

UNIVERSITÉ DE NEUCHÂTEL
FACULTÉ DES SCIENCES

**PHÄNOMENOLOGISCHE ASPEKTE
DES STRUKTURGEDÄCHTNISSES
FÜR DEN AUSTENIT IN STAHL**

THÈSE PRÉSENTÉE A LA FACULTÉ DES SCIENCES
PAR

WALTER O. RUTISHAUSER
DIPLOMIERTER WERKSTOFF-INGENIEUR ETH-ZÜRICH

POUR L'OBTENTION DU GRADE
DE DOCTEUR ÈS SCIENCES

INSTITUT DE MÉTALLURGIE STRUCTURALE
DE L'UNIVERSITÉ DE NEUCHÂTEL

MARS 1978

IMPRIMATUR POUR LA THÈSE

Phänomenologische Aspekte des Struktur-
gedächtnisses für den Austenit in Stahl

de Monsieur Walter Rutishauser

UNIVERSITÉ DE NEUCHÂTEL

FACULTÉ DES SCIENCES

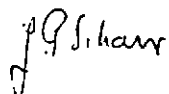
La Faculté des sciences de l'Université de Neuchâtel,
sur le rapport des membres du jury,

Messieurs W. Form, C. Jaccard et B. Walser
(Winterthur)

autorise l'impression de la présente thèse sans exprimer
d'opinion sur les propositions qui y sont contenues.

Neuchâtel, le 25 avril 1978

Le doyen :



J.-P. Schaer

Meinen Eltern

Diese Arbeit entstand während der Jahre 1975-77 am Institut de Métallurgie Structurale der Universität Neuchâtel mit finanzieller Unterstützung des Schweizerischen Nationalfonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung.

Mein ganz besonderer Dank gilt dem Direktor des Institutes, Herrn Professor W. Form für seine dynamische Leitung dieser Arbeit und für die vielen fruchtbaren Diskussionen, für die er immer bereitwillig Zeit fand.

Ebenfalls möchte ich allen Institutsangehörigen danken, die den Fortgang dieser Arbeit durch fachkundige Ratschläge erleichtert haben. Spezieller Dank gebührt Herrn Dr. G. Gindraux für seine aufopfernden Bemühungen, das Metioskop KE3 in betriebsbereitem Zustand zu halten.

Danken möchte ich auch den Herren Professor R.W.K. Honeycombe und Dr. D. Edmonds vom Departement of Metallurgy der Universität Cambridge für ihre zuvorkommende und zuverlässige Herstellung des Versuchsmaterials.

Zu grossem Dank verpflichtet bin ich auch den Herren Professor C. Jaccard und Dr. B. Walser, welche die vorliegende Arbeit geprüft und sich als Korreferenten zur Verfügung gestellt haben.

1. EINLEITUNG	7
2. GRUNDLEGENDE BETRACHTUNGEN	9
2.1. Klassierung der Austenitdekompositionen	9
2.1.1. Die Umwandlung Austenit-Ferrit	9
2.1.2. Die Umwandlung Austenit-Martensit	10
2.1.3. Die Umwandlung Austenit-Bainit	11
2.1.4. Die massive Umwandlung	11
2.2. Beschreibung von Gedächtniseffekten	12
2.2.1. Formgedächtnis	12
2.2.2. "Microstructural Memory"	15
2.2.3. Orientierungsgedächtnis	16
2.3. Die Rolle des Mangans im Vergleich zu anderen Legie- rungselementen des Eisens	16
2.3.1. Mangan im Stahl	17
2.3.2. Strukturen in Eisen-Mangan-Legierungen	19
3. AUSGEFUEHRTE ARBEITEN	20
3.1. Analysenmethodik	20
3.1.1. Photo-Emissions-Elektronen-Mikroskop (PEEM)	20
3.1.2. Rohrofen	21
3.2. Versuchsmaterialien	22
3.3. Resultate	22
3.3.1. Legierungselemente und Struktur-Gedächtnis (SG).	22
3.3.1.1. Spektralanalyse von ausgewählten Materialien	22
3.3.1.2. Urheber des SG	23
3.3.1.3. Einfluss des Mangangehaltes auf das SG.	24
3.3.1.4. SG-Verhalten von Fe 1Mn X-Legierungen	25
3.3.2. Wärmebehandlungen und SG	26
3.3.2.1. Austenitisierungszeiten und -tempe- raturen	26
3.3.2.2. Austenitkorngröße	27
3.3.2.3. Wärmebehandlung im Ferrit	27
3.3.2.4. Abkühlungs- und Aufheizgeschwindig- keiten	28
3.3.2.5. Anzahl γ - α -Zyklen	28

3.3.3. Umwandlungsarten und SG	28
3.3.3.1. δ -Ferrit	29
3.3.3.2. Bainit	29
3.3.3.3. Martensit	30
3.3.4. Spezielle Versuche im PEEM	31
3.3.4.1. Verformung im Austenit	31
3.3.4.2. Verformung im Ferrit	31
3.3.4.3. Ionenbeschuss im Ferrit	32
3.3.4.4. Das SG bei Raumtemperatur	32
3.3.4.5. Grenzfälle des SG bei $T_a \approx T_{krit.}$	32
3.3.4.6. Keimbildung und Wachstum der neuen Phasen im Umwandlungszyklus γ - α - γ	33
3.3.5. Versuche ohne PEEM	34
3.3.5.1. Bestätigung des SG als Volumenphänomen im Rohrofen	34
3.3.5.2. Metallographische Untersuchungen	35
3.3.5.3. Untersuchungen der Austenitkorngrenzen im Raster-Elektronen-Mikroskop	36
4. DISKUSSION	37
4.1. Zusammenstellung und Auswertung der Resultate	37
4.1.1. Charakter des SG	37
4.1.2. Zerstörung des SG	40
4.1.3. Stabilität und Qualität des SG	42
4.1.4. Volumenphänomen	43
4.2. Bedingungen für das SG	44
4.3. Zukünftige Arbeiten	45
5. ZUSAMMENFASSUNG	47
6. LITERATUR	48
7. ANHANG	50
7.1. PEEM, Anmerkungen zum Zugpräparathalter	50
7.1.1. Aufbau des Zugpräparathalters	50
7.1.2. Mechanische Möglichkeiten und Grenzen	50
7.1.3. Möglichkeiten und Grenzen der Wärmebehandlungen mit dem Zugpräparathalter	51
7.2. Tabellen	53
7.3. Figuren	59

Abkürzungen und Symbole

SG	Strukturgedächtnis
FG	Formgedächtnis
SME	"shape memory effect"
MM	"microstructural memory"
OG	Orientierungsgedächtnis
PEEM	Photo-Emissions-Elektronen-Mikroskop
ZPH	Zugpräparathalter
ZM	Zugmechanismus
REM	Raster-Elektronen-Mikroskop
TEM	Transmissions-Elektronen-Mikroskop
STEM	Scanning-Transmissions-Elektronen-Mikroskop
α	Ferrit (unter 910°C)
γ	Austenit
δ	Ferrit ($1390-1534^{\circ}\text{C}$)
α'	Tetragonaler Martensit
ϵ	Hexagonaler Martensit
γ_1	Austenit vor einem Transformationszyklus
γ_2	Austenit nach einem Transformationszyklus
T_0	Temperatur des thermodynamischen Gleichgewichts zwischen Austenit und Martensit
T_{γ}	Austenitisierungstemperatur
t_{γ}	Austenitisierungszeit
T_a	Tiefste im Ferrit erreichte Temperatur während einem SG-Zyklus
t_a	Haltezeit im Ferrit
$T_{\text{krit.}}$	Temperatur im Ferrit, unter derjenigen das SG zerstört wird
$T_{\text{krit.}}^{\text{Fe 1Mn}}$	Kritische Temperatur der Legierung Fe 1Mn
$T_{\gamma\alpha}$	Umwandlungstemperatur Austenit zu Ferrit
$T_{\alpha\gamma}$	Umwandlungstemperatur Ferrit zu Austenit
ΔT	$= T_{\gamma\alpha} - T_0$
M_s	Temperatur, bei der die Martensitbildung beginnt
M_f	Temperatur, bei der die Martensittransformation vollständig ist
A_s	Temperatur, bei der die Transformation Martensit-Austenit beginnt
A_f	Temperatur, bei der die Transformation Martensit-Austenit vollständig
B_s	Temperatur, unter derjenigen Bainit gebildet werden kann /abläuft
B_f	Temperatur, unter derjenigen die Bainittransformation vollständig ablaufen kann
Ae_3	Temperatur, über derjenigen der Austenit stabil ist

1. EINLEITUNG

Schon seit einigen Jahren sind in der Metallurgie und der Metallkunde sogenannte Gedächtniseffekte (engl. memory oder heredity effects) bekannt. So wird z.B. von G.W. Form und J.F. Wallace in (1) darauf hingewiesen, dass im erstarrten Grauguss der Charakter der Ofenbeschickung wieder erkannt werden kann. Im festen Zustand sind es - seit der spektakulären Anwendung der Marmem-Legierung Nitinol für eine selbstentfaltende Antenne durch die NASA (2) - die Formgedächtniseffekte (shape memory effects), welche im Mittelpunkt des Interesses stehen.

Dank einem Photo-Emissions-Elektronen-Mikroskop (PEEM) wurde im Institut de Métallurgie Structurale der Universität Neuchâtel ein Struktur-Gedächtnis (SG) entdeckt, das in Stählen während der Austenitdekomposition bei Temperaturen von 600-800°C auftritt (3). Es handelt sich dabei um einen Gedächtniseffekt für die metallographische Struktur des Austenits während den als zivil betrachteten Umwandlungszyklen $\gamma_1 \rightarrow \alpha_1 \rightarrow \gamma_2 \rightarrow \alpha_2 \dots$. Die Ausgangsstruktur des Austenits wird jedesmal wieder hergestellt, dh. $\gamma_1 = \gamma_2 = \gamma_3$, wogegen die Ferritstruktur bei jedem Zyklus verschieden ist, dh. $\alpha_1 \neq \alpha_2 \neq \alpha_3$. Beispiele von drei SG-Zyklen zeigt Figur 1.

Die Untersuchungen von C.J. Middleton und G.W. Form (3) brachten folgende Erkenntnisse:

- Das SG taucht nur auf in Stählen, die Mangan enthalten.
- Ein wachsendes γ_2 -Korn erkennt und respektiert die ehemaligen γ_1 -Korngrenzen.
- Es existiert eine kritische Temperatur, unterhalb derjenigen das SG zerstört werden kann.
- Das SG ist nicht bloss ein Artefakt, der nur im PEEM auftritt

Die allererste Erwähnung eines SG-ähnlichen Effektes geht auf das Jahr 1935 zurück. E. Brüche und W. Knecht untersuchten das Umwandlungsverhalten eines Stahles mit 0,2% Kohlenstoff in einem Emissions-Mikroskop (4). Sie stellten dabei fest, dass eine bleibende Veränderung des Strukturbildes bei 1050°C erst erreicht werden konnte, nachdem die Probe auf Temperaturen weit unterhalb 700°C abgekühlt wurde. Die Autoren schlossen daraus, "dass an erhalten gebliebenen Kristallisationskeimen sich das γ -Gefüge in gleicher Struktur zurückverwandelt hat."

Eine zweite Erwähnung der "Reversibilität" des Austenits nach einem γ - α - γ -Zyklus stammt von W.C. Burgers und J.J.A. Ploos van Amstel (5). Da die Probenoberfläche mit Strontiumkarbonat und Bariumkarbonat aktiviert wurde, konnten schon Fotoserien gemacht werden, welche die Identität der γ - und zum Teil auch der α -Struktur deutlich zeigten.

1955 untersuchte R.D. Heidenreich (6) in einem Emissions-Elektronen-Mikroskop Proben der Stähle SAE 1022 und SAE 1040. Er zeigte deutlich die Reproduzierbarkeit der Austenitstruktur, obwohl die Struktur des Ferrits bei jedem Zyklus verschieden war.

Von M. Nemoto (7) wurde jedoch bei einer Studie der Austenitdekomposition mittels eines Hochspannungs-Transmissions-Elektronen-Mikroskopes keinerlei Hinweise auf einen Gedächtniseffekt bezüglich Form und Position der Austenitkorngrenzen gefunden.

Hinweise auf das SG oder SG-ähnliche Erscheinungen tauchen auch in der russischen Literatur auf (8)(9). Es lassen sich jedoch mangels konkreter Angaben keine eindeutigen Informationen daraus ableiten.

Heute ist noch sehr wenig bekannt über Ursache und Erscheinungsform des SG. Im Vordergrund stehen noch die Erarbeitung der phänomenologischen Aspekte des SG. Deshalb wurde als Ziel dieser Arbeit die Erweiterung der Kenntnisse über das Wesen und Auftreten des SG festgelegt. Folgende Fragen sollen dabei besonders berücksichtigt werden:

- Die Entstehung des SG: Wie wird das SG implantiert?
- Der Zerstörungsvorgang: Welche äusseren oder inneren Einflüsse zerstören das SG?
- Die Stabilität des SG: Wie kann die kritische Temperatur $T_{krit.}$, unterhalb derjenigen das SG zerstört wird, beeinflusst werden?
- Die Qualität des SG: Wie kann die Genauigkeit der Wiederherstellung der Austenitstruktur beeinflusst werden?
- Das SG als Volumenphänomen: Kann das SG auch im Probeninnern nachgewiesen werden?

Die Untersuchung des SG ist mit besonderen Schwierigkeiten - hohe Arbeitstemperaturen, Beobachtung der Transformation in situ - verbunden. Diese Probleme können nur mit einem PEEM auf einfache und befriedigende Art gelöst werden. Deshalb wird das im Institut de Métallurgie Structurale vorhandene Metioskop KE3 als Hauptanalysengerät eingesetzt.

2. GRUNDLEGENDE BETRACHTUNGEN

In diesem Kapitel sollen kurz die wichtigsten in dieser Arbeit verwendeten metallurgischen Begriffe erläutert und die für das Verständnis des SG nötigen Mechanismen erklärt werden.

2.1. Klassierung der Austenitdekompositionen

2.1.1. Die Umwandlung Austenit-Ferrit

Die Umwandlungen α - γ und γ - α werden allgemein dem zivilen Umwandlungstyp zugeordnet (10), dh. die einzelnen Atome bewegen sich beim Uebertritt von einer Phase in die andere unabhängig voneinander. Zivile Umwandlungen sind thermisch aktiviert.

Die Charakterisierung der Mechanismen der γ - α Umwandlung ist unterschiedlich, was hauptsächlich darauf zurückzuführen ist, dass die Keimbildungs- und Wachstumsvorgänge stark von den Umwandlungstemperaturen und den Legierungselementen abhängen. Es scheint, dass bei sehr hohen Temperaturen, 800°C und mehr, die inkohärenten Phasengrenzen γ/α sehr beweglich sind und so die Bildung von allotriomorphem Ferrit an Austenitkorgrenzen ermöglichen. Wird die Transformationstemperatur abgesenkt, steigt die Tendenz für ein Wachstum des Ferrits in der Art des Widmannstätten-Ferrits (11). Da die Keimbildung des α um 700°C bevorzugt an γ -Korgrenzen stattfindet, wächst der Ferrit in zwei verschiedene Austenitkörner hinein. Dabei scheint der neu gebildete α -Keim mit dem einen γ -Korn eine kohärente oder semikohärente, mit dem anderen eine inkohärente Phasengrenze zu haben. R.W.K. Honeycombe (11) bezeichnet die sogenannte Kurdjumov-Sachs-Beziehung, wie sie auch für den Martensit nachgewiesen wurde, als die normale Orientierungsbeziehung zwischen Austenit und Ferrit. Sie lautet:

$$\begin{aligned} \{111\}_{\gamma} // \{110\}_{\alpha} \\ \langle 110 \rangle_{\gamma} // \langle 111 \rangle_{\alpha} \end{aligned}$$

Einige Arbeiten, z.B. von R.P. Zerwekh und C.M. Wayman (12), K. Mayer (13) und E. Eichen und J.W. Spretnak (14) weisen darauf hin, dass die Umwandlung γ - α und α - γ in reinem Eisen eher nach einem Schermechanismus vor sich gehen, als mittels thermisch aktivierter Phasengrenzbewegung. Bei diesen Untersuchungen sprachen die sprungweise Bewegung der Phasengrenze, sowie eine deutliche Formänderung von kleinen Proben und Whiskers dafür, dass die Atomumlagerung nicht einzeln, sondern in Gruppen erfolgte.

Die ferritische Umwandlung kann nicht unter einem einheitlichen Gesichtspunkt betrachtet werden. Es muss bei jeder Umwandlung genau analysiert werden, unter welchen Bedingungen gearbeitet wird. Entsprechend ändert sich auch die Morphologie der entstehenden Phase.

2.1.2. Die Umwandlung Austenit-Martensit

Martensitische Reaktionen sind nicht mit einer Diffusion verbunden. Demzufolge ist das Produkt von der gleichen Zusammensetzung wie die Ausgangsphase. Die Martensitbildung wird dem militärischen Umwandlungstyp zugeordnet (10), bei dem die kooperative Bewegung von sehr vielen Atomen zur neuen Konfiguration führt. Die militärischen Reaktionen sind athermisch, dh. der thermischen Aktivierungsenergie kommt keine Bedeutung zu. Die Phasengrenze in militärischen Umwandlungen ist notwendigerweise kohärent oder semikohärent. Die Martensitreaktion ist reversibel in dem Sinn, dass die ursprüngliche Konfiguration der Atome wieder hergestellt werden kann, z.B. im thermoelastischen Martensit (siehe Kapitel 2.2.) (10)(15).

Es existiert eine Temperatur M_s , unterhalb derjenigen die Martensitbildung spontan beginnt. Wird die Temperatur weiter gesenkt, bildet sich immer mehr Martensit, bis bei der Temperatur M_f die Reaktion vollständig ist. Entsprechend wird die Temperatur, bei der während dem Aufheizen die Rücktransformation beginnt, mit A_s , diejenige, bei der die Umwandlung Martensit-Austenit vollständig ist, mit A_f bezeichnet.

Das experimentelle Kriterium, das militärische Umwandlungen von zivilen unterscheidet, ist die Formänderung im transformierten Bereich. Die Gitterverformung ist jedoch nicht notwendigerweise identisch mit der makroskopischen Verformung der Probe. J.W. Christian (10) unterscheidet folgende schematische Typen der Formänderung (Figur 2):

- rein elastische Verformung (Figur 2b)
- Gitterinvariante Verformung mittels Versetzungsbewegung (Figur 2c)
- Zwillingsbildung (Figur 2d)

In Verbindung mit den oben genannten Bildungsarten unterscheiden G. Krauss und A.R. Marder zwei verschiedene Morphologien des Martensits (16):

- Schiebungsmartensit (lath- oder massive martensite)
- Umklappmartensit (plate oder twinned martensite).

In FeMn-Legierungen bildet sich bei Mangangehalten bis etwa 10% Schiebungsmartensit. In einem Stahl mit 14% Mangan wurde dagegen typischer Umklappmartensit gefunden. Weitere Legierungen, die Schiebungsmartensit bilden, sind FeC (<0,6%C), FeCr (<10%Cr) FeNi (<29%Ni). Umklappmartensit findet man in FeNi (29-34%Ni) oder FePt (24,5%Pt) (16).

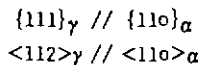
2.1.3. Die Umwandlung Austenit-Bainit

Die Bainitreaktion steht zwischen einer zivilen und einer militärischen Umwandlung, da sie durch langsames Wachstum charakterisiert ist, die Bildung der einzelnen Ferritplatten jedoch von einer Oberflächenverformung begleitet ist. Die Bildung von Bainit ist thermisch aktiviert. Seine Morphologie hängt stark von der Umwandlungstemperatur ab. Alle Bainitstrukturen bestehen aus einer nichtlamellaren Anhäufung von Ferrit und Karbiden. Der Temperaturbereich der Bainitumwandlung wird in zwei Bereiche aufgeteilt.

- obere Zwischenstufe (upper bainite)
- untere Zwischenstufe (lower bainite).

In der unteren Zwischenstufe sind die Karbide in den länglichen Ferritplatten in Form von kleinen, plattenförmigen Teilchen ausgeschieden. In der oberen Zwischenstufe sind die Zementitplatten grösser und scheinen direkt aus dem Austenit geformt zu werden. Ihre Anordnung ist parallel zu den Ferritplatten (17).

Um 350°C scheint bei allen Stählen eine starke Änderung der Aktivierungsenergie der Bainitumwandlung aufzutreten, die den Wechsel von oberer zu unterer Zwischenstufe hervorruft. Bainit, der über 350°C gebildet wird, zeigt die Nishiyama-Beziehung:



Die untere Zwischenstufe gehorcht der Kurdjumov-Sachs-Beziehung.

Die Bainitbildung findet normalerweise während einer isothermen Wärmebehandlung statt, ist aber auch bei kontinuierlichem Abkühlen möglich. Es existiert eine Temperatur B_s , oberhalb derjenigen der Austenit nicht in Bainit umwandelt, und eine Temperatur B_f , unterhalb derjenigen die Umwandlung vollständig ablaufen kann. Die Zwischenstufenbildung wird im allgemeinen nur erwartet in Legierungen, die zwei Komponenten mit stark verschiedener Beweglichkeit enthalten. Dies ist für interstitiell gelöste Atome, wie z.B. Kohlenstoff in Eisen, der Fall.

2.1.4. Die massive Umwandlung

Einige feste Lösungen, z.B. CuZn, CuGa, FeNi, FeMn, FeC, transformieren beim schnellen Abkühlen in eine neue, einphasige Struktur mit der gleichen chemischen Zusammensetzung wie die Mutterphase. Massive Umwandlungen sind diffusionslos.

Ihre Phasengrenzen sind inkohärent und es besteht keine kristallographische Beziehung zwischen den beiden Phasen. Der Wachstumsmechanismus ist thermisch aktiviert und da keine Diffusion über weite Strecken stattfindet, ist die Wachstumsgeschwindigkeit phasengrenzenkontrolliert. Während der massiven Umwandlung findet keine Änderung des Oberflächenreliefs statt, wie bei der Martensitbildung. Es scheint, dass in eisenreichen Legierungen die treibende Kraft für eine massive Umwandlung etwa 40-300J/mol beträgt, was im Vergleich zu derjenigen von Martensittransformationen, 1000-1300J/mol, sehr wenig ist(10).

In Eisenlegierungen wird die massive Umwandlung nicht nur durch hohe Abkühlungsgeschwindigkeiten, sondern auch durch Zugabe von grösseren Mengen von Substitutions-Legierungselementen unterdrückt. Dabei scheint die Wirkung der Legierungselemente die Erniedrigung der Umwandlungstemperatur zu sein. So kann nach W.S. Owen und E.A. Wilson (18) im System Eisen-Nickel zwischen 4-10%Ni die Austenitdekomposition entweder zu massivem α oder zu Schiebungsmartensit α' erfolgen. Bei tieferen Nickelgehalten ist das Transformationsprodukt immer massives α , bei höheren Nickelgehalten immer Martensit α' . Massive Umwandlungen kommen sowohl beim Abkühlen wie beim Aufheizen vor.

2.2. Beschreibung von Gedächtniseffekten

Eine Charakterisierung des Struktur-Gedächtnis (SG), wie sie aus der Arbeit von C.J. Middleton und G.W. Form (3) hervorgeht, wurde in der Einleitung gegeben. Deshalb wird hier auf eine Beschreibung des SG verzichtet.

2.2.1. Das Formgedächtnis

Der interessante Mechanismus und die kommerziell verwertbaren Anwendungsmöglichkeiten machen das Formgedächtnis (FG) zum heute bekanntesten und meistuntersuchten Gedächtniseffekt. Im englischen Sprachbereich ist das FG bekannt unter der Bezeichnung "Shape Memory Effect" (SME) oder auch "marmem" (martensite-memory). Das FG kann folgendermassen charakterisiert werden:

Die Probe wird von einer durch die Legierung gegebene Homogenisierungstemperatur abgeschreckt. Der dabei gebildete Martensit wird nun plastisch verformt zu seiner "Zwischengestalt". Dabei liegt die Verformungstemperatur im allgemeinen unterhalb von M_f . Der Verformungsgrad der FG-Proben ist sehr beschränkt. Bei der Legierung Cu39,8%Zn beträgt er z.B. maximal 10%. Bei einer anschliessenden leichten Erwärmung nimmt die Probe, während der Rücktransformation zum Austenit, die ursprüngliche Gestalt wieder an. Die Formrückbildung bei der oben erwähnten

Legierung liegt zwischen 90-100% (19). Die wichtigsten Beispiele für FG-Legierungen sind TiNi (Nitinol, 50At.% Ni + 50At.% Ti), CuZn, InTl, Fe₃Pt. Doch wurde bis heute auch in zahlreichen weiteren Legierungen ein FG nachgewiesen (20).

Man unterscheidet zwei Möglichkeiten von FG-Effekten, die in Figur 3 schematisch dargestellt sind:

- Beim einfachen FG, wie es oben beschrieben wurde, ist der Vorgang nach dem Erreichen von A_f beendet.
- Der reversible FG-Effekt (two-way SME) schliesst sich an einen FG-Zyklus an, dh. in einem ersten Zyklus ist die plastische Verformung notwendig, währenddem die Formänderung in den weiteren Zyklen nur noch durch die thermisch induzierte Martensitbildung und -rückbildung hervorgerufen wird. Es handelt sich beim "two-way SME" nur um eine Hin- und Herbewegung der kohärenten, leicht verschiebbaren Phasengrenze α'/γ .

Von C.M. Wayman und K. Shimizu wurden folgende drei Bedingungen für das FG vorgeschlagen (21), die im folgenden kurz besprochen werden sollen:

- Die Martensitbildung ist thermoelastisch.
- Der Martensit wird aus einer geordneten Mutterphase gebildet.
- Die plastische Verformung geschieht mittels Zwillingsbildung.

Thermoelastische Martensitbildung

Es können zwei Arten von Martensittransformationen unterschieden werden:

- In Systemen mit grosser Keimbildungsenergie ist $M_s \ll T_0$, wobei T_0 die Temperatur des thermodynamischen Gleichgewichts der beiden Phasen γ und α' ist. Ein einziger Martensitkristall bildet sich und wächst in Sekundenbruchteilen zu seiner vollen Grösse aus. Die globale Umwandlungsgeschwindigkeit ist nur abhängig von der Anzahl der Keime und der Nadelgrösse des Martensits, nicht aber von der Abkühlungsgeschwindigkeit. Das gebildete Martensitvolumen ist abhängig von der erreichten Temperatur. Umwandlungen dieser Art weisen eine grosse Hysteresee auf. Diese Art der Martensitbildung wird als "burst type" bezeichnet.
- In Systemen mit kleiner Keimbildungsenergie ist $M_s \approx T_0$. Eine Martensitnadel wächst und verkleinert sich genau im Verhältnis in dem die Temperatur gesenkt oder erhöht wird. Die Wachstumsgeschwindigkeit ist allein abhängig von der Abkühlungsgeschwindigkeit. Es findet kein explosionsartiges Erscheinen von Martensit statt, da die Martensitbildung im ständigen Gleichgewicht zwischen der treibenden Kraft der Transformation und der gespeicherten elastischen Gitterenergie fortschreitet. Die Bildung des Martensits ist in diesem Fall thermoelastisch (15).

Alle bekannten FG-Legierungen, wie z.B. NiTi, CuZn, Fe₃Pt, weisen eine thermoelastische Martensitbildung auf. Diese ist für den FG-Effekt besonders bedeutungsvoll, denn nur thermoelastische Martensitkristalle können sich in eine einzige Austenitorientierung zurückbilden, welche deshalb die ursprüngliche Austenitorientierung ist(21).

