

**Untersuchung der Mikrostruktur von
rührreibgeschweißten Stählen mittels
in situ Experimenten mit
hochenergetischer Röntgenstrahlung**

**Dissertation
zur Erlangung des Doktorgrades
der Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät
der Christian-Albrechts-Universität zu Kiel
vorgelegt von**

Malte Blankenburg

Kiel, 2016

Erster Gutachter:
Zweiter Gutachter:

Prof. Dr. Martin Müller
Prof. Dr. Olaf Magnussen

Tag der mündlichen Prüfung:
Zum Druck genehmigt:

27. Oktober 2016
27. Oktober 2016

gez. Prof. Dr. Natascha Oppelt, Dekanin

Zusammenfassung

Mit hochenergetische Röntgenstrahlung ist es möglich, tief in Werkstoffe einzudringen und Informationen über ihre Struktur zu gewinnen. Dank der hohen Intensität der Röntgenstrahlung am neuen PETRA III Speicherring und der fortschreitenden Entwicklung schneller Detektoren für hohe Photonenenergien ist es möglich, Prozesse *in situ* zu untersuchen. Um einen grundlegenden Einblick in die beim Rührreibschweißen ablaufenden Nicht-Gleichgewichtsprozesse zu bekommen, wurde am Helmholtz-Zentrum Geesthacht mit den Experten für Festphase-Fügeprozesse die portable Rührreibschweißanlage „FlexiStir“ entwickelt.

In den in dieser Arbeit vorgestellten Diffraktionsexperimenten ist es erstmals mit praxisrelevanten Schweißparametern gelungen, die während des Schweißens ablaufenden Transformationen in der Mikrostruktur von Stählen zu untersuchen. Mit der Kombination der Ergebnisse der Rietveldanalyse und der protokollierten Schweißparameter konnte ein einzigartiger Einblick in den Rührreibschweißprozess gewonnen werden.

Mit einer umfassenden zusätzlichen Charakterisierung der für die Rührreibschweißexperimente verwendeten Werkstoffe, die sowohl vor als auch nach dem Schweißen stattfand sowie der Durchführung ergänzender *in situ* Experimente im Dilatometer, die die Materialeigenschaften detailliert im für den Schweißvorgang relevanten Temperatur- und Zeitintervall zugänglich machten, konnten die Ergebnisse der *in situ* FSW-Experimente weitergehend interpretiert werden.

Für den unlegierten Baustahl S355 konnte mit Hilfe der für die Umwandlung von Austenit zu Ferrit benötigten Zeit und dem anschließenden Vergleich mit den im Dilatometer gemessenen Umwandlungszeiten des gleichen Materials für unterschiedliche Schweißparameter die Abkühlraten des betrachteten Probenvolumens im Nahtzentrum berechnet werden.

Mit den Ergebnissen aus den Messungen am Superduplexstahl 1.4410 konnte die Temperaturabhängigkeit des Ferritgehalts genutzt werden, um den Zusammenhang zwischen der Schweißleistung und der Maximaltemperatur in der Rührzone zu quantifizieren. Die maximal erreichte Temperatur ist in der Praxis nicht nur für die Qualität der Naht, sondern auch für die Standzeit der FSW-Werkzeuge entscheidend und daher eine der zentralen Größen für eine Prozesssimulation.

Abstract

Using high-energy X-rays, it is possible to penetrate metallic engineering materials to get information about their internal structure. Due to the high photon flux at the new PETRA III storage ring and the ongoing development of flat panel detectors suitable for high photon energies, *in situ* investigations of fast processes become feasible. To get fundamental insight into the non-equilibrium metallurgical reactions during friction stir welding (FSW), a transportable FSW system („FlexiStir“) was developed by the Helmholtz-Zentrum Geesthacht and *in situ* diffraction experiments were performed at the HEMS beamline.

In this work, the influence of the friction stir welding process on the microstructure of three steels was investigated. For the first time the microstructural changes during the cooling process could be observed *in situ* in the ongoing welding procedure. Using a third generation synchrotron radiation facility in combination with a fast flat panel detector the phase transformations in the steels could be analysed with high resolution in time and space. Taking both into account, the welding parameters and the results of the Rietveld Refinement, a unique insight into the process was obtained. The materials used for the FSW experiments were characterised before and after welding by a wide range of techniques. In an additional *in situ* experiment a dilatometer was used to study the thermal part of the welding cycle to get access to the relevant part of the ttt-diagrams.

By determine the time needed for the transformation from austenite to ferrite it could be shown, that the cooling rate of the structural grade carbon steel S355 depends on the energy input per unit length. Contrary to that, a dependence of the ferrite content at the edge of the welding tool shoulder on the welding power was observed for the super duplex steel (1.4410). As a preliminary test, the difference of the stresses in longitudinal and transversal directions was dissected. Friction stir welding is an excellent method for joining duplex steels, as there is no need for further thermal treatment afterwards since the process can be executed at the temperature commonly used for post weld heat treatment.

Bearing in mind that the experiments were performed with a prototype of a mobile friction stir device and not at an industrial standard welding portal, the weld quality and reproducibility was satisfying as shown by repeated welds with the same parameters.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung und Motivation	1
2. Rührreibschweißen – Verfahren und untersuchte Werkstoffe	5
2.1. Rührreibschweißen bis heute	5
2.2. Stahl: Grundlegendes und untersuchte Werkstoffe	8
2.2.1. Unlegierte Stähle	10
2.2.2. Hochlegierte Stähle	11
2.2.3. Ferritischer Stahl S355	13
2.2.4. Duplexstahl 1.4462	14
2.2.5. Superduplexstahl 1.4410	16
2.3. Titanlegierung Ti-6Al-4V	20
3. Grundlagen der genutzten Untersuchungsmethoden	21
3.1. Erzeugung und Nachweis hochenergetischer monochromatischer Röntgenstrahlung	21
3.1.1. HARWI II	22
3.1.2. HEMS	23
3.1.3. Detektoren	24
3.2. Röntgendiffraktion	25
3.2.1. Grundlagen	25
3.2.2. Datenreduktion	31
3.2.3. Phasenanalyse nach Rietveld	31
3.2.4. Texturbestimmung mit Röntgenstrahlung	33
3.2.5. Eigenspannungsanalyse	34
3.2.6. Auswertung mit dem Softwarepaket MAUD	36
3.3. Elektronenrückstreubeugung	38
3.4. Härtemessung nach Vickers	39
4. Probenumgebungen	41
4.1. FlexiStir	41
4.2. FlexiTherm	43
5. In situ Untersuchungen an FSW Nähten	47
5.1. Durchführung	47
5.1.1. HARWI II	47
5.1.2. HEMS	50
5.2. Ergebnisse der <i>in situ</i> FSW Experimente	57
5.2.1. S355	57
5.2.2. SDSS 1.4410	65

5.2.3. DSS 1.4462	72
5.3. Eigenspannungen	74
6. In situ Untersuchung der FSW Temperaturzyklen	77
6.1. Dilatometer Durchführung	78
6.2. Ergebnisse Dilatometer	79
6.3. Vergleich der Ergebnisse der Dilatometermessungen mit ThermoCalc	88
7. Ex situ Untersuchungen an FSW Nähten	91
7.1. Texturmessungen	91
7.1.1. Durchführung Texturmessungen	91
7.1.2. Auswertung Texturmessungen	92
7.2. Mikrohärte	95
7.3. Elektronenrückstreubeugung	96
7.3.1. Probenvorbereitung	96
7.3.2. Durchführung	99
7.3.3. Ergebnisse EBSD	99
7.3.4. Ergebnisse der energiedispersiven Röntgenspektroskopie	103
8. Diskussion	105
9. Zusammenfassung	113
Literaturverzeichnis	vii
A. Anhang	ix
A.1. Übersicht Schweißparameter: Messzeit III	ix
A.2. Übersicht Streudaten: Messzeit III	xii
A.2.1. S355	xii
A.2.2. 1.4410	xvi
A.2.3. 1.4462	xxi
A.3. Nachweis Zementit	xxiv
A.4. Ergänzungen Dilatometer	xxv
B. Danksagung	xxxiii

1. Einleitung und Motivation

Das in dieser Arbeit untersuchte Festphase-Fügeverfahren des Rührreischweißens (engl.: *friction stir welding, FSW*) wurde 1991 am TWI (The Welding Institute [1]) entwickelt und patentiert [2]. Beim Rührreischweißen werden die Fügepartner durch die Reibungswärme eines rotierenden Werkzeugs zunächst plastifiziert und anschließend durch den reibungsbedingten Materialtransport miteinander verrührt. Durch das Bewegen des Werkzeugs entlang der Werkstückoberfläche entsteht auf diese Weise eine Schweißnaht, die gegenüber Nähten, die mit Schmelzschweißverfahren erzeugt wurden, deutlich verbesserte mechanische Eigenschaften besitzt. Der Grund hierfür liegt darin, dass es sich beim Rührreischweißen um einen Festphasefügeprozess handelt, bei dem im Vergleich zu anderen Schweißverfahren eine wesentlich geringere Wärmemenge in das Material eingebracht wird. Dadurch wird ein Aufschmelzen und Wiedererstarren des Schweißgutes verhindert und die damit verbundenen Nachteile wie z. B. Kornwachstum, Oxidation oder Seigerung vermieden. Hinzu kommt, dass das Rührreischweißen ohne Schweißzusätze auskommt, die unter Umständen negativen Einfluss auf die Mikrostruktur der Naht haben können. Auch die zu beobachtende Kornfeinung in der Schweißnaht trägt zu den guten mechanischen Eigenschaften bei.

Diese herausragenden Eigenschaften ermöglichen es, das Rührreischweißen auch für Strukturen zu verwenden, die bisher genietet werden müssen, um eine ausreichende Sicherheit in Bezug auf Belastbarkeit und Schadenstoleranz zu gewährleisten. Besonders hoch sind diese Anforderungen in der Luft- und Raumfahrt, da ein Versagen der Bauteile mit großer Wahrscheinlichkeit zu katastrophalen Folgen führt. In heutigen Flugzeugen befinden sich deshalb genietete Verbindungen mit einer Gesamtlänge von mehreren Kilometern. Durch das Verschweißen der Bauteile und den so möglichen Wegfall der Nieten und des für das Nieten erforderlichen Überlapps wäre eine Gewichtsersparnis von bis zu 10% möglich, was wiederum zu einer signifikanten Treibstoffeinsparung führen würde [3].

Die bisherigen Einsatzgebiete des Rührreischweißens waren auf das Fügen von Aluminiumlegierungen, die sich mit den konventionellen Methoden nur schlecht schweißen lassen (z. B. AA2195, Verdampfen des Lithiums beim Schmelzschweißen), beschränkt, da die Werkzeugmaterialien den hohen Kräften und Temperaturen, die beim Schweißen von Stählen erreicht werden, nicht dauerhaft standhalten konnten. Erst durch die Entwicklung neuer Materialien für

das FSW-Werkzeug ist der Prozess auch für das Fügen von Stahl interessant geworden, da die Standzeit der Werkzeuge so stark gestiegen ist, dass ein industrieller Einsatz möglich ist [4, 5]. Mögliche Anwendungsgebiete sind z.B. der Schiffbau [6] und das Schweißen von Rohren für den Pipelinebau [7].

Einen wesentlichen Einfluss auf die Nahtqualität hat die sich nach dem Schweißvorgang ausbildende Phasenzusammensetzung, die sich durch die Wahl der Schweißparameter beeinflussen lässt. Um Fortschritte in der Prozessoptimierung zu erzielen, ist die Prozesssimulation des Rührreischweißens ein unverzichtbares Mittel. Um die Qualität und die daraus resultierende Aussagekraft einer Simulation dieses Nichtgleichgewichtsprozesses zu bewerten, ist es nicht ausreichend, nur den Ausgangs- und den Endzustand des Prozesses zu kennen. Die experimentelle Bestimmung der Gefügebestandteile während des Schweißvorgangs ist mit den verbreiteten metallografischen Methoden allerdings nicht möglich, da die Umwandlungsvorgänge innerhalb weniger Sekunden ablaufen und zur Untersuchung eine aufwändige Probenpräparation notwendig ist. Daher können nur *in situ* Experimente die benötigten Ergebnisse für alle Zwischenschritte der Phasenumwandlungen in der Schweißzone liefern.

Anders als bei Schmelzschweißverfahren, für die bereits zeitaufgelöste Messungen der Phasenanteile beim Schweißen von unterschiedlichen Stählen durchgeführt werden konnten [8, 9], wurden diese Experimente für das FSW bisher nicht mit praxistauglichen Parametern realisiert. Aus diesem Grund wurde am Helmholtz-Zentrum Geesthacht die mobile Rührreischweißanlage *FlexiStir* entwickelt, mit der es möglich ist, während des Schweißprozesses Streuexperimente mit hochenergetischer Röntgenstrahlung durchzuführen [10, 11].

Gegenstand der bisherigen Messungen mit *FlexiStir* war das Ausscheidungsverhalten in der Aluminiumlegierung AA7449, das mittels hochenergetischer Röntgenkleinwinkelstreuung untersucht wurde [12]. Diese Messungen waren in ihrer Zeitauflösung sowohl durch den Photonenfluss am Messplatz HARWII (HARter Röntgen Wiggler) am DORIS III (DoppelRING System) Speicherring, als auch durch die langen Auslesezeiten der zur Verfügung stehenden Röntgendetektoren stark beschränkt. Dies hatte zur Folge, dass für jedes Streubild eine neue Naht geschweißt werden musste und zusätzlich die bei unterschiedlichen Messungen betrachteten Probenvolumen nicht identisch waren. Durch den Aufbau der neuen High Energy Materials Science Beamline (HEMS) am Speicherring PETRA III (Positronen Elektronen TandemRing Anlage) [13] und die fortschreitende Detektorentwicklung wurde es möglich, die zeitliche Entwicklung eines gleichbleibenden Probenvolumens mittels Diffraktion mit einer Auflösung von 0,1 s zu untersuchen. Die dabei gewonnenen Informationen über die Mikrostruktur an unterschiedlichen Positionen in der Schweißnaht müssen bei zukünftigen Simulationen des Schweißprozesses berücksichtigt werden.

Das Ziel dieser Arbeit ist es, den Einfluss unterschiedlicher Schweißparameter auf den Prozess direkt zu untersuchen, da bisherige Messungen ausschließlich an erkälten Nähten stattfanden

oder nur in ausreichendem Abstand zur Rührzone möglich sind. Um dies zu erreichen, wurden die Auswirkungen unterschiedlicher Schweißparameter auf die Phasenzusammensetzung verschiedener Stähle (S355, 1.4462, 1.4410) untersucht. Zusätzlich wurden die Phasenumwandlungen in den für das Rührreibschweißen genutzten Stahlsorten erstmals in einem Dilatometer mit gleichzeitiger Röntgendiffraktion analysiert. Die dabei verwendeten Temperaturprofile wurden entsprechend der unterschiedlichen Schweißparameter variiert, um auf diese Weise den thermischen vom mechanischen Teil des Prozesses entkoppelt betrachten zu können. Die erhaltenen Ergebnisse über die Phasenanteile in Abhängigkeit von der Temperatur in Kombination mit dem Dilatometersignal sind wertvolle zusätzliche Informationen zur Interpretation der Ergebnisse der *in situ* FSW-Experimente. Um diese Ergebnisse weiter zu untermauern, wurden an Querschnitten der erzeugten Schweißnähte EBSD-Messungen (Electron BackScatter Diffraction) durchgeführt. Des Weiteren wurden die Resultate mit Ergebnissen von thermischen Berechnungen, die für die untersuchten Stähle mit der Software „Thermocalc“ durchgeführt wurden, verglichen.

In den folgenden Kapiteln werden zunächst das Verfahren des Rührreibschweißens sowie die untersuchten Stahlsorten vorgestellt. Nach einem Überblick über die zur Datengewinnung und zur Datenauswertung genutzten Verfahren werden die verwendeten Probenumgebungen FlexiStir und FlexiTherm vorgestellt und die mit ihnen durchgeführten *in situ* Experimente dokumentiert. Anschließend werden die Ergebnisse der ergänzenden *ex situ* Untersuchungen vorgestellt. Nach der gemeinsamen Diskussion der bei den *in situ* und *ex situ* Experimenten erhaltenen Ergebnisse folgen zum Abschluss der Arbeit eine Zusammenfassung und ein kurzer Ausblick auf mögliche zukünftige Experimente.

2. Rührreischweißen – Verfahren und untersuchte Werkstoffe

2.1. Rührreischweißen bis heute

Beim Rührreischweißen handelt es sich um einen Festphasefügeprozess, der 1991 am TWI entwickelt und patentiert wurde. Für das Rührreischweißen wird ein Werkzeug benötigt, das aus hochfestem, temperaturbeständigem Material (z.B. polykristallines kubisches Bornitrid: PCBN) besteht. Der prinzipielle Aufbau eines solchen Werkzeugs ist in Abbildung 2.1 dargestellt. Es besteht aus einem Pin, der in das zu fügende Material eindringt und einer Schulter, die das Entweichen des Materials aus der Naht verhindert. Zu Beginn des Prozesses dringt der Pin des rotierenden Werkzeugs unter großem Kraftaufwand in das Werkstück ein und heizt es durch Reibung auf. Die hierfür notwendige Kraft ist von der Eindringgeschwindigkeit und dem zu fügenden Material abhängig. Ist der gesamte Pin ins Material eingetaucht, kommt es auch zwischen Werkstoff und Schulter zum Kontakt und zu einem zusätzlichen Eintrag von Reibungswärme. Das durch die Reibungswärme plastifizierte Material unter dem Werkzeug wird durch die Rotationsbewegung des Werkzeugs verrührt und durch die Translationsbewegung des Werkzeugs entlang der Werkstückoberfläche entsteht die Schweißnaht. Eine entscheidende Rolle für das Gelingen des Prozesses spielt die Wahl der Rotations- und Vorschubgeschwindigkeit, da durch die Reibung genügend Energie ins Material eingetragen werden muss, um es zu plastifizieren, das Schmelzen jedoch verhindert werden muss. Um ein Eintauchen oder Verkanten des Werkzeugs zu verhindern, wird das Werkzeug nicht plan auf das Schweißgut aufgesetzt, sondern wie in Abbildung 5.2 gezeigt, leicht angewinkelt.

Da sich Rotations- und Translationsbewegung beim Schweißen überlagern, ist die resultierende Naht nicht symmetrisch. Auf der einen Seite des Pins zeigen Vorschub- und Rotationsgeschwindigkeit in die gleiche Richtung (advancing side, AS), auf der anderen Seite haben sie einander entgegengesetzte Richtungen (retreating side, RS). Zusätzlich lassen sich unterschiedliche Zonen innerhalb der Naht und in ihrer unmittelbaren Umgebung unterscheiden. Der Bereich, der durch den Pin verrührt wird, wird als Rührzone (stir zone, SZ) bezeichnet. Material, das unter der Schulter sowohl dem mechanischen als auch dem thermischen Einfluss des Prozesses aus-

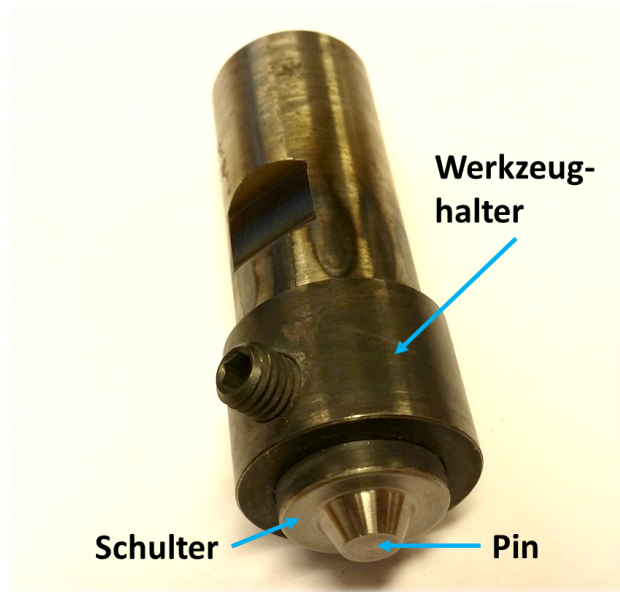


Abbildung 2.1.: Aufbau eines Werkzeugs, das für das Rührreibschweißen benötigt wird.

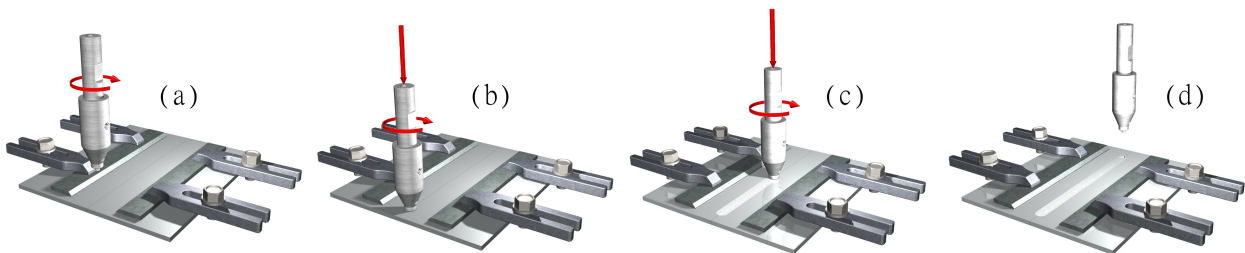


Abbildung 2.2.: Prinzipieller Ablauf des Schweißprozesses. Zunächst nähert sich das rotierende Werkzeug den eingespannten Fügepartnern an (a). Durch die Reibungswärme wird das Material plastifiziert und der Pin dringt in das Werkstück ein (b). Sobald die Schulter auf der Oberfläche aufliegt, beginnt durch die Translationsbewegung die Erzeugung der Schweißnaht (c). Nach Beendigung des Fügeprozesses wird das unversehrte Werkzeug entfernt (d). Mit freundlicher Genehmigung vom Helmholtz-Zentrum Geesthacht.

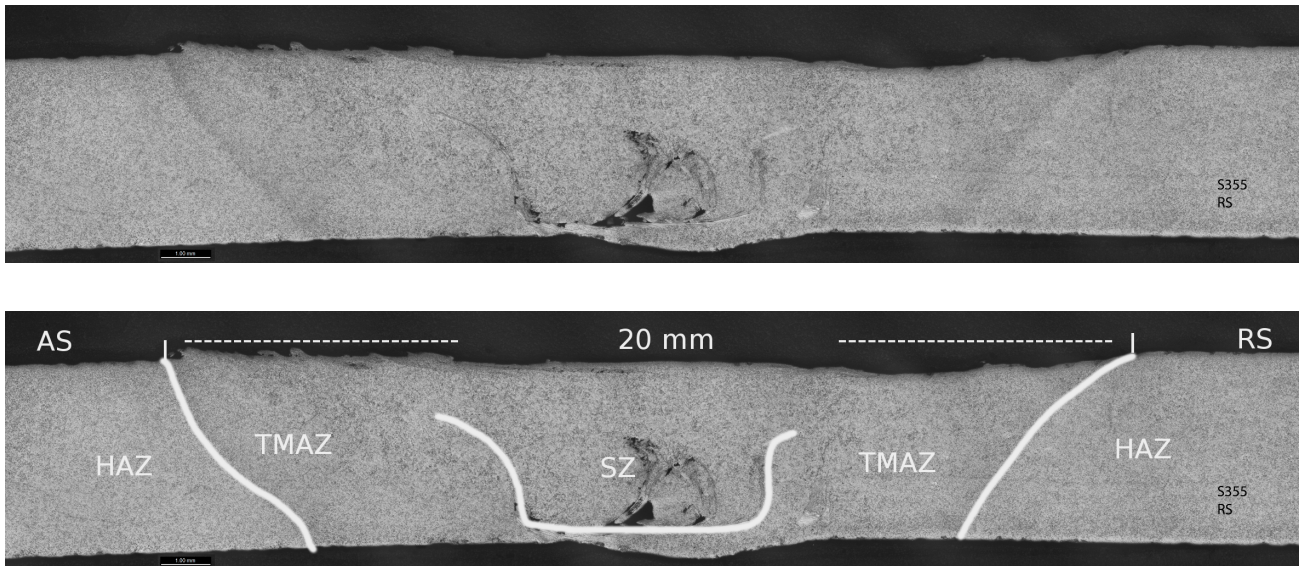


Abbildung 2.3.: Schliffbild einer FSW-Naht mit (unten) und ohne (oben) Beschriftung der unterschiedlichen Bereiche der Schweißnaht.

gesetzt war, bildet die thermo-mechanisch beeinflusste Zone (thermo-mechanical affected zone, TMAZ). Bereiche, die ausschließlich thermisch belastet wurden, werden als Wärmeeinflusszone (heat affected zone, HAZ) bezeichnet. Abbildung 2.3 zeigt die genannten Zonen anhand eines Schliffbildes.

Ziel des Prozesses ist eine Naht, die in ihren mechanischen und chemischen Eigenschaften an die des Grundmaterials heranreicht. Da die Mikrostruktur des Stahls diese Eigenschaften bestimmt, ist eine detaillierte Kenntnis der während des gesamten Fügeprozesses ablaufenden Umwandlungsprozesse notwendig, um eine aussagekräftige Simulation zu ermöglichen. Der hierfür notwendige Zusammenhang zwischen den Schweißparametern und den auftretenden Prozessbedingungen ist deutlich komplexer als für herkömmliche Schweißverfahren, da sie nur im Zusammenhang betrachtet werden können. Eine Verdopplung der Rotationsgeschwindigkeit führt z.B. nicht zu einem doppelten Energieeintrag. Ein Vergleich der Aussagekraft unterschiedlicher „Kennzahlen“ ist in [14] zu finden. Demnach liefert der als Heat Index (HI) bezeichnete Quotient aus Leistung (P) und Vorschubgeschwindigkeit (v) die beste Korrelation mit der Mikrostruktur der Nähte. Er gibt die pro Strecke eingebrachte Energie an und wird daher analog zu anderen Schweißverfahren auch als Streckenenergie bezeichnet.

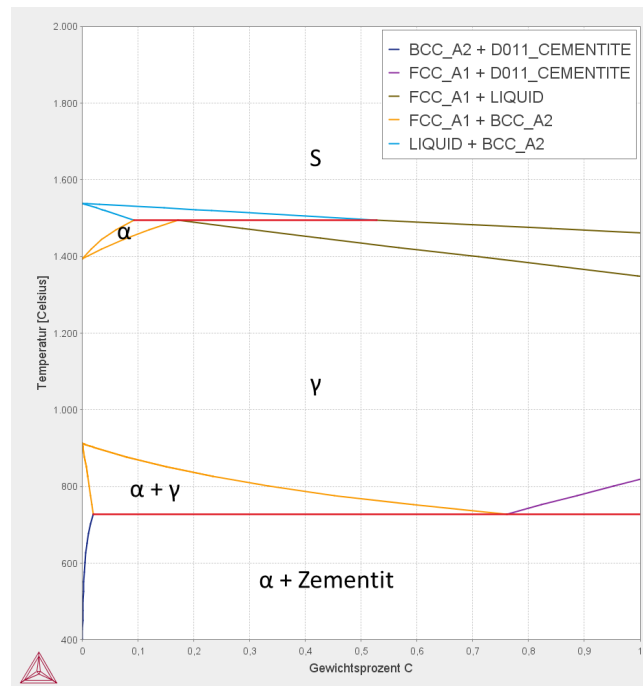


Abbildung 2.4.: Eisen-Kohlenstoff Zustandsschaubild: Mit steigendem Kohlenstoffgehalt vergrößert sich das γ -Gebiet. Für einen Kohlenstoffgehalt von 0,2% sinkt die Übergangstemperatur $\alpha \rightarrow \gamma$ von 911 °C auf ca. 840 °C ab.

2.2. Stahl: Grundlegendes und untersuchte Werkstoffe

Der folgende Abschnitt gibt einen kurzen Überblick über die wichtigsten Grundlagen der Legierungsbildung in Stählen. Für eine ausführliche Darstellung sei auf [15] und [16] verwiesen, an denen sich auch dieser Überblick orientiert.

Reines Eisen besitzt bei 20 °C eine kubisch-raumzentrierte Struktur (bcc) mit einer Gitterkonstante von 2,866 Å. Bei Temperaturen zwischen 911 °C und 1392 °C liegt es in kubisch-flächenzentrierter (fcc) Konfiguration vor. Bei noch höheren Temperaturen liegt bis zur Schmelze (1535 °C) erneut die raumzentrierte Struktur vor. Sowohl bei reinem Eisen als auch bei Mischkristallen werden die beiden Modifikationen als Ferrit (bcc, α -Phase), bzw. Austenit (fcc, γ -Phase) bezeichnet. Durch die gezielte Zugabe von Elementen, das Legieren, lassen sich seine Eigenschaften wie beispielsweise Festigkeit, Zähigkeit und Korrosionsbeständigkeit beeinflussen. Als Stähle werden alle Legierungen bezeichnet, die einen Eisengehalt von >50% besitzen und deren Kohlenstoffgehalt unter 2% liegt. Eisenlegierungen mit mehr als 2% Kohlenstoff werden dagegen als Gusseisen bezeichnet. Abbildung 2.4 zeigt den Ausschnitt des binären Eisen-Kohlenstoffsystems im Bereich bis 1% Kohlenstoff, der als „Stahlecke“ bezeichnet wird.

Der Einbau der Legierungselemente in das Kristallgitter des Eisens kann dabei auf zwei unterschiedliche Arten erfolgen. Die erste Möglichkeit besteht darin, die Gitterplätze des Eisens

zu besetzen, was als Substitutionsmischkristall bezeichnet wird. Die zweite Möglichkeit ist die Einlagerung in die Gitterlücken des Eisens, was zu Einlagerungsmischkristallen führt. Über welchen der beiden Mechanismen die Atome in das Gitter eingebaut werden, hängt wesentlich von der Größe der Legierungsatome ab. Elemente, die einen vergleichbaren Atomdurchmesser wie Eisen ($2,80 \text{ \AA}$) besitzen, können ohne starke Verzerrung des Gitters auf den Gitterplätzen des Eisens eingebaut werden. Für Elemente mit deutlich kleinerem Atomdurchmesser wie Kohlenstoff ($1,55 \text{ \AA}$) und Stickstoff ($1,40 \text{ \AA}$), bieten die Gitterlücken genügend Platz, um eine Einlagerung zu ermöglichen. Die genaue Position der Einlagerung ist dabei nicht ausschließlich von der Größe der Gitterlücke abhängig, sondern auch von der durch die Einlagerung ausgehenden Verzerrung des Gesamtgitters. Von den beiden im bcc-Gitter vorliegenden unterschiedlichen Arten an Gitterlücken wird vom Kohlenstoff trotz der geringeren Größe die Oktaederlücke ($0,38 \text{ \AA}$ zu den beiden nächsten Nachbarn) und nicht die größere Tetraederlücke ($0,65 \text{ \AA}$ zu den vier nächsten Nachbarn) besetzt. Ausschlaggebend ist hier, dass im ersten Fall nur zwei nächste Nachbarn existieren, die verschoben werden müssen und so insgesamt die Verzerrung geringer ist. Wegen der geringen Größe der Lücke und der notwendigen Gitterverzerrung kann auf diese Weise nur eine kleine Anzahl von Atomen eingelagert werden, was in einer sehr geringen Löslichkeit resultiert. Bezogen auf Kohlenstoff bedeutet das, dass bei $20 \text{ }^\circ\text{C}$ maximal $0,00001\%$ und bei $723 \text{ }^\circ\text{C}$ höchstens $0,02\%$ gelöst werden können.

Im fcc-Gitter des Eisens existieren ebenfalls sowohl Oktaeder- als auch Tetraederlücken. Da hier die Oktaederlücke deutlich größer ($1,03 \text{ \AA}$) ist, werden mit Ausnahme des Wasserstoffs alle Elemente mit kleinem Atomradius an dieser Position eingelagert und die Verzerrung des Gitters ist gering. Daher ist die Löslichkeit für Kohlenstoff in dieser Phase mit $0,8\%$ bei $723 \text{ }^\circ\text{C}$ und $2,06\%$ bei $1147 \text{ }^\circ\text{C}$ wesentlich größer als in der bcc-Phase. Dieser große Unterschied kann dazu führen, dass beim Abkühlen eines kohlenstoffhaltigen Stahls die Löslichkeit unterschritten wird und entweder elementarer Kohlenstoff in Form von Graphit ausfällt oder sich Eisencarbide bilden. Das wichtigste von ihnen ist das Fe_3C , das als Zementit bezeichnet wird. In welcher Form der Kohlenstoff ausfällt, hängt dabei unter anderem von der Abkühlgeschwindigkeit ab. Die Bildung von Graphit wird von einer hohen, die von Zementit dagegen von einer niedrigen Abkühlgeschwindigkeit begünstigt. Wegen ihrer besonders hohen Festigkeit sind Carbide von entscheidender Bedeutung für die mechanischen Eigenschaften eines Stahls. Neben möglichen positiven Effekten, wie einer gesteigerten Härte und einer geringeren Verformbarkeit, können sie auch negative Auswirkungen haben, wie z.B. eine Versprödung des Werkstoffs.

2.2.1. Unlegierte Stähle

Bei unlegierten Kohlenstoffstählen kommt es bei der Wärmebehandlung abhängig von der Abkühlgeschwindigkeit zur Ausbildung unterschiedlicher Gefügearten. Die Ursache dafür sind die endlichen Diffusionsgeschwindigkeiten der Eisen- und Kohlenstoffatome im Stahl.

Martensit

Bei sehr hohen Abkühlraten haben weder die Eisenatome noch die im Austenit interstitiell gelösten Kohlenstoffatome Zeit zur Diffusion. Das fcc-Gitter klappt daher in einer diffusionslosen Bewegung in das bcc-Gitter um und die gelösten Kohlenstoffatome verursachen eine tetragonale Verzerrung des Ferritgitters. Diese Verzerrung ist nicht in alle Kristallrichtungen gleich groß, sondern besitzt eine Vorzugsorientierung, die daraus resultiert, dass sich die Kohlenstoffatome im Austenit in den Oktaederlücken befinden und nach dem Umklappen automatisch die c-Achse des verzerrten bcc-Gitters besetzen. Das auf diese Weise entstandene Gefüge wird als Martensit bezeichnet. Das Verhältnis der Gitterkonstanten c_M/a_M des tetragonalen Martensitgitters ist proportional zum Kohlenstoffgehalt. Ob die beschriebene Verzerrung auch bei sehr geringen Kohlenstoffgehalten auftritt, ist nicht abschließend geklärt, da die für die martensitische Umwandlung notwendigen Abkühlraten mit abnehmendem Kohlenstoffgehalt stark steigen und für sehr geringe Kohlenstoffgehalte kaum realisiert werden können.

Perlit

Bei einer sehr langsamen Abkühlung ($<1 \text{ K/s}$) können sowohl die Kohlenstoff- als auch die Eisenatome diffundieren. Durch lokale Unterschiede in der Kohlenstoffkonzentration bilden sich Zementitkeime, die beim Wachsen dem Austenit Kohlenstoff entziehen. Im kohlenstoffverarmten Austenit ist anschließend die Bildung von Ferrit energetisch günstiger als das weitere Anwachsen des Zementitkeims. Der im Ferrit verbliebene Kohlenstoff diffundiert anschließend wegen der besseren Löslichkeit in den Austenit, in dem auf diese Weise erneut ein Überschuss an Kohlenstoff vorliegt, der zu einem neuen Zementitkeim führt. Das so entstehende Gefüge aus Ferrit- und Zementitplatten wird als Perlit bezeichnet.

Bainit

Ist durch die Abkühlgeschwindigkeit die Diffusion der Eisenatome verhindert, die der Kohlenstoffatome dagegen ermöglicht, kommt es zur Bildung eines Zwischengefüges, welches als Bainit bezeichnet wird. Wie beim Perlit kommt es zur Bildung von Ferritplatten, die je nach Bildungstemperatur von Zementitausscheidungen umgeben sind oder Zementitausscheidungen beinhalten.

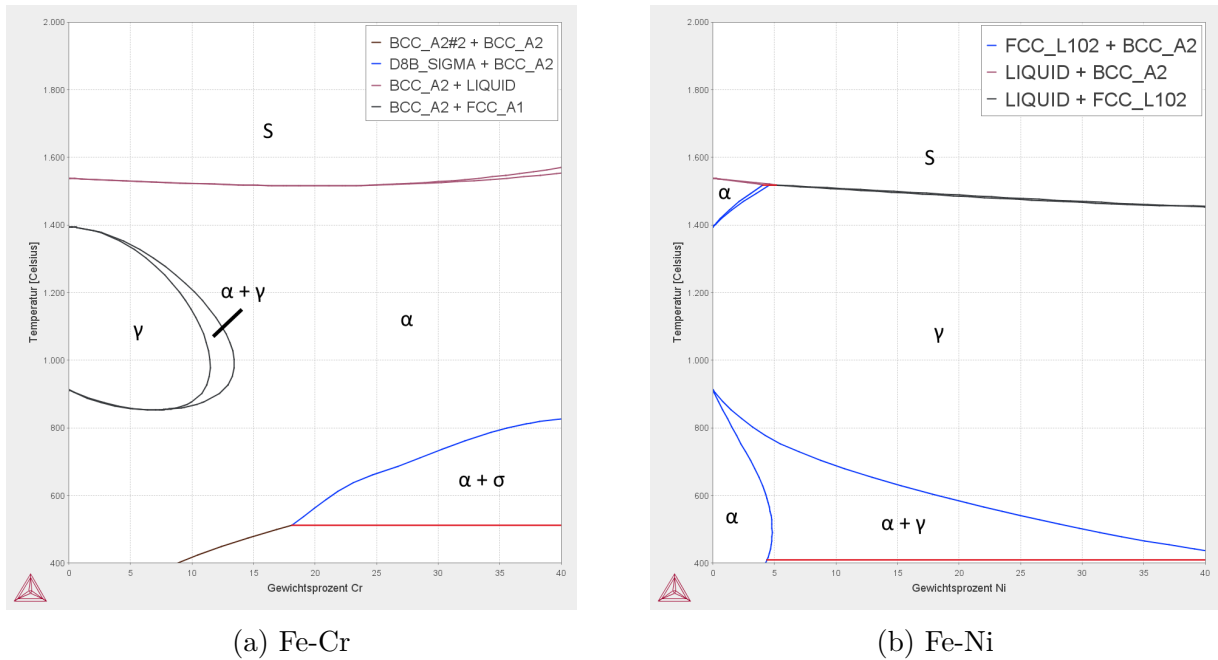


Abbildung 2.5.: Fe-Cr (a) und Fe-Ni (b) Zustandsschaubilder: Chrom schnürt das γ -Gebiet ein, Nickel weitet es aus.

2.2.2. Hochlegierte Stähle

Zur Verbesserung der mechanischen Eigenschaften und der Korrosionsbeständigkeit können dem Stahl Legierungselemente zugegeben werden. Eine für die späteren Eigenschaften des Stahls besonders wichtige Rolle spielt dabei die Fähigkeit von Legierungselementen, die Größe des Austenitgebiets zu beeinflussen. Grundsätzlich werden dabei zwei Kategorien von Elementen unterschieden: die Ferritbildner, die das Austenitgebiet einschnüren und die Austenitbildner, die dafür sorgen, dass sich das Gebiet bis hinunter zur Raumtemperatur ausdehnen kann. Die wichtigsten Austenitbildner, die γ -Substitutionsmischkristalle bilden, sind Nickel, Mangan und Cobalt. Kohlenstoff und Stickstoff erweitern ebenfalls das γ -Gebiet, werden jedoch interstitiell eingelagert. Chrom, Molybdän und Silizium engen dagegen das γ -Gebiet mit zunehmendem Legierungsgehalt ein. In Abbildung 2.5 sind das Eisen-Chrom- und das Eisen-Nickel-Zustandsschaubild dargestellt. Für eine bessere Vergleichbarkeit der unterschiedlichen Stahlsorten werden die übrigen Legierungselemente im Cr- bzw. Ni-Äquivalent zusammengefasst:

$$Cr_{\text{Schäffler}} = Cr\% + Mo\% + 1,5Si\% + 0,5Nb\% + 2Ti\%, \quad (2.1)$$

$$Ni_{\text{Schäffler}} = Ni\% + 30C\% + 0,5Mn\%. \quad (2.2)$$

Die unterschiedliche Gewichtung spiegelt dabei die jeweilige Stärke der Austenit- bzw. Ferrit-

1.4462

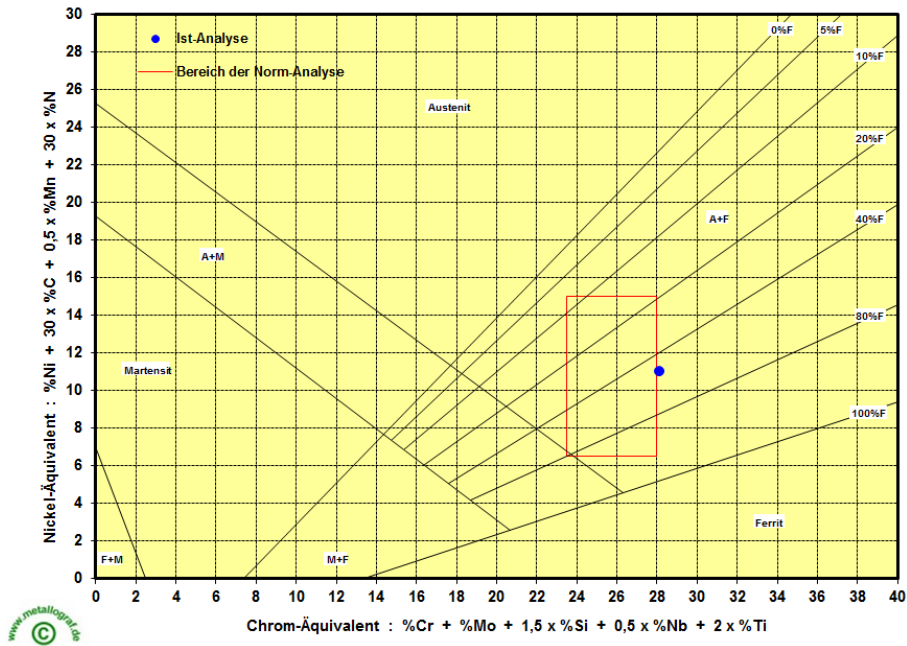


Abbildung 2.6.: Schäffler-Diagramm: mit den Cr- und Ni-Äquivalenten lässt sich die Mikrostruktur abschätzen [17]. Eingetragen sind die Werte des DSS 1.4462.

bildner wider. Mit Hilfe der Cr- und Ni-Äquivalente lässt sich anhand des Schäffler-Diagramms (Abbildung 2.6) die resultierende Mikrostruktur für einen weiten Konzentrationsbereich abschätzen. Im Schäffler-Diagramm lässt sich gut erkennen, dass sich das gewünschte Gefüge nur in hochlegierten Stählen realisieren lässt. Ein Chromgehalt von unter 20% ist kaum zu erreichen, da ansonsten eine Martensitbildung nicht mehr ausgeschlossen werden kann.

Als De Long-Diagramm wird die Weiterentwicklung des Schäffler-Diagramms bezeichnet, das den Stickstoffgehalt berücksichtigt. Für hochlegierte Stähle ist das WRC-1992-Diagramm gebräuchlich, das zwar nur einen kleineren Ausschnitt abdeckt, dafür jedoch eine genauere Aussagefähigkeit besitzt. Die Äquivalente werden dann wie folgt berechnet:

$$Cr_{WRC-1992} = Cr\% + Mo\% + 0,7Nb\%, \tag{2.3}$$

$$Ni_{WRC-1992} = Ni\% + 35C\% + 20N\% + 0,25Mn\%. \tag{2.4}$$

Stähle, die durch ihren erhöhten Chrom- und Nickelgehalt bei Raumtemperatur zu annähernd gleichen Anteilen ferritisch und austenitisch vorliegen, werden als Duplexstähle (duplex stainless steel, DSS) bezeichnet. Eine umfassende Einführung in ihre Eigenschaften findet sich in [18]. Analog zu den unlegierten Stählen lässt sich das Gefüge der Duplexstähle auch durch eine

Wärmebehandlung beeinflussen: beim Lieferzustand handelt es sich also nicht zwangsläufig um einen Gleichgewichtszustand, sondern ebenfalls um das Ergebnis einer Wärmebehandlung.

Als nichtrostende Stähle werden Stähle bezeichnet, die eine erhöhte Korrosions- oder Säurebeständigkeit aufweisen. Diese Beständigkeit wird in erster Linie durch die Zugabe von Chrom realisiert, das ab einem Gewichtsanteil von 12% eine Passivschicht aus Chromoxid an der Oberfläche des Materials bildet. Wird diese Passivschicht durch mechanische oder chemische Einflüsse zerstört, ist der Stahl bis zur erneuten Ausbildung der Oxidschicht ungeschützt. Die Korrosionsbeständigkeit eines Stahls kann mit der Pitting Resistance Equivalent Number (PREN, Gleichung 2.5) angegeben werden, in der neben Chrom auch Molybdän und Stickstoff berücksichtigt werden.

$$PREN = Cr\% + 3,3 \times Mo\% + 16 \times N\% \quad (2.5)$$

Je höher der Wert der PREN, desto korrosionsbeständiger ist der Stahl. Es ist allerdings nicht möglich, diesen Wert durch die Erhöhung des Chrom- oder Molybdänanteils beliebig weiter zu steigern, da mit steigendem Anteil an Legierungselementen auch die Bildung von unerwünschten intermetallischen Phasen begünstigt wird. Zu diesen zählen σ - und χ -Phasen sowie Nitride und Carbide. Die Bildung von Carbiden kann durch einen sehr geringen Kohlenstoffgehalt von unter 0,02% minimiert werden, die übrigen Ausscheidungen lassen sich nur durch optimierte Prozessbedingungen verhindern oder durch eine aufwendige Wärmebehandlung nach dem Schweißen auflösen, da sie sich in Abhängigkeit vom Temperaturverlauf mit Beteiligung der Legierungselemente bilden. Insbesondere sehr hoch legierte Duplexstähle, die als Superduplexstähle bezeichnet werden, stellen die Schmelzschweißverfahren vor Probleme.

2.2.3. Ferritischer Stahl S355

Bei der Stahlsorte S355 (GL-A 36, 1.0583, AH36) handelt es sich um einen unlegierten höherfesten (Schiff-)Baustahl mit ferritischem Gefüge [19]. Sein Name leitet sich aus seiner Verwendung als Konstruktionsstahl (structural) und der Streckgrenze eines 16 mm starken Profils des Werkstoffs ab, die bei 355 N/mm² liegt. Die Bezeichnung „unlegiert“ bezieht sich auf die AISI (American Iron and Steel Institute) Norm, wonach ein Stahl mit maximal 1.8% Mangan als unlegiert bezeichnet wird. Die nominelle chemische Zusammensetzung ist in Tabelle 2.1 angegeben. Abbildung 2.7 zeigt ein kontinuierliches ZTU-Diagramm (Zeit-Temperatur-Umwandlung) für einen Auslagerungszustand des Stahls S355, das für einen (Schmelz-)Schweißprozess mit einer Maximaltemperatur von 1350 °C erzeugt wurde [20]. Mit Hilfe des Diagramms lässt sich die Zusammensetzung der Mikrostruktur einer Schweißnaht nach dem kontinuierlichen Abkühlen mit unterschiedlichen Abkühlraten abschätzen. Die Darstellung ist dabei so gewählt, dass die Zeitachse logarithmisch aufgetragen ist und nicht zum Zeitpunkt der Spitztemperatur

beginnt, sondern eine Sekunde nach Unterschreiten der Austenitisierungstemperatur (A_{c3}) von 857°C . Auf diese Weise ist es möglich, durch unterschiedliche Prozessbedingungen gewonnene ZTU-Diagramme direkt zu vergleichen. Das Ablesen eines ZTU-Diagramms erfolgt dabei entlang der durchgezogenen Abkühlraten. Für den zweiten Temperaturverlauf ergibt sich z. B. bei einem kontinuierlichen Abkühlen in 10 s von 857°C bis unter die Martensitstarttemperatur M_S eine Gefügezusammensetzung aus 15% Bainit (auch als Zwischenstufe bezeichnet, Zw) und 85% Martensit, wobei die Bainitbildung nach 8 s und bei einer Temperatur von 450°C einsetzt. Die resultierende Vickershärte (vgl. Abschnitt 3.4) beträgt bei dieser Zusammensetzung 327 HV 30. Bei einer deutlich langsameren Abkühlung in 300 s von A_{c3} auf M_S beginnt nach 54 s bei einer Temperatur von 680°C die Ferritbildung. Bei Erreichen von 600°C (100 s) setzt die Perlitbildung ein und kurze Zeit später die Bainitbildung. Der erkaltete Werkstoff besteht nach dieser Temperaturführung aus 13% Ferrit, 3% Perlit und 84% Bainit und besitzt eine Härte von 216 HV 30. Da das Gefüge entscheidend von der Zeit abhängt, die das Werkstück benötigt, um von 800°C auf 500°C abzukühlen, wird diese als $t_{8/5}$ bezeichnete Zeit als reziprokes Maß für die Abkühlgeschwindigkeit verwendet.

2.2.4. Duplexstahl 1.4462

Bei der Stahlsorte 1.4462 (UNS S31803, SAF 2205, F51) handelt es sich um einen rostfreien Duplexstahl [21]. Durch seine hohe Korrosionsbeständigkeit (PREN: 35) kann er in einer Vielzahl von Umgebungen eingesetzt werden. Er findet daher Anwendung in der chemischen und petrochemischen Industrie, in Meerwasserentsalzungsanlagen sowie in der Offshore-Technik, z.B. für Sauergasleitungen (H_2S , Produkt bei der Entschwefelung von Mineralölprodukten) und für tragende Konstruktionen. Für Druckbehälter ist er im Temperaturbereich von -10°C bis $+280^\circ\text{C}$ zugelassen.

Anders als in dem zuvor beschriebenen unlegierten Stahl finden die für die Ausbildung des Gefüges verantwortlichen Prozesse im Temperaturbereich zwischen 1200°C und 800°C statt. Anstelle der $t_{8/5}$ -Zeit ist es daher für Duplexstähle sinnvoller und üblich, die $t_{12/8}$ -Zeit anzugeben. Abbildung 2.8 zeigt den Einfluss der Abkühlgeschwindigkeit auf den Ferritgehalt des Werkstoffs. In Abbildung 2.9 ist das isotherme Zeit-Temperatur-Ausscheidungsschaubild für drei Duplexstähle gezeigt, aus dem sich die beim Schweißen auftretenden Ausscheidungen ablesen lassen. Ihre Kristallstrukturen sind in Tabelle 2.2 zusammengestellt. Besonders die als σ -Phase bezeichnete intermetallische Ausscheidung entsteht bei Temperaturen, die während des Rührreibschweißens auftreten. Sie ist unerwünscht, da sie den Werkstoff versprödet und durch den Entzug von Chrom die Korrosionsbeständigkeit des Stahls deutlich herabsetzt. In 1.4462 bildet sie sich bei ausschließlich thermischer Behandlung erst nach einigen Minuten [24, 25, 26]. Der

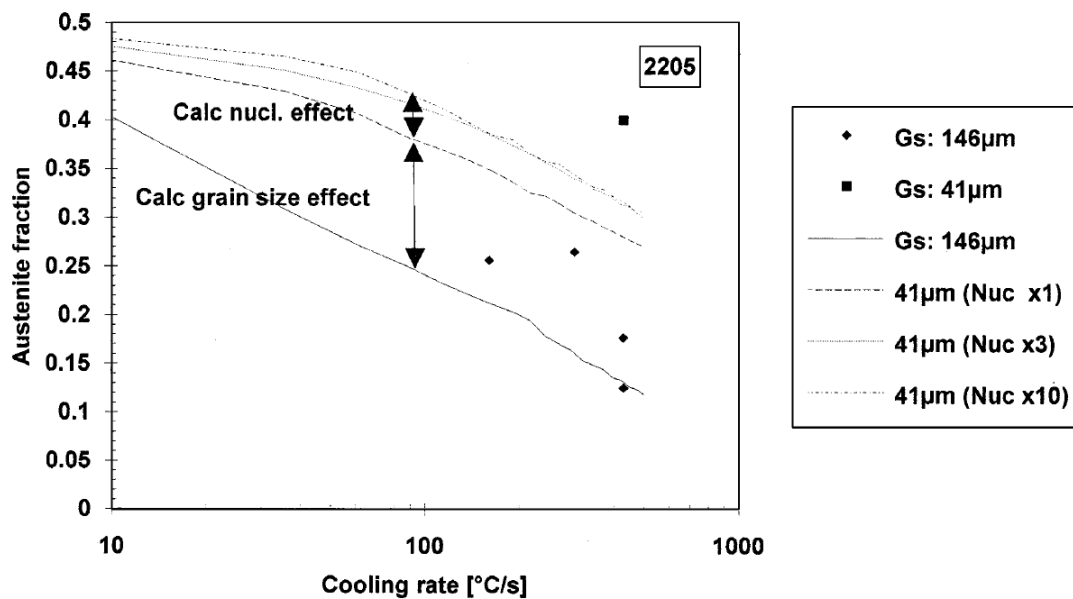


Abbildung 2.8.: Berechnete Abhängigkeit des Austenitanteils von der Abkühlgeschwindigkeit, der Korngröße und dem Stickstoffgehalt [22]. Eine hohe Abkühlrate führt zum Einfrieren des Ferrits.

Vorgang kann jedoch durch zusätzlichen mechanischen Einfluss erheblich beschleunigt werden, sodass erste Ausscheidungen bereits nach weniger als einer Minute nachgewiesen werden können [27].

Auch das Abweichen von den im Grundmaterial vorhandenen Phasenanteilen kann einen negativen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften der Naht haben. Trotz gleichbleibender Härte kann eine verminderte Zähigkeit beobachtet werden [28]. Um den entstehenden Überschuss an Ferrit bei Schmelzschweißverfahren zu begrenzen, können Schweißzusätze eingesetzt werden, die z.B. einen Nickelüberschuss besitzen, und so die Austenitbildung begünstigen.

Für die Verarbeitung der Stähle gibt es Leitfäden diverser Hersteller. Der Produzent Butting empfiehlt für die Warmumformung eine Temperatur zwischen 1000 °C und 1100 °C und das anschließende zügige Abkühlen [29].

2.2.5. Superduplexstahl 1.4410

Bei der Stahlsorte 1.4410 (UNS S32750, SAF 2507, F53) handelt es sich um einen rostfreien Superduplexstahl (super duplex stainless steel, SDSS) [30]. Durch den noch höheren Anteil der Legierungselemente Chrom, Molybdän und Stickstoff ist seine Korrosionsbeständigkeit weiter gesteigert (PREN: >40). Er wird daher in besonders korrosiven Umgebungen eingesetzt, in denen der 1.4462 den Anforderungen nicht standhalten kann.

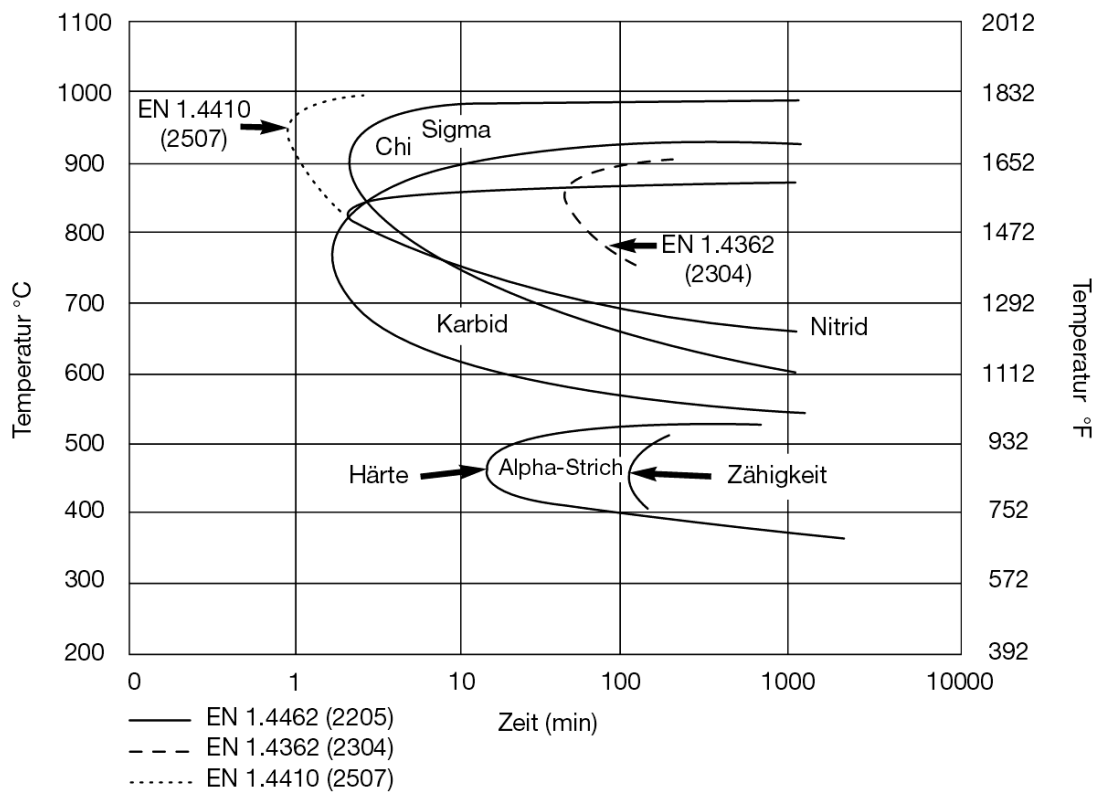


Abbildung 2.9.: Isothermes Zeit-Temperatur-Ausscheidungsdiagramm der Stähle 1.4462 (2205) und 1.4410 (2507) [23].

