichte wellig.

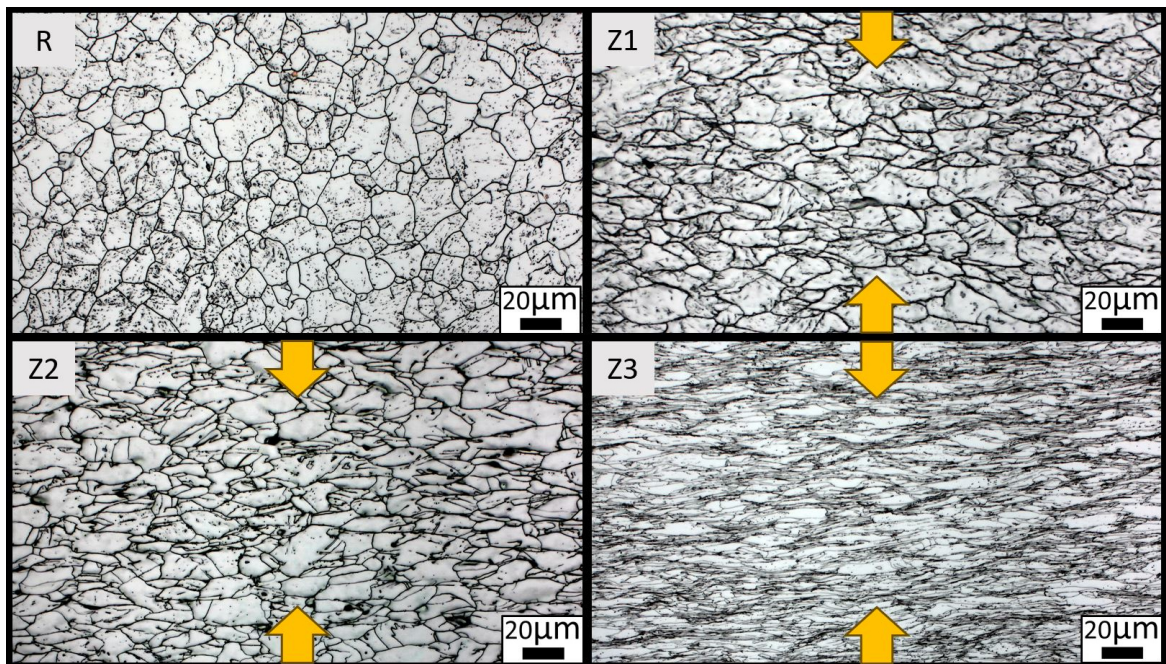


Abbildung 14: Darstellung der Gefügeverformung der vier Ausformungszustände.

Für die Bestimmung der ehemaligen Austenitkorngröße wurden die beiden Proben OA – R und OA – Z3 herangezogen. Pro Probe wurden jeweils drei unterschiedliche Bilder ausgewertet. Die Bilder von Probe OA – R wurden aus der Probenmitte entnommen, während für Probe OA – Z3 die Bilder im quasi unverformten Randbereich aufgenommen wurden. Abbildung 15 zeigt ein Bild von Probe OA – R. Alle herangezogenen Aufnahmen der ehemaligen Austenitkörner befinden sich in den Abbildungen A.1 bis A.6 im Anhang. Die ehemaligen Austenitkörner der Probe OA – Z3 sind in Abbildung 16 dargestellt. Es lässt sich erkennen, dass beide Proben eine ähnliche Korngröße aufweisen.

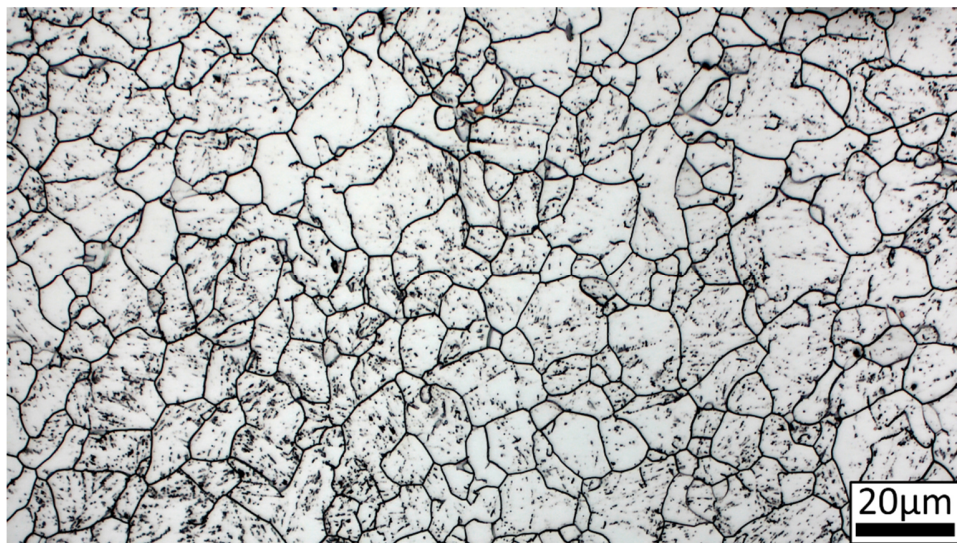


Abbildung 15: Ehemalige Austenitkorgrenzen im Zentrum der Probe OA – R.

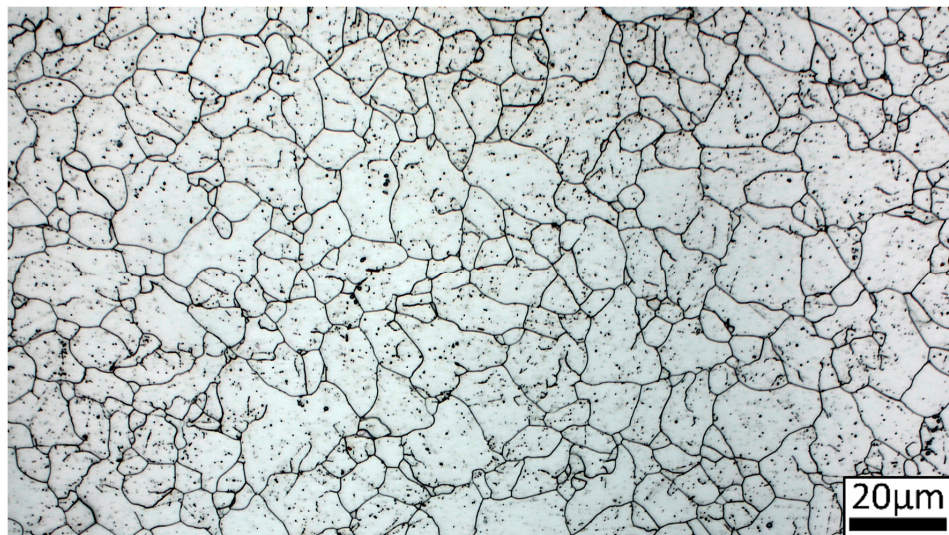


Abbildung 16: Ehemalige Austenitkorgrenzen im unverformten Randbereich der Probe OA – Z3.

Tabelle 7 zeigt die jeweiligen ASTM Körngrößenzahlen, welche mithilfe des Linienschnittverfahrens ermittelt wurden, sowie deren Mittelwert und Standardabweichung. Wie aus den beiden Abbildungen 15 und 16 bereits vermutet wurde, unterscheiden sich die beiden Mittelwerte der Korngröße lediglich um einen ASTM Korngrößenwert von 0,2. Im Zentrum der verformten Proben konnte keine validen Korngrößenbestimmungen gemacht werden.

Tabelle 7: Auflistung der Korngrößenzahlen, Mittelwert sowie Standardabweichung der jeweiligen Bilder der Proben OA – R und OA – Z3.

Probe	Korngrößen- zahl Bild 1	Korngrößen- zahl Bild 2	Korngrößen- zahl Bild 3	Mittelwert	Standardabweichung
OA – R	9,4	9,4	9,6	9,5	0,1
OA – Z3	9,7	9,7	9,7	9,7	0,0

4.3. Ergebnisse der EBSD Untersuchungen

Die Untersuchungen mittels EBSD wurden jeweils im Zentrum der vier Proben H1025 – Z1 bis H1025 – R durchgeführt (*i.e.*, Auslagerung bei 552°C). Die Inverse-Polfiguren (IPF) maps für Fe-krz der vier Proben, welche jeweils einen Ausformungszustand repräsentieren, sind in Abbildung 17 gegenübergestellt. In den IPF maps wurden Korngrenzen mit einem Misorientierungswinkel höher als 10.5°, zur Visualisierung der Martensitblöcke und -paketgrenzen, eingezeichnet. Es ist deutlich zu erkennen, dass die Referenzprobe im Vergleich zu den anderen Zuständen eine deutlich höhere Blockgröße aufweist. Dies wird vor allem in der Detailansicht deutlich.

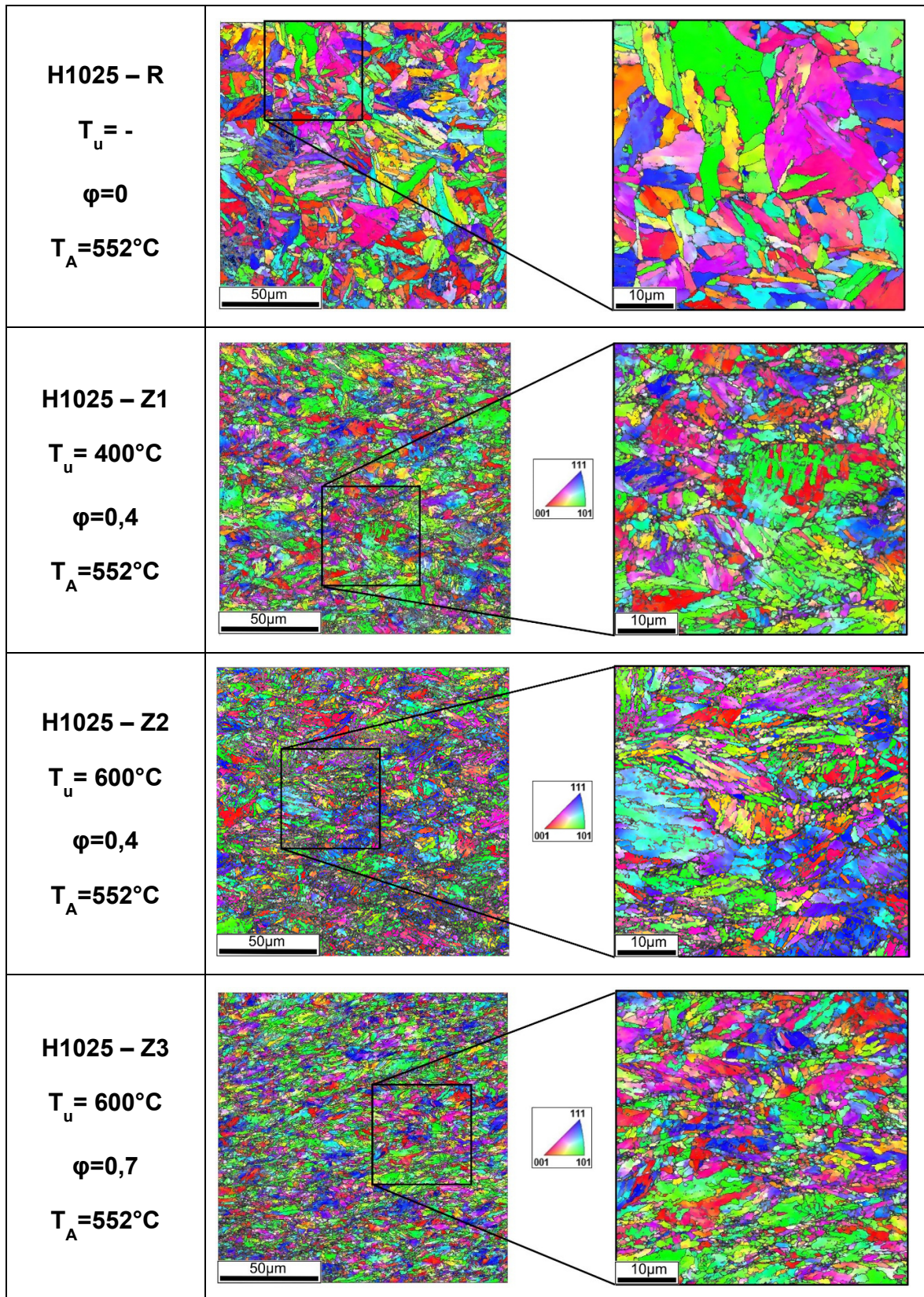


Abbildung 17: IPF maps von Fe-krz zur Darstellung der martensitischen Mikrostruktur der Proben von H1025 – Z1 bis H1025 – R.