Der Einfluss der Ordnung

Es wurde in einigen Arbeiten nachgewiesen, dass die stoechiometrische Legierung Fe₃Pt mit zunehmendem Ordnungsgrad einen Wechsel der Charakteristik der Martensitbildung von "burst type" zu thermoelastisch aufweist (22)(23). Dabei zeigen D.P. Dunne und C.M. Wayman, dass die wichtigsten Einflüsse der Ordnung, nämlich:

- Erhöhung der Streckgrenze
- Erniedrigung der chemischen freien Energie der Transformation

in direktem Zusammenhang stehen mit dem Charakter der thermoelastischen Martensitbildung. J.W. Christian beschreibt eine thermoelastische Transformation folgendermassen (10):

- kleine chemische treibende Kraft
- kleine Scherkomponenten der Formspannung
- kleine Volumenänderung
- Matrix mit hoher Streckgrenze

Es scheint also, dass die Ordnung der Mutterphase nicht eine notwendige Bedingung für das FG ist, sondern dass sie nur die Bildung des thermoelastischen Martensits begünstigt. Dieser Schluss wird noch unterstützt dadurch, dass sich z.B. InTl, das auch einen FG-Effekt aufweist, aus einer ungeordneten Matrix in Martensit umwandelt (19).

Zwillingsbildung

Die Hauptbedingung für das FG ist, dass der Martensit beim Aufheizen vollständig zurückgebildet wird, ohne Strukturfehlerstellen zu hinterlassen. Dies ist nur bei einer Verformung mittels Zwillingsbildung erfüllt und wurde auch in verschiedenen FG-Legierungen, wie z.B. AuCd, InTl, Fe₃Pt, bestätigt (21). In letzter Zeit zeigte sich aber, dass auch Legierungen ein FG aufweisen können, bei denen die innere plastische Verformung durch Bewegung von Teilversetzungen geschieht, welche an den Phasengrenzen γ/α' gebildet werden. Diese können sich nur um wenige Atomabstände bewegen (24), womit die Reversibilität der Verformung gewährleistet ist.

Abschliessend sei noch erwähnt, dass es H. Schumann gelungen ist, in einer kohlenstoffarmen Eisenlegierung mit 16% Mangan das FG nachzuweisen (25)(26). Der FG-Effekt ist in diesem Falle mit der Bildung des hexagonalen ϵ -Martensits verbunden. Die reduzierte Orientierungsauswahl der ϵ -Martensitnadeln, welche für die Reversibilität der Verformung verantwortlich ist, wird durch äussere Spannungen während der Umwandlung γ - ϵ erzwungen. Es muss aber erwähnt werden, dass die Rückbildung, und somit das FG, unvollständig ist.

Wie aus den Ausführungen dieses Kapitels zu entnehmen ist, können noch keine umfassenden, für alle Legierungen gültigen Bedingungen für das Erscheinen des FG gegeben werden. Einige charakteristische Eigenschaften der FG-Legierungen sollen hier jedoch nochmals zusammengefasst werden:

- Das FG tritt ausschliesslich in Legierungen auf, welche eine martensitische Umwandlung aufweisen.
- Bei der Martensitbildung muss es sich um eine thermoelastische Transformation handeln. Dies bedeutet eine kohärente und sehr bewegliche Phasengrenze γ/α' , die sowohl durch Aenderung der Temperatur und/oder der äusseren Spannung leicht verschoben werden kann.
- Der Martensit muss vollständig zurückgebildet werden, ohne jegliche Fehlstellen zu hinterlassen. Dies wird meist erreicht durch eine innere plastische Verformung des Martensits mittels Zwillingsbildung, in wenigen Fällen auch durch eine spezielle Versetzungsbildung.
- Ordnungsvorgänge in der Mutterphase können das Auftreten von FG begünstigen.

Mehrere Publikationen befassen sich mit der praktischen Anwendung des FG (21)(27)(28)(29). Das wohl spektakulärste Beispiel ist die halbkugelige NiTi-Antenne für Raumfahrzeuge. Dem Alltag näher sind Nieten und Splinten, die sich beim Erwärmen selbst befestigen, verschiedene Sorten von Schaltern, Schrumpfverbindungen von hydraulischen Leitungen im Flugzeugbau oder Anwendungen in der Medizinalmetallurgie. Von besonderem Interesse ist natürlich die Ausnützung des "two-way SME" für Wärmemaschinen. Dabei kann Sonnenenergie oder sonstige verlorene Wärmeenergie in mechanische Energie konvertiert werden. Wirkungsgrade von etwa 20% werden erwartet und Modellmaschinen haben schon gezeigt, dass die Hälfte dieses Wertes als nutzbare Arbeit erhalten werden kann (29).

2.2.2. "Microstructural memory"

Das "microstructural memory" (MM) steht in sehr engem Zusammenhang mit dem FG. Es wurde von D.P. Dunne und C.M. Wayman (22) wie auch von S. Kajiwara und W.S. Owen (30) am Beispiel von Fe_3Pt gezeigt und untersucht. Beim MM handelt es sich darum,

dass bei mehreren aufeinanderfolgenden FG-Zyklen Austenit-Martensit-Austenit-Martensit die jeweils bei den tiefen Temperaturen auftretenden Martensitkristalle identisch sind. Dass die entsprechenden Austenitstrukturen ungefähr gleich sind, geht direkt aus den Bedingungen für das FG hervor und braucht nicht weiter diskutiert zu werden. Das Verhalten des MM ist aber etwas Besonderes.

Es wurde zuerst von C.M. Waymann vorgeschlagen und dann von W.S. Owen gezeigt, dass bei Temperaturzyklen, die das MM ermöglichen, die Rücktransformation $\alpha'-\gamma$ nicht zu 100% abläuft. Der vererbte Restmartensit befindet sich an Stellen im Austenit mit sehr hoher Versetzungsdichte (3σ). Es handelt sich beim MM, ähnlich wie beim "two-way SME", um ein Hin- und Herbewegen der Phasengrenze α'/γ mittels Thermozyklen. Die Identität der Phasen wird dadurch ermöglicht, dass bei der Transformation $\gamma-\alpha'$ die Keime geerbt werden. Im Gegensatz zum SG ist beim MM die Umwandlung notwendigerweise martensitisch und die Phasengrenzen sind kohärent.

2.2.3. Orientierungsgedächtnis

Es wurde schon verschiedene Male beobachtet, dass sich in Eisen-Einkristallen bei einem Umwandlungszyklus $\alpha-\gamma-\alpha$ die ursprüngliche Orientierung des Ferrits wieder einstellt, dh. Orientierung des $\alpha_1 =$ Orientierung des α_2 (13). In seinen Untersuchungen mit einem Transmissions-Elektronen-Mikroskop (TEM) konnte K. Mayer zeigen, dass es nur unter bestimmten Bedingungen gelingt, einen Orientierungszusammenhang zwischen der α - und der γ -Phase, bzw. ein Orientierungsgedächtnis (OG) nachzuweisen. Bei den $\alpha-\gamma-\alpha$ -Zyklen von Eiseneinkristallen wurden sowohl die Rückbildung der Ausgangsorientierung im Ferrit, als auch die Auflösung in mehrere α -Kristalle beobachtet. Das α -OG wurde erhalten, wenn die Temperatur im Austenit eine obere Grenze von $925-930^\circ\text{C}$ nicht überschritt. Dabei betragen die Haltezeiten oberhalb der Umwandlungstemperatur von 910°C etwa eine Stunde.

Eine eindeutige Erklärung des OG konnte nicht gegeben werden. Die Orientierungsrückbildung und die Orientierungszusammenhänge wurden auf die Kohärenz der beiden Phasen zurückgeführt (13).

2.3. Die Rolle des Mangans im Vergleich zu anderen Legierungselementen des Eisens

Die Tatsache, dass Mangan bis heute als einziger Urheber des SG bekannt ist (abgesehen von Stickstoff, der einen schwachen SG-Effekt produziert (siehe

Kapitel 3.3.1.2.)), gibt Anlass genug, in einem gesonderten Kapitel das Element Mangan etwas genauer zu betrachten.

2.3.1. Mangan im Stahl

Die wichtigste Aufgabe des Mangans bei der Stahlherstellung ist die Entschwefelung. In zweiter Linie wirkt es auch als Desoxidationsmittel. Mangan ist deshalb in geringen Mengen in allen praktisch angewandten Stählen vorhanden. Als Legierungselement verbessert Mangan die Zähigkeit und die Härtebarkeit von Stählen. Das Zustandsdiagramm Eisen-Mangan nach Hansen (31) zeigt Figur 4. Mangan ist ein γ -Stabilisator, zusammen mit z.B. C, N, Ni, Co, Pt, Cu, Au. Allerdings ist Mangan der einzige γ -Stabilisator, der im periodischen System links vom Eisen liegt (32).

Die besondere Stellung des Mangans unter den Ubergangsmetallen wird schon durch die vier möglichen allotropen Konfigurationen angezeigt:

- α -Mangan ist stabil bei Temperaturen unterhalb von 727°C . Seine Kristallstruktur ist kubisch, mit 58 Atomen pro Einheit.
- β -Mangan ist stabil zwischen 727 - 1100°C . Seine Kristallstruktur ist ebenfalls kubisch, hat aber nur 20 Atome pro Einheit.
- γ -Mangan ist stabil zwischen 1100 - 1138°C beständig. Seine Kristallstruktur weist eine leichte Verdrehung des kubisch dichtest gepackten Gitters auf. Sie enthält 4 Atome pro Einheit.
- δ -Mangan ist stabil von 1138°C bis zum Schmelzpunkt bei 1245°C . Seine Kristallstruktur ist kubisch raumzentriert und hat entsprechend 2 Atome pro Einheit (33).

Mangan weicht in seinem Verhalten oft ab vom "Normalen", wie es nach seinem Platz im periodischen System zu erwarten wäre. W. Hume-Rothery führt die häufigen Unregelmässigkeiten von Mangan auf die grosse Stabilität des Mn^{++} -Zustandes mit der harten, halb gefüllten $3d^5$ -Schale zurück (32). Im Folgenden sollen einige besondere Verhaltensweisen des Mangans in Eisenlegierungen besprochen werden.

Mangan hat verglichen mit seinen Nachbarn im periodischen System einen relativ tiefen Schmelz- und Siedepunkt. Die Verdampfungswärme des Mangans ist ebenfalls etwas geringer. Mangan hat von allen Ubergangsmetallen den höchsten Dampfdruck. Er ist etwa vergleichbar mit demjenigen von Aluminium (34).

Das Verhalten der freien Energie des gelösten Stoffes bei der δ -flüssig Umwandlung weist für das Mangan eine Unregelmässigkeit auf. Mit steigender Gruppennummer sinkt der Betrag der freien Energie gegen ein Minimum in der Gruppe VII. Der Wert des Mangans liegt jedoch deutlich über demjenigen von Chrom und Eisen (32).

Nicht eindeutig geklärt ist der Einfluss des Mangans auf die Selbstdiffusion von Eisen in FeMn-Legierungen. P.L. Gruzin et al. (35) fanden eine starke Zunahme der Aktivierungsenergie mit steigendem Mangangehalt. Dies wurde aber in anderen Arbeiten, z.8. K. Nohara und K. Hirano (36) nicht bestätigt.

Zwei wichtige Phänomene bei der Wärmebehandlung von Stählen sind das "partitioning" und das "temper embrittlement". Sie sollen hier kurz erwähnt werden, da Mangan in beiden Vorgängen eine wichtige Rolle spielt.

Bei diffusionsgesteuerten isothermen Transformationen verteilt sich das Substitutions-Legierungselement während der Umwandlung zwischen den beiden Phasen. Diese Konzentrationsänderung wird "partitioning" genannt. Sie findet oberhalb der sogenannten "no-partitioning" Temperatur T_p statt. T_p hängt von der Zusammensetzung der Legierung ab. Für die Legierung Fe 1,08%Mn z.8. liegt T_p bei 683°C und für Fe 1,80%Mn liegt sie bei 649°C (37). H.J. Aaronson und H.A. Domian (38) fanden für verschiedene Substitutions-Legierungselemente in Eisen "partitioning" z.8. für FeMn, FeNi und FePt. Kein "partitioning" trat z.8. in den Legierungen FeCo und FeMo auf. Bei FeMn-Legierungen wurde der grösste Temperaturbereich zwischen der Gleichgewichtstemperatur A_{e1} und der "no-partitioning" Temperatur T_p gefunden. Er beträgt in FeMn-Legierungen 130°C und in FeNi-Legierungen nur 65°C (38).

Unter "temper embrittlement" versteht man die Versprödung bei Raumtemperatur von aus dem Austenit abgeschrecktem und anschliessend unter 600°C getempertem Stahl. Dabei konzentrieren sich Verunreinigungen und Legierungselemente wie Sb, P, Sn, As, Cr, Mn an den ehemaligen Austenitkorngrenzen (39). Dies führt zu einer Versprödung des Materials und zu interkristallinen Brüchen. "Temper embrittlement" ist reversibel in dem Sinn, dass Glühungen oberhalb des kritischen Temperaturbereiches den Effekt wieder aufheben. In verschiedenen Arbeiten (40)(41) sind Segregationen von Mangan an den ehemaligen γ -Korngrenzen gefunden worden. Es ist aber noch nicht eindeutig gezeigt worden, ob eine Anreicherung des Mangans in den γ -Korngrenzen schon während der Austenitisierung stattfindet, oder ausschliesslich nach der Transformation γ - α' .

2.3.2. Strukturen in Eisen-Mangan-Legierungen

Es ist schon bei relativ niedrigen Mangankonzentrationen in FeMn-Legierungen möglich, durch schnelles Abkühlen eine martensitische Umwandlung zu erzwingen. Mangan ist das effektivste Legierungselement zur Erniedrigung der Martensittemperatur M_s . Den Einfluss der Abkühlungsgeschwindigkeit auf die Transformationstemperatur zeigt Figur 5. Die auftretenden Strukturen können folgendermassen beschrieben werden:

- 2%Mn massiver Ferrit; 5-2000^oC/min.
- 4%Mn massiver Ferrit bei langsamer Abkühlung,
Schiebungsmartensit in abgeschreckten Proben
- 6%Mn Schiebungsmartensit (wenig massiver Ferrit bei langsamer Abkühlung)
- 8-10%Mn Schiebungsmartensit (auch bei langsamer Abkühlung)
- 10-15%Mn Schiebungsmartensit + Umklappmartensit + ϵ -Martensit
- 15-28%Mn ϵ -Martensit + Austenit
- 28%Mn Austenit.

Diese Unterscheidungen stammen von J.D. Bolton und E.R. Petty (42)(43). Die Abkühlungsgeschwindigkeiten liegen zwischen 5-2000^oC/min. Die Angaben von H. Schumann (44)(45) stimmen etwa mit denjenigen der obigen Autoren überein. Figur 6 zeigt die Gefügeausbildung der FeMn-Legierungen in Abhängigkeit vom Mangananteil. Die Abkühlungsgeschwindigkeit liegt hier bei 3^oC/min.

Mehrere Autoren weisen darauf hin, dass Mangan die Stappelfehlerenergie im Austenit stark herabsenkt, wobei um 10%Mn ein Minimum auftritt (43)(46). Das Erscheinen des hexagonalen ϵ -Martensits ab 10%Mn wird im allgemeinen in Verbindung gebracht mit der tiefen Stappelfehlerenergie. Nach C.D. Desforges et al. (47) kann die Bildung des ϵ -Martensits sogar bei Abkühlungsgeschwindigkeiten von 10^oC/Tag nicht unterdrückt werden.

3. AUSGEFUEHRTE ARBEITEN

3.1. Analysenmethodik

3.1.1. Photo-Emissions-Elektronen-Mikroskop

Als Hauptanalysengerät diente das PEEM Metioskop KE3 (48)(49)(50). Für die Durchführung dieser Arbeit wurde das Mikroskop mit einem Zug-Präparat-Halter (ZPH) ausgerüstet. Dieser bietet die Möglichkeit, dank einem einfachen Zug-Mechanismus (ZM), siehe Figur 7, eine Flachprobe während der Beobachtung und bei beliebiger Temperatur zu verformen. Die maximal zur Verfügung stehende Kraft auf Probenhöhe beträgt rund 2,5 kN ^{*)}. Die realisierbaren Verlängerungen werden durch die geringe Tiefenschärfe des PEEM begrenzt. Sie wurden auf den Proben ausgemessen und betragen für diese Arbeit etwa 20%. Die eingebaute Elektronenstossheizung erlaubt es, die Probe mittels der zwischen Probe und Ofen angelegten Beschleunigungsspannung von maximal 500 V auf rund 2000°C zu erhitzen. Da die dabei auftretenden Temperaturgradienten in der normalen Probe für diese Arbeit zu gross waren, wurde eine spezielle Probenform und -präparation entwickelt ^{*)}. Diese beschränkt den Temperaturabfall in einer Fläche von 4mm Durchmesser bei Probentemperaturen von 1000°C auf 10°C. Es muss aber im Hinblick auf die spätere Interpretation der Resultate darauf hingewiesen werden, dass dennoch ein leichter Temperaturgradient vorhanden ist und zwar sowohl in der Oberfläche, wie auch gegen das Probeninnere. Dadurch wird eine schlüssige Betrachtung der Keimbildung verunmöglicht. Der maximale Fehler der Temperaturmessung beträgt +10%. Er fällt jedoch nur wenig ins Gewicht, da die Temperaturmessungen ausschliesslich vergleichender Natur sind. Für alle Temperaturangaben wird die Transformationstemperatur $T_{\gamma\alpha}$ als Bezugspunkt gewählt.

Probenvorbereitung und Versuchsdurchführung

Das Probenmaterial wurde auf die vorgeschriebenen Dimensionen, 8x40 mm, gesägt, mit der Biegevorrichtung in die gewünschte U-Form gebogen und vollständig von seiner Oxidschicht befreit. Die Probendicke betrug normalerweise etwa 1 mm. Anschliessend wurden die Kanten eingesägt, um eine bessere Temperaturisolation der beobachteten Fläche zu erhalten (siehe Figur 7) und auf der Ofenseite ein etwa 6x8 mm grosses und 0.2 mm dickes Tantalblech aufgepunktet. Die beobachtete Seite wurde mit Glaspapier geschliffen und auf Diamantscheiben ($6\mu\text{m}$ und $1\mu\text{m}$)

^{*)} Eine ausführliche Beschreibung des PEEM, ausgerüstet mit einem ZPH, wird im Anhang, Kapitel 7.1., gegeben.

poliert. Da die Beobachtung erst bei erhöhten Temperaturen begonnen wurden, konnte auf die elektrolytische Politur verzichtet werden.

Die sorgfältig gereinigte Probe wurde auf dem ZM montiert und ins Mikroskop eingeschleust. Im allgemeinen wurde die Oberfläche mit der Ar^+ -Ionenkanone im Vakuum gereinigt. Die Kühlfalle wurde immer mit flüssigem Stickstoff gefüllt. Das Vakuum betrug $2,1 \cdot 10^{-7}$ Torr. Normalerweise wurde mit einer Beschleunigungsspannung von 34kV gearbeitet. Die verwendete Aperturblende hatte einen Durchmesser von 100 μ m.

Zu Beginn der Untersuchungen wurden die Proben (wenn im Kapitel 3.3. nicht anders angegeben) bei rund 1000 $^{\circ}C$ während 15min austenitisiert. Da die Temperaturmessung zu ungenau ist, um bei einer gegebenen Temperatur umzuwandeln, wurde die Probe langsam (max. 20 $^{\circ}C/min$) abgekühlt, bis der erste Ferrit sichtbar wurde. Bei dieser Temperatur, als Umwandlungstemperatur $T_{\gamma\alpha}$ bezeichnet, wurde die Probe isotherm umgewandelt. Höher legierte Proben mussten noch etwas abgekühlt werden, bis die Transformation vollständig war. Anschliessend wurde die Temperatur je nach Versuch und Probenmaterial weiter abgesenkt. Die tiefste im Ferrit erreichte Temperatur, bei der die Probe einige Zeit gehalten wurde, wird als T_{α} bezeichnet. Nach 10-minütigem Halten im Ferrit wurden die Proben bei den Routineuntersuchungen wieder in den Austenit aufgeheizt. Dieser schematische Temperaturzyklus wurde je nach Versuch variiert und den entsprechenden Materialien angepasst. Die einzelnen Wärmebehandlungen werden in Kapitel 3.3. angegeben.

Das Metioskop KE3 bietet zwei Möglichkeiten der fotografischen Aufzeichnung:

- Langsame Vorgänge werden mittels Planfilmen, die in 5-er Kassetten in die Aufnahmekammer geschleust werden, festgehalten. Bei 300-facher Vergrösserung betrug die Belichtungszeit etwa 1 sek.
- Schnell ablaufende Vorgänge werden mit einer Vakuumfilmkamera, die mit maximal 15 m 35 mm-Film geladen werden kann, aufgezeichnet. Die Aufnahmegeschwindigkeiten variieren zwischen 1-8 Bildern/sek.

3.1.2. Rohröfen

Um die vergleichenden Versuche bei Atmosphärendruck durchzuführen zu können, wurde ein vorhandener Dreizonen-Rohröfen ausgebaut. Er sollte folgende Bedingungen erfüllen, die in Vorversuchen ermittelt wurden:

- Die Probe soll Wärmezyklen innerhalb 1100-600 $^{\circ}C$ unterworfen werden können, ohne aus der Vorrichtung genommen werden zu müssen.

- Am Ende der Behandlung soll die Probe möglichst rasch abgeschreckt werden können.
- Das Thermoelement soll nah bei der Probe sein, um eine genaue Ueberwachung der Probertemperatur zu gewährleisten.
- Die Abkühlung in der Vorrichtung muss genügend schnell vor sich gehen können, damit die Umwandlung erst beim isothermen Halten ahläuft.
- Die ganze Behandlung soll unter Schutzgas geschehen.

Mittels einem Inconel-600-Rohr konnten alle obigen Bedingungen befriedigend erfüllt werden. Dimensionen und Funktionsweise des Probenträgers sind aus Figur 8 ersichtlich. Die Temperaturzyklen wurden realisiert, indem die drei Zonen des Rohrofens auf 1000, 800 und 600°C geheizt wurden. Während der Wärmebehandlung konnte die Probe nun zwischen den verschiedenen Zonen hin und herbewegt werden. Die Austenitisierung bei 1150°C wurde in einem Muffelofen durchgeführt, der nah an den Rohrofen herangefahren werden konnte. Beim Wechsel von einem in den anderen Ofen wurde kein Temperaturverlust gemessen.

3.2. Versuchsmaterialien

Die Zusammenstellung der untersuchten Legierungen gibt Tabelle 1. Mit Ausnahme von Legierung 35 sind alle Legierungen, ausgehend von reinsten Metallen, im Cambridge Material Science Laboratory hergestellt, homogenisiert und kalt oder warm auf 1mm Dicke gewalzt worden. Aus diesen etwa 2cm breiten, 15-45cm langen Bändern wurden die Proben herausgesägt. Es wurde lediglich eine qualitative Analyse einiger Legierungen durchgeführt (siehe Kapitel 3.3.), mit welcher die Nennzusammensetzung bestätigt werden konnte.

3.3. Resultate

3.3.1. Legierungselemente und Strukturgedächtnis

3.3.1.1. Spektralanalyse von ausgewählten Materialien

Eine qualitative Spektralanalyse wurde in den Laboratorien des LSRH durchgeführt, wobei folgende Materialien berücksichtigt wurden:

Fe 0,1Mn; Fe 0,3Mn; Fe 0,5Mn; Fe 1Mn; Fe 5Mn; Fe 7Ni.

Die Legierungen waren so ausgewählt, dass einerseits Proben ohne SG und andererseits Proben mit SG verschiedener Stabilität berücksichtigt wurden. Zweck der Analyse war das Aufsuchen von Spurenelementen, die eventuell parallel dem SG

auftreten. Die in Tabelle 2 aufgeführten Elemente konnten nachgewiesen werden. Mittels der Intensität der Spektrallinien konnten die Konzentrationen abgeschätzt und durch die Zahlen 1-3 gewichtet werden. Das relative Maximum von 3 liegt unterhalb von 1⁰/oo. Von den in Stahl häufig vorkommenden Elementen wurden C, H, N, D, S nicht analysiert.

Folgerungen

- Keines der detektierten Elemente entspricht in seinem Auftreten oder in seiner Konzentration dem SG-Verhalten der entsprechenden Legierung.
- Cr, Cu, Sn, V treten in allen Proben in etwa gleicher Konzentration auf.
- Al, Mg, Si, Ti treten zufällig auf. Proben ohne SG (Fe 7Ni) weisen eindeutig Linien gleicher Intensität auf wie Proben mit SG (Fe 5Mn).
- Die von Cambridge gegebenen Analysenwerte des Mangans konnten bestätigt werden.

3.3.1.2. Urheber des SG

In Tabelle 3 sind alle Legierungselemente, die im Hinblick auf die Verursachung von SG in Eisenlegierungen untersucht wurden aufgeführt. Positiv waren nur Mangan und Stickstoff. Der SG-Effekt in der Legierung Fe 0,1C 0,02N ist nur schwach (vergleichbar etwa mit der Legierung Fe 0,3Mn), da die kritische Temperatur $T_{krit.}$, unterhalb derjenigen im Ferrit das SG zerstört wird, sehr nah bei der Umwandlungstemperatur T_{α} liegt. Figur 9 zeigt ein Beispiel eines SG-Zyklus der Legierung Fe 0,1C 0,02N. Die Umwandlung ist nicht vollständig. Die Pfeile A in Figur 9b zeigen die Phasengrenze γ/α . Ebenso sind die Abweichungen der γ -Korngrenzen gut erkennbar (Pfeile B in Figur 9c). Figur 9d zeigt die Austenitstruktur eines nachfolgenden Zyklus, bei dem das SG zerstört ist. Die Körner sind merklich kleiner.

Der Unterschied zu Legierungen, die kein SG aufweisen, ist eindeutig. Figur 10 zeigt das Verhalten der Legierung Fe 7Ni bei einem unvollständigen Umwandlungszyklus. Die Pfeile A in Figur 10b markieren die gestoppte Phasengrenze. Bei der Rückumwandlung wird die Orientierung der Körner über einige Mikrometer wieder hergestellt, dh. die Keimbildung des neuen Austenits geschieht nicht unmittelbar an der gestoppten Phasengrenze γ/α . Wo die Transformation $\gamma-\alpha$ jedoch über die γ -Korngrenzen hinausgeht, wird dieselbe bei der Rücktransformation stark verschoben oder es bilden sich an diesen Stellen sofort neue γ -Körner. Dies ist ein typisches Verhalten für ein Material ohne SG. Ein weiteres Beispiel, unterer Bainit, wird in Kapitel 3.3.3.2. (Figur 17) besprochen.

Da die Probe Fe 0,1C 0,02N die einzige war, die Stickstoff enthielt, konnte keine weiteren Untersuchungen angestellt werden. Es dürfte jedoch interessant sein, das Verhalten von Legierungen mit höherem Stickstoffgehalt oder mit weiteren Legierungselementen zu untersuchen.

Folgerungen

- Schon aus der Arbeit von C.J. Middleton geht hervor, dass Karbidbildner (Ti, V) als Ursache für das SG nicht in Frage kommen (3).
- Die beiden Elemente, welche das SG hervorrufen, gehören zu der Gruppe der γ -genen Legierungselemente. Jedoch kann nicht allgemein gesagt werden, dass alle Austenitstabilisatoren das SG verursachen, da z.B. Nickel negative Resultate ergibt.
- Ferritstabilisatoren fallen als Urheber des SG weg.
- Eine hervorstechende Eigenschaft des Mangans, sein hoher Dampfdruck, kann als direkter Grund für das SG ausgeschlossen werden, da die Probe mit Aluminium eindeutig negative Resultate zeigt.
- Antimon, das wie das Mangan "temper embrittlement" verursacht, bewirkt kein SG.

3.3.1.3. Einfluss des Mangangehaltes auf das SG

Es wurden FeMn-Legierungen mit Mangan-Konzentrationen von 0,1 bis 18% untersucht. Die Abhängigkeit der kritischen Temperatur T_{krit} bei Haltezeiten von lomin im Ferrit ist in Figur 11 dargestellt. Als Ordinate wurde $\Delta T = T_{\gamma\alpha} - T_a$ gewählt, da die Temperaturmessung für absolute Angaben zu ungenau ist. Daraus gehen drei entscheidende Punkte hervor:

- Der minimale Mangangehalt, der zum SG führt, liegt bei 0,3%.
- Die kritische Temperatur sinkt stetig mit zunehmendem Mangangehalt der Probe.
- Bei ungefähr 18% Mangan erreicht die kritische Temperatur Raumtemperatur.