Stahlsorte	C_{max}	Mn_{max}	Si_{max}	S_{max}	P_{max}	Cr	Ni	Mo	N
S355	0,20	1,60	0,55	0,025	0,025	–	–	–	–
1.4462	0,03	2,00	1,00	0,015	0,035	22,0±1,0	5,0±1,5	3,0±0,5	0,16±0,06
1.4410	0,03	2,00	1,00	0,015	0,035	25,0±1,0	7,0±1,0	4,0±0,5	0,30±0,06

Tabelle 2.1.: Chemische Zusammensetzung der untersuchten Stahlsorten: unlegierter Stahl S355, Duplexstahl 1.4462 und Superduplexstahl 1.4410. Alle Angaben in Gewichtsprozent. In Tabelle 7.1 sind die mittels EDX-Messung bestimmten Werte der Duplexstähle angegeben.

Bei der Verwendung von 1.4410 ist zu beachten, dass durch den höheren Anteil an Legierungselementen die Neigung zur Ausbildung intermetallischer Phasen gegenüber 1.4462 erhöht ist. Bei Temperaturen zwischen 850 °C und 950 °C lassen sie sich bereits nach einer Minute nachweisen [31]. Der empfohlene Temperaturbereich für das Warmumformen liegt zwischen 1050 °C und 1280 °C.

Phase	Struktur	RG	H-M	a	b	c	WP	x	y	z	Fe	Cr	Mo	Ni	C	N
Ferrit	Fe	229	I m -3 m	2,86	-	-	2a	0	0	0						
Austenit	Fe	225	F m -3 m	3,60	-	-	4a	0	0	0						
Zementit	Fe ₃ C	62	P n m a	5,09	6,748	4,523	4c ₁	0,89	0,25	0,45	-	-	-	-	1	-
							4c ₂	0,036	0,25	0,852	1	-	-	-	-	-
							8d	0,186	0,063	0,328	1	-	-	-	-	-
Sigma [32]	Fe-Cr-Mo-Ni	136	P 42/m n m	8,79	-	4,54	2a	0	0	0	0,775	0,145	0,055	0,025	-	-
							4f	0,4	0,4	0	0,320	0,333	0,320	0,028	-	-
							8i ₁	0,464	0,131	0	0,498	0,379	0,074	0,050	-	-
							8i ₂	0,739	0,066	0	0,655	0,070	0,000	0,275	-	-
							8j	0,183	0,183	0,252	0,448	0,513	0,028	0,013	-	-
Chi	Fe-Cr-Mo	217	I -4 3 m	8,92	-	-	2a	0	0	0	0,000	0,000	1,000	-	-	-
							8c	0,317	0,317	0,317	0,000	0,000	1,000	-	-	-
							24g ₁	0,356	0,356	0,042	0,625	0,375	0,000	-	-	-
							24g ₂	0,089	0,0898	0,278	0,875	0,125	0,000	-	-	-
Chromnitrid	Cr ₂ N	162	P -3 1 m	4,80	-	4,47	1a	0	0	0	-	0	-	-	-	1
							2d	0,333	0,667	0,5	-	0	-	-	-	1
							6k	0,333	0	0,25	-	1	-	-	-	0
Eisennitrid	Fe ₄ N	221	P m -3 m	3,78	-	-	1a	0	0	0	1	-	-	-	-	0
							1b	0,5	0,5	0,5	0	-	-	-	-	1
							3c	0	0,5	0,5	1	-	-	-	-	0
Chromcarbid	Cr ₂₃ C ₆	225	F m -3 m	10,6	-	-	4a	0	0	0	-	1	-	-	-	0
							8c	0,25	0,25	0,25	-	1	-	-	-	0
							24e	0,277	0	0	-	0	-	-	-	1
							32f	0,381	0,381	0,381	-	1	-	-	-	0
							48h	0	0,17	0,17	-	1	-	-	-	0

Tabelle 2.2.: Mögliche Phasen der Duplexstähle. Abkürzungen: Raumgruppennummer (RG), Hermann-Mauguin Symbol (H-M), Gitterparameter (a,b,c / [Å]), Wyckoff-Position (WP), Atomposition (x,y,z).

Phase	RG	H-M	a	c	WP	x	y	z
α -Titan	194	P 63/m m c	2,950	4,686	2c	0,333	0,666	0,25
β -Titan	229	I m -3 m	3,282	-	2a	0	0	0
Kupfer	225	F m -3 m	3,615	-	4a	0	0	0

Tabelle 2.3.: Die beiden während der Experimente auftretenden Titankonfigurationen. Auf eine Berücksichtigung der Legierungselemente wurde verzichtet. Zum Vergleich der Reflexpositionen ist Kupfer angegeben. Abkürzungen: Raumgruppennummer (RG), Hermann-Mauguin Symbol (H-M), Gitterparameter (a,c / [Å]), Wyckoff-Position (WP), Atomposition (x,y,z).

2.3. Titanlegierung Ti-6Al-4V

Um während des Schweißprozesses das Schweißgut nicht durch den für die Untersuchung mit Synchrotronstrahlung benötigten Spalt zu pressen, wurde dieser mit einem Streifen aus der Titanlegierung Ti-6Al-4V abgedeckt. Das Material gehört zu den ($\alpha + \beta$)-Titanlegierungen und zeichnet sich durch hohe Festigkeit und hohe Temperaturbeständigkeit bei ausreichender Duktilität aus. Für die Streuexperimente bietet Titan gegenüber Kupfer neben dem höheren Schmelzpunkt den Vorteil, dass sich die Reflexe nicht mit denen der beiden Eisenphasen überlappen.

3. Grundlagen der genutzten Untersuchungsmethoden

In diesem Kapitel werden die Grundlagen der verwendeten Untersuchungsmethoden sowie die für die Messungen genutzten Synchrotronmessplätze vorgestellt.

3.1. Erzeugung und Nachweis hochenergetischer monochromatischer Röntgenstrahlung

Die Erzeugung der 1895 von W. C. Röntgen entdeckten Röntgenstrahlung beruht darauf, dass eine beschleunigte Ladung elektromagnetische Strahlung aussendet [33, 34]. Die erste experimentelle Beobachtung von Röntgenstrahlung an einem Synchrotron gelang 1947 bei General Electric [35, 36]. An dem für die Teilchenphysik genutzten Synchrotron war die Strahlung zunächst ein unerwünschter Energieverlust der im Ring auf einer Kreisbahn fliegenden geladenen Teilchen und wurde erst später, zunächst parasitär, für physikalische Experimente genutzt. Heute existieren weltweit eine ganze Reihe von Speicherringen, die ausschließlich zur Erzeugung von Röntgenstrahlung gebaut und optimiert wurden. Verglichen mit den an Röntgenröhren erreichbaren Flüssen ist die an Speicherringen mögliche Intensität und Brillanz um einige Größenordnungen höher.

Bei den Ladungsträgern handelt es sich entweder um Elektronen, oder wegen des geringeren Aktivierungspotenzials um Positronen, die in einem Vorbeschleuniger (Synchrotron) zunächst auf annähernd Lichtgeschwindigkeit beschleunigt werden. Anschließend werden sie in den Speicherring injiziert und können dort zur Strahlerzeugung verwendet werden. Der zeitliche Abstand zwischen zwei Injektionen hängt sowohl von der Lebensdauer der Ladungsträger (bzw. deren Verlustrate) als auch von der angestrebten maximalen Differenz zwischen maximaler und minimaler Stromstärke im Speicherring ab. Der Aufbau der zum Ablenken der Ladungsträger verwendeten magnetischen Strukturen ist für die Charakteristik der erzeugten Strahlung entscheidend und wurde im Laufe der Zeit stetig verbessert und auf neue Bedürfnisse angepasst. Zunächst wurden einfache Magnete verwendet, die die Ladungsträger auf die Kreisbahn zwin-

gen (Ablenkmagnet, 1. Generation). Durch das Aneinanderreihen von Elektromagneten mit alternierender Polung entstand daraus der Wiggler, in dem die Ladungen auf eine Slalombahn gezwungen werden (Wiggler, 2. Generation). Da die Flugrichtung der geladenen Teilchen vor und hinter dem Wiggler gleich bleibt, werden zusätzlich Ablenkmagnete verwendet, um das Ladungspaket auf der Kreisbahn zu halten. Die Weiterentwicklung des Wigglers stellt der Undulator (3. Generation) dar. Die Länge der einzelnen Magnete ist in diesem Fall so gewählt, dass sich die emittierte Strahlung für bestimmte Energien konstruktiv überlagert. Auf diese Weise kann Strahlung erzeugt werden, deren Brillanz mit 10^{21} Photonen / (s mrad² mm² 0,1%BW) mehr als drei Größenordnungen höher liegt als bei einfachen Ablenkmagneten.

Abhängig von der zur Erzeugung verwendeten Struktur besitzt die Strahlung eine breite Wellenlängenverteilung und muss vor der Nutzung in Streuexperimenten mit nicht energiedispersiven Detektoren monochromatisiert werden (Unterabschnitt 3.2.1), da es andernfalls zu einer Überlagerung der Reflexe für verschiedene Energien kommen würde. Um aus dem breiten Spektrum ein schmales Energieband herauszufiltern, werden Monochromatoren eingesetzt. Eine Möglichkeit besteht darin, die Gitterebenen eines Einkristalls zu nutzen: aus dem weißen Strahl werden nur die Anteile der Strahlung reflektiert, für deren Wellenlänge λ zusammen mit den genutzten Netzebenen mit Abstand d für den Einfallswinkel θ die Bragg-Gleichung erfüllt ist (vgl. Gleichung 3.15). Neben der Wellenlänge λ_m werden auch die höherenergetischen Anteile mit den Wellenlängen λ_m/n ($n \in \mathbb{N}$) reflektiert.

Um den Fluss und die Brillanz zu erhöhen, ist es möglich, gebogene Monochromatorkristalle zu verwenden. Ihr Krümmungsradius kann entweder so gewählt werden, dass die reflektierte Strahlung nahezu parallel ist, was Experimente ermöglicht, die eine geringe Divergenz benötigen. Oder die Strahlung wird in eine Linie fokussiert, um eine größere Intensität am Probenort zu erreichen. Durch einen weiteren gebogenen Kristall oder einen Röntgenspiegel kann auch eine zweidimensional Fokussierung erreicht werden.

3.1.1. HARWI II

Der Messplatz HARWIII (HARWI: Harter Röntgen Wiggler) war eine Experimentierstation am Speicherring DORIS III, einer Synchrotronstrahlungsquelle der zweiten Generation [37], und wurde bis zu seiner planmäßigen Stilllegung im Januar 2013 vom Helmholtz-Zentrum Geesthacht betrieben. An ihm wurde FlexiStir (Abschnitt 4.1) zum ersten Mal für *in situ* Experimente genutzt, und auch die ersten Versuche mit dem Schweißen von Stahl wurden dort durchgeführt. Durch die flexible Gestaltung und die großzügige Dimensionierung des Messplatzes waren unterschiedlichste Messmethoden realisierbar. Neben einem Diffraktometer für Streuexperimente stand ein Aufbau für die Mikrotomographie zur Verfügung, der sich in kürzester Zeit in eine

Grube absenken ließ, um Platz für große Probenumgebungen zu gewinnen.

Als Monochromator für das Wigglerpektrum diente entweder ein doppelter Laue-Monochromator (horizontaler Monochromator, 50 bis 250 keV), der für die Diffraktionsexperimente genutzt wurde oder ein aus zwei gebogenen Siliziumkristallen bestehender Monochromator (vertikaler Monochromator, 20 bis 200 keV), der für die bildgebenden Verfahren optimiert war. Der für die Rührreißschweißexperimente verwendete horizontale Monochromator war auf eine Energie von 100 keV optimiert und lieferte dort einen Fluss von $5 \cdot 10^{11}$ Photonen pro Sekunde und Quadratmillimeter (0,1% BW).

3.1.2. HEMS

Der größte Teil der für diese Arbeit verwendeten Daten wurde am Messplatz EH3 an der High-Energy Materials Science (HEMS) Beamline gewonnen [38, 39]. Die Beamline befindet sich in der „Max von Laue“ Experimentierhalle am PETRA III Speicherring und wird als Nachfolger von HARWIII ebenfalls vom Helmholtz-Zentrum Geesthacht betrieben. Der Messplatz ist speziell auf den Einsatz von großen Probenumgebungen ausgelegt und bietet mit dem zur Verfügung stehenden Energiebereich optimale Voraussetzungen für die Untersuchung materialwissenschaftlicher Fragestellungen. Die hohe Intensität und Brillanz des Röntgenstrahls ermöglichen es zudem, besonders hoch aufgelöste Messungen, was Ort und Zeit angeht, durchzuführen.

Erreicht wird dieser Zugewinn an Intensität durch die Verwendung eines 2 m langen Undulators [40] und eines Doppelkristallmonochromators (Double Crystal Monochromator, DCM) mit zwei gebogenen Si(111) Laue-Kristallen [39]. Um den Fluss weiter zu steigern, ist der Einbau eines „in Vakuum“-Undulators geplant. In Abbildung 3.1 ist die Brillanz der aktuell und zukünftig an PETRA III eingesetzten Undulatoren für einen weiten Energiebereich angegeben. Der Fluss an HEMS bei 100 keV beträgt $7 \cdot 10^{11}$ Photonen/(s·mm). Da die Brillanz zusätzlich deutlich höher ist als an HARWIII, kann mit einem deutlich kleineren Strahl gemessen werden.

Parallel zum Hauptstrahl kann ein zusätzlicher Messplatz betrieben werden, der als EH1 (P07b, Seitenstation) bezeichnet wird. Hierfür wird aus dem Undulatorspektrum mit einem Kristall ein schmales Energieband „herausgeschnitten“ und über ein separates Strahlrohr an das Experiment geleitet. Anders als am Hauptstrahl ist die Wahl der Wellenlänge nicht frei, sondern durch die beiden separaten Kristalle (Single Bounce Monochromator, SBM, Gitterebenen: Si(111) und Si(220)) auf die Energien 53 keV und 87 keV beschränkt. Für 87 keV beträgt der Fluss $7 \cdot 10^9$ Photonen/(s·mm).

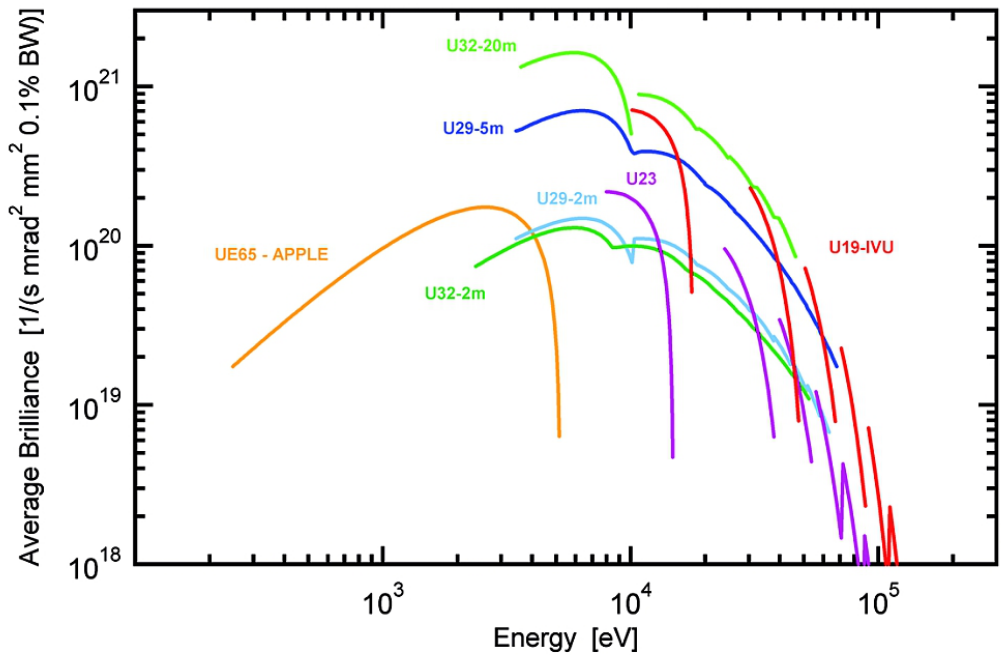


Abbildung 3.1.: Vergleich der an PETRA III eingesetzten und geplanten Undulatoren.

3.1.3. Detektoren

Bei dem MAR345-Detektor handelt es sich um einen Image-Plate Detektor des Herstellers Marresearch GmbH (jetzt: marXperts GmbH [41]) mit einer Pixelgröße von $150 \times 150 \mu\text{m}$. Die aktive Detektorfläche ist kreisförmig mit einem Durchmesser von 345 mm. Bei der Belichtung mit Röntgenstrahlung wird die lichtempfindliche Schicht aktiviert. Durch einen HeNe-Laser wird das Bild in sichtbares Licht konvertiert und digitalisiert. Das Löschen der Image-Plate findet anschließend durch die Bestrahlung mit UV-Licht statt. Die Frequenz der Messungen ist durch die zum Auslesen und Löschen benötigte Zeit von ca. 60 s begrenzt. Allerdings tritt bei dieser „analogen“ Messung kaum Rauschen durch Elektronik auf. Der MAR345 wurde für die Texturmessungen verwendet.

Für die Messungen der Messzeit I an HARWI wurde ein MAR555-Detektor des selben Herstellers eingesetzt. Dieser besitzt eine Auflösung von 3072×2560 Pixel bei einer Pixelgröße von $139 \mu\text{m}$, was eine aktive Detektorfläche von $430 \times 350 \text{ mm}^2$ (Diagonale: 555 mm) ergibt. Der Nachweis der Photonen findet durch die direkte Ladungserzeugung in einer Selenschicht statt. Die während der Messungen für diese Arbeit (Messzeit I) mögliche Zeitauflösung lag bei 14 s.

Bei den Messzeiten II und III wurde ein Detektor der Baureihe 1621 des Herstellers PerkinElmer genutzt [42]. Dieser besitzt eine aktive Fläche von $410 \times 410 \text{ mm}^2$ bei einer Auflösung von 2048×2048 Pixeln ($200 \mu\text{m}$ Pixelgröße). Der Nachweis findet über amorphes Silizium statt

und die maximale Bildrate beträgt 15 Hz. Ein kleiner Nachteil dieses Detektors ist, dass sich die Bildaufnahme (noch) nicht extern triggern lässt: der Detektor nimmt kontinuierlich Bilder mit der eingestellten Belichtungszeit auf und gibt das erste vollständige nach dem Befehl zur Datennahme aus. Dies führt zu einer maximalen Ungenauigkeit des Messbeginns von einer Belichtungszeit.

3.2. Röntgendiffraktion

Mit Hilfe der Röntgendiffraktion ist es möglich, eine Vielzahl an Informationen über die in einem Werkstoff vorliegende Mikrostruktur zu gewinnen. Neben der Unterscheidung und Quantifizierung verschiedener Gefügebestandteile anhand ihrer charakteristischen Kristallstruktur können unter anderem auch Eigenspannungen und Kristallgrößen bestimmt werden. Einer ihrer größten Vorteile ist die Möglichkeit der zerstörungsfreien Untersuchung, die *in situ* Experimente ermöglicht. Dass die so gewonnenen Daten eine Aussage über ein größeres und über die gesamte Probendicke gemittelt Probenvolumen zulassen, ist ein weiterer Vorteil gegenüber vielen anderen Untersuchungsmethoden, die nur Informationen über die Oberfläche der untersuchten Probe liefern. In den folgenden Abschnitten werden zunächst die Grundlagen der Röntgenbeugung zusammengefasst und die Besonderheiten bei hohen Energien dargestellt. Anschließend wird auf die Reduktion der bei den Diffraktionsexperimenten gewonnenen Daten eingegangen und die zur Auswertung genutzte Methode der Phasenanalyse vorgestellt. Einen ausführlichen Überblick über die Methode der Pulverdiffraktion liefert [43].

3.2.1. Grundlagen

Den Grundstein für die Röntgenbeugung an Kristallen legte 1912 Max von Laue mit seiner Theorie zur Interferenz von Röntgenstrahlen, die von Friedrich und Knipping experimentell bestätigt werden konnte [44]. Für diese Arbeit wurde er 1914 mit dem Physiknobelpreis ausgezeichnet. Auf dieser neuen Untersuchungsmethode aufbauend, wurden in den folgenden Jahren eine Reihe weiterer Arbeiten mit dieser Auszeichnung geehrt. Die folgende Darstellung der Grundlagen der Röntgenbeugung ist an das Kapitel 11 aus [45] angelehnt.

Kristalle

Als Kristalle werden dreidimensionale Festkörper bezeichnet, deren atomarer Aufbau eine Periodizität aufweist. Seien \vec{a} , \vec{b} und \vec{c} drei nicht komplanare Vektoren mit den Längen und Richtungen dieser Perioden, dann beschreibt der Gittervektor \vec{r} ($u, v, w \in \mathbb{Z}$) mit dem Ursprung in

einem Gitterpunkt jeden anderen Gitterpunkt.

$$\vec{r} = u\vec{a} + v\vec{b} + w\vec{c} \quad (3.1)$$

Durch die Längen der Gittervektoren und die Winkel zwischen ihnen werden die sieben Kristallgitter definiert. Mit zunehmender Symmetrie sind dies

- triklines Kristallsystem ($a \neq b \neq c$ und $\alpha \neq \beta \neq \gamma$),
- monoklines Kristallsystem ($a \neq b \neq c$ und $\alpha = \gamma = 90^\circ \neq \beta$),
- rhombisches Kristallsystem ($a \neq b \neq c$ und $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$),
- hexagonales Kristallsystem ($a = b \neq c$ und $\alpha = \beta = 90^\circ, \gamma = 120^\circ$),
- trigonales Kristallsystem ($a = b = c$ und $\alpha = \beta = \gamma \neq 90^\circ$),
- tetragonales Kristallsystem ($a = b \neq c$ und $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$) und
- kubisches Kristallsystem ($a = b = c$ und $\alpha = \beta = \gamma = 90^\circ$).

Unter Berücksichtigung der im dreidimensionalen Raum möglichen Zentrierungen des Gitters (raum-, flächen- und basiszentriert), ergeben sich 14 unterschiedliche Translationsgitter, die als Bravaisgitter bezeichnet werden. Mit ihnen ist es möglich, die Translationssymmetrie aller Kristalle zu beschreiben.

Jeder Gitterpunkt wird von der sogenannten Basis des Kristalls besetzt. Bei der Basis kann es sich um ein einzelnes Atom (primitives Gitter) oder eine Gruppe von Atomen handeln. Die einzelnen Atome müssen dabei nicht direkt auf den Gitterpunkten positioniert sein, sondern können innerhalb der Einheitszelle verschoben sein. Daher ist es notwendig, alle Atompositionen innerhalb des Gitters festzulegen. Durch Kenntnis von Basis und Gittervektor ist der Kristall eindeutig definiert. Neben der durch den Gittervektor definierten Translationssymmetrie können Kristalle zusätzliche Symmetrien besitzen, die zu der Einteilung in Kristallklassen führt. Diese Symmetrieeoperatoren können Punktspiegelung am Ursprung (Inversion), Spiegelung an Ebenen und Drehungen um Symmetrieachsen (1,2,3,4,6) sein. Die vollständige Beschreibung aller 32 Kristallklassen und 230 Raumgruppen ist in [46] zu finden.

Gitterebenen

Seien die drei Schnittpunkte zwischen einer Ebene und den Achsen \vec{a} , \vec{b} und \vec{c}

$$S_1 : m_1 \vec{a}, \quad (3.2)$$

$$S_2 : m_2 \vec{b}, \quad (3.3)$$

$$S_3 : m_3 \vec{c}. \quad (3.4)$$

Dann beschreibt das als Millersche Indizes bezeichnete Tripel ganzer Zahlen (hkl) mit

$$h = \frac{p}{m_1}, \quad (3.5)$$

$$k = \frac{p}{m_2}, \quad (3.6)$$

$$l = \frac{p}{m_3} \quad (3.7)$$

eine Schar paralleler Netzebenen. Dabei ist p die kleinste ganze Zahl, die das Tripel teilerfremd macht.

Reziprokes Gitter

Das reziproke Gitter ist der Fourierraum des Kristallgitters. Mit den Basisvektoren \vec{a}^* , \vec{b}^* und \vec{c}^* ist es wie folgt definiert:

$$\vec{a}^* = 2\pi \cdot \frac{\vec{b} \times \vec{c}}{\vec{a} \cdot (\vec{b} \times \vec{c})} = \frac{2\pi}{V_E} \cdot (\vec{b} \times \vec{c}), \quad (3.8)$$

$$\vec{b}^* = \frac{2\pi}{V_E} \cdot (\vec{c} \times \vec{a}), \quad (3.9)$$

$$\vec{c}^* = \frac{2\pi}{V_E} \cdot (\vec{a} \times \vec{b}). \quad (3.10)$$

Dabei ist V_E das Volumen der Einheitszelle. Damit steht der reziproke Gittervektor

$$\vec{G} = h\vec{a}^* \cdot k\vec{b}^* \cdot l\vec{c}^* \quad (3.11)$$

senkrecht auf den Gitterebenen (hkl) . Der kleinste Abstand benachbarter Gitterebenen ist gegeben durch

$$d_{hkl} = \frac{2\pi}{|\vec{G}|}. \quad (3.12)$$

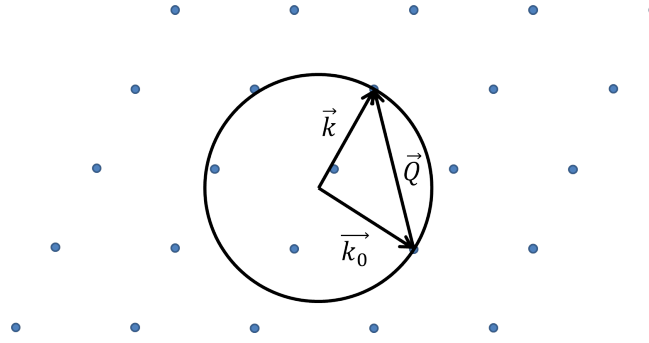


Abbildung 3.2.: Konstruktion der Ewaldkugel: \vec{k}_0 auf reziproken Gitterpunkt, Kreis mit Radius k_0 um seinen Ursprung. Schneidet die Ewald-Kugel einen weiteren Punkt des reziproken Gitters, ist die Beugungsbedingung erfüllt: $\vec{G} = \vec{Q}$.

Ewald-Kugel

Mit Hilfe der Ewald-Kugel kann die Beugungsbedingung veranschaulicht werden (Abbildung 3.2). Hierzu wird der Vektor \vec{k}_0 mit der Spitze auf den Ursprung des reziproken Gitters gezeichnet. Gemäß $|\vec{k}_0| = |\vec{k}|$ (elastische Streuung) erfüllen alle Punkte auf der Kugeloberfläche mit dem Radius k_0 um den Ursprung von \vec{k}_0 die Bedingung $\vec{Q} = \vec{k} - \vec{k}_0$. Liegt ein Punkt des reziproken Gitters auf der Ewald-Kugel, ist der Streuvektor ein Vektor des reziproken Gitters:

$$\vec{Q} = \vec{G}. \quad (3.13)$$

Es treten also nur dort Beugungsreflexe auf, wo die Punkte des reziproken Gitters auf der Ewald-Kugel liegen. Aus dieser Betrachtung wird außerdem deutlich, dass die Beugungsbedingung nur erfüllt werden kann, wenn der Abstand der Gitterpunkte zueinander kleiner als $2k_0$ ist. Für große Wellenlängen wird die Ewald-Kugel folglich so klein, dass keine Beugungsreflexe entstehen können. Mit $|k| = |k_0| = 2\pi/\lambda$ ergibt sich

$$|\vec{Q}| = \frac{4\pi}{\lambda} \sin(\theta). \quad (3.14)$$

Mit Gleichung 3.12 folgt daraus

$$2d \sin(\theta) = \lambda. \quad (3.15)$$

Streuung an Gitterebenen

Trifft Licht in Form einer ebenen Welle

$$\vec{E}(\vec{r}) = \vec{A}_e \cdot e^{i(\vec{k}_0 \cdot \vec{r} - \omega t)} \quad (3.16)$$

auf ein Streuzentrum am Ort $\vec{P}(\vec{r})$, dann ist der von der Amplitude \vec{A}_e gestreute Bruchteil f der Kugelwelle an einem weit entfernten ($|\vec{R}_0| \gg |\vec{r}'|$) Beobachtungspunkt $B(\vec{R}_0)$ gegeben durch:

$$A_B = f \cdot \vec{E}(r) \cdot \frac{1}{R} \cdot e^{i\vec{k} \cdot \vec{R}}. \quad (3.17)$$

Für einen Kristall mit mehreren Atomen pro Elementarzelle ergibt sich daraus die totale Streuamplitude

$$A_{\text{total}} = C \cdot SA \cdot GF, \quad (3.18)$$

mit $C = A_e/R \cdot e^{i(\vec{k} \cdot \vec{R}_0 - \omega t)}$ und

$$SA = \sum f_j \cdot e^{i \cdot 2\pi(hu_j + kv_j + lw_j)}. \quad (3.19)$$

Die gestreute Intensität $I \propto |SA|^2 \cdot |GF|^2$ wird durch den Streufaktor $|SA|^2$ bestimmt, die Lage der Reflexe durch den Gitterfaktor $|GF|^2$.

f_j ist der atomare Streufaktor. Da die Wechselwirkung von Röntgenstrahlen mit Materie hauptsächlich über die Elektronen der Atome stattfindet, ist die gestreute Intensität gegeben durch die Fouriertransformierte der Elektronendichte im Streuvolumen:

$$f = \int n(\vec{r}') e^{i\Delta\vec{k} \cdot \vec{r}'} \cdot dV. \quad (3.20)$$

Unter der Annahme, dass die Elektronen im Zentrum des Atoms gebündelt sind, ergibt sich

$$f_{\text{Punktladung}} = 4\pi \int r'^2 n(r') dr' = Z. \quad (3.21)$$

Der atomare Streufaktor ist also abhängig von der Zahl der Elektronen eines Atoms. In realen Kristallen ist die Ladungsverteilung nicht punktförmig, daher ergeben sich Abweichungen von diesem Wert. Der Streufaktor gibt folglich das Verhältnis zwischen einer an einer Elektronenverteilung und an einer Punktladung gestreuten Amplitude wieder.

Für eine Schicht der Dicke x gilt für Leistung P der Röntgenstrahlung das Abschwächungsgesetz:

$$P(x) = P_0 \cdot e^{-\mu \cdot x}. \quad (3.22)$$

Der Schwächungskoeffizient μ kann als Summe aus Streukoeffizient μ_S und Absorptionskoeffizient $n \cdot \sigma_a$ geschrieben werden:

$$\mu = \mu_S + n \cdot \sigma_a. \quad (3.23)$$

Dabei ist n die Teilzahldichte und σ_a der Absorptionsquerschnitt der Absorberatome, der sich

experimentell zu

$$\sigma_a = C \cdot Z^4 \cdot \lambda^3 \quad (3.24)$$

bestimmen lässt. Die Absorption von Röntgenstrahlung ist also sowohl von der Probendicke (Gleichung 3.22) als auch von den in der Probe vorhandenen Elementen und der Energie der Strahlung abhängig (Gleichung 3.24). Um eine Diffraktionsmessung in Transmissionsgeometrie durchführen zu können, müssen diese Parameter daher berücksichtigt werden.

Debye-Waller-Faktor

Im realen Kristall befinden sich die Atome nicht starr auf ihren Gitterpositionen, sondern schwingen temperaturabhängig um ihre Gleichgewichtslage. Dass dies einen erheblichen Einfluss auf die Intensität der gestreuten Strahlung hat, erkannten Debye [47] und Waller [48]. Nach ihnen ist der Debye-Waller Faktor (DW) benannt, der sich für die Schwächung der Intensität berechnet, indem die Atome als harmonische Oszillatoren betrachtet werden.

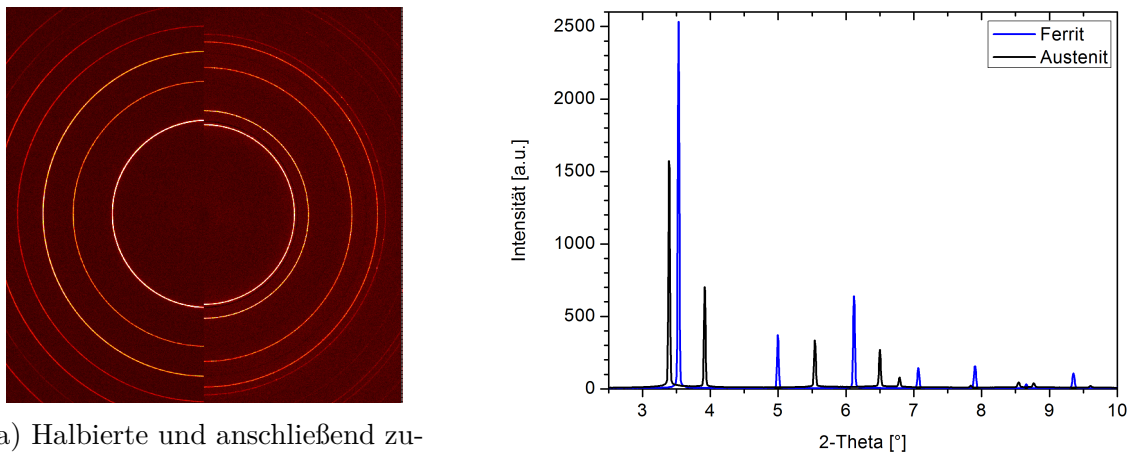
$$DW = e^{-k_B T \cdot \Delta k^2 / (3M\omega^2)} = e^{-2W} \quad (3.25)$$

$$DW = e^{-\frac{1}{3}Q^2\overline{u^2}} \quad (3.26)$$

Mit $\Delta k^2 = |\vec{G}|^2$ wird deutlich, dass die Intensität der Beugungsreflexe sowohl mit steigender Temperatur, als auch mit abnehmendem Gitterebenenabstand (höhere Millersche Indizes) sinkt. Im Gegenzug ist eine Steigerung des Untergrundes zu beobachten (thermisch diffuse Streuung). Für die Temperatur $T = 0$ K erreicht der Debye-Waller Faktor seinen maximalen Wert ($DW = 1$), da keine thermischen Schwingungen stattfinden. In der Kristallographie und den damit eng verbundenen Rietveld-Programmen werden statt der Debye-Waller Faktoren B-Faktoren verwendet. Sie sind unabhängig vom Streuvektor und geben die thermische Schwingung der einzelnen Atome innerhalb des Kristalls an:

$$B = 8\pi^2\overline{u^2}. \quad (3.27)$$

Eine Zusammenstellung der B-Faktoren der Kristalle vieler Elemente bei Raumtemperatur ist in [49] zu finden. Für Eisen (bcc) beträgt er bei Raumtemperatur $0,35 \text{ \AA}^2$ [50]. Mit der in [49] vorgestellten numerischen Näherung lassen sich die B-Faktoren über einen weiten Temperaturbereich näherungsweise bestimmen. Für Temperaturen in der Nähe des Schmelzpunktes wächst der Fehler zwar auf 25% an, erlaubt damit aber immer noch eine grobe Abschätzung.



(a) Halbierte und anschließend zusammengesetzte Detektorbilder von Ferrit (links) und Austenit (rechts). (b) Integrierte Intensitäten der jeweiligen Reflexe in Abhängigkeit vom Streuwinkel.

Abbildung 3.3.: Zusammenhang zwischen Streubild und Streukurve.

3.2.2. Datenreduktion

Um die Rechenzeit der im nachfolgenden Abschnitt beschriebenen Phasenanalyse zu minimieren, ist es sinnvoll, aus den gemessenen, zweidimensionalen Streubildern durch radiale Integration eine eindimensionale Streukurve zu berechnen. Diese enthält die gemessene Streuintensität I in Abhängigkeit vom Streuwinkel 2θ . Abbildung 3.3 zeigt diesen Zusammenhang. Die Information über die Textur der Probe geht dabei jedoch verloren und muss bei der anschließenden Interpretation der Daten gesondert berücksichtigt werden (Unterabschnitt 7.1.2).

Für die Reduktion der aufgenommenen Streubilder wurde das an der European Synchrotron Radiation Facility (ESRF) im französischen Grenoble entwickelte Programm Fit2d verwendet [51]. Es bietet die Möglichkeit, auf einfache Weise auch größere Datenmengen per Skript zu verarbeiten und unterstützt die Ausgabeformate vieler an Synchrotronquellen eingesetzten Detektoren, einschließlich der für diese Arbeit genutzten. Eine ausführliche Beschreibung der Funktionen von Fit2d ist auf der Homepage der ESRF zu finden [52].

3.2.3. Phasenanalyse nach Rietveld

Die für die Auswertung der gewonnenen Diffraktogramme genutzte Methode zur Phasenanalyse wurde von H. M. Rietveld entwickelt [53, 54] und wird daher meist als Rietveldanalyse bezeichnet. Die folgende Darstellung der Grundlagen der Rietveldanalyse sind an [55] und [56] angelehnt, einen guten Überblick bietet auch [57]. Ziel der Rietveldanalyse ist es, jeden gemessenen Wert eines Diffraktogramms $y_{i,obs}$ durch einen analytisch berechneten Wert $y_{i,calc}$ zu beschrei-

ben. Ihr ursprüngliches Anwendungsgebiet war die Kristallstrukturbestimmung, im Laufe der Zeit wurde das Verfahren aber zunehmend auch für andere Gebiete angewandt, was in einer steigenden Zahl von Artikeln, die die Methode zitieren, deutlich wird [58].

Der Vorteil der Rietveldanalyse gegenüber anderen Methoden besteht darin, dass das gesamte Streubild bzw. die gesamte Streukurve betrachtet wird und daher die Informationen über alle enthaltenen Phasen gleichzeitig gewonnen werden können. Dies ermöglicht es, auch überlappende Reflexe in die Auswertung mit einzubeziehen. Zusätzlich kann durch die Verwendung einer kontinuierlichen Funktion eine genauere Bestimmung des Untergrundes erfolgen. Zusammen mit der Betrachtung mehrerer Reflexe derselben Phase führt dies zu deutlich genaueren Ergebnissen der Phasenanalyse. Sofern die Probengeometrie und das Probenmaterial bekannt sind, ist außerdem kein zusätzlicher Standard notwendig, um die Messungen zu kalibrieren.

Ein weiterer großer Vorteil besteht darin, in der Probe vorhandene Vorzugsorientierungen berücksichtigen zu können. Ist die Textur nur qualitativ bekannt, können die Parameter eines entsprechenden Modells während der Analyse mit optimiert werden. Ist die Textur der Probe dagegen durch vorhergehende Messungen quantitativ bekannt, kann die Orientierungsdichteverteilungsfunktion der Probe in die Rietveldanalyse einbezogen werden. Dass der Fehler einer Phasenanalyse bei Nichtberücksichtigung der Textur beliebig groß werden kann, wird bei Betrachtung eines Einkristalls (perfekte Orientierung) sofort deutlich: unabhängig vom Probenvolumen ist für fast alle Probenorientierungen kein Beugungsreflex zu beobachten.

Die Qualität einer Rietveldanalyse kann durch die R-Werte quantifiziert werden. Diese unterscheiden sich zwar in ihrer genauen Berechnung, geben jedoch alle ein Maß für die Abweichung von berechneter und gemessener Streukurve. Der gebräuchlichste von ihnen ist der R_{wp} -Wert (wp: weighted pattern):

$$R_{wp} = \sqrt{\frac{\sum w_i [y_{i,exp} - y_{i,calc}]^2}{\sum w_i y_{i,obs}^2}}. \quad (3.28)$$

Als grober Richtwert sollte für eine aussagefähige Analyse $R_{wp} < 10$ gelten. Dabei ist jedoch darauf zu achten, dass es durch die Anpassung von zu vielen Parametern möglich ist, einen sehr kleinen R_{wp} -Wert zu erzielen, ohne sinnvolle Ergebnisse zu erhalten.

Die durch das Instrument (Energie, Divergenz, Strahlgröße, etc.) bedingte Reflexverbreiterung lässt sich mit Gleichung 3.29 näherungsweise Parametrisieren [59]:

$$FWHM^2 = U \tan^2 \theta + V \tan \theta + W. \quad (3.29)$$

Sie gibt die Halbwertsbreite der Beugungsreflexe in Abhängigkeit vom Streuwinkel θ an und wird als Instrumentfunktion (instrumental resolution function, IRF) bezeichnet. Alternativ kann auch

die in [60] dargestellte Abwandlung der IRF genutzt werden. Um die Reflexverbreiterung durch die Probe (Kristallitgröße, Mikrospannungen) zu messen ist es notwendig, die IRF mit einer Referenzprobe (Pulver bekannter Kristallitgröße) zu bestimmen. Für das anpassen der Reflexe wird ein Pseudo-Voigt-Funktion genutzt [61].

3.2.4. Texturbestimmung mit Röntgenstrahlung

Als kristallographische Textur wird die Beschreibung der Orientierungsverteilung der Kristallite in einer polykristallinen Probe bezeichnet. Diese Verteilung kann entweder regellos sein (Pulvertextur) oder eine Vorzugsorientierung besitzen, die u.a. durch den Herstellungsprozess bedingt sein kann (z.B. Walz- oder Fasertextur). Für Werkstoffe kann sie sowohl Vor- als auch Nachteile haben. Dies wird sofort deutlich, wenn die anisotropen mechanischen Eigenschaften von Einkristallen berücksichtigt werden und der Werkstoff als eine Zusammensetzung von vielen Einkristallen betrachtet wird. Besitzen die Kristalle eine Vorzugsorientierung, kann die Anisotropie auch auf makroskopischer Ebene sichtbar werden. Mögliche Resultate sind beispielsweise ein verringerter Energieaufwand zum Walzen eines Blechs oder größere mechanische Stabilität in einer gewünschten Richtung.

Zur quantitativen Texturbestimmung eignen sich Streumethoden mit Photonen, Neutronen und Elektronen, die jeweils ihre eigenen Vor- und Nachteile besitzen und auf unterschiedlichen Längenskalen zum Einsatz kommen. In diesem Abschnitt wird eine Methode zur Bestimmung der Textur mittels hochenergetischer Röntgenstrahlung vorgestellt. Auf die ebenfalls verwendete Methode mit Elektronen (EBSD) wird in Abschnitt 3.3 eingegangen. Auf die Beschreibung der Texturmessung mit Neutronen wird verzichtet, da sich Unterschiede lediglich aus den Eigenschaften der Neutronen ergeben (Polarisierbarkeit, große Eindringtiefe etc.).

Die Messung einer Textur mit Röntgenstrahlung/Streumethoden beruht darauf, dass jeder Kristallit im untersuchten Probenvolumen einen Beitrag zu den Reflexen des Streubildes liefert. Die Position und Intensität ist dabei abhängig von der Orientierung des Kristalliten. Da für eine bestimmte Einfallrichtung des Strahls jedoch nicht alle Kristallite die Bragg-Bedingung erfüllen, ist es notwendig, die Probe um den Strahl zu drehen und in genügend feinen Winkelschritten Streubilder aufzunehmen. Die Größe dieser Schritte hängt dabei von der Schärfe der Vorzugsorientierung ab. Ist die Abweichung von einer Vorzugsorientierung sehr gering (starke Textur), ist eine entsprechend hohe Winkelauflösung nötig, um eine Textur beschreiben zu können. Diese Beschreibung geschieht durch die zweidimensionale Projektion der Häufigkeit der gemessenen Flächennormalen. Die Darstellung dieser Häufigkeit wird als Polfigur bezeichnet. Die Häufigkeit der gemessenen Orientierungen wird in Bezug zur vollständig regellosen Verteilung betrachtet. Der Wert 0 mrd bedeutet folglich, dass keine Kristalle mit dieser Orientierung vorhanden sind

und der Wert 1 mrd, dass es genauso viele Kristalle mit der betrachteten Orientierung gibt, wie es bei regelloser Verteilung der Fall wäre. Werte größer eins stehen für eine entsprechend häufigere Orientierung. Durch die Messung von unabhängigen Polfiguren ist es möglich, eine eindeutige Orientierung der Kristallite zu bestimmen. Die Zahl der benötigten Polfiguren hängt von dem Kristallgitter der untersuchten Probe ab. Im Falle von kubischen Kristallgittern können aus Symmetriegründen zwei Polfiguren ausreichend sein, zusätzliche gemessene Polfiguren erhöhen jedoch die Genauigkeit. Die aus den Polfiguren berechnete Orientierungsdichteverteilungsfunktion (orientation distribution function, ODF) enthält schließlich die gesamte Information über die Häufigkeiten bestimmter Kristallitorientierungen in der Probe.

Für die Messung von Texturen mit Röntgenstrahlung gibt es mehrere mögliche Geometrien, z.B. mit stationärem Detektor oder mit mobilem Detektor, monochromatisch mit konischen Blenden oder energiedispersiv mit einem Weißstrahl. Wie für viele andere Diffraktionsexperimente auch, ist für die Texturbestimmung eine Laborquelle prinzipiell ausreichend. Wegen der geringen Transmission der erzeugten Röntgenstrahlung sind Messungen aber oft nur in Reflektionsgeometrie oder an dünnen Folien möglich. Aus geometrischen Gründen ist es dann nicht möglich, die Probe in allen Orientierungen zu messen. Um trotzdem vollständige Polfiguren zu erhalten, können beide Methoden kombiniert werden oder die Polfiguren aus der ODF berechnet werden (Berechnung der vollständigen ODF aus unvollständigen Polfiguren über den Umweg der inversen Polfigur, danach Berechnung der vollständigen Polfiguren aus der ODF [62]).

Einfacher und vollständig lassen sich die Polfiguren in Transmissionsgeometrie mit hochenergetischer Röntgenstrahlung am Synchrotron messen. Die *in situ* Texturmessung mit Synchrotronstrahlung ist in [63] beschrieben.

3.2.5. Eigenspannungsanalyse

Neben der Mikrostruktur sind die Eigenspannungen in einem geschweißten Werkstück von zentraler Bedeutung für seine Lebensdauer. Eine ausführliche Darstellung der Möglichkeiten zur zerstörungsfreien Messung von Eigenspannungen ist in [64] zu finden. Für eine vollständige quantitative Bestimmung der Eigenspannungen in einem Werkstück ist die Messung der Gitterparameter in drei unabhängigen Richtungen notwendig. Zusätzlich wird im allgemeinen Fall eine spannungsfreie Referenzprobe benötigt, um den unverspannten Gitterparameter d_0 zu bestimmen.

Für dünne Bleche kann davon ausgegangen werden, dass die Spannung in Richtung der Flächennormale (ND) verschwindet und ein ebener Spannungszustand vorliegt. In diesem Fall ist es unter Berücksichtigung der Querdehnzahl ν möglich, aus dem Gitterparameter dieser Richtung d_0 zu berechnen. Dies hat den Vorteil, dass die thermische Ausdehnung des Materials direkt

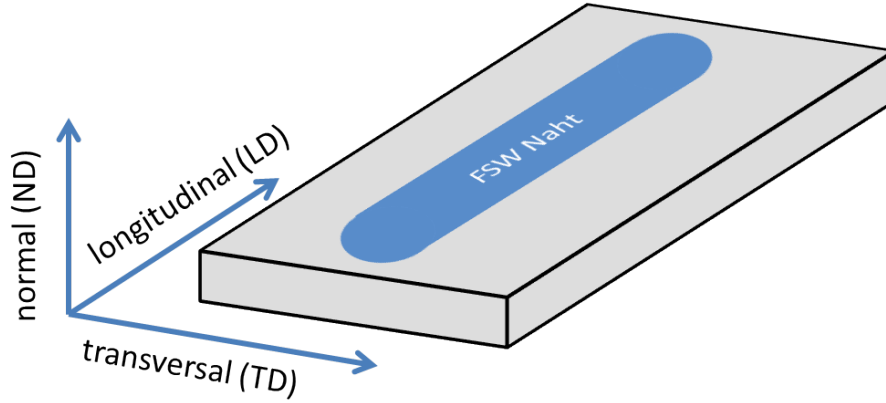


Abbildung 3.4.: Richtung der Eigenspannungen im Bezug zur Schweißnaht. Die Longitudinalrichtung zeigt in Schweißrichtung, die Transversalrichtung steht senkrecht zu ihr, parallel zur Probenoberfläche. Die Normalenrichtung steht senkrecht auf der Probenoberfläche.

und zeitgleich gemessen wird und so keine Auswirkung auf die gemessenen Spannungen hat. Das gleichzeitige Messen der Gitterkonstanten in allen drei Richtungen ist ein Standardverfahren in der Neutronenstreuung und wurde bereits in Verbindung mit dem Rührreißschweißen angewandt [65]. Allerdings ist der Fluss der zurzeit verfügbaren Neutronenquellen nicht ausreichend, um *in situ* Messungen bei der Nutzung von praxisrelevanten Schweißgeschwindigkeiten zu ermöglichen. Die absolute Spannungsverteilung in den Proben während des Schweißens kann daher mit den vorhandenen Daten und der eingeschränkten Messgeometrie nicht bestimmt werden. Es kann jedoch eine Spannungsdifferenz zwischen der transversalen Richtung (TD) und der durch den Anstellwinkel der FlexiStir bedingten Projektion der longitudinalen Richtung (LD*) bestimmt werden.

In einem isotropen polykristallinen Material gelten für die Dehnungen ϵ_i der drei senkrecht aufeinander stehende Richtungen

$$\epsilon_i = \frac{d_i - d_0}{d_0}, \quad (3.30)$$

und für die Spannungen σ_i

$$\sigma_i = \frac{E_{hkl}}{1 + \nu_{hkl}} \left[\epsilon_i + \frac{\nu_{hkl}}{1 - 2\nu_{hkl}} (\epsilon_1 + \epsilon_2 + \epsilon_3) \right], \quad (3.31)$$

mit $i = 1, 2, 3$. Für die Differenz der Spannungen der beiden Richtungen TD und LD* folgt daraus:

$$\Delta\sigma = \sigma_{TD} - \sigma_{LD^*} = \frac{E_{hkl}}{1 + \nu_{hkl}} \cdot \frac{d_{TD} - d_{LD^*}}{d_0} \quad (3.32)$$

Die über alle Gitterebenen gemittelten röntgenelastischen Konstanten (XEC) s_1 und $\frac{1}{2}s_2$ sind

wie folgt mit der Poissonzahl ν und dem Elastizitätsmodul E verknüpft:

$$\langle s_1 \{hkl\} \rangle = s_1 = -\frac{\nu}{E}, \quad (3.33)$$

$$\left\langle \frac{1}{2} s_2 \{hkl\} \right\rangle = \frac{1}{2} s_2 = \frac{1 + \nu}{E}. \quad (3.34)$$

Für die Spannungsdifferenz aus Gleichung 3.32 folgt mit Gleichung 3.34

$$\Delta\sigma = \sigma_{TD} - \sigma_{LD^*} = \frac{(d_{TD} - d_{LD^*})}{\frac{1}{2} s_2 \cdot d_0}. \quad (3.35)$$

3.2.6. Auswertung mit dem Softwarepaket MAUD

Für die Auswertung aller in dieser Arbeit verwendeten Streudaten wurde das von Luca Luttrero entwickelte Softwarepaket „MAUD“ (Material Analysis Using Diffraction) verwendet (Version 2.33) [66, 67, 68]. Der entscheidende Vorteil von MAUD gegenüber den ebenfalls getesteten und in einigen Bereichen auch überlegenen Rietveldprogrammen „GSAS“ (General Structure Analysis System) [69] und „FullProf“ [70] liegt darin, dass es möglich ist, gemessene Orientierungsdichtefunktionen zu importieren und korrekt zu verarbeiten. Ein weiterer Pluspunkt für MAUD ist die leichtere Zugänglichkeit, da die gemessenen Streudaten immer sichtbar sind und die berechneten Diffraktogramme bei jeder Änderung der Parameter sofort aktualisiert werden. Dies ist besonders für Nutzer von Vorteil, die noch keine Erfahrung im Umgang mit Rietveldprogrammen haben, da der Einfluss der einzelnen Parameter sofort deutlich wird. Auf diese Weise gewinnt der Nutzer schneller ein Gefühl für eine sinnvolle Auswertestrategie und kann auch die Korrelation der Parameter besser einschätzen.

An dieser Stelle soll aber nicht verschwiegen werden, dass auch MAUD einige Schwächen hat. So existiert zurzeit lediglich eine äußerst knappe Dokumentation der Software, obwohl der Autor seit langer Zeit ein Handbuch verspricht. Die angebotenen Videotutorials sind zwar hilfreich, können aber ein umfassendes Nachschlagewerk nicht ersetzen. Das Importieren eigener Datenformate ist zwar möglich, aber nur durch Manipulation der entsprechenden Java-Datei zu realisieren. Die Möglichkeit, eine Liste von nacheinander zu analysierenden Daten zu erzeugen, ist im Programm selbst nicht gegeben. Stattdessen muss mit einem externen Skript eine Liste mit den entsprechenden Befehlen generiert werden. Auch die Möglichkeit, einzelnen Parametern wirksame Schranken zuzuweisen, wäre wünschenswert. Es existieren zwar entsprechende Einträge in der Benutzeroberfläche, diese werden aber vom Programm nicht immer berücksichtigt. Auch die Interpolation des Untergrundes mit Polynomen n-ten Grades ist relativ langwierig, da keine automatische Erkennung erfolgt. Dass es auch einfacher geht, zeigt GSAS. Hier ist die Untergrundanpassung mit Hilfe der Tschebyschow-Polynome sehr komfortabel und stabil gelöst.

Die folgende Strategie zur Auswertung bezieht sich auf Maud, lässt sich aber auch auf andere Programme übertragen.

Zunächst sollte das auszuwertende Diffraktogramm importiert werden, da alle weiteren Schritte auf diese Weise sofort zu sichtbaren Auswirkungen führen. Dies ist sowohl über das Menü, als auch per „Drag and Drop“ möglich. MAUD akzeptiert nativ zweiseitige Streudaten aus 2-Theta- und zugehörigen Intensitätswerten ausschließlich mit der Dateiendung „.txt“, obwohl in der Vorschau die Daten auch bei anderen Endungen (z.B. „.chi“) korrekt angezeigt werden. Aus diesem Grund ist es sinnvoll, schon bei der Integration diese Endung zu wählen.

Unter dem Menüpunkt „Datasets“ werden grundlegende Parameter zum Messaufbau festgelegt. Insbesondere wird die Art des Instruments ausgewählt (Diffraction Instrument) und seine speziellen Eigenschaften definiert. Dazu gehören die Messgeometrie (Symmetrical Laue-Transmission, 2Theta), die Art des genutzten Detektors (Standard) und die Energie der Röntgenstrahlung (Synchrotron, 0.124 Å). Zusätzlich wird hier das Modell ausgewählt, das für die Auflösungsfunktion des Instruments angewandt werden soll (Caglioti PV). Außerdem kann die Berücksichtigung der Textur aktiviert bzw. deaktiviert werden („Force random texture“). Soll die Textur berücksichtigt werden, muss der gewünschte „Intensity extractor“ ausgewählt werden (Le Bail). Für die Verwendung der Parameter-Datei in einem Skript ist darauf zu achten, dass die Option „Replace datafile on add“ gesetzt ist, da ansonsten die importierten Streukurven kontinuierlich aufsummiert werden.

Die Eingabe der vorhandenen Phasen (Raumgruppe, Atompositionen, Elemente) findet unter dem Menüpunkt „Phases“ statt. Durch die Angabe von Besetzungswahrscheinlichkeiten können an dieser Stelle die Unterschiede zwischen verschiedenen Legierungen berücksichtigt werden.

