



**TECHNISCHE UNIVERSITÄT WIEN**

**Dissertation**

**Gefüge – Eigenschaftsbeziehungen nanostrukturierter Violinsaiten aus  
Cr Ni Stahldrähten**

ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades eines Doktors der  
technischen Wissenschaften unter der Leitung von

O.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Hans-Peter Degischer  
E308  
Institut für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologie

Zweitbegutachter

Ao.Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Peter Pongratz  
E138  
Institut für Festkörperphysik

eingereicht an der technischen Universität Wien

**Fakultät für Maschinenwesen und Betriebswissenschaften**

von

Dipl.-Ing. Rüdiger Wolfgang Haas  
9325227  
Haidschüttgasse 3/4/21 1210 Wien

Wien, am 25.10.2005

## Kurzfassung

Dünne Drähte aus korrosionsbeständigem Stahl werden oft für spezielle Anwendungsgebiete wie zahntechnische Regulierungen [2R] oder Saiten für Streichinstrumente verwendet. Dabei spielen neben hoher Festigkeit und der Beständigkeit gegen Schweiß die, für die Spielbarkeit eines Streichinstruments unerläßliche, definierte mechanische Dämpfung und damit zusammenhängend die Klangeigenschaften eine entscheidende Rolle. Beim Kaltziehen entsteht aus dem 18 8 Cr Ni Stahl, der eine austenitische Mikrostruktur hat, ein komplexes Gefüge, das einen hohen Anteil an verformungsinduziertem Martensit enthält. Der Martensitgehalt nimmt zur Drahtoberfläche hin ab, da die Martensitbildung dort durch höhere Temperaturen unterdrückt wird, welche durch die starke plastische Verformung und die Reibung mit den Ziehsteinen entstehen. Der Saitendraht ist durch 50-100 nm dünne, nadelförmige Körner, eine hohe Versetzungsdichte und eine ausgeprägte Textur gekennzeichnet. Um zu verstehen, wie dieses Gefüge mit seinen besonderen Eigenschaften entsteht, wurden für drei unterschiedliche Chargen Proben unterschiedlicher Ziehstufen aus dem Kaltziehprozeß hinsichtlich ihrer Mikrostruktur mit licht- und elektronenmikroskopischen Methoden untersucht und durch Synchrotronstrahlungs-Linienprofilanalyse bezüglich der Gefügecharakteristika Korngrößen, Mikrodehnungen und Defektwahrscheinlichkeiten charakterisiert.

Parallel dazu erfolgte die Messung des Gehalts an Martensit, wobei sich ein S-förmiger Anstieg als Funktion der Kaltverformung zeigt, der aus einer Nukleationsphase, einer Phase linearen Wachstums und einer Sättigungsphase besteht. In der Nukleationsphase bilden sich Stapelfehler und Zwillinge, an deren Kreuzungspunkten die ersten Martensitkeime entstehen, wobei die Mikrodehnungen im Austenit stark ansteigen und die Korngrößen deutlich sinken. In der Phase linearen Wachstums nehmen Martensitgehalt und Versetzungsdichte zu, wobei es letztere zunehmend schwerer macht, Martensit und Restaustenit im Transmissionselektronenmikroskop zu unterscheiden. Im Bereich der Sättigung findet sich Restaustenit, abhängig von der chemischen Zusammensetzung entweder nur mehr an der Drahtoberfläche oder auch noch, mit geringerem Phasenanteil, in der Kernzone.

Auch die Thermospannung, also die Spannung, die sich zwischen den Kontaktstellen zweier unterschiedlicher Metalle aufbaut, wenn diese auf verschiedener Temperatur gehalten werden und die Temperaturabhängigkeit des elektrischen Widerstandes wurden ermittelt, da beide Aufschluß über das Gefüge geben. Es zeigte sich, daß die Thermospannung hier den S-förmigen Verlauf der Phasenumwandlung wiedergibt. Die Elastizitätsmoduli der untersuchten

Proben zeigen eine deutliche Abhängigkeit von der Kaltverformung mit einem Minimum bei mittlerem Umformgrad, wobei sich hierbei, ebenso wie beim Martensitgehalt, geringfügige Chargenunterschiede zeigen. Außerdem wurde ein Prüfstand gebaut, um die Frequenzspektren der Geigensaiten zu bestimmen. Die dabei gemessenen kleinen Unterschiede in den Frequenzen der Obertöne betrafen allerdings nur Saiten, welche sich sowohl im Klang als auch im Elastizitätsmodul deutlich unterscheiden.

## Abstract

Thin stainless steel wires are commonly used for special applications like orthodontic wires [2R] or strings of bowed instruments. Thereby, defined mechanical damping is a necessity to ensure the playability of the bowed instrument and of course good sound quality, apart from tensile strength and corrosion resistance. During cold drawing a complex microstructure evolves in the 18 8 Cr Ni steel, starting from the austenitic phase. This complex structure is characterised by a high amount of strain induced martensite, that decreases towards the wire's surface, where the martensite formation is inhibited by higher temperatures that are caused by plastic deformation and friction with the drawing tools. The string is characterised by needle shaped grains with a diameter of 50-100 nm, high dislocation density and a pronounced texture. Light- and transmission electron microscopy were applied to characterise the feedstock and samples taken from the different drawing steps to get a better understanding of how this microstructure with its special characteristics evolves. Synchrotron radiation line profile analysis provides additional information on the microstructure such as domain sizes, micro strains and defect probabilities.

Measurements of the martensite content showed a sigmoidal increase with cold deformation, consisting of a nucleation phase, a phase of linear growth and finally saturation. During the nucleation phase stacking faults and twins are formed followed by the first martensite embryos that nucleate at the impact points of crossing austenite twins, while the micro strains increase strongly in the austenite and the grain sizes decrease significantly. During linear growth martensite content and dislocation density rise, the latter making it more and more difficult to distinguish between martensite and residual austenite in the transmission electron microscope. Once the martensite content saturates residual austenite can be found at the surface of all the wires and very little within them, depending on the chemical composition.

The temperature dependent electric resistivity was measured and likewise the thermo electric power, which means the voltage that builds up between the two junctions of unlike metals, when they are kept at different temperatures. Both phenomena depend strongly on the microstructure and can be used for its characterisation. Thermo electric power shows the same sigmoidal dependence on deformation as the phase content. The Young's moduli of the samples show a strong dependence on cold deformation with a minimum for intermediate deformation stages. This behaviour differs between the batches as well as the phase content.

A test facility was built with the aim to measure differences in the frequency spectra of the violin strings, which showed small differences in the frequencies of the overtones that could

only be detected between strings with significant distinction in sound and in the elastic modulus.

## Danksagung

Im besonderen gilt mein Dank meinen Betreuern Herrn Univ. Prof. Hans Peter Degischer, der mir vor allem in den schwierigen Phasen des Projekts im Gespräch immer wieder neue Wege und Auswege wies und Herrn A.o.Univ.Prof. Peter Pongratz, der meine Tätigkeit am TEM betreute und wissenschaftliche Anregungen und praktische Tips gab. Frau Univ. Prof. Anke Pyzalla ermöglichte mir die Messungen am Synchrotron bei HASYLAB und stand mir diesbezüglich und bei der Auswertung zur Seite. Sie stellte auch den Kontakt zu Herrn Univ. Prof. Walter Reimers vom Institut für Werkstoffwissenschaften und –technologie der TU-Berlin her, dessen Arbeitsgruppe die röntgenographischen Textur- und Elastizitätsmodulmessungen durchführte und mir bei den ersten Synchrotronmeßzeiten wertvolle Anregungen gab.

Außerdem bedanke ich mich bei Herr Herr A.o.Univ.Prof. Johann Wassermann, der den Saitenprüfstand entwickelte und baute und die schwingungstechnische Seite betreute.

Besonders möchte ich mich auch bei allen Kollegen aus allen drei Arbeitsgruppen des Instituts für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologie für deren Hilfsbereitschaft und fachliche Anregungen bedanken.

Dies gilt natürlich auch für die Kollegen von USTEM und vom Institut für Festkörperphysik, wobei ich hier besonders Herrn Univ. Prof. Walter Steiner, der die Mößbauereffekt-Messungen durchführte, und Herrn A.o.Univ.Prof. Ernst Bauer, der mir die Widerstandsmessungen ermöglichte, herausheben möchte sowie die Kollegen im Präparationsraum und in der Werkstatt, die immer schnell und unbürokratisch halfen.

Auch von außerhalb Wiens erhielt ich vielfache Unterstützung, wofür ich sehr dankbar bin.

Frau Dr. Ulrike Hermeking-Göbel aus München bewerkstelligte die röntgenographischen Phasenanalysen. Herr Dr. Reinhold Angerer von der Firma Vatron in Linz führte die magnetoskopische Phasenanalyse durch.

Des weiteren bedanke ich mich bei Herrn. Univ.Prof. Ludo Froyen von der KU-Leuven für die fachlichen Anregungen, die Möglichkeit die TEP-Messungen durchzuführen und die Herstellung eines Kontaktes zur Firma Bekaert (Dr. ir. Ignace Lefever, Dr. ir. Stefaan De Bondt), die uns ebenso wie Thomastik-Infeld Probenmaterial zur Verfügung stellte, wo Herr Dipl.-Ing. Franz Klanner mein Ansprechpartner war.

Last but not least möchte ich erwähnen, daß meine Stelle als Projektassistent, die mir die Erstellung dieser Dissertation ermöglichte, großteils im Rahmen des FWF Projekts „Strain Induced Martensite in Stainless Steel Strings“ P15896-N02 finanziert wurde.

# Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung.....	2
Abstract .....	4
Danksagung.....	6
Inhaltsverzeichnis.....	7
1 Einleitung.....	9
2 Stand der wissenschaftlichen Forschung.....	11
2a Charakterisierung von Geigensaiten.....	11
2b Verformungsinduzierte martensitische Umwandlung.....	17
2c Experimentelle Methoden .....	24
2c.1 Transmissionselektronenmikroskopie .....	24
2c.2 Orientierungsabbildende Rasterelektronenmikroskopie (EBSD).....	25
2c.3 Magnetische Messungen .....	25
2c.4 Mößbauer Effekt.....	26
2c.5 Röntgenbeugung.....	29
2c.6 Röntgenographische Ermittlung des Elastizitätsmoduls .....	30
2c.7 Röntgentexturanalyse .....	31
2c.8 Linienprofilanalyse mit Synchrotron- Röntgenstrahlen .....	32
2c.9 Temperaturabhängige Messung des elektrischen Widerstands.....	36
2c.10 Thermospannung .....	37
2c.11 Kalorimetrische Messungen .....	39
2c.12 Dynamische mechanische Analyse (DMA) .....	40
3 Hypothese.....	41
4 Versuchsdurchführung .....	42
4a Material.....	42
4b Experimentelle Methoden .....	45
4b.1 Mikroskopie .....	45
4b.2 Phasenanalyse mittels magnetischer Messungen .....	47
4b.3 Phasenanalyse mittels Mößbauereffekt.....	47
4b.4 Röntgenographische Phasenanalyse.....	48
4b.5 Röntgenographische Texturanalyse .....	50
4b.6 Linienprofilanalyse mit Synchrotron-Röntgenstrahlung.....	51
4b.7 Thermoelektrischer Effekt.....	51
4b.8 Elektrischer Widerstand .....	52
4b.9 Differential scanning calorimery.....	52
4b.10 Zugversuche .....	52
4b.11 Akustische Messungen mit dem Monocord.....	53
4b.12 Dichtemessungen .....	56
5 Ergebnisse .....	58
5.1 Mikroskopie .....	58
Lichtmikroskopie .....	58
Rasterelektronenmikroskopie/ EBSD .....	60
Transmissionselektronenmikroskopie.....	61
5.2 Phasenanalyse mittels magnetischer Messungen .....	80
5.3 Phasenanalyse mittels Mößbauereffekt.....	81

5.4 Röntgenographische Phasenanalyse.....	82
5.5a Röntgenographische Texturanalyse.....	85
5.5b Berechnung des Einflusses der Textur auf den Elastizitätsmodul .....	88
5.6 Linienprofilanalyse mit Synchrotron-Röntgenstrahlung.....	89
5.7 Thermoelektrischer Effekt.....	108
5.8 Elektrischer Widerstand .....	109
5.9 Differential scanning calorimetry.....	112
5.10 Zugversuche .....	114
5.11 Akustische Messungen mit dem Monocord .....	121
5.12 Dichtemessungen .....	125
6 Diskussion .....	127
6a Verformungsinduzierte martensitische Umwandlung.....	127
6a.1 Martensitgehalt .....	127
6a.2 Veränderungen im Gefüge .....	132
6a.3 Stabilität des Gefüges .....	138
6b Akustische Messungen an den Saiten .....	139
6c Bewertung der experimentellen Methoden .....	140
7 Schlußfolgerungen .....	143
7a Gefügeantworten der 18-8 Geigensaiten.....	143
7b Vorschläge für weitere Untersuchungen.....	144
8 Literaturliste .....	147
8.1 Werkstoffkunde (W) .....	147
8.2 Festkörperphysik (F) .....	147
8.3 Metallkunde (M) .....	147
8.4 Kaltverformung (K).....	147
8.5 Drähte allgemein (D).....	147
8.6 Martensitische Umwandlung allgemein (M).....	148
8.7 Martensitische Umwandlung verformungsinduziert (MV).....	148
8.8 Martensitische Umwandlung beim Drahtziehen (MD).....	149
8.9 TRIP Stähle (T) .....	149
8.10 Transmissions Elektronenmikroskopie (TE).....	149
8.11 Synchrotron Linienprofilanalyse (S).....	150
8.12 Röntgenuntersuchungen (R).....	150
8.13 Mößbauereffekt (MÖ).....	150
8.14 Elektrischer Widerstand, Seebeck Effekt (E).....	151
8.15 DSC (DS) .....	151
8.16 Zugversuche (Z) .....	151
8.17 Werkstoffeigenschaften von rostfreiem Stahl (WE) .....	151
8.18 Elastische Eigenschaften (EL) .....	151
8.19 Dämpfung (DA) .....	152
8.20 Streichinstrumente/ Akustik (SI).....	152
8.21 Saiten (SE).....	152
8.22 Software (SO).....	153
8.23 Orientierungsabbildende Rasterelektronenmikroskopie (OR).....	153
9 Abbildungsverzeichnis .....	154
Lebenslauf.....	159



# 1 Einleitung

Neben Instrument und Bogen hat die Auswahl der Saiten einen entscheidenden Einfluß auf den Klang und die Spielbarkeit eines Streichinstruments. Hinsichtlich des Schwingungsverhaltens werden, abhängig vom Instrument, an die Saiten unterschiedliche Anforderungen gestellt.