Von besonderem Interesse sind natürlich die beiden höchstlegierten Stähle Fe 12Mn und Fe 18Mn. Es ist bemerkenswert, dass bei Fe 12Mn die Umwandlung, wie sie im PEEM beobachtet wird, völlig ferritisch verläuft, obwohl eigentlich eine Mischung von α' - und ϵ -Martensit erwartet wird. Die Umwandlung ist vollständig. Dies ist ein deutlicher Hinweis darauf, dass die Legierungszusammensetzung an der Oberfläche nicht der Nennzusammensetzung der Probe entspricht. Entsprechend verhalten sich auch andere FeMn-Legierungen.

Da das SG in der Probe mit 18%Mn bis Raumtemperatur erhalten blieb, drängten sich folgende Versuche auf:

- Die Probe wurde im PEEM austenitisiert und beim Abkühlen umgewandelt, darauf demontiert und in flüssigem Stickstoff abgekühlt. Die Probe wurde wieder im PEEM auf SG untersucht.
- Die Probe wurde im PEEM austenitisiert und umgewandelt, darauf demontiert und bei Raumtemperatur poliert. Anschliessend wurde sie wieder im PEEM auf SG untersucht. Bei einem vergleichenden Versuch konnte mit einem Messgerät für Oberflächenrauigkeit nachgewiesen werden, dass bei der durchgeführten Politur $4\mu\text{m}$ abgetragen wurden.
- Eine im PEEM austenitisierte und umgewandelte Probe wurde zersägt, geschliffen und metallographisch untersucht.

Die Resultate zeigen, dass das SG weder bei Temperaturen von -196°C , noch beim Entfernen von $4\mu\text{m}$ an der beobachteten Oberfläche zerstört wird. Die Figuren 22d,c zeigen Querschliffe zweier im PEEM wärmebehandelten Proben, Fe 8Mn und Fe 18Mn. Beide zeigen deutliche Strukturunterschiede zwischen der Randzone (Pfeile in Figur 22c,d), die beobachtet wird, und dem Probenvolumen. Die Struktur des Probeninnern lässt sich bei beiden Proben mit derjenigen von ofenbehandelten Proben gleicher Zusammensetzung vergleichen (vergleiche Figur 23b,c). Die Randzonen entsprechen der Struktur von Proben mit wesentlich geringerem Mangan-gehalt.

3.3.1.4. SG-Verhalten von Fe 1Mn X - Legierungen

In Tabelle 4 sind alle Elemente aufgeführt, deren Einfluss auf eine Fe 1Mn-Legierung untersucht wurden. Die letzte Spalte $T_{\text{krit.}}^{\text{Fe 1Mn X}} - T_{\text{krit.}}^{\text{Fe 1Mn}}$ gibt direkt ein Bild über den Einfluss des zugegebenen Elements X. Dabei bedeutet ein negatives Vorzeichen ($T_{\text{krit.}}^{\text{Fe 1Mn X}}$ liegt näher bei $T_{\gamma\alpha}$ als $T_{\text{krit.}}^{\text{Fe 1Mn}}$), dass das zugegebene Drittelelement die Stabilität des SG verringert. Ein positives Vorzeichen zeigt eine Verstärkung des SG-Effektes an.

Folgerungen

- Im allgemeinen schwächen Ferritstabilisatoren das SG ab. Die Probe mit 3% Chrom bildet eine Ausnahme. Austenitstabilisatoren erhöhen die Stabilität des SG.
- Die Abhängigkeit der Stabilität des SG vom Kohlenstoffgehalt der Probe hat bei 0,3%C ein deutliches Maximum, währenddem bei Proben mit 0,7%C die

- kritische Temperatur ungefähr gleich der Umwandlungstemperatur $T_{\gamma\alpha}$ ist. Die Interpretation dieses Effektes wird dadurch erschwert, dass im PEEM kein Perlit sichtbar ist. Die metallographische Untersuchung der PEEM-Probe zeigt deutlich eine entkohlte Schicht an der Oberfläche (Figur 22a).
- In diese Betrachtungen muss auch die Legierung Fe 0,7C 1Mn 0,5V miteinbezogen werden. Ein Teil des Kohlenstoffes wird von den Karbiden beansprucht, so dass eine geringere Menge Kohlenstoff zur Beeinflussung der Umwandlung frei ist: Die Probe hat ein SG. Besonders interessant bei dieser Legierung ist, dass bei Wärmebehandlungen in der Nähe der kritischen Temperatur das SG nach der Rücktransformation zuerst zerstört wird. Figur 20 illustriert zwei SG-Zyklen mit der Legierung Fe 0,7C 1Mn 0,5V. Viele kleine Austenitkörner bilden sich an Korn und Zwillingsgrenzen (Pfeile Figur 20b,d). Wird die Temperatur nun um etwa 50°C erhöht, findet ein "Kornwachstum" statt, welches das SG wieder herstellt (siehe Figur 20e). Dieses Phänomen wurde auch in der Legierung Fe 0,7C 1Mn gefunden, liess sich jedoch nicht so eindeutig reproduzieren wie im Stahl mit 0,5V.
 - Interessant ist die Legierung Fe 0,1C 1Mn 0,02N. Es findet eine bemerkenswerte Stabilisierung des SG statt, die derjenigen von Fe 0,3C 1Mn gleichkommt. Wie in Kapitel 3.3.1.2. beschrieben, weist die Legierung Fe 0,1C 0,02N selbst schon ein schwaches SG auf.
 - Ein recht deutlicher Unterschied wurde im Verhalten von Nickel, als Beispiel eines Austenitstabilisators, und Chrom, als Beispiel eines Ferritstabilisators, festgestellt. Mit Ausnahme der Probe, die 3%Cr enthält, schwächt die Zugabe von Chrom die Stabilität des SG stark ab. Bei 10%Cr wird das SG sogar ganz unterdrückt. Nickel stabilisiert das SG, wobei dieser Effekt bei 3%Ni am deutlichsten ist.

3.3.2. Wärmebehandlungen und SG

3.3.2.1. Austenitisierungszeiten und -temperaturen

Untersucht wurden Austenitisierungstemperaturen von $T_{\gamma} = T_{\alpha\gamma}$ bis $T_{\gamma} = 1200^{\circ}\text{C}$. Die Austenitisierungszeiten schwankten zwischen 1-2sek. und 3std. Als Versuchsmaterial diente die Legierung Fe 1Mn. Es versteht sich von selbst, dass bei den kurzen Austenitisierungszeiten die Umwandlung $\alpha\text{-}\gamma$ ganz zu Beginn unterbrochen wurde. Es wurde dennoch darauf geachtet, dass schon eine oder mehrere γ -Korn-grenzen gebildet waren. Nur so konnte das SG als solches erkannt werden.

Im Rahmen der durchgeführten Versuchsreihe wurde das SG bei allen Austenitisierungsbedingungen gefunden. Eine Abhängigkeit des SG von T_{γ} und t_{γ} konnte nicht fest-

gestellt werden. Es bedarf also keiner speziellen Wärmebehandlung im Austenit, um das SG zu implantieren.

3.3.2.2. Austenitkorngrösse

Um den Einfluss der γ -Korngrösse auf das SG zu untersuchen wurde die Austenitisierungstemperatur so gewählt, dass einerseits γ -Korngrössen von 250-300 μ m Durchmesser (ASTM-nr. 0-1) und andererseits Korngrössen von 15-20 μ m Durchmesser (ASTM-nr. 8-9) erhalten wurden. Damit ein eventueller Einfluss der γ -Stabilisierung bei hohen Temperaturen erfasst werden konnte, wurden einige Proben sofort nach dem Kornwachstum wieder auf $T_{\alpha\gamma}$ abgekühlt und so bei gleichen Temperaturen stabilisiert, wie die Proben mit kleinen γ -Körnern.

Ein Unterschied zwischen den beiden Korngrössen bezüglich des SG-Verhaltens zeigte sich nur darin, dass bei Proben mit kleinem Korn bei der Rücktransformation eine deutliche Tendenz zur Kornvergrößerung vorhanden war. Dieser Effekt trat auch auf, wenn die Umwandlung α - γ sehr sorgfältig durchgeführt wurde, um eine zu hohe Temperatur, dh. ein wirkliches Kornwachstum im Austenit, zu vermeiden. Die Qualität des SG bei Proben mit grossem Korn ist besser als diejenige der Proben, bei denen vor dem SG-Zyklus kein Kornwachstum durchgeführt wurde. Die Stabilität des SG blieb von diesem Unterschied unberührt.

3.3.2.3. Wärmebehandlung im Ferrit

Im Verlauf der Vorversuche zu dieser Arbeit wurde festgestellt, dass die Haltezeit im Ferrit, t_{α} , während einem SG-Zyklus einen Einfluss auf die Stabilität des SG hat. Deshalb wurden mit dem Material Fe 0,3C 1Mn Versuche durchgeführt, bei denen sowohl T_{α} als auch t_{α} variierten. Figur 12 zeigt die Abhängigkeit der Stabilität des SG von der Wärmebehandlung im Ferrit. Die mittlere Umwandlungstemperatur beträgt hier $T_{\gamma\alpha} = 715 \pm 45$ °C. Als Ordinate wurde die Temperaturdifferenz $\Delta T = T_{\gamma\alpha} - T_{\alpha}$ gewählt, da die absolute Messung der Umwandlungstemperatur zu ungenau ist.

Die Abhängigkeit der Stabilität des SG von der Wärmebehandlung im Ferrit ist eindeutig. Je tiefer die Temperatur desto kürzer ist die Dauer bis zur Zerstörung des SG. Dieses Resultat könnte in Beziehung gebracht werden mit der *Umwandlungskinetik der Transformation Austenit-Ferrit*. Ein quantitativer Vergleich mit einem isothermen Umwandlungsschaubild lässt sich jedoch nicht anstellen,

da die durchgeführten Wärmebehandlungen nicht denjenigen von isothermen Transformationen von Stählen entspricht. Die Abkühlungsgeschwindigkeit von $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ist dazu zu langsam.

Wie vorsichtig man bei der Interpretation von Umwandlungen im PEEM sein muss, zeigt Figur 22b am Beispiel des Stahls SAE 4340. Die Probe wurde im Metioskop bei etwa 650°C zu 80% in Ferrit umgewandelt und dann abgeschreckt. Der Querschliff dieser Probe zeigt einen sehr grossen Martensitanteil im Probeninnern. Das Oberflächenverhalten der Proben im PEEM ist also nicht repräsentativ für die Vorgänge im Probenvolumen.

3.3.2.4. Einfluss von Abkühlungs- und Aufheizgeschwindigkeiten auf das SG

Die maximal erreichbaren Abkühlungs- bzw. Aufheizgeschwindigkeiten im Umwandlungsbereich liegen bei 70 bzw. $40^{\circ}\text{C}/\text{sek}$. Die langsamsten, mit der Legierung Fe 1Mn durchgeführten Transformationen dauerten 40 bzw. 20min für die γ - α bzw. α - γ Umwandlung.

Das SG kann im PEEM weder durch sehr schnelle Umwandlungen unterdrückt, noch durch lange isotherme Transformationen zerstört werden. Versuche mit höher legierten Proben, welche eine längere isotherme Umwandlungszeit erlaubten, bestätigten dies.

3.3.2.5. Anzahl γ - α -Zyklen

Das SG konnte während 20 Umwandlungszyklen erhalten werden. Dabei zeigten sich in den ersten paar Zyklen kleine Veränderungen an den Korngrenzen oder Zwillingsgrenzen. Diese Veränderungen weisen meist eine gewisse Ähnlichkeit mit dem Kornwachstum auf, wie schon in Kapitel 3.3.2.2. besprochen. Bei mehr als 10 SG-Zyklen stellte sich die Austenitstruktur stets praktisch vollständig wieder ein.

3.3.3. Umwandlungsarten und SG

Der SG-Effekt wie er von C.J. Middleton entdeckt wurde, findet im Bereich der zivilen Umwandlungen Austenit-Ferrit-Austenit statt. Deshalb befassen sich auch praktisch alle Untersuchungen dieser Arbeit mit dem zivilen Umwandlungstyp. In diesem Kapitel sollen die Umwandlungszyklen γ - α - γ jedoch ausgeklammert werden.

Mit geeigneten Legierungen wurden die Umwandlungszyklen Austenit-Bainit-Austenit,

Austenit-Martensit-Austenit und Austenit- δ Ferrit-Austenit untersucht. Es soll gleich vorweggenommen werden, dass die massive Umwandlung, wie sie in FeMnC-Legierungen vorkommt, nicht behandelt werden wird, da sie nur sehr selten beobachtet wurde (z.B. Pfeile C in Figur 9b). Desgleichen konnte die Perlitbildung nicht direkt beobachtet werden, weil der Kohlenstoff an der Probenoberfläche wegdampft und im PEEM so rein ferritische Oberflächen abgebildet werden (Figur 22a).

Die Untersuchung des δ -Ferrits wurde mit der Legierung Fe 1Mn durchgeführt. Die dazu vorgesehene Legierung Fe 1Mn 2,6Nb zeigte keine befriedigende Bildqualität im PEEM. Für die bainitische und martensitische Transformation wurde ein handelsüblicher Stahl SAE 4340 und ein eigens in Cambridge hergestellter, gleichwertig legierter Stahl ohne Mangan verwendet. Die Zusammensetzung dieser Stähle gibt Tabelle 1 (Legierungen 34 und 35). Die kontinuierlichen bzw. isothermen Umwandlungsdiagramme vom Stahl SAE 4340 sind bekannt und es darf angenommen werden, dass die Legierung 34 nicht stark davon abweicht.

3.3.3.1. δ -Ferrit

Das SG ist im Umwandlungszyklus γ - δ - γ möglich. Ein Beispiel zeigt Figur 13. Ausführliche Untersuchungen im PEEM scheiterten an den extremen Arbeitsbedingungen. Die hohen Temperaturen führten zu starkem Verdampfen von Probenmaterial, was die Anode verschmutzte und so heftige Entladungen hervorrief. Diese zerstörten die Probenoberfläche oder führten sogar zum Ausschalten der Heizspannung. Längeres Arbeiten im δ -Ferrit war auch durch die Gefahr des Aufschmelzens der Probe limitiert.

Dass die Umwandlung Austenit- δ -Ferrit wirklich stattfand, zeigen die in Figur 13b mit Pfeilen bezeichneten δ -Korngrenzen und die Phasengrenze δ/γ in Figur 13c. Auch die nach dem Umwandlungszyklus leicht vom Ausgangszustand abweichenden γ -Korngrenzen schliessen ein blosses Kornwachstum des Austenits aus (Pfeile Figur 13d).

3.3.3.2. Bainit

Herausstechend bei den Umwandlungszyklen Austenit-Bainit-Austenit ist, dass sowohl Proben mit Mangan (SAE 4340), wie auch Proben ohne Mangan (Material 34) das SG aufweisen. Figur 14 gibt eine zusammenfassende Darstellung der durchgeführten Versuche, eingezeichnet in einem isothermen Umwandlungsdiagramm des Stahles SAE 4340. Die Wärmebehandlung im PEEM entspricht einer normalen isothermen Bainit-

bildung, da die gewünschte Temperatur in etwa 10 sek erreicht ist. Da immer mit der gleichen Probe und dem gleichen Ofen gearbeitet wurde, ist die relative Genauigkeit der Umwandlungstemperaturen der verschiedenen Versuche befriedigend.

Das Auftreten des SG ist verschiedenartig, je nachdem in die obere oder untere Zwischenstufe umgewandelt wird. Wie Figur 14 zeigt, ist das SG im oberen Bainit vorhanden, bis die im PEEM sichtbare Umwandlung vollständig abgelaufen ist. Dazu ist zu bemerken, dass die beobachtete Umwandlungskinetik nicht mit dem isothermen Umwandlungsdiagramm übereinstimmt. Wie es schon für die ferritischen Umwandlungen festgestellt wurde, läuft die Transformation an der Oberfläche im PEEM schneller ab. Wird die Probe nach der Umwandlung noch weiter auf der gleichen Temperatur gehalten, beginnt sich das SG zu zerstören, was nach der Rücktransformation sichtbar wird. Figur 15 ist ein Beispiel eines bainitischen Umwandlungszyklus mit SG. Die verschiedenen Stufen der Zerstörung des SG im oberen Bainit zeigt Figur 16. Bei nur kurzem Ueberschreiten der "erlaubten" Glühzeit im Bainit treten einige Ungenauigkeiten der Korngrenzen auf (Pfeile Figur 16b). Schon deutlich ungenauer ist das SG im Zyklus von Figur 16c,d. Die Ausgangsstruktur ist jedoch noch teilweise zu erkennen. Erst im Zyklus von Figur 16e,f ist das SG ganz zerstört. Zu beachten ist, dass die sinkende Qualität des SG vorerst auf Ungenauigkeiten der Korngrenzen zurückzuführen ist und erst in einem weiteren Stadium auf eine neue Keimbildung, die zu der in Figur 16f gezeigten Umkristallisation führt.

Im Gegensatz dazu treten im unteren Bainit schon bei unvollständiger Umwandlung an bevorzugten Stellen neue, kleinere Austenitkörner auf. Figur 17 illustriert einen solchen Umwandlungszyklus. Die Bildung neuer Keime findet bevorzugt an Korngrenzen statt, bei denen sich auf beiden Seiten untere Zwischenstufe gebildet hat (Pfeile A in Figur 17c). Aber auch einzelne umgewandelte Stellen (Pfeile B in Figur 17c) können in ein neues γ -Korn umwandeln. Je weiter die Umwandlung in die untere Zwischenstufe fortschreitet, desto grösser ist der Anteil des neuen Austenits. Vollständig transformierte Proben haben kein SG. Man kann deshalb sagen, dass das SG im unteren Bainit nicht möglich ist.

3.3.3.3. Martensit

Aehnlich wie beim oberen Bainit hängt auch beim Martensit die Qualität des SG davon ab, wie lange die Probe im Martensit gehalten wurde. Die ursprüngliche Struktur stellt sich nur vollständig wieder ein, wenn die Transformation γ - α' noch unvollständig ist. Ein Beispiel dazu zeigt Figur 18 a,b. Sobald die Umwandlung vollständig ablaufen kann, bilden sich bei der Rücktransformation kleine γ -Körner, wie sie in Figur 18d sichtbar sind. Schon ein einminütiges Halten der

Probe im martensitischen Zustand führt zur völligen Zerstörung des SG (Figur 18e,f). Figur 14 zeigt eine zusammenfassende Darstellung der durchgeführten Martensitzyklen. Bei der Interpretation der Resultate aus der martensitischen Umwandlung ist spezielle Vorsicht geboten, da durch das Abschrecken der Probe (Abstellen und wieder Einschalten der Heizung) die Temperaturverhältnisse in der Probe sehr unklar sind. In martensitischen Umwandlungszyklen kann das SG unter bestimmten Vorsichtsmassregeln im PEEM beobachtet werden. Die Stabilität ist aber nur sehr gering.

3.3.4. Spezielle Untersuchungen im PEEM

3.3.4.1. Verformung im Austenit

Die Proben des Materials Fe 1Mn wurden im Austenit, knapp oberhalb von $T_{\gamma\alpha}$, verformt. Die Verlängerung der beobachteten Zone betrug etwa 20%. Bei den gewählten Temperaturen setzte die Rekristallisation während der Beobachtung noch nicht ein. Zudem wurde die Probe sofort nach der Verformung abgekühlt bis $T_{\gamma\alpha}$. Nach dem Umwandlungszyklus wurde die verformte Struktur wieder vollständig hergestellt. Verformungen bis zu 20% im Austenit beeinflussen demzufolge das SG nicht.

3.3.4.2. Verformung im Ferrit

Bei diesen Versuchen wurde die Probe während der Glühzeit im Ferrit bei T_{α} verformt. Die Verlängerung im beobachteten Bereich betrug wiederum etwa 20%. Da über und unter der Rekristallisationstemperatur verformt wurde, mussten entsprechend zwei Materialien gewählt werden, da die kritische Temperatur natürlich nicht unterschritten werden durfte. Für die Untersuchungen bei hoher Temperatur (ca. 600°C) wurde das Material Fe 0,3C 1Mn, für diejenigen bei Raumtemperatur das Material Fe 0,3C 9Mn 5Ni verwendet. Diese Legierung ist bei Raumtemperatur nicht vollständig umgewandelt. Die beobachtete Struktur der Probe bestand aus Ferrit, Martensit und etwas Restaustenit.

Sowohl nach der Verformung über wie auch unter der Rekristallisationstemperatur wurde die Austenitstruktur vollständig wieder hergestellt. Interessant war, dass nach der Verformung bei Raumtemperatur kohärente Zwillingsgrenzen der Austenitstruktur zum Teil gebogen waren. Eine genaue Bestimmung der Biegung war wegen dem starken Relief, das hervorgerufen wurde durch die Verformung der Oberfläche, nicht möglich.

3.3.4.3. Ionenbeschuss im Ferrit

Um auszuschliessen, dass es sich beim SG um einen Oberflächeneffekt im PEEM handelt, wurde eine Probe Fe 0,3C 1Mn bzw. Fe 0,3C 8Mn 3Ni während 2 std bei ungefähr 550°C im Ferrit mit Ar⁺-Ionen bombardiert. Die Spannung der Ionenkanone betrug 5kV, der Stromfluss zwischen Ionenkanone und Probe 4 A. Der durchschnittliche Materialabtrag wurde mit dem Prüfgerät für Oberflächenrauigkeit bestimmt. Während der Behandlung wurde 1µm abgetragen. Das SG blieb bei diesen Behandlungen erhalten.

3.3.4.4. Das SG bei Raumtemperatur

Mit einigen Legierungen wurde versucht das SG bis Raumtemperatur zu stabilisieren. Wie schon in Kapitel 3.3.1.3. erwähnt, gelang dies auch mit der Legierung Fe 18Mn. Von den anderen, speziell zu diesem Zweck hergestellten Proben, Fe 0,3C 8Mn 3Ni und Fe 0,3C 9Mn 5Ni, lag nur die kritische Temperatur der letzteren unter der Raumtemperatur. Eine Uebersicht über die durchgeführten Versuche und die dabei erhaltenen Resultate gibt Tabelle 5. Folgende drei Punkte gehen daraus hervor:

- Die Umwandlung der Proben, die das SG auch bei Raumtemperatur haben, ist unvollständig.
- Bleibt das SG bis Raumtemperatur erhalten, dann kann auch bis -196°C abgekühlt werden, ohne dass das SG zerstört wird.
- Bleibt das SG bis Raumtemperatur erhalten, kann von der Oberfläche 4µm abgetragen werden, ohne dass das SG beeinflusst wird.

3.3.4.5. Grenzfälle des SG bei $T_{\alpha} \approx T_{krit.}$

Im Verlauf der Arbeit wurde bemerkt, dass das SG nicht in allen Legierungen auf die gleiche Art und Weise zerstört wird. In diesem Kapitel sollen einige typische Legierungen zusammengestellt und besprochen werden. Es handelt sich um Versuche, bei denen die Haltetemperatur im Ferrit ungefähr der kritischen Temperatur entsprach. Die Haltezeit im Ferrit betrug bei allen Versuchen 10 min.

Folgende zwei Möglichkeiten zur Zerstörung des SG können unterschieden werden:

- Die kritische Temperatur des SG liegt bei der Legierung Fe 0,5Mn sehr nahe bei der der Umwandlungstemperatur. Deshalb befindet man sich nach der Transformation α immer in einem Bereich, in dem das SG langsam zerstört wird. Der Beginn der Zerstörung zeigt sich bei dieser Probe darin, dass die Korngrenzen des ursprünglichen Austenits häufig ungenau oder gar

völlig anders verlaufen (Pfeile Figur 19a,b), obwohl die Orientierung der γ -Körner offensichtlich intakt bleibt. Figur 19c zeigt, dass bei der vollständigen Zerstörung des SG die Korngrösse des Austenits nicht unbedingt abnehmen muss.

- Auch bei der Legierung Fe 0,7C 1Mn 0,5V liegt die kritische Temperatur sehr nahe bei der Umwandlungstemperatur $T_{\gamma\alpha}$. Die Zerstörung des SG beginnt hier, indem an den alten γ -Korngrenzen, Zwillingsgrenzen und Karbiden neue kleine γ -Körner gebildet werden. Figur 20a,b zeigt ein Beispiel, in dem beim SG-Zyklus erst einige wenige neue γ -Körner gebildet werden, währenddem in Figur 20c,d die Zerstörung des SG schon weiter fortgeschritten ist. Wie schon in Kapitel 3.3.1.4. erwähnt, setzt bei weiterem Erhöhen der Temperatur nach der Transformation $\alpha\text{-}\gamma$ ein Kornwachstum ein, das die alten γ -Korngrenzen wiedererkennt (Figur 20e).

Diese zwei aufgeführten Legierungen sind Extremfälle. Normalerweise kann bei SG-Legierungen nicht genau unterschieden werden zwischen den beiden Typen der Zerstörung, da sie in den meisten Materialien gemischt auftreten.

3.3.4.6. Keimbildung und Wachstum der neuen Phasen in Umwandlungszyklus $\gamma\text{-}\alpha\text{-}\gamma$

Bei sorgfältiger Arbeitsweise kann im PEEM auf die Keimbildung und das Wachstum der neuen Phasen geschlossen werden. Auf eine systematische Analyse der Keimbildung wurde verzichtet, da die unsicheren Temperaturverhältnisse in den Proben während der Beobachtung eine fundierte Aussage nicht zulassen. Die im Folgenden aufgeführten Charakterisierungen enthalten also keinerlei quantitative Wertungen.

- Es konnten keine Unterschiede oder Besonderheiten der Keimbildung festgestellt werden, die mit dem SG parallel verlaufen.
- Insbesondere sind die Stellen, an denen der Austenit im Ferrit, wie auch der Ferrit im Austenit, gebildet wird bei mehreren aufeinanderfolgenden SG-Zyklen jeweils verschieden (siehe Figur 1).
- Des Weiteren ist der Ort, wo der letzte Austenit in Ferrit umwandelt, nicht identisch mit demjenigen, bei dem während der Rücktransformation der erste Austenit gebildet wird (Figur 1). Es handelt sich beim SG also nicht um eine Hin- und Herbewegung der Phasengrenze wie beim MM.
- Eine Besonderheit, wie sie im PEEM beobachtet werden kann, ist die Bildung eines einzigen γ -Kornes aus zwei oder mehreren unabhängig voneinander wachsenden Keimen, wie es in Figur 1, Pfeile A, dargestellt ist. Dieses

Phänomen wurde schon von C.J. Middleton und G.W. Form beschrieben und konnte im Verlauf dieser Arbeit häufig bestätigt werden. Das SG ist nicht verbunden mit dieser Erscheinung, da sie auch in Temperaturzyklen ohne SG und selbst in Legierungen, die kein SG aufweisen, beobachtet wurde.

- Im allgemeinen konnte beobachtet werden, dass die Keimbildung bevorzugt an Tripelpunkten, Korngrenzen oder Karbiden begann. Weniger häufig trat die Keimbildung in Innern eines Kornes auf, ohne sichtbaren Grund. Je schneller die Aufheiz- oder Abkühlungsgeschwindigkeiten gewählt wurden, desto weniger Keime wurden beobachtet. Die Phasengrenze bewegte sich schneller und umfasste mehrere Körner.
- Wie schon von C.J. Middleton und G.W. Form (3) gezeigt, stoppt die wachsende Phasengrenze, wenn sie die alten γ -Korngrenzen erreicht. Dies auch, wenn jenseits der Korngrenze noch untransformierter Ferrit ist (siehe Figur 1h, o, Pfeile 8).

3.3.5. Versuche ohne PEEM

3.3.5.1. Bestätigung des SG als Volumenphänomen im Rohrofen

Bis heute ist das SG ausschliesslich in Emissions-Elektronen-Mikroskopen, dh. an Probenoberflächen und im Vakuum, beobachtet worden. Es ist deshalb von besonderer Wichtigkeit, abzuklären, ob das SG auch im Volumen und bei Umgebungsdruck, mit einer konventionellen Ofenbehandlung, nachgewiesen werden kann. Die Untersuchung wurde mit der Legierung Fe 0,3C 1Mn durchgeführt, die bei der Zerstörung des SG eine deutliche Kornfeinung aufweist. Da die beim Abschrecken gebildeten Martensitnadeln die Austenitkorngrenzen nie überschreiten, ist die Länge der Martensitnadeln ein direktes Mass für die ehemalige γ -Korngrösse. Der Nachweis des SG basiert nun auf der Tatsache, dass bei vorhandenem SG die Kornfeinung verhindert wird, was durch die beim Abschrecken gebildeten Martensitnadeln dargestellt werden kann.