Um eine sinnvolle Lösung zu erhalten ist es ratsam, nicht alle Parameter gleichzeitig zu bestimmen. Zunächst sollte eine grobe Anpassung des Untergrunds vorgenommen werden. Anschließend werden die Gitterparameter der vorhandenen Phasen manuell so weit optimiert, dass eine Zuordnung zu den unterschiedlichen Phasen eindeutig gegeben ist. Erst danach können die Gitterparameter und die Volumenbruchteile der vorliegenden Phasen automatisch optimiert werden. Abbildung 3.5 zeigt sowohl die gemessenen als auch die berechneten Streudaten für ein während des Schweißens aufgenommenes Diffraktogramm. Gut zu erkennen ist, dass die erkennbaren Reflexe alle einer der vier Phasen zuzuordnen sind. Die auf diese Weise erzeugte Datei kann als Ausgangspunkt für die automatisierte Analyse weiterer Daten dienen. Die Skripte für MAUD besitzen die Dateiendung „.ins“ und beginnen mit dem Befehl „loop_“. Anschließend folgen die Befehle:

- `_riet_analysis_file`: Gibt das einzulesende Parameter-File an,
- `_riet_analysis_iteration_number`: Anzahl der Iterationen, die maximal pro Diffrakto-

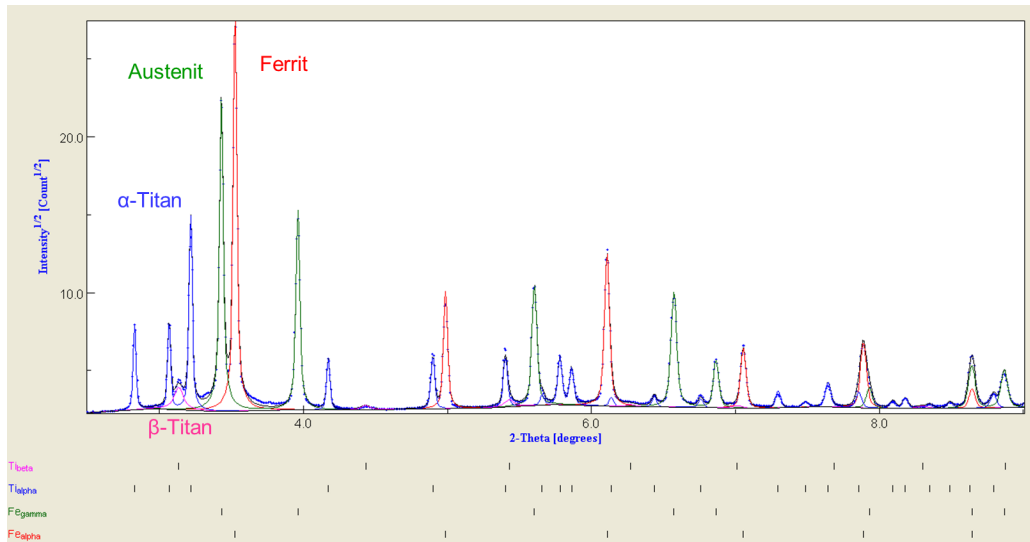


Abbildung 3.5.: Ergebnis der Phasenanalyse eines Diffraktogramms, das während des Schweißens des Superduplexstahls 1.4410 aufgenommen wurde.

gramm durchgeführt werden,

- `__riet_analysis_fileToSave`: Name des zu speichernden Parameter-Files,
- `__riet_meas_datafile_name`: Messdaten, die gelesen werden,
- `__riet_append_simple_results_to`: Textdatei, die einen Teil der Ergebnisse enthält,
- `__riet_append_results_to`: Textdatei, die alle Werte enthält, deren „Output“-Wert im Parameterfile auf „true“ gesetzt ist.

Hieran werden die entsprechenden Werte zeilenweise angehängt.

3.3. Elektronenrückstreubeugung

Mit der Elektronenrückstreubeugung (Elektron Backscatter Diffraction, EBSD) Technik ist es möglich, lokal an einer Oberfläche Kristallorientierungen zu messen. Die erreichbare Ortsauflösung ist etwas geringer als bei der TEM, da die Probe unter einem Winkel von ca. 70° eingebaut werden muss, um eine ausreichende Intensität der gestreuten Elektronen zu erhalten, was eine Verzerrung und Vergrößerung des Strahlquerschnitts auf der Probenoberfläche zur Folge hat. Wegen der hohen Auflösung und der verkippten Positionierung ist eine aufwändige Probenpräparation notwendig, da schon geringe Verunreinigungen an der Oberfläche das Ergebnis beeinflussen und eine zu raue Probenoberfläche zu Abschattungen auf der Probe führen würde.

Anders als bei der Röntgendiffraktion in Transmissionsgeometrie stammen die gewonnenen Informationen aus einem kleinen Bereich an und unter der Probenoberfläche und erlauben nicht zwangsläufig eine Bewertung der tieferen Lagen und größerer Probenbereiche. Dem gegenüber steht der Vorteil, dass der Ort, die Größe und die Orientierung für jedes Korn bekannt sind, was zusätzliche Möglichkeiten zur Analyse bietet (z.B. von der Korngröße abhängige Textur). Bei der EBSD wird ein fokussierter Elektronenstrahl auf die Probe gerichtet, und die Elektronen werden inelastisch gestreut. Bei der Überlagerung entstehen Kikuchi-Bilder, die mit einem Detektor aufgezeichnet werden. Die Linien der Kikuchi-Bilder werden mittels einer modifizierten Hough-Transformation oder Radon-Transformation in einen Punkt, der den Winkel und den Abstand zum Ursprung angibt, umgewandelt:

$$R(\rho, \phi) = \int_{-\infty}^{\infty} \int_{-\infty}^{\infty} f(x, y) \cdot \delta(\rho - x \cdot \cos \phi - y \cdot \sin \phi) dx dy. \quad (3.36)$$

Dadurch wird das zu speichernde Datenvolumen reduziert und ein schneller Abgleich mit den Kristallstrukturen einer Datenbank ermöglicht.

Für die Präparation der Proben gibt es für häufig genutzte Werkstoffe Anleitungen der Poliermaschinenhersteller, z.B. Struers [71]. Die Texturbestimmung mittels EBSD ist in [72] dargestellt.

3.4. Härtemessung nach Vickers

Die Härteprüfung nach Vickers wird mit einer regelmäßigen, vierseitigen Diamantpyramide durchgeführt, deren gegenüberliegenden Flächen in einem Winkel von 136° zueinander stehen. Die Spitze dieser Pyramide wird für eine Zeit t mit der Prüfkraft F in das zu prüfende Werkstück eingedrückt. Mit dem Mittelwert d der beiden Diagonalen d_1 und d_2 des zurückbleibenden Prüfabdrucks wird die Vickershärte HV als Quotient aus Prüfkraft und Eindruckoberfläche A gemäß Gleichung 3.37 berechnet.

$$HV = 0,102 \cdot \frac{F}{A} = 0,102 \cdot \frac{2 \cdot F \sin \frac{136^\circ}{2}}{d^2} = 0,1891 \cdot \frac{F}{d^2} \quad (3.37)$$

Der Faktor ergibt sich durch die veraltete Definition, nach der die Prüfkraft in Kilopond ($1 \text{ kp} = g \cdot 1 \text{ kg}$, $g = 9,807 \text{ m/s}^2$) angegeben wird. Bei der Angabe der genutzten Prüfkraft wird diese Einheit bis heute verwendet. Die Angabe $100,0 \text{ HV } 0,5 / 30$ bedeutet, dass die Diamantspitze bei einer Prüfkraft von $4,903 \text{ N}$ nach 30 s einen Prüfdruck mit einer Diagonalen von $96,29 \mu\text{m}$ hinterlassen hat. Liegt die Einwirkdauer der Prüfkraft zwischen 10 und 15 s , kann auf ihre Angabe verzichtet werden.

4. Probenumgebungen

In diesem Kapitel werden die beiden für die Messungen am Synchrotron verwendeten *in situ* Probenumgebungen *FlexiStir* und *FlexiTherm* vorgestellt.

4.1. FlexiStir

Für die *in situ* Untersuchungen des Rührreißschweißens wurde am Helmholtz-Zentrum Geesthacht die transportable Anlage zum Rührreißschweißen „FlexiStir“ entwickelt [10, 11]. Diese weltweit einzigartige Anlage ist für den Betrieb an Synchrotronmessplätzen optimiert und ermöglicht mit einer Kombination aus Linearachsen und einem Kippmechanismus eine präzise Positionierung des Schweißwerkzeugs im Raum. Im Vergleich zu den ebenfalls am Helmholtz-Zentrum Geesthacht eingesetzten Portalschweißanlagen (vgl. Abbildung A.19) müssen für den Einsatz am Synchrotron einige Kompromisse eingegangen werden: das Gewicht ist durch die Tragkraft des Hüttenkrans (HARWIII: 1 t) begrenzt und die maximalen Abmessungen sind durch die Transportwege und die Tür zur Experimentierhütte festgelegt. Zusätzlich muss ein zügiger Auf- und Umbau möglich sein, um den damit verbundenen Verlust an wertvoller Messzeit zu minimieren. Die für die Untersuchungen mit Röntgenstrahlung geplante Messgeometrie ist ebenfalls eine der Randbedingungen. Für die Messungen in Transmission bedeutet das, dass der Primärstrahl ungehindert zum Messvolumen und der gebeugte Strahl nahezu ungehindert zum Detektor gelangen muss. Folglich ist es nicht möglich, eine massive Unterlage (Backplate) zu verwenden, um die auftretenden Kräfte aufzunehmen. Die verwendete Backplate besitzt daher eine schmale Aussparung, die den Streukegel passieren lässt. Um zu verhindern, dass das Schweißgut während des Prozesses durch diesen Schlitz entweichen kann, wird er mit einer 2 mm dicken Metalleinlage abgedeckt. Um das Signal von Probe und Unterlage unterscheiden zu können, wurde wie in Abschnitt 2.3 erläutert Ti-6Al-4V verwendet.

Da die Maschine zwar auch für das Schweißen von Stählen ausgelegt war, bis zum Beginn dieser Arbeit aber ausschließlich für das Schweißen von Aluminiumlegierungen verwendet worden war, wurden im Laufe der Zeit Optimierungen an der Anlage vorgenommen. Insbesondere die für die Experimente mit den Aluminiumlegierungen verwendeten Unterlagen erwiesen sich als zu schwach, um den deutlich größeren Belastungen beim Schweißen von Stählen auf Dauer

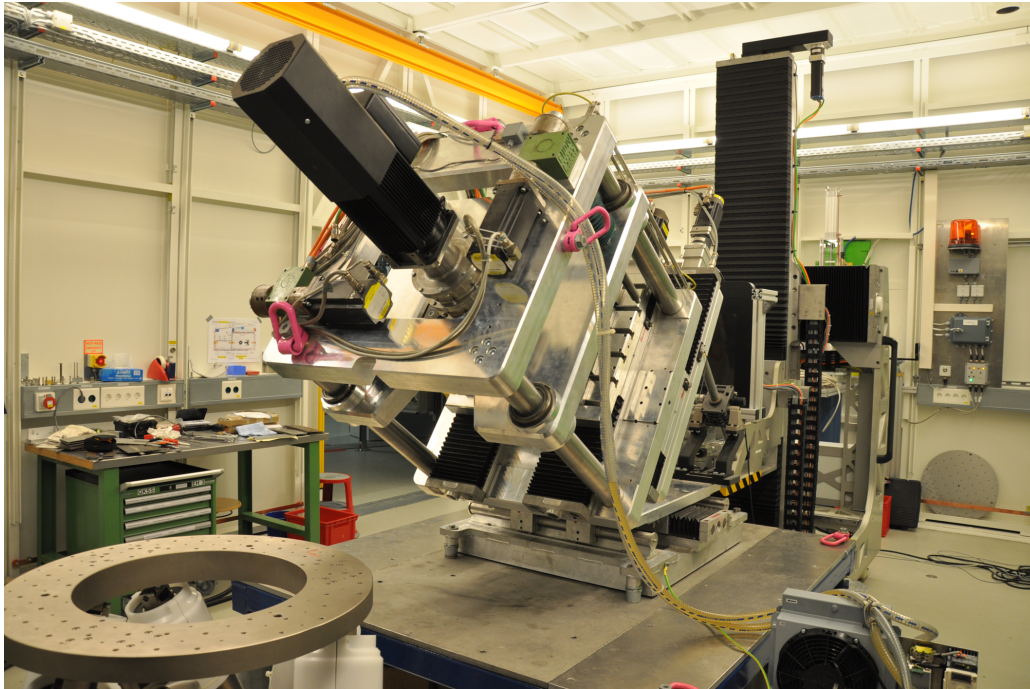


Abbildung 4.1.: Einsatzbereite FlexiStir am Messplatz EH3 der HEMS-Beamline. Im Hintergrund ist das Detektorportal mit dem PerkinElmer-Detektor zu erkennen, rechts neben der FlexiStir befindet sich die Pumpe und der Wärmetauscher der Ölkühlung.

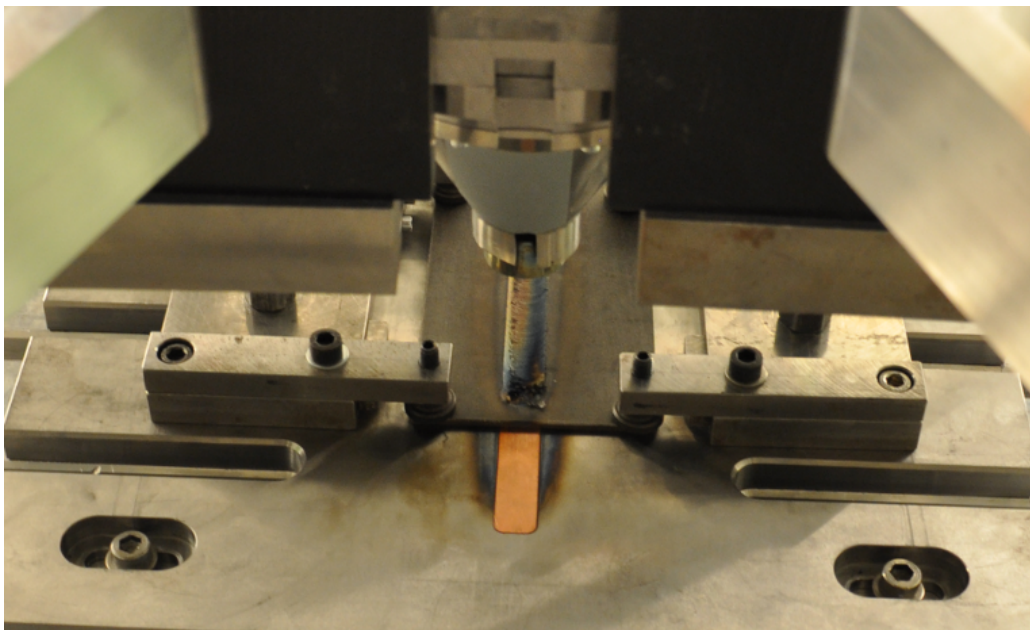


Abbildung 4.2.: Blick auf Werkzeug und Unterlage in Richtung des Röntgenstrahls. Zu erkennen sind außerdem eine S355-Naht und eine Kupfereinlage, die wegen des höheren Kontrastes zur Stahlunterlage statt der Titaneinlage für das Foto genutzt wurde.

stand zu halten. Die durch die höheren Kräfte ebenfalls auftretenden höheren Temperaturen im Schweißkopf machten es zusätzlich erforderlich, eine Kühlung in den Schweißkopf zu integrieren. Dies geschah zum einen, um mögliche Schäden durch ein Überhitzen der Anlage zu vermeiden, zum anderen, um die von der Maschine aufgenommene Wärmemenge möglichst konstant zu halten, um eine Vergleichbarkeit der Messungen weiterhin gewährleisten zu können. Neben der Position aller Linearachsen und der Rotationsgeschwindigkeit des Tools konnten die in Z-Richtung wirkenden Kräfte und das vom Motor gelieferte Drehmoment erfasst werden. Damit ist es möglich, die pro Naht eingebrachte Energie zu berechnen und Auffälligkeiten während des Prozesses auch im Nachhinein noch zu erkennen.

4.2. FlexiTherm

Bei der Probenumgebung FlexiTherm handelt es sich um ein modifiziertes Abschreck- und Umformdilatometer DIL 805A/D (Abbildung 4.3) der Firma BÄHR-Thermoanalyse GmbH (jetzt: TA Instruments [73]), dessen Funktionsweise und Eckdaten an dieser Stelle vorgestellt werden [74]. Die wesentlichen Bestandteile des Dilatometers sind die Probenkammer, in der die Probe aufgeheizt wird, ein Vakuumpumpstand zur Evakuierung der Probenkammer, ein Untergestell, in das der Steuerungsrechner integriert ist und ein Bedienfeld zur Steuerung und Überwachung des Dilatometers. In der Probenkammer wird die elektrisch leitende Probe durch einen Federmechanismus von zwei Stempeln im Zentrum einer Hochfrequenzspule gehalten und induktiv mit Heizraten von bis zu 4000 K/s aufgeheizt. Das Abschrecken wird durch eine an der Spule befestigten Gasleitung ermöglicht, mit der die Probe durch kleine Löcher angeblasen werden kann. Die Abkühlgeschwindigkeit lässt sich dabei durch die Ventilöffnung und die verwendete Gassorte beeinflussen. Es besteht zum einen die Möglichkeit, die Öffnung des Ventils durch eine Automatik regeln zu lassen, um einem vorgegebenen Temperaturzyklus zu folgen. Hierbei ist es möglich, im Bedarfsfall zusätzlich gegenzuheizen. Zum anderen kann auch direkt ein gewünschter Öffnungsgrad für das Gasventil eingestellt werden, was den Bedingungen beim *in situ* Rührreißschweißen näher kommt. Die an einer Hohlprobe mit Helium bei voller Ventilöffnung maximal erreichbare Abkühlrate liegt bei 2500 °C.

Für den Einsatz an Synchrotronmessplätzen wurde die Geometrie der Spule optimiert und zwei Fenster aus Kaptonfolie installiert, um den Primärstrahl und die gestreuten Photonen ungehindert passieren zu lassen. Abbildung 4.4 zeigt eine aufgeheizte Probe im verwendeten Dilatometer.

Durch die Schutzgaszufuhr und den angeschlossenen Pumpstand ist es möglich, sowohl bei Unterdruck als auch in einer definierten Schutzgasatmosphäre zu arbeiten. Mit einem mittels Punktschweißen an der Oberfläche der Probe befestigten Thermopaar wird während des Ver-

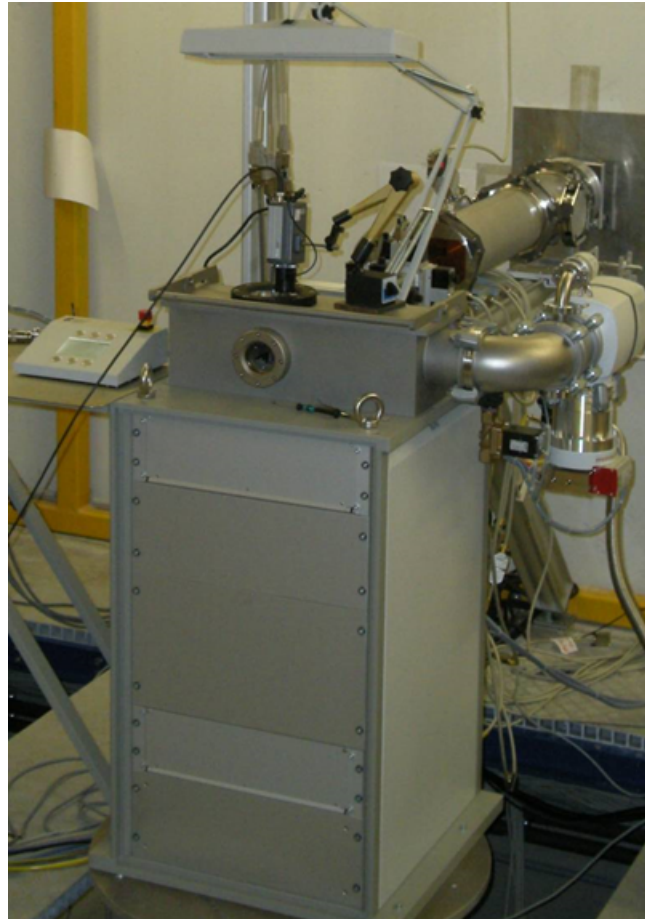


Abbildung 4.3.: Das Dilatometer FlexiTherm am Messplatz HARWIII. Der Röntgenstrahl läuft durch das an die Wand montierte Strahlführungsrohr und trifft durch ein Eingangsfenster (im Foto nicht zu sehen) an der Rückseite der Probenumgebung auf die Probe. Durch das zu erkennende Austrittsfenster gelangt die an der Probe gestreute Strahlung auf den Röntgendetektor.



Abbildung 4.4.: Aufgeheizte zylindrische Probe innerhalb der modifizierten Heizspule. Um sowohl den Primärstrahl als auch das Streusignal passieren zu lassen, ist eine Wicklung aufgeweitet.

suchs die Temperatur der Probe ermittelt. Je nach genutztem Temperaturbereich können Typ-K (bis 1100 °C) oder Typ-S (bis 1500 °C) Thermopaare eingesetzt werden. Die Proben werden zwischen zwei Probenhaltern durch einen Federmechanismus eingeklemmt, der die Messung der Längenänderung ermöglicht. Bis 1100 °C dient Quarzglas als Material für die Halter, da es einen sehr kleinen thermischen Ausdehnungskoeffizienten besitzt. Für höhere Temperaturen werden Keramikhalter (Al_2O_3) verwendet, die diese Temperaturen zwar problemlos überstehen, aber eine größere Wärmeausdehnung besitzen und so die Korrektur der gemessenen Längenausdehnung notwendig machen.

5. *In situ* Untersuchungen an FSW Nähten

Der folgende Abschnitt stellt die Ergebnisse der ersten *in situ* Untersuchungen des FSW-Prozesses in unterschiedlichen Stählen dar. Dabei werden zunächst die in Zusammenarbeit mit Herrn Dr. Jorge dos Santos, Herrn Luciano Bergmann und Herrn Jakob Hilgert durchgeführten Experimente beschrieben und anschließend die Ergebnisse vorgestellt.

5.1. Durchführung

Insgesamt standen für die Experimente mit der FlexiStir drei Messblöcke zur Verfügung. Die ersten Messungen fanden vom 17. bis 22. März 2011 am HARWII statt (Messzeit I). Die beiden weiteren Messzeiten wurden vom 15. bis 19. Oktober 2011 (Messzeit II) und vom 24. bis 29. August 2012 (Messzeit III) an der HEMS-Beamline durchgeführt. Abbildung 4.1 zeigt die einsatzbereite Schweißanlage in der für die Messungen genutzten Position am Messplatz EH3 an der HEMS-Beamline während der Messzeit II.

Die Kantenlängen der verwendeten Proben betragen $300\text{ mm} \times 150\text{ mm} \times 4\text{ mm}$ und es wurden pro Blech zwei Nähte von 100 mm Länge geschweißt.

5.1.1. HARWI II

Messstrategie

Die Messungen an HARWII wurden an festen Positionen relativ zum Tool durchgeführt. Hierfür wurde die Position der Werkzeugkante in Schweißposition mit einer Diode durch schrittweises Abrastern exakt bestimmt und die gewünschte Messposition mit der Anlagensteuerung anschließend angefahren. Das Starten der Datenaufnahme wurde nach dem zur Einstellung eines Gleichgewichts notwendigen Vorschweißen manuell durchgeführt. Dies ist ausreichend, da eine genauere Kenntnis des Startzeitpunktes keinen zusätzlichen Informationsgewinn liefern würde. Während des Schweißens wurden an der gleichen Position mehrere (ca. 10) Diffraktogramme aufgenommen um später prüfen zu können, ob die gewählte Länge des Vorschweißens ausreichend

war und sich ein Prozessgleichgewicht eingestellt hatte. Darüber hinaus konnte auf diese Weise die Schwankung in der Phasenzusammensetzung während des Prozesses untersucht werden, und evtl. auftretende kleinere Nahtfehler beeinflussen das Ergebnis nicht, da unterschiedliche Probenvolumina untersucht wurden.

Details des Aufbaus

Die Messungen fanden bei einer Energie von 100 keV statt, der Strahlquerschnitt betrug $1 \times 1 \text{ mm}^2$ und der Abstand zwischen der Probe und dem MAR555-Detektor war 1295 mm. Alle Nähte wurden mit einer Rotationsgeschwindigkeit von 750 rpm und einer Vorschubgeschwindigkeit von 0,5 mm/s geschweißt. Die flache Schulter des Tools (Wolfram-Rhenium(25%)-Hafniumcarbid(4%)) hatte einen Durchmesser von 20 mm und der Durchmesser des leicht konischen Pins betrug 6 mm bei einer Länge von 3,8 mm. Der mit dem verwendeten Tool samt Toolhalter maximal mögliche Kippwinkel der FlexiStir betrug 60° . Geschweißt wurde in 4 mm starken Blechen aus dem ferritischen Stahl S355. In Tabelle 5.1 ist das daraus resultierende Probenvolumen genauer beschrieben. Zusätzlich sind die bei den folgenden Messzeiten verwendeten Geometrien aufgeführt. Die durchstrahlte Probendicke d ergibt sich aus der Blechdicke d_{Blech} und dem Kippwinkel α der FlexiStir zu

$$d = \frac{d_{\text{Blech}}}{\sin(\alpha)}. \quad (5.1)$$

Das Probenvolumen V ergibt sich daraus durch Multiplikation mit Strahlhöhe h und Strahlbreite b zu

$$V = d \times h \times b. \quad (5.2)$$

Der Abstand d_{hor} gibt den maximalen horizontalen Abstand an, den gleichzeitig beleuchtete Teile des Probenvolumens haben können. Er berechnet sich gemäß

$$d_{\text{hor}} = \sqrt{d^2 - d_{\text{Blech}}^2} + \frac{h}{\sin(\alpha)} \quad (5.3)$$

und gibt neben dem Probenvolumen ein Maß für die Ortsauflösung der Messungen.

Abbildung 5.1 skizziert den Strahlengang und das beleuchtete Probenvolumen für die Experimente an HARWIII und HEMS mit den unterschiedlichen Kippwinkeln der FlexiStir. Wie bereits in Tabelle 5.1 zu erkennen, war es an HEMS dank des höheren Photonennflusses möglich, mit einem kleineren Strahl zu messen und das Probenvolumen von $4,6 \text{ mm}^3$ auf $0,5 \text{ mm}^3$ zu verringern. Durch die geringe Strahlhöhe von 0,2 mm konnte auch der durch die stabilere Bauform der an HEMS später verwendeten Werkzeughalter bedingte Verlust an horizontaler Auflösung in Grenzen gehalten werden.

Wie in Abbildung 5.2 zu sehen, war das Tool während des Schweißens 1° stechend angestellt,

Strahlbreite b / [mm]	Strahlhöhe h / [mm]	Kippwinkel α / [°]	Probendicke d / [mm]	Abstand _{hor} d_{hor} / [mm]	Probenvolumen V / [mm] ³
1,0	1,0	60,0	4,62	3,46	4,62
0,8	0,8	60,0	4,62	3,23	2,96
0,5	0,2	55,5	4,85	2,99	0,49
0,5	0,2	43,2	5,84	4,55	0,58
0,5	0,2	39,0	6,36	5,26	0,64

Tabelle 5.1.: Größe der untersuchten Probenvolumen in Abhängigkeit von Strahlgröße und Kippwinkel der FlexiStir. Die Blechdicke betrug in allen Fällen 4 mm.

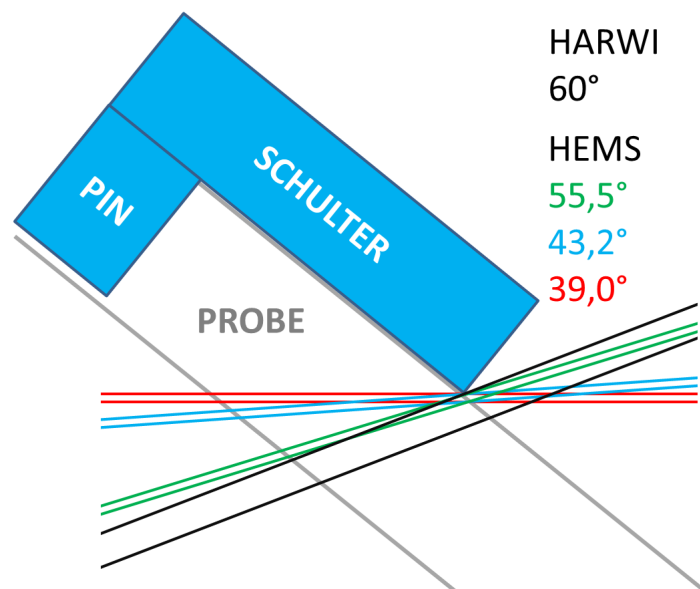


Abbildung 5.1.: Strahlengang während der *in situ* Schweißexperimente an HARWII und HEMS für die verwendeten Kippwinkel der FlexiStir. Wegen der verbesserten Übersichtlichkeit ist statt des Werkzeugs der Röntgenstrahl verkippt.

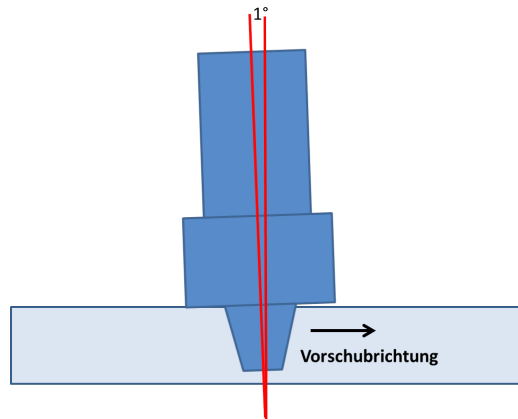


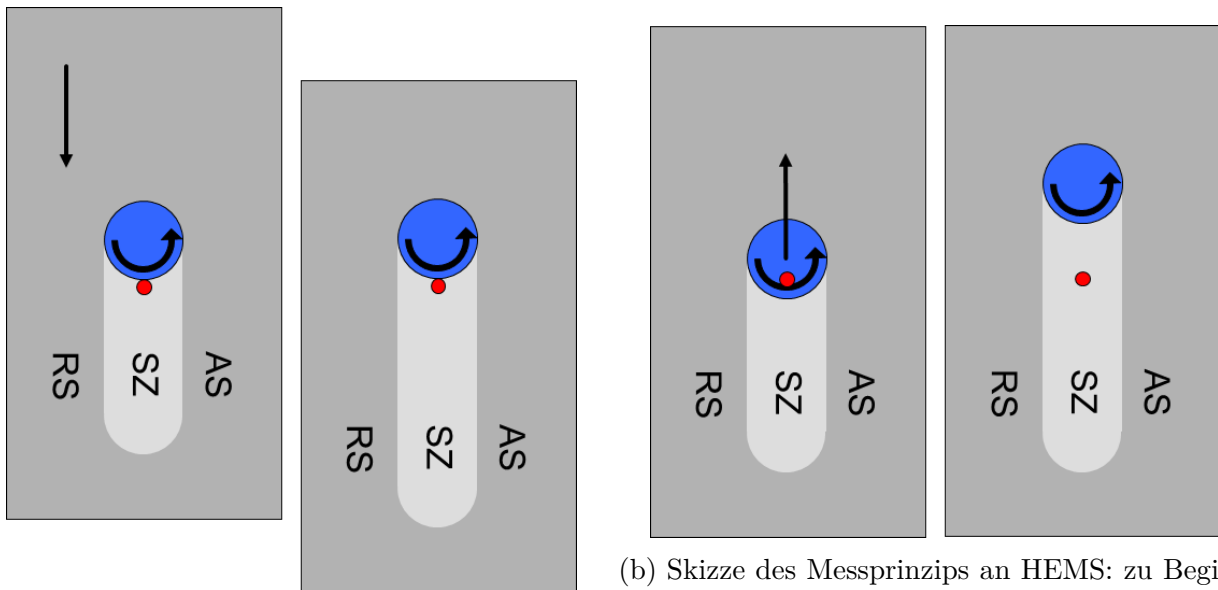
Abbildung 5.2.: Um das Material in der Schweißnaht zu halten und das Eintauchen des Werkzeugs zu verhindern, wurde mit einem um 1° stechend angestellten Werkzeug geschweißt.

um das Eintauchen der Werkzeugschulter an der Vorderseite zu verhindern. In der ersten Messreihe wurde in der Rührzone an 15 unterschiedlichen Positionen, beginnend direkt hinter dem Tool und endend in 7 mm Entfernung zum Tool, in einem jeweiligen Abstand von 0,5 mm gemessen. Dabei wurde die Aufnahme der Streubilder nach einer Vorschweißlänge von 20 mm gestartet. Die optische Nahtqualität wurde während des Prozesses mit einer Videokamera überwacht. Für die zweite Serie wurde die Blendengröße auf $0,8 \times 0,8 \text{ mm}^2$ verringert und die Messposition 3 mm in die Advancing Side verlegt. Dies entspricht einer Messposition direkt neben dem Pin in der TMAZ auf der AS. Erneut direkt hinter dem Tool beginnend, wurden mit einer Schrittweite von 0,5 mm an 14 Positionen Streudaten genommen.

5.1.2. HEMS

Messstrategie

Die Messstrategie konnte dank des höheren Photonenflusses an HEMS und des schnellen PerkinElmer-Detektors grundsätzlich geändert werden. Erstmals konnten während des Schweißens einer Naht mehrere Diffraktogramme in zeitlich definiertem Abstand aufgenommen werden. Damit war es möglich, den gesamten Ablauf des Abkühlprozesses eines gleichbleibenden Probenvolumens in einer einzigen Naht zu verfolgen. Da die Implementierung einer Kommunikation zwischen den Steuerungen der Maschine und der Beamline nicht mit ausreichender zeitlichen Genauigkeit möglich war, wurden die Messungen zunächst ebenfalls per Hand gestartet. Um sicher zu stellen, dass der Bereich direkt hinter dem Tool mit den Messungen erfasst wird, wurden die Messungen „im Tool stehend“ begonnen. Das bedeutet, dass die Kante des Tools nur näherungsweise bestimmt werden musste und das Tool zu Beginn der Messung so positioniert wurde,



(a) Skizze des Messprinzips an HARWI: Beginn (links) und Ende (rechts) der Messung. Die Position des Röntgenstrahls (rot) bezogen auf das Werkzeug (blau) bleibt konstant. Das Werkstück (grau) wird unter dem Werkzeug entlang geführt. Die Messpunkte liegen alle im gleichen Abstand zum Werkzeug, das Probenvolumen ist jedoch unterschiedlich.

(b) Skizze des Messprinzips an HEMS: zu Beginn (links) der Messungen wird der Röntgenstrahl (rot) vom Werkzeug (blau) absorbiert. Anschließend (rechts) wird das Werkzeug entlang der Oberfläche des Werkstücks (grau) geführt. Die Position des Röntgenstrahls bezogen auf das Werkstück bleibt konstant, was ein identisches Probenvolumen für alle Messpunkte zur Folge hat.

Abbildung 5.3.: Vergleich der Messverfahren an HARWI (a) und HEMS (b).

dass der Strahl vollständig vom Werkzeug absorbiert wurde. Nach dem Ende des Vorschweißens wurde dann mit einer zusätzlichen Linearachse „gegengekoppelt“. Dies führt dazu, dass sich das Werkzeug im Raum entlang der Blechoberfläche vom Messvolumen entfernt. Abbildung 5.3 zeigt den Vergleich der beiden Messverfahren.

Ortsauflösung

Die Zuordnung der Position der aufgenommenen Streubilder in der Naht erfolgte im Nachhinein. Das erste vollständig belichtete Detektorbild wurde als Nullpunkt der Messung verwendet und alle weiteren wurden entsprechend der Vorschubgeschwindigkeit und der Belichtungszeit einer Position relativ zum Tool zugeordnet. Abbildung 5.4 zeigt eine Übersicht der nach dem manuellen Start der Messung aufgenommenen Streudaten. Die Ungenauigkeit der Startpunktbestimmung ist damit die pro Bild benötigte Zeit von 0,1s, die, abhängig von der genutzten Vorschubgeschwindigkeit, zu einem Fehler in der Ortsbestimmung von 50 μm bis 200 μm führt. Eine höhere Genauigkeit wäre allerdings auch mit der Bestimmung der exakten Schulterposition nicht zu erzielen gewesen, da es zum Zeitpunkt der Messungen keine Möglichkeit gab, den

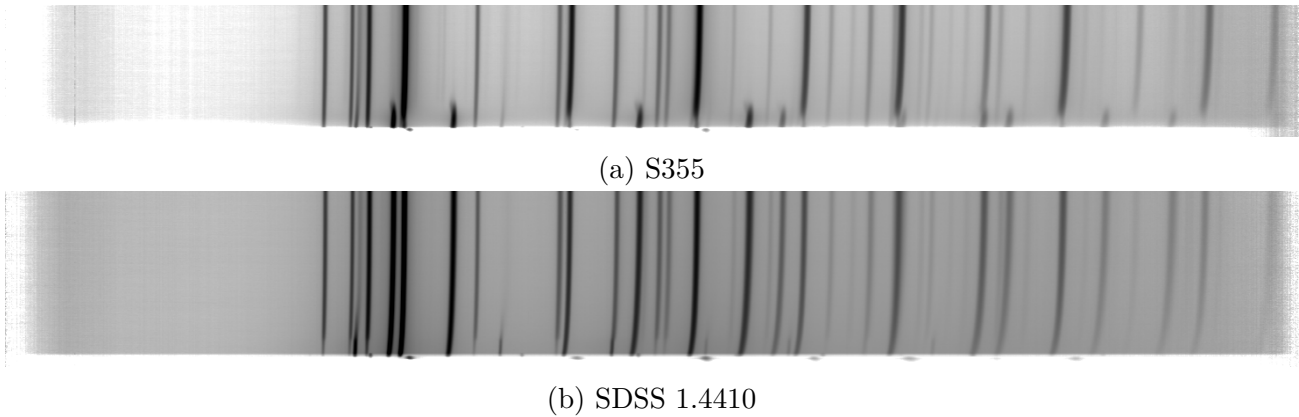


Abbildung 5.4.: Übersicht über den zeitlichen Verlauf der eindimensionalen Streudaten zur Bestimmung des Startzeitpunktes einer Messung in (a) S355 und (b) SDSS 1.4410. Aufgetragen ist der zeitliche Verlauf (y-Achse) der Intensität gegen den Streuwinkel (x-Achse). Die jeweils ersten Streukurven (unten) zeigen keine Intensität, da der Primärstrahl vollständig vom Werkzeug absorbiert wird. Die erste Streukurve, die die volle Intensität besitzt, wird als Nullpunkt des Abstands definiert.

Beginn der Bildaufnahme des PerkinElmer-Detektors auszulösen.

In Tabelle 5.2 sind die Schweißparameter der in Messzeit II geschweißten Nähte in S355 angegeben. Als Rotationsgeschwindigkeit ω wurde für alle Messungen 750 rpm gewählt, und nur die Vorschubgeschwindigkeit v und die Messposition senkrecht zur Schweißrichtung wurden variiert. SZ bezeichnet eine Messung in der Rührzone, AS eine Messung 3 mm auf der Advancing Side und RS entsprechend 3 mm auf der Retreating Side. Ergänzend ist die wie in Abbildung 5.4 bestimmte Bildnummer angegeben, ab der der Röntgenstrahl das Tool ungehindert passieren konnte.

Erfassung des Drehmoments

Durch eine Erweiterung der FlexiStir-Software war es in der Messzeit III möglich, die Positionen sämtlicher Motoren sowie die Leistung der Maschine und die auf das Werkzeug wirkenden Kräfte zu protokollieren. Wie in [75] wurde zur Berechnung des Drehmoments auf die Motorleistung zurückgegriffen, da eine Berechnung des Drehmoments aus den Kräften zu unrealistisch hohen Werten führt. Das Drehmoment M_T wird aus der Spannung U_{Motor} und dem Strom I_{Motor} des Motors gemäß Gleichung 5.4 automatisch berechnet und in der Logdatei der FlexiStir gespeichert:

$$M_T = \frac{U_{\text{Motor}} \times I_{\text{Motor}}}{\omega}. \quad (5.4)$$

Naht Nr.	Rotation ω / [rpm]	Vorschubgeschwindigkeit v / [mm/s]	Messposition	Bild
02	750	0,5	SZ	10
03	750	1,0	SZ	5
04	750	2,0	SZ	19
05	750	1,0	SZ	25
06	750	2,0	SZ	16
07	750	1,0	AS	18
08	750	2,0	AS	15
09	750	1,0	RS	18
10	750	2,0	RS	10

Tabelle 5.2.: Schweißparameter der Schweißnähte im Kohlenstoffstahl S355 aus der Messzeit II. Die Bildnummer gibt an, ab welchem Bild der Röntgenstrahl das Werkzeug ungehindert passieren konnte.

Abbildung 5.5 zeigt exemplarisch den zeitlichen Verlauf von Kraft und Drehmoment für Naht 03 im S355 aus der Messzeit III, an dem sich der Ablauf beim Schweißen gut erkennen lässt. Zunächst dringt das kalte Werkzeug in das Werkstück ein, was zu einem Kraftanstieg führt (Sekunden 20 bis 35). Durch das Erwärmen wird das Material zunehmend plastifiziert und die Kraft lässt nach, bis die Werkzeugschulter in Kontakt mit der Oberfläche kommt (35 bis 48). Sobald die gewünschte Eindringtiefe erreicht ist (48 bis 68), beginnt der Vorschub (68). Der folgende Rückgang der Kraft beruht auf dem weniger stark erhitzten und somit weniger ausgedehnten Material, das durch die Vorwärtsbewegung unter die Schulter gelangt (68 bis 88). Wie die horizontalen Verläufe der Kraft- und Drehmomentmessung zeigen, ist das für die Messung notwendige Gleichgewicht bei Beginn der Messung nach 118s erreicht. Um ein vollständiges Aufliegen der Werkzeugschulter zu gewährleisten, wurde nach 90 und 105s die Eindringtiefe manuell um jeweils 0,1 mm erhöht, was jeweils einen sprunghaften Anstieg der Kraft zur Folge hatte.

Beim Betrachten der Messwerte für das Drehmoment wird allerdings auch deutlich, dass die Schwankung um den Mittelwert von 19 Nm nicht unerheblich war und eine exakte Zuordnung der Messwerte nicht sinnvoll ist. Aus diesem Grund wurde für alle Messungen der Mittelwert des Drehmoments über 6 mm nach Messbeginn als Drehmoment für die weitere Auswertung bestimmt. Da die Messungen beginnen, wenn der Strahl noch vollständig vom Werkzeug absorbiert wird, ist so sicher gestellt, dass sowohl der Zeitraum berücksichtigt wird, in dem das Messvolumen noch unter der Schulter ist und durch Reibung erwärmt wird, als auch der Zeitraum kurz nach dem Verlassen des Werkzeugs, der Einfluss auf den Abkühlvorgang hat. Es wurde darauf verzichtet, den gesamten Zeitraum, währenddessen das Probenvolumen unter dem Tool ist, zu betrachten, da die Schulter beim Rührreißschweißen zeitlich betrachtet den letzten Teil zum

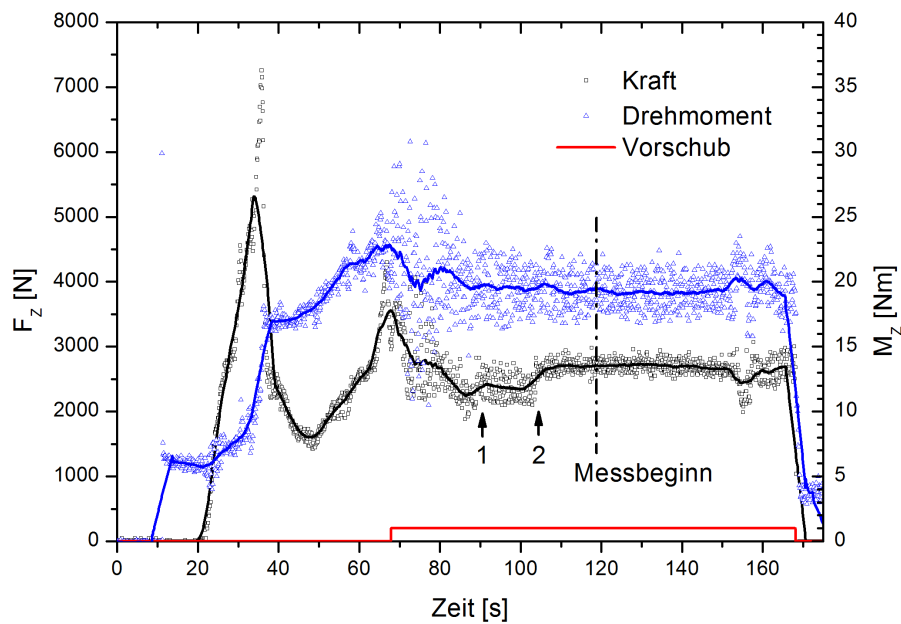


Abbildung 5.5.: Zeitlicher Verlauf von Kraft in z-Richtung und Drehmoment der FlexiStir während des Schweißens der Naht 03 in S355 in Messzeit III. Zusätzlich zu den Messwerten ist ein gleitender Durchschnitt über 50 Punkte eingezeichnet. Die rote Kurve gibt den Zeitraum des Vorschubs an, die schwarze gestrichelte Linie kennzeichnet den Startpunkt des Gegenfahrens bzw. den Messbeginn nach 50 mm Vorschweißen. Die beiden mit Pfeilen markierten Sprünge in der Kraft wurden durch manuelles tieferes Eindringen des Werkzeugs um je 0,1 mm verursacht.

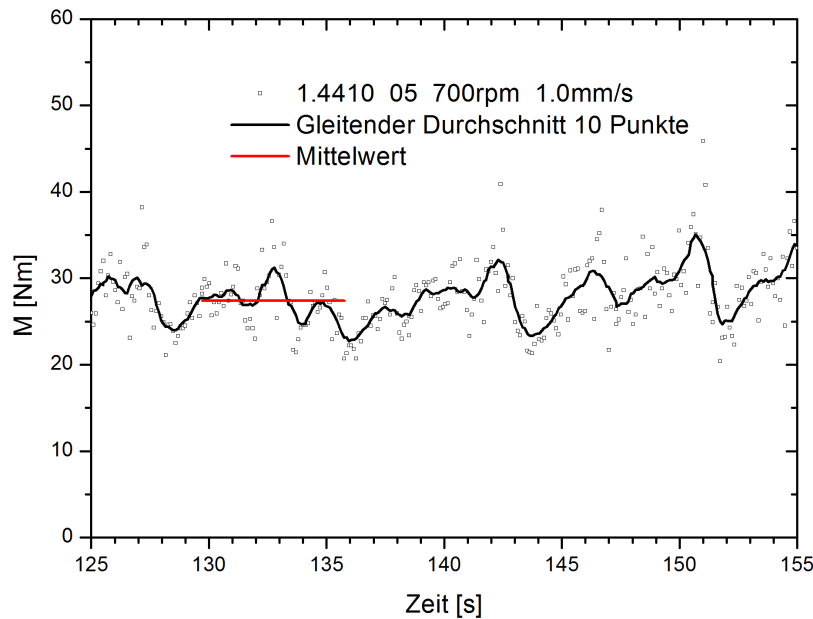


Abbildung 5.6.: Zeitliche Entwicklung des Drehmoments beim Schweißen der Naht 05 im SDSS 1.4410. Neben einer großen Schwankung lässt sich auch eine Schwingung im Drehmoment erkennen. Eingezeichnet sind zusätzlich ein gleitender Durchschnitt über 10 Punkte (schwarz) und der in der weiteren Auswertung verwendete Mittelwert zum Zeitpunkt des Messbeginns (rot).

Energieeintrag beisteuert und die Tangentialgeschwindigkeit am Rand der Schulter am größten ist. Nicht ausgeschlossen werden kann in diesem Fall, dass das Probenvolumen zu einem früheren Zeitpunkt (z.B. am Pin) bereits stärker erwärmt wurde und bis zu dem berücksichtigten Zeitraum schon von seiner Maximaltemperatur abgekühlt ist. Wie Abbildung 5.6 zeigt, ist ein deutlich kleineres Intervall ebenfalls nicht sinnvoll, da die Messwerte neben einer starken Schwankung auch eine Periodizität aufweisen.

In Abbildung 5.7 ist der Zusammenhang zwischen den aus dem Fit gewonnenen Fehler (2σ) prozentual gegen die Leistung der FlexiStir aufgetragen. Es wird deutlich, dass der prozentuale Fehler mit zunehmender Leistung steigt, was sich während des Schweißens durch einen „unrunderen“ Lauf mit deutlich wahrnehmbaren Vibrationen der Maschine äußerte.

Zur Verdeutlichung ist in Abbildung 5.8 der ortsabhängige Verlauf des Drehmoments zusammen mit einem Bild der Naht 05 gezeigt. Zunächst ist der Verlauf des Drehmoments vergleichsweise glatt und die Naht eben. Ab 60 mm Nahtlänge weist das Drehmoment mehrere klar erkennbare Extremwerte auf, deren Positionen sich in der Nahtoberfläche wiederfinden lassen. Ursache für diese Schwankungen sind die im Foto erkennbaren Defekte in der Naht, die durch

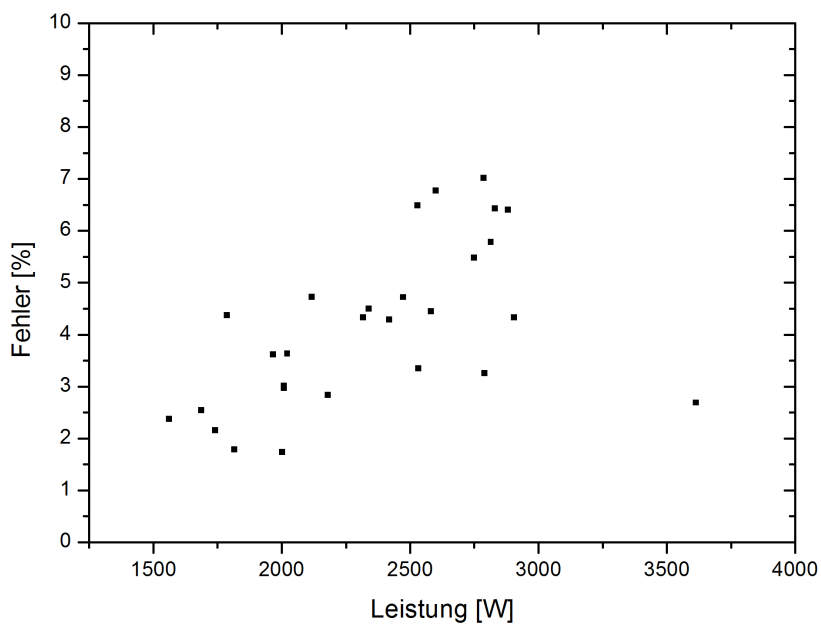


Abbildung 5.7.: Prozentualer Fehler der Drehmomentmessungen in Abhängigkeit von der zum Schweißen benötigten Leistung im SDSS 1.4410. Bei niedriger Leistung ist der Fehler gering, durch stärkere Vibrationen steigt er mit zunehmender Leistung an.

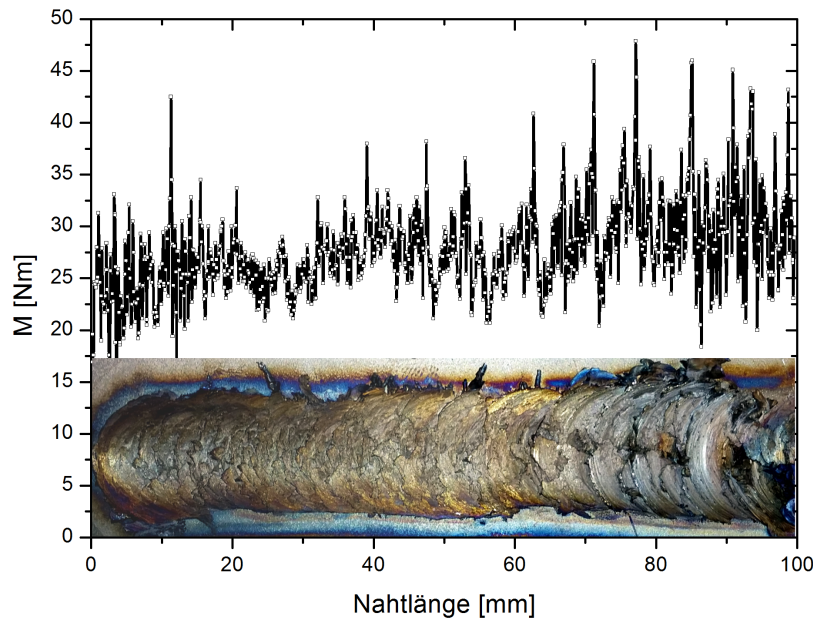


Abbildung 5.8.: Zusammenhang zwischen ortsabhängigem Verlauf des Drehmoments und Nahtqualität am Beispiel der Naht 05 in 1.4410. Die ab 60 mm auftretenden Sprünge im Drehmoment von über 45 Nm auf unter 25 Nm korrelieren mit den im Foto erkennbaren Nahtdefekten.

das Abreißen des Materialtransports entstehen.

5.2. Ergebnisse der *in situ* FSW Experimente

Im folgenden Abschnitt werden die Ergebnisse der *in situ* Rührreißschweißexperimente vorgestellt.

5.2.1. S355

Ergebnisse Messzeit I

Abbildung 5.9 zeigt die Ergebnisse der Messzeit I. Wie in allen folgenden ähnlichen Darstellungen gibt jeder Punkt das Ergebnis der Analyse eines Detektorbildes wieder. Auffällig ist die teilweise sehr deutliche Abweichung der einzelnen Punkte bei gleichbleibendem Abstand zum Werkzeug. Der Grund für diese Streuung der Messwerte kann nicht abschließend geklärt werden, da auch kein Trend bei der Reihenfolge der Messungen zu erkennen ist. Bei einer unzureichenden Länge des Vorschweißens sollte sich der Messwert für den Ferritgehalt kontinuierlich einem

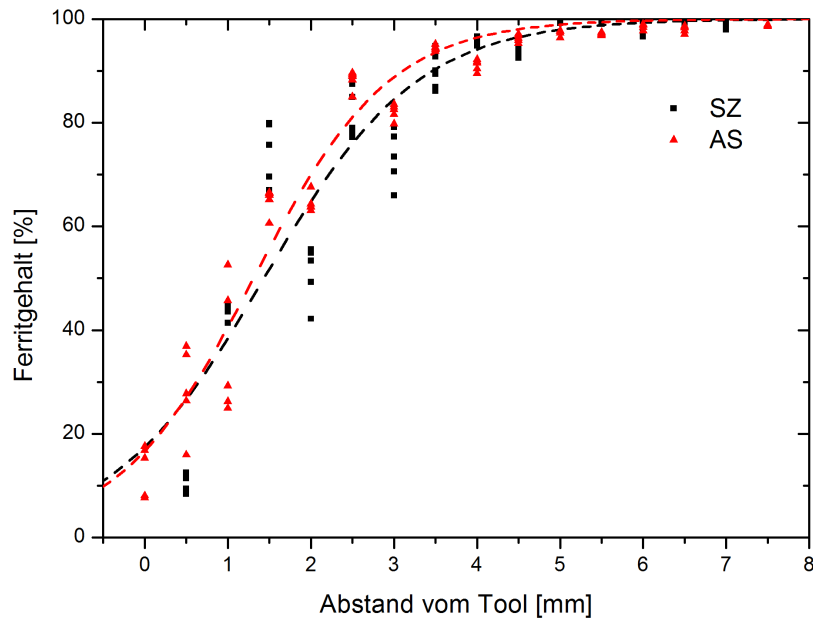


Abbildung 5.9.: Ferritgehalt in der SZ und auf der AS in Abhängigkeit vom Abstand zum Werkzeug bei den Messungen an HARWIII (Messzeit I, Rotationsgeschwindigkeit: 750 rpm, Vorschubgeschwindigkeit: 0,5 mm/s). Deutlich zu erkennen ist eine starke Schwankung der Messwerte untereinander bei konstantem Abstand.

Wert annähern. Mögliche Erklärungen wären ein nicht konstantes Drehmoment oder eine nicht konstante vom Schweißkopf aufgenommene Wärmemenge. Trotz dieser Ungenauigkeit lässt sich jedoch erkennen, dass die Umwandlung innerhalb von 5 bis 6 mm stattfindet. Unter Berücksichtigung der Vorschubgeschwindigkeit von 0,5 mm/s ergibt sich daraus eine Umwandlungszeit zwischen 10 und 12 s. Dabei wird vernachlässigt, dass direkt hinter dem Werkzeug bereits Ferrit vorhanden ist. Für die gesamte Umwandlung wäre folglich eine etwas größere Zeitspanne von ca. 15 s notwendig. Ein Unterschied zwischen den beiden Messpositionen SZ und AS lässt sich kaum erkennen. Die Trendlinie deutet darauf hin, dass die Umwandlung auf der Advancing Side geringfügig schneller abläuft.