So kommt es bei Klaviersaiten im wesentlichen auf geringe Dämpfung bzw. langes Nachklingen an, da die Saite ohnedies nach dem Loslassen der Taste oder des Pedals durch die Mechanik gedämpft wird. Die Anregung durch den Hammer funktioniert unabhängig von Reibung mit der Saite und ohne Torsion.

Bei Zupfinstrumenten ist eine geringe Dämpfung erwünscht [1SE] und die Spielbarkeit des Instruments wird kaum von den Saiten beeinflusst.

Hört man hingegen eine Geige „pizzicato“ spielen, so fällt einem im Vergleich zu einem Zupfinstrument sofort ein deutlich kürzeres Nachklingen der gezupften Töne auf.

Die stärkere Dämpfung der Geigensaite ist ein notwendiges Zugeständnis an die Spielbarkeit der Geige, da die Saite zu schwingen beginnen und aufhören muß, wie es ihr durch die Bogenbewegung vorgegeben wird [1SE].

Die Anregung der Saite durch den Bogen erzeugt auch Torsionsschwingungsanteile [7SE], die den Klang negativ beeinflussen [1SE] und durch eine möglichst hohe Dämpfung für Torsion und einen möglichst geringen Saitendurchmesser minimiert werden müssen.

Da die Anregung der Saite durch das Streichen erfolgt, wird die resultierende Erregung maßgeblich von der Reibung zwischen Bogen und Saite beeinflusst, welche auch von der Oberflächenbeschaffenheit der Saite abhängt.

Geigensaiten wurden früher aus Darm hergestellt [5SI], welcher aber sehr empfindlich auf Schwankungen der Luftfeuchtigkeit reagiert, weshalb ausgediente Darmseiten manchmal noch ein zweites Leben als „Luftfeuchtigkeitssensor“ im Wetterhäuschen haben.

Dieser Effekt kann aber im Konzertsaal zum Nachstimmen nach jedem Satz führen.

In den 1920er Jahren kamen erstmals Stahlsaiten auf, welche nicht nur unempfindlich gegen Luftfeuchtigkeitsschwankungen sind, sondern auch ein anderes, „brillanteres“ Klangbild bieten.

Abgesehen von den, besonders für historische Instrumente immer noch verwendeten Darmsaiten, gibt es in der Zwischenzeit auch solche aus Kunststoff, hauptsächlich Polyamid, die im Klangbild denen aus Darm ähnlich sind [2SE].

Die folgenden Untersuchungen sind auf Saiten aus Cr-Ni Stahl fokussiert, welche durch ihre Korrosionsbeständigkeit auch unbeschichtet verwendet werden können und hier der Klang nur durch den Werkstoff und dessen Gefüge bestimmt wird.

Das Augenmerk wird im folgenden auf die Geigensaite mit dem höchsten Grundton, die e-Saite gerichtet, welche üblicherweise nicht umsponnen ist wie die tieferen Saiten und außerdem durch die höchste mechanische Vorspannung belastet ist. Aber gerade das ist fertigungstechnisch die größere Herausforderung, da die Variationsmöglichkeiten beim Vorgang des Umspinnens fehlen. Die Tatsache, daß die tieferen Saiten oft den gleichen Draht als Kern verwenden, ermöglicht, die gewonnenen Erkenntnisse der Untersuchung zum Teil auch für diese Saiten zu verwenden.

Selbst in einer so traditionellen Branche wie jener der Saitenherstellung verlangt der Markt im Zweijahresrhythmus nach Produktneuheiten, weshalb zusätzlich zur bisher rein empirischen Produktentwicklung wissenschaftliche Erkenntnisse durchaus ein Anwendungspotential haben. Darüber hinaus sollen die Untersuchungsergebnisse mithelfen, die Gefügeentwicklung beim Drahtziehen zu verstehen, besonders im Hinblick auf die verformungsinduzierte martensitische Umwandlung.

Der Grundgedanke hinter den in dieser Arbeit beschriebenen Untersuchungen ist, die Entstehung des im austenitischen Stahldraht durch die Kaltverformung beim Drahtziehen entstehenden hochverformten Gefüges aus verformungsinduzierten Martensit und Restaustenit mit modernen Methoden zu charakterisieren und die Veränderung der charakteristischen physikalischen Eigenschaften zu diskutieren.

Die akustischen Eigenschaften der Violinsaiten wurden mit einem neu entwickelten Prüfstand gemessen und mit Tests der Saiten durch Musiker korreliert.

## 2 Stand der wissenschaftlichen Forschung

Im folgenden ist der derzeitige Stand der wissenschaftlichen Forschung, bezugnehmend auf die Hauptaspekte, nämlich die Forschung an Musiksaiten, deren verformungsinduzierte martensitische Umwandlung und die diesbezüglichen Untersuchungsmethoden, dargestellt.

### 2a Charakterisierung von Geigensaiten

Sucht man in der Literatur oder im Internet nach Saite bzw. „string“, so findet man oft entweder quantenphysikalischen Themen wie die Superstringtheorie oder das stark vereinfachten Modell der schwingenden Saite aus dem Physik Grundlagenlehrbuch.

Die Beschreibung der gestrichenen Saite am Instrument ist hingegen ein sehr komplexes physikalisches Problem [1-6SI, 8SI, 5-8SE].

Die idealisierte, unendlich dünne Saite ist zwar mathematisch recht einfach zu behandeln, strahlt aber überhaupt keinen Schall ab, da sich ein akustischer Kurzschluß ergibt, wenn die auf der einen Seite komprimierte Luft um die Saite herum strömt, um den dort herrschenden Unterdruck auszugleichen, wodurch, zumindest bei der unendlich dünnen Saite, überhaupt keine Schallenergie abgestrahlt wird. Auch eine reale e-Geigensaite mit 32,5 cm schwingender Länge und 270 µm Durchmesser strahlt praktisch sehr wenig Schall direkt ab. Deshalb ist es, physikalisch gesprochen, die Hauptaufgabe eines Saiteninstrumentes, über den Steg der schwingenden Saite einen Teil ihrer Energie zu entziehen, um damit die Decke des Instruments anzuregen, die dann durch ihre größere Ausdehnung den Schall abstrahlen kann. Daß so ein mechanisch akustischer Wandler wie die Geige durch seine Wirkung als Filter den Klang maßgeblich beeinflusst, liegt auf der Hand. [1-5SI].

Auch der Streichvorgang selbst, der die hauptsächlich vom Steg entzogene Energie, nachliefern muß, ist kompliziert. Die Saite haftet am Roßhaar des Geigenbogens, das mit Kolophonium eingerieben wird, bis die rücktreibende Kraft die Haftreibung überwindet und diese gegen die deutlich schwächere Gleitreibung zurückschwingen kann. Wenn die Saite nach einer vollen Schwingung wieder die Relativgeschwindigkeit Null im Vergleich zum Bogen hat, wirkt die Haftreibung, wodurch die Energiezufuhr wieder genau im richtigen Moment erfolgen kann.

Bei dieser Selbsterregung durch Reibung spielen auch die lokale Verflüssigung des Kolophoniums während der Gleitreibungsphase und dessen Wiedererstarrung während der Haftreibung ein Rolle [2SI].

Die Schwingungsform der gestrichenen Saite, von der mit freiem Auge nur die Einhüllende sichtbar ist, ist eine stehende Welle, die sich als scharfer Knick ausbildet, der vom Ort des Bogens im Augenblick des Abreißen der Haftreibung wegläuft und an beiden Enden der Saite reflektiert wird (Abb.2a.1).

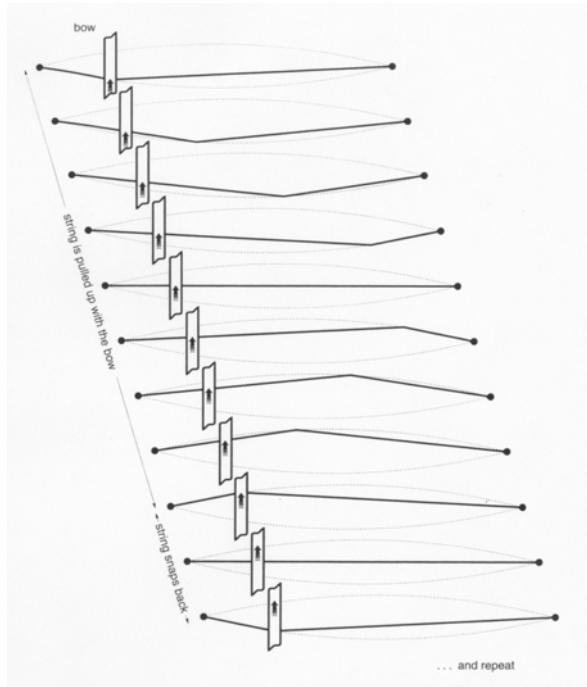


Abb.2a.1: Stehende Welle einer gestrichenen Saite, aus „measured tones“ [8SI]

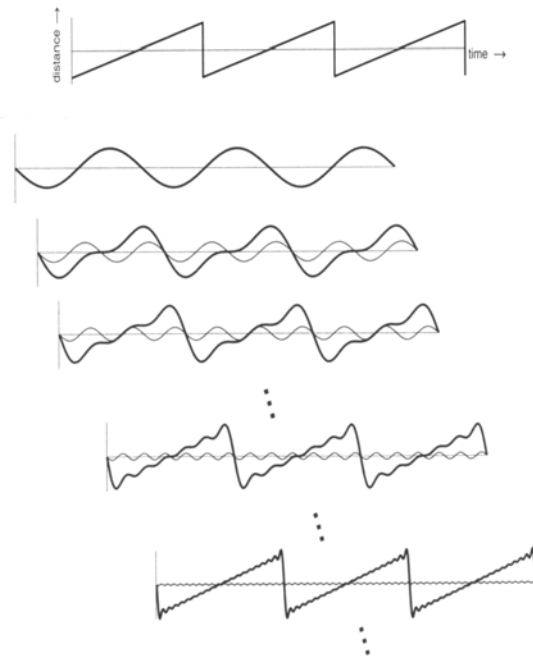


Abb.2a.2: Fourierzerlegung einer Sägezahn-Schwingung (Auslenkung des Stegs über der Zeit), aus „measured tones“ [8SI]

Diese besondere Schwingungsform der gestrichenen Saite bewirkt, daß diese „col arco“ (gestrichen) ganz anders als „pizzicato“ (gezupft) klingt.

Das läßt sich anschaulich dadurch erklären, daß in der Fourierzerlegung einer Sägezahn-Schwingung (Auslenkung des Stegs als Funktion der Zeit) die Obertöne besonders stark vertreten sind (Abb.2a.2), weshalb die Streichinstrumente das reichste Spektrum an Obertönen von allen Instrumenten haben.

Da die Saite aber eine gewisse Steifigkeit hat, wird der Knick (Abb.2a.1) am Weg zum Steg stumpfer (Dispersion), was auch die Ecken der Sägezahn-Schwingung des Steges (Abb.2a.2) abrundet und so die Amplituden der Obertöne verringert. Dieser Umstand wird in der Geigenliteratur berücksichtigt, indem sie in den Noten angibt ob der Spieler „sul tasto“ (über dem Griffbrett, also weg vom Steg) oder „sul pontecello“ (über dem Steg) spielen soll, wodurch im ersteren Fall die Obertöne deutlich schwächer am Steg ankommen und der Klang „weicher“ wird. Im zweiten Fall klingt der Reichtum an Obertönen „brillant“.

Bei realen Saiten kann sich auch ein klanglich unerwünschter Torsionsschwingungsanteil durch die Erregung außerhalb der Achse ausbilden. Außerdem kann es auch zu

Longitudinalschwingungsanteilen kommen, die direkt vom Steg abgestrahlt werden. Auch der Geigenbogen beeinflusst durch seinen permanenten Kontakt mit der Saite den Klang sehr deutlich.

An dieser Stelle darf auch die den Musikern wohlbekannte Tatsache nicht unerwähnt bleiben, daß die Saite den optimalen Klang erst nach einer gewissen Einspielphase erreicht, daß sich dieser gegen Ende der Lebensdauer wieder verschlechtert und letztlich auch ein Reißen der Saite üblicherweise durch eine deutliche Verschlechterung des Klangs vorhersehbar ist.

Nachdem einerseits das System Streichinstrument, Saite, Bogen und nicht zuletzt Spielweise des Musikers sehr komplex ist und sich andererseits trotzdem nur durch einen Austausch der Saiten deutliche Unterschiede im Klang ergeben, liegt es nahe, akustische Messungen nur an Saiten ohne Instrument durchzuführen.

Diesbezüglich wurde allerdings relativ wenig publiziert [1-4SE], da einerseits erst die Fortschritte in der Elektronik und Meßtechnik der letzten Jahre solche Messungen mit vertretbarem Aufwand möglich gemacht haben und unter Umständen Forschungsergebnisse der Saitenhersteller aus Wettbewerbsgründen nicht immer veröffentlicht werden.