Folgende Wärmebehandlung wurde im Dreizonen-Rohrofen durchgeführt:

- Austenitisierung der Probe bei 1150°C während 15 min. Daraus resultierte eine Korngrösse von 150-200 μ m entsprechend der ASTM-nr. 2-3.
- Isotherme Umwandlung bei 680, 660 oder 640°C. Die Haltezeit im Ferrit betrug 10 min.
- Rücktransformation bei 800°C, Dauer 15 min.

Normalerweise beträgt die Korngrösse bei 800°C etwa 20-25 μ m, entsprechend der ASTM-nr. 7-8. Dies war auch die Korngrösse, welche eine Probe in einem Temperaturzyklus 1150-500-800°C zeigte, in einem Umwandlungszyklus also, in dem das SG

sicher zerstört war. Wurde dagegen eine Probe dem oben beschriebenen Wärmezyklus unterworfen und zeigte sie nach dem Abschrecken aus 800°C die Martensitnadellänge, welche der Austenitisierung bei 1150°C entsprach (Figur 21a), so wurde angenommen, dass das SG erhalten geblieben war. Um den Verlauf der Umwandlung $\gamma\text{-}\alpha$ zu überwachen, wurde in Parallelversuchen an Stelle der Rücktransformation zu Austenit in Wasser abgeschreckt. Um den Vergleich mit einer Legierung, die kein SG aufweist, zu haben, wurden die gleichen Wärmezyklen mit dem Material Fe 0,3C 3Ni durchgeführt. Die charakteristischen Korngrößen bei 1150 und 800°C der beiden Stähle entsprechen sich.

Figur 21 gibt einen Überblick über die Ergebnisse. Die Umwandlungszyklen zeigen deutlich, dass während einem 10 minütigen Halten bei 680°C die Umwandlung $\gamma\text{-}\alpha$ nicht vollständig ist (Figur 21b). Das Martensitgefüge entspricht aber demjenigen von Figur 21a. Das SG ist also erhalten. Bei 640°C ist die Umwandlung vollständig. Wie Figur 21g aber zeigt, ist das SG zerstört. Die Behandlung bei 660°C liegt in einem kritischen Bereich. Die Transformation ist praktisch vollständig (Figur 21d), aber das SG ist schon teilweise zerstört. Figur 21e zeigt einige grosse γ -Körner neben vielen kleinen. Mit Nickel wurde auch bei unvollständiger Transformation bei 680°C kein SG gefunden (Figur 21h).

Diese Ergebnisse zeigen deutlich, dass das SG auch im Probenvolumen nachgewiesen werden kann. Die Stabilität des SG scheint jedoch mit dem umgewandelten Volumen verbunden zu sein. Die genauen Zusammenhänge im kritischen Bereich von 660°C konnten nicht befriedigend herausgearbeitet werden.

3.3.5.2. Metallographische Untersuchungen

Es wurden zwei Gruppen von Untersuchungen durchgeführt:

- Austenitisierung und Abkühlung erfolgte im PEEM. Die Querschliffe dieser Proben sollten die Vorgänge im Volumen während der Beobachtung im PEEM aufklären.
- Die Wärmebehandlung wurde im Rohofen durchgeführt, mit dem Ziel, die Gefüge einiger FeMn-Legierungen zu charakterisieren.

Die Legierungen Fe 0,3C 1Mn, Fe 8Mn, Fe 18Mn und SAE 4340 wurden im PEEM, die Stähle Fe 1Mn, Fe 8Mn und Fe 18Mn wurden im Rohofen austenitisiert und abgekühlt. Vor der metallographischen Präparation wurden die Proben vernickelt.

Die Ergebnisse zeigen die Figuren 22 und 23.

Folgerungen

- Bei legierten Materialien entspricht das Oberflächenverhalten nicht den Vorgängen im Volumen. Figur 22a zeigt die entkohlte Oberflächenschicht im Stahl Fe 0,3C 1Mn. Figur 22c,d zeigt deutlich eine manganarme Schicht (Pfeile) an der Oberfläche, deren Transformationsprodukt verschieden ist von demjenigen im Volumen.
- Die beobachtete Umwandlungskinetik im PEEM stimmt nicht mit derjenigen im Volumen überein. Der Stahl SAE 4340 wurde im PEEM zu 80% transformiert. Das Probeninnere ist nur zu etwa 20% ferritisch (Figur 22b).
- Die mit den verschiedenen FeMn-Legierungen produzierten Gefügeausbildungen stimmen mit den Angaben der Literatur überein. Es wurde selbst nach dem Wasserabschrecken in der Probe mit 1%Mn kein massiver Ferrit gebildet (Figur 23a).

3.3.5.3. Untersuchung der Austenitkorngrenzen im Raster-Elektronen-Mikroskop

Wie schon in vorhergehenden Kapitel erwähnt, spielen die γ -Korngrenzen beim SG eine wichtige Rolle, da sie von der wachsenden Phasengrenze γ/α erkannt und respektiert werden. Die Untersuchung mit dem Raster-Elektronen-Mikroskop (REM) sollte aufklären, ob eventuell Mangananreicherungen an den γ -Korngrenzen gefunden werden können, die für die Markierung der Korngrenzen verantwortlich sind.

Die Versuche wurden mit dem REM "Camebax" des LSRH durchgeführt. Dieses bietet die Möglichkeit der wellendispersiven Elementanalyse. Die Auflösungsgrenze des Gerätes liegt bei 10% relativ, was bedeutet, dass bei der Probe Fe 1Mn Konzentrationsunterschiede unterhalb $\pm 0,1\%$ nicht erkannt werden können. Die Proben wurden im Rohrofen austenitisiert und abgeschreckt. Anschliessend wurden sie geschliffen poliert und für das REM präpariert. Es wurden die Legierungen Fe 1Mn und Fe 5Mn untersucht. Sowohl die Linienanalyse, wie die genauere Punktanalyse verliefen beide negativ. Es wurden keine Mangananreicherungen entdeckt. Wenn also Mangananreicherungen an den γ -Korngrenzen vorhanden sind, liegen sie unter der Auflösungsgrenze des Gerätes.

4. DISKUSSION

4.1. Zusammenstellung und Auswertung der Resultate

In diesem Kapitel werden die wichtigsten Resultate zusammengefasst und unter anderen, für das SG wichtigen Gesichtspunkten neu geordnet. Ich möchte an dieser Stelle nochmals auf die besonderen Bedingungen hinweisen, welche für Proben gelten, die im PEEM beobachtet werden. Folgende wichtige Punkte müssen bei der Interpretation von PEEM-Versuchen berücksichtigt werden:

- Die beobachtete Legierung entspricht nicht der nominalen Zusammensetzung der Probe. Leicht bewegliche Legierungselemente, wie z.B. Kohlenstoff und Mangan, verflüchtigen sich an der Probenoberfläche.
- Die Temperaturverteilung in der Probe ist nicht vollständig homogen.
- Die beobachtete Umwandlungskinetik ist nicht unbedingt repräsentativ für das Probenvolumen.

4.1.1. Charakterisierung des SG

- Das SG erscheint in FeMn-Legierungen mit mindestens 0,3%Mn oder mit 0,1%C + 0,02%N bei zivilen Umwandlungszyklen.
- Das SG ist vorhanden in Stählen mit und ohne Mangan in Umwandlungszyklen vom Typ γ_1 -obere Zwischenstufe- γ_2 . Wird bei tieferen Temperaturen in die untere Zwischenstufe umgewandelt, zeigen die gleichen Legierungen kein SG mehr.
- In martensitischen Umwandlungszyklen ist das SG nur bei sehr kurzen Haltezeiten im Martensit vorhanden.
- Das SG kann auch im Umwandlungszyklus γ - δ Ferrit- γ nachgewiesen werden.
- Das SG ist nicht bloss ein Artefakt, der im PEEM auftritt. Bei der entsprechenden Wärmebehandlung kann das SG auch bei Atmosphärendruck im ganzen Volumen nachgewiesen werden.
- Das SG wird, im Rahmen der durchgeführten Versuche, nicht beeinflusst von Wärmebehandlungsparametern wie
 - Austenitisierungstemperaturen und -zeiten
 - Abkühl- und Aufheizgeschwindigkeiten
 - Austenitkorngrösse (beeinflusst aber die Qualität des SG)
- Eine Verformung der Probe von weniger als 20% hat keinen Einfluss auf das SG.

Es hat sich im Verlauf dieser Arbeit gezeigt, dass das SG nicht ausschliesslich an zivile Umwandlungen gebunden ist. Auch militärische Transformationen können

von einem SG begleitet sein. Dabei müssen jedoch zwei Punkte hervorgehoben werden:

- Der obere Bainit zeigt SG, der untere Bainit nicht.
- Für das SG im oberen Bainit braucht der Stahl kein Mangan zu enthalten.

Es könnte nun der Verdacht aufkommen, dass es sich beim SG in militärischen Transformationen nur um eine Hin- und Herbewegung der Phasengrenze handelt, analog dem FG und dem MM. Dem ist aber nicht so. Als Beispiel möchte ich Figur 15 anführen, die deutlich zeigt, wie die Bainitbildung vor sich geht (Pfeile A in Figur 15b,c), und dass die Rückumwandlung dieses Bainits überhaupt keine Ähnlichkeit mit der Bildung desselben hat. (Pfeile B in Figur 15e,f).

Ein weiterer Unterschied zwischen FG und MM einerseits und SG andererseits ist das Verhalten der Austenitkorngrenzen. Beim FG und MM treffen die Phasengrenzen der Umwandlung $\alpha'-\gamma$ immer auf die alten γ -Korngrenzen, da es sich nur um eine Rückbildung des Martensits handelt, die im Korninneren vor sich geht. Das Erkennen der γ -Korngrenzen ist beim SG jedoch nicht selbstverständlich. Wie in Figur 18c,d gezeigt wird, kann im Martensit durchaus an den ehemaligen Korngrenzen eine Bildung von neuen, kleinen γ -Körnern stattfinden. Ebenso ist es in bainitischen Umwandlungszyklen möglich, dass bei der Rücktransformation die alten Austenitkorngrenzen nicht oder nur teilweise erkannt werden (Figur 16a,b). Ob das SG in militärischen bzw. bainitischen Transformationszyklen auftritt oder nicht, hängt also auch - wie es für die zivilen Transformationen gefunden wurde - von der Wärmebehandlung im Martensit bzw. Bainit ab. In zivilen Umwandlungen ist jedoch die Anwesenheit von Mangan (oder $0,1C+0,02N$) absolute Bedingung, währenddem in militärischen und pseudomilitärischen Umwandlungen Mangan nicht erforderlich ist.

Es stellt sich nun sofort die Frage, ob das Mangan den Charakter der Transformation Austenit-Ferrit beeinflusst und so das SG ermöglicht. Folgende Beobachtungen sprechen für einen militärischen Charakter der Umwandlung:

Die Phasengrenzenform bei den Umwandlungen $\gamma-\alpha$ scheinen häufig von der kristallographischen Orientierung des Austenits abhängig zu sein. Sie sind durch gerade Strecken und Knicke charakterisiert, wie es die Pfeile C in Figur 1b,c,l,q anzeigen. Es kann auch vorkommen, dass ein Ferritkorn, das an einer γ -Korngrenze gebildet wurde, bevorzugt in eines der beiden Austenitkörner wächst (Figur 1k,l,q, Pfeile O). Auch die Phasengrenze der Umwandlung $\alpha-\gamma$ zeigt manchmal Formen, die eindeutig von den verschiedenen Orientierungen der α -Körner abhängig sind. Figur 1e,f,g (Pfeile E) zeigt deutlich, wie ein γ -Korn mit unterschiedlicher Morphologie in zwei verschiedenen α -Körner hineinwächst. Eine weitere Beobachtung, die, verbunden mit einer Oberflächenverformung, für einen militärischen Charakter der Umwandlungszyklen $\gamma-\alpha-\gamma$ sprechen würde, ist die sprungweise Bewegung der Phasengrenze.

Gegen einen militärischen Charakter der Umwandlung γ - α sprechen folgende Beobachtungen:

Die sprungweise Bewegung der Phasengrenze führt im allgemeinen nicht zu einem Oberflächenrelief, wie etwa die Bainitbildung. Nur vereinzelt hinterlässt die schrittweise Bewegung der Phasengrenze auf der Oberfläche des Ferrits sichtbare Spuren (Figur 1c,d,k, Pfeile F). Dabei glaube ich, dass es sich bei dem Oberflächenrelief nicht um die Folgen eines Schervorgangs, sondern um die thermische Aetzung der Phasengrenze während ihrem Stillstand handelt (Figur 1g, Pfeil G). Die Argumente gegen den militärischen Charakter der beobachteten Umwandlungen überwiegen. Dennoch kann ein Orientierungszusammenhang zwischen Austenit und Ferrit und teilweise semikohärente oder kohärente Phasengrenzen nicht ausgeschlossen werden. Diese Charakteristiken der Transformationen γ - α - γ sind möglicherweise eine notwendige Voraussetzung für das SG, nie aber dessen Ursache. Sowohl eckige Phasengrenzen, wie auch ein leichtes Oberflächenrelief findet sich auch in Figur 1ob (Pfeile B), obwohl die Legierung Fe 7Ni kein SG aufweist.

Könnte die Umwandlung γ - α vom massiven Typ sein und so wegen dessen Eigenschaften (keine Diffusion, gleiche Zusammensetzung von γ und α) das SG hervorrufen? Die massive Umwandlung wurde in der Literatur (42)(43)(44)(45) in manganarmen FeMn-Legierungen nachgewiesen. Dies ist auch der Fall für FeNi-Legierungen, die aber kein SG aufweisen. Zudem wurde im Verlaufe dieser Arbeit im PEEM nur sehr selten Anteile von massivem Ferrit beobachtet (Kapitel 3.3.3.) und auch die Struktur einer FeMn-Legierung zeigte nach dem Wasserabschrecken nicht die typische Morphologie des massiven Ferrits. Aus diesen Gründen muss der massive Umwandlungstyp als Ursache für das SG ausgeschlossen werden. Es kann also gesagt werden, dass das SG in allen drei beobachteten Umwandlungstypen - zivilen (incl. massiven), bainitischen und martensitischen - vorkommen kann, wobei es in zivilen Umwandlungen γ - α am stabilsten zu sein scheint.

Ein wichtiger Punkt bei der Untersuchung des SG ist der Moment der Implantation des SG. Die Unabhängigkeit des SG von der Wärmebehandlung im Austenit weist darauf hin, dass das SG eine Eigenschaft des Materials ist, dh. das SG-Verhalten ist gegeben durch die Zusammensetzung des untersuchten Stahls und muss nicht zuerst durch eine spezielle Wärmebehandlung vorbereitet werden. Dies bedeutet auch, dass die Austenitkorngrenzen sofort bei ihrer Entstehung oder aber erst bei der Transformation Austenit-Ferrit markiert werden. Anhand der durchgeführten Versuche kann über die Art und Weise der Korngrenzenmarkierung nichts ausgesagt werden.

Das SG wird nicht zerstört durch eine Verformung der Probe bei Raumtemperatur. Dabei werden sicher neue Versetzungen gebildet, die bei der Rücktransformation

eigentlich die Keimbildung begünstigen sollten. Wegen des schlechten Kontrastes bei tiefen Temperaturen und der mangelhaften Bildqualität, hervorgerufen durch das starke Oberflächenrelief der verformten Probe, können die Vorgänge bis zur Transformation α - γ im PEEM nicht befriedigend beobachtet werden. Die Tatsache, dass das SG auch nach einer 20%-igen Verformung bei Raumtemperatur erhalten bleibt, lässt vermuten, dass eine Vervielfachung der Keimbildungsmöglichkeiten das SG nicht beeinflusst. Allerdings muss die Orientierung der wachsenden γ -Körner derjenigen des ehemaligen Austenits entsprechen.

4.1.2. Zerstörung des SG

Im Gegensatz zum Formgedächtnis kann das SG mit einer Wärmebehandlung zerstört werden. Dies ist durch folgende Behandlungen möglich:

- Die kritische Temperatur im Ferrit wird unterschritten. Dabei hängt die kritische Temperatur von der Dauer des Haltens im Ferrit ab.
- Der Legierung wird eine grosse Menge von Drittelementen zugegeben: vorwiegend Ferritstabilisatoren, aber z.B. auch $\alpha, 7\%C$.

Im Verlauf dieser Arbeit stellte sich heraus, dass das SG auf zwei Arten zerstört werden kann, welche die beiden wichtigen Bedingungen für das SG (Korn-grenzenmarkierung und gleiche Orientierung von γ_1 und γ_2) auslöschen:

- Die neue γ_2 -Struktur wird ungenau an den Korngrenzen, dh. die Orientierung der Körner entspricht derjenigen der ursprünglichen Austenitstruktur, die Begrenzung der Körner ist jedoch anders.
- An bevorzugten Stellen, z.B. ehemalige Korngrenzen, bilden sich neue, kleine γ_2 -Körner, die zur Kornfeinung und somit zur vollständigen Zerstörung des SG führen.

Wie schon im vorhergehenden Kapitel erwähnt, ist das Erkennen der Austenit-korngrenzen für das Auftreten des SG unerlässlich. Einige der untersuchten . . . Legierungen zeichnen sich durch ein sehr feines Austenitkorn aus. Das vor dem SG-Zyklus durchgeführte Kornwachstum bringt eine sehr starke Vergrösserung der Austenitkörner mit sich. Demzufolge ist auch die Kornfeinung, die mit der Zer-störung des SG verbunden ist, deutlich bemerkbar. Es wurde nun häufig beobachtet, dass nicht nur α -Korngrenzen und Karbide als bevorzugte Stellen für die Keimbildung des Austenits funktionieren, sondern auch die ehemaligen (unsichtbaren) γ -Korngrenzen (Figur 2ob,d). Die Keimbildungsarbeit scheint also an den ehemaligen γ -Korngrenzen (in einer ferritischen Matrix) herabgesetzt zu sein, was bedeutet, dass die ehemaligen γ -Korngrenzen im Ferrit irgendwie gekennzeichnet sein müssen. Dabei handelt es sich nicht um Restaustenitzellen, da die Orientierung dieser neuen Körner verschieden ist von derjenigen des vorhergehenden Austenits.

Die zweite Art der SG-Zerstörung wurde in manganarmen Legierungen gefunden. Es handelt sich dabei um ein lückenhaftes Erkennen der γ -Korngrenzen (Figur 19a,b und Figur 16b). Ein ähnlicher Effekt wurde auch in Kapitel 3.3.2.2. beschrieben: Es hat sich gezeigt, dass die Korngrenzen besser erkannt werden, wenn vor dem SG-Zyklus ein Kornwachstum durchgeführt wird. Ob die γ -Korngrenzen erkannt werden oder nicht, dh. die Qualität des SG, hängt offenbar auch vom Verhältnis Fläche der Korngrenzen/Probenvolumen ab: Je kleiner der erwähnte Quotient, desto besser die Qualität des SG. Eine Anreicherung von Mangan an den Korngrenzen wurde nicht festgestellt (Kapitel 3.3.5.3.). Dennoch könnte die Verteilung des Mangans, oder einer in Verbindung mit dem Mangan auftretenden Verunreinigung, zwischen Korngrenzen und Matrix von ausschlaggebender Bedeutung sein: Je grösser die vorhandene Mangankonzentration im Verhältnis zur gesamten Austenitkorngrenzenfläche ist, desto besser werden die Austenitkorngrenzen erkannt.

Eine weitere Möglichkeit, wie die γ -Korngrenzen erkannt werden könnten, ohne dass eine Anreicherung von Mangan oder eines anderen Elementes an den Korngrenzen stattfinden muss, soll hier noch erwähnt werden. Beobachtungen im PEEM weisen darauf hin, dass auch bei der Rücktransformation $\alpha \rightarrow \gamma$ mit SG die Orientierung des Ferrits bzw. der Orientierungszusammenhang zwischen γ und α eine wichtige Rolle spielt (Pfeile E in Figur 1e,f,g). Es kann also nicht ganz ausgeschlossen werden, dass aus einer beliebigen α -Orientierung bevorzugt die ehemalige γ -Orientierung wieder entsteht. Ähnliches wird auch bei der Umwandlung $\gamma \rightarrow \alpha$ beobachtet, wenn ein α -Korn bevorzugt in eines der zwei angrenzenden γ -Körner wächst (z.B. Pfeile O in Figur 1k,l,q). Diese "Orientierungsbevorzugung" könnte nun dazu führen, dass beim Erreichen der alten Korn- und Zwillingsgrenzen wieder eine Korngrenze gebildet wird, indem die γ -Orientierung jenseits der ehemaligen γ -Korngrenzen, dh. im Gebiet des Nachbarkornes, der Orientierung eben dieses γ -Kornes angepasst wird. So könnte die Form der alten γ -Körner wieder hergestellt werden, nur indem immer die richtigen Orientierungen wieder gebildet werden. Ein Beispiel zeigt Figur 1f,g,h, Pfeile H. Die andere Möglichkeit ist die, dass die Phasengrenze α/γ still steht, sobald sie in ein Gebiet vorstossen müsste, in dem vorher eine andere Orientierung vorhanden war (z.B. Pfeile B in Figur 1h,o). Die Ursache dieses Verhaltens müsste dann in einem Einfluss des Mangans gesucht werden, der eine gewisse Orientierungsabhängigkeit zwischen Austenit und Ferrit hervorruft, ähnlich demjenigen, der schon in Kapitel 4.1.1. besprochen wurde.

Die Versuche dieser Arbeit haben gezeigt, dass die Orientierung und die Grösse der γ_2 -Körner nach dem Unterschreiten der kritischen Temperatur verschieden sind

von denjenigen der ursprünglichen γ_1 -Körner. Wird die kritische Temperatur im Ferrit nicht unterschritten, bilden sich keine neuorientierten Keime während der Rücktransformation (die im gleichen Temperaturbereich stattfindet, wie bei zerstörtem SG), sondern es werden Keime von gleicher Orientierung wie diejenige des ursprünglichen Austenitkornes erzeugt. Zudem wachsen die γ -Körner in diesem Falle über Distanzen, die dem Vielfachen des entsprechenden γ -Korndurchmessers bei zerstörtem SG entsprechen können. Für das SG bedeutet dies einerseits, dass die orientierte Keimbildung gegenüber der Bildung neu orientierter Keime bevorzugt ist, und andererseits, dass die Energie, welche aufgewendet werden muss um die Phasengrenze α/γ zu bewegen, geringer ist als die Energie, welche für die Bildung neu orientierter Keime benötigt würde.

Es ist in diesem Zusammenhang interessant festzustellen, dass bei einer teilweisen Zerstörung des SG mittels neuer Keimbildung die Korngrenzenmarkierung nicht gleichzeitig mit dem Auftreten der neuen Keimbildung ausgelöscht wird. Wie Figur 2od,e zeigt, kann ein leichtes Kornwachstum im Austenit dazu führen, dass die neuen γ_2 -Körner verschwinden und die alten Austenitkorngrenzen wiedererkannt werden. Dies gilt allerdings nur, wenn die ursprünglich orientierten γ -Körner noch teilweise erkennbar sind, da diese beim Kornwachstum auf Kosten der neuen, kleinen γ -Körner wachsen. Die Austenitkorngrenzen scheinen auch noch erkannt zu werden, wenn sie in den kleinen γ -Körnern drin liegen (Figur 2od, Pfeile). Natürlich stellt sich nun die Frage, ob die beobachtete Oberfläche repräsentativ ist für das ganze Volumen. Es ist nicht auszuschliessen, dass sich die kleinen γ -Körner bevorzugt an der Probenoberfläche bilden und demzufolge im Volumen von den grossen γ -Körnern umgeben sind, die beim Kornwachstum die kleinen Körner einfach in sich aufnehmen. Mit den vorhandenen Legierungen konnte diese Frage nicht geklärt werden, da z.B. die Legierung Fe 0,7C 1Mn 0,5V beim Abschrecken im PEEM keinen sichtbaren Martensit bildet.

4.1.3. Stabilität und Qualität des SG

Das SG kann stabilisiert werden durch:

- Zugabe von kleinen Mengen γ -gener Legierungselemente
- Zugabe von Mangan.

Die Qualität des SG kann verbessert werden durch:

- Zugabe von Mangan (bei Proben mit weniger als 1%Mn)
- häufige Umwandlungszyklen
- kleine Korngrenzenfläche im Verhältnis zum Probenvolumen, d.h. grosse γ_1 -Körner.

Die Stabilität des SG wird nur durch die Auswahl der Legierungselemente bestimmt. Währendem γ -gene Elemente die Stabilität des SG, vorwiegend bei niedrigen Konzentrationen, stark erhöhen können, erniedrigen α -gene Elemente die Stabilität, was soweit führen kann, dass gar kein SG mehr auftritt. Es ist jedoch bemerkenswert, dass die Stabilität nicht in gleichem Mass zunimmt, wie der Gehalt an γ -genen Legierungselementen gesteigert wird. Die Sonderstellung des Mangans zeigt sich also auch hier: Nicht nur ist das Mangan wahrscheinlich der einzige Urheber des SG (ev. auch Stickstoff), sondern es stabilisiert das SG auch desto stärker, je höher seine Konzentration im untersuchten Material ist (Figur 11). Es kann aber gesagt werden, dass es nicht die Eigenschaften des Mangans als Austenitstabilisator sind, welche das SG hervorrufen.

Das Verhalten des Kohlenstoffs entspricht nicht demjenigen anderer Austenitstabilisatoren. Es scheint, dass bei Stählen mit Gehalten von 0,7% C und mehr die Keimbildung bei der Rücktransformation erleichtert ist, und so die Kornfeinung, welche zur Zerstörung des SG führt, nicht verhindert werden kann.

Die Qualitätsverbesserung bzw. -verminderung des SG hängt direkt mit dem Erkennen der alten Austenitkorgrenzen durch die wachsenden neuen Austenits zusammen. Es führen demzufolge alle Behandlungen, welche die Korgrenzen deutlich markieren, zu einer Qualitätsverbesserung des SG. Die Untersuchung der Legierungen Fe 1Mn 0,5Sb und Fe 6Ni 0,5Sb hat gezeigt, dass die Anreicherung eines oder mehrerer Elemente an den γ -Korgrenzen nicht im Ferrit geschieht, wie es z.B. im "temper embrittlement" der Fall ist, sondern dass dies, wie in Kapitel 3.3.2. beschrieben, im Austenit erfolgen muss.

4.1.4. Das SG als Volumenphänomen

Die Resultate der Kapitel 3.3.4.3., 3.3.4.4. und 3.3.5.1. zeigen deutlich, dass das SG ein Vorgang ist, der nicht an die Probenoberfläche im PEEM gebunden ist:

- Im PEEM können während der Behandlung im Ferrit mittels einer Ionenkanone $1\mu\text{m}$ von der Oberfläche abgetragen werden, ohne dass das SG zerstört wird.
- Proben, die das SG bis Raumtemperatur aufweisen, können auf der Diamantscheibe poliert werden, ohne dass das SG beeinträchtigt wird. Das SG dringt bis in Tiefen von mindestens $4\mu\text{m}$ ins Probenvolumen ein.
- Bei Wärmebehandlungen in einem Dreizonen-Rohrofen kann die Kornfeinung bei praktisch vollständiger Umwandlung γ - α erfolgreich verhindert werden.

Das SG ist also ein Volumenphänomen.