Darüber hinaus wurden phase maps der vier Zustände erstellt, welche in Abbildung 18 ersichtlich sind. Hierbei repräsentieren die blauen Bereiche Martensit, wohingegen die roten Bereiche Austenit kennzeichnen. Bei näherer Betrachtung wird deutlich, dass der Anteil an Austenit im Allgemeinen sehr gering ist und die Phase feinverteilt vorliegt.

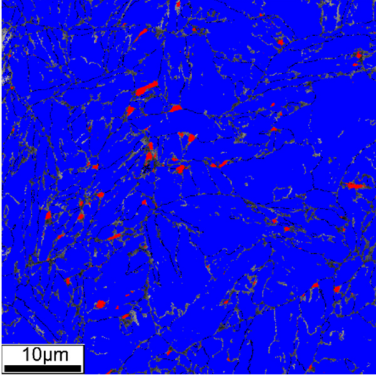
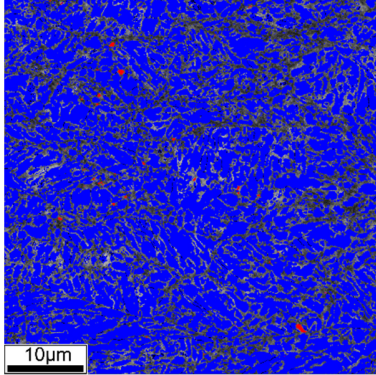
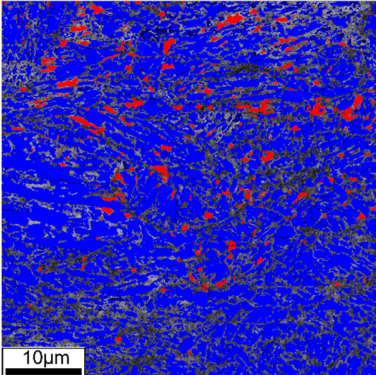
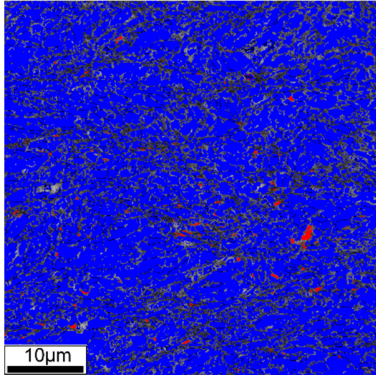
<p>H1025 – R</p> <p>$T_u = -$</p> <p>$\varphi = 0$</p> <p>$T_A = 552^\circ\text{C}$</p>	 <p style="text-align: center;">■ krz ■ kfz</p>	 <p style="text-align: center;">■ krz ■ kfz</p>	<p>H1025 – Z1</p> <p>$T_u = 400^\circ\text{C}$</p> <p>$\varphi = 0,4$</p> <p>$T_A = 552^\circ\text{C}$</p>
<p>H1025 – Z2</p> <p>$T_u = 600^\circ\text{C}$</p> <p>$\varphi = 0,4$</p> <p>$T_A = 552^\circ\text{C}$</p>	 <p style="text-align: center;">■ krz ■ kfz</p>	 <p style="text-align: center;">■ krz ■ kfz</p>	<p>H1025 – Z3</p> <p>$T_u = 600^\circ\text{C}$</p> <p>$\varphi = 0,7$</p> <p>$T_A = 552^\circ\text{C}$</p>

Abbildung 18: Darstellung der Anteile von kubisch-raumzentriert (blau) und kubisch-flächenzentriert (rot) für die Proben H1025 – Z1 bis H1025 – R

Die Analyse nach der kernel average misorientation (KAM), welche mit der Menge an geometrisch notwendigen Versetzungen korreliert, in den EBSD-Aufnahmen wurde für alle vier Proben durchgeführt. Die daraus resultierenden Verteilungen sind anhand Abbildung 19 und 20 ersichtlich. Sehr geringe KAM Werte, wie es Großteils bei Probe H1025 – R der Fall ist, wird durch die Farbe Blau dargestellt. Grüne Bereiche hingegen weisen höhere KAM Werte auf, ein Beispiel dafür ist hierbei Probe H1025 – Z3, welche

deutlich mehr grüne Bereiche als blaue aufweist. Allgemein zeigen die verformten Proben H1025 – Z1 bis H1025 – Z3 höhere KAM Werte auf als die Referenzproben. Zusätzlich ist auf der rechten Seite von Abbildung 19 und 20 jeweils die Verteilung der KAM Werte dargestellt, welche den zuvor genannten Punkt unterstreichen. Hierbei ist zu erkennen, dass die Position des Peaks von der Verteilung, bei der unverformten Probe H1025 – R, den geringsten KAM Wert aufweist. Die weiteren Peaks der anderen Proben wurden durch Ausformung zu höheren Werten verschoben.

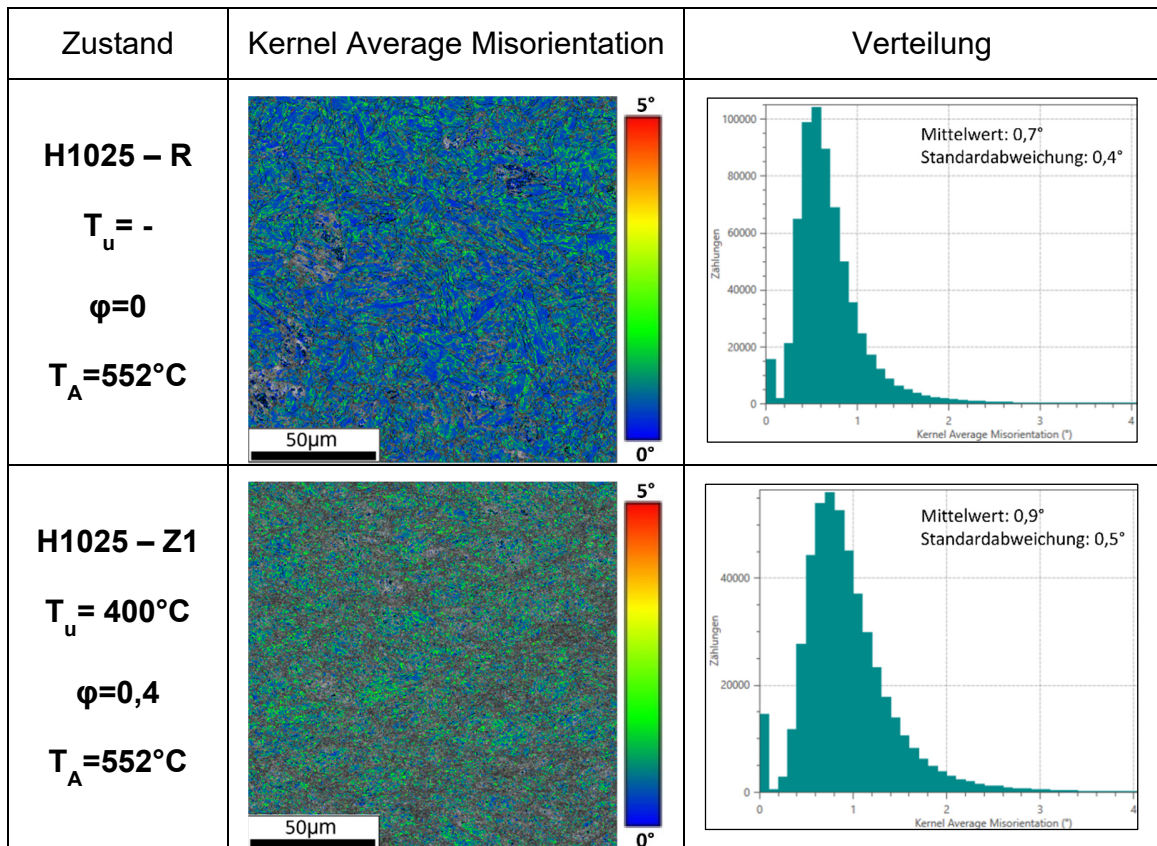


Abbildung 19: Grafische und numerische Verteilung der KAM Werte aus den EBSD Messungen an den Proben H1025 – R und H1025 – Z1.

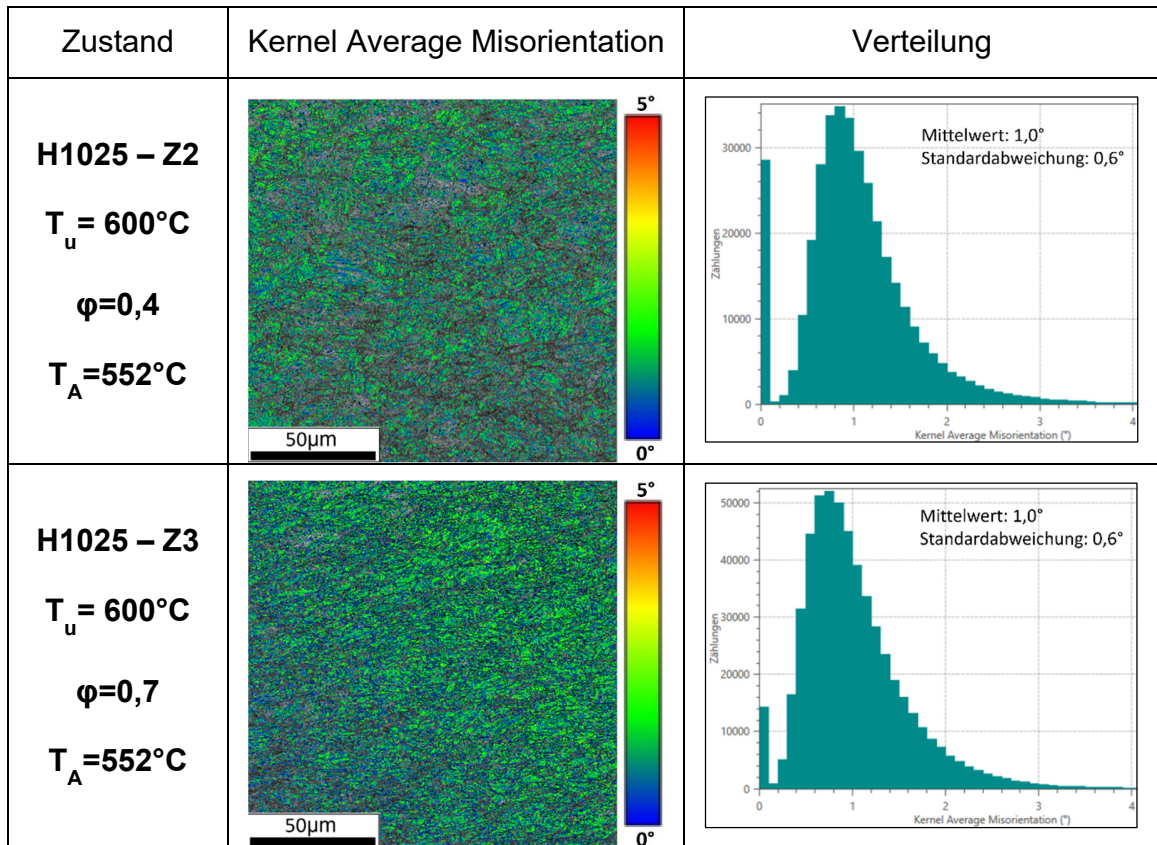


Abbildung 20: Grafische und numerische Verteilung der KAM Werte aus den EBSD Messungen an den Proben H1025 – Z2 und H1025 – Z3.