Maurice Hancock [3SE] (1989) verwendete für seine Untersuchungen einen massiven Stahlrahmen, in den er zwei Arten von nicht umsponnenen Klaviersaiten und zwei Arten von umsponnenen Cellosaiten einspannte und durch ein Gewicht belastet. Diese wurden dem Magnetfeld eines kleinen Hufeisenmagnets ausgesetzt und durch Wechselstromfluß im Draht zu Schwingungen geringer Amplitude angeregt. Die Messung erfolgte in der Saitenmitte mittels eines Laser-Dopplersystems und erfaßte deshalb nur die ersten 12 geradzahigen Obertöne (diejenigen, die in der Mitte der Saite keinen Schwingungsknoten haben).

Es wurden hierbei die Harmonizität der Obertöne untersucht, da sich durch die Biegesteifigkeit Abweichungen von den ganzzahligen (harmonischen) Verhältnissen der Obertonfrequenzen einer unendlich dünnen Saite ergeben, sowie die Amplituden und Halbwertsbreiten bei unterschiedlichen Erregerströmen.

Das Ziel dieser Untersuchungen war es, die Vorhersagen eines verbesserten Modells für die Schwingungen einer realen Saite, das die Biegesteifigkeit und die Dämpfung berücksichtigt, zu überprüfen, wobei sich eine höhere Verlässlichkeit der Modellvorhersagen für die Harmonizität als für die anderen Kennwerte ergab.

Etwa zeitgleich, 1988, publizierte Norman C. Pickering [1, 2SE] seine Versuche, bei denen auch er die Saite durch Wechselstromfluß im Magnetfeld anregte und mechanisch, durch eine

Kraftmeßdose kontrolliert, vorspannte. Die Detektion dieser Schwingungen geringer Amplitude erfolgte dadurch, daß eine Photozelle die durch einen Schlitz durchgehende Lichtintensität vermaß.

Die Saite verdeckte im Ruhezustand den Spalt und bewirkte bei Auslenkungen kleiner als die halbe Schlitzbreite ein proportionales Meßsignal.

Hierbei wurden die Harmonizität sowie die Amplitudenverhältnisse der Obertöne untersucht und außerdem noch der Elastizitätsmodul der Saite gemessen, indem dazu der Weg der Stellschraube zum Spannen der Saite bei Erniedrigung der Resonanzfrequenz um ein Herz abgelesen wurde.

Außerdem wurde das logarithmische Dekrement der Schwingungen zur Messung der Dämpfung herangezogen und auch die Veränderung der Resonanzfrequenz bei höheren Amplituden untersucht.

Der Artikel beschreibt die verschiedenen Meßmethoden und streicht die wichtigen Meßgrößen heraus. Die Ergebnisse illustrieren dies exemplarisch und betonen die Anforderungen an eine optimale Violinsaite:

- gleichmäßige Dicke und Rundheit über die Länge
- geringe Biegesteifigkeit der Saite, damit die Obertöne möglichst harmonisch sind (d.h. ideale ganzzahlige Frequenzverhältnisse), was die Anregung der Teiltöne erleichtert und Spielbarkeit und Klang verbessert.
- geringer Durchmesser der Saite, um Torsionsschwingungen zu unterdrücken.
- das richtige Maß an Dämpfung (ausreichende Dämpfung, damit die Saite dem Bogen gut folgt, aber auch nicht so viel, daß der Klang zu dumpf wird).

Ich möchte an dieser Stelle auch noch kurz auf die Schwingungsgleichung einer Saite eingehen, wobei ich den Einfluß des endlichen Durchmessers und des Elastizitätsmoduls einer realen Saite nach [5SE] skizzieren werde.

Bei der idealen Saite (Abb.2a.3) greift zu beiden Seiten des Massenelements  $dm$  mit der Länge  $dx$  die Spannkraft  $F_x$  an, was zu folgender Newton'schen Kraftgleichung führt:

$$dm \cdot a = m' dx \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = F_x [\sin(\alpha + d\alpha) - \sin \alpha], \quad dm = m' dx, \quad m' \text{ (lineare Massendichte)}, \quad a = \frac{\partial^2 u}{\partial t^2},$$

$u(x,t)$  (Auslenkung),  $\alpha$  (siehe Abb.2a.3) (2a.1)

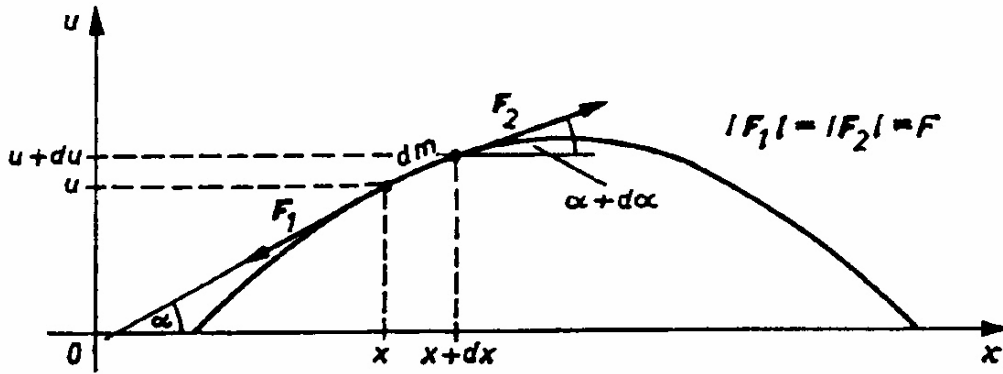


Abb.2a.3: ideale Saite, aus „Zur Theorie der gestrichenen Saite auf dem Monocord“ [5SE]

Für kleine Auslenkungen folgt näherungsweise:  $\sin(\alpha + d\alpha) = \alpha + d\alpha$ , bzw.  $\sin(\alpha) = \alpha$ .

Außerdem gilt:  $\alpha = \frac{\partial u}{\partial x}$  (siehe Abb.2a.3) und  $d\alpha = \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} dx$

Somit folgt für die ideale Saiten mit dem Massenbelag  $m'$ , der Länge  $L$ , der Einspannkraft  $F_x$  die Schwingungsgleichung (klassische Wellengleichung) für die Auslenkung  $u(x,t)$ :

$$m' \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = F_x \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} \quad (2a.2)$$

Unter Verwendung des allgemeinen Ausdrucks für eine stehende Welle:

$$u(x,t) = A(x)(\cos \varpi \cdot t), \quad \varpi \text{ (Kreisfrequenz)} \quad (2a.3)$$

und der allgemeinen Form einer harmonischen Schwingung im Raum:

$$A(x) = B \cdot \sin\left(2\Pi \frac{x}{\lambda}\right) + C \cdot \cos\left(2\Pi \frac{x}{\lambda}\right), \quad \lambda \text{ (Wellenlänge), } A, B \text{ (Konstanten)} \quad (2a.4)$$

folgt :

$$\lambda \nu = \sqrt{\frac{F_x}{m'}} \text{ bzw. } \nu = \sqrt{\frac{F_x}{m'}} \frac{1}{\lambda}, \quad \nu \text{ (Frequenz)} = \frac{\varpi}{2\Pi}, \quad (2a.5)$$

Ist die Saite beidseitig eingespannt d.h.  $u(0,t) = u(L,t) = 0$ , so sind nur Schwingungen mit Wellenlängen  $\lambda = 2L, L, \frac{2}{3}L, \frac{1}{2}L, \dots$  möglich, die an beiden Saitenenden Schwingungsknoten

haben. Aus (2a.5) folgt somit für Grundharmonische der Saite:  $\nu_1 = \sqrt{\frac{F_x}{m'}} \frac{1}{2L}$  und für die

Obertöne  $\nu_2 = 2\nu_1, \nu_3 = 3\nu_1, \nu_4 = 4\nu_1, \dots$ . Die Frequenzen der Obertöne sind also exakt ganzzahlige Vielfache der Frequenz des Grundtons.

Bei einer realen Saite mit dem Radius  $r$  und dem Elastizitätsmodul  $E$  bewirkt die Steifigkeit eine zusätzliche rücktreibende Kraft  $F_y(x,t)$ .

Diese hängt nach der Momentengleichung für einen Stab (Abb.2a.4) vom Biegemoment

$$M(x,t) \text{ ab: } F_y(x,t) = -\frac{\partial M(x,t)}{\partial x} \quad (2a.6)$$

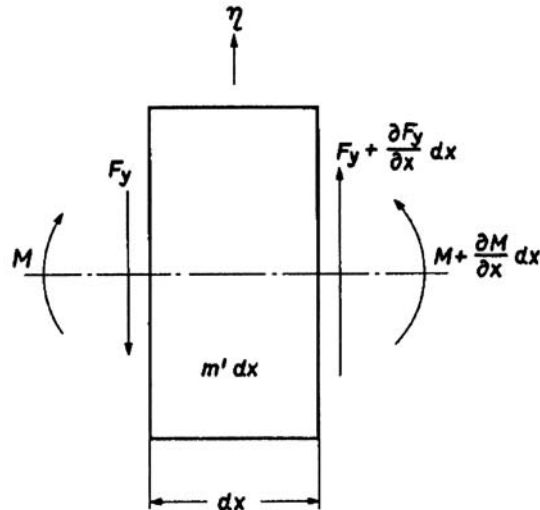


Abb.2a.4: Längenelement  $dx$  eines Rundstabes, aus „Zur Theorie der gestrichenen Saite auf dem Monocord“ [5SE]

$$M(x,t) = B \frac{\partial^2 u(x,t)}{\partial x^2}, \quad B \text{ (Biegesteife)} = E \frac{\Pi r^4}{4}, \quad E \text{ (Elastizitätsmodul)}, \quad r \text{ (Radius der Saite)} \quad (2a.7)$$

Auf ein nicht gespanntes Saitenelement der Länge  $dx$  (Abb.2a.4) wirkt somit die Querkraft:

$$\frac{\partial F_y(x,t)}{\partial x} dx = -\frac{\partial^2 M(x,t)}{\partial x^2} dx = -B \frac{\partial^4 u(x,t)}{\partial x^4} dx \quad (2a.8),$$

was zu folgender Schwingungsgleichung führt:

$$m' \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} = F_x \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} - B \frac{\partial^4 u}{\partial x^4} \quad (\text{vgl. 2a.2}) \quad (2a.9)$$

Gleichung 2a.9 läßt sich mit Hilfe eines Separationsansatzes  $u(x,t) = X(x)T(t)$  lösen. Wählt man die Randbedingungen  $X(0) = X''(0) = X(l) = X''(l) = 0$  (gelenkig gelagerte Saite), so kann man die Gleichung 2a.9 analytisch lösen, was zu folgender Dispersionsrelation führt:

$$\omega^2 = \frac{F_x}{m'} k^2 + \frac{B}{m'} k^4, \quad \omega = 2\Pi \nu, \quad k = \frac{2\Pi}{\lambda}, \quad B = E \frac{\Pi r^4}{4} \quad (2a.10)$$

$$\text{bzw. } \nu^2 = \frac{F_x}{m'} \frac{1}{\lambda^2} + \frac{E \Pi^3 r^4}{m'} \frac{1}{\lambda^4} \quad (2a.11)$$



Bei (2a.11) fällt erstens auf, daß man für  $r \rightarrow 0$  bzw.  $E \rightarrow 0$  wieder (2a.5) erhält und daß die zu den durch die Randbedingungen gegebenen Wellenlängen  $\lambda = 2L, L, \frac{2}{3}L, \frac{1}{2}L, \dots$  gehörigen Frequenzen etwas höher sind, als jene der idealen Saite (2a.5) und auch nicht mehr die ganzzahligen (harmonischen) Frequenzverhältnisse aufweisen.

Die Randbedingung der gelenkig gelagerten Saite zeigt qualitativ die bei höheren Oberwellen zunehmende Frequenzverschiebung. Die dabei gewonnenen Ergebnisse sind für die auf der Geige eingespannte Saite (Einspannlänge 32,5 cm, Durchmesser 0,27 mm) nur für die höheren Harmonischen (ab etwa dem 8. Oberton) auch quantitativ eine gute Näherung, da etwa bei der Grundharmonischen (nur ein „Schwingungsbauch“) die Krümmung an den beiden Enden der Saite ( $X''(0) = X''(l) \neq 0$ ) den Hauptbeitrag zur durch die Biegesteifigkeit bedingten rücktreibenden Kraft leistet. Abhilfe schafft die numerische Lösung von 2a.9 mit den Randbedingungen  $X(0) = X'(0) = X(l) = X'(l) = 0$ .

## **2b Verformungsinduzierte martensitische Umwandlung**

Das Gefüge einer Cr Ni Stahlsaite erfährt eine charakteristische martensitische Umwandlung, bei der sich das kubisch flächenzentrierte, austenitische Kristallgitter in einem diffusionslosen, fast mit Schallgeschwindigkeit ablaufenden Prozeß in kubisch raumzentrierten (bei höherem Kohlenstoffgehalt auch tetragonal verzerrten) Martensit umwandelt.

Die Triebkraft für die martensitische Umwandlung ist die Verringerung der freien Energie des Systems durch den Verformungsprozeß [5MV], die groß genug sein muß, um eine Aktivierungsenergiebarriere zu überwinden und andere hemmende Effekte wie die Erhöhung von elastischer-, chemischer- und Grenzflächenenergie auszugleichen.

Deshalb ist zur Martensitbildung ein deutliches Unterschreiten der thermodynamischen Gleichgewichtstemperatur  $T_E$  nötig, was üblicherweise durch Abschrecken unterhalb von  $M_S$ , jener Temperatur, bei der die Phasenumwandlung beginnt, geschieht.

Durch Deformation des Austenits kann die sonst notwendige Unterkühlung deutlich verringert werden, wodurch die Phasenumwandlung in Temperaturbereich zwischen  $M_S$  und  $T_E$  möglich ist, da die zugeführte mechanische Energie zur chemischen freien Energie der Reaktion beiträgt.

Obwohl die Martensitbildung so schnell abläuft, daß sie nicht direkt beobachtet werden kann, ergeben sich aus der Tatsache, daß diese diffusionslos, also geordnet, abläuft, plausible

kristallographische Modelle, die beschreiben, wie das kubisch flächenzentrierte in das kubisch raumzentrierte Gitter übergeführt werden kann, welche Orientierungsbeziehungen sich zwischen den Phasen ergeben und welche Orientierungen und Häufigkeiten der Grenzflächen zu erwarten sind.