Ergebnisse Messzeit II

Abbildung 5.10 zeigt die aus der Rietveldanalyse gewonnenen Ferritanteile in Abhängigkeit von der Entfernung zum Schweißwerkzeug aus den Messungen der Messzeit II. Alle Nähte wurden mit einer Rotationsgeschwindigkeit von 750 rpm geschweißt. Die verwendeten Vorschubgeschwindigkeiten waren 0,5, 1,0 und 2,0 mm/s (vgl. Tabelle 5.2). Bei der Betrachtung der in der Rührzone gewonnenen Daten (ST_02 bis ST_06), wird deutlich, dass sich der Bereich, in dem die Umwandlung stattfindet, mit zunehmender Vorschubgeschwindigkeit weiter von Tool entfernt. Bei der geringsten Geschwindigkeit von 0,5 mm/s (ST_02) sind bereits im Abstand von 7,0 mm 50% Ferrit im untersuchten Probenvolumen vorhanden. Durch die Steigerung der Schweißgeschwindigkeit auf 1,0 mm/s (ST_03, ST_05) vergrößert sich der Abstand auf 10 mm, bei 2,0 mm/s beträgt er mehr als 15 mm. Diese Tendenz ist auch bei den Ergebnissen der Messungen auf der Retreating Side zu erkennen (ST_09 und ST_10), wobei die Umwandlung insgesamt näher am Tool stattfindet. Beträgt der Abstand bei einer Geschwindigkeit von 1,0 mm/s etwas mehr als 8 mm, sind es bei 2,0 mm/s 12 mm.

Bei der Messung ST_08 auf der Advancing Side ist dagegen keine Änderung des Abstandes im Vergleich zu den Messungen mit der identischen Vorschubgeschwindigkeit von 2,0 mm/s in der Rührzone zu erkennen. Die zweite Messung auf der AS (ST_07), bei der mit einem Vorschub von 1,0 mm/s geschweißt wurde, fällt durch einen besonders geringen Abstand von lediglich 5,7 mm zwischen Tool und Umwandlungszone auf. Dies lässt sich jedoch durch einen Blick auf die Naht erklären. Im Gegensatz zu den übrigen Nähten ist bei Naht ST_07 deutlich zu erkennen, dass das Tool während des Prozesses nicht mit der gesamten Schulter aufgelegt hat (vgl. Abbildung 5.13). Dies hat sowohl eine Verringerung der insgesamt eingebrachten Energie als auch eine deutlich abweichende Größe der Fläche zur Folge, in die die Energie eingebracht wird. Auch wenn die Werkzeugschulter an der untersuchten Position bis zum Beginn der Messung aufgelegt hat, ist der Bereich neben dem betrachteten Probenvolumen deutlich kälter, als es bei einer Naht mit vollständig aufliegender Werkzeugschulter der Fall wäre. Für den Temperaturverlauf des Probenvolumens kann dies neben einer Beeinflussung der Maximaltemperatur auch eine erhöhte Abkühlrate bedeuten.

Durch die Bestimmung der Abstände, bei denen 1% bzw. 99% Ferrit vorliegen, können mit den Daten aus Abbildung 5.10 weitere Rückschlüsse auf den Abkühlvorgang während des Schweißens gezogen werden. Dabei ist zu beachten, dass zu Beginn der Messungen in den Streudaten einiger Nähte bereits Ferrit in erheblichen Mengen vorhanden war. In diesen Fällen wurde der Ort bestimmt, an dem sich 1% zusätzlich umgewandelt hat. Unter Berücksichtigung der Vorschubgeschwindigkeit können aus diesen Abständen die Umwandlungszeiten (t_{trans}) berechnet werden, die in Tabelle 5.3 gezeigt sind. Zusätzlich ist die maximale Steigung der Umwandlungskurven (Bildungsrate ρ) angegeben.

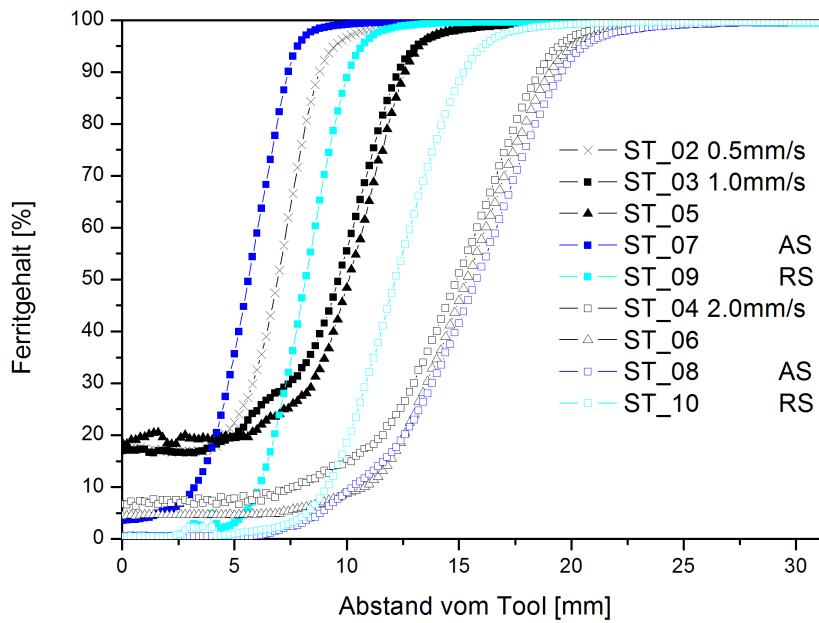


Abbildung 5.10.: Gemessener Ferritgehalt des Werkstoffs während des Prozesses aufgetragen über dem Abstand zum Werkzeug. Messungen 02 bis 06 in der Rührzone, 07 und 08 3 mm auf AS, 09 und 10 3 mm auf RS. (Messzeit II)

Nahtnummer	ω [rpm]	v [mm/s]	ρ [%/mm]	t_{trans} [s]
02	750	0,5	23,5	14,8
03	750	1,0	15,7	12,4
04	750	2,0	11,1	7,6
05	750	1,0	16,5	9,8
06	750	2,0	11,5	7,6
07	750	1,0	22,9	7,8
08	750	2,0	11,0	8,2
09	750	1,0	23,1	7,6
10	750	2,0	14,9	6,1

Tabelle 5.3.: Schweißparameter der Schweißnähte im Kohlenstoffstahl S355 aus der Messzeit II mit den jeweils ermittelten maximalen Umwandlungsraten (ρ) und Umwandlungszeiten (t_{trans}).

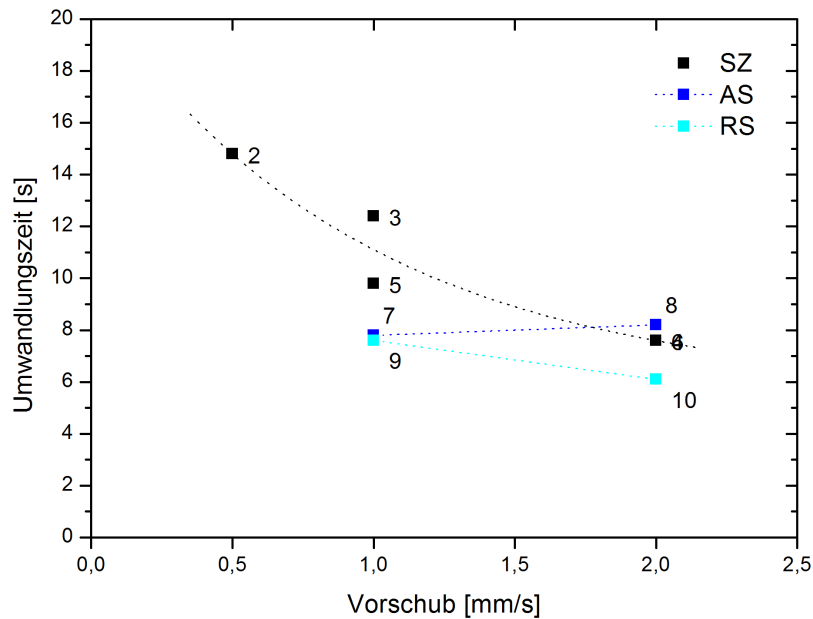


Abbildung 5.11.: Aus den Messungen bestimmte Umwandlungszeit in Abhängigkeit von der Vorschubgeschwindigkeit. Durch die Variation der Vorschubgeschwindigkeit lässt sich die Umwandlungszeit deutlich beeinflussen. (Messzeit II)

Abbildung 5.11 zeigt den Zusammenhang zwischen der Umwandlungszeit und der beim Schweißen genutzten Vorschubgeschwindigkeit. Es lässt sich eine deutliche Abnahme der Umwandlungszeit mit zunehmender Schweißgeschwindigkeit erkennen. Liegen bei einer Geschwindigkeit von 0,5 mm/s fast 15 s zwischen dem Beginn und dem Ende der Umwandlung, sind es bei 1,0 mm/s noch zwischen 8 und 13 s. Eine weitere Erhöhung der Schweißgeschwindigkeit auf 2,0 mm/s hat Umwandlungszeiten zwischen 6 und 8 s zur Folge. Für die RS lassen die beiden Messwerte eine gegenüber der SZ leicht geringere Umwandlungszeit erkennen.

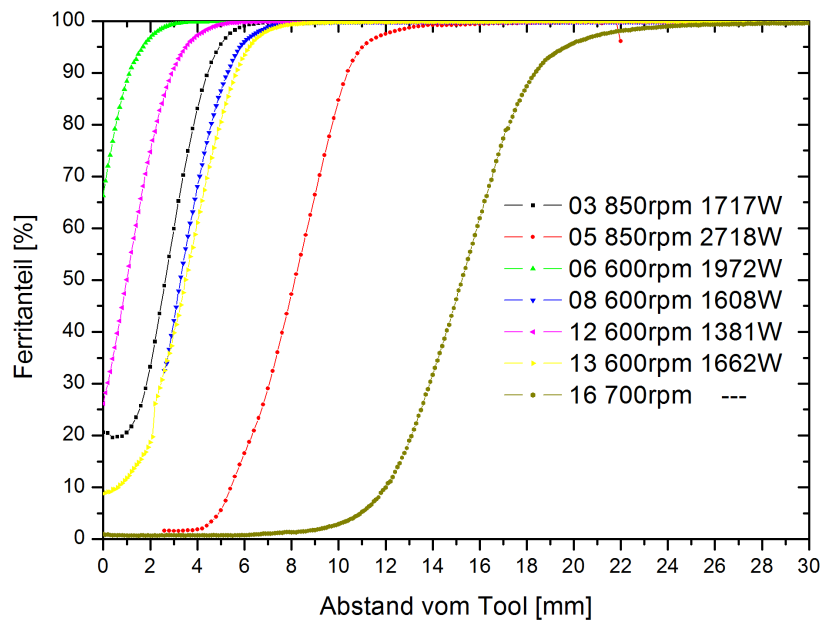
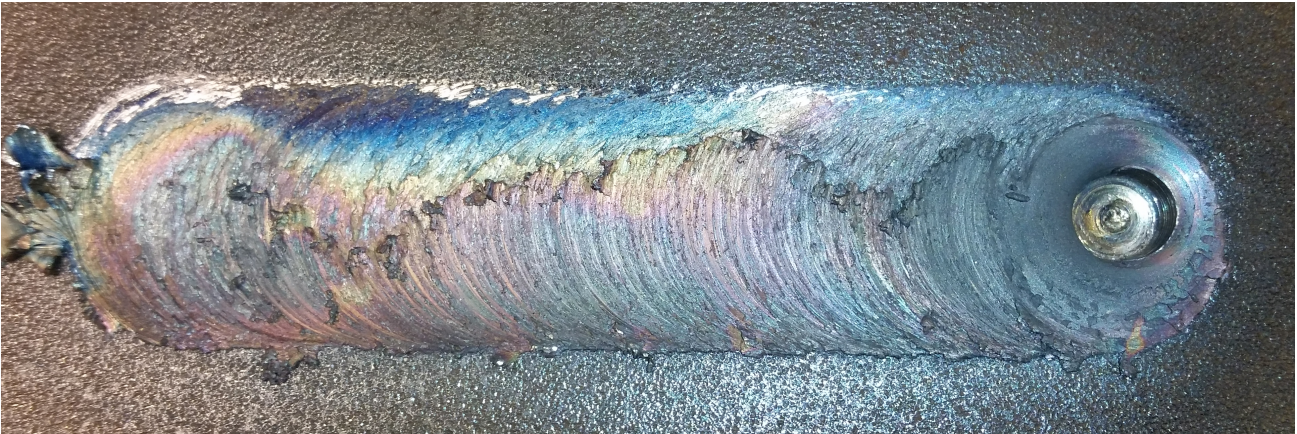


Abbildung 5.12.: Gemessener Ferritgehalt des Werkstoffs während des Prozesses aufgetragen über dem Abstand zum Werkzeug. Alle Messungen in der Rührzone bei einer Vorschubgeschwindigkeit von 1,0 mm/s. Bei den Messungen 05 und 08 wurden die ersten Bilder nicht für die Auswertung verwendet, da noch ein zusätzliches Objekt (vermutlich der Werkzeughalter) im Strahl war (vgl. Abbildungen A.1 (e) und A.2 (a)). (Messzeit III)

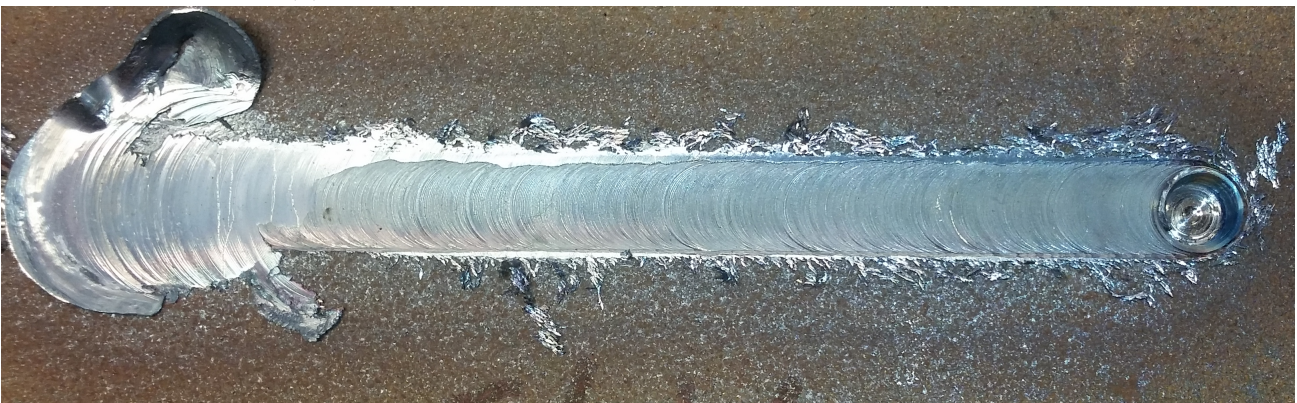
Ergebnisse Messzeit III

Abbildung 5.12 zeigt die Entwicklung der gemessenen Ferritgehalte mit zunehmendem Abstand des Tools für die während der Messzeit III mit 1 mm/s geschweißten Nähte. Zusätzlich sind für die gezeigten Ergebnisse die Rotationsgeschwindigkeit und die Leistung der FlexiStir angegeben. Wie bereits in Abbildung 5.10, ist ein unterschiedlicher Abstand der Umwandlungszone zum Tool erkennbar.

Da sich die Nahtqualität dieser Nähte jedoch zu stark unterscheidet, ist eine Auswertung der Positionen in diesem Fall nicht sinnvoll. Lediglich die Nähte 05 und 16 wurden mit einer vollständig aufliegenden Schulter geschweißt. Abbildung 5.13 zeigt den Unterschied zwischen Nähten, die mit aufliegender Schulter (a) bzw. nicht aufliegender Schulter (b) geschweißt wurden. Diese Art der Nahtfehler kann im positionsgeregelten Betrieb durch einen Gradienten in der Probendicke verursacht werden. Bei den Nähten 08 und 13 ist ebenfalls ein leichter Kontakt zwischen Schulter und Werkstück erkennbar, der Unterschied zu den beiden mit aufliegendem Tool geschweißten Nähten ist jedoch sehr deutlich. Alle übrigen Schweißnähte lassen erkennen,



(a) Mit aufliegender Werkzeugschulter geschweißte Naht.



(b) Naht, bei der kaum Kontakt zwischen Schulter und Werkstück vorhanden war.

Abbildung 5.13.: Vergleich zweier Nähte. (a): Über die gesamte Nahtlänge ist ein Kontakt zwischen Schulter und Werkstück vorhanden. (b): Nur zu Beginn der Naht hat die Schulter Kontakt zum Werkstück, der größte Teil wurde ausschließlich mit dem Pin geschweißt.

dass fast ausschließlich mit dem Pin geschweißt wurde. Erkennen lässt sich aber auch hier, dass die Nähte 08 und 13, die sich sowohl optisch als auch von der eingebrachten Leistung ähneln, vergleichbare Ergebnisse liefern.

Trotz der unterschiedlichen Eindringtiefen lassen die gewonnenen Daten die Bestimmung der für die Umwandlung charakteristischen Zeiten für alle Nähte zu. Da es bei diesen Messungen mangels eines konstanten Ausgangswerts jedoch nicht möglich ist, einen Startpunkt für die jeweilige Transformation zu finden, wurde die maximale Steigung während der Umwandlung bestimmt. Die auf diese Weise bestimmte Zeit ist um näherungsweise einen Faktor 3 geringer, als bei der für die Messzeit II angewandten Methode, bei der der langsamere Beginn und das langsamere Abklingen der Umwandlung berücksichtigt wurden. Um zumindest einen groben Vergleich zu ermöglichen, wurden die bestimmten Werte daher mit 3 multipliziert. In Abbil-

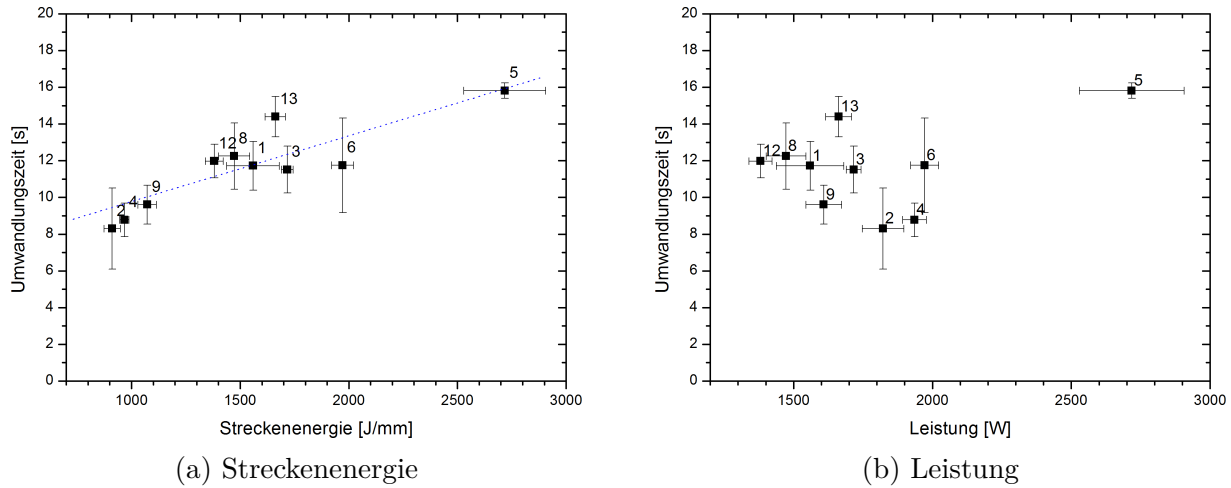


Abbildung 5.14.: Die für die Phasentransformation benötigte Zeit gegen die Streckenenergie (a) und gegen die Leistung (b). Wie aus der Abhängigkeit der Umwandlungszeit von der Streckenenergie deutlich wird, hat die Vorschubgeschwindigkeit entscheidenden Einfluss auf die Abkühlrate. (Messzeit III)

Abbildung 5.14 (a) sind die bestimmten Umwandlungszeiten in Abhängigkeit von der jeweils eingebrachten Streckenenergie dargestellt. Für die mit den niedrigsten Energien von 1000 J/mm geschweißten Nähte 02 und 04 wurden Zeiten von 8,5 s für die Dauer der Transformation gemessen, während die Umwandlung bei Naht 05, die mit 2700 J/mm gefügt wurde, 16 s dauerte. Der zu erkennende kontinuierliche Anstieg der Umwandlungszeit mit zunehmender Streckenenergie steht dabei in Einklang mit den Resultaten anderer Schweißexperimente [76], wonach sich die Abkühlzeit mit zunehmender Streckenenergie drastisch erhöht. Ein Zusammenhang mit der in Abbildung 5.14 (b) dargestellten Leistung während des Prozesses ist nicht zu erkennen.

Anmerkung zu den Messungen

Bei genauer Betrachtung der Austenitreflexe des S355 fällt auf, dass sich beim Abkühlen zwei unterschiedliche Austenittypen bilden, was durch Aufspaltung der Reflexe erkennbar ist (Abbildung A.4). Dieses Verhalten wurde bereits in [77] beobachtet und auf einen unterschiedlich hohen Kohlenstoffgehalt der fcc Strukturen zurückgeführt. Die beobachtete Aufspaltung ist allerdings für den Stahl S355 aufgrund seines geringeren Kohlenstoffgehalts geringer als bei dem für das Laserschweißen verwendete 1045 [78].

5.2.2. SDSS 1.4410

Einfluss der Rotationsgeschwindigkeit

In Abbildung 5.15 sind die Ergebnisse der Phasenanalyse für einige während der Messzeit III geschweißten Nähte im SDSS 1.4410 dargestellt. Zusätzlich sind für alle Nähte die Schweißparameter und die Leistung der FlexiStir angegeben. Gezeigt sind Daten für die drei Vorschubgeschwindigkeiten 1,0, 1,5 und 2,0 mm/s für jeweils die beiden unterschiedlichen Rotationsgeschwindigkeiten 700 und 850 rpm. Zu erkennen ist ein sehr ähnlicher Verlauf aller Kurven. Dabei ist der gemessene Ferritgehalt direkt hinter dem Werkzeug am größten und fällt dann innerhalb von 2 bis 6 mm deutlich ab. Bei Nähten, deren Phasenzusammensetzung nur gering von der des Grundmaterials abweicht (Nähte 05 und 26) ist dieser Abfall mit 2% geringer und schneller beendet, als bei den Nähten 07 und 09 mit stärker abweichender Zusammensetzung, bei denen die Abnahme des Ferritgehalts hinter dem Tool 5% bzw. 6% beträgt. Dabei ist zu beachten, dass die Daten für Naht 26 mit einem geringeren Kippwinkel der FlexiStir aufgenommen wurden, was wie in Tabelle 5.1 und Abbildung 5.1 gezeigt zu einer Vergrößerung der Ortsauflösung und damit verbunden zu einer stärkeren Mittelung führt. Im weiteren Verlauf bleibt der Ferritgehalt nahezu konstant, lediglich die Naht 26 zeigt eine leichte Zunahme des Ferritgehalts von 50% im Abstand von 5 mm auf knapp über 51% in 50 mm Entfernung zum Tool. Für Naht 10 musste der Abfall des Ferritgehalts extrapoliert werden, da in den ersten Millimetern hinter dem Werkzeug ein zusätzliches Objekt, vermutlich ein Span, im Strahl war (siehe Abbildung A.5). Im Gegensatz zu allen anderen dargestellten Schweißnähten liegt bei Naht 05 der Ferritgehalt mit 49% nach dem Schweißprozess sogar etwas unter dem Wert des Grundmaterials von 50%. Insgesamt ist sowohl mit steigender Vorschub- als auch mit steigender Rotationsgeschwindigkeit eine Zunahme des Ferritanteils zu beobachten. Dabei zeigt Naht Nummer 05, die mit der geringsten Leistung geschweißt wurde, die kleinste, die mit der höchsten Leistung geschweißte Naht Nummer 10 mit 66% Ferrit die größte Änderung verglichen mit dem Ausgangszustand.

Einfluss der Vorschubgeschwindigkeit

Abbildung 5.16 zeigt die Ergebnisse der *in situ* Streuexperimente an FSW-Nähten in SDSS 1.4410, die in der Messzeit III mit einer konstanten Rotationsgeschwindigkeit von 850 rpm und einer zwischen 0,75 mm/s und 2,00 mm/s variierten Vorschubgeschwindigkeit geschweißt wurden. Mit Ausnahme von Messung 24, bei der mit der geringsten Geschwindigkeit von 0,75 mm/s geschweißt wurde, zeigen alle Kurven einen ähnlichen Verlauf wie in Abbildung 5.15. Die Abnahme des Ferritgehalts hinter dem Werkzeug ist allerdings für die Nähte ab Nummer 24 weniger stark ausgeprägt, was durch die zwischen den Messungen veränderte Probengeometrie verursacht wird. Durch den von 55° auf 43,2° verkleinerten Kippwinkel der FlexiStir vergrößert

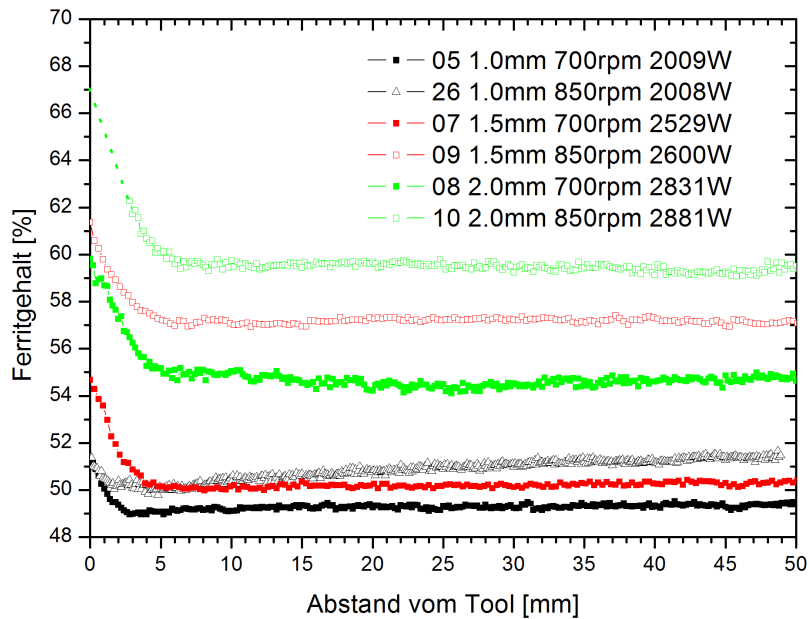


Abbildung 5.15.: Gemessener Ferritgehalt des Werkstoffs innerhalb der Rührzone während des Schweißens mit drei unterschiedlichen Vorschubgeschwindigkeiten und jeweils zwei verschiedenen Rotationsgeschwindigkeiten aufgetragen über dem Abstand zur Werkzeugkante. Zusätzlich ist für alle Messungen die Leistung der FlexiStir angegeben.

sich die maximale horizontale Entfernung zwischen zwei Punkten im Messvolumen von 3,0 auf 4,6 mm, was zu einer stärkeren Mittelung über unterschiedliche Temperaturbereiche führt. Bei den drei mit der geringsten Energie geschweißten Nähten 24, 26 und 27 ist ein leichter Anstieg im Ferritgehalt zu erkennen.

Einfluss der Streckenenergie

Abbildung 5.17 zeigt die direkt hinter der Werkzeugschulter gemessenen Ferritgehalte über die eingebrachten Streckenenergien. Dabei wurden alle Messungen berücksichtigt, die in der Rührzone durchgeführt wurden und zu denen das Messprotokoll der FlexiStir vorlag. Anders als bei den Ferritbildungsraten im S355 ist im untersuchten Energiebereich kein direkter Zusammenhang zwischen dem Ferritgehalt und der Streckenenergie zu erkennen. Die Messungen 29 und 24 ergeben trotz einer Verdoppelung der Streckenenergie von 1200 auf 2400 J/mm den gleichen Ferritgehalt von 50% und sieben Nähte, die mit vergleichbaren Energien zwischen 1500 und 1800 J/mm geschweißt wurden, zeigen stark unterschiedliche Ferritgehalte zwischen 49% und 67%.

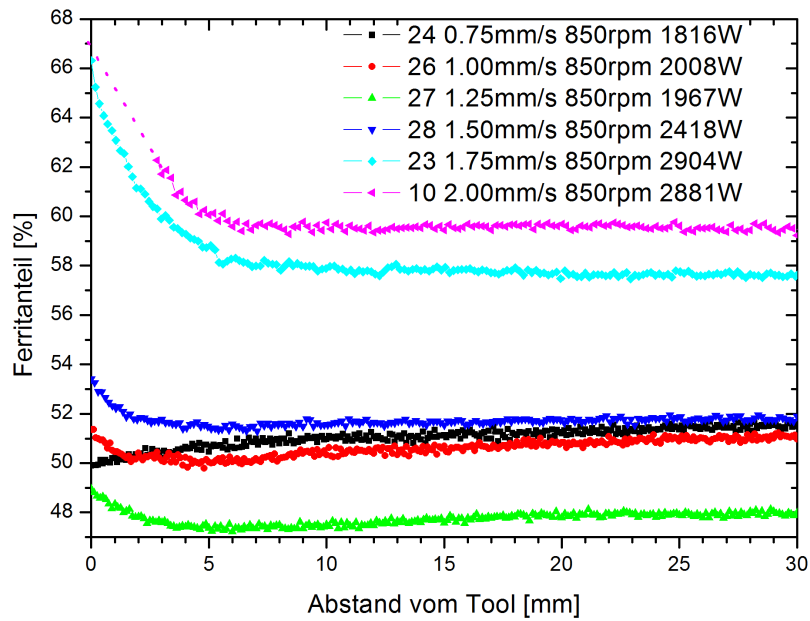


Abbildung 5.16.: Gemessener Ferritgehalt des Werkstoffs innerhalb der Rührzone während des Schweißens mit unterschiedlicher Vorschubgeschwindigkeit aufgetragen über dem Abstand zur Werkzeugkante. Alle Messungen wurden bei einer Rotationsgeschwindigkeit von 850 rpm durchgeführt. Zusätzlich ist für alle Messungen die Leistung der FlexiStir angegeben.

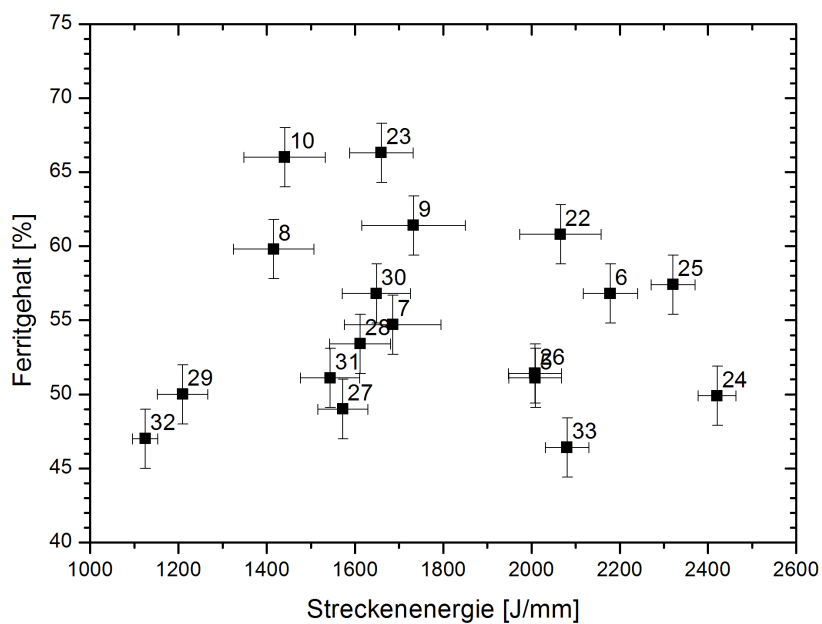


Abbildung 5.17.: Gemessener Ferritgehalt des Werkstoffs während des Prozesses aufgetragen über die eingebrachten Streckenenergien. Die Messwerte zeigen keinen erkennbaren Zusammenhang mit der Streckenenergie. Alle Messungen zeigen den Ferritgehalt in der Rührzone direkt hinter dem Werkzeug. Die Nummern an den Punkten geben die Nahtnummer an.

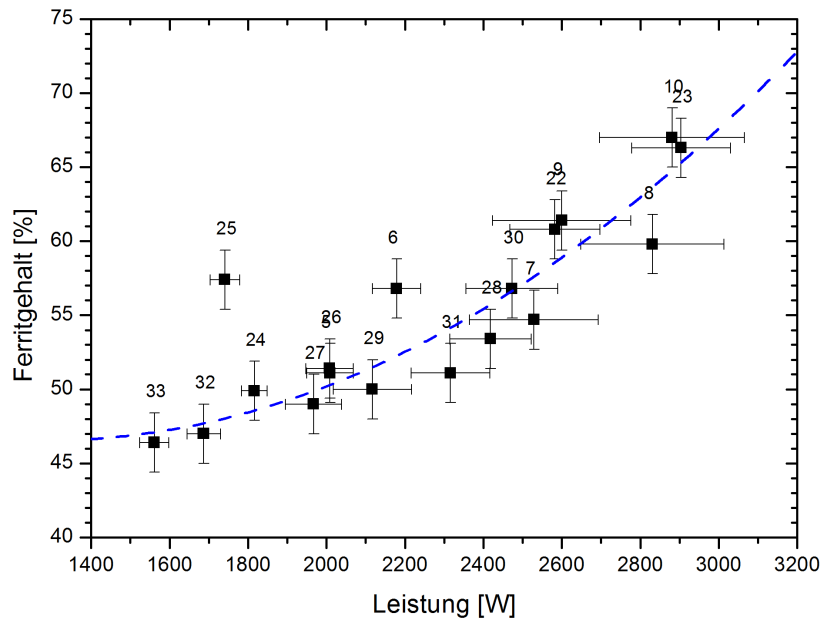


Abbildung 5.18.: Gemessener Ferritgehalt des Werkstoffs während des Prozesses aufgetragen über der gemessenen Leistung der FlexiStir. Alle Messungen zeigen den Ferritgehalt in der Rührzone direkt hinter dem Werkzeug. Die Nummern über den Punkten geben die Nahtnummer an. Als Trendlinie (blau) wurde unter Vernachlässigung von Messung 25 ein Polynom zweiten Grades verwendet (Gleichung 5.5).

Einfluss der Schweißleistung

Da die Abbildungen 5.15 und 5.16 eine Abhängigkeit zwischen den gemessenen Phasenanteilen und der Leistung der FlexiStir nahelegen, ist dieser Zusammenhang in Abbildung 5.18 dargestellt. Die Abbildung zeigt, dass der Ferritgehalt an der Werkzeugschulter im gesamten mit den Messungen abgedeckten Leistungsintervall von 1500 bis 3000 W mit der Leistung skaliert. Einzig die Messung 25 fällt aus dem Rahmen. Was der Grund für diese Abweichung ist, lässt sich anhand der aufgezeichneten Daten nicht feststellen, da Naht 24 mit den selben Parametern und einem vergleichbaren Drehmoment geschweißt wurde und abweichende Ergebnisse liefert. In dem untersuchten Leistungsbereich hängt der Ferritgehalt f gemäß Gleichung 5.5 von der genutzten Schweißleistung P ab:

$$f(P) = 58,49 - 0,01851 \times P + 7,183 \cdot 10^{-6} \times P^2. \quad (5.5)$$

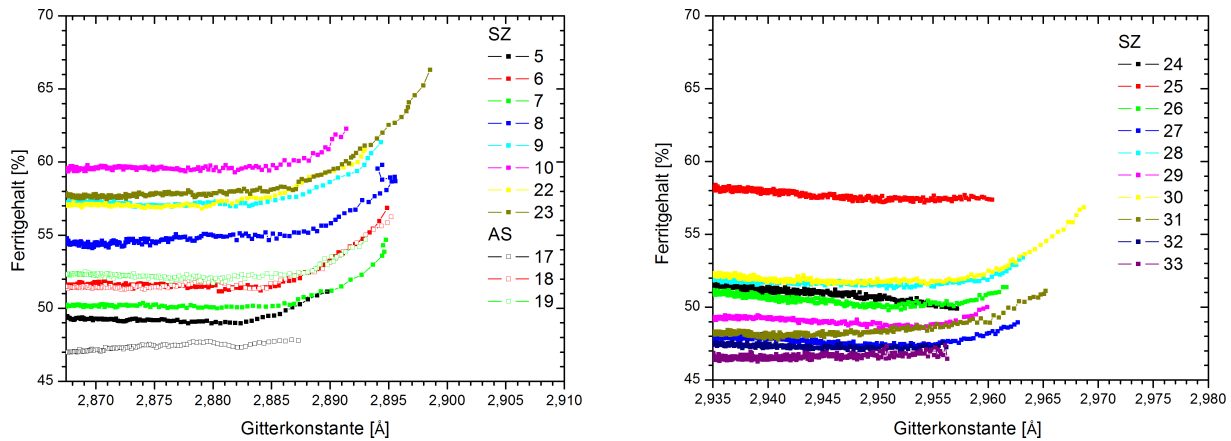


Abbildung 5.19.: Ferritgehalt aufgetragen gegen den Gitterparameter. Der unterschiedliche Kippwinkel (veränderter Abstand zwischen Probe und Detektor) resultiert in einer Differenz des Gitterparameters. Aus diesem Grund ist kein direkter Vergleich der beiden Probenreihen möglich.

Anmerkungen zu den Messungen

In Abbildung 5.19 ist der Zusammenhang zwischen dem Ferritgehalt und dem Gitterparameter gezeigt. Bis auf die bereits erwähnten Messungen 24 und 25 zeigen die Daten einen parallelen Verlauf. Die Phasentransformation endet folglich unabhängig von der während des Schweißens erreichten Maximaltemperatur und unabhängig von der aus der Vorschubgeschwindigkeit resultierenden Abkühlrate bei einer gleichbleibenden Temperatur.

Bei der Betrachtung der Übersichtsbilder der Diffraktogramme der Schweißnähte lässt sich erkennen, dass in einigen Nähten (z.B. Abbildung A.5 (c)) zwischen dem (111) Austenit- und dem (101) α -Titan-Reflex ein zusätzlicher Reflex erscheint. Gemäß Abbildung 2.9 könnte es sich bei der neu gebildeten Phase um intermetallische Ausscheidungen handeln, die sich bei den während des Prozesses erreichten Temperaturen in weniger als 60 s ausbilden können. Die optimale Bildungstemperatur dieser Phasen liegt dabei für SDSS 1.4410 bei 950 °C. Wie in Abschnitt 6.2 gezeigt, ist dieser Temperaturbereich bereits erreicht, wenn nur geringe Änderungen im Ferritgehalt stattfinden. Durch die zusätzliche mechanische Beeinflussung des Materials beim Rührreißschweißen wäre gemäß [27] auch eine Verkürzung der für die Bildung der σ -Phase benötigten Zeit möglich. Die Positionen der zusätzlichen Reflexe passen jedoch zu keiner in Tabelle 2.2 angegebenen Phase. Es könnte sich stattdessen um eine Ferrotitan-Legierung handeln, die sich an der Unterseite der Probe bilden kann, wenn der Pin in den als Unterlage verwendeten Titanstreifen eindringt. Eine eindeutige Zuordnung ist wegen der geringen Intensität und fehlender weiterer frei stehender Reflexe nicht möglich.

Die Parameter aller geschweißten Nähte befinden sich in Tabelle A.2. Auf die Betrachtung der Ergebnisse der Messungen außerhalb des Nahtzentrums wird verzichtet, da sich wegen der

ausgeprägten, aber nicht mehr dem Grundmaterial entsprechenden Textur keine ausreichende Genauigkeit erreichen ließ.

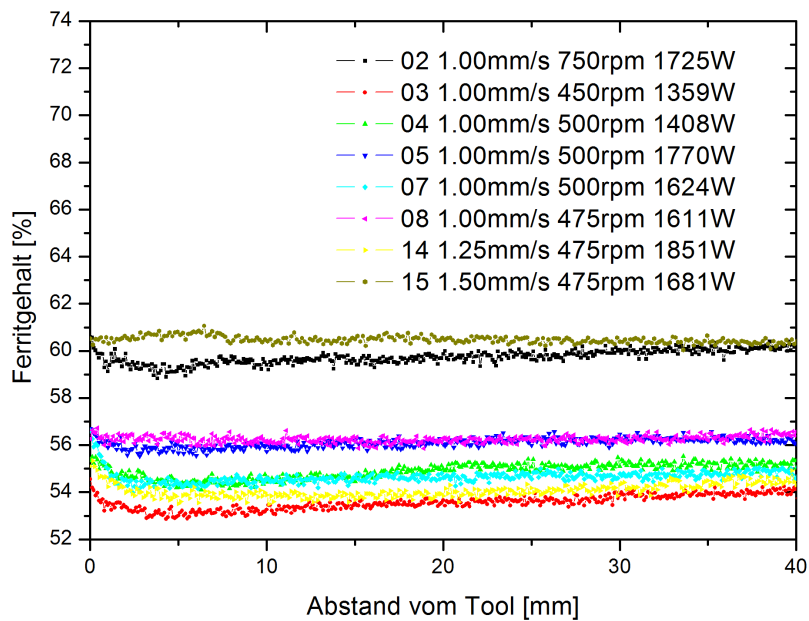


Abbildung 5.20.: Gemessener Ferritgehalt des Werkstoffs 1.4462 während des Prozesses aufgetragen über dem Abstand zum Werkzeug. Alle Messungen fanden in der Rührzone statt.

5.2.3. DSS 1.4462

Einfluss der Vorschub- und der Rotationsgeschwindigkeit

Bei den Ergebnissen der Messungen im 1.4462 ist zu beachten, dass alle Nähte mit dem Kippwinkel 39° gemessen wurden. Mehrere für die Messung bei größeren Anstellwinkeln „abgedrehte“ Werkzeughalter waren bereits zerstört, daher wurde beim letzten verbliebenen darauf verzichtet, Material an der Kante zu entfernen. Um trotzdem am Tool messen zu können, blieb nur das flachere Anstellen der FlexiStir. Das hat neben einem Verlust an Ortsauflösung und Intensität den zusätzlichen Nachteil, dass für die jeweils erste Naht auf einem Blech ein Teil des Detektors vom Rahmen der FlexiStir abgeschattet wurde. Außerdem sind bei den Messungen 11, 13, 15, 17 und 19 (Abbildungen A.11 und A.12) neben den Stahl- und Titanreflexen auch Aluminiumreflexe vorhanden, da der Primärstrahl hinter der Probe auf den Rahmen der FlexiStir getroffen ist. Trotz dieser Schwierigkeiten zeigen die in Abbildung 5.20 dargestellten Ergebnisse der Phasenanalyse keine deutlich gesteigerte Streuung im Vergleich zu den Messungen an 1.4410. Der Verlauf des Ferritgehalts in der Rührzone entspricht dabei qualitativ dem in 1.4410.

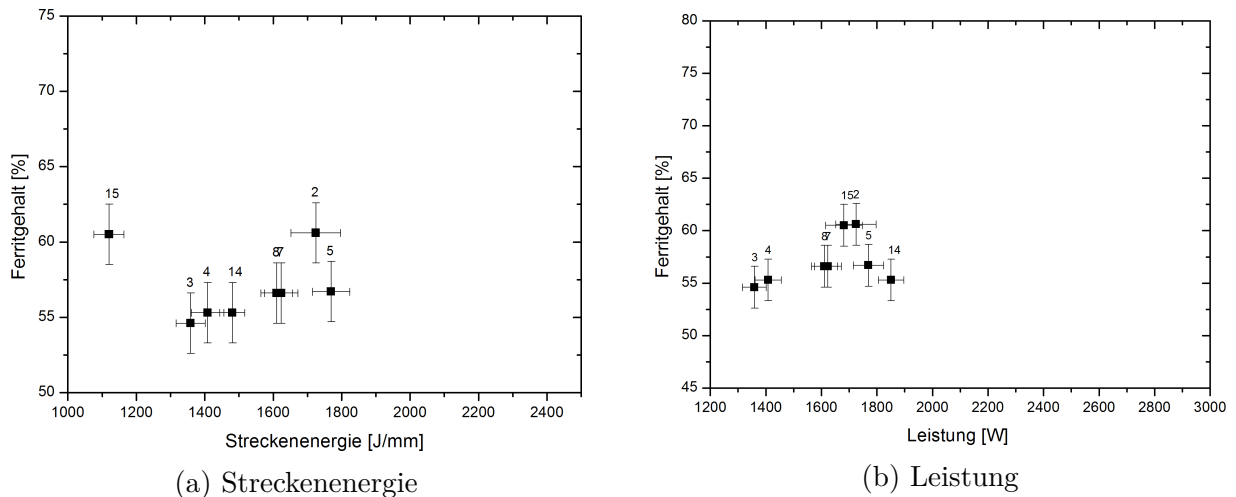


Abbildung 5.21.: Ferritgehalt der Rührzone aufgetragen gegen die Streckenenergie (a) und gegen die Leistung (b). Die geringe Zahl an Messungen und das kleine genutzte Leistungsintervall lassen keine abschließende Bewertung zu. Ein ähnlicher Verlauf wie in Abbildung 5.18 ist nicht ausgeschlossen.

Einfluss der Schweißleistung und der Streckenenergie

In Abbildung 5.21 ist in Analogie zu den Abbildungen 5.18 und 5.17 der Ferritgehalt hinter dem Tool sowohl gegen die Streckenenergie (a) als auch gegen die Leistung (b) aufgetragen. Zur besseren Vergleichbarkeit entspricht der Maßstab dem der Darstellungen der Ergebnisse von 1.4410 in Abbildung 5.17 und Abbildung 5.18. Die Änderungen im Phasenanteil sind geringer als im 1.4410, allerdings ist auch die Leistung beim Schweißen niedriger. Da Messungen mit höherer Leistung fehlen und nur die Nähte 14 und 15 mit einer von 1 mm/s abweichenden Vorschubgeschwindigkeit geschweißt wurden, ist eine abschließende Bewertung nicht möglich. Naht 15 spricht jedoch gegen einen direkten Zusammenhang zwischen Ferritgehalt und Streckenenergie.

Anmerkungen zu den Messungen

Zusätzliche Phasen sind in den Streudaten nicht zu erkennen. Wegen des geringeren Anteils an Legierungselementen ist die Ausbildung im Vergleich zu 1.4410 auch weniger wahrscheinlich. Die Parameter aller geschweißten Nähte befinden sich in Tabelle A.3. Auch für diesen Werkstoff konnten die Messungen außerhalb des Nahtzentrums nicht in befriedigender Weise ausgewertet werden.

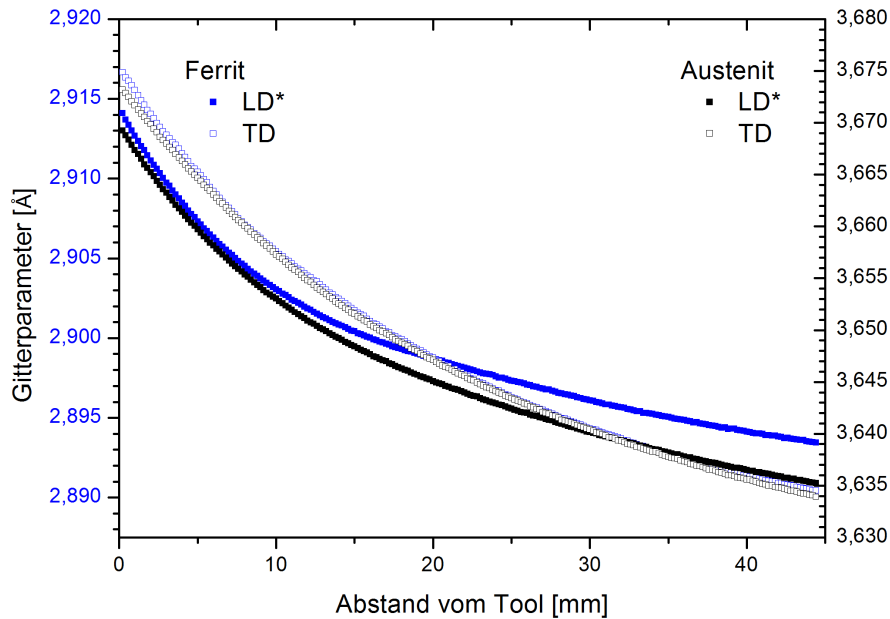


Abbildung 5.22.: Entwicklung der Gitterparameter des Ferrits (blau) und Austenits (schwarz) in den beiden zugänglichen Richtungen TD (transversale Richtung, offene Symbole) und LD* (Projektion der longitudinalen Richtung, volle Symbole) in Naht 5 im 1.4410.

5.3. Eigenspannungen

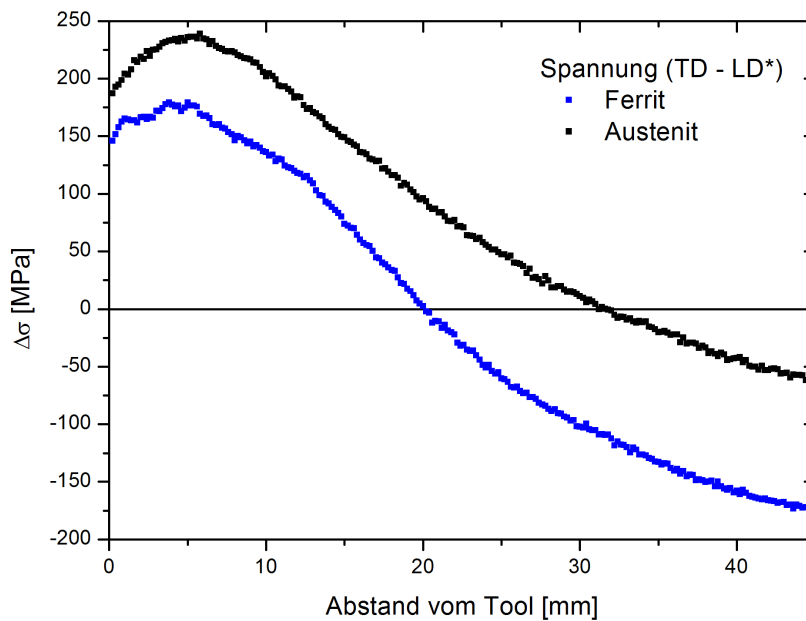
Abbildung 5.22 zeigt die Abnahme der Gitterparameter im Ferrit (blau) und Austenit (schwarz) für die transversale Richtung (TD) und die Projektion der longitudinalen Richtung (LD*) in Naht 5 (1.4410). Dabei wird deutlich, dass sich die beiden Richtungen unterschiedlich verhalten. Ist die Gitterausdehnung im Ferrit nach dem Schweißen zunächst noch in transversaler Richtung stärker, gleichen sich die Werte im Abstand von 20 mm hinter dem Werkzeug an. Im weiteren erfassten Verlauf des Abkühlprozesses liegt der Gitterparameter in transversaler Richtung zunehmend unter dem der longitudinalen Richtung. Für den Austenit ist der qualitative Verlauf sehr ähnlich, der Schnittpunkt der beiden Richtungen liegt hier bei 32 mm.

In Abbildung 5.23 (a) ist der gemäß Gleichung 3.35 aus Abbildung 5.22 berechnete Verlauf der Spannungsdifferenzen für den Ferrit- und den Austenitanteil dargestellt. Zur Berechnung wurden gemäß [64] die für Duplexstähle angegebenen Werte für die XEC $s_2/2$ von 5,80 für den Ferrit und 6,09 für den Austenit verwendet (in 10^{-6} MPa^{-1}). Für d_0 wurden die Werte 2,865 Å (Ferrit) und 3,604 Å (Austenit) angenommen. Der berechnete Spannungswert darf daher nur als Anhaltspunkt für die Größenordnung der auftretenden Spannungsdifferenzen betrachtet

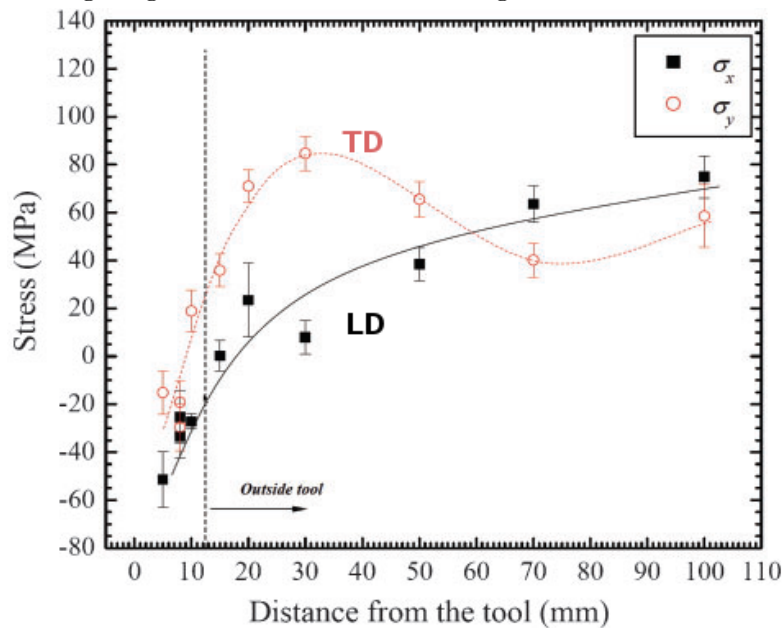
werden. Zusätzlich wurden die XEC als konstant angenommen. Durch ihre Berechnung aus dem Elastizitätsmodul sind sie jedoch temperaturabhängig. Für reines Eisen beträgt der E-Modul bei Raumtemperatur 220 GPa, bei 1000 °C 140 GPa.

Für den Ferrit beträgt die Spannungsdifferenz hinter dem Tool 150 MPa, steigt im Abstand von 5 mm auf 175 MPa an und sinkt von dort auf 0 MPa bei 20 mm Abstand ab. Am Ende der Messung (45 mm) liegt die Spannung bei -175 MPa. Der Austenitanteil zeigt eine etwas höhere maximale Differenz von fast 250 MPa und einen mit 32 mm Abstand zum Tool weiter entfernten Punkt, an dem die Spannungen in beiden Richtungen gleich sind. Der letzte gemessene Wert liefert eine um gut 50 MPa geringere Spannung in transversaler Richtung.

Qualitativ entspricht der Verlauf damit dem in [65] beschriebenen Verlauf für das Schweißen von Aluminium (Abbildung 5.23 (b)), der hinter dem Werkzeug, bedingt durch die thermische Ausdehnung des Schweißguts und den Anpressdruck des Werkzeugs, Druckspannungen zeigt. Die im Stahl auftretenden höheren Spannungsdifferenzen von bis zu 175 MPa resultieren aus den höheren Kräften, die zum Schweißen notwendig sind. Das Schweißen mit einer erheblich geringeren Vorschubgeschwindigkeit hat ein Verschieben zu größeren Abständen zur Folge. Auch in Untersuchungen an FSW-Nähten in Aluminiumlegierungen wurde gezeigt, dass die maximale Spannung in der erkalteten Naht in longitudinaler Richtung liegt [79]. Die Ursache für die vorhandene Differenz in den Spannungen ist das asymmetrische, durch die Werkzeugbewegung in longitudinaler Richtung gestreckte Temperaturfeld des Schweißprozesses.



(a) Berechnete Spannungsdifferenz zwischen transversaler Richtung TD und Projektion der longitudinalen Richtung LD*. Wegen der Vernachlässigten Temperaturabhängigkeit der XEC sind insbesondere die Werte bei geringem Abstand zum Werkzeug nur als Richtwert zu verstehen.



(b) Mit Neutronenstreuung bestimmte Spannungen während des Rührreißschweißens der Aluminiumlegierung Al6061 [65].

Abbildung 5.23.: Vergleich zwischen den aus den Experimenten am Synchrotron berechneten Spannungsdifferenz und den von Woo *et al.* mit Neutronen gemessenen Spannungsverläufen.