Für die vier Proben H1025 – Z1 bis H1025 – Z4, welche sich jeweils auf einen unterschiedlichen Ausformungszustand beziehen, wurde jeweils Polfiguren für die $\{100\}$, $\{110\}$ und $\{111\}$ Ebenen erstellt. Diese sind anhand Abbildung 21 dargestellt. Mit Hilfe von Polfiguren werden die Positionen der gemessenen Punkte bezüglich der jeweiligen Ebenenschar dargestellt. Die farblichen Skalen im rechten Bereich von Abbildung 21 zeigen die relative Anzahl von Übereinstimmungen. Dabei werden Bereiche mit Dichtemaxima durch ihre rote Farbe erkenntlich gemacht. Für die unverformte Probe H1025 – R lassen sich keine Texturen oder bevorzugte Ebenen erkennen. Zustand H1025 – Z1 weist hingegen Bereiche mit sehr geringer Übereinstimmung auf und zeigt zusätzlich für $\{111\}$ an den seitlichen Rändern ein leichtes Dichtemaximum. Ein ähnliches Verhalten zeigt Probe H1025 – Z2, allerdings tritt hier zusätzlich für $\{100\}$ am rechten Rand ein leichtes Dichtemaximum auf. Für Zustand 2 und 3 ist ein Muster erkennbar, welches im Referenzzustand nicht erkennbar war. Ein besonders ausgeprägteste Muster ist in Zustand 3 zu erkennen. Hierbei sind die Bereiche mit

kaum Übereinstimmungen deutlich von den Bereichen mit mittleren Übereistimmungen unterscheidbar. Zusätzlich zeigt sich für {111} ein Dichtemaximum an den linken und rechten Rändern.

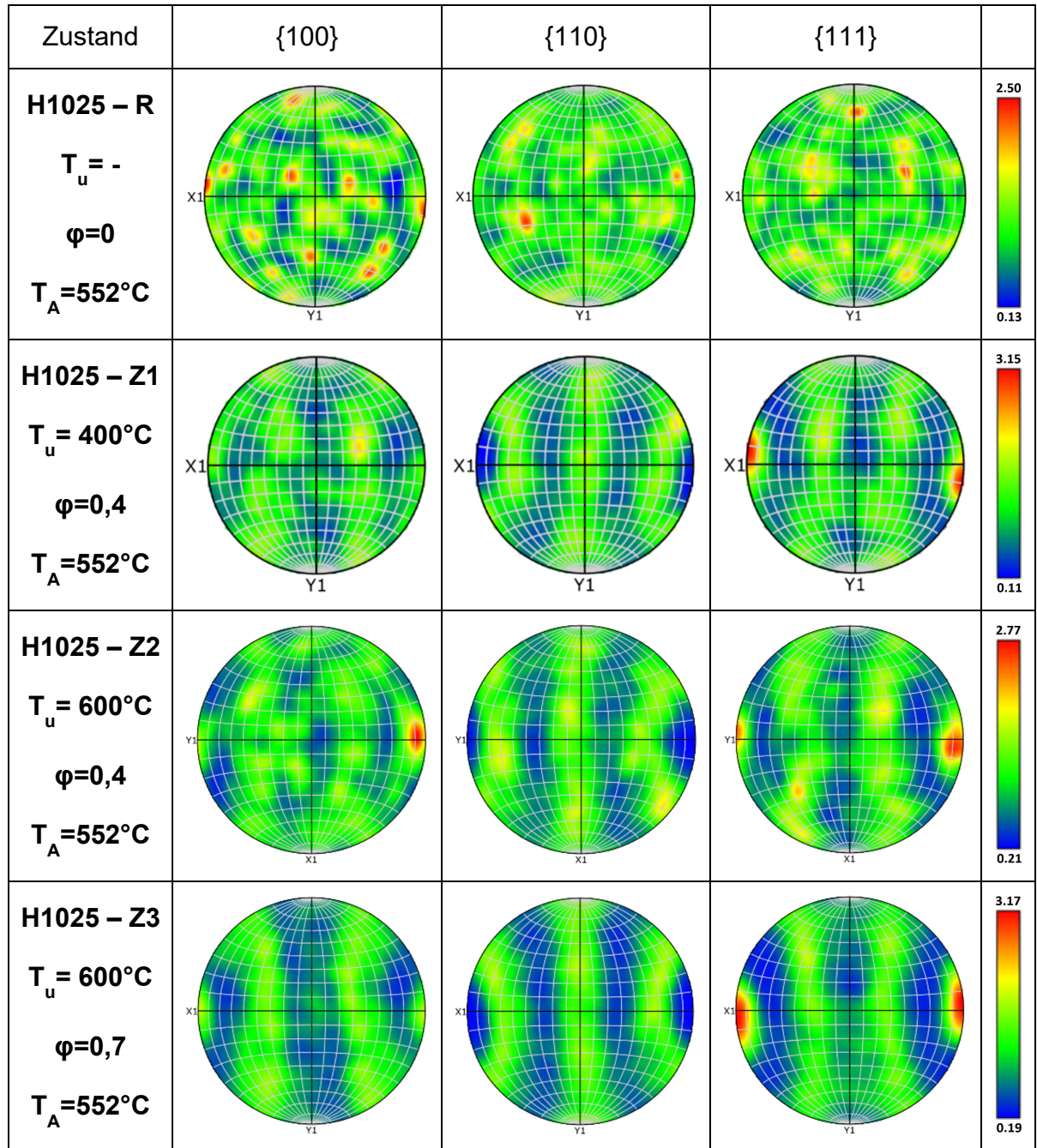


Abbildung 21: Darstellung der Polfiguren von {100}, {110} und {111} für die vier Proben H1025 – Z1 bis H1025 – R.

4.4. Charakterisierung der Gefügeanteile mittels XRD

Die Charakterisierung der Gefügeanteile wurde an allen ausgelagerten Proben durchgeführt. Nach Auswertung der Versuchsergebnisse wurde der Austenitgehalt in Abhängigkeit der Auslagerungstemperatur in einem Diagramm dargestellt, welches anhand Abbildung 22 ersichtlich ist. In Abbildung 22 ist auf der linken Seite das gesamte Diagramm mit bis zu 20 Vol.-% Austenitgehalt, sowie ein grün umrandeter Bereich zu sehen. Dieser Bereich wird auf der rechten Seite vergrößert dargestellt, um die unterschiedlichen Zustände besser erkennen zu können. Anhand dessen lässt sich erkennen, dass die Austenitgehalte bei Auslagerungstemperaturen bis 552°C in einem ähnlichen Bereich liegen. Anschließend tritt bei den Zuständen 2 und 3 eine eindeutige Steigerung gegenüber den anderen beiden Zuständen für die Auslagerung bei 566°C auf. Für die höchste Auslagerungstemperatur 593°C zeigen die unterschiedlichen Zustände deutliche Unterschiede in ihren Austenitgehalten. Interessanterweise weist die Probe mit dem Zustand 1 den höchsten Austenitgehalt auf, obwohl sie bei den anderen Auslagerungstemperaturen meist den geringsten Austenitgehalt aufwies. Der am stärksten verformte Zustand 3, welcher bei 566°C einen der höheren Gehalte hatte, zeigt für 593°C den geringsten Gehalt an Austenit auf. Im Allgemeinen lässt sich sagen, dass für alle Zustände der Austenitgehalt mit steigender Auslagerungstemperatur, vor allem ab 552°C, zunimmt. Darüber hinaus scheinen die Ausformingparameter einen großen Einfluss auf die Bildung von rückumgewandeltem Austenit zu haben.

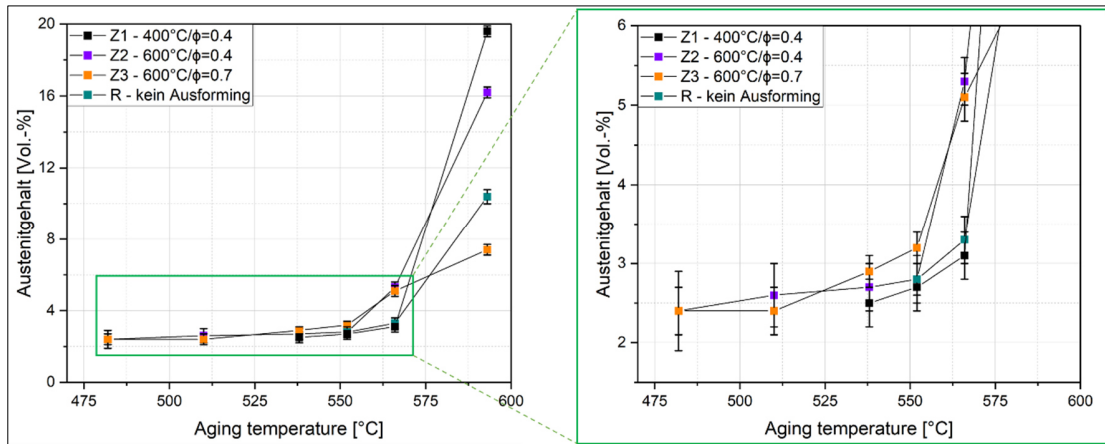


Abbildung 22: Darstellung des Austenitgehalts in Abhängigkeit der Auslagerungstemperatur jeweils für jeden der vier Ausformungszustände. Das linke Diagramm zeigt die gesamten Daten, wohingegen das rechte Diagramm ein Ausschnitt des linken Diagramms ist und den Bereich von bis zu 6 Vol.-% Austenitgehalt abbildet.

4.5. Bestimmung der Ms Werte

Da die Wärmebehandlungen der Proben im Dilatometer stattgefunden haben, wurde die Längenänderungen zu jedem Zeitpunkt bzw. bei jeder Temperatur aufgezeichnet. Diese Daten liegen für alle 24 ausgelagerten, sowie für die vier unausgelagerten Proben vor. In Abbildung 23 sind die Dilatations-Temperatur-Kurven der unausgelagerten Proben OA – Z1 bis OA – R dargestellt. Hierbei lässt sich erkennen, dass sich der charakteristische Knick, welcher für die Ms Temperatur kennzeichnet, im Verlauf der unverformten Probe bei höheren Temperaturen befindet als bei den anderen Proben.

Allgemein wurden die Übergangstemperaturen aller Proben nach ihrem entsprechendem Zustand Z1 bis R gemittelt, ausgewertet und anhand von Tabelle 8 dargestellt. Hierbei zeigt sich ein ähnliches Bild wie bei den unausgelagerten Proben. Die Proben ohne Ausforming weisen eine deutlich höhere Ms Temperatur auf, als jene mit Ausforming.