Die verschiedenen Modelle zur Martensitbildung unterscheiden sich dadurch, daß sie entweder die kristallographischen Orientierungsbeziehungen zwischen den Phasen oder energetische Überlegungen betonen bzw. als Ausgangspunkt verwenden. Die verformungsinduzierte, martensitische Umwandlung wird dabei häufig als Spezialfall der Martensitbildung betrachtet. Eines der bekannteren Modelle ist das von Cohen und Olson [2M], was nun etwas ausführlicher beschrieben wird.

Zwischen beiden, Austenit und Martensit, besteht immer eine derartige Orientierungsbeziehung, daß eine  $\{111\}_\gamma$  Ebene parallel zu einer  $\{110\}_\alpha$  Ebene ist. Bezüglich der Orientierung der Richtungen in diesen Ebenen zu einander gibt es zwei Modelle, die Nishiyama-Wassermann und die Kurdjumov-Sachs Orientierungsbeziehung, welche sich um eine Verdrehung von  $5,23^\circ$  um  $[110]_\alpha$  unterscheiden [9S].

Bei der Nishiyama-Wassermann Orientierungsbeziehung gilt  $(111)_\gamma \parallel (101)_\alpha$   $[1\bar{2}1]_\gamma \parallel [10\bar{1}]_\alpha$  was bedeutet, daß jede der vier kristallographisch gleichwertigen  $\{111\}$  Austenit-Netzebenen  $(111), (\bar{1}11), (1\bar{1}1), (11\bar{1})$  die parallele Ebene vom Typ  $\{101\}$  im  $\alpha$ -Martensit werden kann, da in jeder dieser Austenit-Gleitebenen (bzw. Ebenen dichtester Packung) in eine beliebige  $\langle 1\bar{2}1 \rangle$  Richtung gleichzeitig die Shockleyversetzungs-Burgersvektoren abscheren können, die der Beginn der Phasenumwandlung sind, wodurch sich 12 Varianten von  $\alpha$ -Orientierungen aus einer  $\gamma$ -Orientierung ergeben können.

Die martensitische Umwandlung nach dem Modell von Cohen und Olsen [2M] besteht aus einer Abfolge von Schritten welche einen Partikel von maximaler zu minimaler Kohärenz führen, wobei deren erster Schritt die Entstehung eines Stapelfehlers auf einer Ebene dichtester Kugelpackung  $(111)_\gamma$  ist. Dieser Abscherungsvorgang auf der  $(111)_\gamma$  Ebene hat daher die Eigenschaft eine invariante Ebene und einen ebenen Verzerrungszustand („plain strain“) zu erzeugen. Die Überlagerung von mehreren (mindestens zwei) Verzerrungsfeldern hat die allgemeine Eigenschaft einen gleichartigen „plain strain“ zu generieren. Nach Cohen und Olsen [2] erfolgen im Gebiet zusammentreffender Zwillingslamellen die Umwandlungsprozesse in die neue Phase.

Dieser Nukleationsdefekt stellt die Versetzungen für den ersten Schritt der Stapelfehlerentstehung bereit.

Nach der klassischen Nukleationstheorie für die Keime einer neuen Phase, die durch Abscherungsprozesse entsteht, kann der Beitrag einer Defektlamelle in Analogie zur Berechnung der Stapelfehlerenergie aufgefaßt werden als Überlagerung eines Volums- und eines Oberflächenbeitrags. Dabei kann der Beitrag der Volumsenergie negativ werden, wodurch die Stapelfehlerenergie, die mit der gleichzeitigen Dissoziation einer entsprechenden Gruppe von Versetzungen verbunden ist, mit steigender Dicke der entstehenden Lamelle abnimmt und null oder sogar negativ werden kann, was dann zur spontanen Bildung eines Martensitkeimes führen kann.

Wenn die Bewegung einer Versetzung pro  $x$  Ebenen eine abschnittsweise Struktur produziert, dann erzeugen  $m$  solche Versetzungen einen Keim dieser Struktur mit der Dicke  $n = m \cdot x$  Ebenen [2M].

Die Stapelfehlerenergie  $\gamma$  pro Einheitsfläche der Versetzungsebene beträgt für eine Lamelle mit  $n$  Ebenen Dicke [2M]:

$$\gamma = n\rho_A(\Delta G^{chem} + E^{str}) + 2\sigma(n) \quad (2b.1)$$

Hierbei ist  $\rho_A$  die Dichte der Atome in der dichtest gepackten Ebene pro Mol und Einheitsfläche,  $\Delta G^{chem}$  (Entropiedifferenz zwischen Ausgangs- und Endphase) und  $E^{str}$  (Verzerrungsenergie) sind als molare Größen definiert und  $\sigma(n)$  ist die freie Energie der Einheitsfläche der Partikel-Matrix Grenzfläche.

Demzufolge rühren die Unterschiede zwischen Keim und der massiven Phase von der Oberflächenenergie  $\sigma$  her. Unter Verwendung der Näherungen der klassischen Nukleationstheorie ist die Oberflächenenergie von der Partikelgröße unabhängig, wodurch für eine mit steigender Dicke  $n$  abnehmende Stapelfehlerenergie  $-\Delta G_{chem}$  betragsmäßig größer als die Verzerrungsenergie  $E_{str}$  sein muß, was bei der Martensitbildung ohne Verformungsinduzierung unterhalb der Temperatur  $T_0^{coh}$  der Fall ist, bei der alle Stapelfehler, unabhängig von ihrer Dicke  $n$  die Energie  $2\sigma$  haben. Bei der Dissoziation von fcc-Gitterversetzungen in Shockley-Partialversetzungen erniedrigt sich die elastische Energie mit steigendem Abstand der Teilversetzungen monoton (Frank Kriterium), die Teilversetzungen stoßen einander ab und die Oberflächenenergie kann als Versetzungsenergie der Endflächen, die den Keim der neuen Phase begrenzen, gesehen werden.

Für die Dissoziation einer linearen Versetzung ist die gesamte freie Energie pro Einheitslänge des Keimes eine Summe von Versetzungs- ( $E_{\perp}(r)$ ) und Stapelfehlerenergie:

$$G(r) = E_{\perp}(r) + \gamma \cdot r$$

Da  $E_{\perp}(r)$  mit steigendem  $r$  monoton abnimmt (siehe Frank Kriterium), muß  $\gamma$ , damit ein Gleichgewichtszustand erreicht werden kann, positiv sein. Bei Erniedrigung der Temperatur stellt dann der Fall  $\gamma = 0$  die kritische Bedingung für die spontane Nukleation aus den besprochenen Defekten dar.

Der einfachste Fall einer martensitischen Umwandlung ist jener der fcc→hcp Umwandlung, bei der hexagonaler  $\epsilon$ -Martensit entsteht. Hierbei erzeugt bereits ein intrinsischer Stapelfehler (Bildung eines Zwillings) durch die Bewegung einer  $a_{fcc}/6 \langle 112 \rangle$  Shockley-Partialversetzung auf zwei benachbarten dichtest gepackten  $\{111\}$  Austenit Ebenen lokal eine martensitische Struktur, da man sich das  $\epsilon$ -Martensit Kristallgitter aus diesen Austenit Ebenen mit solchen Partialversetzungen auf jeder zweiten Gitterebene aufgebaut denken kann.

Für den Spezialfall der fcc→bcc Umwandlung geht man wiederum von einer fcc Kugelpackung auf  $\{111\}$  Ebenen aus. Beobachtet man nun die Zwillingsbildung (siehe fcc→hcp Umwandlung) genau, so stellt man fest, daß bereits nach einer Scherung von  $1/3$  der  $a_{fcc}/6 \langle 112 \rangle$  Shockley-Partialversetzung die Atome eine Position erreichen, welche der Geometrie einer  $\{110\}_{bcc}$  Ebene entspricht. Ist diese Position energetisch günstig, so kann diese dann eingenommen werden, wenn eine  $a_{fcc}/6 \langle 112 \rangle$  Shockley-Partialversetzung auf drei aufeinanderfolgenden Ebenen aufspaltet.

Für das Erreichen einer korrekten bcc-Stapelfolge ist allerdings noch ein weiteres Abscheren erforderlich, wobei die Orientierungsbeziehung zwischen den Phasen gewahrt bleiben muß.

Das kann [2M, Teil II] dadurch erreicht werden, daß im Durchschnitt sieben Netzebenen um

$$\frac{a_{bcc}}{8} [01\bar{1}] \text{ abscheren und jede achte um } \frac{a_{fcc}}{6} [112] + \frac{a_{bcc}}{8} [0\bar{1}1].$$

Bei der verformungsinduzierten martensitischen Umwandlung begünstigen Scherspannungskomponenten parallel zu den Austenit  $\{111\}$  Ebenen die Phasenumwandlung, weshalb diese besonders durch Zugspannungen und auch in geringerem Maß durch Druckspannungen begünstigt wird [14MV]. Da mit der Martensitbildung eine Volumenzunahme von 2-7 % verbunden ist, hemmt hydrostatischer Druck diese.

Im Unterschied zur spontanen Martensitbildung durch Abschrecken oder zur spannungsunterstützten (engl. stress assisted), die an den gleichen Stellen keimt, beginnt die verformungsinduzierte Bildung von bcc-Martensit an Kreuzungspunkten von Austenit Scherbändern, die aus Zwillingen oder  $\epsilon$ -Martensit bestehen [2MV], da dort lokale Spannungsspitzen herrschen und somit zuerst die erforderlichen Scherspannungen erreicht werden [12MV, 18MV].

Der Zusammenhang zwischen Verformungsgrad und Martensitgehalt folgt einer S-förmigen Kurve [5MV, 17MV]. Das kann qualitativ dadurch erklärt werden, daß zu Beginn der Kaltverformung die Scherbänder erst gebildet werden müssen und so die Martensitentstehung erst langsam in Gang kommt, dann folgt ein linearer Bereich, in dem die Bildung von Scherbändern und deren Kreuzungsbereichen, in denen Martensit entstehen kann, proportional zur Verformung erfolgt. Bei hohen Verformungen tritt eine Sättigung ein, weil keine neuen Scherbänder mehr gebildet werden können, da kein ungestörter Austenit mehr vorhanden ist. Dieses Verhalten kann auch durch die folgende Formel aus [17MV] für den Volumenanteil an verformungsinduziertem Martensit  $f^\alpha$  in Abhängigkeit von der plastischen Dehnung  $\varepsilon$  beschrieben werden:

$$f^\alpha = 1 - \exp\{-\beta[1 - \exp(-\alpha\varepsilon)]^n\} \quad (2b.2)$$

Der Parameter  $\alpha$  beschreibt die Abhängigkeit der Scherbandentstehung von der Dehnung und ist von der Temperatur und der chemischen Zusammensetzung abhängig,  $\beta$  beschreibt die Wahrscheinlichkeit, daß an einem Kreuzungspunkt von Scherbändern tatsächlich Martensit entsteht und ist ebenfalls temperatur- und zusammensetzungsabhängig, während  $n$  ein Fitparameter ist, um die Kurve an die experimentellen Werte anzupassen, der mit 4,5 bestimmt wurde [17MV].

Ein neues Modell, das die verformungsinduzierte martensitische Umwandlung eigenständig, und nicht nur als Spezialfall der thermischen Martensitbildung sieht, stellten Inamura et al. [12MV] auf Grund von TEM Untersuchungen an Cr-Ni Stahl im Jahre 2002 auf.

Bei einer Elektronenstrahlrichtung  $[\bar{1}01]_{\gamma_0}$  zur Austenitmatrix  $\gamma_0$  konnten zwei Austenitwillinge  $\gamma_1$  und  $\gamma_2$  gefunden werden (Abb.2b.1a, c), die durch Gleiten von  $\frac{1}{6}\langle 112 \rangle$  Shockley-Partialversetzungen auf aufeinanderfolgenden  $\{111\}$  Ebenen entstanden waren (Abb.2b.1b), welche die folgenden Orientierungen zum einfallenden Elektronenstrahl hatten:  $\gamma_1: [10\bar{1}]_{\gamma_1}$  und  $\gamma_2: [10\bar{1}]_{\gamma_2}$ , wobei  $\gamma_1$  die Kurdjumov-Sachs (KS) Orientierungsbeziehung  $(\bar{1}\bar{1}1)_{\gamma_1} // (101)_\alpha$ ,  $[10\bar{1}]_{\gamma_1} // [11\bar{1}]_\alpha$  zur neugebildeten Phase  $\alpha$  bzw. Martensit erfüllt (Abb.2b.1a,c).