6. *In situ* Untersuchung der FSW Temperaturzyklen

Zur Unterstützung der Auswertung der *in situ* FSW-Experimente wurden *in situ* Experimente mit einem Dilatometer durchgeführt [74]. Der komplexe Schweißzyklus mit all seinen thermischen und mechanischen Einflüssen kann in einem Dilatometer zwar nicht simuliert werden, dennoch liefert die gezielte und ausschließliche Betrachtung des thermischen Einflusses auf das Material äußerst wertvolle Informationen über die Entwicklung des Gefüges während des Schweißprozesses. Der FSW-Temperaturzyklus setzt sich aus drei Teilen zusammen. Der erste Teil besteht aus dem schnellen Aufheizen des Materials vor dem Tool, dem ein Bereich konstanter Temperatur folgt, während dessen sich das Schweißgut unter dem Tool befindet. Im letzten Teil wird die Naht durch Anblasen mit Argon abgekühlt. Durch die Variation der Heizrate, der Haltezeit, der Maximaltemperatur und der Ventilöffnung lassen sich auf diese Weise unterschiedliche Schweißparameter nachbilden. Als Vorlage für die genutzten Temperaturprofile dienten Temperaturmessungen von Herrn Luciano Bergmann, die an den Portalschweißanlagen in Geesthacht mittels Thermoelementen in unmittelbarer Nähe zur Rührzone gewonnen wurden. Abbildung 6.1 zeigt einen Temperaturverlauf mit zugehöriger Probenausdehnung.

Während des gesamten Temperaturzyklus wurden sowohl die Daten des Dilatometers gespeichert, als auch Diffraktogramme mit einer Frequenz von bis zu 10 Hz aufgenommen. Auf diese Weise ist es möglich, komplementäre Daten für die makroskopische und die mikroskopische Längenausdehnung zu erhalten. So lassen sich mit dem Dilatometer zwar die Temperatur und die makroskopische Probenausdehnung messen, durch den Einsatz von Synchrotronmethoden können aber zusätzliche Informationen, wie Phasenanteil und Gitterkonstanten, gewonnen werden. Da es sich bei den untersuchten Duplexstählen um stark texturierte Proben handelt, wurde dieser Aspekt berücksichtigt, indem zusätzlich Texturmessungen (Abschnitt 7.1) durchgeführt wurden. Die bei diesen Untersuchungen erhaltenen Orientierungsdichteverteilungsfunktionen (ODF) wurden anschließend als Input für die weitere Analyse der bei den Dilatometermessungen gewonnenen Daten verwendet.

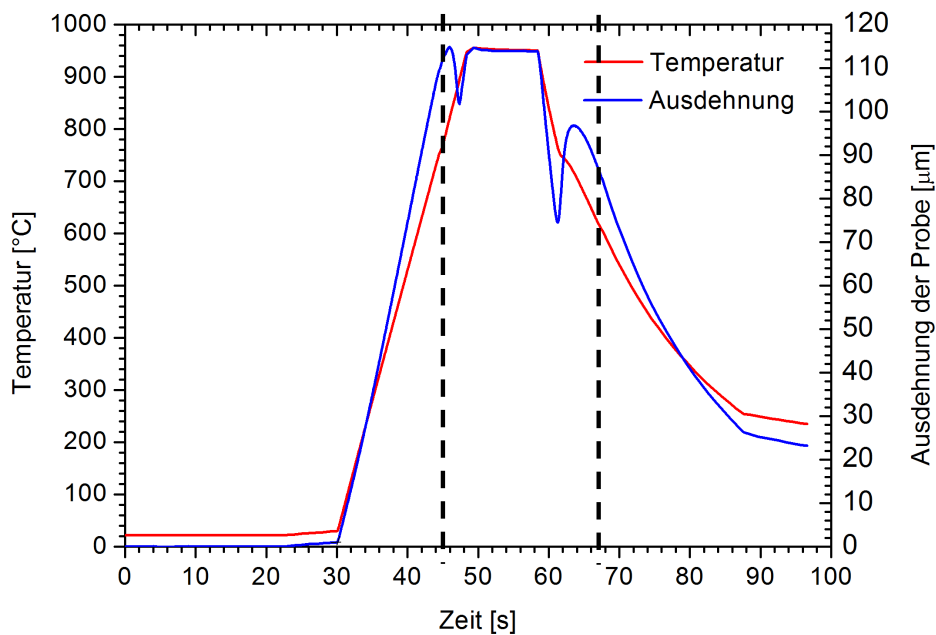


Abbildung 6.1.: Temperatur und Längenausdehnung einer S355 Probe während eines FSW Temperaturzyklus. Die gestrichelten schwarzen Linien markieren den Zeitraum, für den die Streudaten in Abbildung 6.2 dargestellt sind.

6.1. Dilatometer Durchführung

An der HEMS Beamline an PETRAIII konnten in Zusammenarbeit mit Herrn Dr. Andreas Stark wertvolle Daten zur Unterstützung der Interpretation der *in situ* FSW Experimente gewonnen werden. Als Proben wurden zunächst die für Experimente mit dem Dilatometer üblichen Zylinder der Länge 10 mm mit einem Durchmesser von 4 mm verwendet. Diese Geometrie wird verwendet, weil so der Durchmesser der Probe mit dem Durchmesser der Stempel des Dilatometers übereinstimmt und zusätzlich ein gleichmäßiges Aufheizen der Probe erreicht wird. Um eine möglichst präzise Längenausdehnung messen zu können und ein Verrutschen der Probe zu verhindern, wurden alle Proben mit planparallelen Stirnflächen gefertigt. Um das Oxidieren der Probenoberfläche zu verhindern und einheitliche Versuchsbedingungen zu schaffen, wurden alle Proben nach einmaligem Spülen mit Argon in einer definierten Argonatmosphäre von 0,1 Bar gemessen. Analog zu den Schweißversuchen wurde eine Photonenenergie von 100 keV gewählt. Der Abstand zwischen Probe und Detektor wurde so gewählt, dass mindestens die ersten vier Beugungsringe der beiden Phasen vollständig erfasst wurden. Die Aufnahme zusätzlicher Reflexe wäre durch eine Verringerung des Abstandes möglich, ist wegen der endlichen Auflösung des Detektors jedoch nicht sinnvoll. Um die optimale Strahlgröße zu bestimmen, müssen mehrere

Aspekte berücksichtigt werden. Ein kleiner Strahl bietet die beste Ortsauflösung und liefert eine gute Trennung der Reflexe, es besteht aber die Gefahr, dass nur wenige Körner die Beugungsbedingung erfüllen und dadurch kleine Inhomogenitäten das Ergebnis stark beeinflussen. An dieser Stelle ist auch eine mögliche Vergrößerung der Körner bei hohen Temperaturen zu berücksichtigen. Zusätzlich kann auch die benötigte Intensität eine Rolle bei der Wahl der Blendengröße spielen.

6.2. Ergebnisse Dilatometer

S355

Abbildung 6.2 zeigt einen Ausschnitt aus der zeitlichen Entwicklung der Beugungsreflexe im zweiphasigen Temperaturbereich des in Abbildung 6.1 dargestellten Temperaturprofils. Zu Beginn der Darstellung (45 s) sind sowohl Ferrit als auch Austenit vorhanden. Nach knapp 48 s ist der Ferrit vollständig in Austenit umgewandelt. Nach dem Halten bei 950 °C und dem Beginn des Abschreckens bildet sich nach 61 s wieder Ferrit und die Austenitreflexe werden schwächer. Gut zu erkennen ist die zeitliche Übereinstimmung des einphasigen Hochtemperaturbereichs mit dem in Abbildung 6.1 erkennbaren Bereich zwischen den lokalen Minima in der Ausdehnungskurve.

In Abbildung 6.3 ist der Vergleich zwischen den Ergebnissen der Phasenanalyse und der Ausdehnungsmessung im Dilatometer gezeigt. Für diesen Vergleich wurde auf die maximale Ausdehnung im Dilatometer (114,72 µm, 10 mm Ausgangslänge) und das maximale Volumen pro Atom ($12,2083 \text{ \AA}^3$) normiert, und angenommen, dass der Volumenausdehnungskoeffizient drei mal so groß ist wie der Längenausdehnungskoeffizient (isotroper Körper). Qualitativ stimmen die mikroskopische und die makroskopische Ausdehnung gut überein und es lassen sich alle Effekte während der Umwandlung sowohl im Dilatometer- als auch im Streusignal erkennen. Die Differenz in den beiden Signalen könnte aus dem enthaltenen Zementit resultieren, der im Streusignal nicht berücksichtigt wurde.

Mit den in den Dilatometerexperimenten gewonnenen Daten (Abbildungen A.15 und A.16) kann in Anlehnung an Abbildung 2.7 ein Ausschnitt eines ZTU-Diagramms erstellt werden. Durch das Untersuchen des für die Schweißversuche genutzten Werkstoffs kann eine Abweichung in der chemischen Zusammensetzung ausgeschlossen werden. In Abbildung 6.4 sind das ZTU-Diagramm (a) und der Ferritgehalt (b) dargestellt.

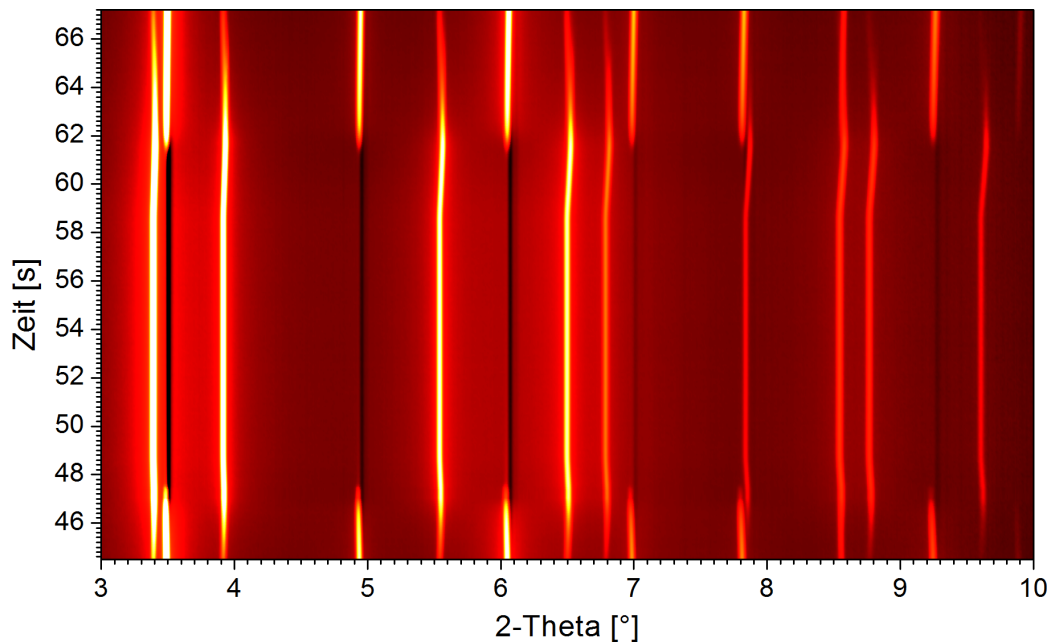


Abbildung 6.2.: Zeitlich Entwicklung der Beugungsreflexe im zweiphasigen Temperaturbereich (S355). Der dargestellte Zeitraum entspricht dem in Abbildung 6.1 markierten Bereich.

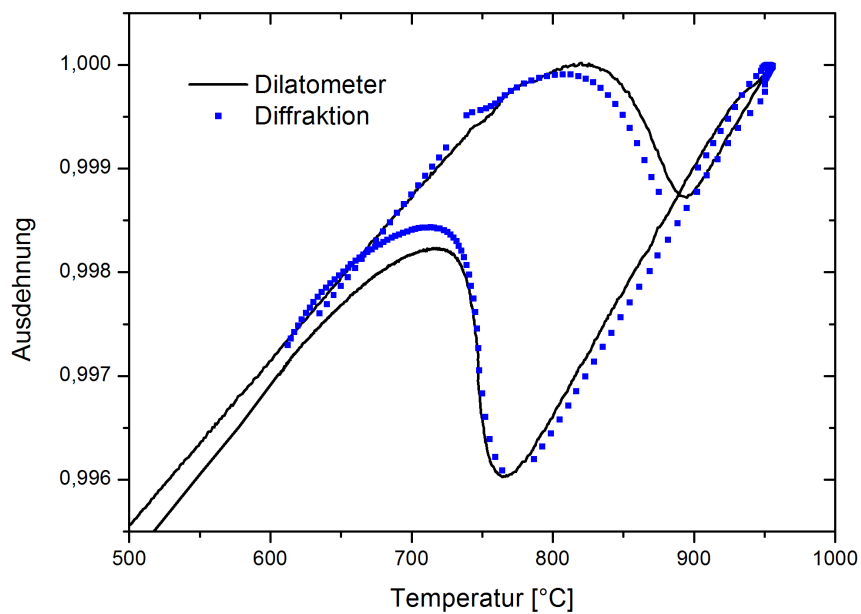
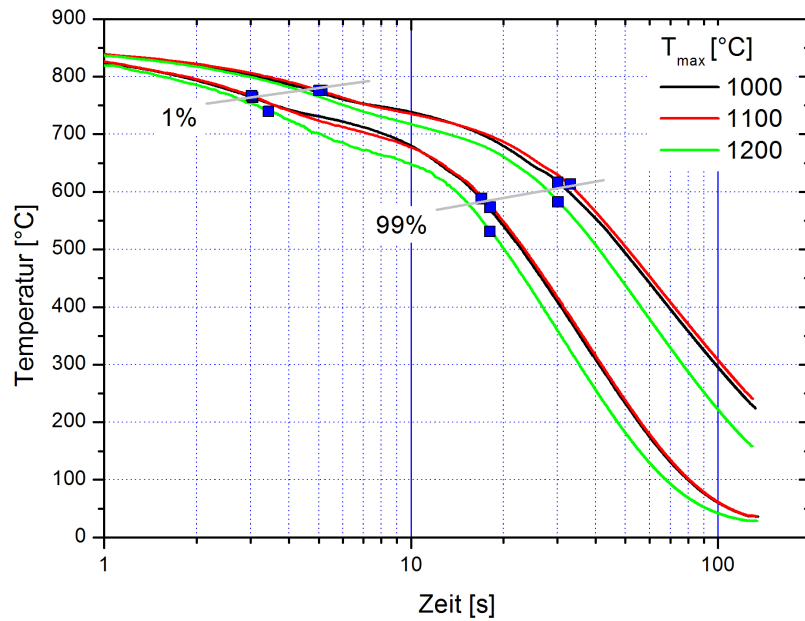
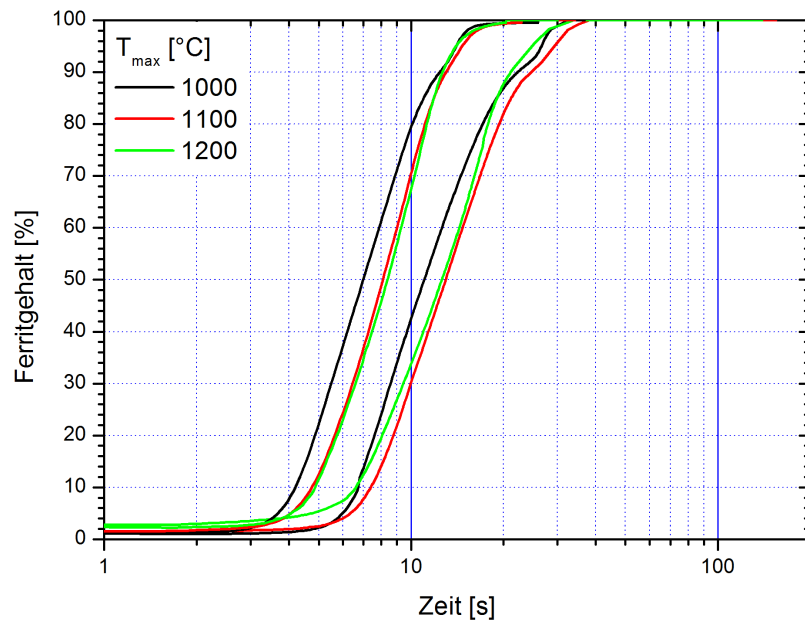


Abbildung 6.3.: Vergleich der im Dilatometer gemessenen Längenänderung mit dem Ergebnis der Phasenanalyse (S355).



(a) Aus den Ergebnissen der Dilatometermessungen bestimmter Temperaturverlauf, der in Anlehnung an ein ZTU-Diagramm dargestellt ist. Die blauen Quadrate markieren den Beginn (1% Zunahme im Ferritgehalt) bzw. das Ende (99% Ferrit) der Phasenumwandlung im S355. Die beiden genutzten Abkühlgeschwindigkeiten entsprechen Umwandlungszeiten von ca. 15 bzw. 25 s.



(b) Verlauf des Ferritgehalts während der in (a) dargestellten Temperaturverläufe.

Abbildung 6.4.: ZTU-Diagramm (a) und der zugehörige Verlauf der Phasenanteile (b).

1.4410 und 1.4462

Abbildung 6.5 zeigt die Verläufe des Ferritgehalts (oben) und den Temperaturverlauf (unten) für fünf Proben, die mit einer identischen Heizrate von 25 K/s auf unterschiedliche Maximaltemperaturen zwischen 900 °C und 1300 °C aufgeheizt und anschließend für 20 s gehalten wurden. Das Abkühlen erfolgte jeweils mit vollständiger Öffnung des großen Ventils. Erwartungsgemäß ist der Verlauf bis zum Erreichen von 900 °C sehr ähnlich. Auffällig ist, dass der Ferritgehalt auch bei den anfänglich niedrigen Temperaturen nicht konstant ist: zunächst nimmt der Ferritgehalt von seinem Ausgangswert (ca. 50%) etwas über 1% ab, bis eine Temperatur von ca. 550 °C erreicht ist. Anschließend folgt ein leichter Anstieg (<1%, ca. 800 °C) und eine erneute geringe Abnahme (<1%) bis zum Erreichen von ca. 950 °C. Erst nach dem Überschreiten dieser Temperatur ist ein kontinuierlicher Zuwachs im Ferritgehalt zu verzeichnen. Das Verhalten der Proben während der Haltezeit ist folglich unterschiedlich: bei der Probe, die nur bis 900 °C aufgeheizt wurde, setzt sich die Abnahme im Ferritgehalt bis zum Abkühlen fort. Die bei 1000 °C gehaltene Probe zeigt dagegen einen konstanten Ferritanteil. Die bei 1100 °C bzw. 1200 °C gehaltenen Proben zeigen auch nachdem die Maximaltemperatur erreicht ist einen leichten Anstieg im Ferritgehalt. Bei der bis 1300 °C aufgeheizten Probe schwankt der Ferritgehalt bei konstanter Temperatur leicht. Hierbei könnte es sich allerdings auch um den Einfluss anderer Effekte handeln, da bei zunehmender Temperatur ein verstärktes Kornwachstum einsetzt und die Textur ebenfalls verändert wird. Während des Abkühlvorgangs wandelt sich ein Teil des Ferrits zurück in Austenit. Bis zum Unterschreiten von 950 °C läuft dieser Prozess schnell, anschließend deutlich langsamer ab. Unterhalb von 600 °C ist dagegen erneut ein leichter Anstieg im Ferritgehalt zu beobachten.

In Abbildung 6.6 sind die Ergebnisse von Messungen mit doppelter Heizrate (50 K/s) und halbiertes Haltezeit (10 s) gezeigt. Ihr Verlauf unterscheidet sich kaum von dem der niedrigeren Heizrate, die Unterschiede im maximalen und finalen Ferritgehalt liegen im Bereich der Messgenauigkeit, die sich aus der Differenz der Ferritgehalte zu Beginn der Messungen abschätzen lässt.

Um zu überprüfen, wie sich Heizrate und Haltezeit auf den Ferritgehalt der Probe auswirken, wurde jeweils eine Probe mit 25, 50, 75 und 100 K/s auf 1100 °C aufgeheizt und für 20, 10, 7,5 bzw. 5 s gehalten. An den in Abbildung 6.7 gezeigten Ergebnissen lässt sich kein deutlicher Einfluss der beiden Parameter erkennen. Zwar lassen sich im Detail (vgl. Abbildung A.14) kleine Unterschiede während des Aufheizens erkennen, die Differenz zwischen minimalem und maximalen Ferritgehalt während der Messung ist jedoch bei allen Proben ca. 6%.

Um den Einfluss der Abkühlgeschwindigkeit auf die Phasenanteile zu untersuchen, wurden die Proben mit gleicher Heizrate auf unterschiedliche Maximaltemperaturen aufgeheizt und anschließend jeweils mit vollständig geöffnetem und lediglich 10% geöffnetem Ventil abgekühlt. Abbildung 6.8 zeigt den Verlauf des Ferritgehalts während dieser Messungen sowohl für 1.4410

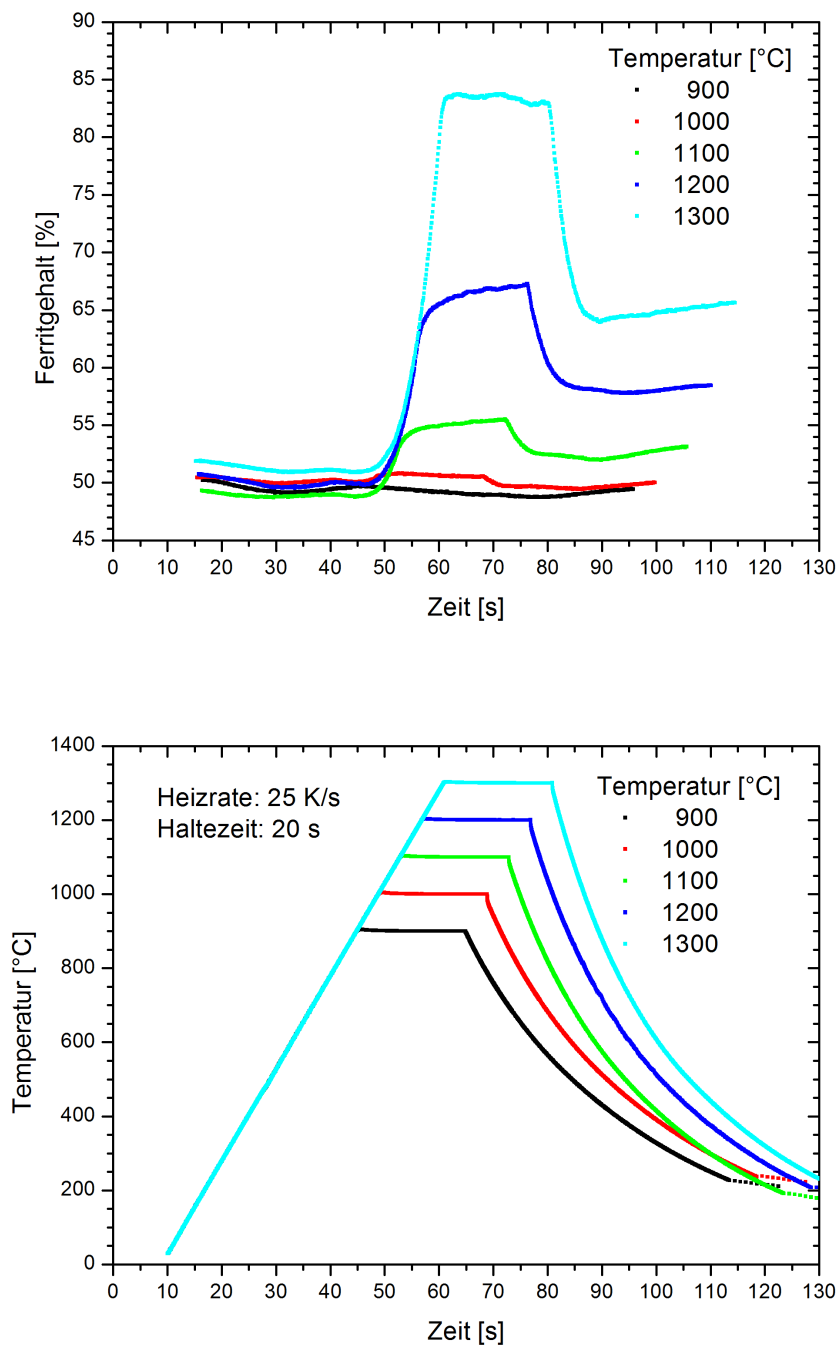


Abbildung 6.5.: Zeitlicher Verlauf des Ferritgehalts (oben) und zugehöriges Temperaturprofil (unten) für die Dilatometerversuche mit einer Heizrate von 25 K/s, einer Haltezeit von 20 s und Abkühlraten zwischen 25 und 35 K/s. (1.4410)

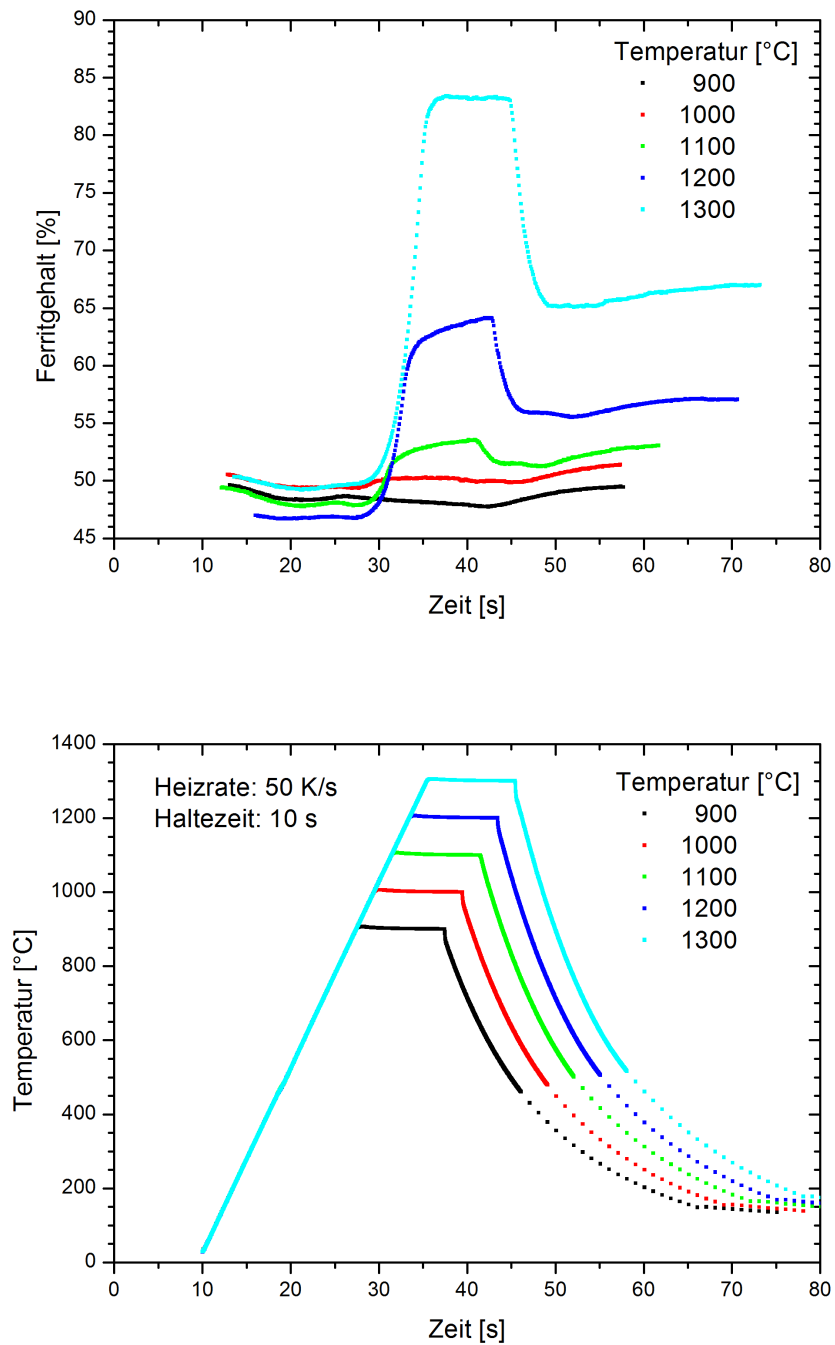


Abbildung 6.6.: Zeitlicher Verlauf des Ferritgehalts (oben) und zugehöriges Temperaturprofil (unten) für die Dilatometerversuche mit einer Heizrate von 50 K/s, einer Haltezeit von 10 s und Abkühlraten zwischen 50 und 65 K/s. (1.4410)

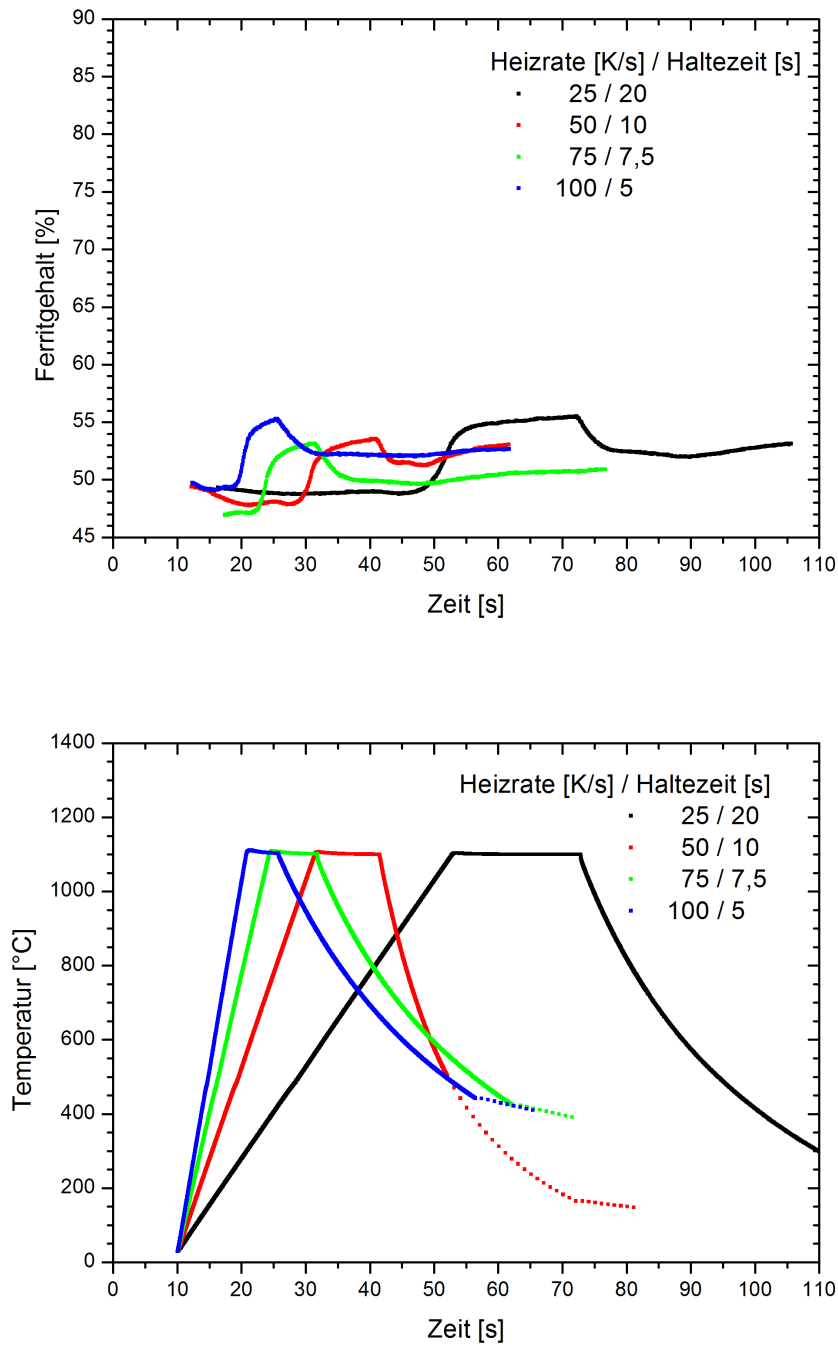
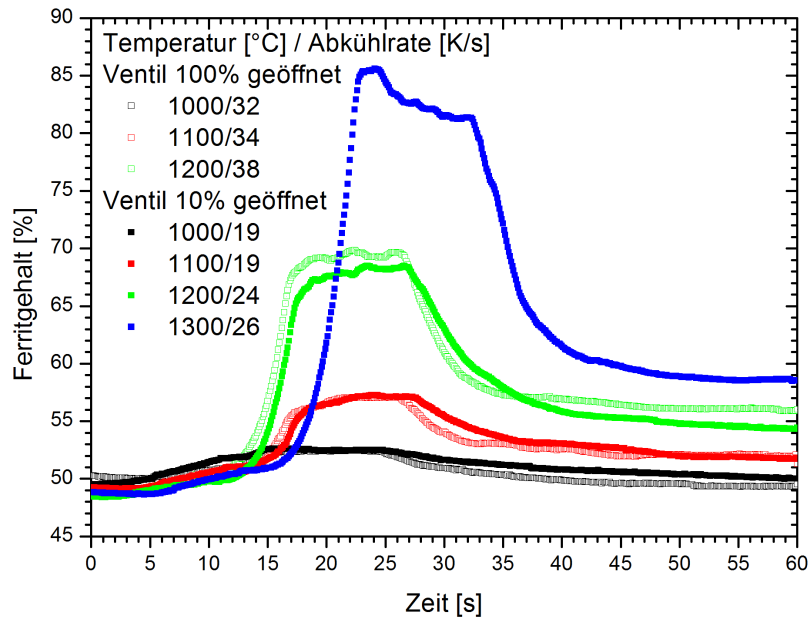


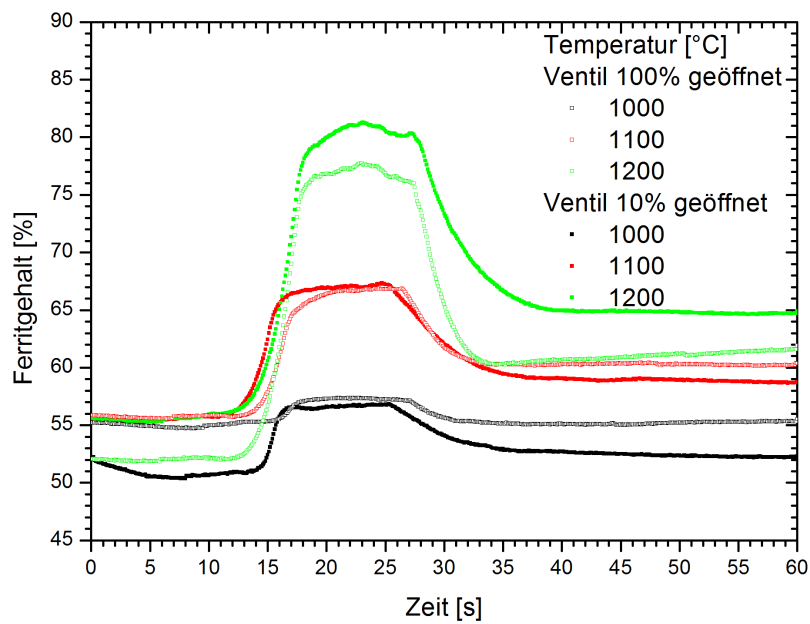
Abbildung 6.7.: Ferritgehalt (oben) und Temperaturprofil (unten) der Messungen

(oben) als auch für 1.4462 (unten). Zusätzlich ist die aus der Ventilöffnung resultierende Abkühlgeschwindigkeit für den relevanten Bereich (von Maximaltemperatur auf 850 °C) angegeben. Bei der Betrachtung der Streubilder der Anfangszustände (Abbildung A.18) der in Abbildung 6.8 (b) dargestellten Messungen lässt sich erkennen, dass die beiden Proben 1000 °C/10% und 1200 °C/100% bei den Messungen leicht verkippt ins Dilatometer eingebaut worden sind. Dies könnte eine Ursache für die Differenz des Ferritgehalts zu den anderen Messungen sein.

Anhand der Ergebnisse der Messungen bei Raumtemperatur lässt sich erkennen, dass die Rietveldanalyse unter Berücksichtigung der Textur reproduzierbare Ergebnisse für den Ausgangszustand der beiden Duplexstähle liefert. Für den DSS 1.4462 liegt dieser bei einem Ferritgehalt von 55%, für den SDSS 1.4410 bei 50%.



(a) 1.4410



(b) 1.4462

Abbildung 6.8.: Zeitlicher Verlauf des Ferritgehalts in den Duplexstählen in Abhängigkeit von der Maximaltemperatur und der Abkühlrate.

6.3. Vergleich der Ergebnisse der Dilatometermessungen mit ThermoCalc

Um eine spätere theoretische Beschreibung der Schweißzyklen vorzubereiten, wurden die Ergebnisse der Dilatometermessungen der Duplexstähle für eine Überprüfung innerhalb der Software ThermoCalc genutzt [80]. Da dieses Softwarepaket nur in einer reduzierten Version vorlag und grundsätzlich nur Gleichgewichtsprozesse betrachtet werden können, ist der folgende Vergleich zwischen gemessenen und theoretischen Werten eher qualitativ zu betrachten. Eine vollständige Simulation des Gefüges während der Temperaturführung ist mit der Vollversion von ThermoCalc in Kombination mit DICTRA, das die Berücksichtigung der Diffusionsprozesse ermöglicht, geplant. Mit der Annahme, dass während der Haltezeit (Material unter dem Tool) ein gleichgewichtsnaher Zustand im Verhältnis von Ferrit zu Austenit erreicht wird, ist zumindest ein Vergleich dieser Messwerte mit der Theorie möglich. Da die verwendete ThermoCalc-Version nur die Behandlung von Systemen mit maximal drei verschiedenen Elementen zulässt, wurde für die Berechnungen bei den Duplexstählen auf die bereits genannten Chrom- und Nickel-Äquivalente (WRC-1992) zurückgegriffen. Für die Berechnung wurden die möglichen intermetallischen Phasen vernachlässigt, da sie nur für Temperaturen unterhalb von 950 °C relevant sind. Abbildung 6.9 zeigt die mit ThermoCalc berechneten Temperaturverläufe der Phasenteile. Für die Berechnung wurden die aus den Ergebnissen der EDX-Messungen berechneten Äquivalente benutzt (Tabelle 7.1, 1.4410: Cr: 26,87, Ni: 9,11; 1.4410: Cr: 28,76, Ni: 13,80). Da die Differenz zwischen den Messpunkten der Dilatometermessung und dem berechneten Ferritgehalt für den 1.4410 sehr groß ist, wurde zusätzlich eine Kurve mit den Äquivalenten Cr: 34, Ni: 14,5 eingezeichnet, die den gemessenen Werten deutlich näher kommt. Für eine quantitative Betrachtung ist die Nutzung der Äquivalente daher zwar nicht geeignet, durch die beschriebene Modifikation konnte jedoch gezeigt werden, dass der gemessene Verlauf mit plausiblen Werten für Chrom und Nickel beschrieben werden kann. Neben der Beschränkung auf drei Elemente kommt hinzu, dass die genutzte Datenbank nur für Legierungen bis maximal 30% Chrom verwendet werden sollte und sie sich bei beiden Stählen sehr nah an dieser Grenze befindet.

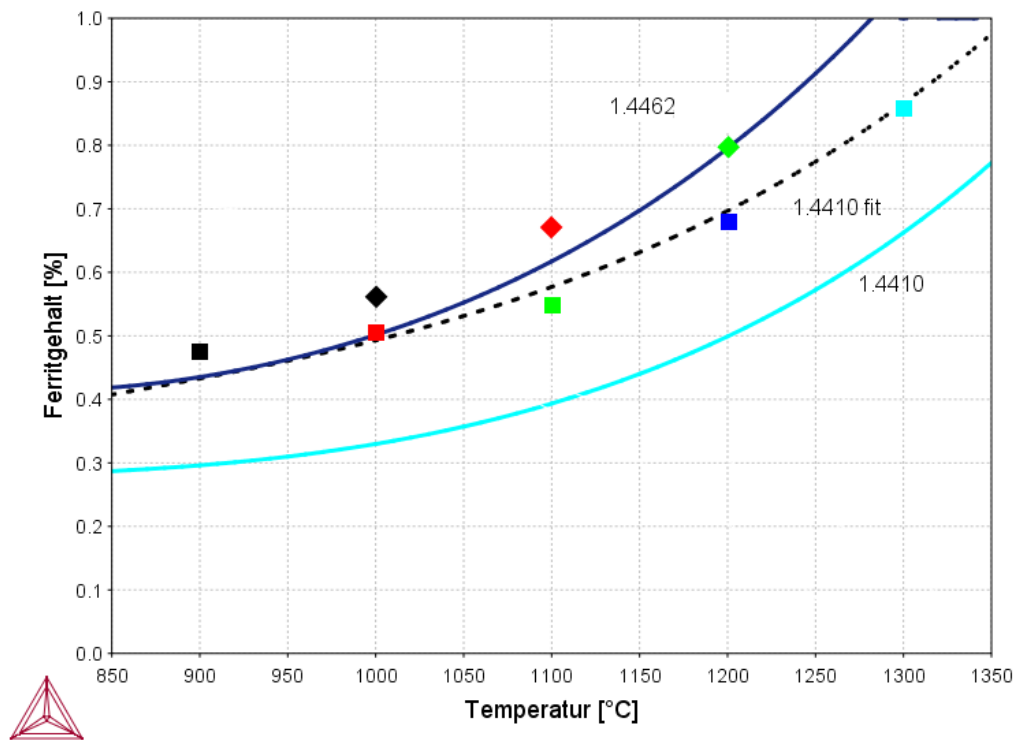


Abbildung 6.9.: Die mit ThermoCalc berechneten Phasenanteile für 1.4410 und die maximal während des Haltens erreichten Werte aus Abbildung 6.5 (Quadrate) und die berechneten Phasenanteile für 1.4462 und die maximal während des Haltens erreichten Werte aus Abbildung 6.8 (b) (um 45° rotierte Quadrate).

7. *Ex situ* Untersuchungen an FSW Nähten

Ergänzend zu den durchgeführten *in situ* Experimenten wurden an den verwendeten Stahlsorten *ex situ* Untersuchungen durchgeführt. Ziel dieser Experimente war sowohl die Gewinnung neuer Informationen mit der Messung der Mikrohärtigkeit und der ortsaufgelösten Röntgenbeugung an Nahtquerschnitten, als auch die Überprüfung der Ergebnisse der *in situ* Experimente mit alternativen Methoden. Mit der Electron Backscatter Diffraction (EBSD) wurde eine Methode ausgewählt, mit der die Mikrostruktur der Materialien sehr genau analysiert werden kann.

7.1. Texturmessungen

Um genaue Werte der Zusammensetzungen im Grundmaterial zu erhalten und die Messungen an den zufällig orientierten Proben der Stähle 1.4462 und 1.4410 auswerten zu können, wurden zusammen mit Herrn Dr. Zhengye Zhong für die beiden zweiphasigen Stähle Polfiguren gemessen. Aus den erhaltenen Polfiguren wurden anschließend die ODFs der vorhandenen Phasen berechnet. Mit Hilfe der ODFs konnte die Genauigkeit bei der Berechnung der Phasenanteile deutlich verbessert werden. Zusätzlich konnten die Orientierungen der Proben der Dilatometermessungen rekonstruiert werden.

7.1.1. Durchführung Texturmessungen

Die Messung der Polfiguren wurde an der Seitenstation der HEMS-Beamline in Kollaboration mit der Arbeitsgruppe von Herrn Prof. Dr. Brokmeier von der TU Clausthal durchgeführt. Gemessen wurde in Transmissionsgeometrie bei einer Energie von 87 keV und einem Abstand von 1081 mm. Zur Aufnahme der Diffraktogramme wurde der MAR345-Imageplate-Detektor verwendet (100 μm Pixelgröße), um eine möglichst deutliche Trennung der beiden ersten, sehr dicht beieinander liegenden Reflexe (Ferrit (110) und Austenit (111)) zu gewährleisten. Die zylindrische Probe mit einem Durchmesser von 4 mm wurde mit der Zylinderachse parallel zur Rotationsachse Chi in das Zentrum eines Drehtisches positioniert. Anschließend wurde in beide

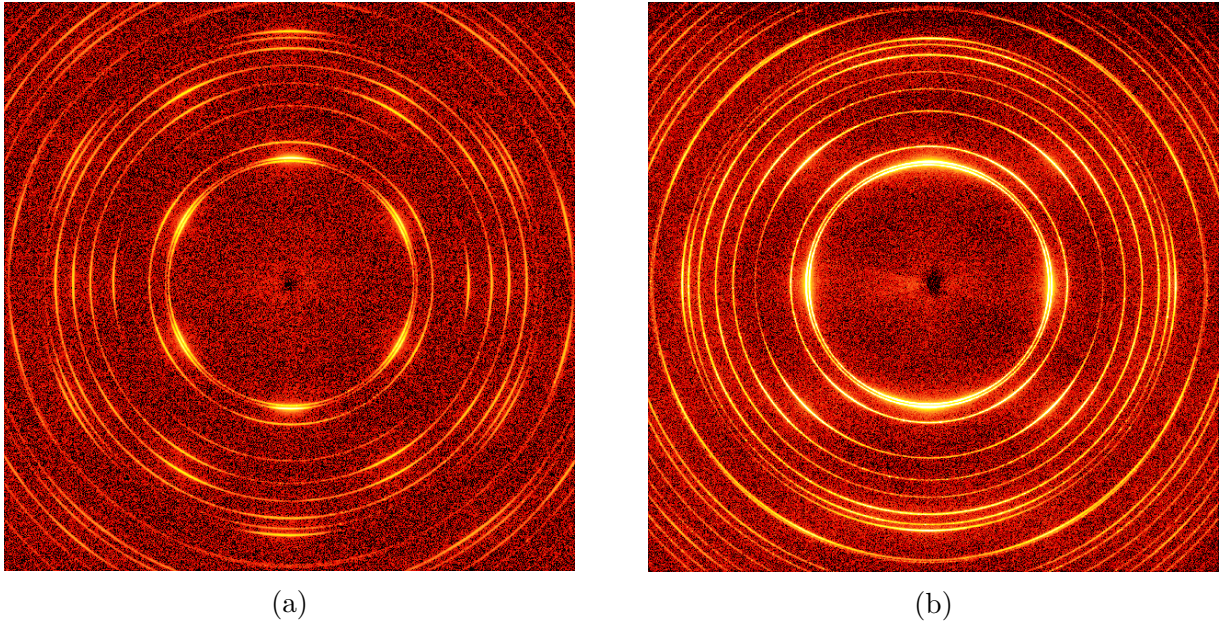


Abbildung 7.1.: Zwei Detektorbilder derselben Probe für $\text{Chi}=0^\circ$ (a) und $\text{Chi}=90^\circ$ (b).

Richtungen in 5° Schritten um 90° rotiert und an jeder Position ein Diffraktogramm mit 5s Belichtungszeit aufgenommen. Zur vollständigen Erfassung der Polfiguren ist bei der Messung in Transmissionsgeometrie eine Rotation um insgesamt 180° ausreichend, woraus sich eine minimale Zahl der Aufnahmen von 36 ergibt, da die Aufnahmen bei 0° und 180° sich durch vertikale Spiegelung in einander überführen lassen. Um eine spätere Kontrolle der Messungen zu ermöglichen, wurde zusätzlich ein Bild bei 180° aufgenommen, welches mit dem bei 0° übereinstimmt. Abbildung 7.1 zeigt zwei Detektorbilder der selben Probe für die Rotationswinkel $\text{Chi}=0^\circ$ und $\text{Chi}=90^\circ$.

7.1.2. Auswertung Texturmessungen

Die Berechnung der Polfiguren erfolgte mit dem von Christian Randau programmierten „Stress-TexCalculator“ (Version 1.38) [81]. Hierbei ist es zunächst notwendig, die geometrischen Daten des Versuchs, Probe-Detektor-Abstand, Pixelgröße des Detektors und das Strahlzentrum, einzugeben. Anschließend werden die Detektorbilder eingelesen, wobei auf die Auswahl des richtigen Dateiformats geachtet werden muss um sicher zu stellen, dass das Programm die in den Header geschriebenen Winkel der Rotationsachse korrekt einlesen kann. Um eine vollständige ODF zu erhalten, sind drei Polfiguren unterschiedlich orientierter Netzebenen notwendig. Daher wurden die (110), (200) und (211) Reflexe der ferritischen Phase und die (111), (200) und (220) Reflexe der austenitischen Phase ausgewählt und die entsprechenden Polfiguren mit einer Auflösung von $\alpha=\beta=5^\circ$ berechnet. Um die Polfiguren für die Datenauswertung zu nutzen, müssen

sie anschließend so bearbeitet werden, dass die Koordinatenachsen der Probe (x, y und z) mit denen der Meessgeometrie übereinstimmen.

Die hierfür notwendige Rotation der Polfiguren wurde mit dem von Carla Umlauf und Klaus Ullemeyer entwickelten „Pole Figure Plot“ (Version 2.1) durchgeführt. Um anschließend die gemessenen Polfiguren in MAUD importieren zu können, müssen sie in das von MAUD unterstützte BEARTEX Format (Dateiendung: *.xpe) umgewandelt werden. Dazu werden die Polfiguren im sehr ähnlichen POPLA Format exportiert (ebenfalls 18 Werte pro Zeile, 4 Stellen). Die Beschränkung dieser Formate auf maximal vier Stellen führt dazu, dass sich in der Ausgangsdatei kein Wert mit mehr als vier Stellen befinden sollte. Da die gemessenen Polfiguren maximal sechsstellige Werte enthielten, war es notwendig, alle Polfiguren, die für die Analyse genutzt werden sollten, mit einem gemeinsamen Faktor von 10^{-2} zu multiplizieren und so die einzelnen Werte auf das benötigte Format zu bringen. Zusätzlich muss am Beginn jeder Zeile ein Leerzeichen eingefügt werden.

Die auf diese Weise erzeugte *.xpe Datei lässt sich mit der Option „ODF from PF“ in MAUD einlesen, wenn als erweitertes Texturmodell WIMV mit der passenden ODF Auflösung (5°) ausgewählt wird. Abbildung 7.2 zeigt die auf diese Weise importierten Polfiguren. An der unterschiedlichen Skala lässt sich erkennen, dass der Orientierungsgrad im Ferrit deutlich höher ist als im Austenit.

Zur Ermittlung der Orientierung der Proben bei den Dilatometermessungen wurde von allen Proben ein Streubild im Ausgangszustand untersucht. Hierfür wurde das Detektorbild zweidimensional importiert und anschließend unter Berücksichtigung der ODF der Winkel Chi, der die unbekannte Rotation um die Zylinderachse beschreibt, angepasst. Theoretisch existieren mehrere gleichwertige Probenorientierungen, die sich aus der Rotation um 180° um die drei Achsen ergeben. Durch Abweichungen der Textur innerhalb des Materials lässt sich jedoch bei festgehaltenen Winkeln Omega und Phi ein Wert für Chi zwischen 0° und 360° bestimmen, der den Daten am nächsten kommt. Abbildung 7.3 zeigt für zwei Proben exemplarisch die Übereinstimmung der gemessenen Daten mit den ermittelten Fits.

Da sich die Textur innerhalb der kurzen Zeit in dem betrachteten Temperaturbereich bis 1200°C kaum ändert, ist es möglich, die Rietveldanalyse zu vereinfachen und nicht jedes Detektorbild zweidimensional anzupassen. Dazu wurden die Polfiguren beider Phasen für jede Probe um den jeweils bestimmten Winkel Chi in entgegengesetzte Richtung rotiert. Die sich daraus ergebende ODF erfüllt dadurch die Bedingung der kleinsten Abweichung bei $\text{Chi}=0^\circ$. Zusätzlich steht die Rotationsachse von Omega durch diese Drehung senkrecht auf der Detektorebene. Dies ermöglicht, die Polfiguren auf einfache Weise zu mitteln, indem aus den 72 Einzelwerten (0° bis 355° in 5° Schritten) der Mittelwert gebildet und an alle 72 Positionen geschrieben wird. Das ist notwendig, weil MAUD keine eindimensionalen Polfiguren akzeptiert. Da MAUD einer

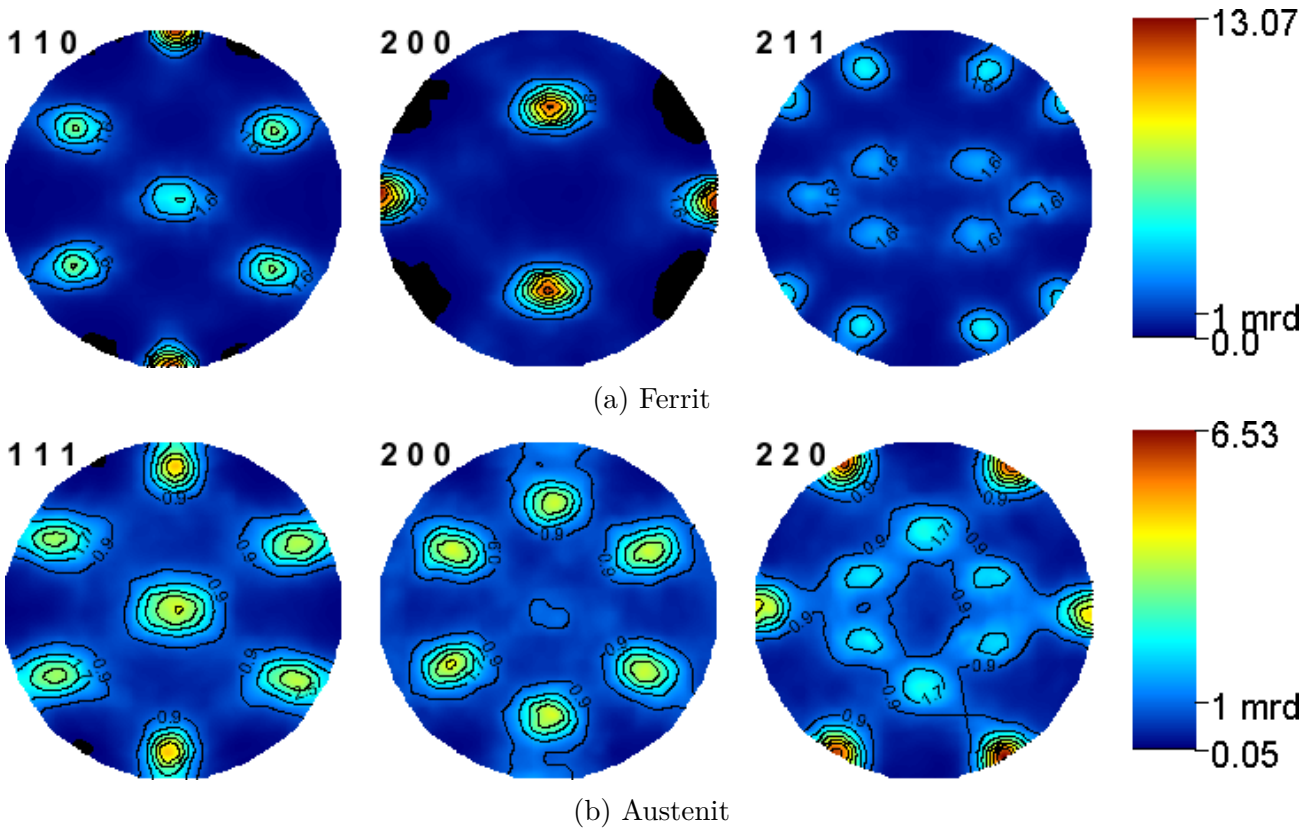


Abbildung 7.2.: Gemessene Polfiguren des SDSS 1.4410 nach dem Import in Maud: (a) Ferrit, (b) Austenit. Einige Kristallorientierungen treten mehr als zehnmal häufiger auf (13 mrd), als bei einer regellosen Textur (1 mrd).

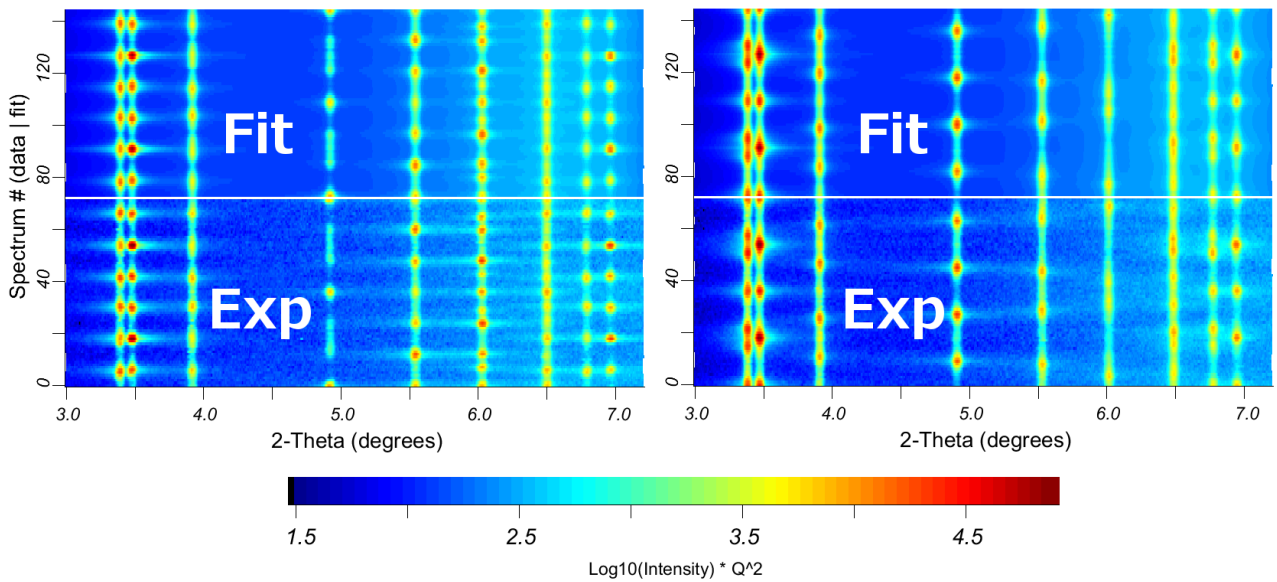


Abbildung 7.3.: Vergleich der gemessenen Streubilder (unten) mit den unter Berücksichtigung der Textur berechneten Intensitätsverläufen (oben) für die Proben 5 und 3 (1.4410).