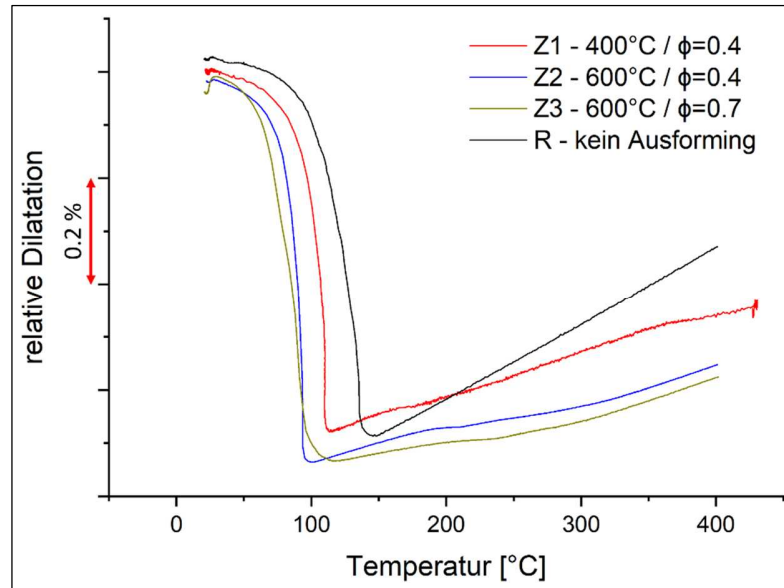


Abbildung 23: Darstellung der Dilatation abhängig von der Temperatur für die unausgelagerten Proben OA – Z1 bis OA – R.

Tabelle 8: Auflistung der Mittelwerte aller Martensitstarttemperaturen für die vier verschiedenen Ausformungszustände.

Zustand	Z1 400°C/φ=0.4	Z2 600°C/φ=0.4	Z3 600°C/φ=0.7	Z4 kein Ausforming
M_s [°C]	114 ± 8	107 ± 5	114 ± 5	150 ± 1

4.6. Charakterisierung der Ausscheidungen mittels Atomsonde

Für die Untersuchung der Ausscheidungen wurden Spitzen der Proben H1025 – Z3 und H1025 – R (*i.e.*, Auslagerung bei 552°C) untersucht. Anhand Abbildung 24 sind die Ni-Atom Verteilungen inklusive Isokonzentrationsflächen von Bereichen mit einem Ni + Al Gehalt von größer 25 at.% abgebildet. Hierbei zeigt der verformte Zustand 3 eine größere Anzahl an Ausscheidungen als der Referenzzustand. Ebenfalls sind die Ausscheidungen in Zustand 3 feiner. In Tabelle 9 sind die Ergebnisse der computerunterstützten Clustersuche für die beiden Proben dargestellt. Diese bestätigen quantitativ, dass die Clusteranzahl bei dem verformten Zustand 3 höher ist. Anhand Abbildung 25 werden die Proxigramme der beiden Zustände dargestellt. Dabei werden die Konzentrationsänderungen verschiedener Elemente am Übergang aus der Matrix in die Ausscheidung abgebildet. Der Wert 0 auf der Abszisse liegt

hierbei genau an der Grenzfläche Matrix – Ausscheidung. Bei der Betrachtung dieser Proxigramme sind kaum Unterschiede in der chemischen Analyse der Ausscheidung zwischen den beiden Proben H1025 – Z3, H1025 – R zu erkennen.

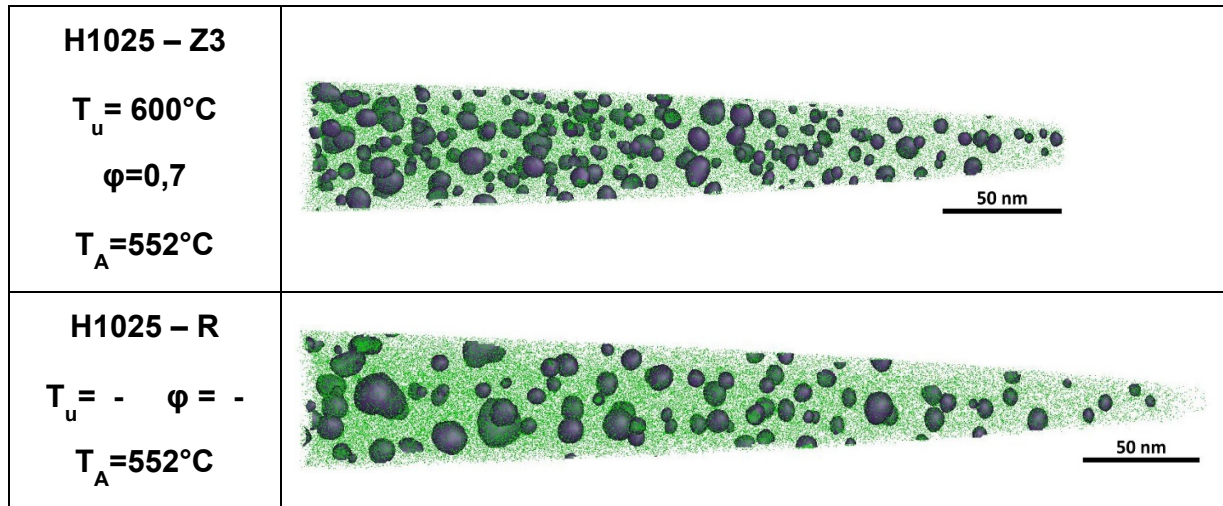
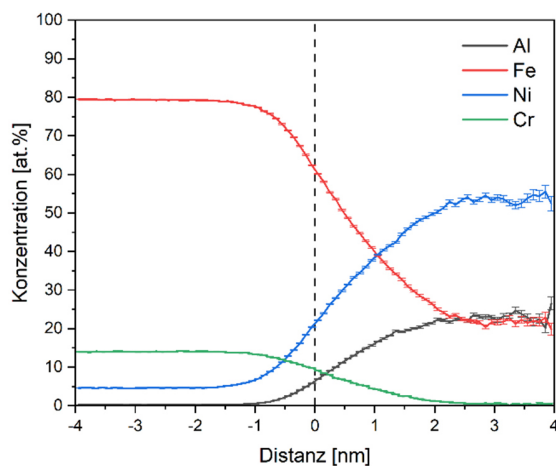


Abbildung 24: Ni-Atom Verteilungen inklusive Isokonzentrationsflächen von Bereichen mit einem Ni + Al Gehalt von größer 25 at.% für die Proben H1025 – Z3 und H1025 – R.

Tabelle 9: Mittels cluster search bestimmten Anzahldichten der β -NiAl Ausscheidungen in den Proben H1025 – Z3 und H1025 – R

Probe	Dichte Cluster [m^{-3}]
H1025 – Z3	$7,4 \times 10^{23}$
H1025 – R	$4,4 \times 10^{23}$

H1025 – Z3 $T_u = 600^\circ\text{C}$ $\varphi = 0,7$ $T_A = 552^\circ\text{C}$



H1025 – R $T_u = -$ $\varphi = -$ $T_A = 552^\circ\text{C}$

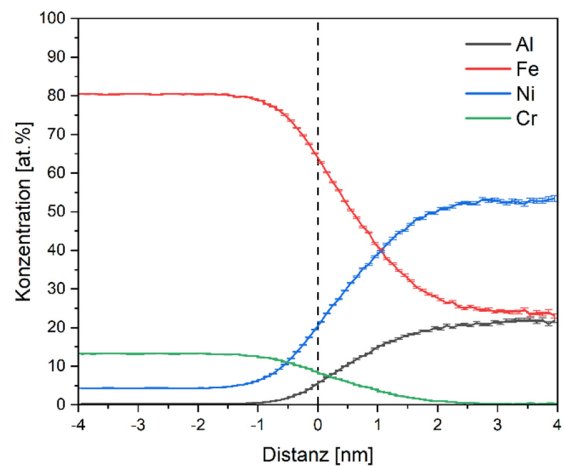


Abbildung 25: Proxigramme der Proben H1025 – Z3 und H1025 – R.

Für eine weitere Untersuchung der Ausscheidungen wurden Spitzen von den Proben H1100 – Z1 bis H1100 – R (*i.e.*, Auslagerung bei 593°C) untersucht. In Abbildung 26 sind die Ni-Atom Verteilungen inklusive Isokonzentrationsflächen von Bereichen mit einem Ni + Al Gehalt von größer 25 at.% abgebildet. Es lässt sich erkennen, dass Zustand 1 die größten Ausscheidungen aufweist. Im Vergleich dazu sind die Ausscheidungen bei Zustand 2 kleiner. Die feinsten Ausscheidungen für die Auslagerungstemperatur von 593°C weisen Zustand 3 und der unverformte Referenzzustand auf.

Zusätzliche sind anhand Abbildung 27 die Proxigramme der Ausscheidungen für die vier unterschiedlichen Zustände dargestellt. Bei Betrachtung dieser Proxigramme ist im Allgemeinen ein Anstieg von Ni und Al beim Übergang in die Ausscheidung zu sehen. Hingegen fallen die Konzentrationen von Fe und Cr ab. Für die Zustände 1 und 3, sowie den Referenzzustand liegen die Elementanteile im Inneren der Ausscheidungen, sprich auf der rechten Seite der Proxigramme, alle in einem ähnlichen Bereich. So sind hier ca. 22 at.% Al, 22 at.% Fe und 52 at.% Ni zu finden. Bei Zustand 2 ist der Anteil an Fe mit 12,5 at.% jedoch nur halb so hoch, dafür weist Zustand 2 einen deutlich höheren Gehalt von 35 at.% an Al auf. Das Element Cr zeigt für alle vier Zustände das gleiche Verhalten.

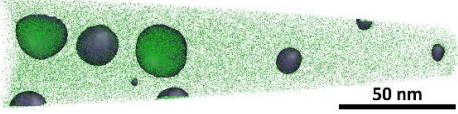
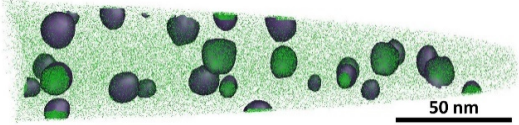
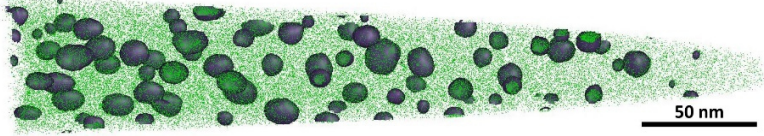
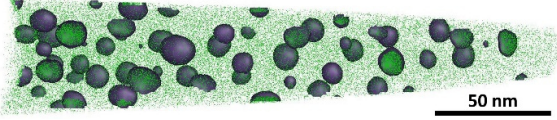
<p>H1100 – Z1</p> <p>$T_u = 400^\circ\text{C}$</p> <p>$\varphi = 0,4$</p> <p>$T_A = 593^\circ\text{C}$</p>	
<p>H1100 – Z2</p> <p>$T_u = 600^\circ\text{C}$</p> <p>$\varphi = 0,4$</p> <p>$T_A = 593^\circ\text{C}$</p>	
<p>H1100 – Z3</p> <p>$T_u = 600^\circ\text{C}$</p> <p>$\varphi = 0,7$</p> <p>$T_A = 593^\circ\text{C}$</p>	
<p>H1100 – R</p> <p>$T_u = - \quad \varphi = -$</p> <p>$T_A = 593^\circ\text{C}$</p>	

Abbildung 26: Ni-Atom Verteilungen inklusive Isokonzentrationsflächen von Bereichen mit einem Ni + Al Gehalt von größer 25 at. % für die Proben H1100 – Z1 bis H1100 – R.