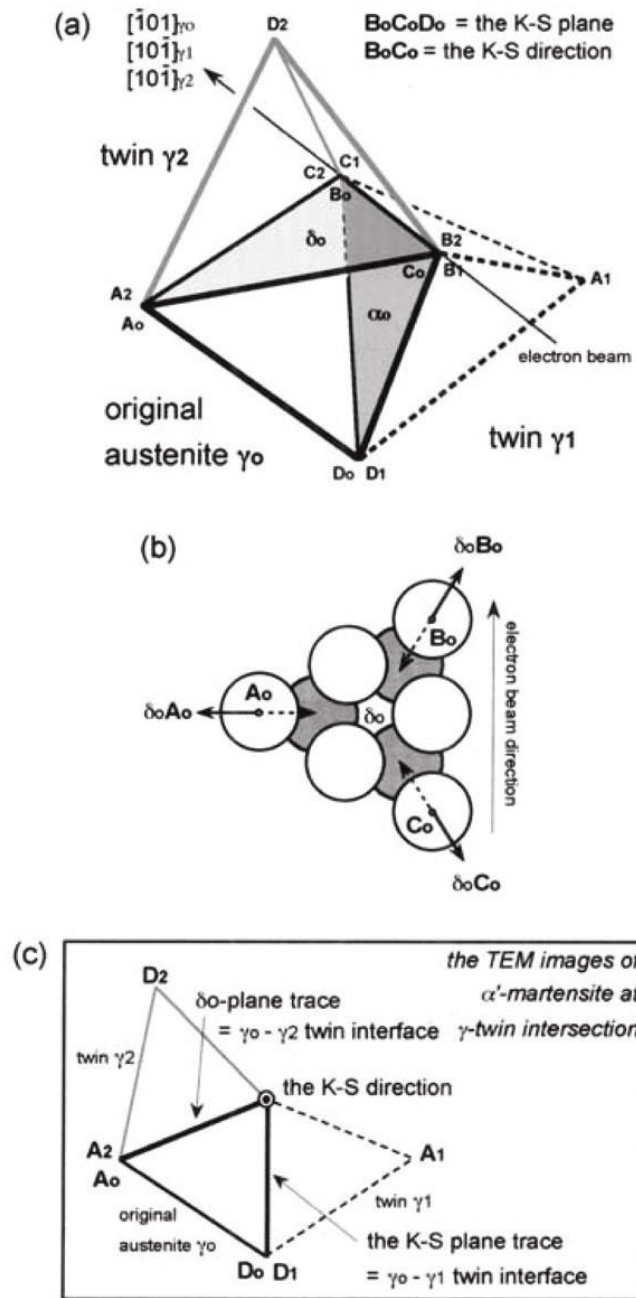


Figure 1. Geometry of the  $\gamma$  twins formed from the original  $\gamma$ : (a) the Thompson tetrahedron showing original austenite  $\gamma_0$  and two variants  $\gamma_1$  and  $\gamma_2$  of  $\gamma$  twins; (b) atoms on  $\delta_0$  plane of the  $\gamma_0$  tetrahedron; (c) the convention for the arrangement of TEM images relative to the paper.

Abb.2b.1: Orientierung der beiden Zwillinge  $\gamma_1$  und  $\gamma_2$  zur Matrix  $\gamma_0$  und zum Elektronenstrahl, aus Inamura et al. [12MV]

Da der neu gebildete Martensit fast vollkommen in das  $\gamma_1$  Gefüge eingebettet ist und auch nur zu diesem Zwilling die einfache KS Orientierungsbeziehung erfüllt, ist es plausibel anzunehmen, daß der Martensit direkt aus dem  $\gamma_1$  Zwilling (Barrieren-Zwilling) durch die vom Zwilling  $\gamma_2$  (zweiter Zwilling) verursachten lokalen Spannungen entstanden ist.

Aus experimentellen TEM Befunden wurde festgestellt, daß die Abscherung, die zur Bildung von Zwilling  $\gamma_2$  geführt hat, bezüglich  $\gamma_0$  als  $[\bar{1}2\bar{1}]_{\gamma_0}$  indiziert werden kann. Aus geometrischen Überlegungen (stereographische Projektion, Abb.2b.2) folgt dann, daß die Richtung  $[\bar{4}1\bar{4}]_{\gamma_0}$  dazu in einem Winkel von  $44,71^\circ$  (also fast  $45^\circ$ ) steht, was bedeutet, daß die Scherung, die den zweiten Zwilling  $\gamma_2$  erzeugt hat, in eine Zugkomponente in Richtung  $[\bar{4}1\bar{4}]_{\gamma_0}$  und eine Druckkomponente normal dazu (entspricht  $[181]_{\gamma_0}$ ) zerlegt werden kann.

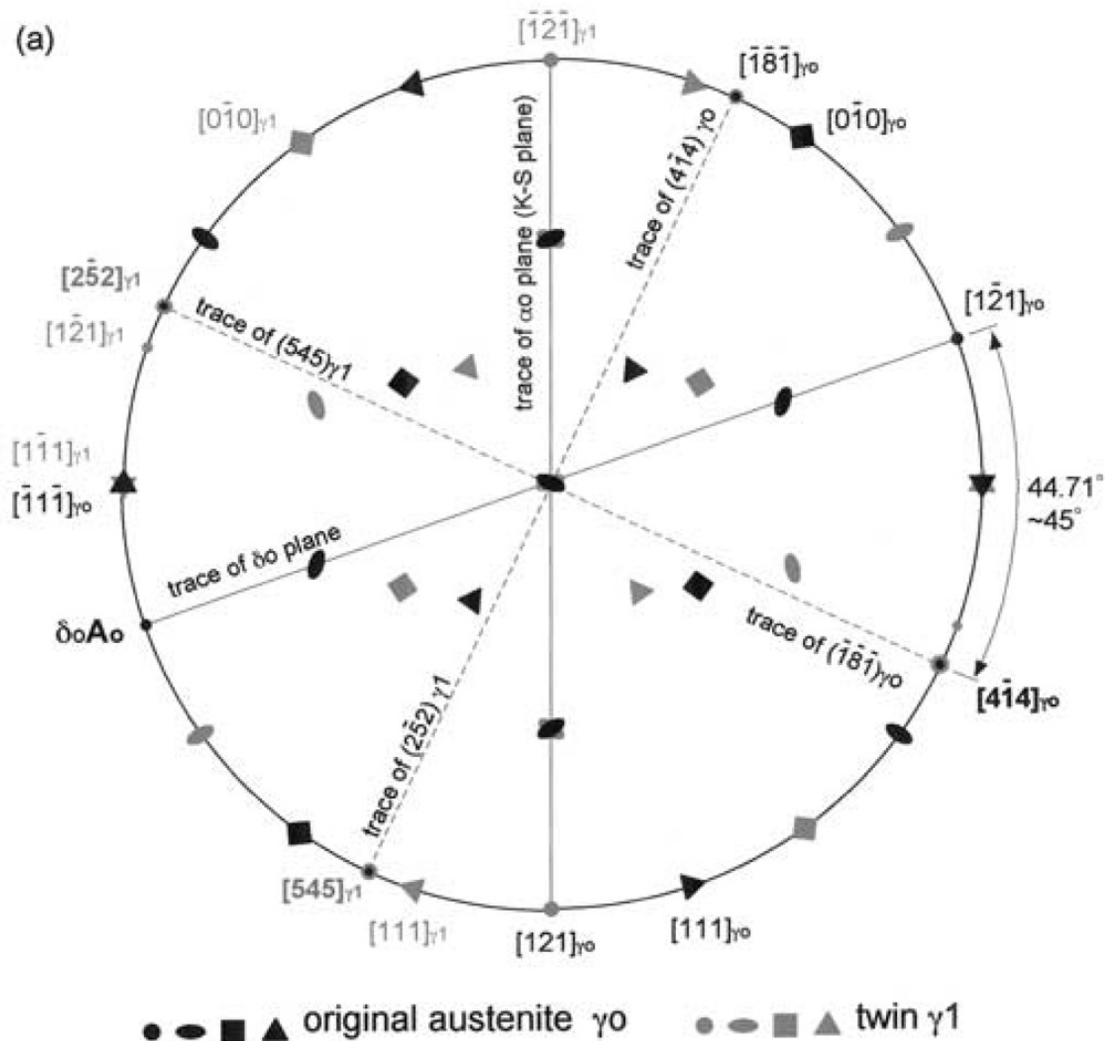


Abb.2b.2: Stereographische Projektion, aus Inamura et al. [12MV]

Die beiden Richtungen lassen sich mittels Koordinatentransformation auch bezüglich  $\gamma_1$  darstellen:  $[2\bar{5}2]_{\gamma_1}$  bzw.  $[545]_{\gamma_1}$ .

So ergibt sich, daß die Habitus-Ebene  $(2\bar{5}2)_{\gamma_1}$  der Hauptebene der Zugspannungskomponenten entspricht, die von der Scherung zur Bildung des zweiten Zwillings  $\gamma_2$  verursacht werden, was

plausibel scheint, da die Hauptspannungsebene sich als festes Ende verhält und unverdreht bleiben sollte.

Somit kann die Richtung der Habitusebenen durch die experimentell ermittelte Richtung der Abscherung, welche zur Entstehung des zweiten Zwillings  $\gamma_2$  notwendig war, erklärt werden.

## 2c Experimentelle Methoden

### 2c.1 Transmissionselektronenmikroskopie

Die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) lieferte die grundlegenden kristallographischen Daten für die heute gängigen Modelle der Martensitentstehung von Stahl [1-7M].

Bereits in den 1970er Jahren war klar [Cohen, Olson; 17MV], daß die erste Stufe der verformungsinduzierten Martensitbildung jene der Bildung von Scherbändern ist, die aus Zwillingen und  $\varepsilon$ -Martensit bestehen. Zu diesem Zeitpunkt war auch schon nachgewiesen, daß die Martensitkeime ausschließlich an den Kreuzungspunkten solcher Scherbänder entstehen und daher eine lattenartige Struktur haben. Nachfolgende Untersuchungen [Murr, Staudhammer, 2MV] konnten dieses Bild noch qualitativ vervollständigen, indem auch mehrachsige Verformungszustände untersucht wurden und die dabei beobachtete höhere Martensitbildungsrate dadurch, daß die Scherbänder auf mehreren Gleitsystemen existieren und es somit auch mehr Kreuzungspunkte gibt, erklärt werden konnte.

Aktuelle Untersuchungen der verformungsinduzierten Martensitbildung bei Cr-Ni Stählen mit Hilfe der Hochauflösungselektronenmikroskopie [Inamura et al., 12MV] konnten eine Orientierungsbeziehung nahe der von Kurdjumov-Sachs  $(1\bar{1}1)_\gamma // (101)_{\alpha'}$ ,  $[10\bar{1}]_\gamma // [11\bar{1}]_{\alpha'}$  experimentell bestätigen. Es konnte festgestellt werden, daß die an der Kreuzung von Scherbändern gebildeten Martensitkeime eine typische  $(2\bar{5}2)_\gamma$  Habitusebene aufweisen, deren Entstehung auf der Basis einer  $\langle 112 \rangle \{111\}_\gamma$  Scherung, welche die  $\gamma \rightarrow \alpha'$  Transformation begleitet, diskutiert wird.

Als Ergänzung zu den auf kleine Volumina beschränkten TEM Untersuchungen sind aus der Literatur verschiedene Verfahren bekannt, um die verformungsinduzierte martensitische Umwandlung zu quantifizieren, wobei meistens die magnetischen Eigenschaften des Martensits (Magnetoskop, Mößbauereffekt) oder die Struktur des Kristallgitters (Röntgenbeugung) zur Identifikation der Martensitphase herangezogen werden. Allerdings



muß durch die chemische Zusammensetzung und die thermische und mechanische Vorgeschichte des Materials, oder durch bildgebende Verfahren klar sein, daß es sich um Martensit handelt, da magnetisch nicht zwischen Martensit und Ferrit unterschieden werden kann und bei entsprechend niedrigen C-Gehalten ( $< 0,2\%$ ) auch keine tetragonale Verzerrung des Martensitgitters meßbar ist [8M], durch welche es sich dann vom Ferrit unterscheidet.

Die Zusammenhänge zwischen chemischer Zusammensetzung, Temperatur und Martensitgehalt wurden erstmalig mit Hilfe von quantitativen magnetische Messungen gefunden [5MV].

### **2c.2 Orientierungsabbildende Rasterelektronenmikroskopie (EBSD)**

Bei dieser Methode, die man im englischen Sprachraum auch mit EBSD (**e**lectron **b**ackscatter **d**iffraction) bezeichnet, wird aus den elastisch zurückgestreuten und dabei am Kristallgitter gebeugten Primärelektronen die kristallographische Information gewonnen [1OR]. Dabei wird von jedem Punkt, den der Elektronenstrahl abrastert ein Kikuchi-Beugungsbild aufgenommen, in dem die Information über Phase und Orientierung enthalten ist. Aus diesen vielen Beugungsbildern läßt sich dann mittels einer automatisierten Auswertung eine Karte der einzelnen Körner mit deren Phasen und Orientierungen bestimmen.

Ein limitierender Faktor des Verfahrens ist die Schärfe der Kikuchi-Linien, welche durch Gitterfehler verringert wird, weshalb die Methode bei hochverformten Werkstoffen nicht einsetzbar ist. Auch feinkristalline Werkstoffe sind nicht ideal geeignet, da an den Korngrenzen durch die Anregung beider Körner eine Überlagerung der Beugungsbilder entsteht, an welcher die automatisierte Auswertung üblicherweise scheitert, weshalb Korngrenzen und ihre Umgebungen keine Ergebnisse liefern.

Umgekehrt begünstigen kubische Materialien wie der in dieser Arbeit untersuchte Stahl die Methode, da die zugehörigen Kikuchi-Muster hoch symmetrisch sind und sich deshalb leichter auswerten lassen.

### **2c.3 Magnetische Messungen**

Eine Möglichkeit hierzu ist das Meßverfahren der Momentenspule nach Weberberger, bei der beim Herausstoßen einer kleinen Probe (kurzes Drahtstück) aus der Bohrung des Magnetjochs eine Meßspule die dem Volumen und der Sättigungsmagnetisierung proportionale Flußänderung mißt (Abb. 2c.1)

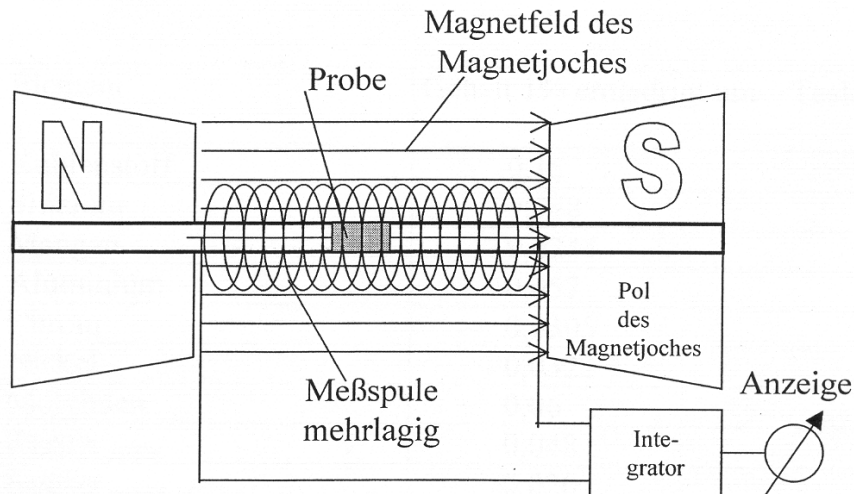


Abb. 2c.1: Prinzipskizze der Momentenspule nach Weberberger [Dr. Angerer, Vatron]

Die Sättigungsmagnetisierung  $I_s$  ergibt sich aus

$$I_s = \int U_{ind} \cdot dt / (Wdg / L_{mag}) / V_{Probe} \quad (2c.3.1),$$

wobei  $U_{ind}$  die induzierte Spannung,  $Wdg$  die Anzahl der Meßwindungen,  $L_{mag}$  die magnetische Länge der Meßspule und  $V_{Probe}$  das Volumen der Probe ist. Der Anteil an Martensit ergibt sich, bei bekanntem Volumen, aus dem Verhältnis zur Sättigungsmagnetisierung einer zu 100 % magnetischen bzw. martensitischen Probe des selben Materials.