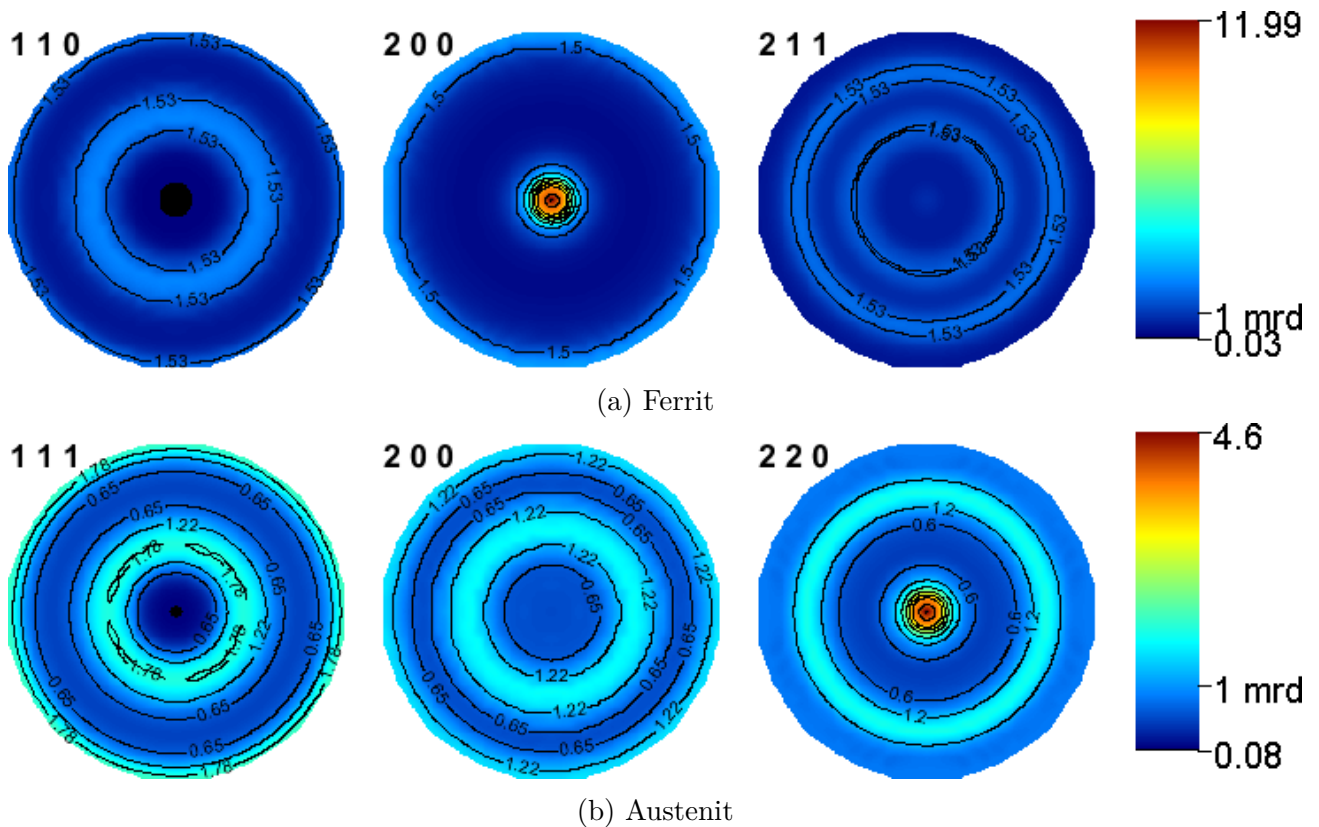


Abbildung 7.4.: Gemittelte Polfiguren für eine Probe des SDSS 1.4410 nach dem Import in Maud: (a) Ferrit, (b) Austenit. Für jede Probe müssen die Polfiguren neu berechnet werden.

einzelnen eingelesenen Streukurve standardmäßig die Winkel $\Omega=\chi=\phi=0^\circ$ zuordnet, ist damit gewährleistet, dass für die Anpassung die gemittelten Polfiguren benutzt werden. In Abbildung 7.4 sind die gemittelten Polfiguren exemplarisch für eine Probe dargestellt.

Der Umweg über die gedrehten ODFs hat einen weiteren Vorteil, der darin liegt, dass es in MAUD zwar leicht möglich ist, eindimensionale Daten per Skript zu importieren, der Import unbearbeiteter Detektorbilder per Skript aber standardmäßig nicht vorgesehen ist. Lediglich die mit dem enthaltenen ImageJ erzeugten *.esg Dateien lassen sich auf diese Weise importieren, ihre Erzeugung ist aber ebenfalls mit erheblichem Aufwand verbunden.

7.2. Mikrohärt

Abbildung 7.5 zeigt die Ergebnisse der Härtemessung nach Vickers für die untersuchten Stähle. Das Grundmaterial des S355 (a) besitzt eine Härte von 120 HV_{0,5}. In der TMAZ (-10 mm bis +10 mm) ist eine stetige Erhöhung der Härte zu erkennen, die in der SZ mit 170 HV ihr Maximum erreicht. Bei einer der Nähte (schwarz) ist im Nahtzentrum (-0,5 mm bis +0,5 mm)

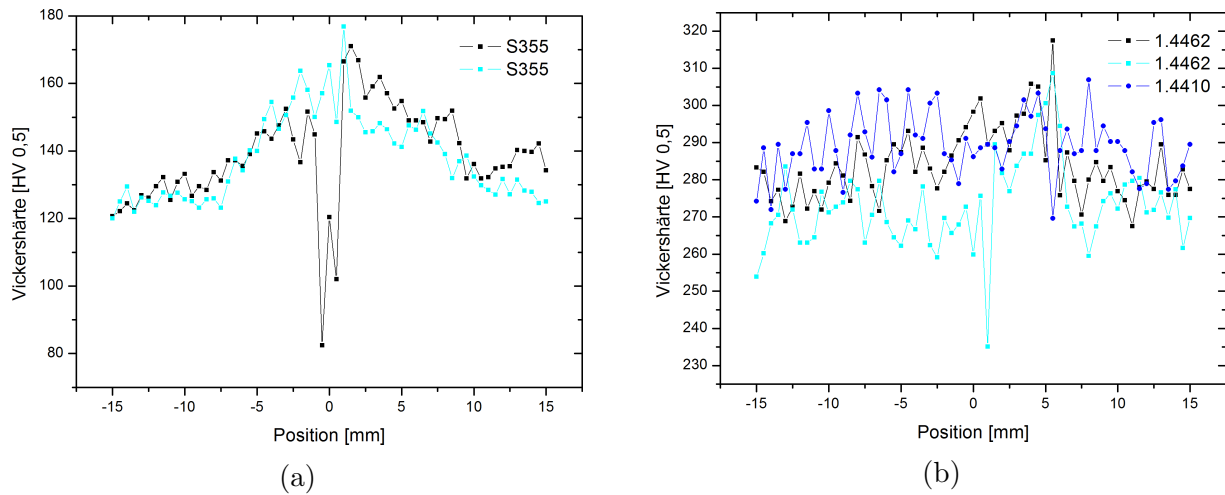


Abbildung 7.5.: Gemessene Vickershärte an Positionen relativ zur Nahtmitte. Im S355 (a) steigt die Härte in der Naht um mehr als 30% an. In den beiden Duplexstählen (b) kann eine Erhöhung der Härte um maximal 10% beobachtet werden.

wegen eines Nahtdefekts ein Absinken der Härte auf 80 HV zu beobachten.

Die beiden Duplexstähle (b) unterscheiden sich in ihrer Härte kaum voneinander und liegen im Bereich von 280 ± 20 . Im Gegensatz zum S355 ist im Bereich der Schweißnaht nur ein geringer Anstieg der Härte auf maximal 310 HV zu erkennen, was mit den Ergebnissen aus [82] übereinstimmt. Dass ein verändertes Phasenverhältnis kaum Einfluss auf die Härte hat, wurde bereits in [28] beobachtet.

7.3. Elektronenrückstreubeugung

An je einer ausgewählten Schweißnaht der drei Stahlsorten wurden Messungen mittels Elektronenrückstreubeugung (EBSD) durchgeführt. Im Folgenden werden zunächst die Probenvorbereitung und die Messungen beschrieben, anschließend werden die Ergebnisse präsentiert.

7.3.1. Probenvorbereitung

Da es sich bei der EBSD im Gegensatz zur Röntgendiffraktion um eine ausschließlich oberflächensensitive Methode handelt, ist eine sorgfältige Probenpräparation für ein gutes Ergebnis essentiell. In einer Reihe von Bearbeitungsschritten müssen zunächst die beim Trennen unvermeidlichen Beschädigungen der Oberflächen entfernt werden und anschließend plane, beschädigungsfreie Oberflächen erzeugt werden. Andernfalls werden am Ende nur die bei der Präparation entstandenen Veränderungen an der Probe sichtbar. Daher ist schon bei der Wahl der Methode zum Auftrennen der Proben der Einfluss auf die Mikrostruktur in oberflächennähe zu beachten.

Eine Veränderung der Oberflächenstruktur lässt sich in diesem Schritt zwar kaum vollständig verhindern, die Tiefe der Eingebrachten mechanischen Veränderungen aber auf ein Minimum reduzieren. Auch die eingebrachte thermische Energie ist zu minimieren, da es bei starker Erwärmung ebenfalls zu Veränderungen der Mikrostruktur durch Phasentransformation, Diffusion oder Rekristallisation kommen kann. Ist bei der Verwendung einer Bandsäge die Struktur bis ungefähr 50 μm unter der Oberfläche beeinflusst, kann dies durch den Einsatz einer Trennscheibe mit Wasserkühlung auf 20-30 μm begrenzt werden [83]. Daher wurde das letztgenannte Verfahren angewendet, um aus allen drei Stählen Proben für die Untersuchung zu gewinnen.

Neben einer 35 mm breiten Probe um das Nahtzentrum herum wurden jeweils zwei Proben des Grundmaterials herausgetrennt, um sowohl die Struktur parallel zur Schweißrichtung als auch senkrecht dazu untersuchen zu können. Die Präparation der EBSD-Proben fand mit Hilfe von Frau Petra Fischer im Metallografie-Labor des MagIC (Magnesium Innovation Center) in Geesthacht statt. Um die Proben besser handhaben zu können und ein Aufladen der Probe bei der Untersuchung mit Elektronen zu vermeiden, wurden sie zunächst in ein elektrisch leitfähiges Granulat eingebettet. Zum Einbetten wurden die entgrateten Proben mit der zu untersuchenden Seite nach unten in der Einbettpresse platziert und vollständig mit dem Einbettgranulat bedeckt. Während des anschließenden, vollautomatischen Einbettprozesses wurde das Granulat bei 180 °C aufgeschmolzen und mit einem Stempel in die endgültige Form gepresst. Nach dem Abkühlen wurde mit dem Schleifen und Polieren begonnen. Um einen gleichmäßigen Materialabtrag zu erhalten, wurde auf eine symmetrische Platzierung der Einbettlinge in den Probenhalter der Poliermaschine geachtet. Sowohl die Fläche des Stahls als auch die Orientierung der Probe sind dabei von Bedeutung, da zu große Abweichungen zu einer asymmetrischen Abnutzung der zum Schleifen verwendeten Papiere führen würden.

Die einzelnen Schritte des Feinschleifens und Polierens wurden in Anlehnung an die Empfehlungen des Herstellers der Poliermaschine durchgeführt [71]. Für das Feinschleifen wurden Schleifpapiere mit einer Körnung von 320 bis 2400 bei einem Anpressdruck von 30 N pro Probe verwendet. Als Schmiermittel diente Wasser und die Rotationsgeschwindigkeit lag jeweils bei 300 rpm. Für das anschließende Polieren mit Diamantsuspensionen der Korngrößen 3 μm und 1 μm wurde die Rotationsgeschwindigkeit auf 150 rpm reduziert. Der Polierschritt mit 1 μm wurde dabei in zwei Stufen mit unterschiedlichem Anpressdruck von 30 bzw. 20 N pro Probe durchgeführt, um vor dem letzten Schritt das Einbringen von Verformungen zu minimieren. Im letzten Schritt wurde eine basische (KOH) Suspension mit kolloidalem Siliziumdioxid mit einer Korngröße von 0,04 μm verwendet, die zusätzlich die Oberfläche leicht anätzt und so eine verbesserte Polierwirkung erzielt. Zwischen allen Schritten der Präparation wurden die Proben zur Vermeidung von Schäden durch Überreste des vorherigen Schrittes gründlich gereinigt. Nach dem letzten Polieren wurden die Proben erneut mit Wasser und Spülmittel gereinigt

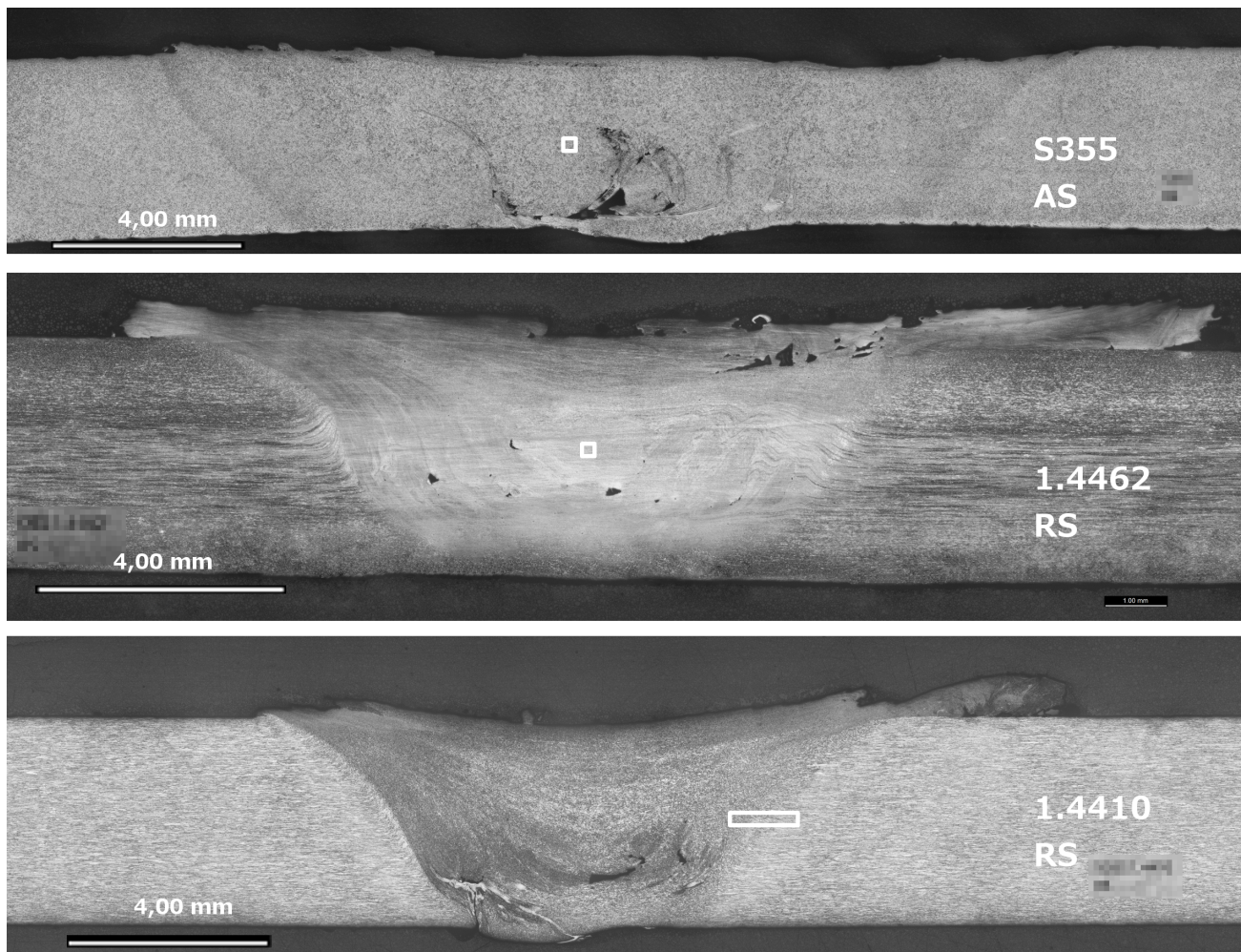


Abbildung 7.6.: Lichtmikroskopische Übersichtsaufnahme von Nahtquerschnitten der drei Stähle. Jeweils angegeben ist die Stahlsorte und die Schweißrichtung. Besonders bei den Duplexstählen ist auf der AS ein scharfer Übergang zur Rührzone zu erkennen. Die weißen Rechtecke Markieren die Positionen der EBSD-Messungen, sind jedoch nur für den 1.4410 maßstabsgetreu.

und anschließend die Wasserrückstände mit Ethanol abgespült, damit bei der abschließenden Trocknung im Luftstrom keine Wasserflecken entstehen, die die Qualität der EBSD-Aufnahmen mindern würden. Um eine Oxidation der fertig präparierten Oberflächen bis zur Untersuchung im FIB zu verhindern, erfolgte die Lagerung der Proben in einem Exsikkator.

7.3.2. Durchführung

Die Messungen wurden in Geesthacht zusammen mit Herrn Dr. Daniel Laipple durchgeführt. Um die Proben positionieren zu können und die Leitfähigkeit sicher zu stellen, wurden die Proben mit Leitsilber auf den Probenhaltern fixiert. Für die Durchführung der EBSD Messungen ist es außerdem erforderlich, die Proben unter einem festen Winkel von 70° einzubauen, was durch die Verwendung einer entsprechend beschaffenen Probenaufnahme sichergestellt wurde. Die genutzte Elektronenenergie lag bei 20 kV.

7.3.3. Ergebnisse EBSD

Im Folgenden sind die Ergebnisse der EBSD-Messungen dargestellt.

S355

Abbildung 7.7 zeigt die Phasenzusammensetzung des S355 im Grundmaterial (a) und in der Rührzone (b). Das Grundmaterial besteht ausschließlich aus Ferrit, die Korngrenzen sind glatt und es ist keine Deformation der Körner zu erkennen. In der Rührzone der FSW-Naht sind neben den glatten Ferritkörnern auch ausgefrante Körner mit nadelartiger Bainitstruktur zu erkennen. In Abbildung 7.8 ist ein größerer Ausschnitt aus der Rührzone gezeigt, in dem zu sehen ist, dass der Zementit (grün) ausschließlich entlang der Korngrenzen und hauptsächlich entlang der Nadeln lokalisiert ist.

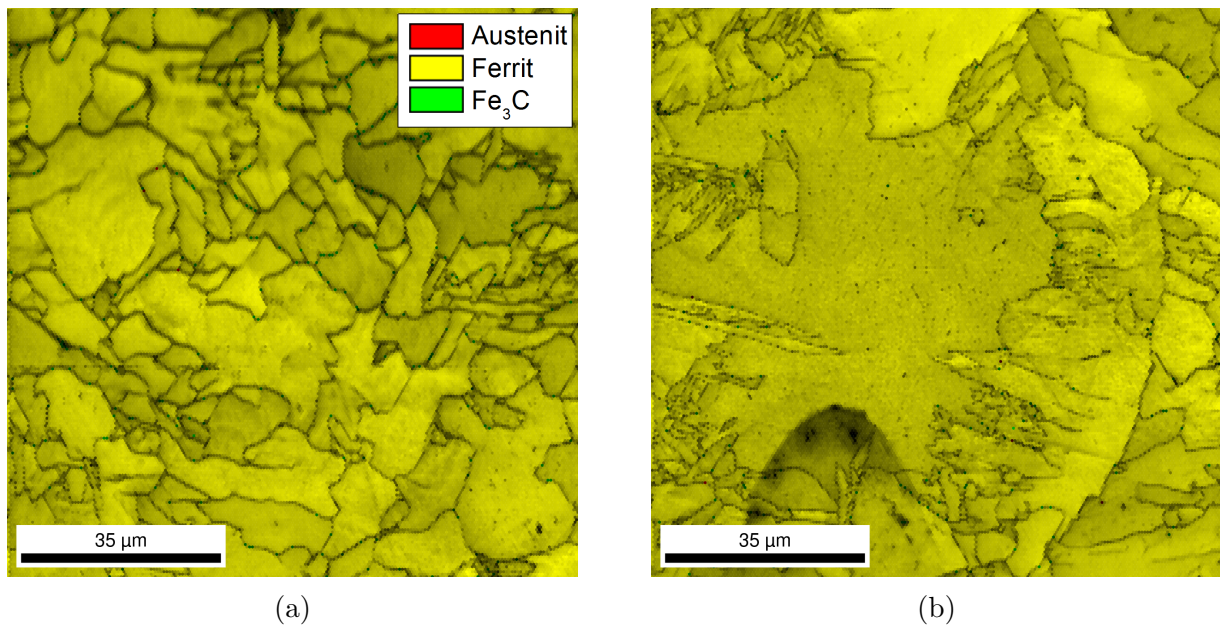


Abbildung 7.7.: EBSD-Messungen aus dem Grundmaterial (a) und der Rührzone (b) des S355. In beiden Bereichen liegt hauptsächlich Ferrit (gelb) vor, an den Korngrenzen befindet sich der Zementit (grün).

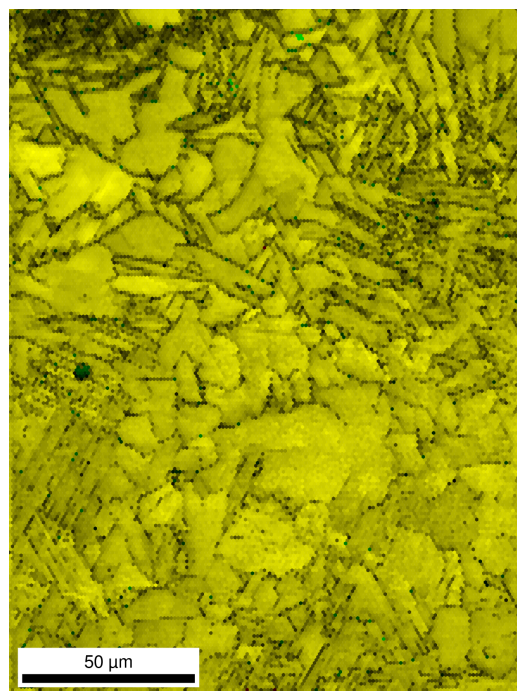


Abbildung 7.8.: EBSD-Aufnahme eines größeren Bereichs aus der SZ. Der Zementit (grün) befindet sich hauptsächlich in Korngrenzen des Bainits.

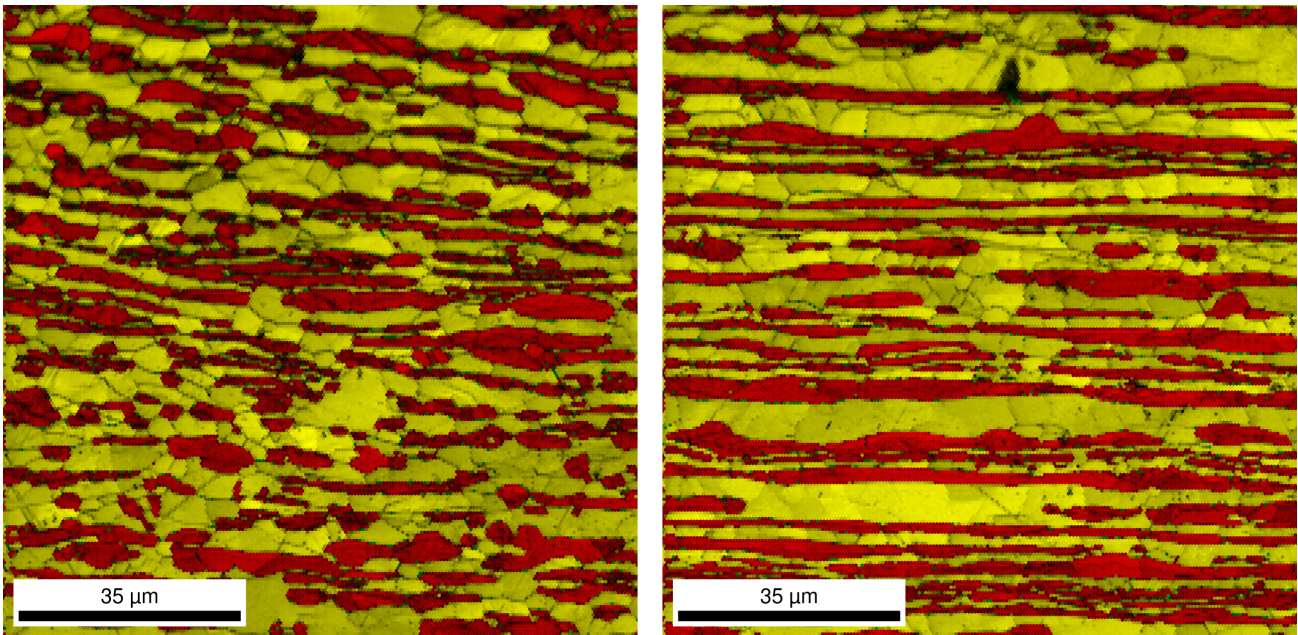


Abbildung 7.9.: EBSD-Aufnahmen der Oberflächen senkrecht (links) und parallel (rechts) zur Walzrichtung. Dargestellt sind jeweils Ferrit (gelb) und Austenit (rot). In Walzrichtung sind die Körner deutlich gestreckt.

1.4462

Abbildung 7.9 zeigt zwei EBSD-Aufnahmen, die die Oberflächen senkrecht und parallel zur Walzrichtung des Bleches darstellen. Die Austenitinseln (rot) befinden sich einer Ferritmatrix (gelb) und die Körner beider Phasen sind durch den Walzprozess deutlich verformt. Entlang der Walzrichtung sind sie stark gestreckt, senkrecht zur Blechoberfläche gestaucht. Die EBSD-Messungen ergeben analog zu den Diffraktionsmessungen einen Phasenanteil von 55% Ferrit und 45% Austenit.

Abbildung 7.10 verdeutlicht den Grad der Orientierung im Grundmaterial ((a) und (b)) und in der Rührzone ((c) und (d)). Im Grundmaterial dominiert in beiden Phasen jeweils eine Orientierung, in der Rührzone sind dagegen alle Orientierungen vertreten. Unter Berücksichtigung der beiden unterschiedlichen Skalenbalken wird deutlich, dass der Austenit in der Rührzone feinkörniger ist, als im Grundmaterial, was auf die Rekristallisation nach dem Schweißprozess zurückzuführen ist. Zu erkennen ist auch, dass sich in der Rührzone ein Ferritüberschuss (60% Ferrit, 40% Austenit) gebildet hat.

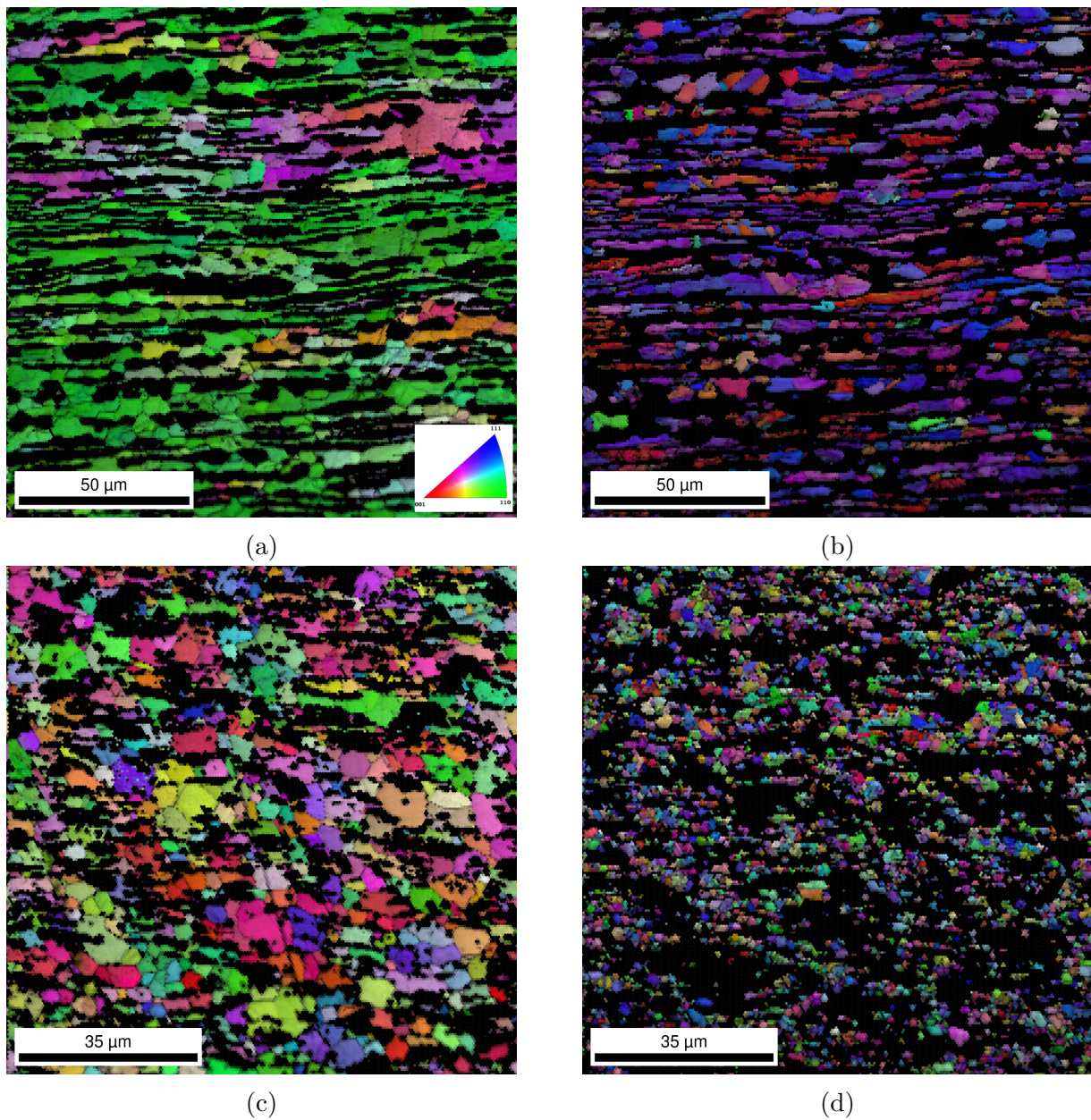


Abbildung 7.10.: EBSD-Messungen aus dem Grundmaterial ((a): Ferrit, (b): Austenit) und aus der Rührzone ((c): Ferrit, (d): Austenit) des 1.4462. Die Farbgebung beruht auf den inversen Polfiguren, d.h. farbgleiche Körner besitzen die gleiche Orientierung. In Abbildung A.20 und Abbildung A.21 sind die mittels EBSD und XRD gewonnenen Polfiguren für das Grundmaterial dargestellt.

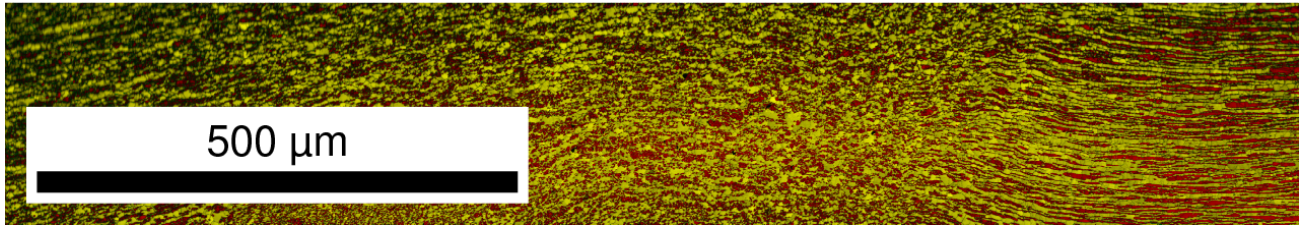


Abbildung 7.11.: Übersichtsaufnahme einer Naht im 1.4410. Auf der linken Seite ist die TMAZ zu erkennen, auf der rechten Seite liegt das (mechanisch) unveränderte Grundmaterial der RS vor.

1.4410

Abbildung 7.11 zeigt den in Abbildung 7.6 markierten Ausschnitt. Der Übergang zwischen dem mechanisch unbeeinflussten Material auf der RS und der TMAZ ist gut zu erkennen. Auch für den 1.4410 bestätigen die EBSD-Messungen den mittels Diffraktion bestimmten Phasengehalt im Grundmaterial von 50% Ferrit und 50% Austenit.

7.3.4. Ergebnisse der energiedispersiven Röntgenspektroskopie

Die Ergebnisse der Messungen mittels energiedispersiver Röntgenspektroskopie (EDX) für die Duplexstähle sind in Tabelle 7.1 zusammen mit den Literaturwerten und den berechneten Chrom- und Nickeläquivalenten angegeben. Beide Stähle weichen geringfügig von den Angaben im Datenblatt ab, halten aber mit Ausnahme des leicht erhöhten Molybdängehalts im 1.4462 den in Tabelle 2.1 angegebenen Toleranzbereich ein.

	Cr	Ni	Mo	Si	N	C	Cr _{Äqui}	Ni _{Äqui}
14462 _{Lit}	22,00	5,00	3,00		0,16	0,02	25,00	8,90
14462 _{EDX}	22,98	5,21	3,89	0,79	0,16	0,02	26,87	9,11
14410 _{Lit}	25,00	7,00	4,00		0,30	0,02	29,00	13,70
14410 _{EDX}	25,19	7,10	3,57	0,34	0,30	0,02	28,76	13,80

Tabelle 7.1.: Massenanteil der Legierungselemente in den bei den hochlegierten Stahlsorten. Angegeben sind sowohl der Literaturwert als auch der mittels EDX bestimmte Wert. Die Werte für Stickstoff und Kohlenstoff konnten nicht mit EDX bestimmt werden, daher wurde bei der Berechnung der Äquivalente auf den Literaturwert zurückgegriffen.

8. Diskussion

Obwohl das Prinzip des Rührreischweißens auf den ersten Blick nicht sonderlich kompliziert erscheint, gibt es viele Dinge, die entscheidenden Einfluss auf den Prozess haben können. Angefangen bei der Stabilität der Konstruktion, über die Unterlage, das Werkzeugmaterial und die Werkzeuggeometrie bis hin zu den variierten Schweißparametern. Wird das sich aus ihnen ergebende Prozessfenster verfehlt, wird das Schweißgut nicht in der notwendigen Weise plastifiziert. Bei zu starker Erwärmung schmilzt der Werkstoff und es kommt zum Abriss des Materialtransportes um das Werkzeug und Nahtdefekte wie Poren und Tunnel entstehen. Bei zu niedrigen Temperaturen besteht neben den ebenfalls auftretenden Nahtfehlern die Gefahr, dass das Werkzeug oder der Werkzeughalter den auftretenden Belastungen nicht standhalten und vorzeitig versagen. Innerhalb des Prozessfensters bietet das Rührreischweißen dagegen die Möglichkeit, Werkstoffe mit einem vergleichsweise niedrigen Energieeintrag zu fügen und so die Eigenspannungen und den Verzug zu minimieren und die Mikrostruktur zu optimieren.

Ziel des untersuchten Schweißprozesses, bei dem zwei Bleche der gleichen Sorte verschweißt werden, ist es, eine Naht zu erzeugen, die in ihren mechanischen und chemischen Eigenschaften an das Grundmaterial heranreicht und die nicht ursächlich für ein späteres Versagen des Bauteils ist. Ideal wäre folglich eine unsichtbare Naht, deren Mikrostruktur identisch mit der des Grundmaterials ist. In der Praxis beeinflussen jedoch alle Schweißverfahren das Schweißgut, lediglich die Auswirkungen sind unterschiedlich stark. Von zentraler Bedeutung ist dabei die in die Schweißnaht eingebrachte Energie. Sie ist verantwortlich für die Temperaturführung, die das Schweißgut durchläuft. Beim Lichtbogenschweißen lässt sich der Energieeintrag durch die Spannung, den Strom und die Vorschubgeschwindigkeit unabhängig voneinander linear regulieren. Der große Unterschied beim Rührreischweißen ist, dass sich zwar sowohl die Rotations- und die Vorschubgeschwindigkeit als auch die Kraft in z-Richtung kontrollieren lassen, das resultierende Drehmoment jedoch nicht in einfacher Weise von ihnen abhängt. Zusätzlich ist das Drehmoment vom Werkzeug, von der Temperatur und vom Schweißgut abhängig [84]. Zur Vorhersage eines Temperaturverlaufs des Prozesses existieren daher unterschiedliche Vorschläge für aussagefähige Parameter, deren Bewertung jedoch auf Messungen an der erkalteten Schweißnaht beruht [14].

Aus diesem Grund wurden die Schweißparameter innerhalb der prozessbedingten Schranken variiert und *in situ* Diffraktionsmessungen mit hochenergetischer Röntgenstrahlung durchge-

führt. Dadurch ist es möglich, die zeitliche Entwicklung eines konstanten Probenvolumens zu beobachten und die Abhängigkeit dieses Nichtgleichgewichtsprozesses von den Prozessbedingungen zu untersuchen. Um die Ergebnisse der *in situ* Experimente direkt auf den in der Praxis genutzten Prozess übertragen zu können, wurden mit dem ferritischen Baustahl S355, dem Duplexstahl 1.4462 und dem Superduplexstahl 1.4410 drei für unterschiedliche Anwendungsgebiete genutzte Werkstoffe als Probensysteme gewählt.

Da die exakte chemische Zusammensetzung und das durchlaufene Temperaturprofil großen Einfluss auf die Phasenzusammensetzung der Werkstoffe haben, wurde auf die Nutzung von Literaturwerten verzichtet. Stattdessen wurde mit *in situ* durchgeführten Dilatometerexperimenten mit Synchrotronstrahlung die Temperaturabhängigkeit der Phasenzusammensetzung in den Stählen detailliert mit den für das Schweißen relevanten Heiz- und Abkühlraten untersucht. Fehler, die bei der Erstellung von ZTU-Diagrammen durch das für die metallografische Analyse notwendige Abschrecken entstehen, können durch diese Vorgehensweise ausgeschlossen werden. Diese experimentellen Ergebnisse sind einzigartig, da ähnliche Experimente an Synchrotronstrahlungsquellen entweder mit anderen Stählen und mit einer deutlich geringeren Zeitaufösung von 3 s durchgeführt wurden [85, 86], oder ausschließlich das Verhalten während des Aufheizens untersucht worden ist [87].

Für den ferritischen Baustahl S355 konnte erstmals der Ablauf der $\gamma \rightarrow \alpha$ -Transformation beim Abkühlen während des fortlaufenden Reibrührschweißprozesses orts aufgelöst beobachtet werden. Durch die Bestimmung der für die Transformation benötigten Zeit und den anschließenden Vergleich mit den im Dilatometer gemessenen Umwandlungszeiten des gleichen Materials konnten für unterschiedliche Schweißparameter die Abkühlraten des betrachteten Probenvolumens im Nahtzentrum berechnet werden (Abbildung 8.1). Diese Information ist weder durch Thermopaare im Inneren der Probe noch durch eine Wärmebildkamera zuverlässig zugänglich, da ein Teil des Thermopaars in der Rührzone zerstört wird und eine Wärmebildkamera nur Daten von der Probenoberfläche liefert. Für die niedrigste Streckenenergie von 900 J/mm konnte eine Abkühlrate von 24 K/s im Temperaturbereich zwischen 750 °C und 550 °C beobachtet werden (vgl. Abbildung 6.4 und Abbildung 5.11), die höchste Streckenenergie von 2700 J/mm resultierte in einer Abkühlrate von 13 K/s.

Auch bei der höchsten beobachteten Abkühlrate konnte mit den Diffraktionsmessungen kein Martensit nachgewiesen werden. Weder ist eine Aufspaltung bzw. Verbreiterung der Ferritreflexe zu erkennen, wie sie durch eine tetragonale Verzerrung des Ferritgitters zu erwarten wäre (sofern sie bei geringen Kohlestoffgehalten auftritt), noch sind Sprünge in den Verläufen des Ferritgehalts zu erkennen, die auf ein schnelles Umklappen des Kristallgitters schließen ließen. Auch der unveränderte Zementitgehalt vor und nach dem Schweißen sowie die hohen Umwandlungstemperaturen deuten nicht auf eine martensitische Umwandlung hin. Das aus dem Schweißprozess

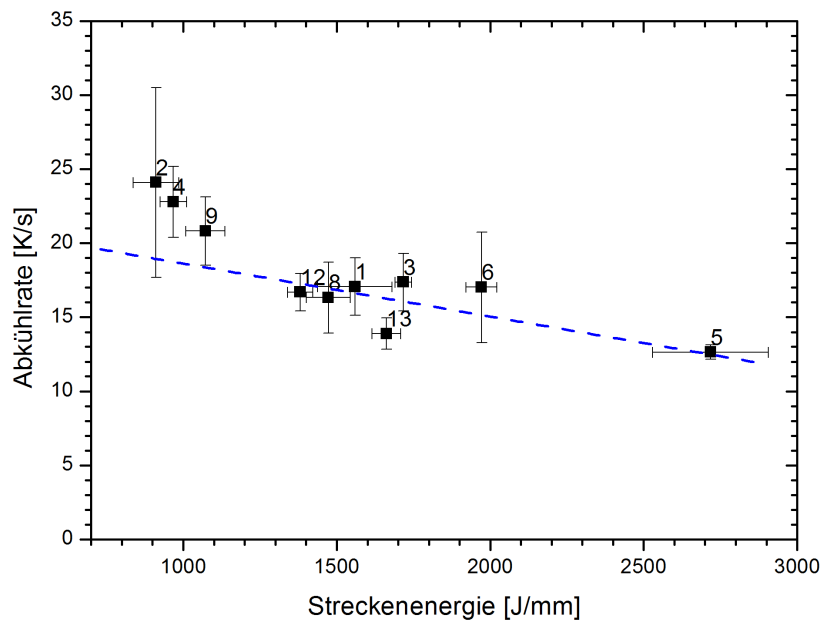


Abbildung 8.1.: Die aus den *in situ* Messungen bestimmten Abkühlraten in Abhängigkeit von der Streckenenergie. Trotz der Streuung der Messwerte ist analog zu anderen Schweißverfahren eine Erhöhung der Abkühlrate bei abnehmender Streckenenergie erkennbar.

resultierende Gefüge besteht folglich ausschließlich aus Ferrit und Zementit, deren räumliche Anordnung mit der Röntgendiffraktion nicht abschließend bestimmt werden kann. Mit einer EBSD-Messungen an einer S355 Naht konnte gezeigt werden, dass es sich im Wesentlichen um Bainit handelt (Abbildung 7.7).

Wie Abbildung 5.18 zeigt, ist für die Phasenanteile im Superduplex 1.4410 die Leistung, mit der geschweißt wird, von entscheidender Bedeutung. Es zeigt sich für die betrachteten Schweißparameter, dass die Phasenzusammensetzung, die von der erreichten Maximaltemperatur abhängt, nicht direkt von der genutzten Vorschubgeschwindigkeit beeinflusst wird. Dies führt zu dem Schluss, dass die genutzten Rotationsgeschwindigkeiten so hoch bzw. die Vorschubgeschwindigkeiten so niedrig sind, dass eine weitere Temperaturerhöhung durch zusätzliche Umdrehungen des Werkzeugs nicht erreicht wird. Dies stimmt mit den Simulationen aus [84] für den Duplexstahl 1.4307 überein, wonach der Einfluss der Vorschubgeschwindigkeit auf die Maximaltemperatur mit zunehmender Rotationsgeschwindigkeit abnimmt.

Der Vergleich der mit dem Dilatometer erzielten Ergebnisse mit den Resultaten der Schweißversuche zeigt, dass ein dem Grundmaterial entsprechendes Phasenverhältnis erreicht werden konnte, wenn die beim Schweißen maximal erreichte Temperatur im unteren Bereich der vom

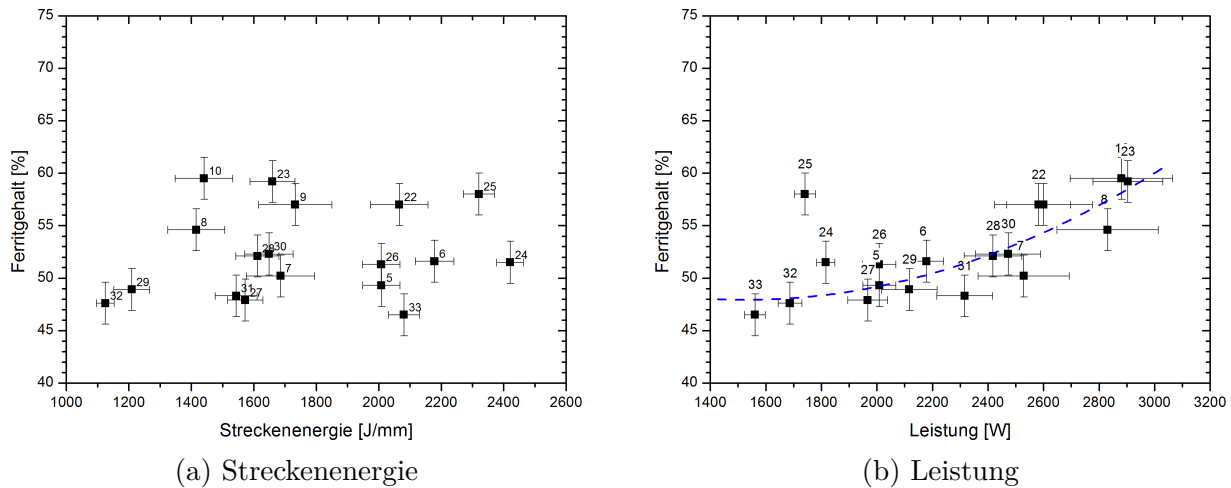


Abbildung 8.2.: Ferritgehalt des Nahtzentrums nach Prozessende gegen die Streckenenergie (a) und gegen die Leistung (b). Wie bei den Ergebnissen an der Werkzeugkante (Abbildung 5.18) ist auch in der erkalteten Naht ein Anstieg des Ferritgehalts mit steigender Leistung zu erkennen.

Hersteller empfohlen Temperatur ($1050\text{ °C} < T_{max} > 1280\text{ °C}$) zum Warmumformen des Materials lag. Im Falle der FlexiStir wurde dieser Temperaturbereich beim Schweißen mit ungefähr 2000 W erreicht. Durch die *in situ* Untersuchungen konnte gezeigt werden, dass bei dieser Schweißleistung während des Abkühlprozesses keine nennenswerten Phasentransformationen stattfinden. Mit steigender Leistung bildet sich zunehmend ein Überschuss an Ferrit unter dem Werkzeug, der sich innerhalb eines schmalen Bereichs von ca. 5 mm hinter der Werkzeugkante zunächst vollständig (bis ca. 2500 W), später nur teilweise zurück transformiert (vgl. Abbildung 8.2). Aus diesem Grund sollte für eine hochwertige Naht vermieden werden, den untersuchten Werkstoff in der genutzten Konfiguration mit mehr als 2500 W zu schweißen. Der erreichte Endzustand der Phasenanteile befindet sich im Einklang mit den Ergebnissen früherer Experimente [88, 7, 89].

Der gemessene Zuwachs im Ferritanteil ist bei steigender Leistung größer und bestätigt den in ThermoCalc berechneten Verlauf, der allerdings auf der Annahme eines Gleichgewichtszustandes beruht und intermetallische Phasen nicht berücksichtigt. Da alle in den Diffraktogrammen erkennbaren Phasen identifiziert wurden, konnte gezeigt werden, dass der Gehalt an weiteren Phasen in Übereinstimmung mit [90] unterhalb der Nachweisgrenze liegt. Die untere Nachweisgrenze hängt allerdings auch von der Größe der enthaltenen Kristalle ab. Sind die Kristalle deutlich kleiner als 10 nm , kommt es wegen der geringen Zahl der streuenden Kristallebenen zu einer starken Verbreiterung der Beugungsreflexe was dazu führen kann, dass eine Unterscheidung vom Untergrund nicht möglich ist.

Der mechanische Teil des Prozesses spielt für das ausgebildete Phasenverhältnis keine erkenn-

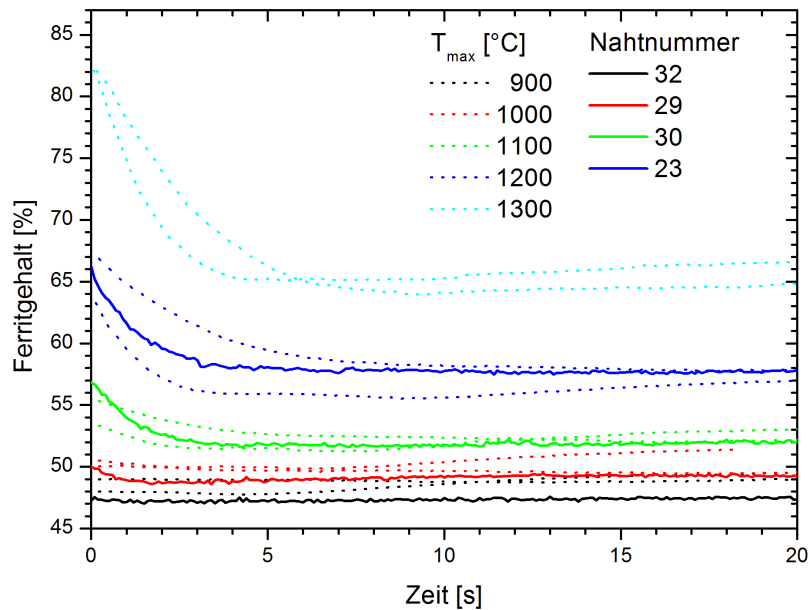


Abbildung 8.3.: Vergleich der Ergebnisse der FlexiStir-Experimente (durchgezogen) mit den Messungen im Dilatometer (gepunktet). Die Abkühlraten während der FSW-Messungen stimmen mit den im Dilatometer genutzten überein.

bare Rolle, da bei entsprechenden Abkühlraten im Dilatometer identische Ergebnisse erzielt wurden (Abbildung 8.3). Naht 23 ($v = 1,75 \text{ mm/s}$) zeigt besonders deutlich, dass die Abkühlrate beim Rührreibschweißen im Nahtzentrum zwischen den im Dilatometer genutzten Werten von 24 K/s und 38 K/s liegt. Für die für diese Naht genutzten Parameter ergeben sich daraus eine Maximaltemperatur von ca. 1200 °C eine Abkühlrate von ca. 30 K/s . Da es sich um die Naht handelt, bei der der größte Unterschied im Phasenverhältnis beobachtet wurde, konnte auch gezeigt werden, dass eine Temperatur von 1200 °C bei keiner Naht überschritten wurde.

Durch die Kombination der Dilatometermessungen (Zusammenhang zwischen der Maximaltemperatur und dem Ferritgehalt aus Abbildung 6.9) mit den Ergebnissen der Schweißexperimente (Zusammenhang zwischen der Leistung und dem Ferritgehalt aus Abbildung 5.18) lässt sich die in Abbildung 8.4 dargestellte Abhängigkeit der Maximaltemperatur von der Schweißleistung während des Schweißens bestimmen. Für eine Leistung von 1800 W liegt die Temperatur in der Rührzone bei 900 °C und nimmt mit steigender Leistung um durchschnittlich $0,26 \text{ K/W}$ zu.

Da für den DSS 1.4462 nur wenige Messungen durchgeführt werden konnten und die untersuchten Nähte alle in einem engen Leistungsintervall zwischen 1300 W und 1900 W geschweißt wurden, ist die Abhängigkeit des Phasengehalts von der Leistung lediglich zu erahnen. Auf die

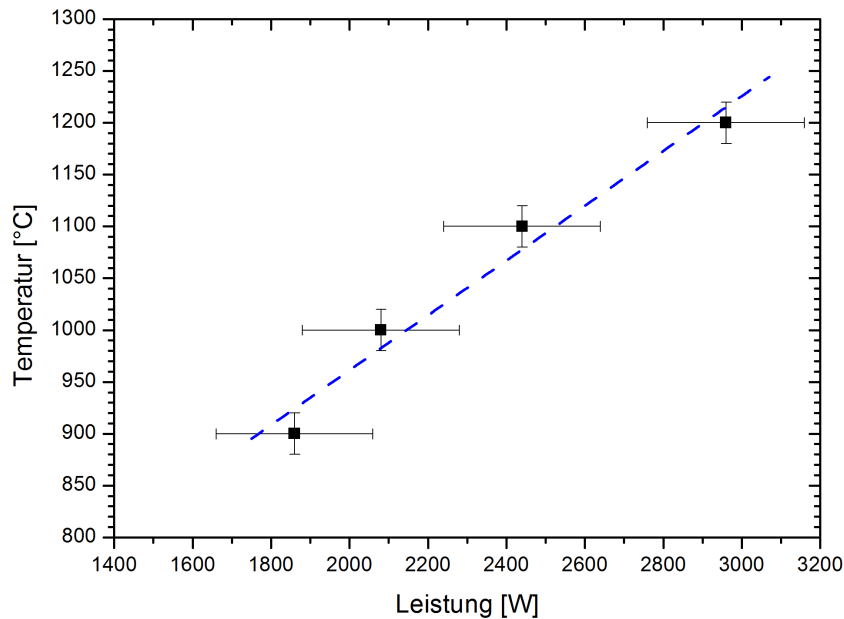


Abbildung 8.4.: Durch den Vergleich mit den Dilatometermessungen bestimmter Zusammenhänge zwischen der beim Rührreibschweißen von 1.4410 maximal erreichten Temperatur und der genutzten Leistung. Im untersuchten Leistungsbereich steigt die Temperatur näherungsweise mit $0,26 \text{ K/W}$ an (blaue Gerade).

Angabe eines quantitativen Zusammenhangs wird daher verzichtet. Wie in *ex situ* Untersuchungen am gleichen Werkstoff [91, 82] wurde beim Rührreibschweißen des Duplexstahls 1.4462 keine σ -Phasenbildung beobachtet.

Die vorgestellten Ergebnisse der drei Stahlsorten bieten die Möglichkeit, eine umfangreiche Prozesssimulation zu validieren. Es sollte jedoch darauf geachtet werden, dass bei den *in situ* Messungen einige Details zu berücksichtigen sind. Wie die *ex situ* an einer Probe aus der Rührzone gemessenen Polfiguren in Abbildung 8.5 zeigen, wird durch das Rühren während des Prozesses die Walztextur des Grundmaterials stark verändert. Da die Textur während des Prozesses jedoch nicht gemessen werden konnte, wurde für die Auswertung der Messungen von einer regellosen Textur ausgegangen. Dass dies nur eine Näherung ist, zeigen auch andere Untersuchungen an Nähten im gleichen Werkstoff [92], in 1.4462 [93] und im Werkstoff X80 [94], die die resultierenden Schertexturen näher betrachten.