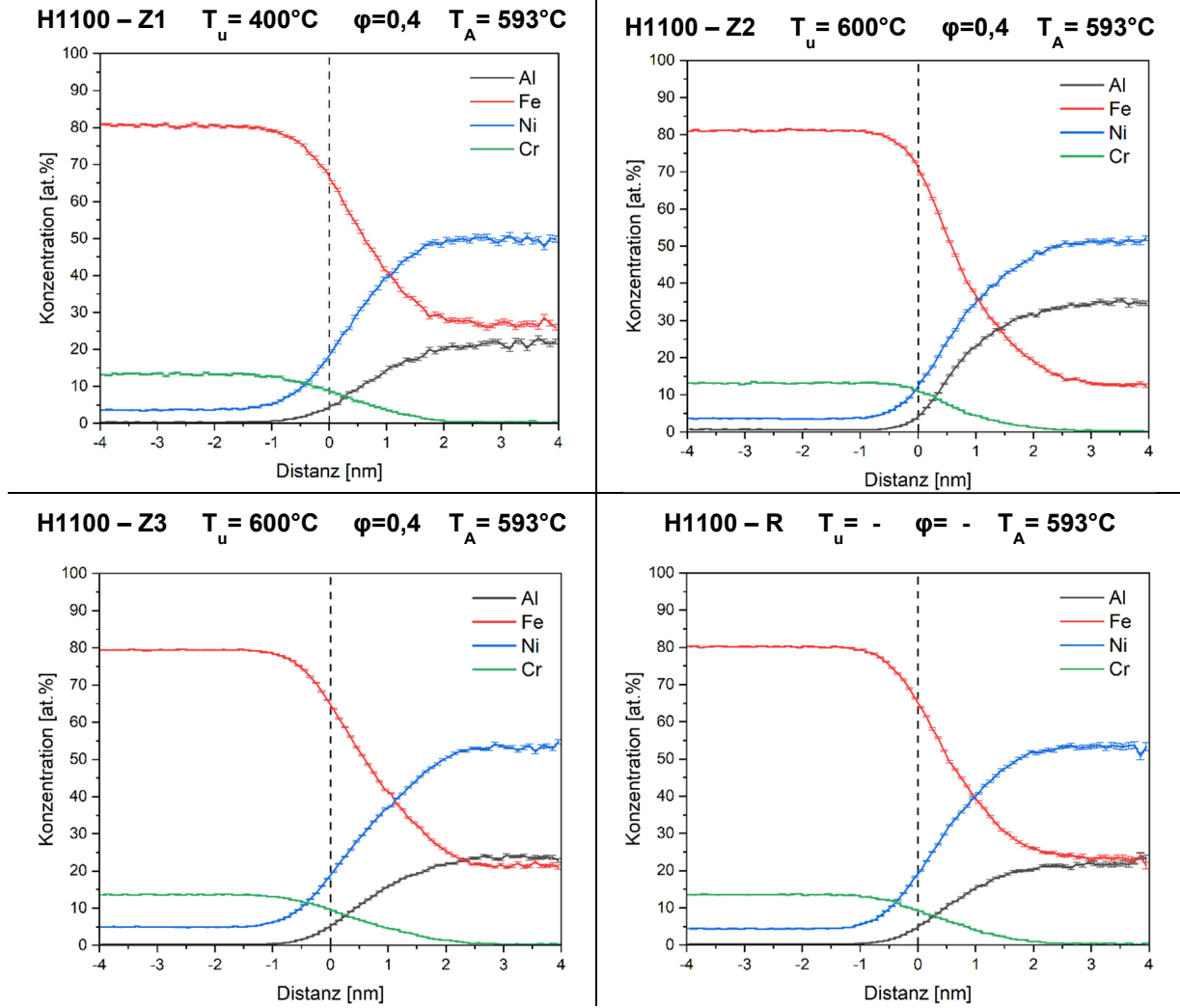


Abbildung 27: Proxigramme der Proben H1100 – Z1 bis H1100 – R.

5. Diskussion der Ergebnisse

5.1. Zustände vor der Auslagerung

Die Ergebnisse der Härtemessungen zeigen einen deutlichen Unterschied zwischen Proben, welche eine Auslagerung erfahren haben und Proben, welche keine Auslagerung erfahren haben. Dabei weisen die unausgelagerten Proben deutlich niedrigere Härtewerte auf. Da PH 13-8 Mo ein ausscheidungsgehärteter Stahl ist und sich die Ausscheidungen im Regelfall erst bei der Auslagerung bilden, erreichen die ausgelagerten Proben deutlich höhere Werte [44]. In Bezug auf die unausgelagerten Proben ist dies nicht der Fall und somit tritt keine Härtesteigerung durch Ausscheidungen auf. Betrachtet man nur die unausgelagerten Proben so finden sich dennoch Härteunterschiede für die vier unterschiedlichen Zustände Z1 bis R. Da Ausscheidungen hierbei keinen Einfluss nehmen, treten die Unterschiede der Härte durch Gefügefönerung und -verformung auf. Es konnte gezeigt werden, dass die am stärksten verformte Probe den höchsten Härtewert aufweist und die unverformte Referenzprobe den geringsten. Hierbei muss beachtet werden, dass die Härtemessungen in der Mitte der Probe im stark verformten Bereich getätigt wurden.

Das Gefügebild der Probe OA – Z3 in Abbildung 16 wurde am Rand im quasi unverformten Bereich aufgenommen und zeigt keine Gefügefönerung. Ebenfalls weist diese Probe eine annähernd gleiche Korngröße für die ehemaligen Austenitkörner wie die Referenzprobe OA – R auf, was zu dem Schluss föhrt, dass die Ränder der Proben außerhalb des Schmiedekreuzes kaum bis nicht vom Ausforming betroffen sind. Betrachtet man jedoch die ehemaligen Austenitkörner aller unausgelagerten Proben in der Mitte des Schmiedekreuzes, so zeigt sich eine deutliche Gefügefönerung mit steigendem Umformgrad. Die plastisch verformten Körner bilden bei der Abköhlung ein feineres martensitisches Gefüge, welches wiederum die Härte erhöht. Dieses Phänomen wird auch Feinkornhärtung genannt und ist eine Folge der Verfestigung durch eigebrachte Versetzungen [45]. Somit konnte gezeigt werden, dass selbst ohne anschließender Auslagerung das Ausforming einen positiven Einfluss auf die Härte des Stahls zeigt.

Die Ergebnisse der EBSD-Messungen zeigen für die verformten Zustände 1 bis 3 eine deutlich kleinere Blockgröße als für den unverformten Referenzzustand. Als Grund dafür kann die deutlich höhere Versetzungsdichte genannt werden. Mit steigendem Umformgrad entstehen durch das Ausforming mehr Versetzungen im Material. Befinden sich mehr Versetzungen im Material so können diese als Ausgangspunkt für die Gefügeumwandlung dienen und führen dadurch zu einer kleineren Blockgröße [46].

Mithilfe der KAM-Werte konnte gezeigt werden, dass sich die Fehlorientierung mit steigendem Umformgrad erhöht. Aufgrund der Verformung bilden sich größere Abweichungen in der Orientierung zwischen den Körnern. Der Referenzzustand weist daher mit einem Mittelwert $0,7^\circ$ den kleinsten und der am stärksten verformte Zustand den größten Mittelwert mit $1,0^\circ$ auf. Zusätzlich besitzt der Referenzzustand die kleinste Standardabweichung mit $0,4^\circ$ und der am stärksten verformte Zustand die höchste Standardabweichung mit $0,6^\circ$. Der Unterschied in der Standardabweichung ist ebenfalls auf die Umformung und die somit ungeordnetere inhomogene Struktur zurückzuführen.

Anhand der erstellten Polfiguren der vier Zustände, konnte gezeigt werden, dass für den Referenzzustand keine Textur erkennbar ist. Anders verhält es sich bei den drei anderen Zuständen. Hierbei wird mit steigendem Umformgrad eine immer deutlichere Textur erkennbar. Besonders stark ist dieser Effekt bei Zustand 3 und der $\{111\}$ Ebenenschar. Hierbei befinden sich an der linken und rechten Kappe ein Dichtemaximum, während dazwischen ein streifenartiger Bereich vorliegt, welcher abwechselnd keine bis kaum und mittelmäßige Übereinstimmung aufweist.

Das Ausforming wirkt sich ebenfalls auf die M_s Temperatur aus. Die Ergebnisse des Umformdilatometers ergeben deutlich niedrigere M_s Temperaturen für die verformten Proben im Vergleich zu der unverformten Referenzprobe. Die Referenzprobe spiegelt hierbei das normale Abkühlverhalten des PH 13-8 Mo wider. Die Senkung der M_s Temperatur ist durch die Stabilisierung des Austenits zu erklären. Dadurch vergrößert sich das Austenitgebiet und der Umwandlungsstart des Martensits wird zu tieferen Temperaturen verschoben. Die Stabilisierung des Austenits erfolgt aufgrund der Behinderung der Martensitbildung. Durch die hohe Versetzungsdichte wird die

Phasenumwandlung erschwert und somit die Ms Temperatur zu tieferen Temperaturen verschoben [47]. Ebenfalls sinkt die Ms Temperatur je feiner die Austenitkörner sind [48,49].

5.2. Zustände nach der Auslagerung

Betrachtet man die Härtewerte nach dem Auslagerungsprozess, so zeigt sich ein interessantes Bild. Bei jeder Auslagerungstemperatur weisen die vier Zustände die gleiche Reihenfolge auf, wenn man sie nach der Härte sortiert. Zustand 3 zeigt die höchste Härte, der Referenzzustand die geringste Härte und Zustand 1 und 2 liegen zwischen den beiden anderen Zuständen. Diese Reihenfolge der Härte ist für alle Auslagerungstemperaturen dieselbe und ist ident mit jener der unausgelagerten Proben. Beim Vergleich zwischen den unterschiedlichen Auslagerungstemperaturen zeigen sich jedoch große Unterschiede in der Härte. Auffällig ist hierbei das Härtemaximum bei 510°C, welches sich in der Nähe des literarischen Härtemaximums befindet. Dieses wurde in der Arbeit von Seetharaman [50] nachgewiesen und befindet sich bei 525°C. Als Grund für das Härtemaximum können die ideale Ausscheidungsgröße und ein geringer Anteil an Austenit angegeben werden. Bei niedrigeren Temperaturen bilden sich weniger Ausscheidungen, welche die Härte nicht im vollen Ausmaß steigern. Zu hohe Temperaturen führen jedoch zu einer Vergrößerung der Ausscheidungen, welche ab einer kritischen Größe ebenfalls den Härteanstieg mindern [26]. Zusätzlich neigt der Werkstoff bei höheren Temperaturen zu einer vermehrten Bildung von rückumgewandeltem Austenit [12]. Beide Phänomene erklären den weiteren Härteabfall bei Auslagerungstemperaturen über 510°C.

Wie bereits erwähnt erhöht sich mit steigender Auslagerungstemperatur der Austenitanteil. Dieser Sachverhalt konnte durch XRD-Messungen bestätigt werden. Ein erster merklicher Anstieg zeigt sich bei 566°C, bevor sich bei einer Auslagerungstemperatur von 593°C der Austenitanteil stark erhöht. Der Grund dafür ist das Erreichen der notwendigen Temperatur, welche für die Bildung von rückumgewandeltem Austenit erforderlich ist [51]. Jedoch zeigen sich vor allem bei letzterer Temperatur deutliche Unterschiede zwischen den vier Zuständen. Der am

stärksten verformte Zustand 3 zeigt die geringste Erhöhung des Austenitanteils, während die beiden Zustände 1 und 2, welche den Umformgrad 0,4 aufweisen, mehr als den doppelten Austenitgehalt aufweisen. Der Referenzzustand liegt zwischen den beiden Extrema. Der Gehalt an rückumgewandeltem Austenit wird stark von der Umformtemperatur, sowie dem Umformgrad beeinflusst. Die Variation dieser beiden Parameter beeinflusst die Ausscheidungskinetik und in weiterer Folge die Ausbildung von rückumgewandeltem Austenit [52]. Ebenfalls bilden sich bei Variation von Umformtemperatur und -grad unterschiedliche Substrukturen im Martensit und im Versetzungsaufbau aus. Der starke Anstieg des Austenitgehalts für Zustand 1 und 2 spiegelt sich sehr stark in der Härte dieser Zustände, für die Auslagerungstemperatur 593°C, wider. Hierbei fallen beide Härtewerte stark ab, im Vergleich dazu erfährt der Härtewert für Zustand 3 einen deutlich geringeren Härteabfall, wahrscheinlich aufgrund des geringeren Anstiegs der Austenitmenge.