Da es oft schwierig ist, zur Bestimmung der magnetischen Kennwerte einer Legierung, welche zur Kalibrierung des Magnetoskops notwendig sind, eine 100 % martensitische Probe herzustellen, bietet sich trotz des deutlich höheren Aufwandes der Mößbauer Effekt [4MV, 1MÖ, 11MV] an, da sich damit direkt der relative Anteil der Atome, die sich in einer magnetischen, kubisch-raumzentrierten Gitterkoordination befinden, messen läßt.

#### 2c.4 Mößbauer Effekt

Bei diesem, auch rückstoßfreie Resonanzabsorption genannten Meßverfahren mißt man Energieverschiebungen im  $\gamma$ -Absorptionsspektrum der Kerne des im Stahl vorkommenden  $^{57}\text{Fe}$ -Isotops, die von der Elektronenhülle herrühren [1MÖ]. Man verwendet den Kern gleichsam als Sonde, um auf dessen Umgebung zurückschließen zu können und kann dadurch die Gitterkoordination, innere Spannungen, Einflüsse von Fremdatomen im Eisengitter und ähnliche Effekte feststellen.

Der Versuchsaufbau ist im Prinzip sehr einfach: In der Quelle, einem radioaktiven Isotop, findet ein  $\gamma$ -Übergang statt, der auch in der Probe angeregt werden kann. Diese zu untersuchende, dünne Probe wird durchstrahlt, und eine Messung nach der Probe zeigt die Resonanzabsorption. Das heißt ein Teil der  $\gamma$ -Quanten regt Kerne in der Probe an und dieser Bruchteil fehlt bei der Transmission.

Wenn man in der Quelle und der Probe den gleichen  $\gamma$ -Übergang verwendet, so ergeben sich bei vollkommen freien Atomkernen aus der Impulserhaltung einige Probleme.

Der Kern, der das Quant emittiert hat, erfährt nämlich einen Rückstoß und genau dieser Impuls, beziehungsweise diese Energie fehlt nun dem  $\gamma$ -Teilchen. Bei der Absorption muß noch einmal Impuls übertragen werden, und dem  $\gamma$ -Teilchen fehlt dann sogar die doppelte Rückstoßenergie, um den Resonanzabsorptionseffekt auszulösen.

Nachdem die Rückstoßenergie um etwa 5 Zehnerpotenzen größer ist, als die Linienbreite der Resonanzabsorption, ist diese auch tatsächlich für freie Atomkerne sehr schwer nachweisbar.

Wenn man nun aber statt freier Atomkerne solche in Festkörpern betrachtet, dann kann man sehr wohl eine rückstoßfreie Resonanzabsorption, den sogenannten Mößbauereffekt, beobachten.

Die im Kristallgitter elastisch gebundenen Atome führen Gitterschwingungen aus, deren Energie als Vielfache von  $\hbar\omega$ , als Phononen, quantisiert sind. Ist nun die Rückstoßenergie deutlich geringer als  $\hbar\omega$ , so ist die statistische Wahrscheinlichkeit für rückstoßfreie Prozesse hoch, weil vereinfacht gesagt, auf das Gitter nur eine diskrete Zahl von Phononen übertragen werden kann. Bei dem 14,4 keV Übergang von  $^{57}\text{Fe}$  beträgt die Wahrscheinlichkeit für rückstoßfreie Übergänge bei Raumtemperatur immerhin 80% [1MÖ].

Diese hängt vom Debye-Waller Faktor

$$I_g = I_g(0) \cdot \exp\left(-\frac{1}{3} \cdot \langle u^2 \rangle \cdot G^2\right) \quad (2c.4.1)$$

ab.  $I_g(0)$  ist die Wahrscheinlichkeit für einen theoretisch starr gebundenen Kern,  $\langle u^2 \rangle$  ist das mittlere Auslenkungsquadrat der Schwingungsamplitude der Atome um die Ruhelage und  $\vec{G}$  ist ein reziproker Gittervektor.

Um das Profil der transmittierten  $\gamma$ -Linie messen zu können, ist es notwendig, die Energie der Quelle leicht variieren zu können, was durch Hin- und Herbewegung der Strahlungsquelle, etwa mit einem elektromechanischen Antrieb nach dem Prinzip eines Lautsprechers, geschieht.

Die Energieverschiebung der Quelle ergibt sich nach dem Doppler-Effekt als  $\Delta E = E \cdot \frac{v}{c}$ , wobei  $v$  die Geschwindigkeit des Antriebs und  $c$  die Lichtgeschwindigkeit ist. Die Detektion der Gammastrahlung erfolgt mittels eines Proportionalzählrohres.

Verwendet man dieses Verfahren nur zur Bestimmung des Anteils der Martensitphase (magnetisch) in der Probe, so nützt man die Tatsache aus, daß jene  $^{57}\text{Fe}$ -Kerne, die sich in einer martensitischen Gitterkoordination befinden ein Magnetfeld am Kernort sehen, das auf ihr magnetisches Dipolmoment wirkt. Die Wechselwirkungsenergie zwischen  $\bar{\mu}$  (Permeabilität) und  $\vec{H}$  (magnetische Feldstärke) beträgt  $E = \frac{\mu H m}{j}$ , wobei  $m$  die magnetische Quantenzahl ist, die  $2j+1$  Werte  $-j, -j+1, \dots, j$  annehmen kann. Für  $^{57}\text{Fe}$  kennt man die Drehimpulsquantenzahlen  $j$  für den Grund- und den angeregten Zustand aus kernspektroskopischen Untersuchungen als  $j_g = \frac{1}{2}$  und  $j_a = \frac{3}{2}$ . Da der entsprechende  $\gamma$ -Übergang ein magnetischer Dipolübergang ist, bei dem sich die magnetische Quantenzahl  $m$  um höchstens 1 ändern darf, gilt  $|m_g - m_a| \leq 1$ , wodurch für  $^{57}\text{Fe}$  nur mehr 6 Übergänge möglich sind.

Diese haben die Frequenzen:

$$\omega(m_a, m_g) = \left( E_a - \frac{\mu_a H m_a}{j_a} \right) - \left( E_g - \frac{\mu_g H m_g}{j_g} \right) = \omega_0 - \left( \frac{\mu_a m_a}{j_a} - \frac{\mu_g m_g}{j_g} \right) \cdot H \quad (2c.4.2)$$

Das zugehörige Spektrum sieht schematisch wie folgt aus:

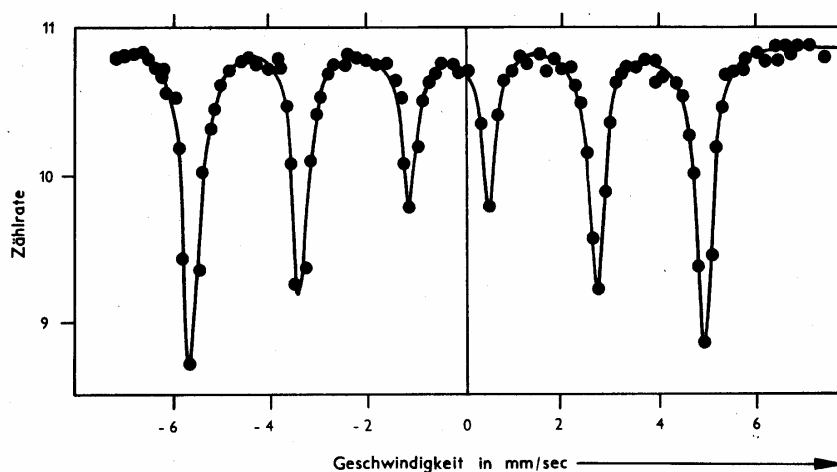


Abb. 2c.2: Mößbauerspektrum der  $^{57}\text{Fe}$  Strahlung eines metallischen Fe-Absorbers nach Wegener [1MÖ]

Aus der detaillierten Form dieser sechs charakteristischen Linien (vgl. Abb. 2c.1) läßt sich errechnen, welcher Prozentsatz der  $^{57}\text{Fe}$ -Kerne magnetische Hyperfeinstrukturaufspaltung

(Aufspaltung der Frequenzen gemäß Gleichung 2c.4.2) zeigt und sich demnach in der Gitterkoordination der magnetischen Phase (Martensit) befindet [1MÖ].

## 2c.5 Röntgenbeugung

Röntgenbeugung [1R, 2R, 4R] läßt sich besser zu quantitativen Phasenanalyse verwenden als Elektronenbeugung, bei der Mehrfachstreuungsprozesse stärker berücksichtigt werden müssen und bietet durch die Eindringtiefe der Röntgenstrahlung im µm-Bereich die Möglichkeit, durch (elektro-)chemisches Dünnen von Drahtproben Querschnittsprofile der Phasenzusammensetzung zu erstellen [1R]. Zudem wird bei der Röntgenbeugung ein größerer Probenbereich erfaßt als bei TEM, weshalb die Ergebnisse besser statistisch abgesichert sind. Treffen Röntgenstrahlen auf einen kristallinen Festkörper, so werden sie gemäß der Bragg'schen Gleichung

$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin \Theta$ ;  $n=1,2,3,\dots$ ;  $\lambda$ =Wellenlänge der Röntgenstrahlung;  $d$ =Netzebenenabstand des Kristallgitters;  $\Theta$ =Winkel zwischen ein- bzw. ausfallendem Strahl und der Netzebenenschar (2c.5.1)

gebeugt und bilden, abhängig von der Wellenlänge der Strahlung, eine für die Phase typische Intensitätsverteilung als Funktion von  $\Theta$  für die Reflexe mit den Miller'schen Indizes  $hkl$  aus, wobei im kubischen Kristallgitter gilt:

$$d_{hkl} = \frac{a_0}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}, \quad a_0 = \text{Gitterkonstante} \quad (2c.5.2)$$

Für das kubisch raumzentrierte Gitter muß noch berücksichtigt werden, daß  $h+k+l=2n$  gilt; für das kubisch flächenzentrierte Gitter gilt  $h, k, l$  gerade oder  $h, k, l$  ungerade. Besteht der Werkstoff aus zwei Phasen z.B. Austenit (A) und Martensit (M) dann ergibt sich die integrale Intensität einer Linie eines Reflexes ( $hkl$ ) der Martensitphase als

$$I_M^{hkl} = \frac{CV_M m_{hkl} LP(\Theta_M) F_M^2 e^{-B_M/2d_M^2}}{v_M^2} \quad [2R] \quad (2c.5.3)$$

und die der Austenitphase als

$$I_A^{hkl} = \frac{CV_A m_{hkl} LP(\Theta_A) F_A^2 e^{-B_A/2d_A^2}}{v_A^2} \quad (2c.5.4).$$

Die Konstante  $C$  enthält Einflüsse des Röntgendiffraktometers, der Strahlintensität und der Abschwächung in der Probe,  $m_{hkl}$  sind die Multiplizitätsfaktoren,  $v_M$  und  $v_A$  die Volumina der Elementarzellen,  $d_M$  und  $d_A$  die Netzebenenabstände,  $F_M$  und  $F_A$  die Strukturfaktoren,  $B_M$  und  $B_A$  die Debye-Waller Faktoren und  $LP(\Theta_M)$  und  $LP(\Theta_A)$  die Lorentz- Polarisationsfaktoren des Martensits und des Austenits. Faßt man die aus der Literatur bekannten Kennwerte zu

einem Faktor  $K_M^{hkl}$  bzw.  $K_A^{hkl}$  zusammen, dann vereinfachen sich die beiden Gleichungen 2c.5.3,4 zu

$$I_M^{hkl} = C m_{hkl} V_M K_M^{hkl} \quad (2c.5.5)$$

bzw.

$$I_A^{hkl} = C m_{hkl} V_A K_A^{hkl} \quad (2c.5.6).$$

Aus diesem Gleichungssystem läßt sich dann unter Verwendung von  $V_A = 1 - V_M$  der Volumenanteil an Martensit unter Verwendung je einer beliebigen Martensit- und Austenitlinie berechnen, wenn die Kristallite statistisch verteilt sind, also keine Vorzugsorientierung besitzen.