Wegen der begrenzten mechanischen Stabilität der FlexiStir verglichen mit einer großen Por-

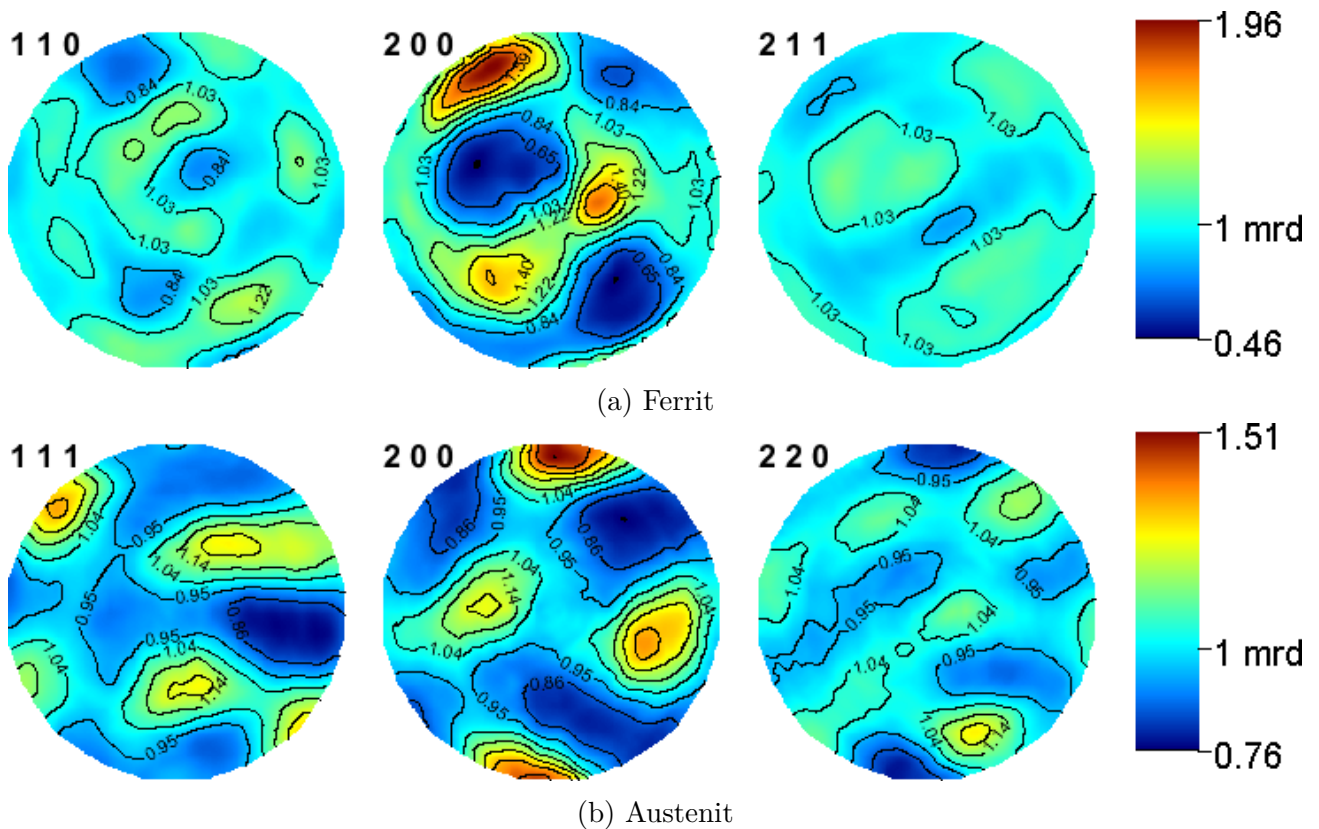


Abbildung 8.5.: Gemessene Polfiguren aus der Rührzone einer FSW-Naht im SDSS 1.4410: (a) Ferrit, (b) Austenit. Zwar sind auch nach dem Schweißen einige Kristallorientierungen häufiger, die Abweichung von einer regellosen Textur ist mit einem Maximum von 2 mrd jedoch deutlich geringer als im Grundmaterial (13 mrd).

talschweißanlage (vgl. Abbildung A.19) mussten beim Schweißen der Duplexstähle Kompromisse eingegangen werden. Durch eine Erhöhung der Rotationsgeschwindigkeit konnte zwar eine Verringerung der maximal wirkenden Kräfte erreicht werden, da das Material durch die höheren Temperaturen stärker aufgeweicht wurde. Allerdings lagen die maximal erreichten Temperaturen dadurch etwas höher als in [90], was eine Ausbildung von intermetallischen Phasen begünstigt. Die Röntgenbeugung konnte zeigen, dass auch beim Abkühlen von diesen erhöhten Temperaturen keine messbaren Mengen gebildet wurden.

Bei allen Ergebnissen handelt es sich um über das Messvolumen gemittelte Werte. Die Abhängigkeit dieses Volumens von der Strahlgröße und dem Anstellwinkel der FlexiStir ist in Abbildung 5.1 dargestellt. Es ist davon auszugehen, dass innerhalb des Messvolumens Temperaturgradienten auftreten, da die Abkühlraten an den beiden Grenzflächen zwischen Probe und Unterlage und zwischen Probe und Schutzgas bzw. Luft nicht mit denen des Materials aus dem Inneren der Probe übereinstimmen müssen.

Mit der für diese Arbeit an Synchrotronmessplätzen zur Verfügung stehenden Messzeit war

es nicht möglich, die Messungen systematisch zu verifizieren. Zur Überprüfung der Ergebnisse aus Abbildung 5.18 sollte bei zukünftigen Messungen mit Röntgenstrahlung versucht werden, im kraftgeregelten Modus zu schweißen, um so die Leistung während des Prozesses konstant zu halten.

Ein Einsatz der FlexiStir an einer Neutronenquelle mit für *in situ* Experimente ausreichender Intensität (z.B. ESS (European Spallation Source) in Lund [95]) könnte die Ausbildung des Spannungszustandes sichtbar machen. Durch die große Eindringtiefe von Neutronen wäre es möglich, einen weißen Primärstrahl durch das Werkzeug zu führen und unter Anwendung der Flugzeitmethode und einer $\pm 90^\circ$ -Geometrie die Gitterdehnungen in einem durch Kollimatoren definierten Volumen auch unter dem Werkzeug in drei Richtungen gleichzeitig zu messen [96]. Für Messungen an anderen Stählen, wie z.B. ODS- (Oxide Dispersion Strengthened) oder TWIP-Stahl (Twinning-Induced Plasticity), die noch höhere Anforderungen an Stabilität der Maschine stellen, sollte die FlexiStir jedoch optimiert oder die Materialstärke reduziert werden. Bei zukünftigen Messungen, bei denen sich die Unterlage nicht bewegt, wäre auch eine Verbesserung der Unterlage möglich, da z.B. ein konisches Loch statt eines Schlitzes in der Unterlage ausreichend wäre.

9. Zusammenfassung

In dieser Arbeit wurde der Einfluss des Rührreischweißens (FSW) auf die drei häufig eingesetzten Stähle S355, DSS 1.4462 und SDSS 1.4410 untersucht. Erstmals ist es unter praxisrelevanten Bedingungen gelungen, den für die Ausbildung der Mikrostruktur in Stählen elementar wichtigen Abkühlprozess beim Rührreischweißen *in situ* zu beobachten. Durch die Nutzung eines Speicherrings der dritten Generation in Verbindung mit einem schnellen Röntgendetektor konnte auf einer Zeitskala gemessen werden, die es ermöglichte, die stattfindenden Phasentransformationen orts- und zeitaufgelöst zu betrachten. Mit Hilfe der Rietveld-Methode konnte der Ferritgehalt eines konstanten Probenvolumens während der Transformation in Abhängigkeit von der Werkzeugposition analysiert werden.

Mit einer umfassenden zusätzlichen Charakterisierung der für die Rührreischweißexperimente verwendeten Werkstoffe, die sowohl vor als auch nach dem Schweißen stattfand sowie der Durchführung ergänzender *in situ* Experimente im Dilatometer, die die Materialeigenschaften detailliert im für den Schweißvorgang relevanten Bereich des Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubildes (ZTU-Diagramm) zugänglich machten, konnten die Ergebnisse der *in situ* FSW-Experimente untermauert werden.

Im unlegierten Baustahl S355 konnte mit Hilfe der für die Umwandlung von Austenit zu Ferrit benötigten Zeit gezeigt werden, dass die Abkühlraten von der eingebrachten Streckenenergie bestimmt werden. Durch den anschließenden Vergleich mit den im Dilatometer gemessenen Umwandlungszeiten des gleichen Materials konnten für unterschiedliche Schweißparameter die Abkühlraten des betrachteten Probenvolumens im Nahtzentrum berechnet werden.

Für den Superduplexstahl 1.4410 konnte die in den *in situ* Dilatometerexperimenten bestimmte Temperaturabhängigkeit des Ferritgehalts genutzt werden, um erstmals die während des Rührreischweißens in der Rührzone auftretenden Maximaltemperaturen experimentell zu bestimmen. Unter Einbeziehung der während des Schweißprozesses protokollierten Werte des Drehmoments der FlexiStir konnte für die genutzten Schweißparameter der Zusammenhang zwischen der Schweißleistung und der Maximaltemperatur quantifiziert werden. Die maximal erreichte Temperatur ist in der Praxis nicht nur für die Qualität der Naht, sondern auch für die Standzeit der FSW-Werkzeuge entscheidend und daher eine der zentralen Größen für eine Prozesssimulation.

Die Schwierigkeiten beim Schweißen der Duplexstähle resultieren aus der großen Differenz der Wärmeleitfähigkeiten der untersuchten Stähle, die für den S355 bei 20 °C bei 54 W/(m·K) und für die Duplexstähle bei lediglich 15 W/(m·K) liegt. Zusammen mit der erhöhten Festigkeit führt dieser Unterschied zu einem erheblich kleineren Prozessfenster, was auch die Schwierigkeiten beim Rührreibschweißen der Duplexstähle erklärt. Eine zu geringe Schweißleistung verhindert das Plastifizieren des Werkstoffes, ein zu hoher Energieeintrag führt dagegen lokal sehr schnell zu einem starken Aufweichen des Stahls, was die Ausbildung von Nahtdefekten zur Folge hat. Erschwerend kommt für diese Stähle hinzu, dass bei den im Prozess auftretenden Temperaturgleichgewichten unter dem Werkzeug das Phasenverhältnis sehr sensibel von der Temperatur abhängt. Ein geringer Temperaturunterschied führt so zu stark unterschiedlichen Materialeigenschaften und verkleinert das mögliche Prozessfenster.

Ist der Prozess jedoch stabil, ist das Rührreibschweißen sehr gut für das Schweißen der Duplexstähle geeignet. Eine anschließende Wärmebehandlung ist nicht notwendig, da der Prozess exakt in dem Temperaturbereich stattfinden kann, in dem ein Lösungsglühen durchgeführt werden würde.

Dass die Nahtqualität auf einem Prototypen einer mobilen Rührreibschweißanlage, die zusätzlich auf die Geometrie eines Synchrotronmessplatzes angepasst ist, nicht an die einer stationären Portalanlage heranreicht, ist wenig überraschend. Dass es sich trotzdem um einen reproduzierbaren Prozess in Bezug auf die Phasenzusammensetzung handelt, wurde durch die Wiederholung einiger Nähte mit denselben Schweißparametern gezeigt.

Darüber hinaus konnte an einem Beispiel für den Superduplexstahl 1.4410 gezeigt werden, wie sich die Spannungsdifferenz zwischen longitudinaler und transversaler Richtung während des Prozesses verändert. An dieser Stelle bietet sich die European Spallation Source (ESS), die zur Zeit im schwedischen Lund gebaut wird, für weitere *in situ* Experimente zum Rührreibschweißen an. Dank des hohen zu erwartenden Neutronenflusses werden dort Spannungsmessungen mit der notwendigen Zeitauflösung möglich sein.

Literaturverzeichnis

- [1] *The Welding Institute*. <http://www.twi-global.com/capabilities/joining-technologies/friction-processes/friction-stir-welding/>.
- [2] THOMAS, W. M., E. D. NICHOLAS, J. C. NEEDHAM, M. G. MURCH, P. TEMPLE-SMITH und C. J. DAWES: *Improvements relating to friction welding*. PCT/GB1992/002203, 1991.
- [3] WILLIAMS, STEWART WYNN: *Welding of airframes using friction stir*. Air & Space Europe, 3(3-4):64–66, may 2001.
- [4] MAHONEY, MURRAY, TRACY W. NELSON, CARL SORENSON und SCOTT PACKER: *Friction Stir Welding of Ferrous Alloys: Current Status*. Materials Science Forum, 638-642:41–46, jan 2010.
- [5] PERRETT, J, J MARTIN, J PETERSON, R STEEL und S PACKER: *Friction Stir Welding of Industrial Steels*. In: MISHRA, RAJIV, MURRAY W. MAHONEY, YUTAKA SATO, YURI HOVANSKI und RAVI VERMA (Herausgeber): *Friction Stir Welding and Processing VI*, Seiten 65–72. John Wiley & Sons, Inc., Hoboken, NJ, USA, apr 2011.
- [6] *High Integrity Low Distortion Assembly (HILDA)*. http://cordis.europa.eu/result/rcn/177906_en.html.
- [7] SANTOS, TIAGO FELIPE DE ABREU, H S IDAGAWA und ANTONIO JOSE RAMIREZ: *Thermal history in UNS S32205 duplex stainless steel friction stir welds*. Science and Technology of Welding and Joining, 19(2):150–156, feb 2014.
- [8] PALMER, T A, J W ELMER und JOE WONG: *In situ observations of ferrite - austenite transformations in duplex stainless steel weldments using synchrotron radiation*. Science And Technology, 7(3):159–171, 2002.
- [9] ELMER, JW, TA PALMER und SS BABU: *Direct observations of austenite, bainite, and martensite formation during arc welding of 1045 steel using time-resolved X-ray diffraction*. WELDING, 2004.
- [10] BEYER, MATHIAS, HENRY LOITZ, ARNE ROOS, SHAHRAM SHEIKHI, RUDOLPH ZETTLER und JORGE DOS SANTOS: *Vorrichtung und Verfahren zum Reibrührschweißen*. DE 102005029881 A1, 2005.
- [11] BEYER, MATHIAS, HENRY LOITZ, ARNE ROOS, SHAHRAM SHEIKHI, RUDOLPH ZETTLER und JORGE DOS SANTOS: *Vorrichtung zum Reibrührschweißen*. DE 102005029882 A1, 2005.

- [12] FISCHER, TORBEN: *In situ Untersuchung des Reibrührschweißprozesses mittels hochenergetischer Röntgenstrahlung*. Doktorarbeit, Universität Hamburg, 2014.
- [13] FRANZ, H., O. LEUPOLD, R. RÖHLSBERGER, S.V. ROTH, O.H. SEECK, J. SPENGLER, J. STREMPFER, M. TISCHER, J. VIEFHAUS, E. WECKERT und T. WROBLEWSKI: *Technical Report: PETRA III: DESY's New High Brilliance Third Generation Synchrotron Radiation Source*. Synchrotron Radiation News, 19(6):25–29, 2006.
- [14] WEI, LINGYUN und TRACY W NELSON: *Correlation of Microstructures and Process Variables in FSW HSLA-65 Steel*. Welding Journal, 90(May):95–101, 2011.
- [15] LÄPPLE, VOLKER: *Wärmebehandlung des Stahls*. 10 Auflage, 2010.
- [16] BLECK, WOLFGANG (Herausgeber): *Werkstoffkunde Stahl für Studium und Praxis*. 2 Auflage, 2004.
- [17] LOBER, DIETMAR: *Informationen über Stahl für Metallografen*. <http://www.metallograf.de/start.htm?grundlagen/diagramm-ztu-k.htm>.
- [18] GUNN, ROBERT N. (Herausgeber): *Duplex Stainless Steels*. Woodhead Publishing Ltd, 1 Auflage, 1997.
- [19] *S355*. <http://www.westyorkssteel.com/carbon-steel/s355/>.
- [20] SEYFFARTH, PETER, B MEYER und A SCHARFF: *Großer Atlas Schweiß-ZTU-Schaubilder*, Band 1. Deutscher Verlag für Schweißtechnik DVS-Verlag GmbH, 1992.
- [21] *Forta DX 2205*. <http://steelfinder.outokumpu.com/Properties/GradeDetail.aspx?OKGrade=2205&Category=Forta>.
- [22] HERTZMAN, STAFFAN: *The Influence of Nitrogen on Microstructure and Properties of Highly Alloyed Stainless Steel Welds*. ISIJ International, 41(6):580–589, 2001.
- [23] IMO: *Practical guidelines for the fabrication of duplex stainless steels*. International Molybdenum Association, London, 2 Auflage, 2009.
- [24] SIEURIN, HENRIK und ROLF SANDSTRÖM: *Sigma phase precipitation in duplex stainless steel 2205*. Materials Science and Engineering: A, 444(1-2):271–276, jan 2007.
- [25] ELMER, J. W., T. A. PALMER und E. D. SPECHT: *Direct Observations of Sigma Phase Formation in Duplex Stainless Steels Using In-Situ Synchrotron X-Ray Diffraction*. Metallurgical and Materials Transactions A, 38(3):464–475, mar 2007.
- [26] MAGNABOSCO, RODRIGO: *Kinetics of sigma phase formation in a duplex stainless steel*. Materials Research, 12(3):321–327, 2009.
- [27] MAEHARA, Y, N FUJINO und T KUNITAKE: *Effects of plastic deformation and thermal history on σ phase precipitation in duplex phase stainless steels*. Transactions ISIJ, 23:247–255, 1983.

-
- [28] MUTHUPANDI, V., P. BALA SRINIVASAN, S. K. SESHADRI und S. SUNDARESAN: *Effect of weld metal chemistry and heat input on the structure and properties of duplex stainless steel welds*. Materials Science and Engineering A, 358(1-2):9–16, 2003.
- [29] *Duplex-Stähle*. http://www.butting.com/fileadmin/daten/redakteure/Download/DE/Prospekte_DE/BUTTING_Duplexrohre.pdf.
- [30] *Forta SDX 2507*. <http://steelfinder.outokumpu.com/Properties/GradeDetail.aspx?OKGrade=2507&Category=Forta>.
- [31] MAGNABOSCO, RODRIGO und DANIELLA CALUSCIO DOS SANTOS: *Intermetallic Phases Formation During Short Aging between 850 °C and 950 °C of a Superduplex Stainless Steel*. Journal of Materials Research and Technology, 1(2):71–74, jul 2012.
- [32] YAKEL, HL: *Atom distributions in sigma phases. II. Estimations of average site-occupation parameters in a sigma phase containing Fe, Cr, Ni, Mo and Mn*. Acta Crystallographica Section B: Structural Science, 39(1):28–33, 1983.
- [33] RÖNTGEN, W. C.: *Ueber eine neue Art von Strahlen*. Annalen der Physik, 300(1):1–11, 1898.
- [34] RÖNTGEN, W. C.: *Ueber eine neue Art von Strahlen*. Annalen der Physik, 300(1):12–17, 1898.
- [35] ELDER, F R, A M GUREWITSCH, R V LANGMUIR und H C POLLOCK: *Radiation from Electrons in a Synchrotron*. Physical Review, 71(11):829–830, jun 1947.
- [36] ELDER, F. R., R. V. LANGMUIR und H. C. POLLOCK: *Radiation from Electrons Accelerated in a Synchrotron*. Physical Review, 74(1):52–56, jul 1948.
- [37] BECKMANN, FELIX, THOMAS LIPPMANN, JOACHIM METGE, THOMAS DOSE, MARKUS TISCHER, KLAUS DIETER LISS und ANDREAS SCHREYER: *HARWI-II , The New High-Energy Beamline for Materials Science at HASYLAB / DESY*. In: WARWICK, T (Herausgeber): *AIP Conference Proceedings 705*, Seiten 392–395, 2004.
- [38] SCHELL, NORBERT, ANDREW KING, FELIX BECKMANN, HANS-ULRICH RUHNAU, RENÉ KIRCHHOF, RÜDIGER KIEHN, MARTIN MÜLLER und ANDREAS SCHREYER: *The High Energy Materials Science Beamline (HEMS) at PETRA III*. In: GARRETT, R., I. GENTLE, K. NUGENT und S. WILKINS (Herausgeber): *AIP Conference Proceedings 1234*, Band 391, Seiten 391–394, 2010.
- [39] SCHELL, N, A KING, F BECKMANN, T FISCHER, M MÜLLER und A SCHREYER: *The high energy materials science beamline (HEMS) at PETRA III*. Materials Science Forum, 772:57–61, 2014.
- [40] BARTHELMES, M, U ENGLISCH, J PFLÜGER, A SCHÖPS, J SKUPIN und M TISCHER: *STATUS OF THE PETRA III INSERTION DEVICES*. In: *EPAC08*, Seiten 2320–2322, 2008.

- [41] *marXperts*. <http://marxperts.com/>.
- [42] *PerkinElmer*. <http://www.perkinelmer.com/imaging-components/detectors/xrd-a-si/1621-xn.html>.
- [43] LANGFORD, J IAN und DANIEL LOUËR: *Powder diffraction*. Reports on Progress in Physics, 59(2):131–234, feb 1996.
- [44] FRIEDRICH, W., P. KNIPPING und M. LAUE: *Interferenzerscheinungen bei Röntgenstrahlen*. Annalen der Physik, 346(10):971–988, 1913.
- [45] DEMTRÖDER, WOLFGANG: *Experimentalphysik 3*. Springer-Lehrbuch. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2. Auflage, 2000.
- [46] HAHN, TH. (Herausgeber): *International Tables for Crystallography*, Band A der Reihe *International Tables for Crystallography*. International Union of Crystallography, Chester, England, oct 2005.
- [47] DEBYE, P.: *Interferenz von Röntgenstrahlen und Wärmebewegung*. Annalen der Physik, 348(1):49–92, 1913.
- [48] WALLER, IVAR: *Zur Frage der Einwirkung der Wärmebewegung auf die Interferenz von Röntgenstrahlen*. Zeitschrift für Physik, 17(1):398–408, dec 1923.
- [49] SEARS, V. F. und S. A. SHELLEY: *Debye-Waller factor for elemental crystals*. Acta Crystallographica Section A Foundations of Crystallography, 47(4):441–446, jul 1991.
- [50] BUTT, N. M., J. BASHIR, B. T. M. WILLIS und G. HEGER: *Compilation of temperature factors of cubic elements*. Acta Crystallographica Section A Foundations of Crystallography, 44(3):396–399, 1988.
- [51] HAMMERSLEY, A. P., S. O. SVENSSON, M HANFLAND, A. N. FITCH und D. HAUSERMANN: *Two-dimensional detector software: From real detector to idealised image or two-theta scan*. High Pressure Research, 14(4-6):235–248, jan 1996.
- [52] HAMMERSLEY, ANDREW: *FIT2D V12.012 Reference Manual V6.0*. http://www.esrf.eu/computing/scientific/FIT2D/FIT2D_REF/fit2d_r.html, 2004.
- [53] RIETVELD, H. M.: *Line profiles of neutron powder-diffraction peaks for structure refinement*. Acta Crystallographica, 22(1):151–152, jan 1967.
- [54] RIETVELD, H. M.: *A profile refinement method for nuclear and magnetic structures*. Journal of Applied Crystallography, 2(2):65–71, jun 1969.
- [55] SPIESS, LOTHAR, GERD TEICHERT, ROBERT SCHWARZER, HERFRIED BEHNKEN und CHRISTOPH GENZEL: *Moderne Röntgenbeugung*. Vieweg+Teubner, Wiesbaden, 2009.
- [56] YOUNG, RA (Herausgeber): *The Rietveld Method*. Oxford University Press, Oxford, 1993.

-
- [57] McCUSKER, L. B., R. B. VON DREELE, D. E. COX, D. LOUËR und P. SCARDI: *Rietveld refinement guidelines*. Journal of Applied Crystallography, 32(1):36–50, feb 1999.
- [58] RIETVELD, HUGO M: *The Rietveld method*. Physica Scripta, 89(9):098002, sep 2014.
- [59] CAGLIOTI, G, A PAOLETTI und FP RICCI: *Choice of collimators for a crystal spectrometer for neutron diffraction*. Nuclear Instruments, 3(4):223–228, oct 1958.
- [60] LOUËR, D. und J I LANGFORD: *Peak shape and resolution in conventional diffractometry with monochromatic X-rays*. Journal of Applied Crystallography, 21(5):430–437, oct 1988.
- [61] YOUNG, RA und DB WILES: *Profile shape functions in Rietveld refinements*. Journal of Applied Crystallography, 15:430–438, 1982.
- [62] MATTHIES, S. und G. W. VINEL: *On the Reproduction of the Orientation Distribution Function of Texturized Samples from Reduced Pole Figures Using the Conception of a Conditional Ghost Correction*. physica status solidi (b), 112(2):K111–K114, aug 1982.
- [63] BROKMEIER, H.-G., S. B. YI, B. SCHWEBKE und J. HOMEYER: *In-situ analysis of crystallographic texture using high-energy X-rays*. Zeitschrift für Kristallographie Supplements, 53(1):33–38, nov 2007.
- [64] HAUKE, V: *Structural and residual stress analysis by nondestructive methods*. 1997.
- [65] WOO, W., Z. FENG, X.-L. WANG, D. W. BROWN, B. CLAUSEN, K. AN, H. CHOO, C. R. HUBBARD und S. A. DAVID: *In situ neutron diffraction measurements of temperature and stresses during friction stir welding of 6061-T6 aluminium alloy*. Science and Technology of Welding and Joining, 12(4):298–303, may 2007.
- [66] LUTTEROTTI, L., S. MATTHIES, H.-R. WENK, A. S. SCHULTZ und J. W. RICHARDSON: *Combined texture and structure analysis of deformed limestone from time-of-flight neutron diffraction spectra*. Journal of Applied Physics, 81(2):594–600, 1997.
- [67] LUTTEROTTI, LUCA: *Total pattern fitting for the combined size-strain-stress-texture determination in thin film diffraction*. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms, 268(3-4):334–340, feb 2010.
- [68] LUTTEROTTI, LUCA: *MAUD*. <http://maud.radiographema.com/>, 2016.
- [69] LARSON, ALLEN C. und ROBERT B. VON DREELE: *General Structure Analysis System (GSAS)*. Los Alamos National Laboratory Report LAUR, Seiten 86–748, 2000.
- [70] RODRÍGUEZ-CARVAJAL, JUAN: *Recent advances in magnetic structure determination by neutron powder diffraction*. Physica B: Condensed Matter, 192(1-2):55–69, oct 1993.
- [71] ELLEMANN-BILTOFT, RIKKE und ANNE GUESNIER: *Präparation von Eisenwerkstoffen für die EBSD-Analyse*. http://www.struers.de/resources/elements/12/144634/Application_Note_EBSD_German.pdf, 2009.
-

- [72] DINGLEY, DJ und V RANDLE: *Microtexture determination by electron back-scatter diffraction*. Journal of Materials Science, 27:4545–4566, 1992.
- [73] *TA Instruments*. <http://www.tainstruments.com/dil-805ad/?lang=de>.
- [74] STARON, PETER, TORBEN FISCHER, THOMAS LIPPMANN, ANDREAS STARK, SHAHROKH DANESHPOUR, DIRK SCHNUBEL, ECKART UHLMANN, ROBERT GERSTENBERGER, BETTINA CAMIN, WALTER REIMERS, ELISABETH EIDENBERGER, HELMUT CLEMENS, NORBERT HUBER und ANDREAS SCHREYER: *In situ experiments with synchrotron high-energy X-rays and neutrons*. Advanced Engineering Materials, 13(8):658–663, aug 2011.
- [75] HILGERT, JAKOB: *Knowledge Based Process Development of Bobbin Tool Friction Stir Welding*. Doktorarbeit, Technische Universität Hamburg-Harburg, 2012.
- [76] POORHAYDARI, K, BM PATCHETT und DG IVEY: *Estimation of cooling rate in the welding of plates with intermediate thickness*. Welding Journal, (October):149–155, 2005.
- [77] ELMER, JW und TA PALMER: *In-situ phase mapping and direct observations of phase transformations during arc welding of 1045 steel*. Metallurgical and Materials Transactions A, 2006.
- [78] PALMER, T. A. und J. W. ELMER: *Direct observations of the $\alpha \rightarrow \gamma$ transformation at different input powers in the heat-affected zone of 1045 C-Mn steel arc welds observed by spatially resolved X-ray diffraction*. Metallurgical and Materials Transactions A, 36(12):3353–3369, dec 2005.
- [79] STARON, P, M KOÇAK, S WILLIAMS und A WESCOTT: *Residual stress in friction stir-welded Al sheets*. Physica B: Condensed Matter, 350(1-3):E491–E493, 2004.
- [80] ANDERSSON, JO, THOMAS HELANDER, LARS HÖGLUND, PINGFANG SHI und BO SUNDMAN: *Thermo-Calc & DICTRA, computational tools for materials science*. Calphad, 26(2):273–312, jun 2002.
- [81] RANDAU, C., U. GARBE und H. G. BROKMEIER: *StressTextureCalculator: A software tool to extract texture, strain and microstructure information from area-detector measurements*. Journal of Applied Crystallography, 44(3):641–646, 2011.
- [82] SANTOS, TFA, RR MARINHO, MTP PAES und AJ RAMIREZ: *Microstructure evaluation of UNS S32205 duplex stainless steel friction stir welds*. Rem: Revista Escola de Minas, 66(2):187–191, 2013.
- [83] *Oxford Instruments*. <http://ebsd.com/sample-preparation/sample-preparation-for-ebsd/cutting-the-sample>.
- [84] SELVARAJ, M: *A temperature dependent slip factor based thermal model for friction stir welding of stainless steel*. Sadhana, 38(December):1393–1405, 2013.

-
- [85] MAYR, P., T.A. PALMER, J.W. ELMER, E.D. SPECHT und S.M. ALLEN: *Formation of Delta Ferrite in 9 Wt Pct Cr Steel Investigated by In-Situ X-Ray Diffraction Using Synchrotron Radiation*. Metallurgical and Materials Transactions A, 41(10):2462–2465, oct 2010.
- [86] PALMER, T A, J W ELMER, P MAYR und E D SPECHT: *Direct observation of austenitisation in 1005 C-Mn steel during continuous heating using in situ synchrotron X-ray diffraction*. Science and Technology of Welding and Joining, 16(5):377–384, jul 2011.
- [87] ESIN, V.A., B. DENAND, QU LE BIHAN, M. DEHMAS, J. TEIXEIRA, G. GEANDIER, S. DENIS, T. SOURMAIL und E. AEBY-GAUTIER: *In situ synchrotron X-ray diffraction and dilatometric study of austenite formation in a multi-component steel: Influence of initial microstructure and heating rate*. Acta Materialia, 80:118–131, nov 2014.
- [88] ESMAILZADEH, M., M. SHAMANIAN, A. KERMANPUR und T. SAEID: *Microstructure and mechanical properties of friction stir welded lean duplex stainless steel*. Materials Science and Engineering: A, 561:486–491, jan 2013.
- [89] SANTOS, TIAGO FELIPE DE ABREU, EDUAR ANDRÉS TORRES LÓPEZ, EDUARDO BERTONI DA FONSECA und ANTONIO JOSE RAMIREZ: *Friction stir welding of duplex and superduplex stainless steels and some aspects of microstructural characterization and mechanical performance*. Materials Research, 19(1):117–131, feb 2016.
- [90] SANTOS, TFA, RRM QUEIROZ und AJ RAMIREZ: *Correlating Microstructure and Performance of UNS S32750 and S32760 Superduplex Stainless Steels Friction Stir Welds*. Proceedings of the Twenty-first (2011) International Offshore and Polar Engineering Conference, 8:534–540, 2011.
- [91] SAEID, T., A. ABDOLLAH-ZADEH, H. ASSADI und F. MALEK GHAINI: *Effect of friction stir welding speed on the microstructure and mechanical properties of a duplex stainless steel*. Materials Science and Engineering: A, 496(1-2):262–268, nov 2008.
- [92] SATO, Y.S., T.W. NELSON, C.J. STERLING, R.J. STEEL und C.-O. PETTERSSON: *Microstructure and mechanical properties of friction stir welded SAF 2507 super duplex stainless steel*. Materials Science and Engineering: A, 397(1-2):376–384, apr 2005.
- [93] SAEID, T und A ABDOLLAH-ZADEH: *EBSD Investigation of Friction Stir Welded Duplex Stainless Steel*. World Academy of Science, Engineering and Technology, 37:328–331, 2010.
- [94] ABBASI, MAJID, TRACY W. NELSON und CARL D. SORENSEN: *Transformation and Deformation Texture Study in Friction Stir Processed API X80 Pipeline Steel*. Metallurgical and Materials Transactions A, 43(13):4940–4946, dec 2012.
- [95] *European Spallation Source*. <https://europeanspallationsource.se/>.
- [96] SANTISTEBAN, J. R., M. R. DAYMOND, J. A. JAMES und L. EDWARDS: *ENGIN-X: a third-generation neutron strain scanner*. Journal of Applied Crystallography, 39(6):812–825, dec 2006.

A. Anhang

A.1. Übersicht Schweißparameter: Messzeit III

Nr.	M [Nm]	ω [rpm]	v [mm/s]	P [W]	E [J/mm]	α [°]	Position
1	17,52	850	1,0	1559	1559	55,3	SZ
2	20,47	850	2,0	1822	911	55,3	SZ
3	19,29	850	1,0	1717	1717	55,3	SZ
4	21,74	850	2,0	1935	968	55,3	SZ
5	30,53	850	1,0	2718	2718	55,3	SZ
6	31,38	600	1,0	1972	1972	43,2	SZ
8	23,44	600	1,0	1473	1473	43,2	SZ
9	25,60	600	1,5	1608	1072	43,2	SZ
10	24,55	600	1,0	1542	1542	43,2	5 mm AS
11	47,50	600	1,5	2984	1989	43,2	5 mm AS
12	21,98	600	1,0	1381	1381	39,0	SZ
13	26,46	600	1,0	1662	1662	39,0	SZ
14	26,89	600	1,0	1689	1689	39,0	5 mm AS
15	-	600	-	-	-	39,0	SZ
16	-	700	1,0	-	-	39,0	SZ
17	-	1000	1,0	-	-	39,0	5 mm AS

Tabelle A.1.: Schweißparameter (M: Drehmoment, ω : Rotationsgeschwindigkeit, v: Vorschubgeschwindigkeit), Motorleistung (P) und dadurch eingebrachte Streckenenergie (E) der Schweißnähte im Kohlenstoffstahl S355 aus der Messzeit III. Zusätzlich sind der Kippwinkel (α) der FlexiStir und die Messposition angegeben.

Nr.	M [Nm]	ω [rpm]	v [mm/s]	P [W]	E [J/mm]	α [°]	Position
5	27,41	700	1,00	2009	2009	55,3	SZ
6	29,73	700	1,00	2179	2179	55,3	SZ
7	34,50	700	1,50	2529	1686	55,3	SZ
8	38,62	700	2,00	2831	1416	55,3	SZ
9	29,21	850	1,50	2600	1733	55,3	SZ
10	32,37	850	2,00	2881	1441	55,3	SZ
11	20,06	850	1,00	1786	1786	55,3	5 mm AS
12	22,71	850	1,00	2021	2021	55,3	5 mm AS
13	-	850	1,00	-	-	55,3	5 mm AS
14	30,88	850	2,00	2749	1374	55,3	5 mm AS
15	31,34	850	2,00	2790	1395	55,3	5 mm AS
16	31,30	850	2,00	2786	1393	55,3	5 mm AS
17	22,48	850	1,00	2001	2001	55,3	3 mm AS
18	26,26	850	1,00	2338	2338	55,3	3 mm AS
19	31,61	850	2,00	2814	1407	55,3	3 mm AS
20	28,46	850	1,00	2533	2533	55,3	5 mm RS
21	-	-	-	-	-	55,3	SZ
22	29,01	850	1,25	2582	2066	55,3	SZ
23	32,63	850	1,75	2904	1660	55,3	SZ
24	20,40	850	0,75	1816	2421	43,2	SZ
25	19,56	850	0,75	1741	2321	43,2	SZ
26	22,56	850	1,00	2008	2008	43,2	SZ
27	22,10	850	1,25	1967	1573	43,2	SZ
28	27,17	850	1,50	2418	1612	43,2	SZ
29	23,78	850	1,75	2117	1210	43,2	SZ
30	21,47	1100	1,50	2473	1649	43,2	SZ
31	31,59	700	1,50	2316	1544	43,2	SZ
32	26,85	600	1,50	1687	1125	43,2	SZ
33	24,84	600	0,75	1561	2081	43,2	SZ
34	34,51	1000	1,00	3614	3614	39,0	5 mm AS

Tabelle A.2.: Schweißparameter, Motorleistung und dadurch eingebrachte Energie der Schweißnähte im Superduplexstahl 1.4410 aus der Messzeit III.

Nr.	M [Nm]	ω [rpm]	v [mm/s]	P [W]	E [J/mm]	α [°]	Position
2	21,96	750	1,00	1725	1725	39,0	SZ
3	28,84	450	1,00	1359	1359	39,0	SZ
4	26,90	500	1,00	1408	1408	39,0	SZ
5	33,80	500	1,00	1770	1770	39,0	SZ
6	-	500	1,00	-	-	39,0	SZ
7	31,01	500	1,00	1624	1624	39,0	SZ
8	32,38	475	1,00	1611	1611	39,0	SZ
9	33,89	475	1,00	1686	1686	39,0	5 mm AS
10	46,13	475	1,50	2295	1530	39,0	5 mm AS
11	45,50	475	2,00	2263	1132	39,0	5 mm AS
12	40,69	475	1,25	2024	1619	39,0	5 mm AS
13	45,41	475	1,50	2259	1506	39,0	5 mm AS
14	37,22	475	1,25	1851	1481	39,0	SZ
15	33,80	475	1,50	1681	1121	39,0	SZ
16	28,17	475	1,00	1401	1401	39,0	5 mm RS
17	30,64	475	1,00	1524	1524	39,0	5 mm RS
18	33,54	475	1,25	1668	1335	39,0	5 mm RS
19	41,22	475	1,50	2051	1367	39,0	5 mm RS

Tabelle A.3.: Schweißparameter, Motorleistung und dadurch eingebrachte Energie der Schweißnähte im Duplexstahl 1.4462 aus der Messzeit III.

A.2. Übersicht Streudaten: Messzeit III

Die folgenden Abbildungen zeigen die ersten 150 bzw. 200 Messungen aller Nähte, die während der Messzeit III geschweißt wurden. Die Zeitachse verläuft von unten nach oben, in x-Richtung ist der Streuwinkel aufgetragen.

A.2.1. S355

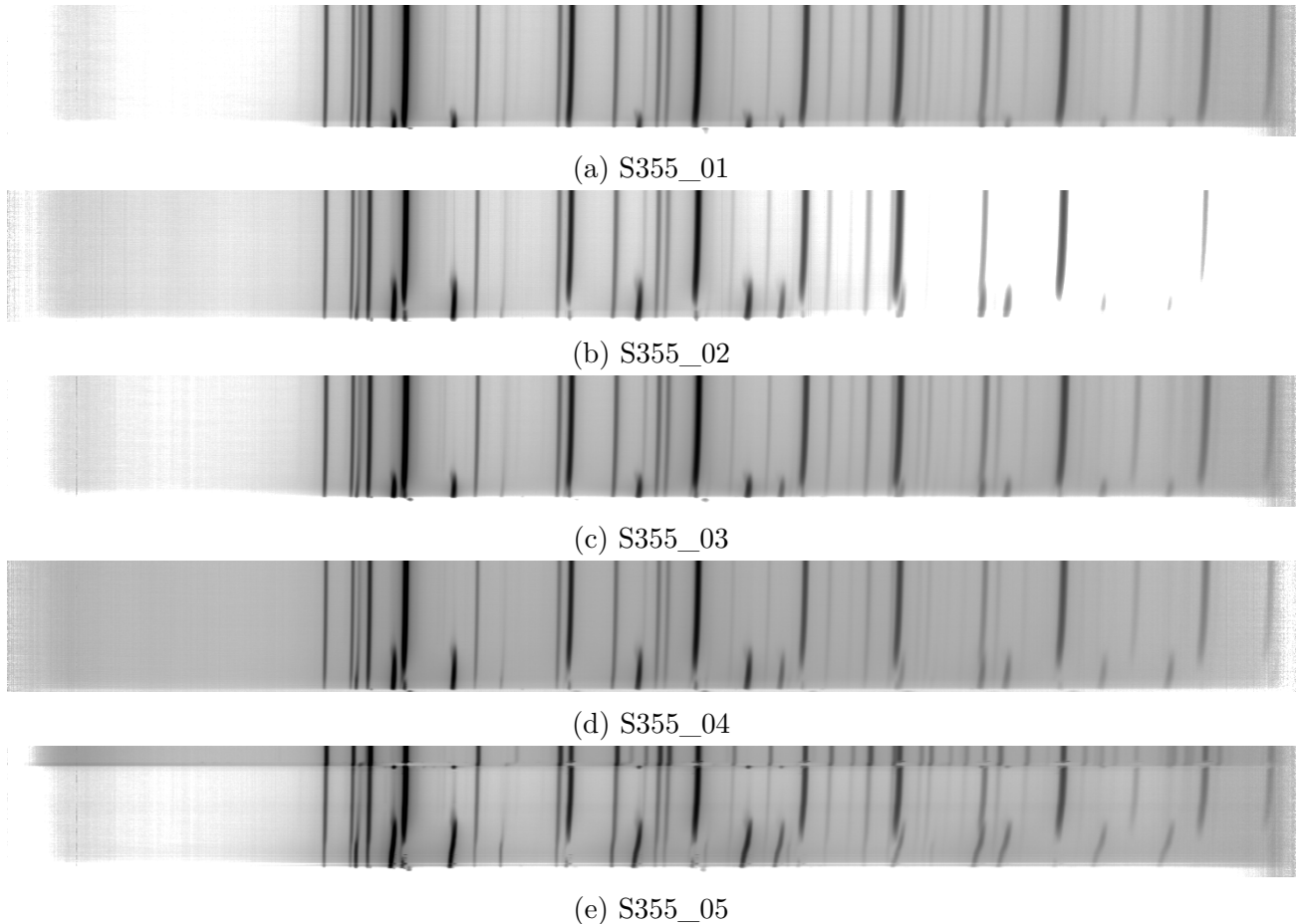


Abbildung A.1.: Messzeit III: S355 1

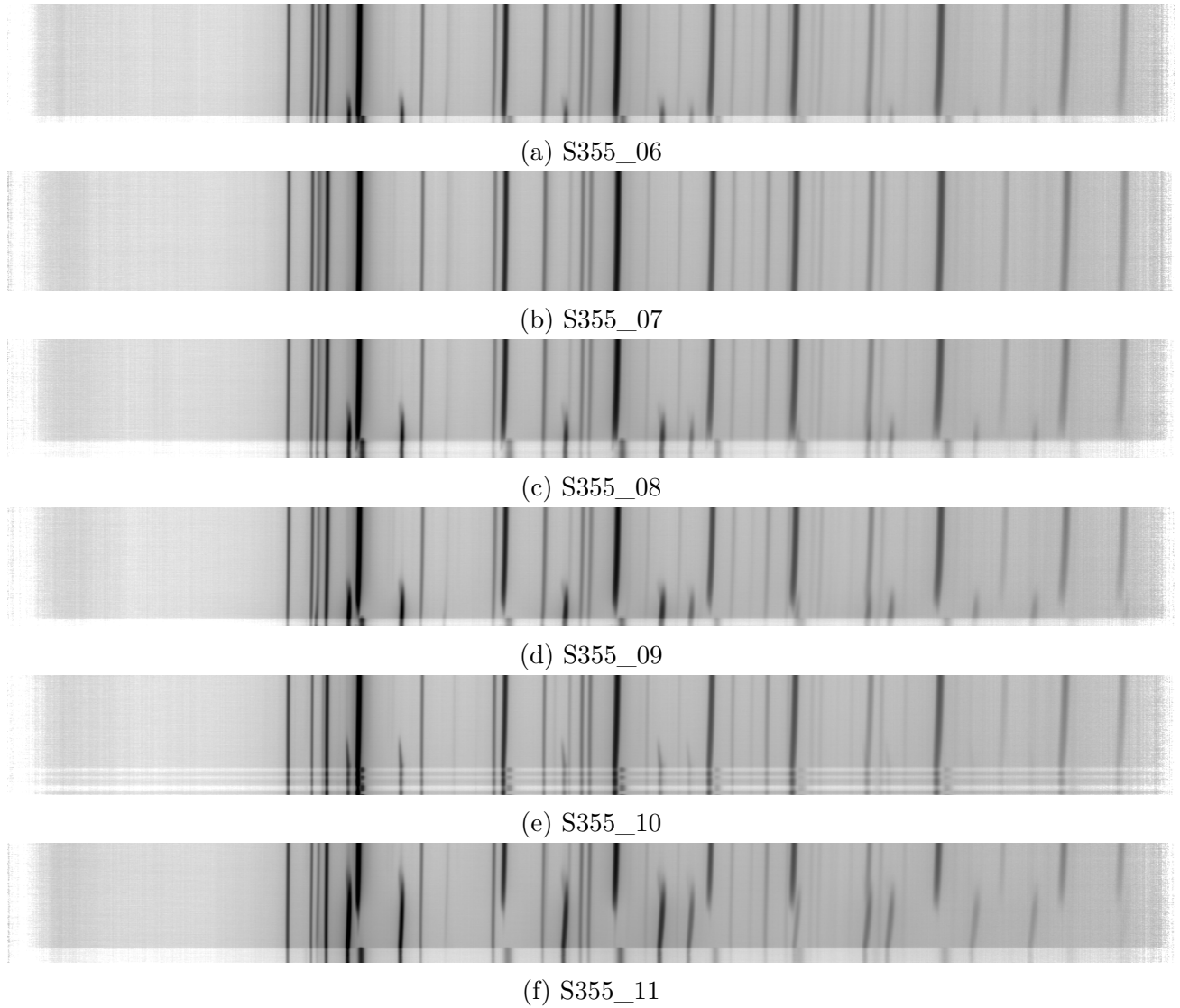


Abbildung A.2.: Messzeit III: S355 2

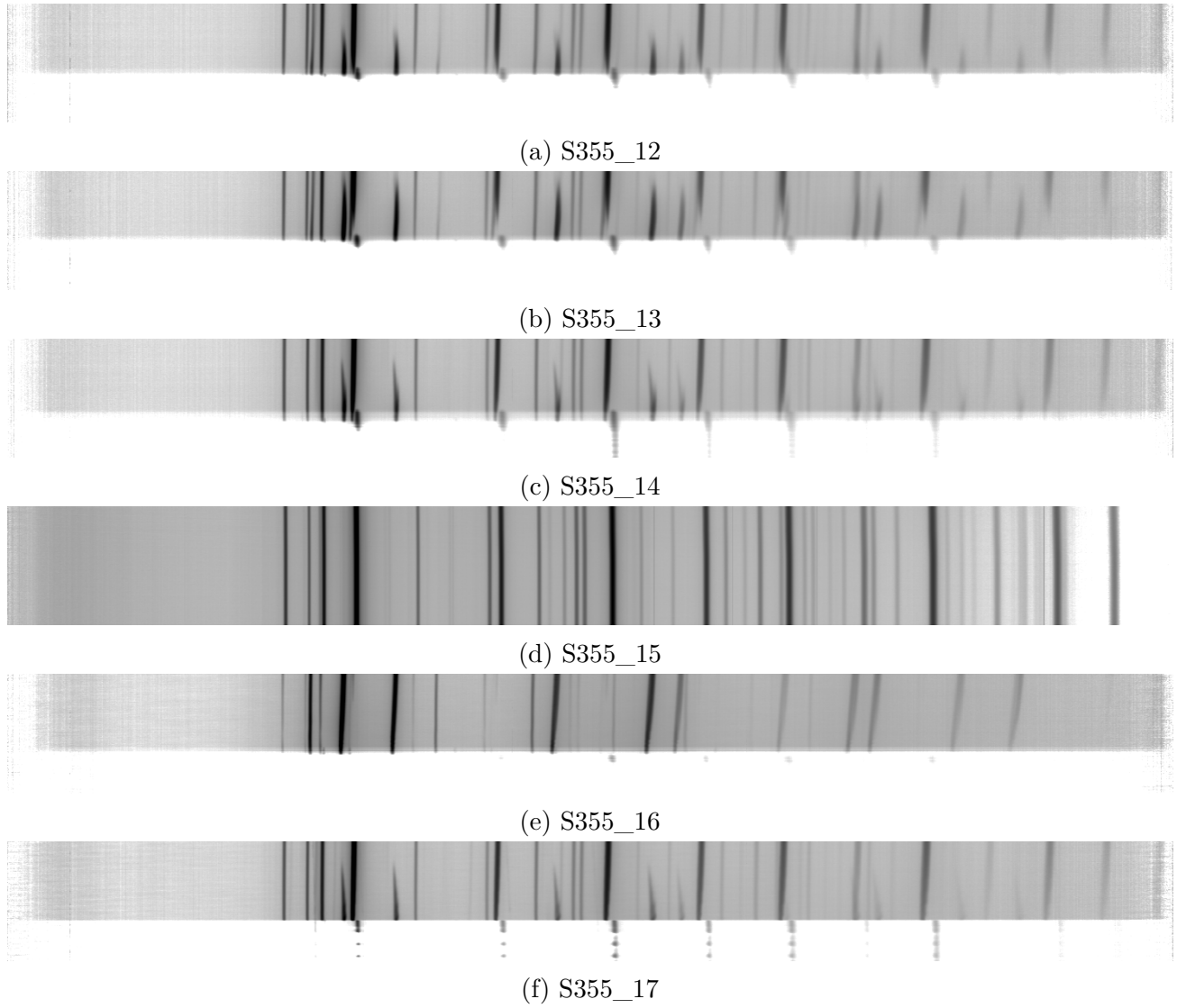


Abbildung A.3.: Messzeit III: S355 3

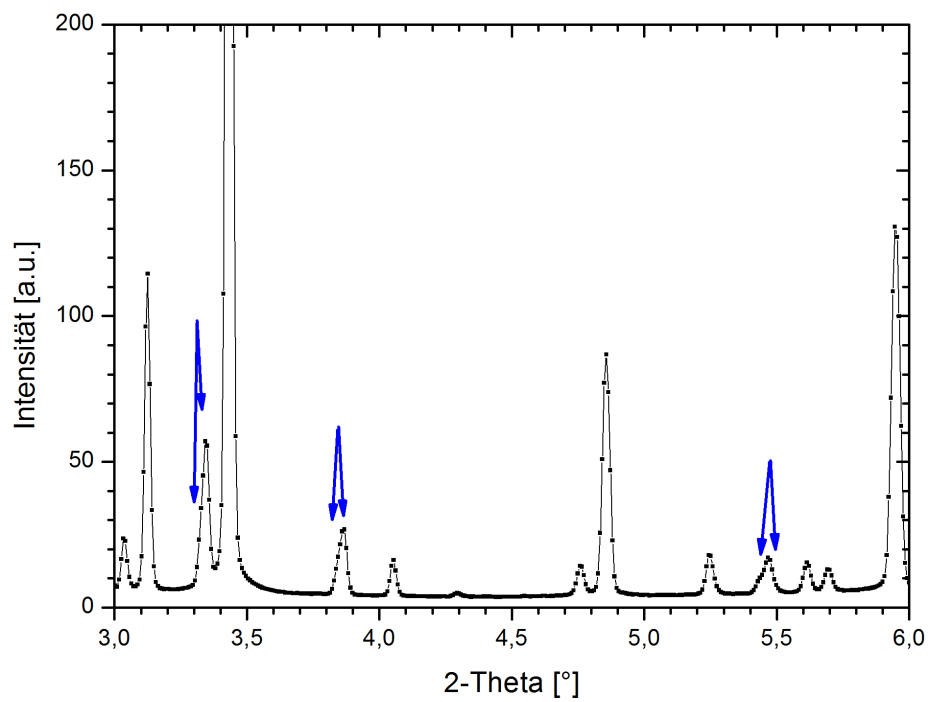
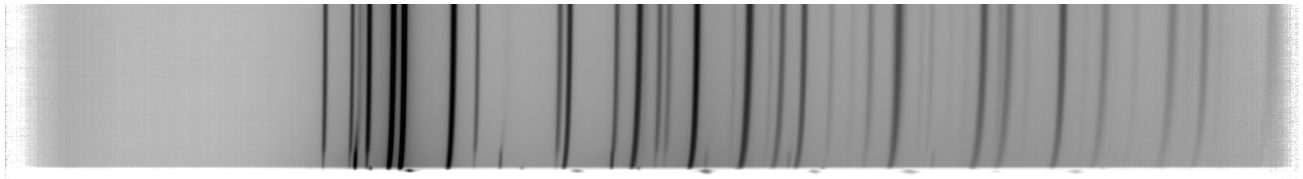
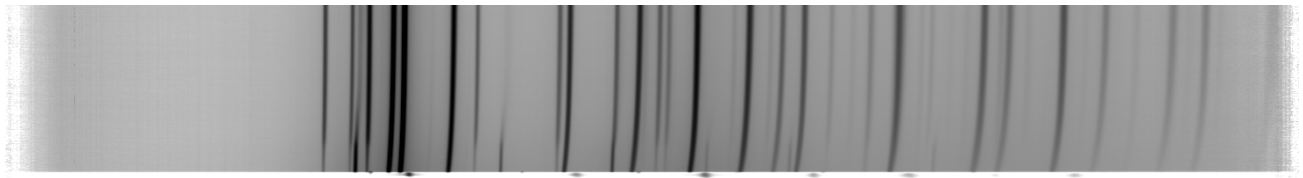


Abbildung A.4.: Verbreiterung der Austenitreflexe bei Naht 9. Wegen der geringeren Löslichkeit im Ferrit diffundiert der Kohlenstoff in den Austenit und reichert sich dort an.