Währendem die ersten beiden Punkte deutlich zeigen, dass das SG nicht nur an die äusserste Oberflächenschicht im PEEM gebunden ist, sind die Resultate der

der Wärmebehandlung im Rohrofen weniger eindeutig. Dies rührt daher, dass einerseits die Bestimmung, ob das SG vorhanden ist oder nicht, indirekt geschehen ist (nämlich mittels der nach dem Abschrecken vorhandenen Martensitnadellänge), und dass andererseits auf den Verlauf der Umwandlung $\gamma \rightarrow \alpha$ nur aus vergleichenden Versuchen (Abschrecken der Proben aus dem Ferrit, anstatt sie wieder in den Austenit aufzuheizen) geschlossen werden kann. Es hat sich nun gezeigt, dass das SG im Volumen (bei der verwendeten Legierung Fe 0,3C 1Mn) eventuell schon kurz vor oder beim Ende der Transformation teilweise zerstört wird. Es wirkt sich hier also besonders störend aus, dass nicht an ein- und derselben Probe die Umwandlung $\gamma \rightarrow \alpha$ überwacht und das Vorhandensein des SG überprüft werden kann. Dennoch muss festgehalten werden, dass die Beobachtungen im PEEM bezüglich der prinzipiellen Aspekte des SG mit den Resultaten der Versuche im Rohrofen übereinstimmen: Es gibt Wärmebehandlungen im Temperaturbereich der Umwandlung $\gamma \rightarrow \alpha$ oder darunter, welche es erlauben, das SG entweder vollständig zu erhalten oder ganz zu zerstören. Ebenso ist es mit beiden Methoden möglich, das SG nur teilweise zu zerstören. Ein wichtiger Unterschied zwischen dem Rohrofen und dem PEEM besteht allerdings in den Wärmebehandlungen, welche sich nicht genau entsprechen. Man kann also nicht ohne weiteres von einer Behandlung auf die andere schliessen. Genauere Temperaturmessungen im PEEM und eine direkte Überwachung der Umwandlung im Rohrofen könnten hier noch Details aufdecken, die im Rahmen dieser Arbeit nicht gefunden wurden.

4.2. Bedingungen für das SG

Aufgrund der im vorhergehenden Kapitel besprochenen Resultate können die Bedingungen für das Auftreten des SG folgendermassen zusammengefasst werden:

- Bei einem Umwandlungszyklus mit SG muss die Rücktransformation eingeleitet werden entweder durch eine gerichtete Keimbildung oder durch Zellen von Restaustenit, an welchen das gerichtete Wachstum beginnt.
- Die Energie, welche für die Bewegung der Phasengrenze α/γ aufgewendet wird, muss kleiner sein als diejenige Energie, welche für eine neue Keimbildung benötigt würde.
- Die Austenitkorn Grenzen müssen im Ferrit markiert bleiben. Sie werden von der wachsenden Phasengrenze erkannt und respektiert.
- Durch bestimmte Wärmebehandlungen im Ferrit können eine oder mehrere der oben genannten Bedingungen ausgelöscht werden, womit das SG teilweise oder ganz zerstört wird.
- Das SG ist eine Eigenschaft von Stählen, die mehr als 0,3%Mn (oder 0,1C+0,02N) enthalten, oder eine martensitische Umwandlung ermöglichen. Eine Implantation des SG mittels einer speziellen Wärmebehandlung findet nicht statt.

4.3. Zukünftige Arbeiten

Die notwendigen zukünftigen Arbeiten, die zum Erfassen des Mechanismus des SG führen sollten, können in zwei Gruppen aufgeteilt werden:

- genaueres experimentelles Erfassen der bekannten Einflüsse auf das SG, wie sie in dieser Arbeit durchgeführt worden sind.
- Vertiefung der Kenntnisse über die wichtigsten Bedingungen für das SG.

Unter Punkt eins fallen Untersuchungen mit dem PEEM, das mit einem Infrarot-temperaturmessgerät ausgerüstet werden wird. Dies ermöglicht eine Genauigkeit der Temperaturmessung von $\pm 2\%$ direkt an der beobachteten Stelle. Dadurch können Einflüsse von Wärmebehandlungen auf die kritische Temperatur bestimmt werden, die im Rahmen dieser Arbeit nicht erfasst wurden. Aber auch die Bainit- und Martensitbildung erfordert noch eine weitere und genauere Untersuchung, vor allem im Hinblick auf das unterschiedliche SG-Verhalten von oberem und unterem Bainit.

Zur Untersuchung des SG als Volumenphänomen müssen ebenfalls noch genauere Versuche durchgeführt werden, speziell im Hinblick auf den Umwandlungsablauf im kritischen Bereich von 660°C . Ideal wäre die Durchführung dieser Versuche in einem berührungslosen (Laser-) Dilatometer, da so die Probe leicht abgeschreckt werden könnte. Der grosse Vorteil der Ueberwachung des Umwandlungszyklus mit einem Dilatometer liegt darin, dass das Ende der isothermen Umwandlung genau festgelegt werden kann. Für diese Versuche drängen sich höher legierte Materialien (z.B. mit 3-4%Mn) auf, in denen das SG stabiler ist und somit die Durchführung der Wärmebehandlungen vereinfacht wird.

Eine interessante Fortsetzung drängt sich auch auf bei den Versuchen, bei denen das SG bis Raumtemperatur beibehalten werden kann. Die Dicke der entfernten Oberflächenschicht kann noch verstärkt werden. Möglicherweise können so noch weitere Hinweise auf die Eindringtiefe des SG erhalten werden. Limitiert sind diese Versuche allerdings durch die γ -Korngrösse, da beim Abtragen von Dicken, die grösser sind als der Korndurchmesser, das SG nicht mehr erkannt werden kann.

In der zweiten Gruppe der Untersuchungen sind es vor allem die Korngrenzen, die genauer auf Ausscheidungen oder eventuelle besondere Strukturen hin untersucht werden müssen. Da dies nicht im PEEM durchgeführt werden kann, sollten die Versuche in einem Transmissions-Elektronen-Mikroskop (TEM) oder , zur Analyse

eventueller Ausscheidungen, in einem Scanning-Transmissions-Elektronen-Mikroskop (STEM) durchgeführt werden. Zwar ist das Heizen der Probe im TEM mit besonderen Schwierigkeiten verbunden, dennoch würden Versuche bei hohen Temperaturen, dh. die Beobachtung der Umwandlung in situ, die eindeutigsten Resultate liefern. Eine weitere Möglichkeit zur Untersuchung der Austenitkorngrenzen liegt in der Analyse interkristalliner Bruchflächen, welche nach der Austenitisierung produziert werden. Die Analyse der Spurenelemente und des Mangans mittels Auger-Elektronen-Spektroskopie könnte Hinweise auf eventuelle Anreicherungen an den Austenitkorngrenzen bringen, die während der Austenitisierung gebildet werden.

Es dürfte interessant sein, das Verhalten von stickstoffhaltigen Stählen weiter zu verfolgen. Es müssen dabei Legierungen verwendet werden, die mehr als 0,02%N und auch andere Elemente, die das SG stabilisieren, enthalten. Ein weiteres Phänomen, das in dieser Arbeit gezeigt wurde ist die Verformung der Probe unterhalb der Rekristallisationstemperatur, ohne dass dabei das SG zerstört wird. Mit speziell ausgewählten Legierungen, wie z.B. Fe 10-12%Mn, ist es eventuell möglich, die Vorgänge während des ganzen Zyklus genau zu verfolgen. Insbesondere stellt sich die Frage, ob die kohärenten Austenitwillingsgrenzen wirklich während der Verformung im Ferrit (ohne Anteile von Martensit) verbogen werden.

5. ZUSAMMENFASSUNG

In einem Photo-Emissions-Elektronen-Mikroskop (PEEM), ausgerüstet mit einem Zugpräparathalter, wurde das Struktur-Gedächtnis (SG) in Stählen bei der Austenit-dekomposition in situ beobachtet. Der Einfluss verschiedener Behandlungen, wie Konzentration der Legierungselemente, Wärmebehandlungen im Austenit und Ferrit und Verformung der Proben, auf das SG wurde untersucht. In einem Dreizonen-Rohrofen wurden Parallelversuche zum PEEM bei Atmosphärendruck durchgeführt.

Das SG ist grundsätzlich in zivilen Umwandlungen mit inkohärenten (eventuell auch teilkohärenten) Phasengrenzen und in militärischen Umwandlungen mit kohärenten Phasengrenzen möglich. In zivilen Umwandlungen ist die Anwesenheit von mindestens 0,3%Mn Bedingung für das Auftreten des SG. Es muss eine Markierung der Austenitkorgrenzen im Ferrit vorhanden sein, welche durch die wachsende Phasengrenze α/γ erkannt und respektiert wird.

Für jede SG-Legierung gibt es eine kritische Temperatur im Ferrit, unterhalb derjenigen das SG zerstört wird. Sie hängt von der Zusammensetzung der Legierung und der Haltezeit im Ferrit ab. Die Zerstörung erfolgt entweder durch eine neue Keimbildung oder dadurch, dass die ehemaligen γ -Korgrenzen schlecht erkannt werden. Verformungen der Probe bis zu 20% während den Umwandlungszyklen haben keinen Einfluss auf das SG.

Das SG ist ein Volumenphänomen, da die übliche Kornverfeinerung während einem Umwandlungszyklus γ - α - γ im Rohrofen erfolgreich verhindert werden kann.

Bei der Beobachtung von Materialien mit Legierungskomponenten verschiedener Beweglichkeit muss damit gerechnet werden, dass die im PEEM sichtbare Oberfläche nicht der Nominalzusammensetzung der Legierung entspricht. Die im PEEM beobachtete Umwandlungskinetik entspricht nicht unbedingt derjenigen des Volumens.

6. LITERATUR

- (1) G.W. Form und I.F. Wallace, Foundry (1962), 66
- (2) H.I. Wagner und C.M. Jackson, Material Engineering (1969), 28
- (3) C.J. Middleton und G.W. Form, Met. Sci. 9 (1975), 521
- (4) E. Brüche und W. Knecht, Z. techn. Physik 16 (1935), 95
- (5) W.G. Burgers und J.J.A. Ploos van Amstel, Physica IV 1 (1937), 15
- (6) R.D. Heidenreich, J. of Appl. Phys. 26 (1955), 879
- (7) M. Nemoto, Scand. J. Metallurgy 3 (1974), 81
- (8) S.S. Djačenko, Neue Hütte 22 (1977), 497
- (9) S.S. D'Yachenko, I.V. Doshchekina, A.M. Petrichenko, Steel in the USSR 1 (1971), 911
- (10) J.W. Christian, The Theory of Transformations in Metals and Alloys, Pergamon Press 1965
- (11) R.W.K. Honeycombe, Met. Trans. 7A (1976), 915
- (12) R.P. Zerwekh und C.M. Wayman, Acta Met. 13 (1965), 99
- (13) K.Mayer, Orientierungsänderungen bei der α - γ - α Umwandlung, Diss. Techn. Univ. Clausthal 1969
- (14) E. Eichen und J.W. Spretnak, Trans. ASM 51 (1959), 454
- (15) G.W. Form, Vorlesung Metallurgie Structurale II 1975/76
- (16) G.Krauss und A.R. Marder, Met. Trans. 2 (1971), 2343
- (17) O.N. Shackleton und P.M. Kelly, Physical Properties of Martensite and Bainite, Spec. Report 93, The Iron and Steel Inst. 1965, 126
- (18) W.S. Owen und E.A. Wilson, Physical Properties of Martensite and Bainite, Spec. Report 93, The Iron and Steel Inst. 1965, 53
- (19) T.A. Schroeder, I. Cornelis und C.M. Wayman, Met. Trans. 7A (1976), 535
- (20) H. Warlimont et al., J. Mat. Sci. 9 (1974), 1521
- (21) C.M. Wayman und K. Shimizu, Met. Sci. J. 6 (1972), 175
- (22) D.P. Dunne und C.M. Wayman, Met.Trans. 4 (1973), 137
- (23) D.P. Dunne und C.M. Wayman, Met. Trans. 4 (1973), 147
- (24) K. Dsuka und C.M. Wayman, Scripta Met. 9 (1975) Io17
- (25) H. Schumann, Kristall u. Technik 9 (1974), 33
- (26) H. Schumann, Kristall u. Technik 9 (1974), 281
- (27) M. Ahlers, Scripta Met. 9 (1975), 71
- (28) H.C. Tong und C.M. Wayman, Met. Trans. 6A (1975), 29
- (29) B. Cunningham und K.H.G. Ashbee, Acta Met. 25 (1977), 1315
- (30) S. Kajiwaru und W.S. Owen, Met.Trans. 5 (1974), 2047

- (31) M. Hansen, *Constitution of Binary Alloys*, McGraw Hill 1958
- (32) W. Hume-Rothery, *The Structures of Alloys of Iron*, Pergamon Press 1966
- (33) R.J. Weiss und K.J. Tauer, *J. Phys. Chem. Solids* 4 (1958), 135
- (34) *Metals Handbook* ASM, 8th Ed., Vol. 1 (1961), 57
- (35) P.L. Gruzin, B.M. Noskov und V.I. Shirokov, *Metals Data Center, National Bureau of Standards, Washington* 1954
- (36) K. Nohara und K. Hirano, *J. Jap. Inst. Metals* 37 (1973), 51
- (37) N.A. Razik, G.W. Lorimer und N. Ridley, *Acta Met.* 22 (1974), 1249
- (38) H.J. Aaronson und H.A. Domian, *Trans. Met. Soc. AIME* 236 (1966), 781
- (39) C.J. McMahon et al., *Acta Met.* 24 (1976), 695
- (40) A. Joshi, P.W. Palmberg und D.F. Stein, *Met. Trans.* 6A (1975), 2160
- (41) T. Inoue, K. Yamamoto und S. Sekiguchi, *Transact. ISIJ* 14 (1974), 372
- (42) J.D. Bolton und E.R. Petty, *Met.Sci.J.* 5 (1971), 166
- (43) A. Holden, J.D. Bolton und E.R. Petty, *J. Iron Steel Inst.* 209 (1971), 721
- (44) H. Schumann, *Archiv Eisenh.w.* 38 (1967), 647
- (45) H. Schuman, *Neue Hütte* 19 (1974), 166
- (46) W. Keller, *Stapelfehleruntersuchungen in kaltverformten krz und kfz Eisenlegierungen*, Diss. TH Aachen 1967
- (47) C.D. Desforges, W.E. Duckworth und T.F. Ryan, *Mn in Ferrous Metallurgy, Manganese Centre* 1976
- (48) L. Wegmann, *Photoemissions-Elektronenmikroskopie, Handbuch der zerstörungsfreien Materialprüfung* 1969, Oldenburg Verlag
- (49) G. Gindraux und G.W. Form, *Mém. Rev. Sci. Mét.* 67 (1970), 617
- (50) M. Schweizer und G.W. Form, *Metals and Materials* 4 (1970), 369
- (51) K. Theiss, *Untersuchungen über die Einsatzmöglichkeiten eines PEEM in der schweisstechnischen Forschung*, Diss. TH Aachen 1975

7. ANHANG

7.1. Photo-Emissions-Elektronen-Mikroskop, Anmerkungen zum Zugpräparathalter

7.1.1. Aufbau des Zugpräparathalters

Ausserlich unterscheidet sich der Zug-Präparat-Halter (ZPH) vom Standardpräparat-halter durch den seitlichen Anschluss der elektrischen Zuleitungen. Dies ist bedingt durch den vertikalen Aufbau von Motor, Spindelpresse und Kraftmessdose. Eine schematische Darstellung des ZPH gibt Figur 24. Der Elektromotor, dessen Drehzahl mittels einer Steuereinheit stufenlos regulierbar ist, dreht bei einer Leistung von 3 W mit maximal 6000 U/min. Das Getriebe verringert die Drehzahl der Achse im Verhältnis 3240 : 1. Die Rotation wird mittels einer Spindelpresse, welche direkt mit der Kraftmessdose verbunden ist, in eine vertikale Bewegung umgewandelt. Die von Vibrometer AG gelieferte Kraftmessdose ist auf 1t dimensioniert. Eine Sollbruchstelle im oberen Teil der Spindel schützt sie vor Ueberlastung. Ebenfalls auf der Höhe der Spindelpresse angebracht ist eine Messuhr, welche die vertikale Bewegung mit einer Genauigkeit von 1/100 mm anzeigt. Im Zugmechanismus (ZM) wird die aufgebrachte Kraft auf die Probe übertragen. Dabei drücken zwei auf einem Stahlstift montierte Rollen bei ihrer Abwärtsbewegung die drehbar gelagerten Zangen, auf denen die Probe montiert ist, auseinander (siehe Figur 7b).

Um die Temperaturen von über 2000°C zu erreichen, ist der ZPH mit einer Elektronenstossheizung ausgerüstet. Der Ofen ist zwischen den Zangen montiert. Seine Heizfläche beträgt 4x4 mm. Als Heizdraht dient ein 0,2 mm dicker Wolframdraht. Die Temperatur lässt sich nun mittels einer Beschleunigungsspannung zwischen Ofen und Probe von ungefähr 300°C (hängt von der Distanz Ofen-Probe ab) bis etwa 2000°C regeln.

7.1.2. Mechanische Möglichkeiten und Grenzen des ZPH

Die Konstruktion des ZM ist so ausgelegt, dass die Proben während der Beobachtung und bei jeder Temperatur verformt werden können. Die durchgeführten Versuche zeigten, dass bei der quantitativen Erfassung der Verformung Schwierigkeiten entstehen. Die Probendimension muss mit äusserster Genauigkeit hergestellt werden, wobei die Form der Probe dem jeweiligen Versuch angepasst werden muss. Besondere Vorsicht ist bei hohen Temperaturen geboten, da Temperaturgradienten zu unregelmässigen Verformungen führen.

Die vom Hersteller garantierte Kraft an den Zangen beträgt 2-2,5 kN. Der grösste Teil der vom Motor aufgebracht und, was noch wichtiger ist, von der mit der Kraftmessdose registrierten Kraft geht im ZM in Form von Reibung verloren. Entsprechend den Resultaten von K. Theiss (51) betragen die Verluste rund 50%. Da die Reibung im ZM von verschiedenen, nicht einfachen zu kontrollierenden Faktoren abhängt, z.B. Temperatur, aufgebrachte Kraft, Zustand der Rollen, ist die Kraftmessung sehr ungenau.

Die maximale Deformationsgeschwindigkeit beträgt 3,6 mm/min. Es ist eine konstruktiv bedingte Eigenart des ZM, dass die am Anfang gewählte Geschwindigkeit mit zunehmender Distanz der Zangen absinkt. Bei vollständiger Ausnützung der Zangenbewegung halbieren sich die Anfangsgeschwindigkeiten. Da der Deformationsvorgang aber von der geringen Tiefenschärfe des PEEM begrenzt wird, die ganze Länge also nicht ausgenützt werden kann, fällt dieser Nachteil nicht so sehr ins Gewicht.

7.1.3. Möglichkeiten und Grenzen der Wärmebehandlungen mit dem ZPH

Die Temperaturverteilung bei der Originalprobenform ist sehr schlecht. Zur Überprüfung der Temperaturverteilung wurden mehrere NiCr/Ni-Thermoelemente auf der Probe angepunktet und deren Temperaturverlauf beim Aufheizen verfolgt. Auf gleiche Weise wurde auch das interne Thermoelement geeicht und die Kaltlötstelle überprüft.

Das Diagramm in Figur 25 zeigt die Temperaturunterschiede in der Probenmitte und 2 mm daneben. Der maximale, gemessene Temperaturgradient in der Probenmitte beträgt $112^{\circ}\text{C}/2\text{mm}$ bei einer Probentemperatur von 1018°C . Diese Grössenordnungen stimmen mit den Angaben von K. Theiss (51) überein. Die Beobachtung von metallurgischen Vorgängen ist durch diesen starken Temperaturgradienten gestört. Vorteile bringt er allerdings in Form einer relativ hohen Abkühlungsgeschwindigkeit. Sie beträgt bei 700°C $90^{\circ}\text{C}/\text{sek}$. Zwei Gründe sind hauptsächlich für die schlechte Temperaturverteilung verantwortlich:

- Die schlechte Wärmeisolation zwischen Probe und Zangen
- Die direkte Bombardierung der Probenrückseite mit Elektronen.

Folgende Verbesserungen wurden an den Proben vorgenommen:

- An der Biegestelle (Figur 7a) wurden Einkerbungen gemacht, um den Wärmefluss zu bremsen.
- Auf der Probenrückseite wurde ein Tantalblech aufgepunktet, das die Elektronen abfängt. So wird die Probe selber nur noch durch die Wärmeübertragung an den Kontaktstellen erhitzt. Die Erwärmung ist homogener und die erwärmte Fläche ist etwa dreimal grösser.

Konstruktionen mit Glimmer oder zusätzlichen Blechen zur Probenbefestigung, sowie Versuche mit einem eigenen Ofen von 8 mm Seitenlänge, führten nicht zu befriedigenden Resultaten. Das Diagramm in Figur 26 zeigt die Aufzeichnung der Temperaturunterschiede mit der neuen Probenform. Der Temperaturgradient ist nicht völlig verschwunden, jedoch auf ein akzeptables Minimum von weniger als $10^{\circ}\text{C}/2\text{mm}$ gesunken. Natürlich wird von diesen Massnahmen auch die Abschreckgeschwindigkeit betroffen. Sie beträgt nun bei 700°C $30^{\circ}\text{C}/\text{sek}$.

Eine weitere Schwierigkeit bietet die Kaltlötstelle. Sie ist so nahe am erhitzten ZM angebracht, dass sie durch die Abstrahlung stark erwärmt wird. Der Temperaturverlauf der Kaltlötstelle bei einer Probentemperatur von 1000°C zeigt Figur 27. Diese Messung wurde mit einer verbesserten Probe gemacht. Bei normalen Proben wurden Temperaturen bis zu 120°C gemessen.

Während der Verformung bei hohen Temperaturen (800°C) können Temperaturschwankungen auftreten, welche bedingt sind durch die kreisförmige Bewegung der Zangen. Die Leistung der Heizung hängt stark von der Distanz Ofen-Probe ab. Bei entsprechend sorgfältiger Präparation und Montage der Probe werden diese Schwankungen jedoch auf wenige Grade reduziert.

Die Angabe des absoluten Messfehlers ist schwierig, da sehr viele Einflussfaktoren z.B. der Temperaturgradient in der Probe, die Kaltlötstelle, deren Grösse nicht genau bekannt ist, berücksichtigt werden müssen. Zur Abklärung dieser Probleme wurden Vorversuche im PEEM (ohne Hochspannung) durchgeführt, bei denen die Temperatur mittels Thermoelementen direkt an der beobachteten Stelle und an der Messstelle, an der das Arbeitsthermoelement auf der Probe angepunktet ist, gemessen wurde. Als Arbeitsthermoelement wird das Thermoelement (NiCr/Ni, $0,2\text{mm}$ \emptyset) bezeichnet, das im ZPH montiert ist und während der Beobachtung der Probe im PEEM für die Temperaturmessung verwendet wird.

Aus den zahlreichen Versuchen ging hervor, dass die Temperatur der Messpunkte nie mehr als 5% und die Temperatur des Arbeitsthermoelements, mit allen notwendigen Korrekturen, nie mehr als 10% von den tatsächlichen, an der Beobachtungsstelle gemessenen Temperaturen abweichen. Bei den Untersuchungen wurde dennoch darauf geachtet, einen festen Bezugspunkt, z.B. die erste Rötung der Probe, zur Kontrolle miteinzubeziehen. So konnten Versuche mit schlechten Bedingungen gleich zu Beginn erkannt und unterbrochen werden.

7.2. Tabellen

Tabelle 1. Zusammenstellung der untersuchten Legierungen.

Bezeichnung	Legierung, Gewichts%	Bezeichnung	Legierung, Gewichts%
1	Fe 0,1Mn ¹⁾	20	Fe 0,1C 1Mn 0,02N
2	Fe 0,3Mn ¹⁾	21	Fe 1Mn 2,6Nb
3	Fe 0,5Mn	22	Fe 1Mn 0,5Sb
4	Fe 1Mn	23	Fe 1Mn 0,5V
5	Fe 5Mn	24	Fe 0,7C 1Mn 0,5V
6	Fe 8Mn	25	Fe 3Ni 1Al
7	Fe 12Mn	26	Fe 3Co
8	Fe 18Mn	27	Fe 0,3C 3Ni
9	Fe 0,05C 1Mn	28	Fe 0,1C 0,02N
10	Fe 0,3C 1Mn	29	Fe 2,6Nb
11	Fe 0,5C 1Mn	30	Fe 6Ni 0,5Sb
12	Fe 0,7C 1Mn	31	Fe 7Ni
13	Fe 0,9C 1Mn	32	Fe 0,3C 8Mn 3Ni
14	Fe 1Mn 3Cr	33	Fe 0,3C 9Mn 5Ni
15	Fe 1Mn 6Cr	34	Fe 0,4C 0,3Si 3Ni 1Cr 0,2Mo
16	Fe 1Mn 10Cr	35	Fe 0,4C 0,7Mn 0,3Si 3Ni 1Cr 0,2Mo ²⁾
17	Fe 1Mn 3Ni		
18	Fe 1Mn 6Ni		
19	Fe 1Mn 10Ni		

¹⁾Diese Materialien wurden im gegossenen Zustand geliefert. Die Untersuchung erfolgte mit dem Standard-Präparathalter.

²⁾Dieses Material ist im Handel erhältlich als Stahl SAE 4340.

Tabelle 2. Spektralanalyse einiger ausgewählter Proben.

Elemente	Fe 0,1Mn	Fe 0,3Mn	Fe 0,5Mn	Fe 1Mn	Fe 5Mn	Fe 7Ni
Al	o	o	1	2	1	1
Cr	1	1	1	1	1	1
Cu	3	2	2	3	3	2
Mg	o	o	1	1	1	1
Si	o	o	o	o	1	o
Sn	1	1	1	1	1	1
Ti	o	o	o	o	o	1
V	1	1	1	1	1	1
SG	nein	ja	ja	ja	ja	nein

o = nicht detektiert; 1,2,3: Intensitäten der Spektrallinien, wobei 3 (zB. Cu) noch unter 1⁰/oo liegt.

Tabelle 3. Einfluss wichtiger Legierungselemente des Eisens auf das SG.

Legierungselement	Untersuchte Legierungen	SG
Al	Fe 3Ni 1Al	nein
C ^{*)}	Fe 0,5C / Fe 0,2C 10Cr	nein
Co	Fe 3Co	nein
Cr ^{*)}	Fe 10Cr / Fe 0,2C 12Cr	nein
Mn	Fe 0,3Mn / Fe 3Mn ^{*)} / Fe 18Mn	ja
Mo ^{*)}	Fe 0,2C 4Mo	nein
N	Fe 0,1C 0,02N	ja
Nb	Fe 2,6Nb	nein
Ni	Fe 1,5Ni ^{*)} / Fe 7Ni	nein
Sb	Fe 6Ni 0,5Sb	nein
Ti ^{*)}	Fe 0,2C 1,5Ti ^{*)}	nein
V ^{*)}	Fe 0,2C 1V ^{*)}	nein

^{*)} Von Middleton (3) ausgeführte Versuche

Tabelle 4. Einfluss von einigen Drittelementen X auf das SG-Verhalten von Fe 1Mn-Legierungen.

Legierungselement X	Legierung, Gewichts%	SG	$T_{krit.}^{1)}$ °C	$T_{krit.}^{Fe1MnX}$ - $T_{krit.}^{Fe1Mn}$ °C
C	Fe 0,05C 1Mn	ja	35	- 15
	Fe 0,3C 1Mn	ja	105	+ 55
	Fe 0,5C 1Mn	ja	65	+ 15
	Fe 0,7C 1Mn	ja ²⁾	5	- 45
	Fe 0,9C 1Mn	nein	0	- 50
C, N	Fe 0,1C 1Mn 0,02N	ja	110	+ 60
C, V	Fe 0,7C 1Mn 0,5V	ja	10	- 40
V	Fe 1Mn 0,5V	ja	45	- 5
Ni	Fe 1Mn 3Ni	ja	75	+ 25
	Fe 1Mn 6Ni	ja	55	+ 5
	Fe 1Mn 10Ni	ja	50	= 0
Cr	Fe 1Mn 3Cr	ja	65	+ 15
	Fe 1Mn 6Cr	ja ²⁾	5	- 45
	Fe 1Mn 10Cr	nein	0	- 50
Sb	Fe 1Mn 0,5Sb	ja	20	- 30
Nb	Fe 1Mn 2,6Nb	ja	- ³⁾	- ³⁾
ohne Drittelement	Fe 1Mn ⁴⁾	ja	50	0

1) Die kritische Temperatur $T_{krit.}$ ist hier dargestellt als Differenz zwischen der Umwandlungstemperatur $T_{\gamma\alpha}$ und der Temperatur im Ferrit bei derjenigen das SG zerstört wird. Die angegebene Temperatur ist das Mittel der Messungen mit SG und mit zerstörtem SG. Die Abweichungen betragen etwa $\pm 10^{\circ}\text{C}$.

2) SG nur bei unvollständiger Umwandlung vorhanden.