## 2c.6 Röntgenographische Ermittlung des Elastizitätsmoduls

Will man bei polykristallinen, texturierten Proben den Elastizitätsmodul in einer bestimmten Probenrichtung  $[\bar{y}]$  berechnen, so muß man die Ausrichtung eines jeden Kristalliten gemäß seiner Orientierung  $\bar{g}$  in die entsprechende Kristallrichtung  $[hkl]$  transformieren [4EL]:

$$[hkl] = \bar{g} \cdot [\bar{y}] \quad (2c.6.1)$$

Der Elastizitätsmodul in dieser Richtung  $\bar{E}(Y)$  ergibt sich dann als Integral über die Häufigkeit des Vorkommens der Orientierung  $\bar{g}$ ,  $f(\bar{g})$  als:

$$\bar{E}(Y) = \int E(hkl) \cdot f(\bar{g}) d\bar{g} \quad (2c.6.2).$$

Die Lage jedes Kristalliten im Raum läßt sich durch drei Winkel  $\alpha\beta\gamma$  beschreiben, wobei die röntgenographisch gemessenen Polfiguren  $P_{hkl}$  einer zweidimensionalen Projektion der dreidimensionalen Orientierungsverteilungsfunktion  $f(\alpha\beta\gamma)$  entsprechen:

$$P_{hkl}(\alpha\beta) = \frac{1}{2\Pi} \int f(\alpha\beta\gamma) d\gamma \quad (2c.6.3)$$

Sowohl die Verteilungsfunktion  $f(g)$  als auch die Polfiguren  $P_{hkl}$  lassen sich in Reihen

$$\text{entwickeln: } P_{hkl}(\alpha\beta) = \sum_{l=0}^L \sum_{n=0}^l F_l^n(hkl) k_l^n(\alpha\beta) \quad (2c.6.4)$$

$$f(\bar{g}) = \sum_{l=0}^L \sum_{m=0}^l \sum_{n=0}^l C_l^{mn} T_l^{mn}(\bar{g}) \quad (2c.6.5).$$

Die  $k$  sind hier die Kugelfunktionen und die  $T$  die verallgemeinerten Kugelfunktionen. Setzt man diese beiden Ausdrücke in die ursprüngliche Gleichung (2c.6.3) für die  $P_{hkl}$  ein, so erhält

man ein Gleichungssystem für die gesuchten Koeffizienten  $C$ :

$$F_l^n(hkl) = \frac{4\Pi}{2l+1} \sum_{m=0}^l C_l^{mn} k_l^{mn}(hkl) \quad (2c.6.6)$$

Selbstverständlich kann man auch  $E(hkl)$  wie (2c.6.5) in eine Reihe entwickeln:

$$E(hkl) = E(\vec{g}, \vec{y}) = \sum_{l=0}^p \sum_{m=0}^l \sum_{n=0}^l e_l^{mn}(\vec{y}) T_l^{mn}(\vec{g}) \quad (2c.6.7)$$

Setzt man nun die Gleichungen (2c.6.7) und (2c.6.5) in den Ausdruck (2c.6.2) für  $\bar{E}(Y)$  ein, so erhält man:

$$\bar{E}(Y) = \sum_{l=0}^p \sum_{m=0}^l \sum_{n=0}^l \frac{e_l^{mn}(\vec{y}) C_l^{mn}}{2l+1} \quad (2c.6.8).$$

Somit kann man den Elastizitätsmodul, einen Tensor vierter Stufe ( $p=4$ ) durch eine Summation relativ weniger Glieder aus den gemessenen Polfiguren  $P_{hkl}(\alpha\beta)$  errechnen [4EL].

## 2c.7 Röntgentexturanalyse

Aus den gemessenen Polfiguren läßt sich auch die Textur direkt ermitteln.

Die Textur eines polykristallinen Materials ist durch die Orientierungsverteilung  $f(\vec{g})$  bestimmt, die sich wie folgt ergibt:

$$\frac{dV_{\vec{g}}/V}{d\vec{g}} = f(\vec{g}) = f(\varphi_1, \phi, \varphi_2), \quad (2c.7.1)$$

wobei  $dV_{\vec{g}}/V$  der Volumenanteil von Kristallen mit Orientierung  $\vec{g}$  im Orientierungselement  $d\vec{g}$  ist und die  $\varphi_1, \phi, \varphi_2$  die Eulerwinkel sind.

Oft ist es empfehlenswert, die Schärfe der Textur durch einen Zahlenwert zu charakterisieren, wobei eine Möglichkeit hierzu der Texturindex  $J$  ist:

$$J = \oint [f(\vec{g})]^2 d\vec{g} \quad 1 \leq J \leq \infty \quad (2c.7.2)$$

$f(\vec{g})$  hängt, wie im vorigen Kapitel besprochen, mit den gemessenen Polfiguren  $P_{(hkl)}(\vec{y})$  gemäß

$$P_{(hkl)}(\vec{y}) = \frac{1}{2\Pi} \int_{\vec{h} \parallel \vec{y}} f(\vec{g}) d\psi \quad (2c.7.3)$$

zusammen und läßt sich aus diesen beispielsweise wie dort (siehe oben) beschrieben durch Reihenentwicklung ermitteln [5R].

## 2c.8 Linienprofilanalyse mit Synchrotron- Röntgenstrahlen

Die Linienprofilanalyse bietet die Möglichkeit, aus der Verbreiterung der Bragg-Reflexe die Domänengrößen (Subkorngrößen), Mikrodehnungen und Defektwahrscheinlichkeiten zu bestimmen [1-8S, 7MV, 5R]. Sie stellt besonders bei hohen Verformungen, wo viele Gefügedetails so eng neben- und übereinander liegen, daß sie nicht mehr gut aufgelöst werden können, eine wertvolle Ergänzung zu den TEM-Ergebnissen dar.

Es bietet sich also neben der Phasen- und Texturanalyse auch die Möglichkeit, aus der Form der Röntgenlinien Aussagen über das Gefüge zu machen.

Ein unendlich ausgedehnter perfekter Einkristall zeigt unter optimalen Meßbedingungen sehr scharfe Röntgenlinien, da die Bragg'sche Gleichung  $n \cdot \lambda = 2 \cdot d_{hkl} \cdot \sin \Theta_{hkl}$  ( $n=1,2,3,\dots$ ;  $\lambda$ =Wellenlänge der Röntgenstrahlung;  $d_{hkl}$ =Netzebenenabstand der Ebene  $hkl$ ;  $\Theta_{hkl}$ =Winkel zwischen ein- bzw. ausfallendem Strahl und der Netzebenenschar) nur für ganz bestimmte Winkel  $\Theta$  erfüllt ist.

Bei Verzerrungen des Gitters durch Mikrospannungen oder bei entsprechend kleinen Kristalliten gilt diese Gleichung nicht mehr exakt, was zu einer Verbreiterung der Linien führt.

Die Verbreiterung der Linien kann symmetrische Anteile haben, die auf die Teilchengröße (Cauchyanteil), die Mikrodehnung (Gaußanteil) [6S] und Stapelfehler (fcc, bcc) schließen lassen. Asymmetrische Anteile kommen von Zwillingen (bcc) oder tetragonaler Verzerrung, während Verschiebungen der Linienlagen auf Eigenspannungen I. und II. Art und Stapelfehler (fcc) zurückgeführt werden können.

Der Grundgedanke der Linienprofilanalyse ist es, die Linienverbreiterung in ihren Gauß- und Cauchyanteil zu zerlegen, da die Mikrodehnungen mit ersterem und die Teilchengrößen mit letzterem korreliert sind [1S, 2S].

Hat man die Möglichkeit, die Profilanalyse am Synchrotron durchzuführen, so kann man unter optimalen Bedingungen arbeiten, da der Strahl mit hoher Intensität mit einer sehr genau definierten Wellenlänge nahezu ideal parallel einfällt und sich dadurch eine sehr geringe gerätebedingte Linienverbreiterung ergibt. Außerdem entfällt die bei Röntgenröhren notwendige Korrektur für  $k_{\alpha_2}$ .

Für die Auswertung der Messungen wurde nach ausgiebiger Erprobung verschiedener Verfahren das im Internet frei zugängliche Programm MAUD [1SO, 3S, 4S, 5S, 6S, 8S] gewählt.



Es handelt sich hierbei um eine Rietveld Methode [1S, 2S, 7S], die mit einer Fourier-Analyse gekoppelt ist, wobei, abgesehen von quantitativer Phasenanalyse, die Kristallitgrößen und die Mikroeigenstressungen unter Einbeziehung der Anisotropie mit Hilfe der Methode von N.C. Popa [3S, 4S, 5S] angepaßt werden.

Durch Umkehr des Warren-Averbach Verfahrens für die einzelne Linie werden hierbei die Parameter für die Pseudo-Voigt Funktionen ermittelt, die an die experimentellen Daten angepaßt werden [3S].

Im folgenden möchte ich die Methode kurz nach [5R] skizzieren.

Die Halbwertsbreite (full width at half maximum)  $FWHM$  eines Beugungsreflexes läßt sich als Funktion des Winkels  $2\Theta$  zwischen einfallendem und gebeugtem Röntgenstrahl mit Hilfe von drei anzupassenden Parametern  $U$ ,  $V$ ,  $W$  beschreiben:

$$FWHM^2 = U \tan^2\Theta + V \tan\Theta + W \quad [\text{Caglioti et al. 1958}] \quad (2c.8.1),$$

wobei der Beugungsreflex selbst durch eine pseudo-Voigt (pV) Funktion angenähert werden kann. Der Lorenz-Anteil  $\eta$  ist eine Funktion von  $2\Theta$ :

$$\eta = C + D \cdot (2\Theta) \quad (2c.8.2)$$

(Luterotti et al. 1990), wobei die Konstanten  $C$  und  $D$  ebenfalls anzupassen sind.

Die analytische Funktion, die das Profil modelliert  $Y_c(2\Theta)$ , kann somit wie folgt dargestellt werden:

$$Y_c(2\Theta) = [F * (I * A)](2\Theta) \quad (2c.8.3),$$

wobei  $*$  eine Faltung bedeutet,  $F$  der wahre Beitrag zur Linienverbreiterung ist (also jener der vom Gefüge und nicht von der Meßapparatur verursacht wird),  $I$  dem symmetrischen Anteil der instrumentellen Auflösungsfunktion und  $A$  der Profil-Asymmetrie entspricht.

Die Fourierkoeffizienten  $A_L$  von  $F$  (wahrer Beitrag zur Linienverbreiterung) lassen sich als Produkt von kristallitgrößenabhängigen Beiträgen  $A_L^S$  und solchen die von den Gitterverzerrungen abhängig sind  $A_L^D(h_0)$  berechnen:

$$A_L = A_L^S \cdot A_L^D(h_0) \quad (\text{Warren et Averbach 1950}) \quad (2c.8.4).$$

Hierbei ist  $h_0$  die Ordnung der Beugung und  $L = n \cdot d_{hkl}$  ( $n$  ist die Zahl der Harmonischen und  $d_{hkl}$  der Gitterebenenabstand). Für  $L \rightarrow 0$  gilt:

$$A_L \cong A_L^S \cong e^{-\frac{L}{\bar{M}}} \quad (\text{Nandi et al. 1984}) \quad (2c.8.5),$$

wobei  $\bar{M}$  die mittlere Kristallitgröße ist, welche sich einfach aus der Anfangssteigung dieser

$$\text{Kurve } A_L \cong 1 - \frac{L}{M} \quad (2c.8.6)$$

berechnen läßt.

Der Verzerrungsterm  $A_L^D$  ergibt sich näherungsweise als

$$A_L^D \cong e^{-2\Pi^2 \langle \varepsilon_L^2 \rangle L^2 / d_{hkl}^2} \quad (\text{Warren 1969}) \quad (2c.8.7),$$

wobei  $\langle \varepsilon_L^2 \rangle$  die mittlere quadratische Dehnung oder Mikrodehnung ist.

Für die Berechnung der Mikrodehnung wird üblicherweise  $L = \frac{\bar{M}}{2}$  gewählt (Nandi et al. 1984), womit dann aus (2c.8.5) folgt:

$$A_{\bar{M}/2} = A_{\bar{M}/2}^S \cdot A_{\bar{M}/2}^D = \exp \left[ - \left( \frac{1}{2} + \frac{\Pi^2 \cdot \langle \varepsilon_{\bar{M}/2}^2 \rangle \cdot \bar{M}}{2d_{hkl}^2} \right) \right] \quad (2c.8.8),$$

was bedeutet, daß der Koeffizient  $F$  (wahrer Beitrag zur Linienverbreiterung, siehe 2c.8.3) als Funktion von  $\bar{M}$  (mittlere Kristallitgröße) und  $\langle \varepsilon_L^2 \rangle$  (Mikrodehnung) dargestellt werden kann.

Durch die Einführung eines iterativen Anpassungsalgorithmus folgt dann für die Fouriertransformierte der pseudo-Voigt (pV) Funktion:

$$\left. \frac{dT_{pV}}{dL} \right|_{L=0} = -\frac{1}{\bar{M}} \quad (23) \quad \text{und} \quad T_{pV}(L = \bar{M}/2) = \exp \left( -\frac{1}{2} - \frac{\Pi^2 \cdot \langle \varepsilon_{\bar{M}/2}^2 \rangle \cdot \bar{M}}{2d_{hkl}^2} \right) \quad (2c.8.9)$$

Die analytische Form von (2c.8.9) wird wie folgt eingeführt:

$$T_{pV}(L) \propto \left[ (1 - \eta)(\Pi / \ln 2)^{1/2} \cdot e^{-\Pi^2 \sigma^2 L^2 / \ln 2} + \eta \cdot \Pi \cdot e^{-2\Pi \sigma L} \right] \quad (2c.8.10),$$

$$\text{wobei } \sigma = \frac{2}{\lambda} \left[ \sin(\Theta_B + \frac{\omega}{2}) - \sin(\Theta_B) \right] \quad (2c.8.11),$$

$\Theta_B$  dem Maximum des Reflexes,  $\lambda$  der Wellenlänge und  $2\omega$  der Halbwertsbreite FWHM entspricht.

Somit können aus den letzten drei Gleichungen (2c.8.9, 10, 11) die Parameter  $\omega$  und  $\eta$  der pseudo-Voigt Funktion durch die Gefügeeigenschaften  $\bar{M}$  und  $\langle \varepsilon_{\bar{M}/2}^2 \rangle$  dargestellt werden.

Dadurch ist es möglich, nachdem die instrumentelle Auflösungsfunktion mit einer Standardprobe gemessen wurde,  $F$  (wahrer Beitrag zur Linienverbreiterung) durch zwei Fitparameter, die in direktem Zusammenhang mit dem Gefüge stehen, zu beschreiben.