Bei Betrachtung der Proben H1025 – Z3 und H1025 – R, welche mittels hochauflösender Atomsondentomographie gemessen wurden, zeigen sich deutliche Unterschiede bei den Ausscheidungen. Der verformte Zustand der Probe H1025 – Z3 weist eine höhere Anzahl an Ausscheidungen auf, welche zusätzlich feiner als jene des Referenzzustandes sind. Die Menge der Ausscheidungen kann anhand der Clusteranzahl pro m^3 quantifiziert werden. Hierbei weist die verformte Probe eine Clusterdichte von $7,4 \times 10^{23} \text{ m}^{-3}$ auf, während die Referenzprobe lediglich $4,4 \times 10^{23} \text{ m}^{-3}$ aufweist. Als Grund dafür dienen die Versetzungen, welche durch die Umformung in das Material eingebracht wurden. Diese wirken bei der Auslagerung als Keimstellen und sorgen dadurch für eine feine Verteilung der Ausscheidungen. Vergleicht man die Zusammensetzungen der Ausscheidungen mithilfe von Proxigrammen, so ist kaum ein Unterscheid zu erkennen. Die Ausscheidungen zeigen eine Anreicherung an Ni und Al, während die Anteile von Fe, Cr und Mo sinken. Somit stellt sich eine Zusammensetzung der Ausscheidung von ca. 20 at.% Fe, 54 at.% Ni, sowie 26 at.% Al ein. Die Anreicherung an Ni und Al deutet auf die Bildung von intermetallischen β -NiAl Ausscheidungen hin, welche typische für PH 13-8 Mo sind [53].

Für die Auslagerungstemperatur von 593°C wurde je eine Atomspitze aller vier Zustände untersucht. Bei dieser Untersuchung der Proben H1100 – Z1 bis H1100 - R konnte kein eindeutiger Einfluss der unterschiedlichen Ausformingparameter erkannt werden. Der Referenzzustand H1100 – R liegt bei der Größe und Anzahl der Ausscheidungen zwischen den Zuständen 2 und 3. Dieses Ergebnis weist auf den Umstand hin, dass nicht zwangsläufig jedes Ausforming für feinere Ausscheidungen sorgt. Vergleicht man die beiden Referenzzustände für die Auslagerungstemperaturen 552 und 593°C so zeigt sich, dass sich bei 552°C feinere Ausscheidungen bilden. Dasselbe Bild liefert ein Vergleich der Zustände 3 für die Auslagerungstemperaturen von 552 und 593°C. Somit konnte gezeigt werden, dass der Prozess des Ausscheidungswachstums ein Zusammenspiel aus den Parametern des Ausforming und der Auslagerungstemperatur und in weiterer Folge der Kinetik der Ausscheidungen ist. Des Weiteren zeigt sich dadurch, dass Ausforming mit den falschen Parametern durchaus einen negativen Einfluss auf die Ausbildung der Ausscheidungen haben kann.

Bei Betrachtung der Zusammensetzungen der Ausscheidungen mithilfe von Proxigrammen zeigen sich sehr ähnliche Ergebnisse für die Zustände 1 und 3, sowie den Referenzzustand. Hierbei stellt sich eine Zusammensetzung im Bereich von und 24 at.% Fe, 54 at.% Ni und 22 at.% Al ein. Diese Zusammensetzung ähnelt stark jener der Proben H1025 – Z3 und H1025 – R und weist ebenfalls auf die Bildung von intermetallischen β -NiAl Ausscheidungen hin. Lediglich Probe H1100 – Z2 weicht in ihrer Zusammensetzung ab, indem sie einen höheren Gehalt an Al und einen geringeren Gehalt an Fe aufweist. Es wird vermutet, dass diese Abweichung auf eine unterschiedliche Kinetiksituation in Zustand 2 zurückzuführen ist.

Eine Untersuchung der Zähigkeit wurde aufgrund der Probengröße nicht durchgeführt. Die Größenordnung der Dilatometerproben ist nicht ausreichend für eine Bestimmung der Zähigkeit. Jedoch wird eine Erhöhung der Zähigkeit durch Ausforming erwartet. Grund dafür ist das feinere martensitische Gefüge. Die feineren Martensitblöcke führen zu einer vermehrten Rissablenkung, wodurch die Zähigkeit positiv beeinflusst wird [54]. Eine zusätzliche Prüfung der Duktilität, sowie der Zähigkeit könnte zur Validierung des Potenzials des Zustandes 2 ($\varphi = 0.4$, $T = 600^\circ\text{C}$) beitragen. Dieser

zeichnet sich durch seinen hohen Gehalt an rückumgewandeltem Austenit, zusammen mit feinen Ausscheidungen, aus.

6. Zusammenfassung

Die zweistufige Wärmebehandlung des PH 13-8 Mo verleiht dem Maragingstahl eine gute Kombination aus einer hohen Festigkeit sowie Zähigkeit. Um diese mechanischen Eigenschaften, sowie die Härte weiter zu verbessern, wurde der Einfluss von Ausforming auf die Mikrostruktur in dieser Masterarbeit untersucht. Dafür wurden unterschiedliche Materialzustände hergestellt, welche verschiedene Variationen von Umformgrad, Umformtemperatur und Auslagerungstemperatur darstellen. Für die Untersuchungen wurden Proben mit diesen Zuständen mithilfe eines Umformdilatometers hergestellt und anschließend mit diversen Prüfmethoden untersucht.

Anhand von Härtemessungen nach Vickers konnte die Härte der unterschiedlichen Materialzustände ermittelt werden. Mithilfe von lichtmikroskopischen Untersuchungen wurde die ehemalige Austenitkorngröße und Gefügeverformung ermittelt. Des Weiteren konnte mittels Elektronenrückstreubeugung (EBSD) die Blockgröße des Martensits, sowie das Auftreten von Texturen untersucht werden. Anhand der aufgezeichneten Daten des Umformdilatometers konnten die M_s Temperaturen bestimmt werden. Für die Bestimmung der Phasenanteile wurde XRD eingesetzt. Abschließend erfolgte eine Untersuchung mittels ATP, wodurch Größe und Zusammensetzung von Ausscheidungen bestimmt werden konnte.

Mithilfe der zuvor genannten Untersuchungen wurden diverse Erkenntnisse errungen. Zum einen konnte gezeigt werden, dass bei einer Auslagerungstemperatur von 510°C die maximale Härte erreicht wird und allgemein die Härte durch Ausforming erhöht werden kann. Des Weiteren wurde nachgewiesen, dass die Blockgröße des Martensits durch Ausforming deutlich verringert werden konnte. Ebenfalls konnte eine Senkung der Martensitstarttemperatur durch Ausforming erzielt werden. Des Weiteren zeigt sich ein steigender Austenitanteil mit Erhöhung der Auslagerungstemperatur. Besonders stark fällt diese Erhöhung nach Überschreitung von 566°C aus, da ab diesem Punkt rückumgewandelter Austenit auftritt. Es wurde festgestellt, dass bei höheren Auslagerungstemperaturen die Ausformingparameter einen signifikanten Einfluss auf die Größe und Menge der $\beta\text{-NiAl}$ Ausscheidungen sowie die Menge an rückumgewandeltem Austenit haben, was wohl auf unterschiedliche Kinetik verursacht durch die eingebrachten Versetzungsstrukturen zurückzuführen ist.

Literatur

- [1] W. Sha, Z. Guo, Maraging steels: Modelling of microstructure, properties and applications, CRC Press; Woodhead Publishing Limited, Boca Raton, Great Abington, Cambridge, UK, 2009.
- [2] S. Isogawa, H. Yoshida, Y. Hosoi, Y. Tozawa, Improvement of the forgability of 17-4 precipitation hardening stainless steel by ausforming, *Journal of Materials Processing Technology* 74 (1998) 298–306. doi:10.1016/S0924-0136(97)00286-0.
- [3] Böhler Edelstahl GmbH & Co KG, N709 Datenblatt, https://www.boehler-edelstahl.com/app/uploads/sites/92/productdb/api/n709_de.pdf, (02.02.24).
- [4] H. Nakagawa, T. Miyazaki, Effect of retained austenite on the microstructure and mechanical properties of martensitic precipitation hardening stainless steel, *Journal of Materials Science* 34 (1999) 3901–3908. doi:10.1023/A:1004626907367.
- [5] J.W. Cahn, Nucleation on dislocations, *Acta Metallurgica* 5 (1957) 169–172. doi:10.1016/0001-6160(57)90021-4.
- [6] D.H. Ping, M. Ohnuma, Y. Hirakawa, Y. Kadoya, K. Hono, Microstructural evolution in 13Cr–8Ni–2.5Mo–2Al martensitic precipitation-hardened stainless steel, *Materials Science and Engineering: A* 394 (2005) 285–295. doi:10.1016/j.msea.2004.12.002.
- [7] H. Bargel, G. Schulze, *Werkstoffkunde*, 11., bearb. Auflage, Springer Berlin, Berlin, 2011. 9783642177163.
- [8] N.-H. Heo, H.-C. Lee, Role of chromium on mechanical properties of Fe-Mn-Ni-Mo-Ti maraging steels, *Metals and Materials* 1 (1995) 77–83. doi:10.1007/BF03055327.
- [9] A.H. Seikh, H. Halfa, M.S. Soliman, Effect of Molybdenum Content on the Corrosion and Microstructure of Low-Ni, Co-Free Maraging Steels, *Metals* 11 (2021) 852. doi:10.3390/met11060852.
- [10] K. Stiller, M. Hättestrand, F. Danoix, Precipitation in 9Ni–12Cr–2Cu maraging steels, *Acta Materialia* 46 (1998) 6063–6073. doi:10.1016/S1359-6454(98)00267-5.

- [11] A. Rosenauer, D. Brandl, G. Ressel, S. Lukas, C. Gruber, M. Stockinger et al., In Situ Observations of the Microstructural Evolution during Heat Treatment of a PH 13-8 Mo Maraging Steel, *Adv Eng Mater* 25 (2023). doi:10.1002/adem.202300410.
- [12] Ronald Schnitzer, Structure-Properties Relationship of a Stainless Maraging Steel, Dissertation, Montanuniversität Leoben, 2011.
- [13] H. Koohdar, F. Roshanzadeh, N. Nayeypashae, H.R. Jafarian, Effect of intercritical annealing and subsequent ageing on the microstructure and mechanical properties of a medium Ni–Mn low carbon steel, *Journal of Materials Research and Technology* 20 (2022) 3656–3666. doi:10.1016/j.jmrt.2022.08.105.
- [14] G. Jeanmaire, M. Dehmas, A. Redjaïmia, S. Puech, G. Fribourg, Precipitation of aluminum nitride in a high strength maraging steel with low nitrogen content, *Materials Characterization* 98 (2014) 193–201. doi:10.1016/j.matchar.2014.11.001.
- [15] Z.B. Jiao, J.H. Luan, M.K. Miller, C.Y. Yu, C.T. Liu, Effects of Mn partitioning on nanoscale precipitation and mechanical properties of ferritic steels strengthened by NiAl nanoparticles, *Acta Materialia* 84 (2015) 283–291. doi:10.1016/j.actamat.2014.10.065.
- [16] S. HOSSEINNEJAD, J. TEIMOURI, A. TAHMASEBIFAR, H. SHIRAZI, M. NILIAHMADABADI, A new concept in further alloying of Fe–Ni–Mn maraging steels, *Scripta Materialia* 60 (2009) 528–531. doi:10.1016/j.scriptamat.2008.11.046.
- [17] G.E. Totten, *Steel Heat Treatment Handbook - 2 Volume Set*, CRC Press, 2006.
- [18] A. Hadadzadeh, A. Shahriari, B.S. Amirkhiz, J. Li, M. Mohammadi, Additive manufacturing of an Fe–Cr–Ni–Al maraging stainless steel: Microstructure evolution, heat treatment, and strengthening mechanisms, *Materials Science and Engineering: A* 787 (2020) 139470. doi:10.1016/j.msea.2020.139470.
- [19] P.W. Hochanadel, G.R. Edwards, C.V. Robino, M.J. Cieslak, Heat treatment of investment cast PH 13-8 Mo stainless steel: Part I. Mechanical properties and microstructure, *Metall Mater Trans A* 25 (1994) 789–798. doi:10.1007/BF02665455.
- [20] Sebastian Teusl, Interkritisches Glühen eines PH 13-8 Mo Maraging-Stahles, Masterarbeit, Montanuniversität Leoben, 2023.