3) Die Legierung Fe 1Mn 2,6Nb liess sich im PEEM nur sehr schlecht beobachten, so dass keine genauen Angaben gemacht werden können.

4) Vergleichsbasis.

Tabelle 5. SG bei tiefen Temperaturen.

Legierung	T_{α} , °C	t_{α} , min	Umwandlung	Bemerkungen
Fe 12Mn	180	10	vollst.	SG vorhanden
	100	10	vollst.	SG zerstört
Fe 18Mn	RT	1440	unvollst.	SG vorhanden; Abnahme von $4\mu\text{m}$
	-196	5	-	SG vorhanden
Fe 0,3C 8Mn 3Ni	80	10	unvollst.	SG vorhanden
	RT	20	unvollst.	SG zerstört
Fe 0,3C 9Mn 5Ni	RT	1440	unvollst.	SG vorhanden; Abnahme von $4\mu\text{m}$
	-196	5	-	SG vorhanden

7.3. Figuren

Legende zu den Pfeilen:

	Kapitel / Seite
Fig. 1 Pfeil A	3.3.4.6./ 33
Pfeil B	3.3.4.6./ 34
	4.1.1. / 38
	4.1.2. / 41
Pfeil C	4.1.1. / 38
Pfeile D,E	4.1.1. / 38
	4.1.2. / 41
Pfeile F,G	4.1.1. / 39
Pfeil H	4.1.2. / 41
Fig. 9 Pfeile A,B	3.3.1.2./ 23
Pfeil C	3.3.3. / 29
Fig.10 Pfeil A	3.3.1.2./ 23
Pfeil 0	4.1.1. / 39
Fig.13 Pfeile	3.3.3.1./ 29
Fig.15 Pfeile A,B	4.1.1. / 38
Fig.16 Pfeile	3.3.3.2./ 30
	4.1.2. / 41
Fig.17 Pfeile A,B	3.3.3.2./ 30
Fig.19 Pfeile	3.3.4.5./ 33
	4.1.2. / 41
Fig.20 Pfeile	3.3.1.4./ 26
	4.1.2. / 40 + 42
Fig.22 Pfeile	3.3.3. / 29
	3.3.5.2./ 36

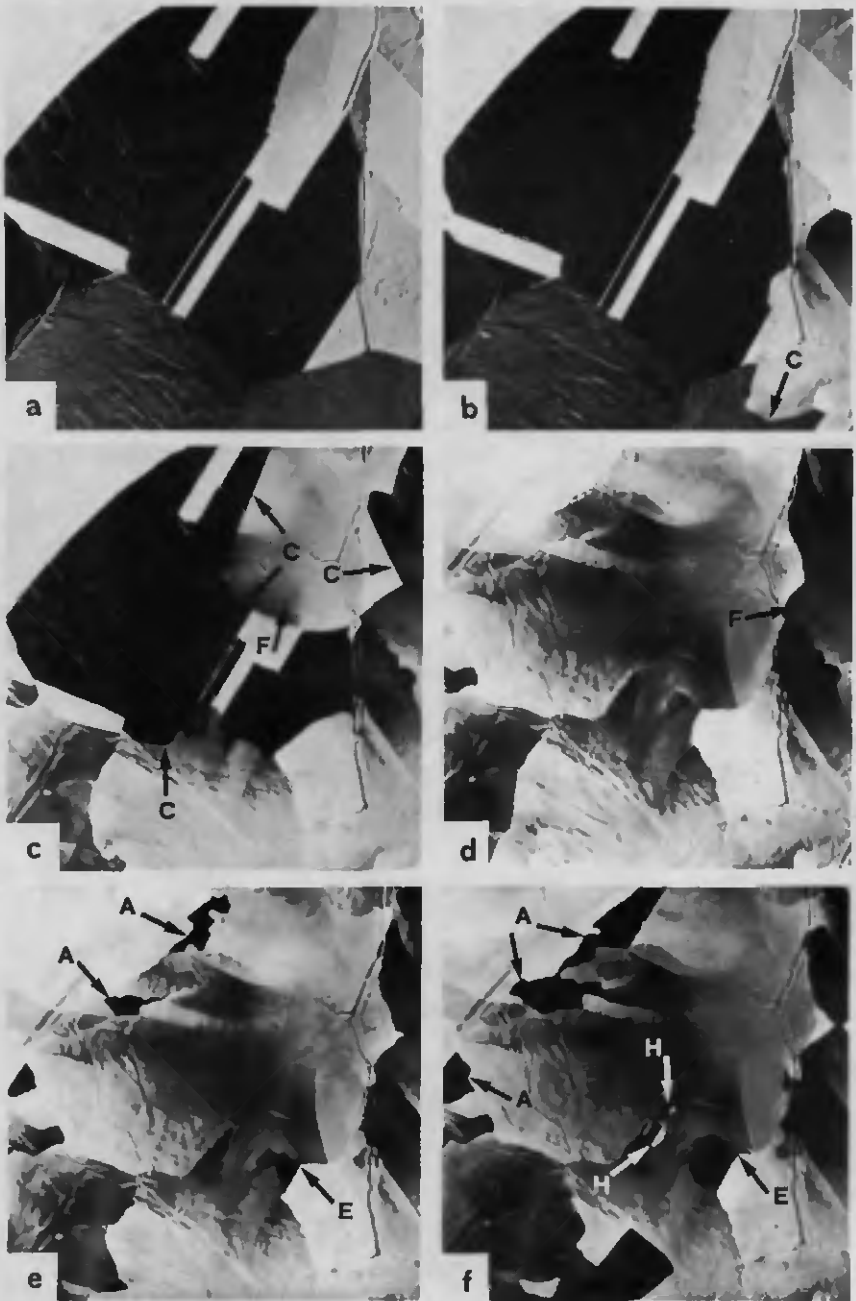


Fig.1 - Umwandlungszyklen γ - α - γ mit und ohne SG; Legierung Fe 0,3C 1Mn.
a) Austenit, 900°C; b,c) Umwandlung γ - α , 830°C; d) Ferrit, $T_a = 800^\circ\text{C} > T_{\text{krit.}}$;
e,f) Rücktransformation zu Austenit, 870°C;

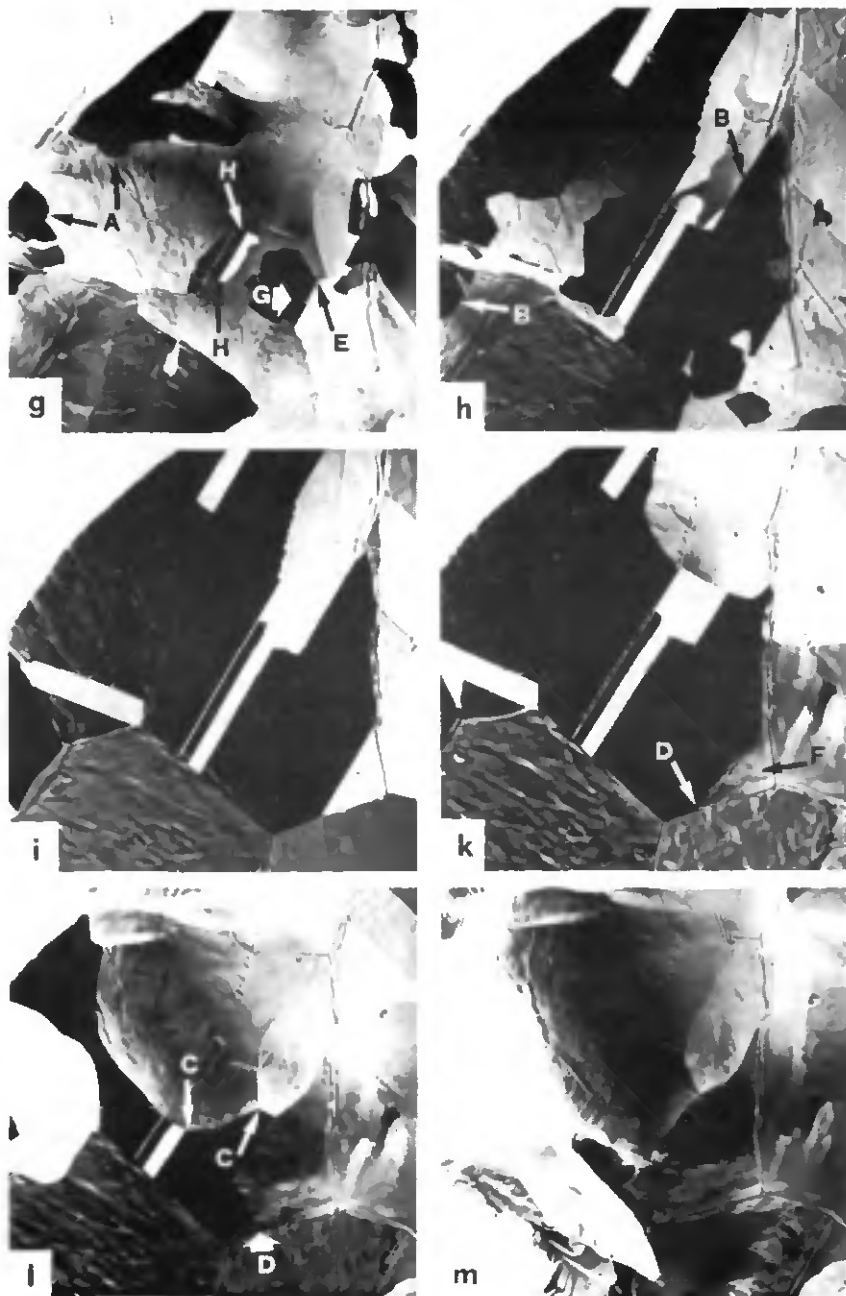


Fig.1 - Fortsetzung. g,h) Rücktransformation zu Austenit, 870°C ; i) Austenit, 900°C , SG vorhanden; k,l) Umwandlung γ - α , 830°C ; m) Ferrit, $T_{\alpha} = 760^{\circ}\text{C} > T_{\text{krit.}}$;

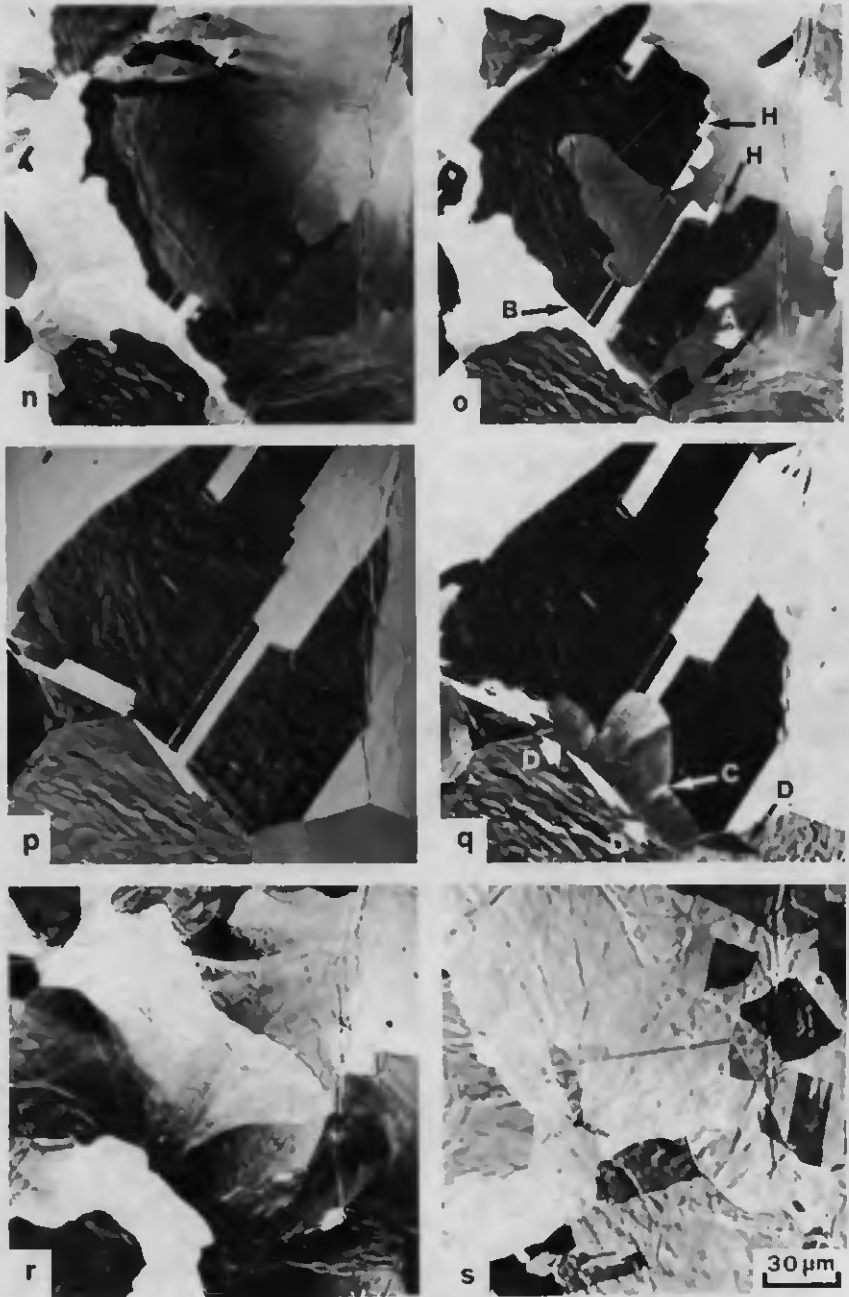


Fig.1 - Fortsetzung. n,o) Rücktransformation zu Austenit, 870°C; p) Austenit, 900°C, SG vorhanden; q) Umwandlung γ - α , 830°C; r) Ferrit, $T_a = 600^\circ\text{C} < T_{\text{krit.}}$; s) Neuer Austenit, 900°C, SG zerstört.

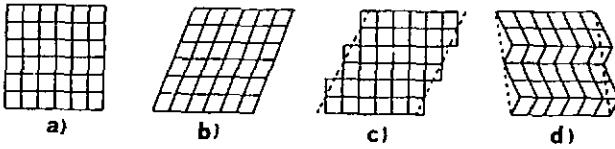


Fig.2 - Verschiedene Möglichkeiten der Verformungen, die in martensitischen Transformationen vorkommen, nach Christian (10). a) Unverformtes Gitter. b) Verformtes Gitter nach der Scherung. c) Innerplastische Verformung durch Versetzungen. d) Innere plastische Verformung durch Zwillingsbildung.

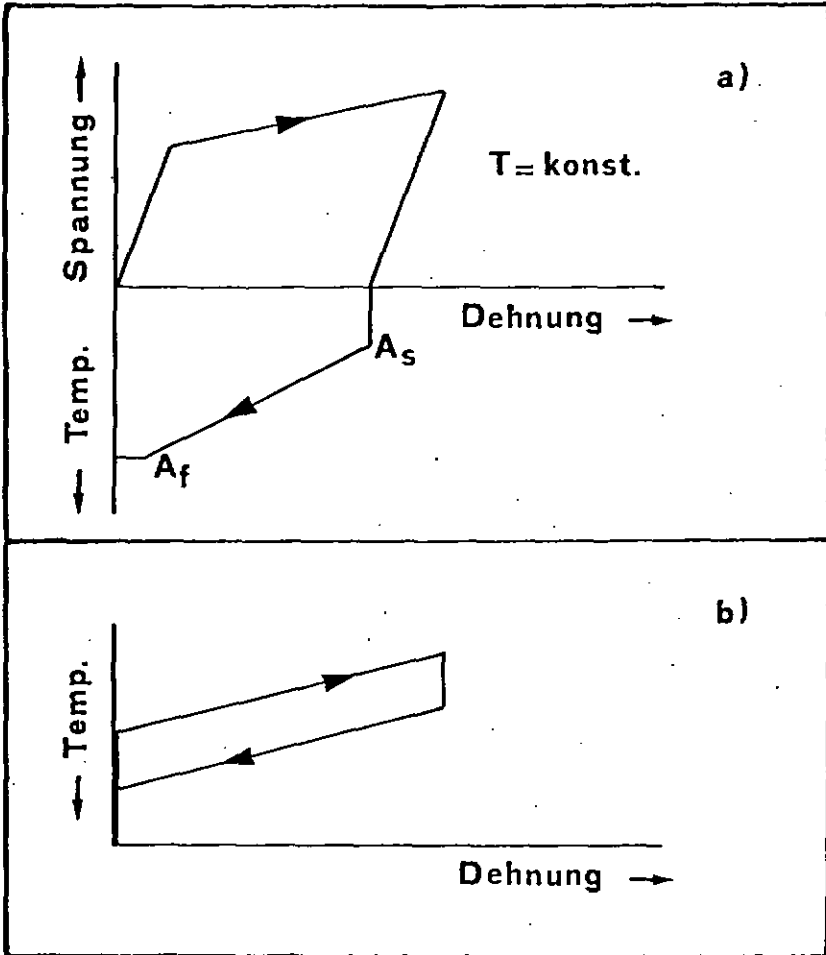


Fig. 3 - Schematische Darstellung des Formgedächtniseffektes a) und des "two-way shape memory effect" b), nach Warlimont (20).

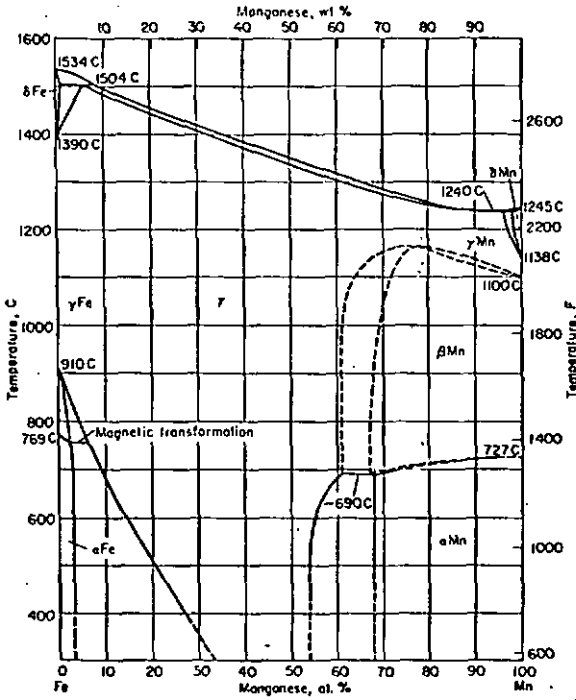


Fig. 4 - Zustandsdiagramm Eisen-Mangan, nach Hansen (31).

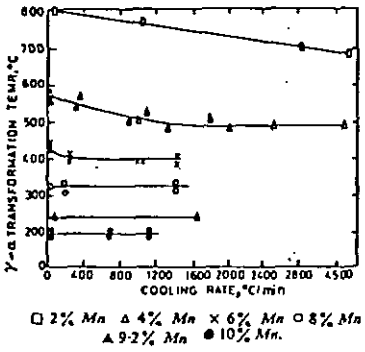


Fig. 5 - Einfluss der Abkühlungsgeschwindigkeit auf den Beginn der Umwandlung γ - α in Eisen-Mangan-Legierungen, nach Bolton und Petty (42).

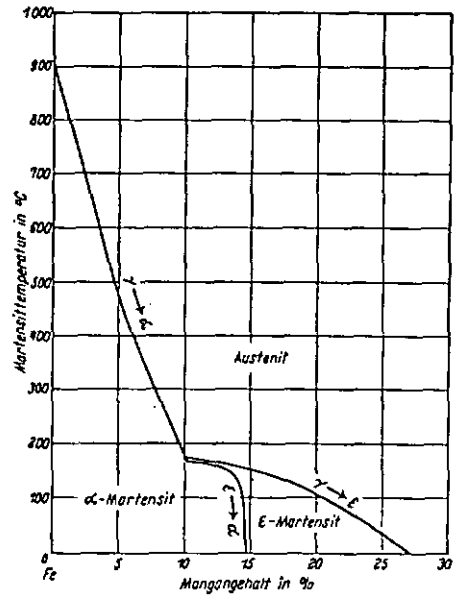


Fig. 6 - Umwandlungsschaubild Kohlenstoff- armer Manganstähle, nach Schumann (44).

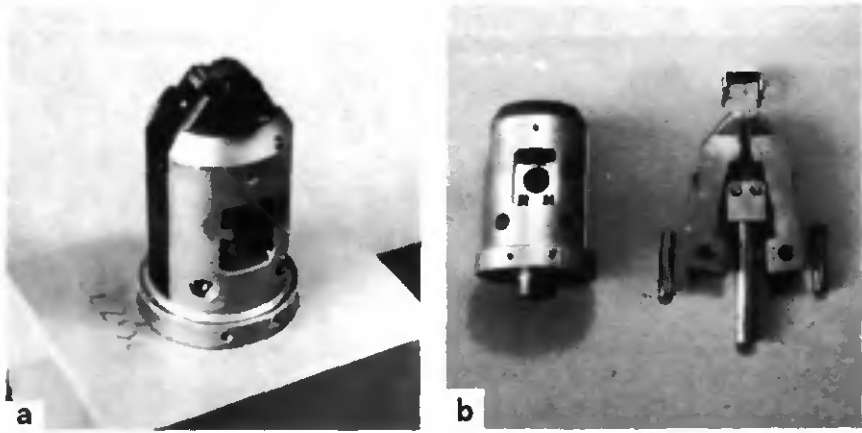


Fig.7 - Der Zugmechanismus des Zugpräparathalters. a) Mit montierter Probe;
b) Demontiert.

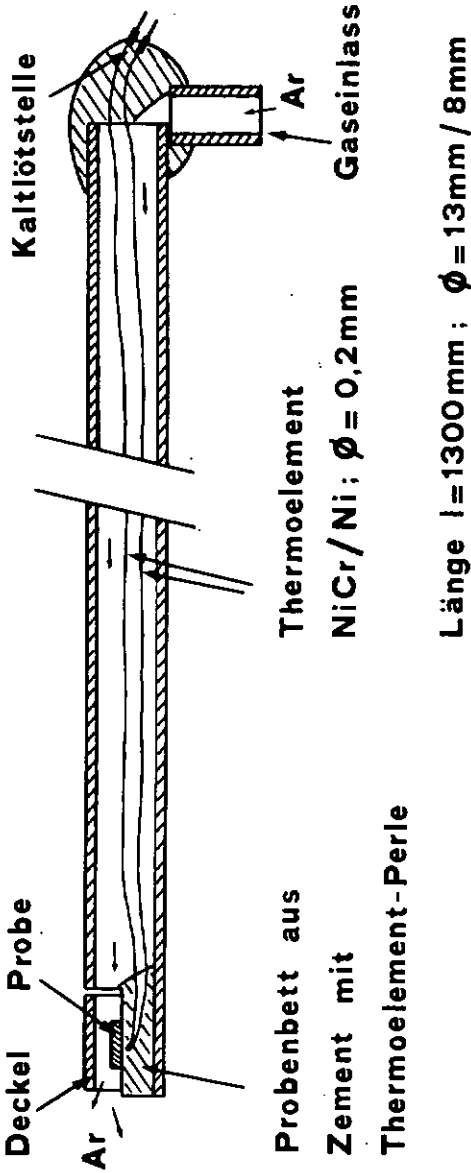


Fig.8 - Schematische Darstellung des Inconel-600-Rohres für die Wärmebehandlungen im Rohröfen.

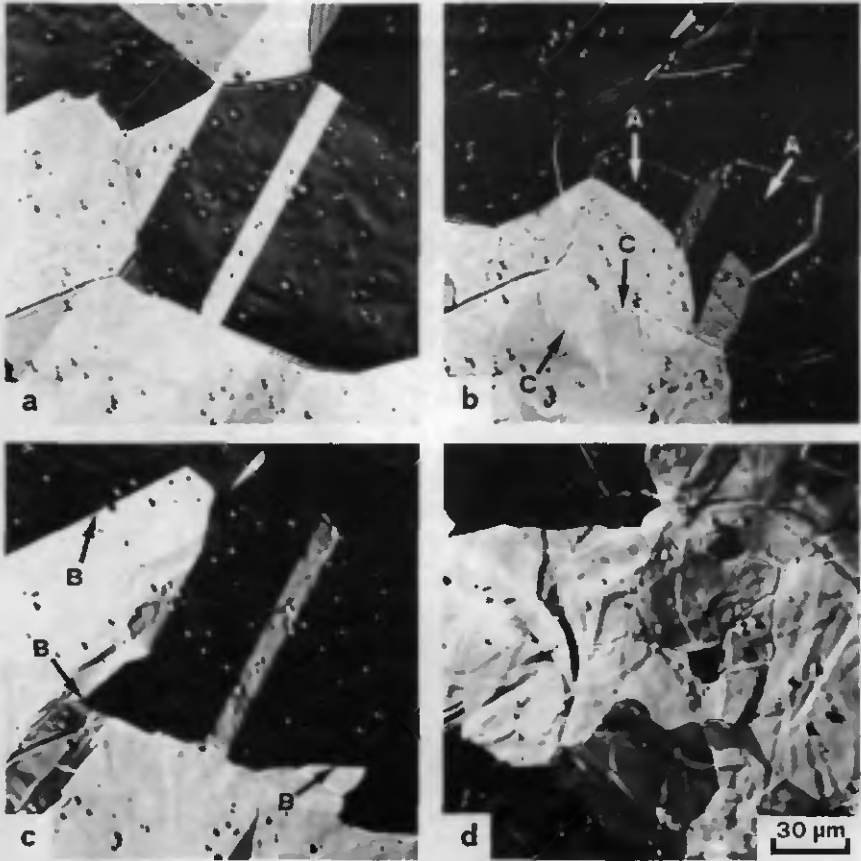


Fig.9 - Umwandlungszyklen γ - α - γ mit und ohne SG, Legierung Fe 0,1C 0,02N.
a) Austenit, 920°C; b) Ferrit (mit etwas Restaustenit, Pfeile A), 850°C;
c) Austenit, 900°C, SG vorhanden; d) Austenit, 900°C, SG zerstört.

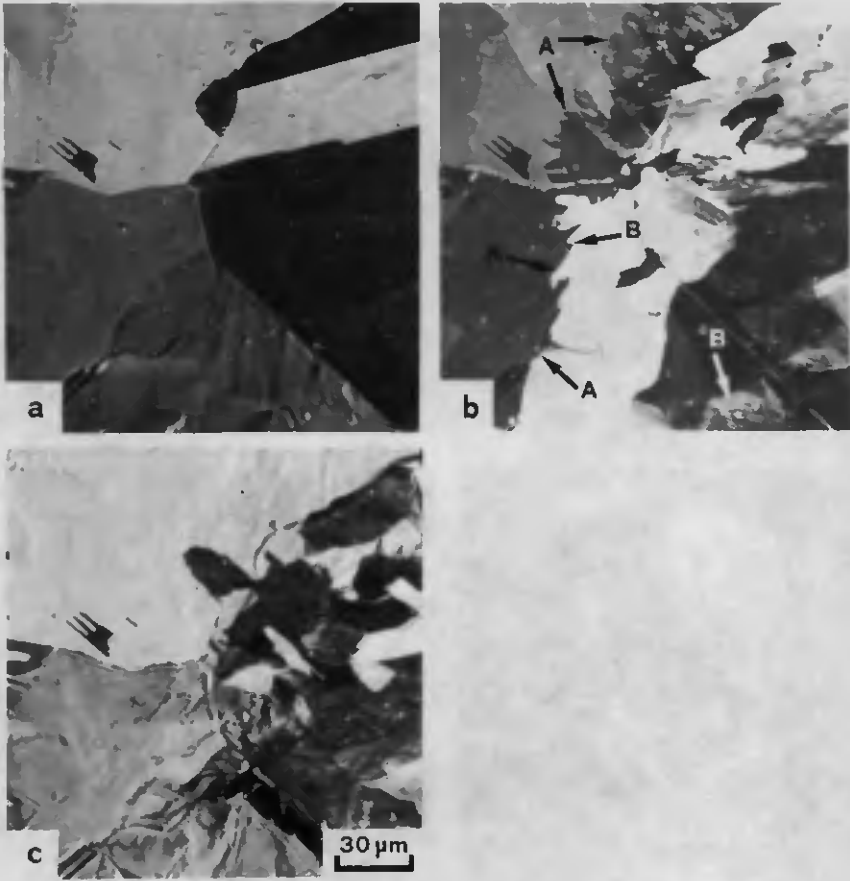


Fig 10 - Umwendlungszyklus γ - α - γ ohne SG, Legierung Fe 7Ni. a) Austenit, 900°C; b) Teilweise Umwandlung γ - α Phasengrenze gekennzeichnet durch Pfeile A), 840°C; c) Austenit, 900°C, im transformierten Bereich kein SG.