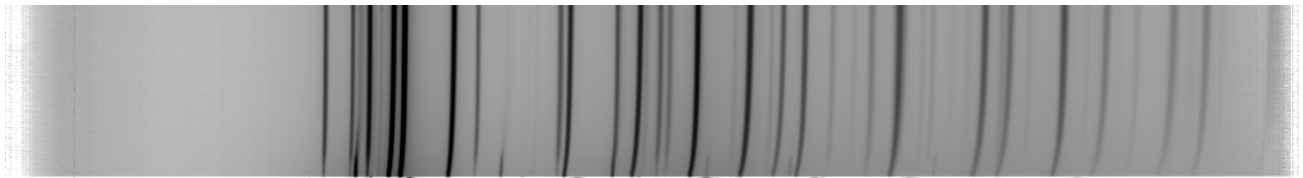
A.2.2. 1.4410



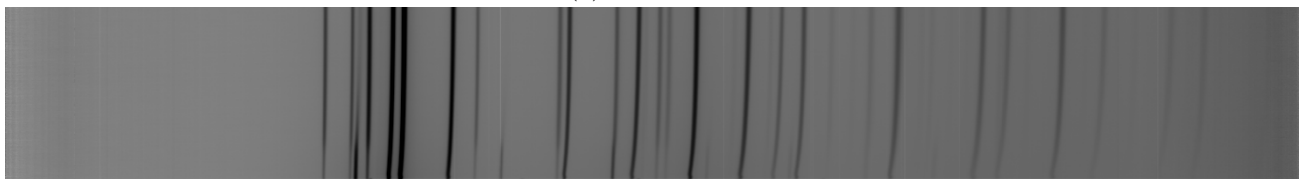
(a) 14410_05



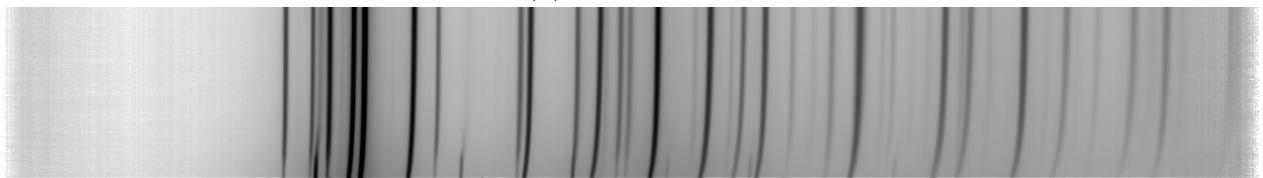
(b) 14410_06



(c) 14410_07



(d) 14410_08



(e) 14410_09

Abbildung A.5.: Messzeit III: 14410 1

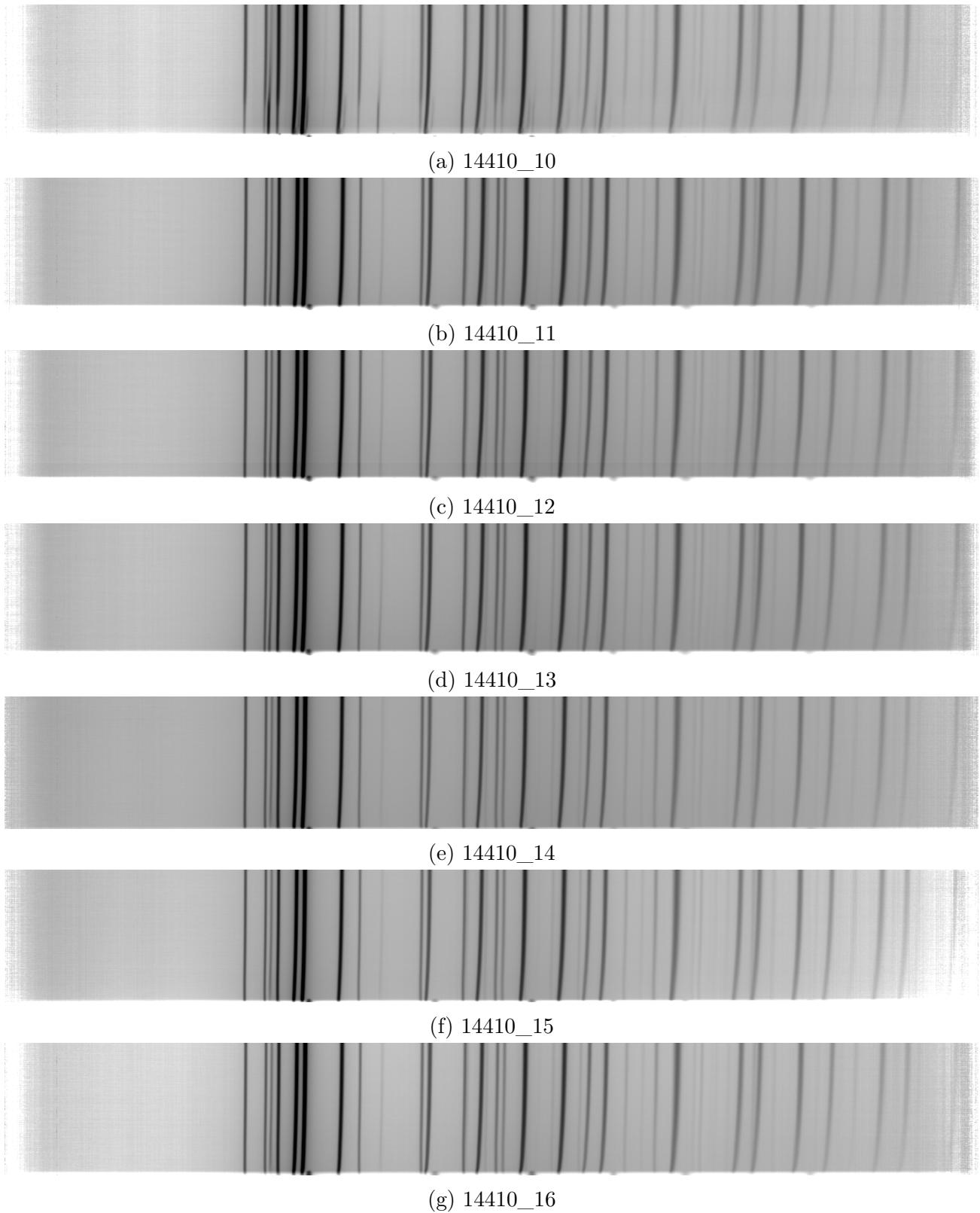


Abbildung A.6.: Messzeit III: 14410 2

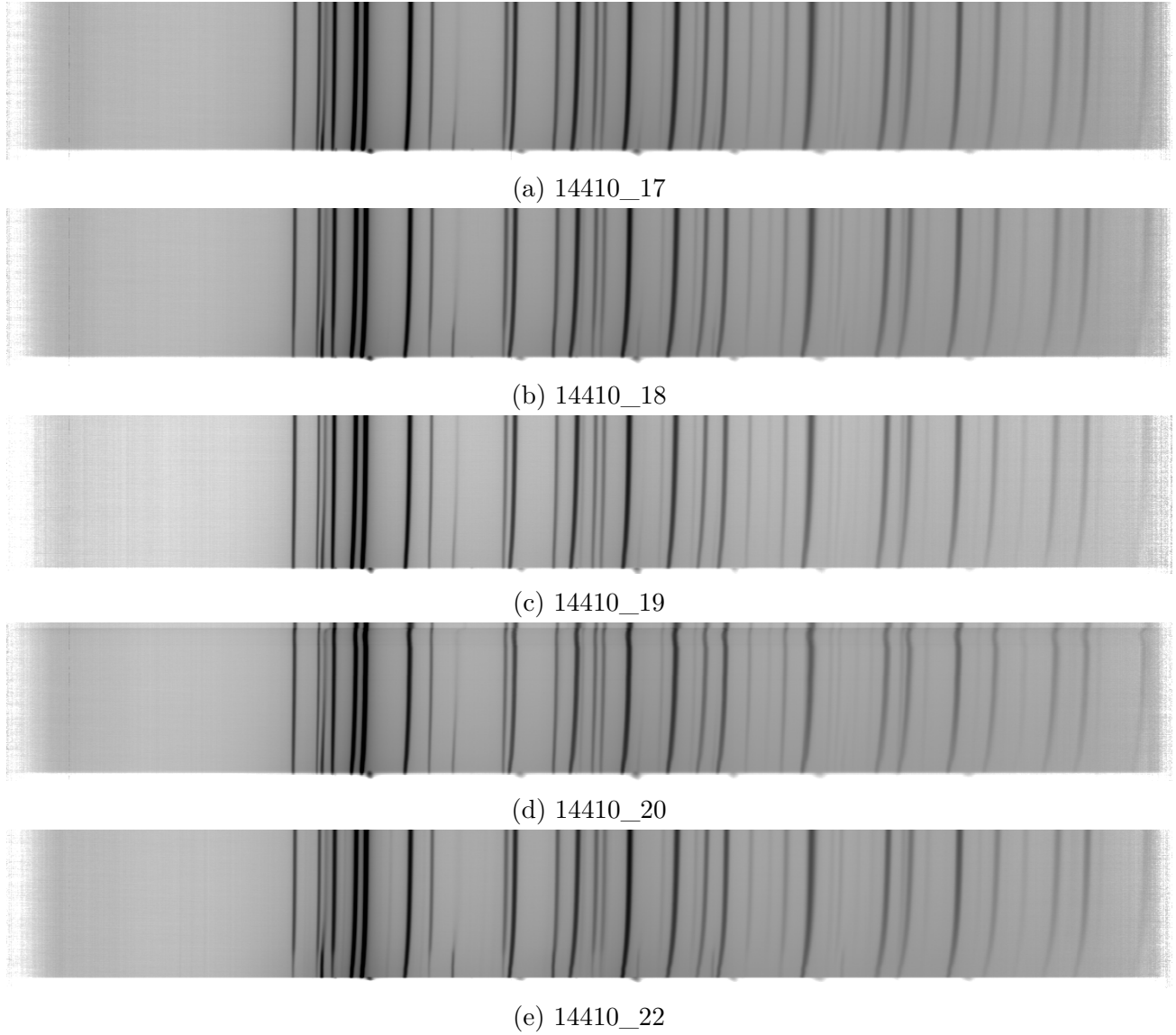
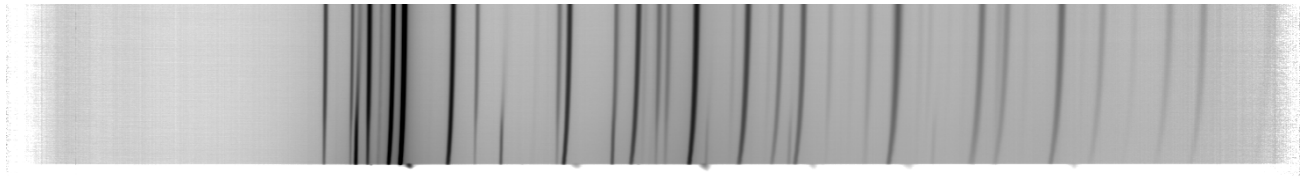
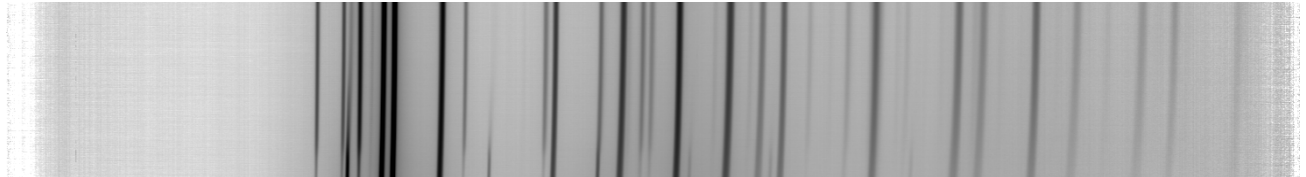


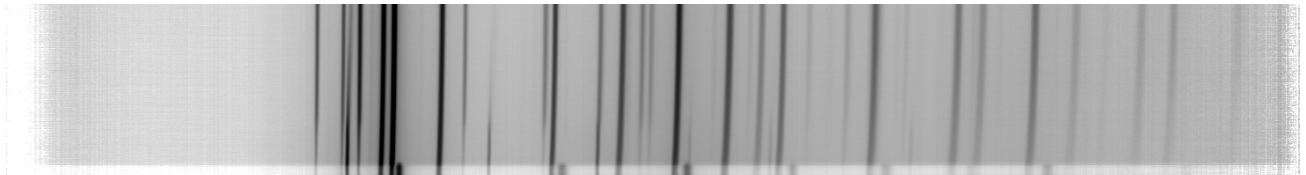
Abbildung A.7.: Messzeit III: 14410 3



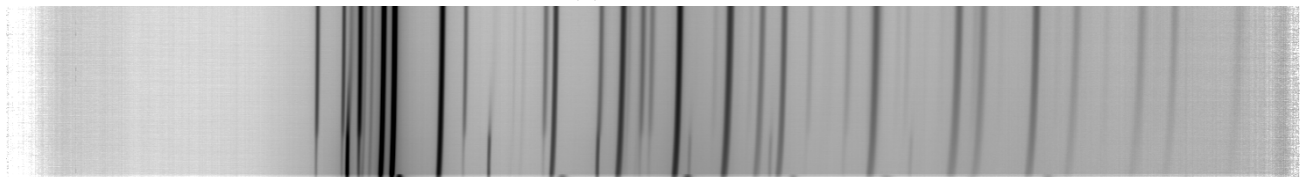
(a) 14410_23



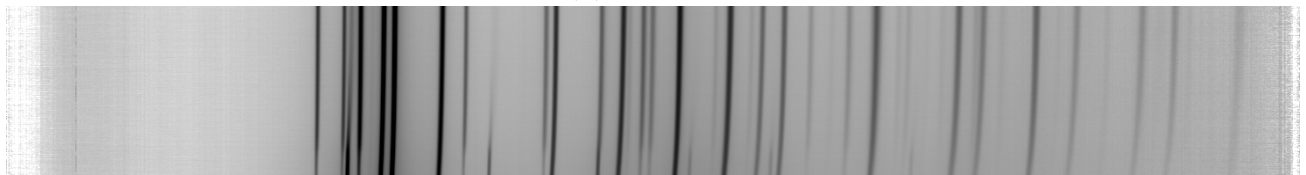
(b) 14410_24



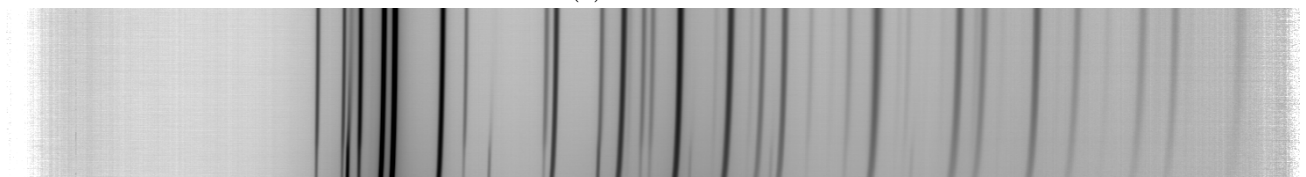
(c) 14410_25



(d) 14410_26

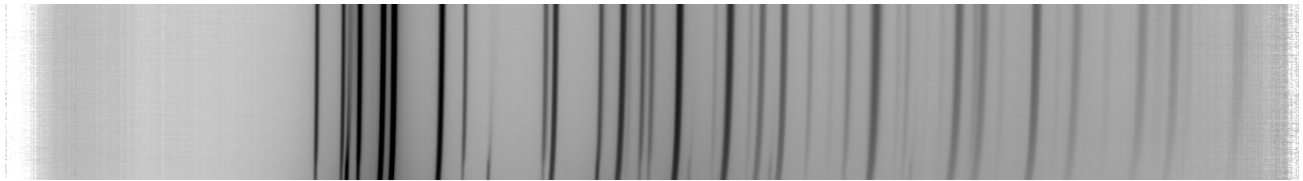


(e) 14410_27

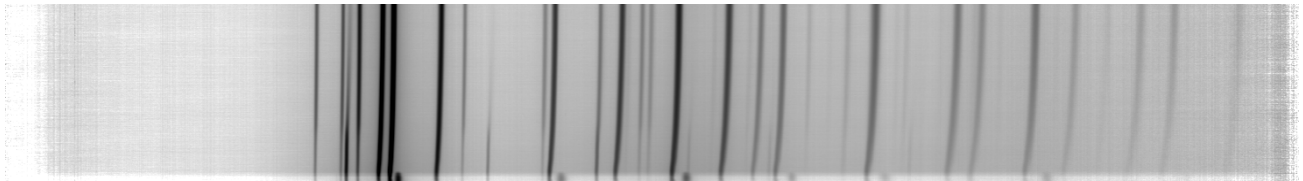


(f) 14410_28

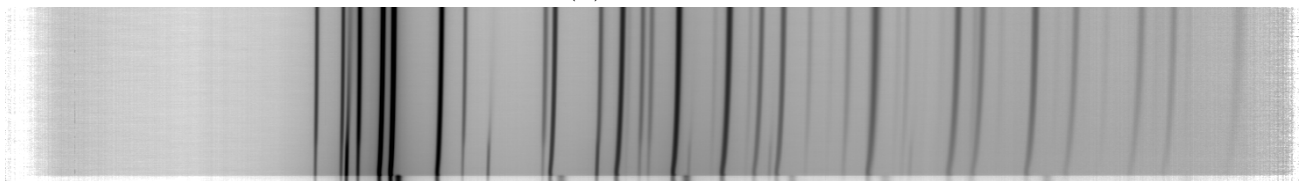
Abbildung A.8.: Messzeit III: 14410 4



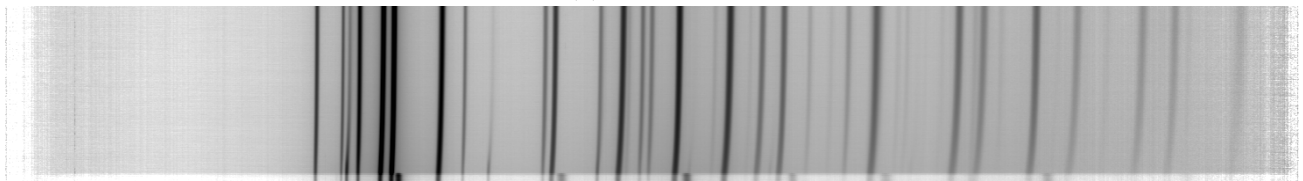
(a) 14410_29



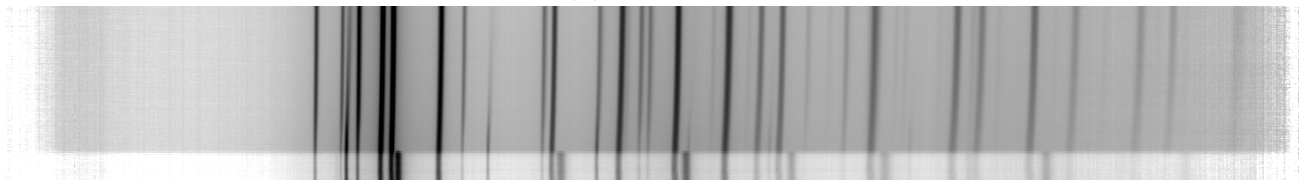
(b) 14410_30



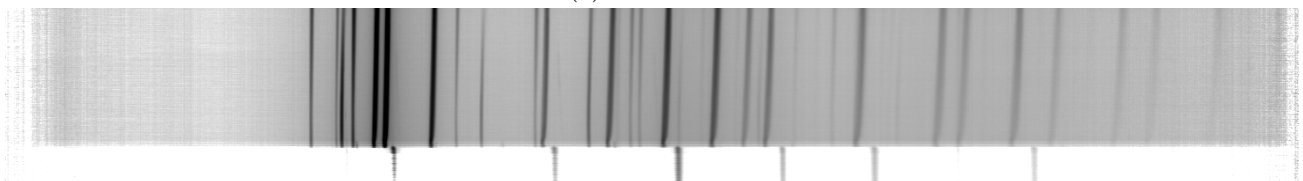
(c) 14410_31



(d) 14410_32



(e) 14410_33



(f) 14410_34

Abbildung A.9.: Messzeit III: 14410 5

A.2.3. 1.4462

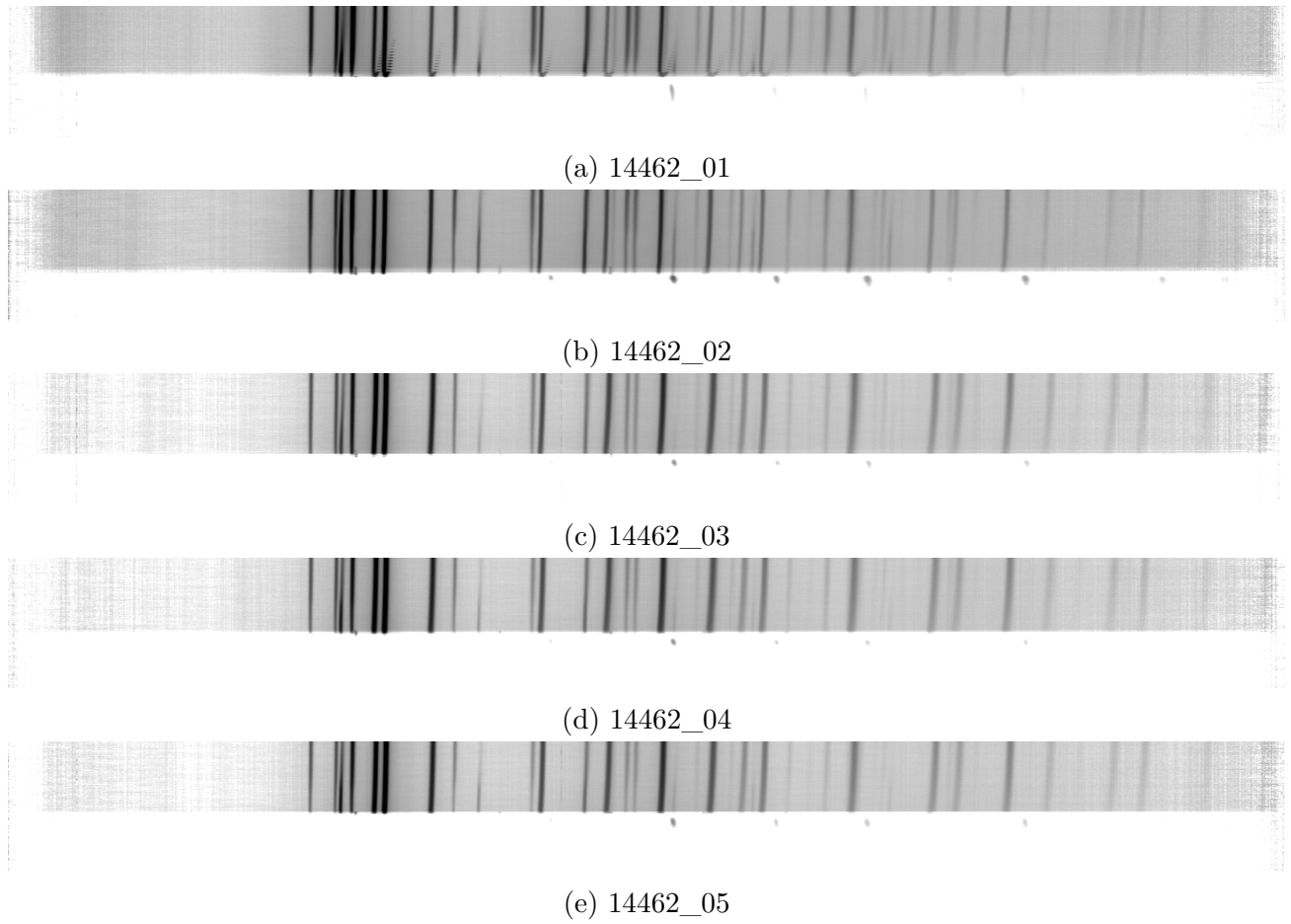


Abbildung A.10.: Messzeit III: 14462 1

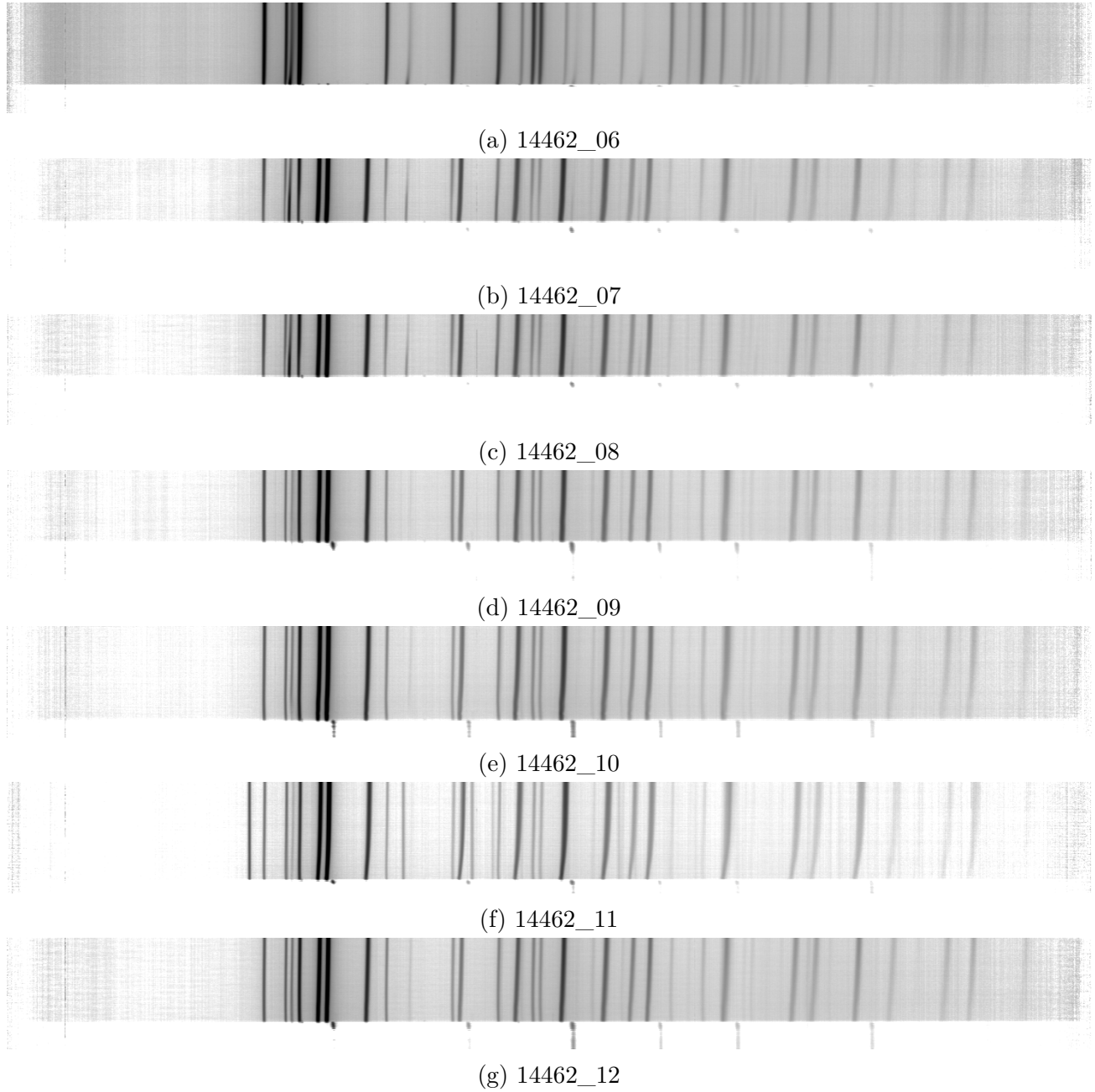


Abbildung A.11.: Messzeit III: 14462 2

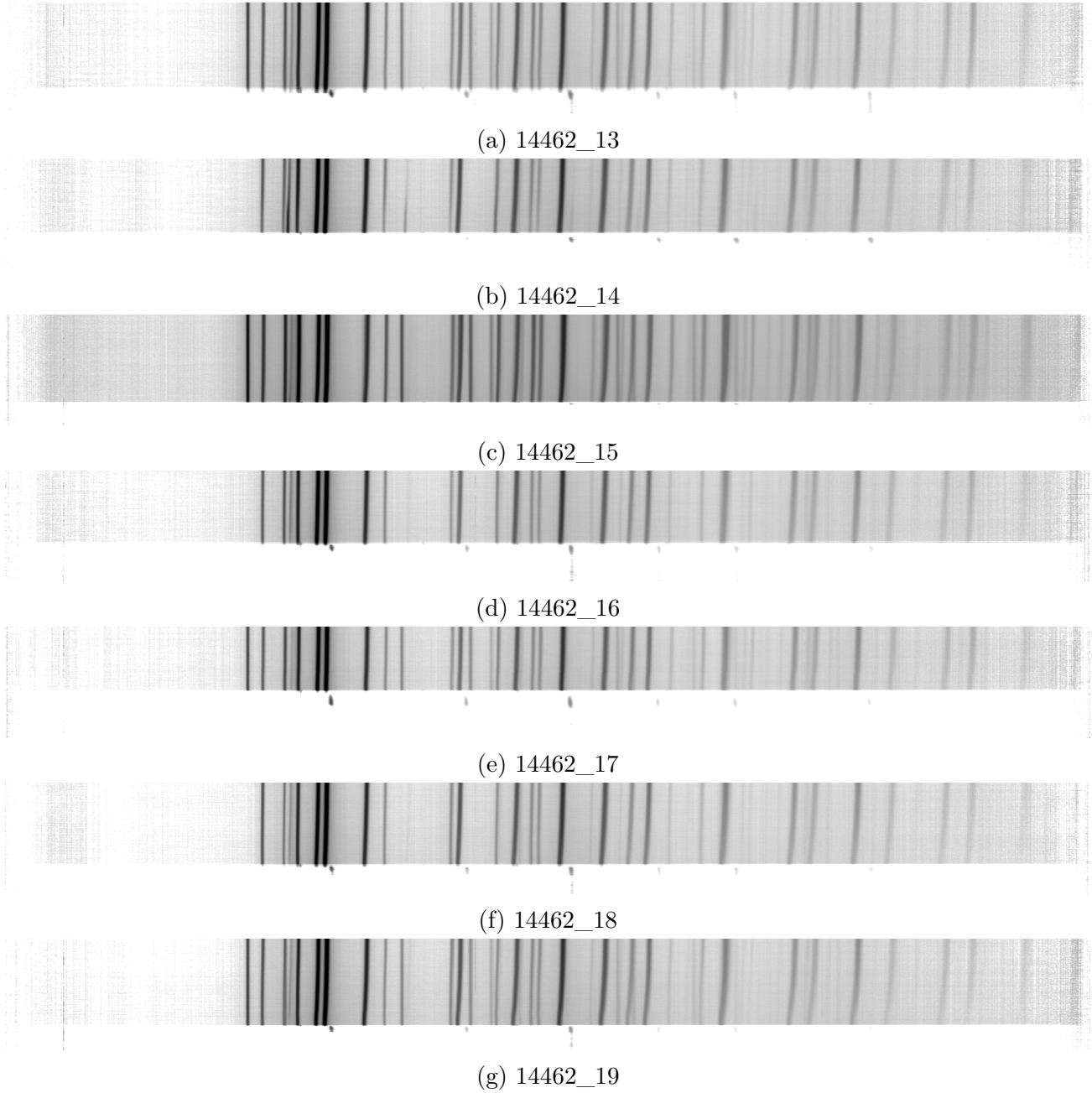
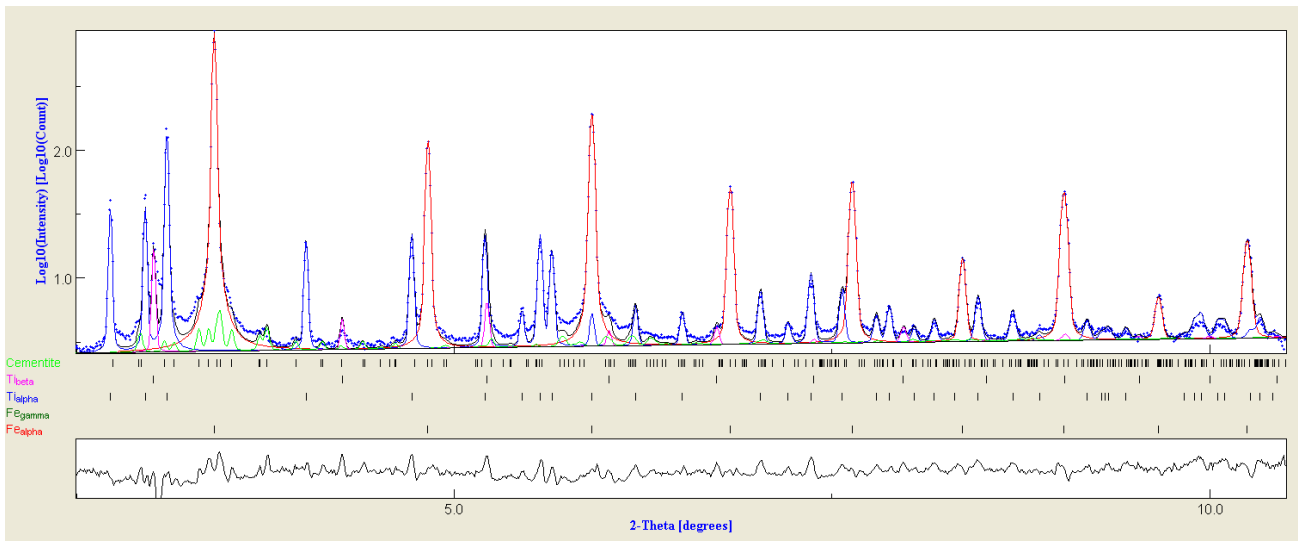
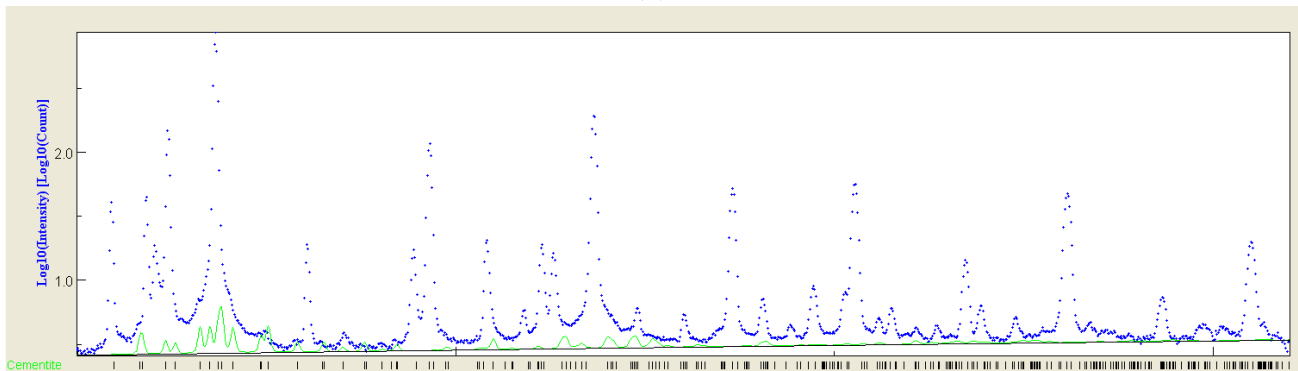


Abbildung A.12.: Messzeit III: 14462 3

A.3. Nachweis Zementit



(a)



(b)

Abbildung A.13.: Während des Abkühlens aufgenommenes Diffraktogramm (S355, Probe 12 aus Messzeit III), in dem alle vorhandenen Phasen eingezeichnet sind (a). Zur besseren Sichtbarkeit sind in (b) nur die Zementitreflexe dargestellt.

A.4. Ergänzungen Dilatometer

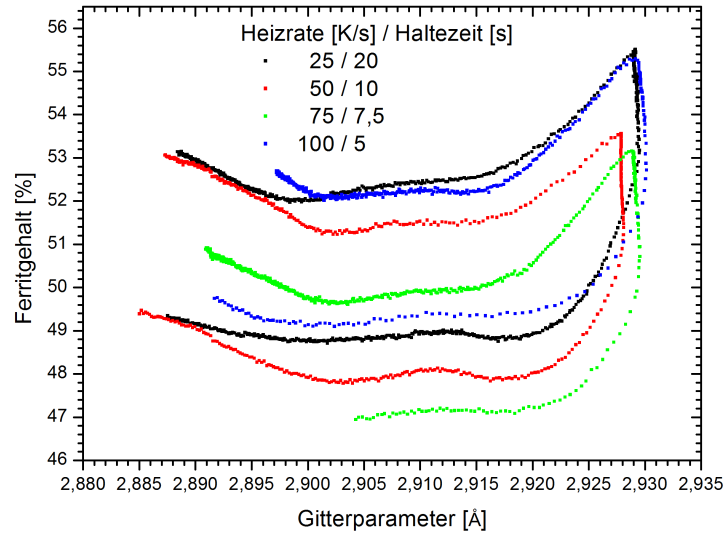


Abbildung A.14.: Zusammenhang zwischen Ferritgehalt und Gitterparameter. Bei den beiden schnellsten Messungen ist ein Überschreiten der Maximaltemperatur zu beobachten.

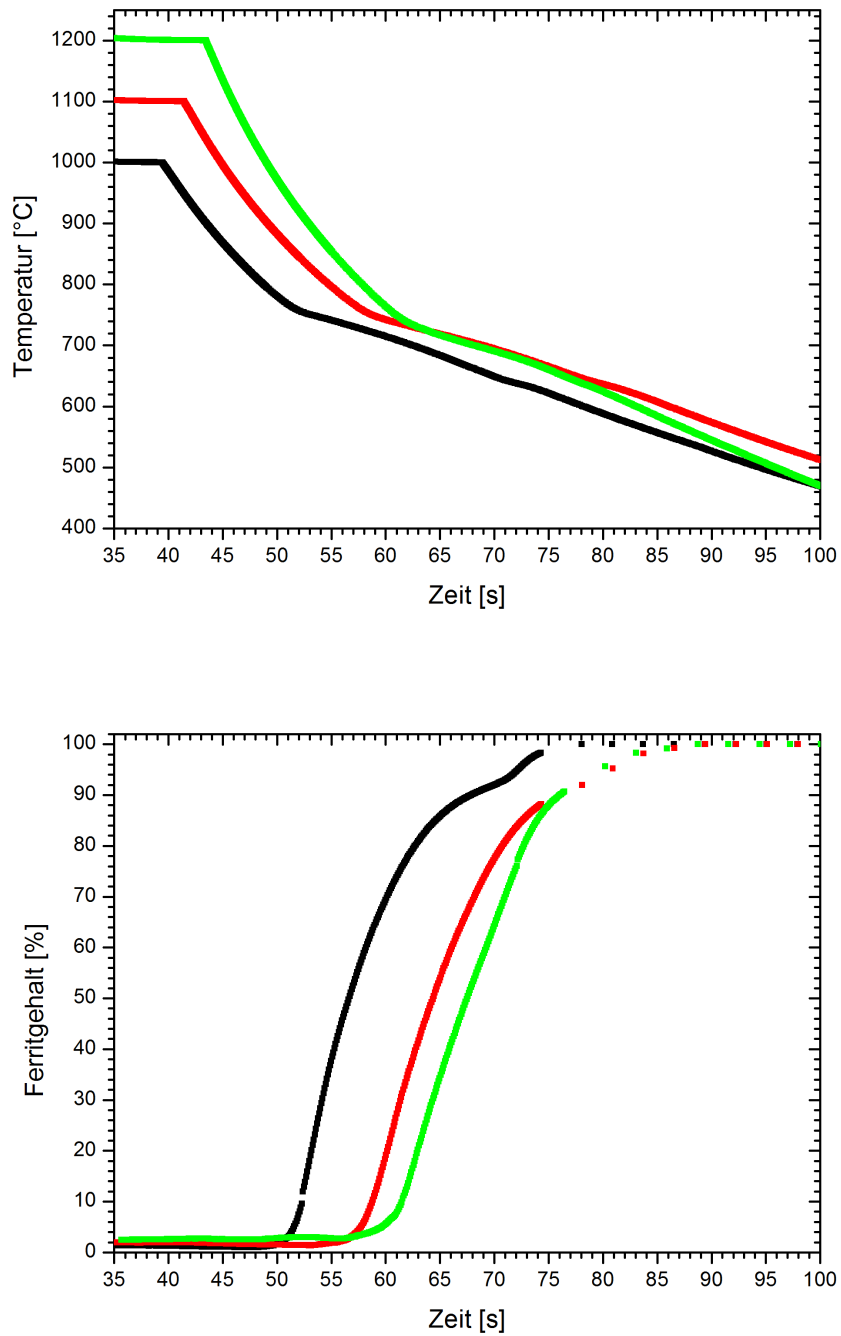


Abbildung A.15.: Mit ca. 7 K/s von unterschiedlichen Maximaltemperaturen abgeschreckte Proben des S355.

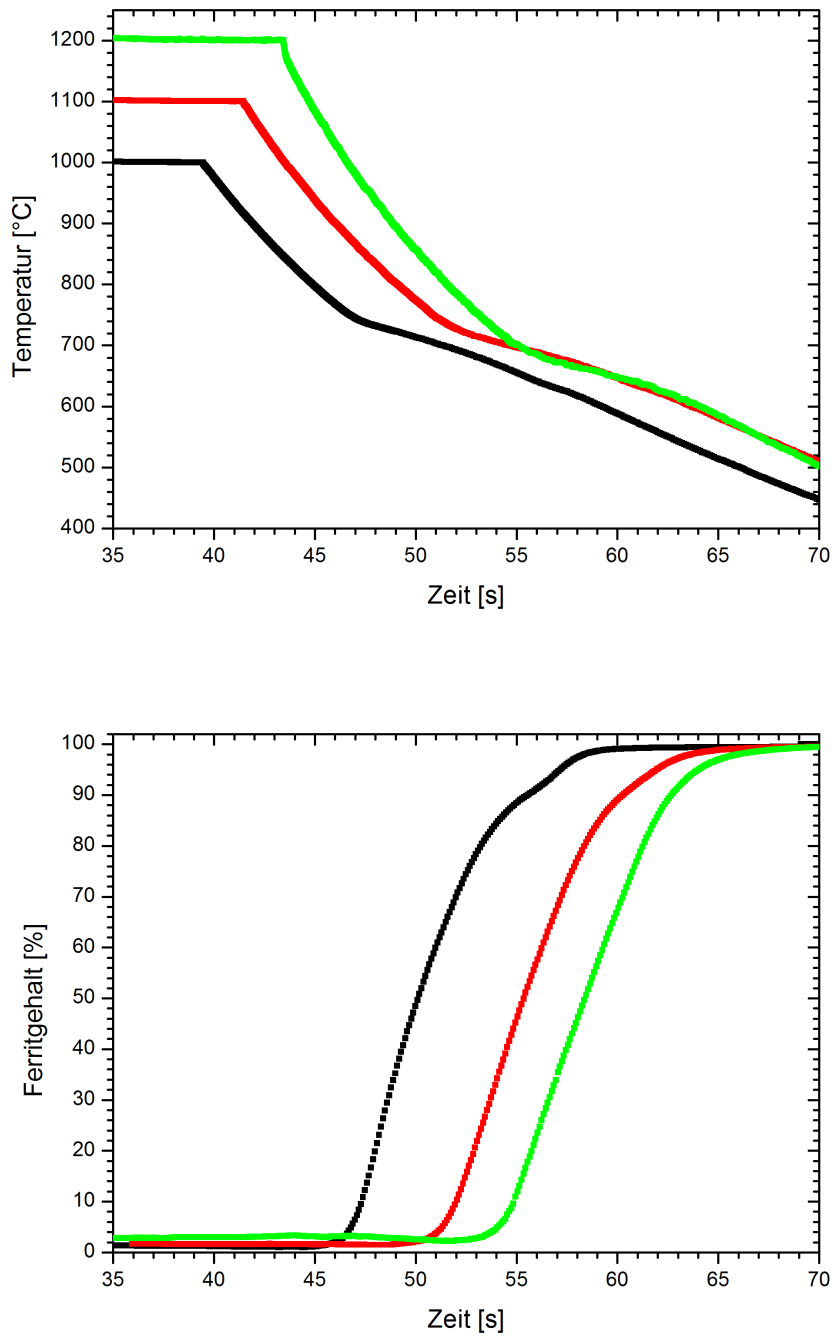
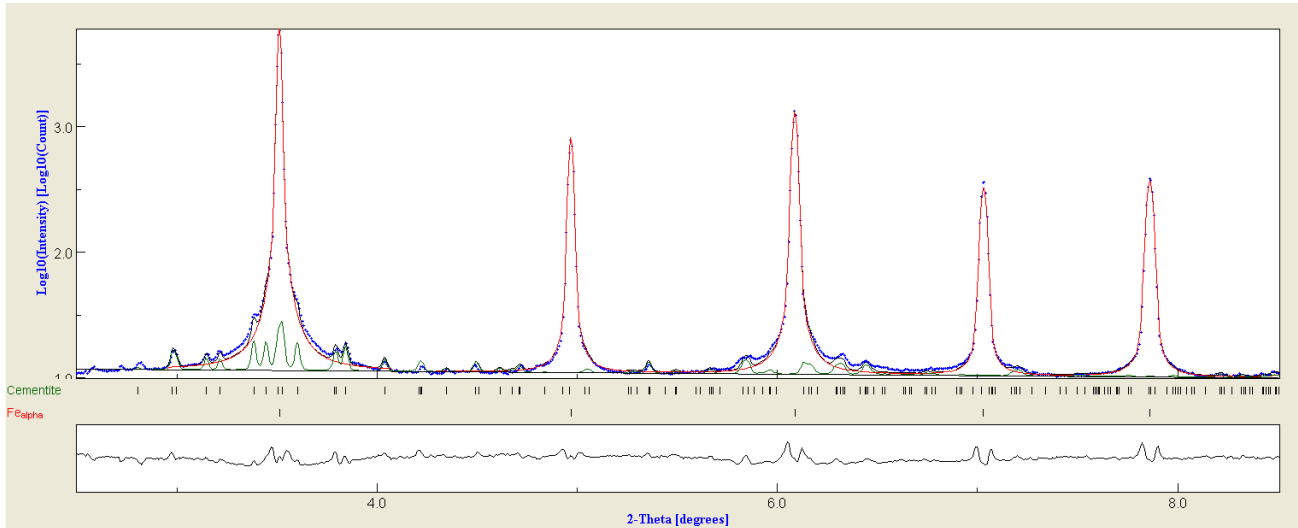
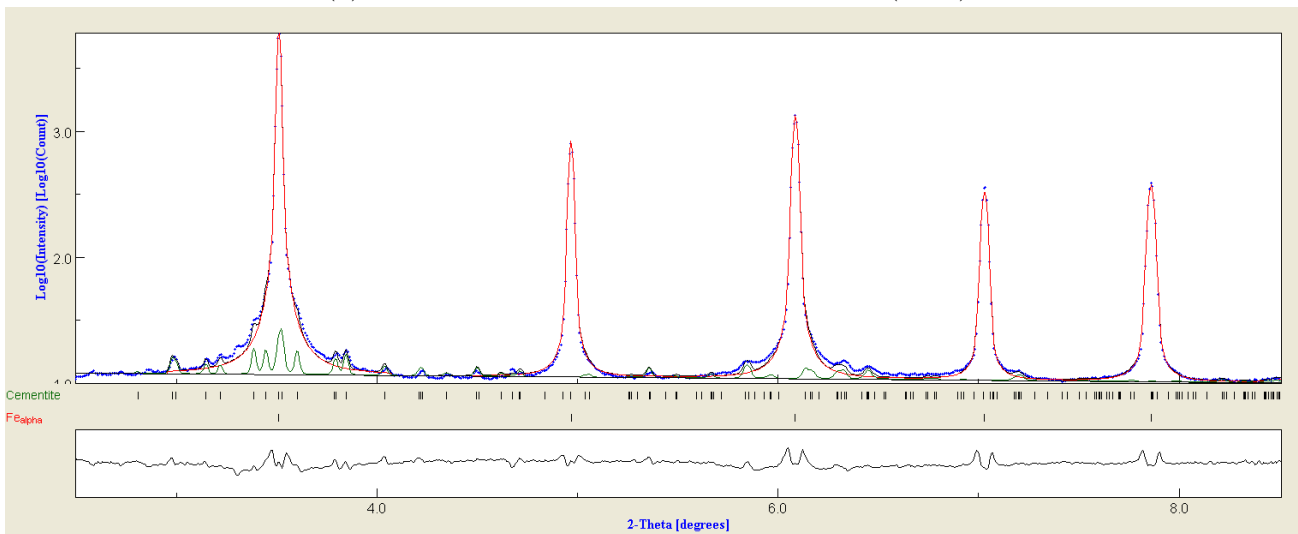


Abbildung A.16.: Mit ca. 13K/s von unterschiedlichen Maximaltemperaturen abgeschreckte Proben des S355.



(a) Diffraktogramm des Ausgangszustandes (S355).



(b) Diffraktogramm des Endzustandes der Temperaturführung aus Abbildung A.16 (1200 °C).

Abbildung A.17.: Vergleich von Anfangs- und Endzustand einer Probe aus den Dilatometerexperimenten (1200 °C Maximaltemperatur). Auch bei der höheren der beiden genutzten Abschreckrate ist keine deutliche Veränderung des Zementitgehalts zu erkennen.

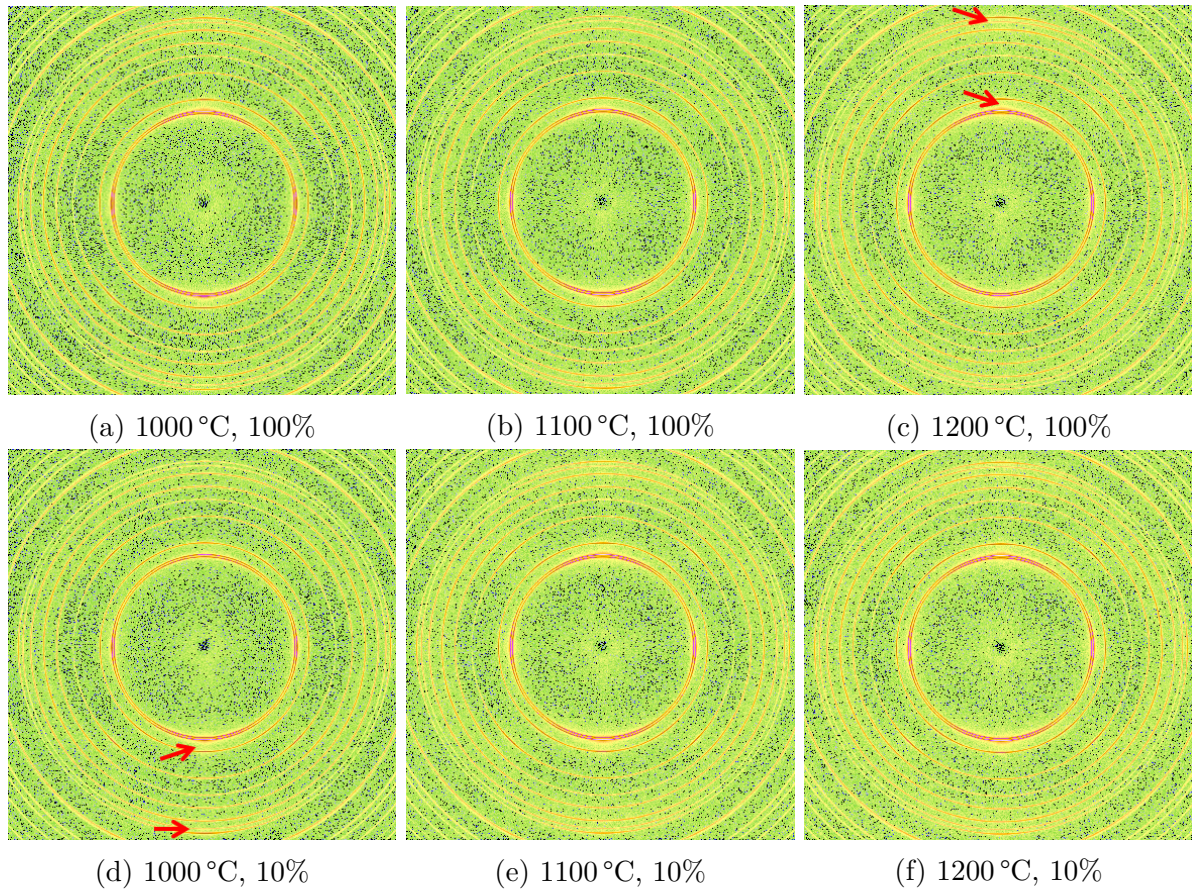


Abbildung A.18.: Detektorbilder des Ausgangszustandes der in Abbildung 6.8 (b) gezeigten Proben. Die Orientierung der Proben ist für (c) (obere Bildhälfte höhere Intensität) und (d) (untere Bildhälfte höhere Intensität) leicht abweichend.



Abbildung A.19.: Portalanlage am Helmholtz-Zentrum in Geesthacht, die wegen ihres stabilen Rahmens (rot) für das Rührreißschweißen von Stählen genutzt wird. Mit freundlicher Genehmigung vom Helmholtz-Zentrum Geesthacht.

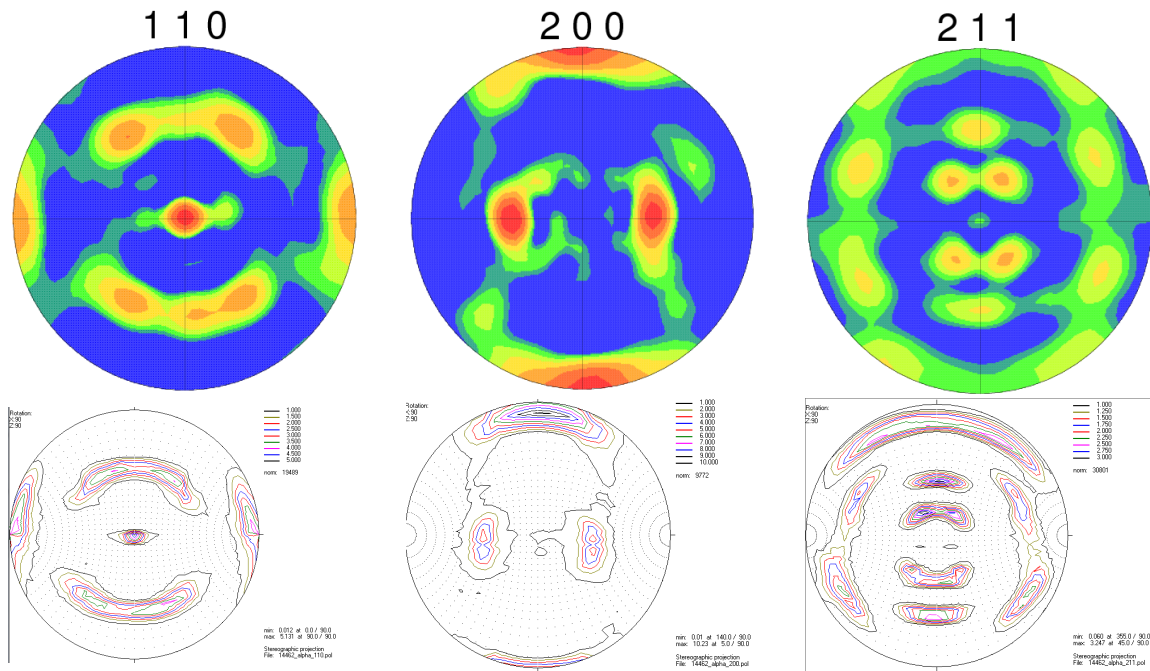


Abbildung A.20.: Vergleich der mittels EBSD (oben) und XRD (unten) gewonnenen Polfiguren für den Ferrit im Grundmaterial des 1.4462. Beide Methoden liefern gute Ergebnisse, ein Unterschied ist kaum zu erkennen.

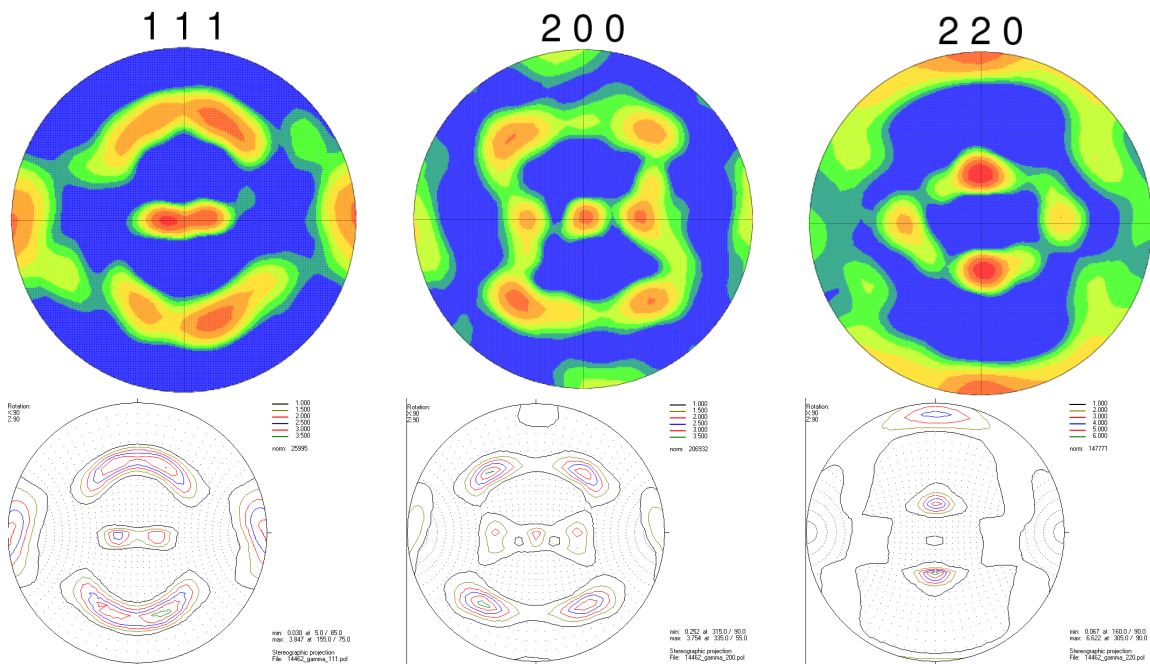


Abbildung A.21.: Vergleich der mittels EBSD (oben) und XRD (unten) gewonnenen Polfiguren für den Austenit im Grundmaterial des 1.4462. Beide Methoden liefern gute Ergebnisse, ein Unterschied ist kaum zu erkennen.

B. Danksagung

An erster Stelle möchte ich mich bei Martin Müller sowohl für die Möglichkeit, meine Doktorarbeit am Helmholtz-Zentrum Geesthacht anzufertigen, als auch für die Betreuung in dieser Zeit bedanken.

Vielen vielen Dank an Peter Staron, der immer mit Rat und Tat zur Seite stand. Danke für die vielen Diskussionen und besonders für die hin und wieder notwendige gute Zurede.

Bei den beteiligten Mitgliedern der Gruppe WMP möchte ich mich ebenfalls vielmals bedanken, allen voran bei Luciano Bergmann und Jakob Hilgert, die auch bei den Nachtschichten mit der FlexiStir nie den Spaß an der Arbeit verloren haben, selbst wenn wir schon wieder ein Tool zerstört hatten.

Ich bedanke mich bei Thomas Lippmann und Norbert Schell für die Unterstützung an ihren Beamlines, bei Bernhard Eltzschig für die Präparation der Dilatometerproben und bei Ursula Tietze, Hilmar Burmester und René Kirchhof für die Hilfe beim Aufbau der Experimente.

Bei Daniel Laipple, Andreas Stark und Zhengye Zhong bedanke ich mich für die Hilfe bei der Nutzung der jeweiligen Experimente.

Danke Torben Fischer, Lars Lottermoser, Fabian Wilde und Felix Beckmann für die Hilfe bei den kleinen und größeren Problemen des Alltags am Synchrotron und natürlich für die eine oder andere hart umkämpfte Partie am Kickertisch.

Herzliche bedanken möchte ich bei meiner Freundin Anna-Lena und meinen Eltern, die mich immer unterstützt und an einen Abschluss dieser Arbeit geglaubt haben.

Erklärung

Hiermit versichere ich an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbständig und ohne fremde Hilfe angefertigt und keine anderen als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel verwendet habe. Die Arbeit ist unter Einhaltung der Regeln guter wissenschaftlicher Praxis der Deutschen Forschungsgemeinschaft entstanden und wurde noch nicht veröffentlicht oder zur Veröffentlichung eingereicht. Die Arbeit hat weder ganz noch in Teilen einer anderen Stelle im Rahmen eines Prüfungsverfahrens vorgelegen.