- [21] J. Schlegel, *Die Welt des Stahls: Zur Geschichte, Herstellung und Verwendung eines Basiswerkstoffes*, Springer, 2021.
- [22] M. Amirkamali, M. Aghaie-Khafri, The Effects of Ausforming on the Precipitating Process and Mechanical Properties of 17-4PH Stainless Steel, in: *ASME 2010 10th Biennial Conference on Engineering Systems Design and Analysis*, Volume 5, Istanbul, Turkey, 2010, pp. 711–716. doi:10.1115/ESDA2010-25250.
- [23] J.A. González, A. Molina, M. Valencia, F. Räuchle, Lösungsglühen von Carbiden bei relativ niedrigen Temperaturen und Überprüfung mit elektrochemischen Methoden, *Steel Research* 59 (1988) 226–231. doi:10.1002/srin.198801635.
- [24] M. Capecchi, F. Serpenti, J. Giannotta, L. Pettine, G. Reda, I. Martinelli et al., Off-Label Use of Thrombopoietin Receptor Agonists: Case Series and Review of the Literature, *Frontiers in oncology* 11 (2021) 680411. doi:10.4271/680411.
- [25] A. Cooper, AISI/SAE 4140 Product Datasheet: D.A.Cooper-Sons, <https://www.dacooper.co.uk/wp-content/uploads/2020/11/AISI-SAE-4140-Product-Datasheet-D.A.Cooper-Sons-.pdf>, (01.10.23).
- [26] M. Aghaie-Khafri, S.H. Mousavi Anijdan, M. Amirkamali, Microstructural evolution under ausforming and aging conditions in 17-4 PH stainless steel, *Mater. Res. Express* 6 (2019) 106532. doi:10.1088/2053-1591/ab37e1.
- [27] T. Kumnorkaew, J. Lian, V. Uthaisangasuk, W. Bleck, Effect of ausforming on microstructure and hardness characteristics of bainitic steel, *Journal of Materials Research and Technology* 9 (2020) 13365–13374. doi:10.1016/j.jmrt.2020.09.016.
- [28] H. Guo, X. Feng, A. Zhao, Q. Li, M. Chai, Effects of ausforming temperature on bainite transformation kinetics, microstructures and mechanical properties in ultra-fine bainitic steel, *Journal of Materials Research and Technology* 9 (2020) 1593–1605. doi:10.1016/j.jmrt.2019.11.085.
- [29] T. Furuhashi, H. Kawata, S. Morito, T. Maki, Crystallography of upper bainite in Fe–Ni–C alloys 431 (2006) 228–236. doi:10.1016/j.msea.2006.06.032.

- [30] X.C. Xiong, B. Chen, M.X. Huang, J.F. Wang, L. Wang, The effect of morphology on the stability of retained austenite in a quenched and partitioned steel, *Scripta Materialia* 68 (2013) 321–324. doi:10.1016/j.scriptamat.2012.11.003.
- [31] H. Matsuda, H.K.D.H. Bhadeshia, Kinetics of the bainite transformation, *Proc. R. Soc. Lond. A* 460 (2004) 1707–1722. doi:10.1098/rspa.2003.1225.
- [32] D. Kuhlmann-Wilsdorf, R. Maddin, H. Kimura, Zum Ursprung der Versetzungen bei der plastischen Deformation von Kristallen, *International Journal of Materials Research* 49 (1958) 584–589. doi:10.1515/ijmr-1958-491107.
- [33] G. Gottstein, *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2007.
- [34] D.A. Porter, K.E. Easterling, *Phase Transformations in Metals and Alloys* (Revised Reprint), CRC Press, 2009. 9780429112256.
- [35] R.W. Balluffi, S.M. Allen, W.C. Carter, R.A. Kemper, *Kinetics of materials*, J. Wiley & Sons, Hoboken, N.J., 2005.
- [36] G. Love, Dislocation pipe diffusion, *Acta Metallurgica* 12 (1964) 731–737. doi:10.1016/0001-6160(64)90220-2.
- [37] M. Garbrecht, B. Saha, J.L. Schroeder, L. Hultman, T.D. Sands, Dislocation-pipe diffusion in nitride superlattices observed in direct atomic resolution, *Sci Rep* 7 (2017) 46092. doi:10.1038/srep46092.
- [38] M. Legros, G. Dehm, E. Arzt, T.J. Balk, Observation of giant diffusivity along dislocation cores, *Science* (New York, N.Y.) 319 (2008) 1646–1649. doi:10.1126/science.1151771.
- [39] R.C. Picu, D. Zhang, Atomistic study of pipe diffusion in Al–Mg alloys, *Acta Materialia* 52 (2004) 161–171. doi:10.1016/j.actamat.2003.09.002.
- [40] P.W. Hochanadel, G.R. Edwards, C.V. Robino, M.J. Cieslak, Heat treatment of investment cast PH 13-8 Mo stainless steel: Part I. Mechanical properties and microstructure, *Metall Mater Trans A* 25 (1994) 789–798. doi:10.1007/BF02665455.

- [41] C.V. Robino, M.J. Cieslak, P.W. Hochanadel, G.R. Edwards, Heat treatment of investment cast PH 13-8 Mo stainless steel: Part II. Isothermal aging kinetics, *Metall Mater Trans A* 25 (1994) 697–704. doi:10.1007/BF02665446.
- [42] D. Brandl, L. Höfler, M. Stockinger, S. Ploberger, S. Marsoner, G. Ressel, Presentation and Verification of an Electrolytic Etching Technique for the Determination of prior Austenite Grain Boundaries in the Steel PH15-5, *Practical Metallography* 55 (2018) 800–812. doi:10.3139/147.110497.
- [43] R. Schwarzer, L. Spieß, G. Teichert, *Moderne Röntgenbeugung*, Vieweg+Teubner Verlag, 2005.
- [44] E.A. Jäggle, P.-P. Choi, D. Raabe, The maximum separation cluster analysis algorithm for atom-probe tomography: parameter determination and accuracy, *Microscopy and microanalysis the official journal of Microscopy Society of America, Microbeam Analysis Society, Microscopical Society of Canada* 20 (2014) 1662–1671. doi:10.1017/S1431927614013294.
- [45] T. Bohn, *Gefüge und mechanische Eigenschaften verzweigter Blechstrukturen*, https://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de/2044/2/Dissertation_Tilman_Bohn.pdf, (13.10.23).
- [46] E. Werner, G. Eggeler, E. Hornbogen, N. Jost, *Fragen und Antworten zu Werkstoffe*, 6., neu bearbeitete Aufl., Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2010.
- [47] A. Shibata, S. Morito, T. Furuhashi, T. Maki, Substructures of lenticular martensites with different martensite start temperatures in ferrous alloys, *Acta Materialia* 57 (2009) 483–492. doi:10.1016/j.actamat.2008.09.030.
- [48] H. YANG, H. BHADRESHIA, Austenite grain size and the martensite-start temperature, *Scripta Materialia* 60 (2009) 493–495. doi:10.1016/j.scriptamat.2008.11.043.
- [49] S. Kajiwara, Roles of dislocations and grain boundaries in martensite nucleation, *Metall Trans A* 17 (1986) 1693–1702. doi:10.1007/BF02817268.

- [50] V. Seetharaman, M. Sundararaman, R. Krishnan, Precipitation hardening in a PH 13-8 Mo stainless steel, *Materials Science and Engineering* 47 (1981) 1–11. doi:10.1016/0025-5416(81)90034-3.
- [51] R. Bhambroo, S. Roychowdhury, V. Kain, V.S. Raja, Effect of reverted austenite on mechanical properties of precipitation hardenable 17-4 stainlesssteel, *Materials Science and Engineering: A* 568 (2013) 127–133. doi:10.1016/j.msea.2013.01.011.
- [52] R. Schnitzer, R. Radis, M. Nöhrer, M. Schober, R. Hochfellner, S. Zinner et al., Reverted austenite in PH 13-8 Mo maraging steels, *Materials Chemistry and Physics* 122 (2010) 138–145. doi:10.1016/j.matchemphys.2010.02.058.
- [53] R. Schnitzer, R. Hochfellner, M. Nöhrer, M. Schober, H. Clemens, S. Zinner et al., Mikrostrukturelle Charakterisierung von PH 13-8 Mo Maraging-Stählen, *Practical Metallography* 46 (2009) 521–536. doi:10.3139/147.110032.
- [54] J.J. Morris, Z. Guo, C.R. Krenn, Y.-H. Kim, Advances in Physical Metallurgy and Processing of Steels. The Limits of Strength and Toughness in Steel, *ISIJ International* 41 (2001) 599–611. doi:10.2355/isijinternational.41.599.

Anhang

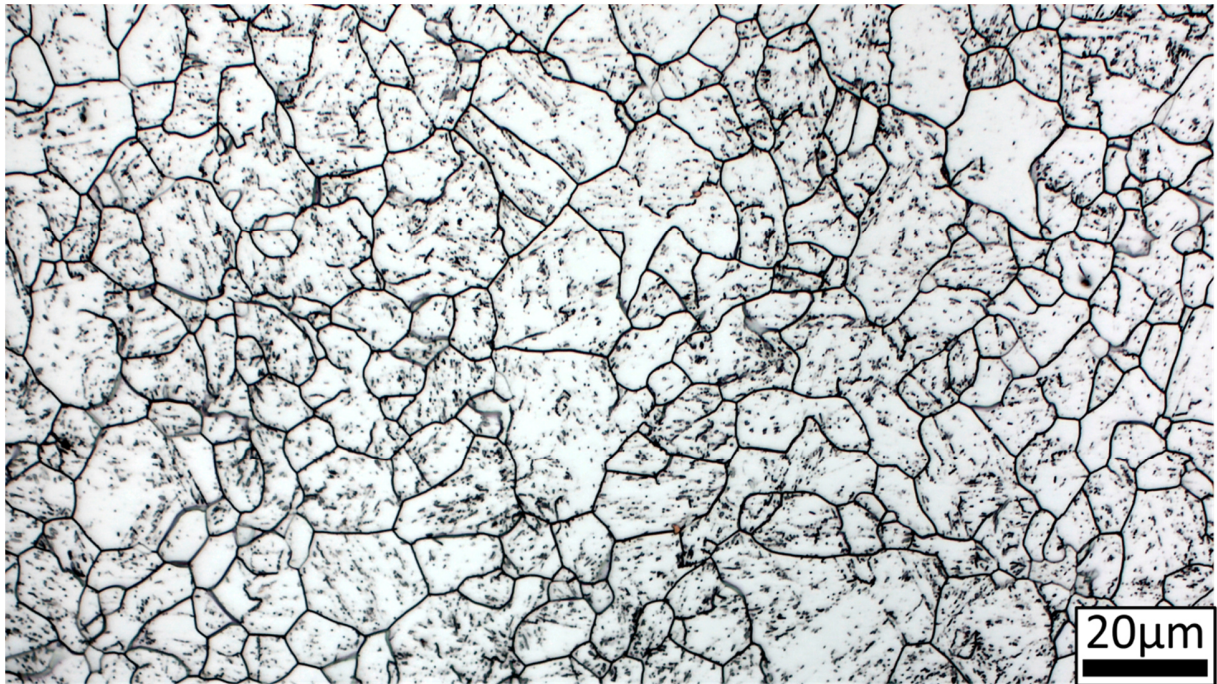


Abbildung A.1: Bild 1 der ehemaligen Austenitkorngrenzen im Zentrum der Probe OA – R.