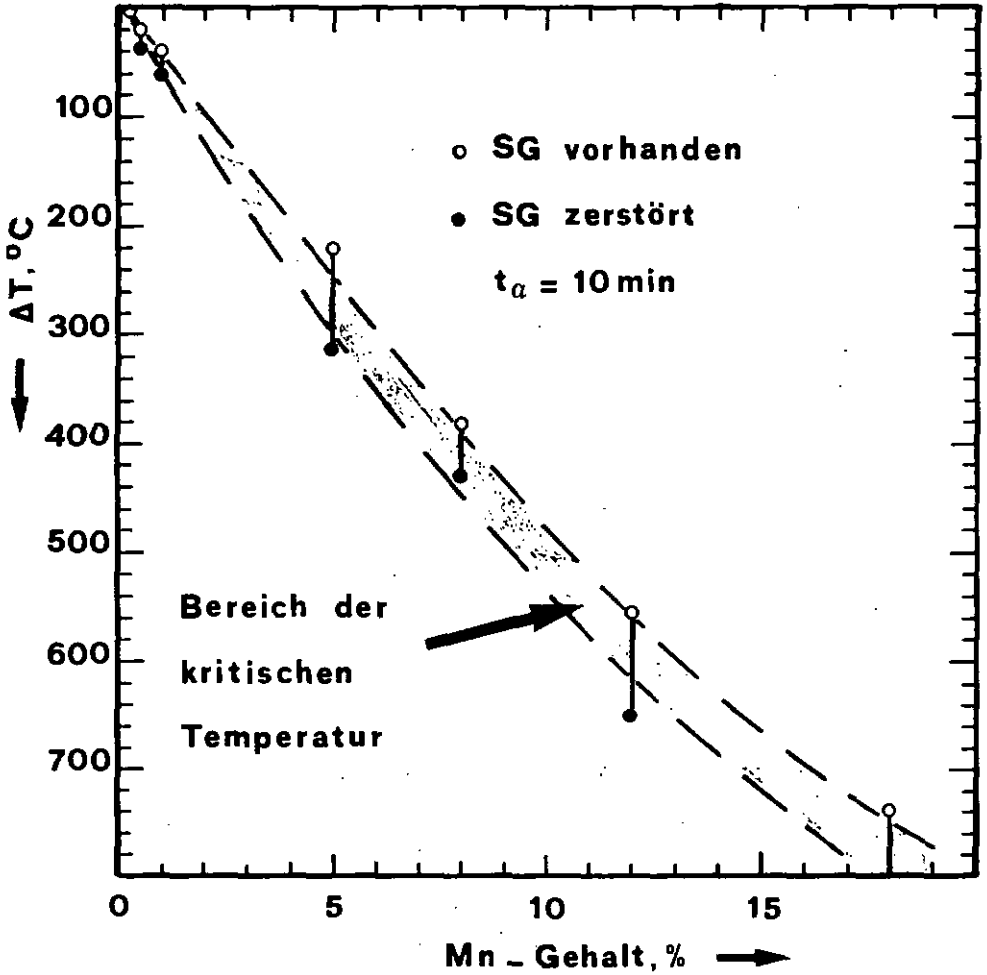


Fig.11 - Stabilität des SG in Abhängigkeit des Mangangehaltes; Haltezeit im Ferrit $t_a = 10 \text{ min}$.

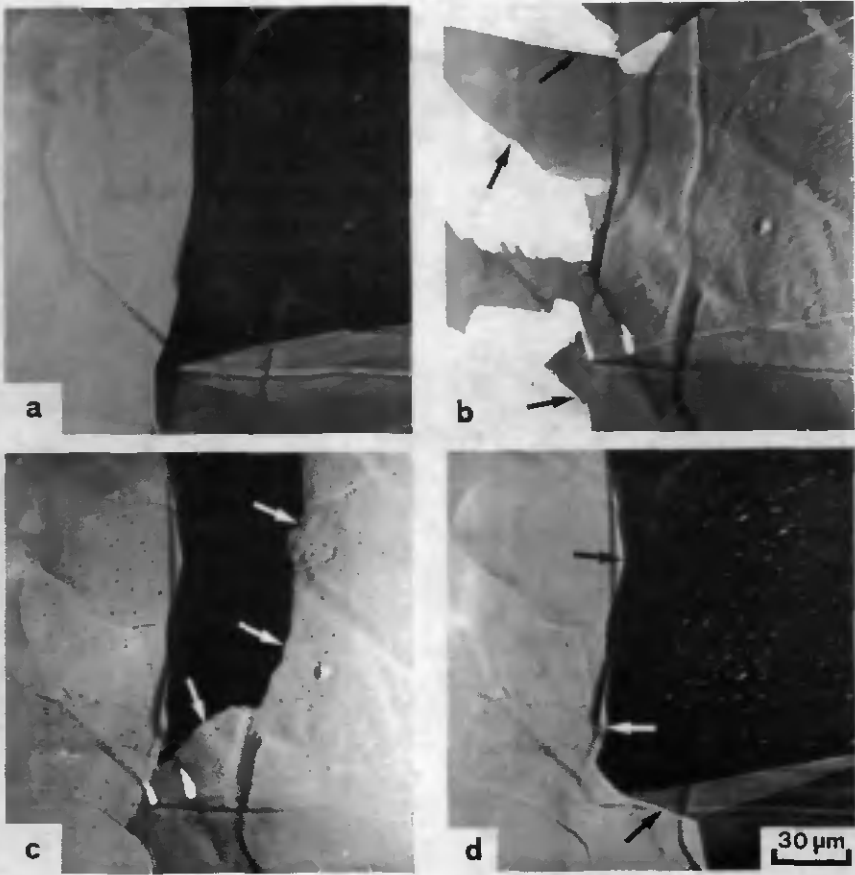


Fig. 13 - Umwandlungszyklus γ - δ - γ mit SG, Legierung Fe 1Mn. a) Austenit, 1000°C; b) Ferrit, 1400°C; c) Umwandlung δ - γ , 1350°C; d) Austenit, 1000°C; alle Fotos mit Thermoemission.

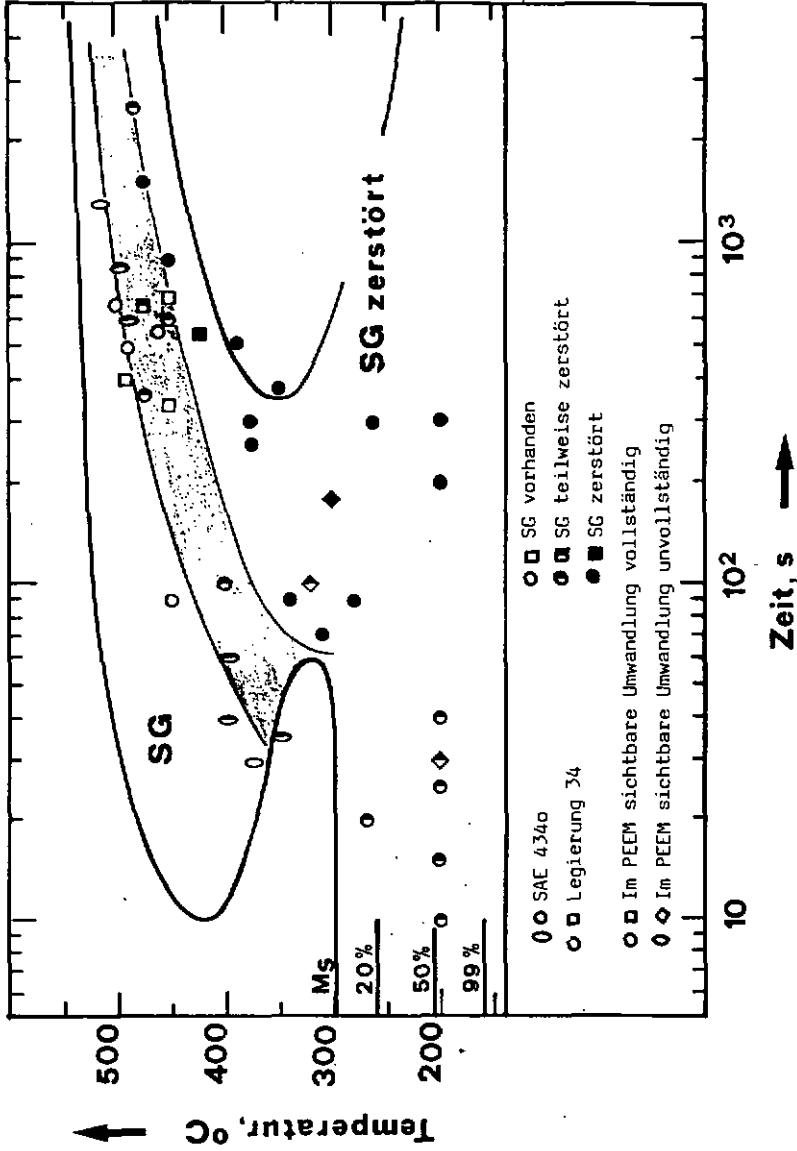


Fig.14 - Das SG im Bainit und Martensit; isothermes Transformations-Diagramm; Stahl SAE 4340 und Legierung Nr.34.

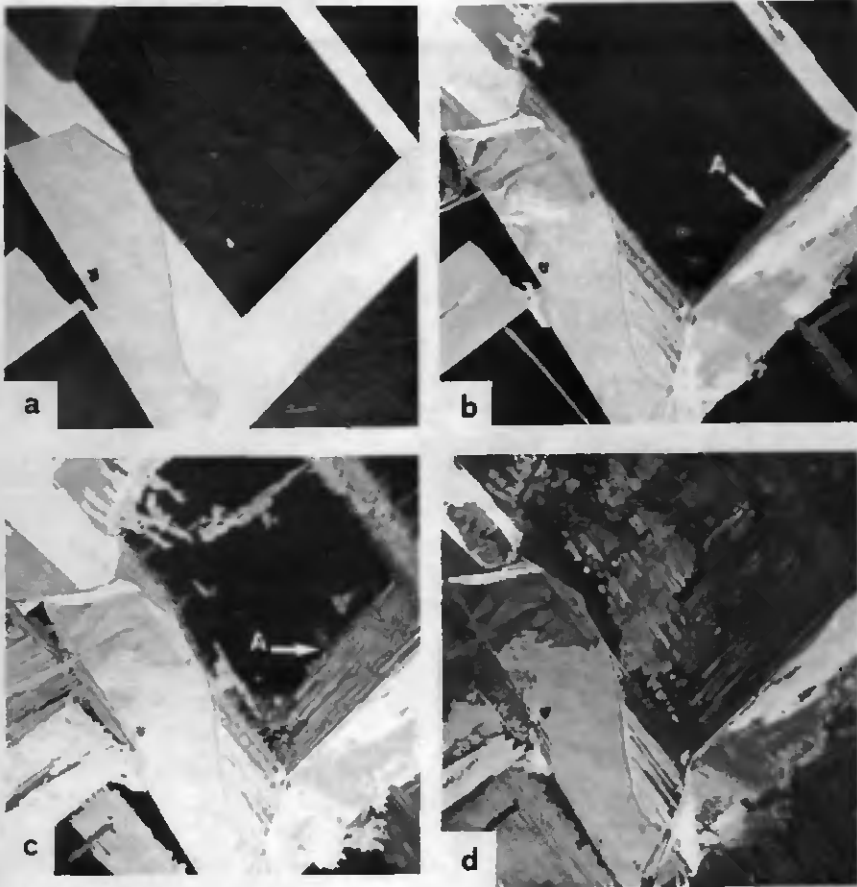


Fig.15 - Umwandlungszyklus γ -oberer Bainit- γ mit SG, Stahl SAE 4340. a) Austenit, 900°C ; b,c) Umwandlung γ -oberer Bainit, 480°C ; d) Oberer Bsinit, 480°C ;

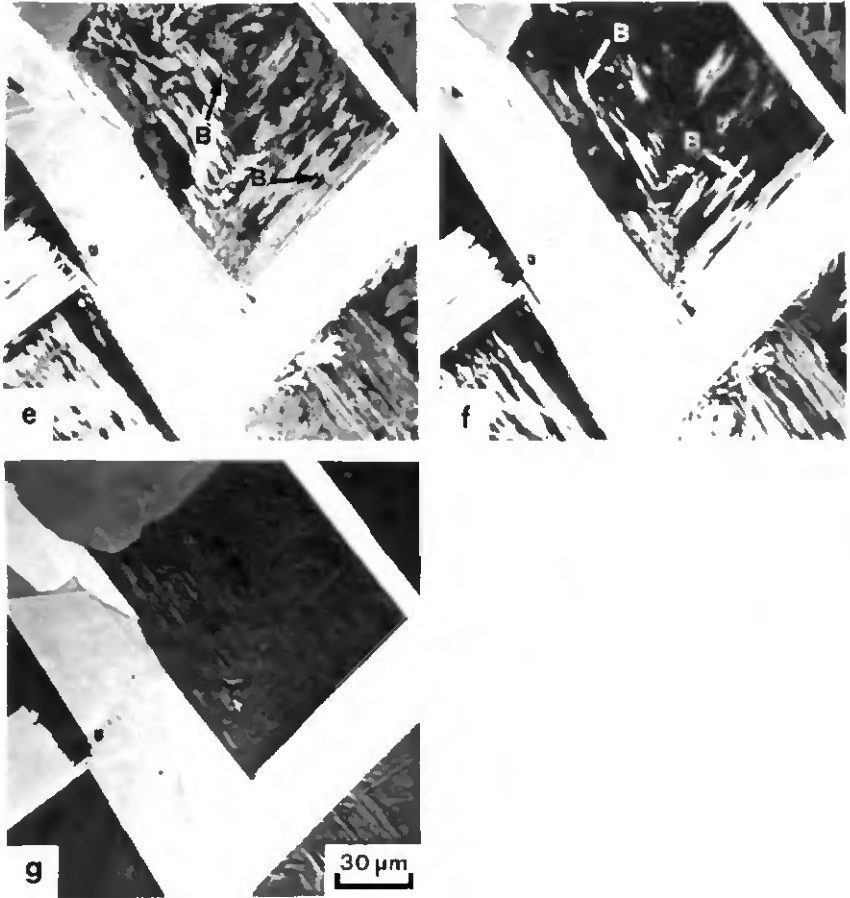


Fig.15 - Fortsetzung. e,f) Rücktransformation zu Austenit, 800^oC; g) Austenit, 850^oC.

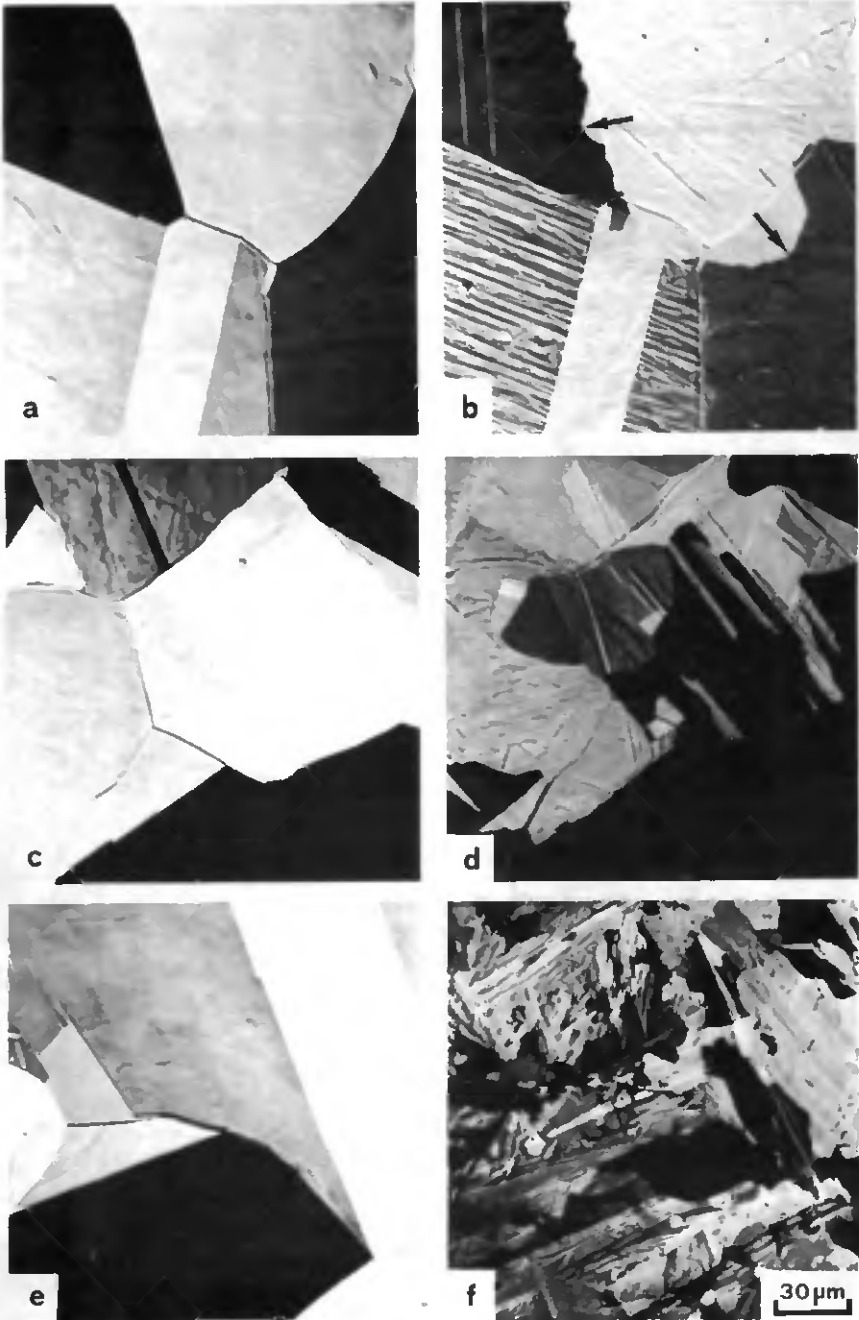


Fig.16 - Drei unabhängige Umwandlungszyklen γ -oberer Bainit- γ , welche verschiedene Stufen der Zerstörung des SG zeigen, Stahl SAE 4340. a,b) Austenit vor und nach dem Zyklus, ungenaue Korngrenzen; c,d) Austenit, Ausgangsstruktur noch schwach erkennbar; e,f) Austenit, das SG ist vollständig zerstört.

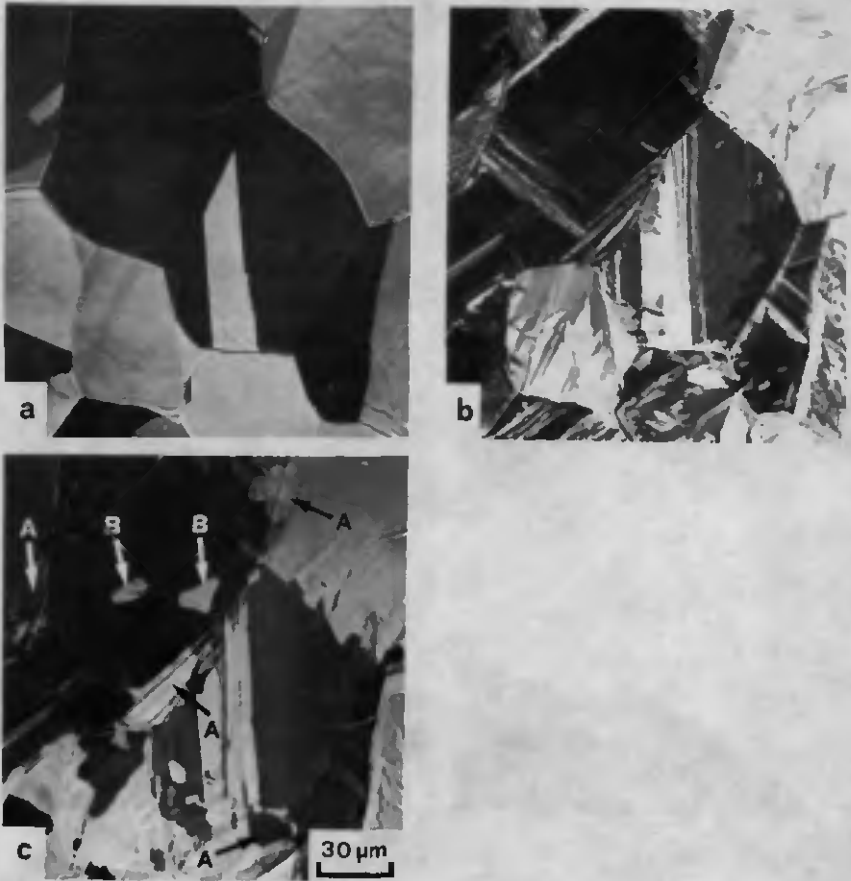


Fig.17 - Umwandlungszyklus γ -unterer Bainit- γ ohne SG, Stahl SAE 4340.
a) Austenit, 900°C; b) Unvollständige Umwandlung γ -unterer Bainit, 340°C;
c) Austenit, 900°C, in den transformierten Gebieten kein SG.

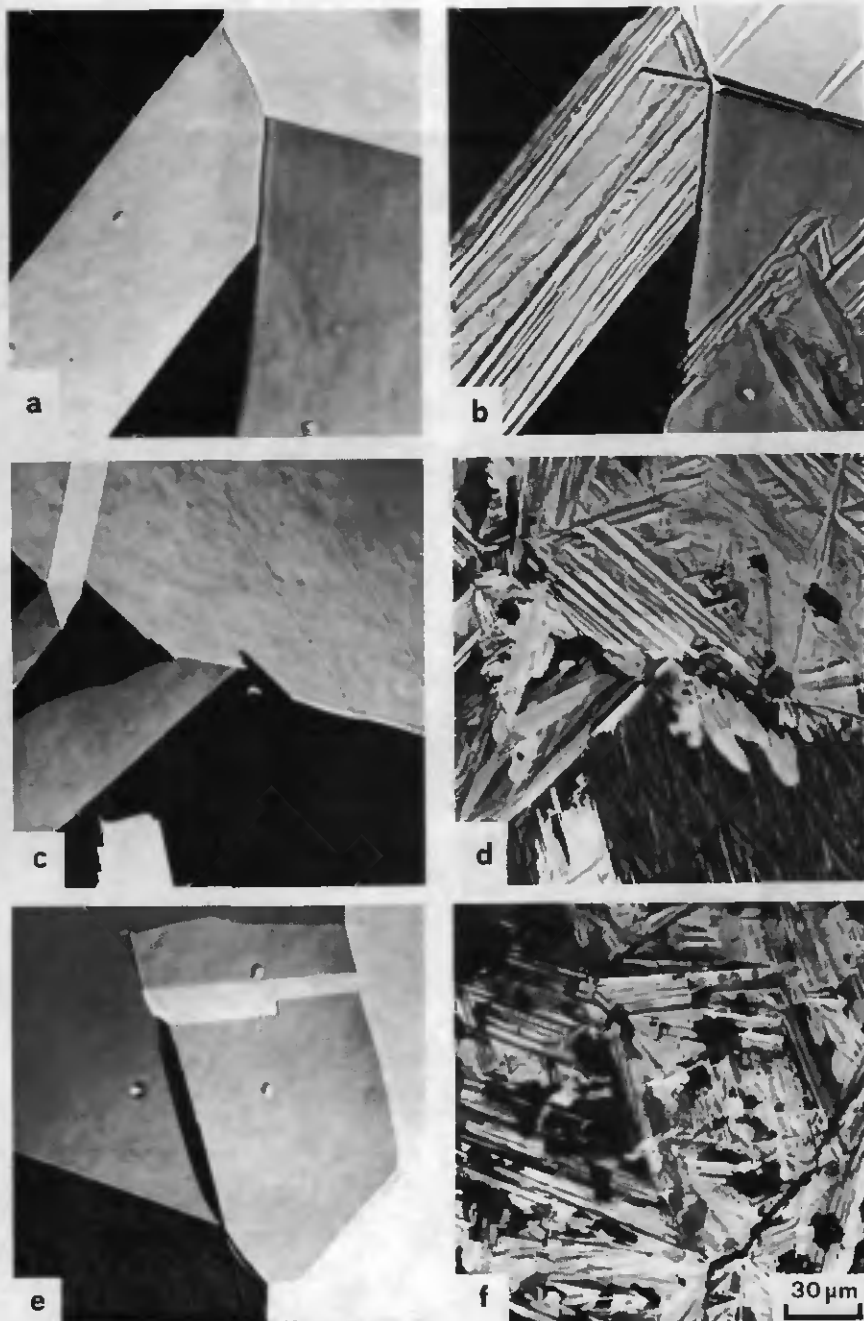


Fig.18 - Das SG im Martensit, drei unabhängige Umwandlungszyklen γ -Martensit- γ , Stahl SAE 4340. a,b) Austenit vor und nach einer unvollständigen Umwandlung; c,d) Austenit vor und nach einer vollständigen Umwandlung; e,f,) Austenit vor und nach einem Umwandlungszyklus mit 5-minütigem Halten im Martensit, SG zerstört.

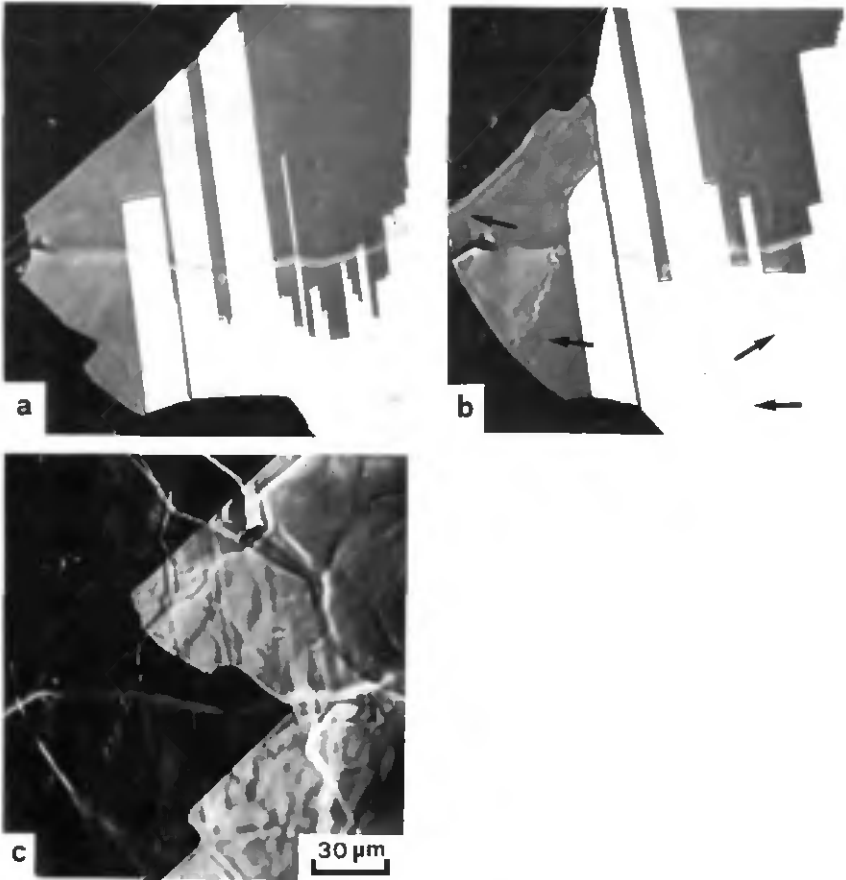


Fig.19 - Die Zerstörung des SG an den Korngrenzen, Legierung Fe 0,5Mn.
a) Austenit; b) Austenit nach dem Umwandlungszyklus γ - α - γ ; c) Austenit nach dem folgenden Umwandlungszyklus ($T_a < T_{krit.}$), SG zerstört.