Abbildung A.2: Bild 2 der ehemaligen Austenitkorngrenzen im Zentrum der Probe OA – R.

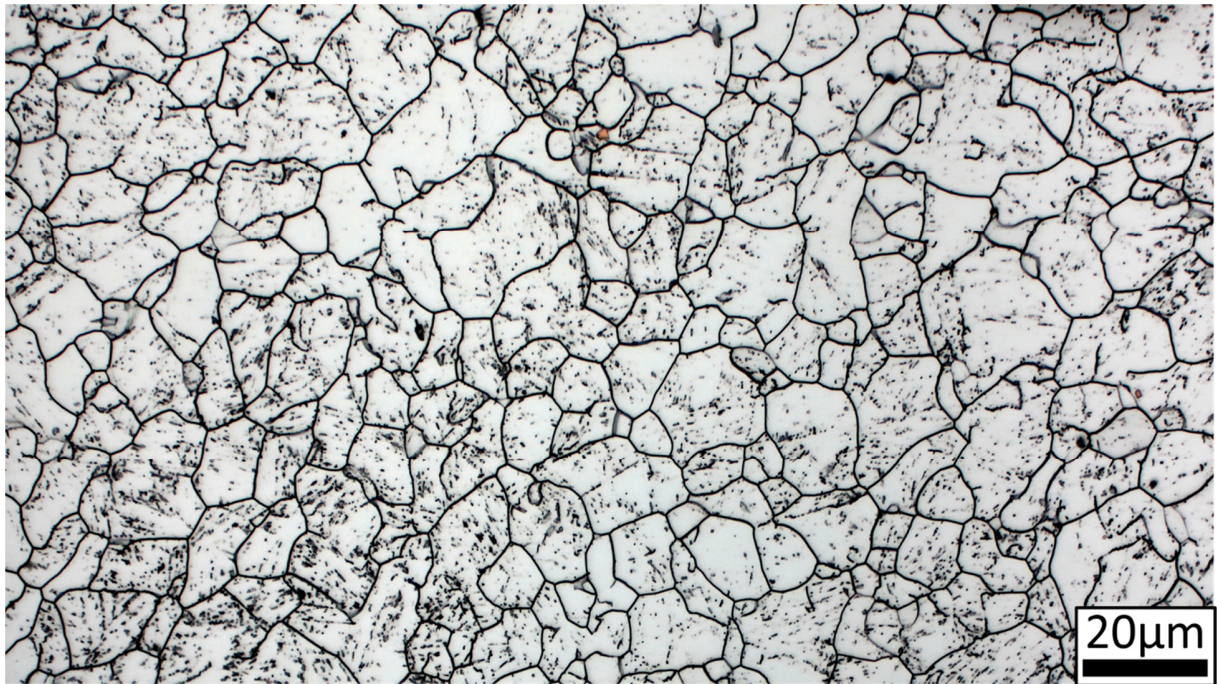


Abbildung A.3: Bild 3 der ehemaligen Austenitkorgrenzen im Zentrum der Probe OA – R.

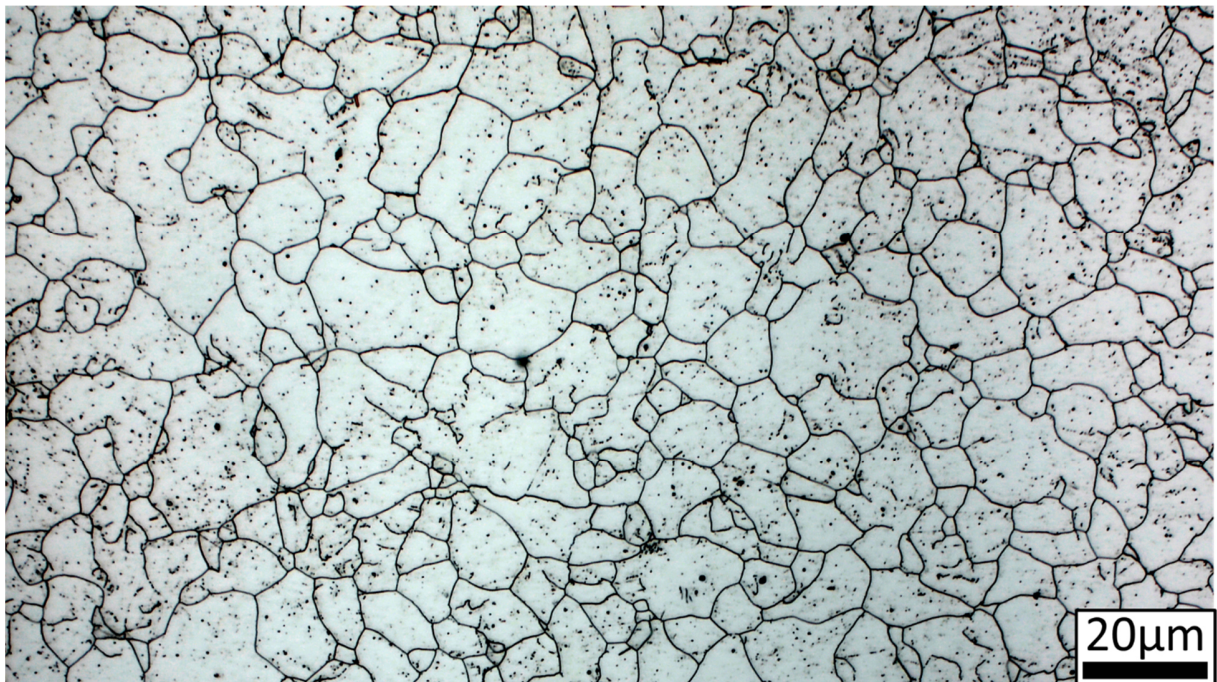


Abbildung A.4: Bild 1 der ehemaligen Austenitkorgrenzen im unverformten Randbereich der Probe OA – Z3.

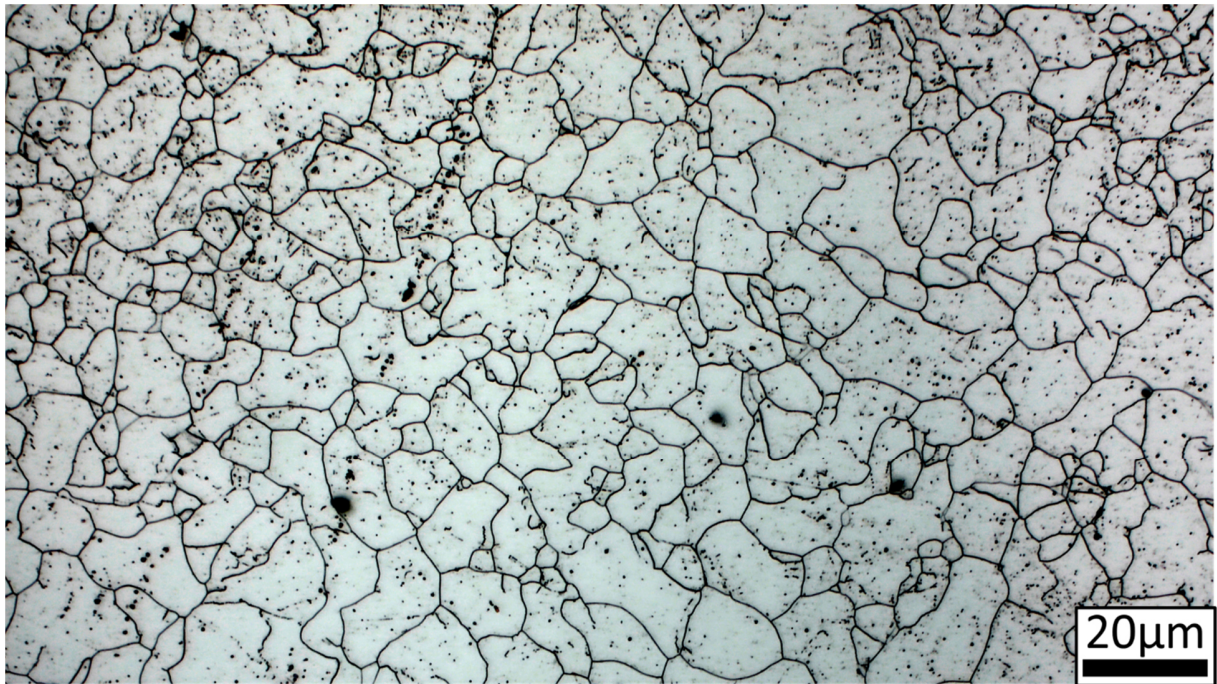


Abbildung A.5: Bild 2 der ehemaligen Austenitkorgrenzen im unverformten Randbereich der Probe OA – Z3.

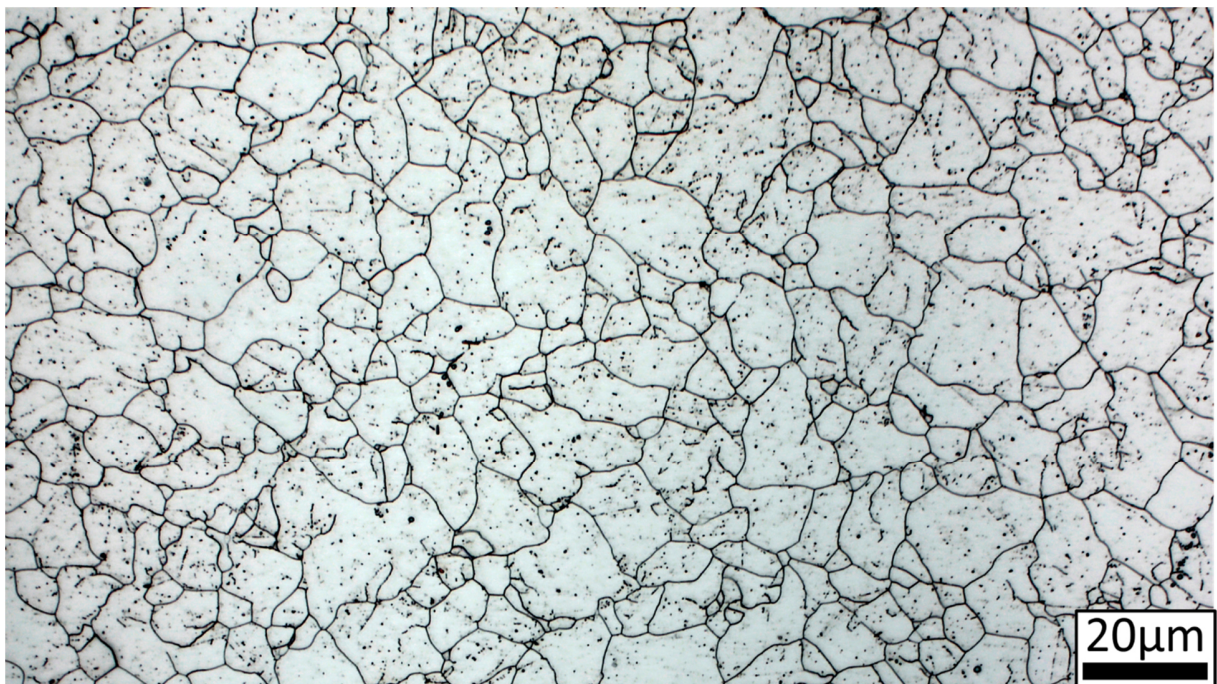


Abbildung A.6: Bild 3 der ehemaligen Austenitkorgrenzen im unverformten Randbereich der Probe OA – Z3.