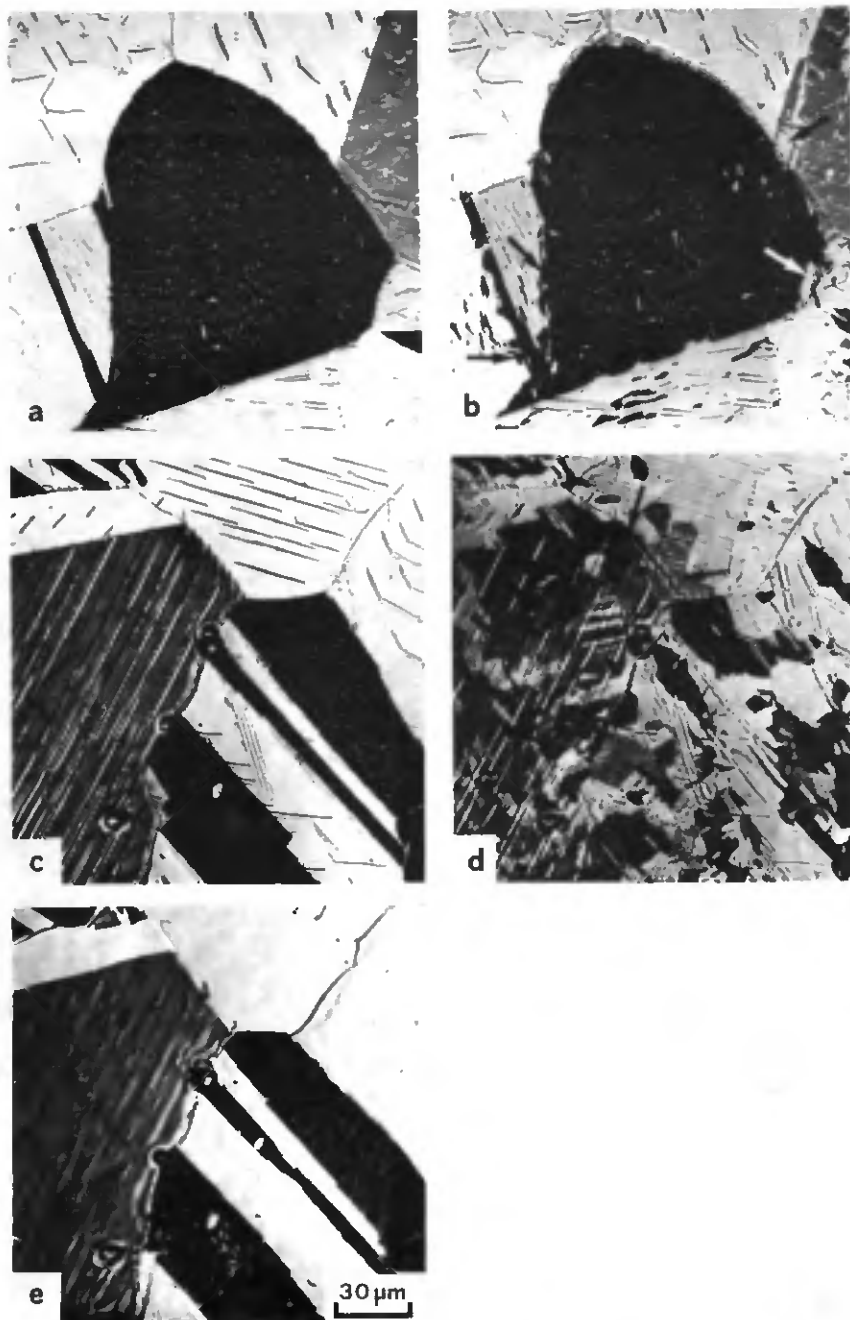


Fig. 20 - Zerstörung des SG durch Bildung von neuen Austenitkörner, zwei unabhängige Umwandlungszyklen γ - α - γ , Legierung Fe 0,7C 1Mn 0,5V. a,b) Austenit, 900°C, vor und nach dem Umwandlungszyklus; c) Austenit, 900°C (mit Karbiden); d) Austenit nach dem Umwandlungszyklus ($I_{\alpha} \cong I_{krit.}$), 800°C; e) Austenit, 850°C (das SG ist durch "Kornwachstum" sichtbar gemacht worden).

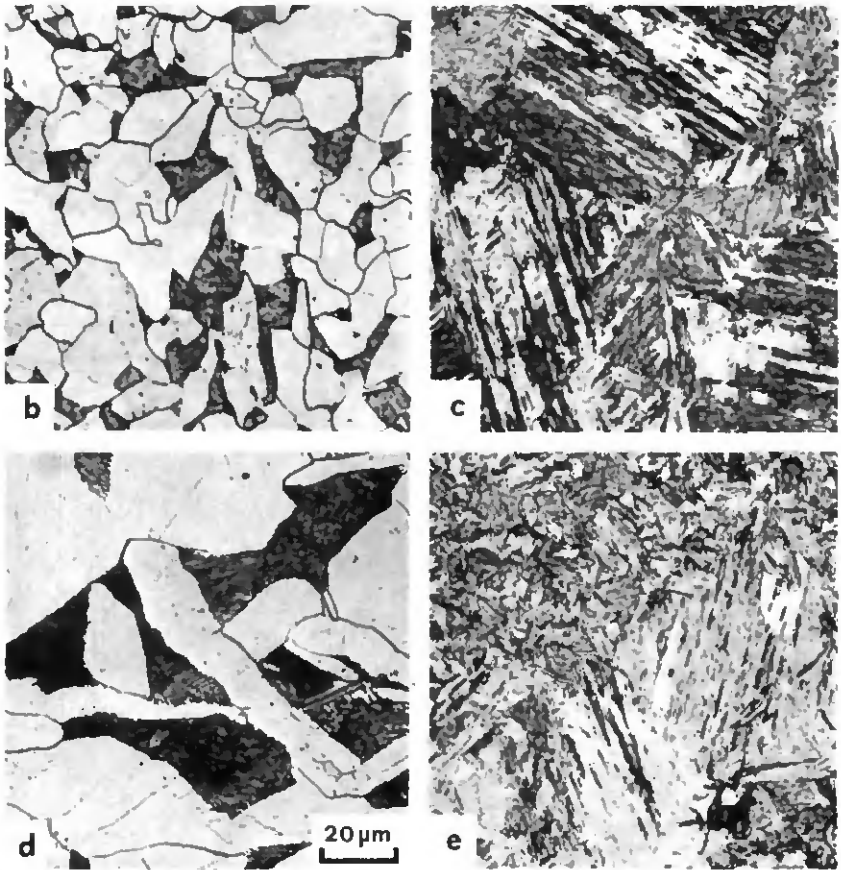


Fig. 21 - Das SG als Volumenphänomen, Legierung Fe 0,3C 1Mn (Fe 0,3C 3Ni);
Wärmebehandlung im Rohröfen. a) 1150°C, 15min ∇ (Wasserabschrecken).
b) 1150°C, 15min ∇ 680°C, 10min ∇ ; c) 1150°C, 15min ∇ 680°C, 10min \wedge 800°C, 15min ∇ ;
d) 1150°C, 15min ∇ 660°C, 10min ∇ ; e) 1150°C, 15min ∇ 660°C, 10min \wedge 800°C, 15min ∇ .

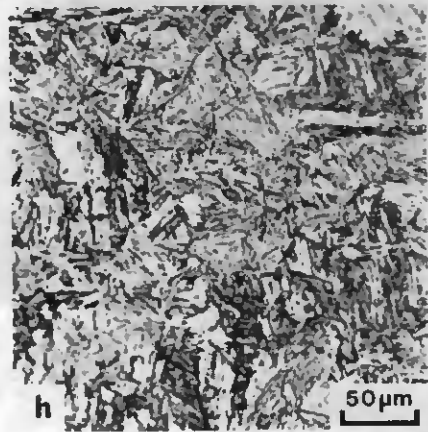
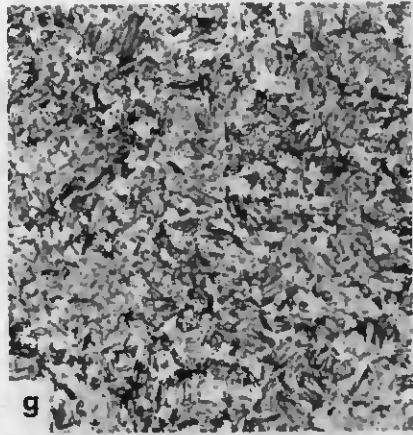
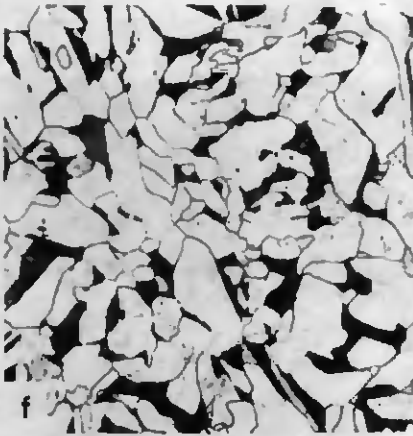


Fig.21 - Fortsetzung. f) 1150°C , 15min ∇ 640°C , 10min ∇ ; g) 1150°C , 15min ∇ 640°C , 10min \wedge 800°C , 15min ∇ . h) 1150°C , 15min ∇ 680°C , 10min \wedge 800°C , 15min ∇ (Fe 0,3C 3Ni).

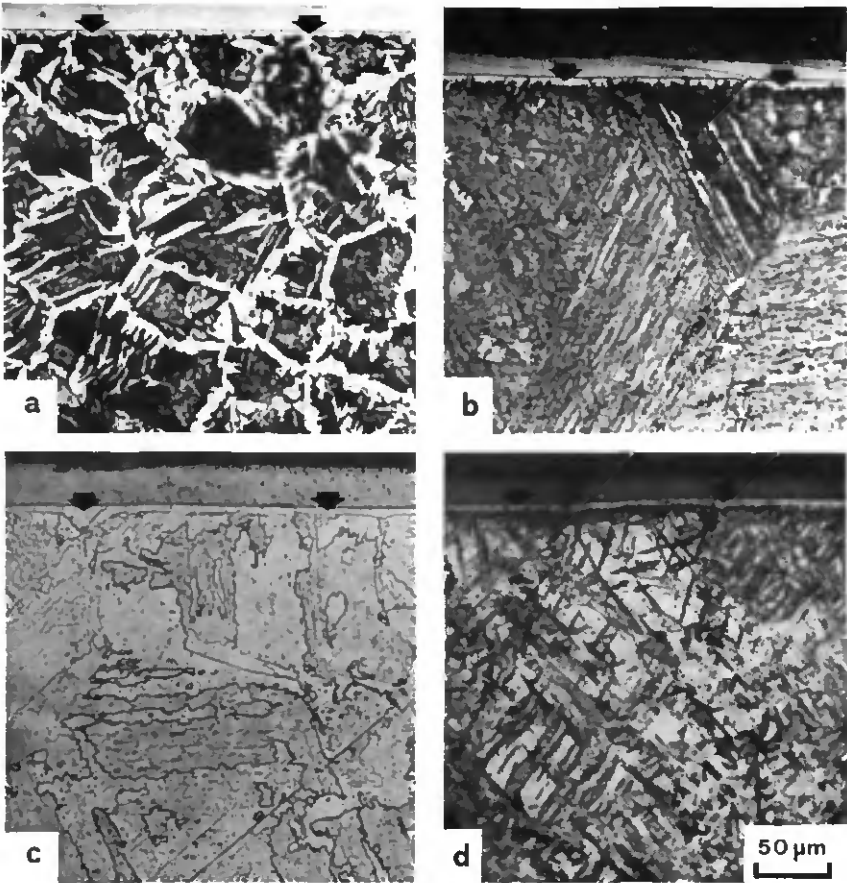


Fig.22 - Vergleich Oberfläche-Volumen; Querschliffe im PEEM austenitisierter und abgeschreckter Proben. a) Fe 0,3 1Mn, 1000°C, 15min ∇ ; b) SAE 4340, 1000°C, 15min ∇ 600°C, 60min (sichtbare Transformation γ - $\alpha \approx 80\%$) ∇ ; c) Fe 8Mn, 1000°C, 15min ∇ ; d) Fe 18Mn, 1000°C, 15min ∇ .

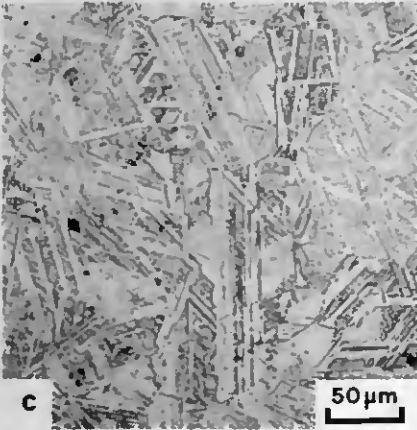
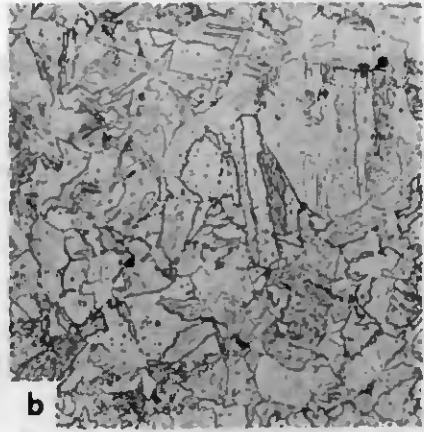
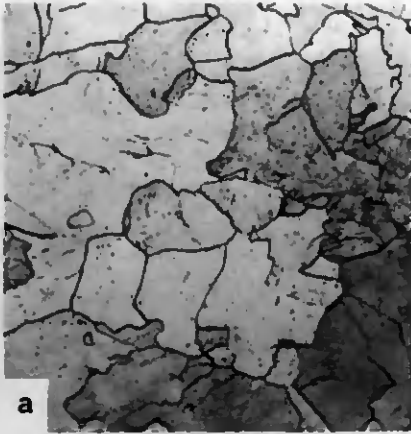


Fig. 23 - Charakterisierung der möglichen Strukturen in Eisen-Mangan-Legierungen (Wärmebehandlung im Rohrofen). a) Fe 1Mn: 1000°C , 15min, wasserabgeschreckt; b) Fe 8Mn: 1000°C , 15min, luftabgekühlt; c) Fe 18Mn: 1000°C , 15min, luftabgekühlt.

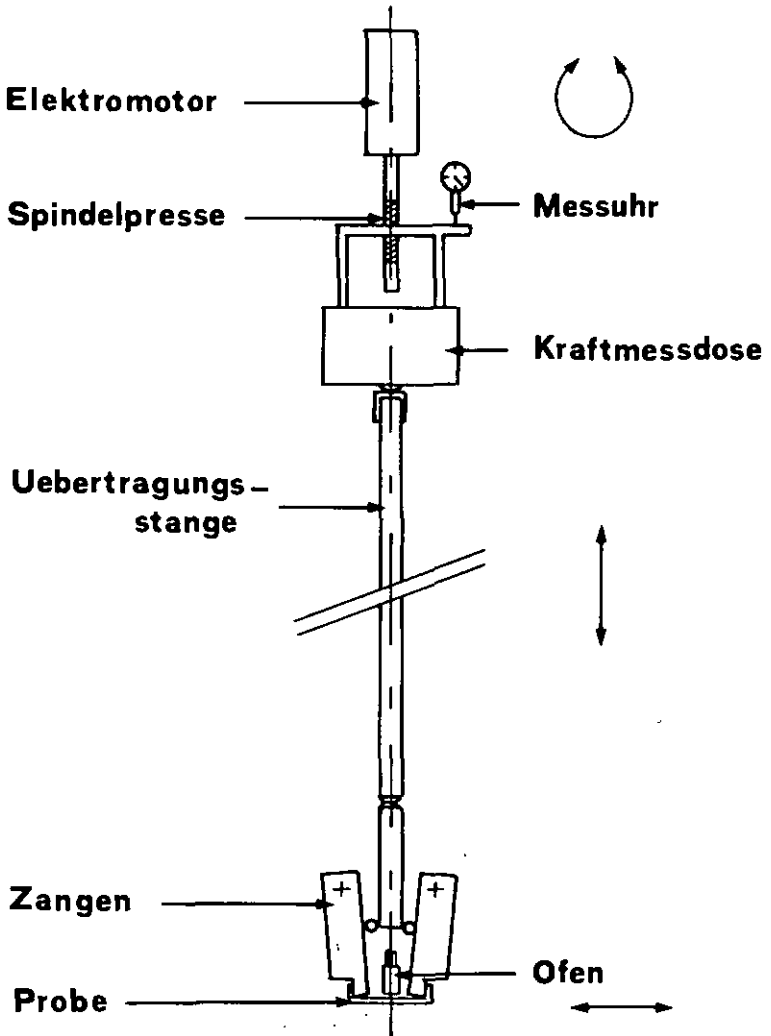


Fig.24 - Schematische Darstellung des Zugpräparathalters.

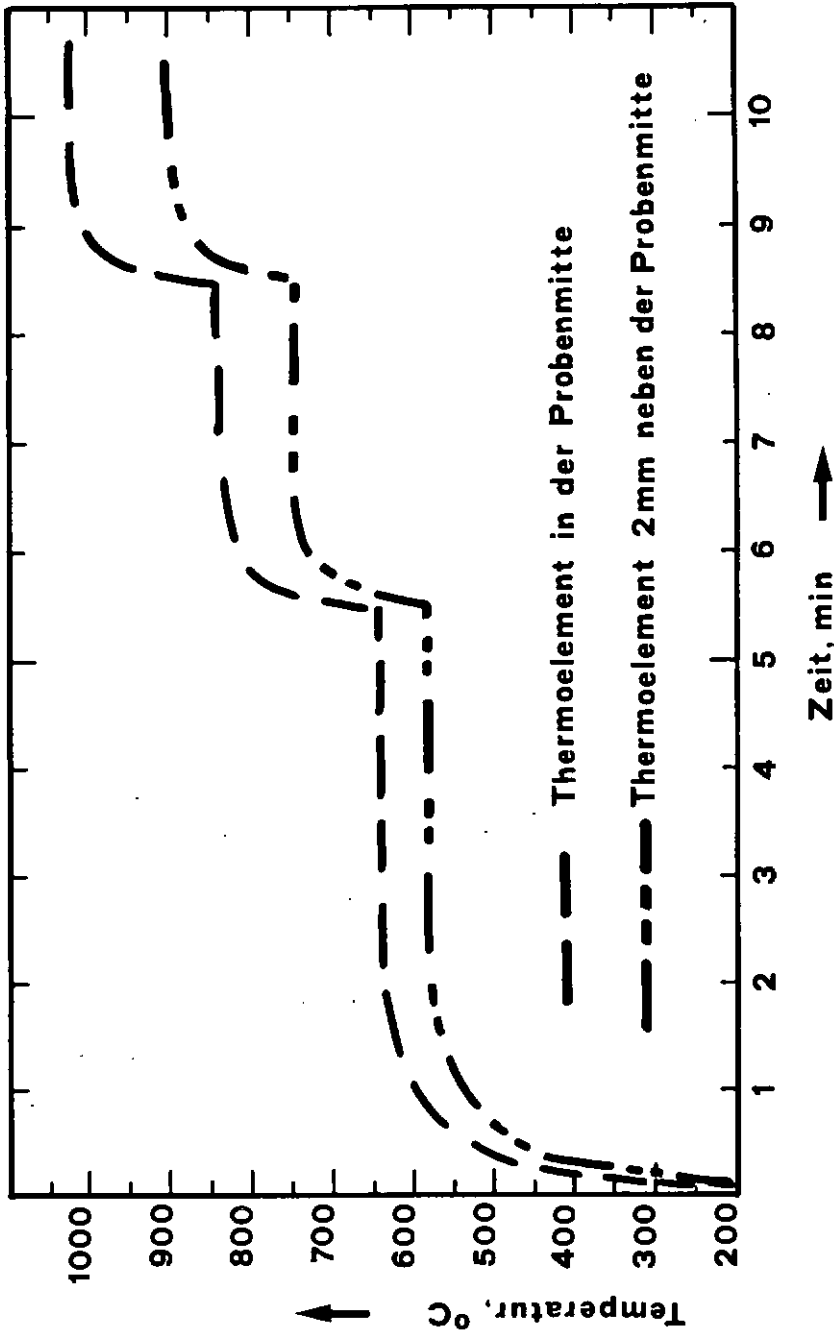


Fig.25 - Temperaturgradient in der Probenmitte bei der Originalprobenform

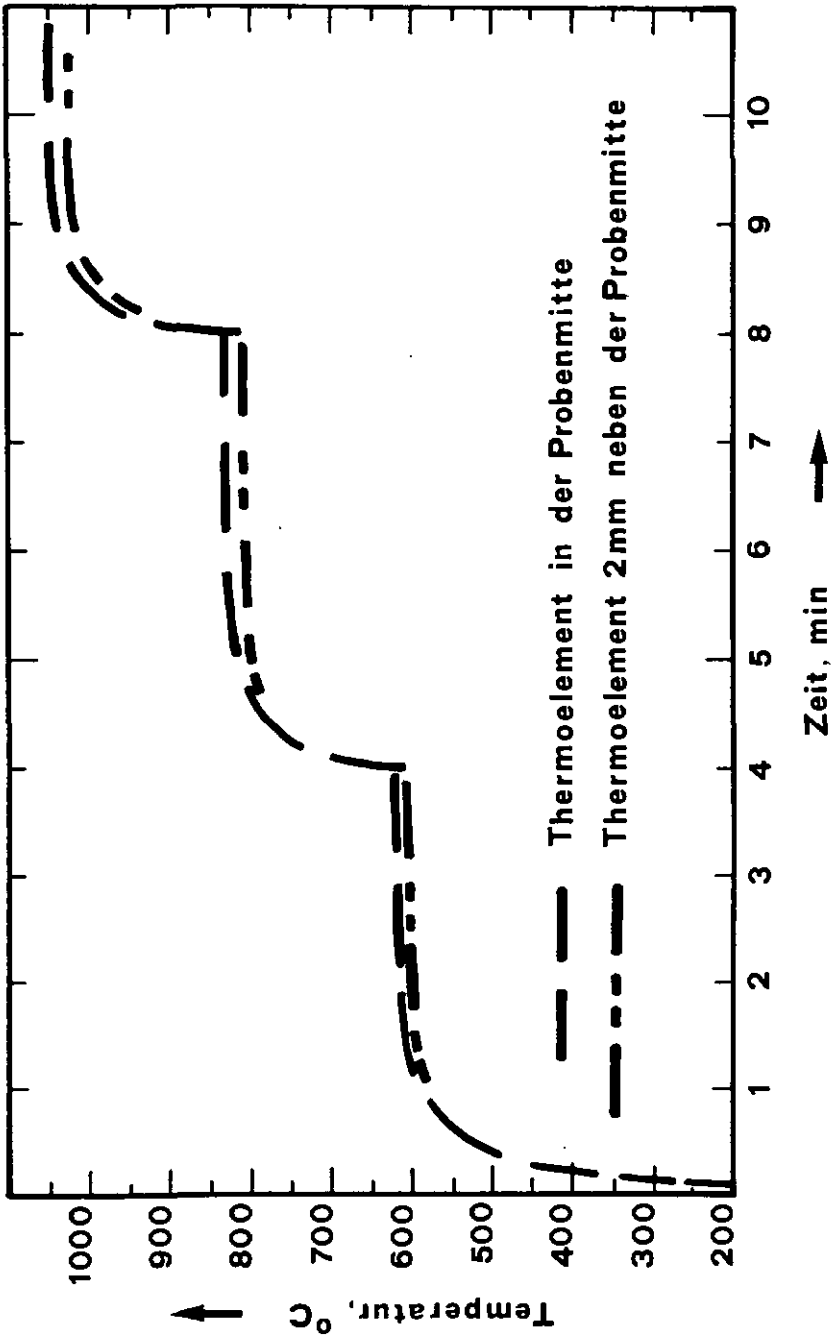


Fig.26 - Temperaturgradient in der Probenmitte bei der eigenen, verbesserten Probenform.

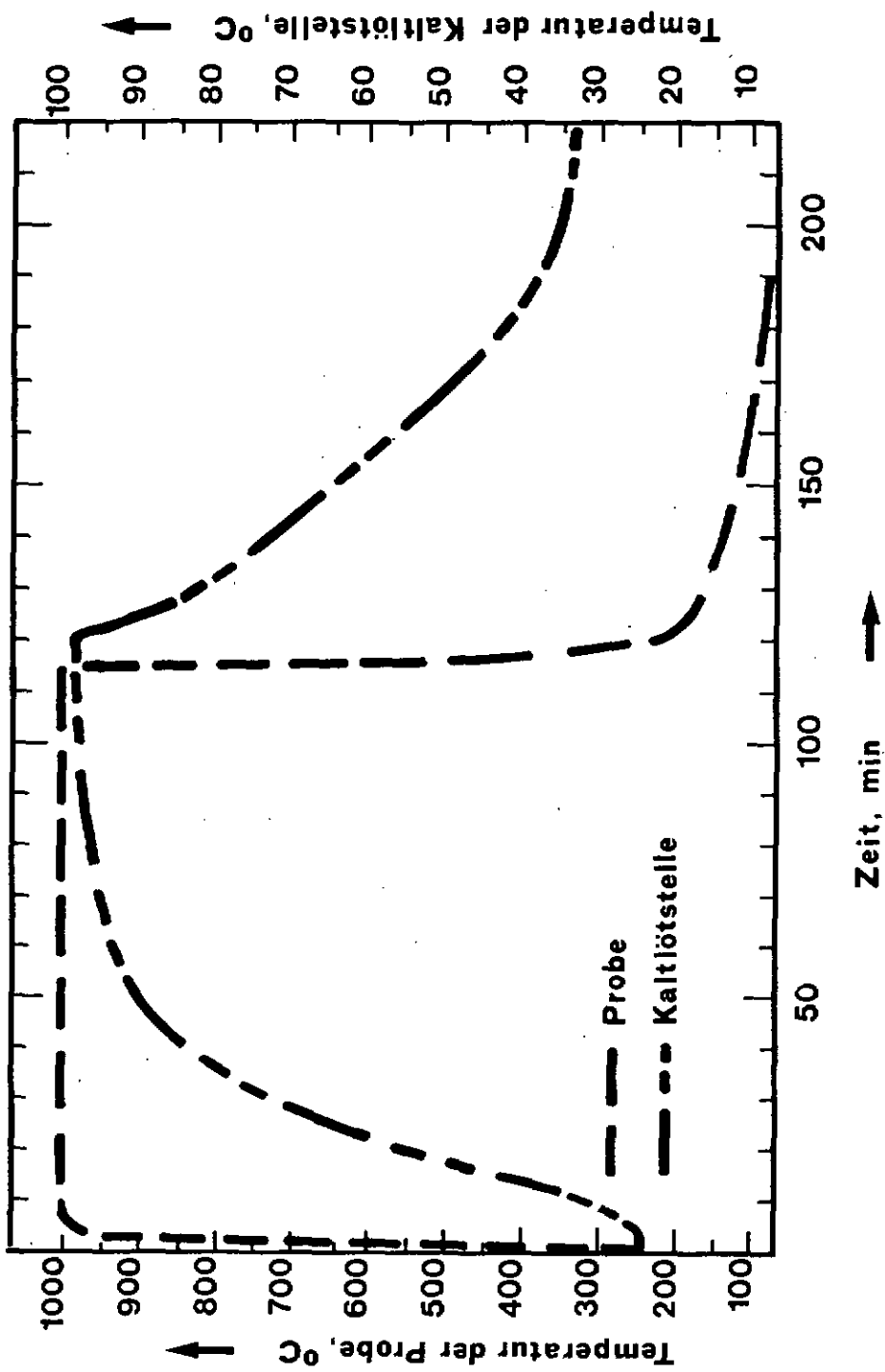


Fig.27 - Temperaturverlauf der Kaltlötstelle bei einer konstanten Proben temperatur von 1000°C.

Lebenslauf

23.2.1948	geboren in Winterthur als Sohn von Otto und Heidi Rutishauser-Schöni
1955-61	Besuch der Primarschule Oberwinterthur
1961-68	Besuch der Kantonsschule Winterthur
Herbst 1968	Maturitätsprüfung Typus B
1968-73	Studium an der Abteilung IV der ETH-Zürich
Herbst 1973	Diplomprüfung als Werkstoff-Ingenieur ETH-Z
Seit 1.12.1974	Assistent am Institut de Métallurgie Structurale der Universität Neuchâtel