Anisotropen Domänengrößen oder Mikrodehnungen kann durch die Einführung von Tensoren zweiter Stufe Rechnung getragen werden:

$$\bar{M}(h_1, h_2, h_3) = \sqrt{\frac{\sum_{i,j} \bar{M}_{ij}^2 h_i h_j}{\sum_{i,j} \delta_{ij} h_i h_j}}, \quad (2c.8.12)$$

$$\langle \varepsilon_{M/2}^2 \rangle(h_1, h_2, h_3) = \sqrt{\frac{\sum_{i,j} \langle \varepsilon_{M/2}^2 \rangle h_i h_j}{\sum_{i,j} \delta_{ij} h_i h_j}}, \quad (2c.8.13)$$

wobei gilt:  $\delta_{ij} = 0$  für  $\bar{M}_{ij} = 0$  (2c.8.12) bzw.  $\langle \varepsilon_{M/2}^2 \rangle_{ij} = 0$  (2c.8.13),  $\delta_{ij} = 1$  für alle anderen Fälle.

Dabei ergibt sich nach [3S (12)] für die Domänengröße  $M$  im kubischen Fall die folgende Reihenentwicklung:

$$\langle M_h \rangle = M_0 + M_1 K_4^1(x, \varphi) + \dots \quad (2c.8.14)$$

$M_0$  wird vom Programm MAUD angepaßt und ist als erstes Glied der Reihe der Durchmesser der in erster Näherung sphärisch angenommenen Domäne,  $M_1$  wird ebenso angepaßt und gibt die Abweichung vom isotropen Fall an, wobei sich  $K_4^1(x, \varphi)$  im kubischen Fall durch

$$K_4^1(x, \varphi) = 0,3046972 P_4^0(x) + 0,3641828 P_4^4(x) \cos(4\varphi) \quad (2c.8.15)$$

ergibt [4S, 35].

$$P_4^0(x) = \frac{3}{\sqrt{2}} \left( \frac{3}{8} - \frac{15x^2}{4} - \frac{35x^4}{8} \right), P_4^4 = \frac{\sqrt{8!} \cdot 3}{\sqrt{2} \cdot 2^4 4!} \cdot (1 - 2x^2 + x^4) \quad (\text{normierte})$$

Legendrefunktionen)

$$x = \cos \Phi = \frac{l}{a_0 H} = \frac{l}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}, \quad \varphi = \arctan(k/h)$$

Die Mikrodehnungen werden wie folgt angegeben, wobei die  $E_1$  und  $E_2$  anzupassende Parameter sind [3S (13)]:

$$\langle \varepsilon_{hh}^2 \rangle E_H^4 = E_1(h^4 + k^4 + l^4) + 2E_2(h^2 + k^2 + l^2) \quad (2c.8.16)$$

Die vom Programm in der derzeitigen Form verwendeten Parameter sind allerdings

$$e_0 = \sqrt{E_1} \cdot \text{sign}(E_1) \text{ beziehungsweise } e_1 = \sqrt{E_2} \cdot \text{sign}(E_2), \quad E_H = a_0 H = \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}.$$

Nach Warren [6R] tragen drei Arten von planaren Defekten zur Verschiebung, anisotropen Verbreiterung und der Asymmetrie der Reflexe bei, nämlich intrinsische-, extrinsische Stapelfehler und Zwillinge.

Deren Wahrscheinlichkeiten werden als  $\alpha'$  (intrinsische Stapelfehlerwahrscheinlichkeit),  $\alpha''$  (extrinsische Stapelfehlerwahrscheinlichkeit) und  $\beta$  (Zwillingswahrscheinlichkeit)

bezeichnet. Das heißt z.B.  $\alpha'$  ist die Wahrscheinlichkeit einen intrinsischen Stapelfehler zwischen zwei Gitterebenen zu finden bzw.  $1/\alpha'$  ist die durchschnittliche Anzahl ungestörter Gitterebenen zwischen zwei intrinsischen Stapelfehlern.

Diese planaren Defektwahrscheinlichkeiten  $\alpha'$ ,  $\alpha''$  und  $\beta$  sind mit der Verschiebung  $\Delta(2\Theta)$ , der anisotropen Verbreiterung  $\frac{1}{D_{eff}}$  und der Asymmetrie  $y_2 - y_1$  der Defekte durch

die folgenden vier Gleichungen verbunden [3S], die in [6R] abgeleitet werden:

$$\Delta(2\Theta) = \frac{90\sqrt{3}(\alpha' - \alpha'') \tan \vartheta}{\Pi^2 h_0^2 (u + b)} \sum_b (\pm L_0) \quad (2c.8.17)$$

$$\frac{1}{D_{eff}} = \frac{1}{D} + \frac{[1,5(\alpha' + \alpha'') + \beta]}{ah_0(u + b)} \sum_b |L_0| \quad (2c.8.18)$$

$$y_2 - y_1 = \frac{2Ab(4,5\alpha'' + \beta)}{\sqrt{3}\Pi(u + b)} \pm \frac{L}{|L_0|} \frac{1}{c_2 x_2} \quad (2c.8.19)$$

$$c_2 = 1 + \left\{ \frac{\lambda}{4\Pi D_{eff} [\sin(\vartheta_0 + x_2) - \sin \vartheta_0]} \right. \quad (2c.8.20)$$

Die Parameter  $\alpha'$ ,  $\alpha''$  und  $\beta$  werden vom Programm MAUD angepaßt und die Gesamtdefektwahrscheinlichkeit ergibt sich nach [8S] als  $1,5 \cdot (\alpha' + \alpha'') + \beta$ .

## 2c.9 Temperaturabhängige Messung des elektrischen Widerstands

Zur Charakterisierung des Gefüges sind auch elektrische Widerstandsmessungen bei unterschiedlicher Temperatur sinnvoll, da der Restwiderstand nahe 0 K hauptsächlich von Zwischengitteratomen, Versetzungen und Korngrenzen bestimmt ist, während der temperaturabhängige phononische Anteil von den Volumenanteilen der jeweiligen Phasen und von inneren Spannungen bestimmt wird [1E], wodurch sich diese Beiträge dann unterscheiden lassen.

Ziel dieser Untersuchungen war es, Strukturunterschiede der Gitterdefekte zu detektieren, um Aussagen über die Phasenzusammensetzung oder die Spannungszustände machen zu können. Zum elektrischen Widerstand von Metallen tragen unterschiedliche Streumechanismen mit verschiedener Temperaturabhängigkeit bei.

Bei tiefen Temperaturen (4,2 K, flüssiges Helium) sind Stöße der Elektronen mit Fremdatomen (substitutionelle oder interstitielle Legierungselemente) und mechanischen Gitterbaufehlern (Defekte, Korngrenzen) dominant. Bei Zimmertemperatur sind hingegen die

Wechselwirkungen der Elektronen mit Gitterphononen vorherrschend, die von der Kristallstruktur und von den Bindungskräften abhängen.

Idealisiert läßt sich der elektrische Widerstand als die Summe eines temperaturabhängigen phononischen Anteils ( $\rho_l(T)$ ) und eines, der durch Streuung an statischen Defekten zustande kommt ( $\rho_i$ ), annehmen [3-5F]:

$$\text{Mathiesen-Regel: } \rho(T) = \rho_l(T) + \rho_i \quad [5F]$$

Da bei sehr tiefen Temperaturen der Beitrag der Gitterschwingungen vernachlässigbar wird, entspricht der bei 4,2 K gemessene Widerstandswert im wesentlichen  $\rho_i$ ,  $\rho_l(T)$  läßt sich als Differenz zu  $\rho(T)$  berechnen.

Bei der Messung des elektrischen Widerstandes von 4,2 K bis 292 K läßt sich die Veränderung des phononischen Anteils (hauptsächlich durch eventuelle Phasenumwandlung und die Veränderung der inneren Spannungen) mit der des Gitterdefektanteils (Fremdatome, Versetzungen, Korngrenzen) vergleichen.

## 2c.10 Thermospannung

Auch die Thermospannung (TEP), also die Spannungsdifferenz, die sich zwischen den Kontaktstellen zweier Metalle ausbildet, wenn diese auf unterschiedlichen Temperaturen gehalten werden, ist ein Kennwert, der sehr sensibel auf Gefügeveränderungen reagiert [4D, 6D, 1E].

Es bildet sich also ein elektrisches Feld  $\vec{E}$  in Gegenwart eines Temperaturgradienten  $\vec{\nabla}T$  unter der Voraussetzung eines verschwindenden Nettostromes  $j=0$ , wobei der Proportionalitätsfaktor  $S$ , ein Tensor 2. Stufe, als Seebeck-Koeffizient bezeichnet wird [2E]:

$$\vec{E} = S\vec{\nabla}T$$

Für eine mikroskopische Theorie des Seebeck-Effekts [3E] kann man von einer lokalen Elektronendichte-Verteilungsfunktion

$$f_0(\varepsilon) = (1 + \exp[\beta(\varepsilon - \mu)])^{-1} \quad (2c.10.1)$$

mit  $\beta = (k_B T)^{-1}$  und  $T = T(\vec{r})$  ausgehen, wobei  $T(\vec{r})$  die ortsabhängige Temperatur ist und  $\varepsilon(\vec{k})$  das Energieband, in dem sich die Elektronen bewegen ( $\vec{k}$  = Wellenvektor).

Für den Nichtgleichgewichtszustand kann man den folgenden störungstheoretischen Ansatz machen:  $f(\vec{k}) = f_0(\varepsilon) + \Phi(\vec{k})(-df_0/d\varepsilon)$  (2c.10.2)

Die Funktion  $\Phi(\vec{k})$  kann durch Lösen der Boltzmann-Transportgleichung ermittelt werden. Bei der Relaxationszeit-Näherung geht man davon aus, daß der Kollisionsoperator  $C$  durch seine Eigenfunktion angenähert werden kann:

$$C\Phi(\vec{k}) = (-df_0/d\varepsilon)\Phi(\vec{k})/\tau(\vec{k},T) \quad (2c.10.3),$$

wobei  $\tau(\vec{k},T)$  die Relaxationszeit ist, also die Zeit, die das System benötigt, um ins thermodynamische Gleichgewicht zu kommen.

Um die Elektronendiffusion zu beschreiben, die durch den Temperaturgradienten herbeigeführt wird, kann man die Funktion

$$W(\varepsilon) = W_0 \int dS_e \vec{v}^2 / |\vec{\nabla} \varepsilon| \quad (2c.10.4)$$

eingeführen, wobei über eine Oberfläche konstanter Energie integriert wird und  $\vec{v}$  die Elektronengeschwindigkeit ist.

In der Relaxationszeit-Näherung ergibt sich dann unter Verwendung der Funktionen

$$K_m(T) = \int_{\varepsilon_{\min}}^{\varepsilon_{\max}} d\varepsilon (-df_0/d\varepsilon)(\varepsilon - \mu)^m \tau(\varepsilon, T) W(\varepsilon) \quad (2c.10.5),$$

wobei  $\mu$  das chemische Potential ist, für den Seebeck-Koeffizienten  $S$ :

$$S = -\frac{1}{eT} \frac{K_1(T)}{K_0(T)} \quad (2c.10.6),$$

mit der Elementarladung  $e$ .

In Metallen brauchen nur Elektronen, deren Energie dem chemischen Potential entspricht, berücksichtigt werden, was die Berechnung der Funktionen  $K_0$  und  $K_1$  deutlich vereinfacht:

$$K_0(T) = e^{-2} \sigma(\mu, T), \quad K_1(T) = \frac{\Pi^2 (k_B T)^2}{3 e^2} \left( \frac{d\sigma}{d\varepsilon} \right)_{\varepsilon=\mu} \quad (2c.10.7)$$

mit  $\sigma(\varepsilon, T) = e^2 \tau(\varepsilon, T) W(\varepsilon)$

Bis jetzt wurden noch keine Aussagen über  $\varepsilon(\vec{k})$  gemacht; eine erste Näherung hierzu ist die

Annahme, daß sich die Elektronen als freie Teilchen verhalten:  $\varepsilon(\vec{k}) = \frac{\hbar^2}{2m} \vec{k}^2$ . Die

Zustandsdichte  $N(\varepsilon)$  ist dann konstant oder parabolisch:

$$N(\varepsilon) = N_0 |\varepsilon / \varepsilon_F|^{s-1/2}, \quad \left( s = \frac{1}{2}, 1 \right) \quad (2c.10.8),$$

wobei  $N_0$  eine Konstante ist. Die Energieabhängigkeit von  $W(\varepsilon)$  ergibt sich dann aus der Isotropie des Energiebandes mit

$$W(\varepsilon) = \left[ \left( s + \frac{1}{2} \right) m \right]^{-1} |\varepsilon| N(\varepsilon) \quad (2c.10.9),$$

wobei man noch zur Vereinfachung der Schreibweise die Funktion

$$n(\varepsilon) = \left[ \left( s + \frac{1}{2} \right)^{-1} \right] |\varepsilon| N(\varepsilon) \quad (2c.10.10)$$

einführen kann.

Für den Seebeck-Koeffizienten  $S$  erhält man somit:

$$S = -\frac{\Pi^2}{3} \left( \frac{k_B}{e} \right) k_B T \left[ \left( \frac{1}{n(\varepsilon)} \frac{dn(\varepsilon)}{d\varepsilon} \right)_{\varepsilon=\mu} + \left( \frac{1}{\tau(\varepsilon, T)} \frac{d\tau(\varepsilon, T)}{d\varepsilon} \right)_{\varepsilon=\mu} \right] \quad (2c.10.11)$$

$S$  ist also die Summe aus einem Term der nur von den elektronischen Eigenschaften des Materials abhängt (erster Term) und dem zweiten, der von der Streucharakteristik (Relaxationszeit) bestimmt wird.

## 2c.11 Kalorimetrische Messungen

Kalorimetrische Messungen können Hinweise liefern wie (thermisch) stabil das Gefüge des hochverformten Drahtes ist [4D, 6D, 1-3DS].

Die innere Energie eines Stoffes wird bei konstantem Druck als Enthalpie bezeichnet, wobei sich die Enthalpieänderung zwischen zwei Zuständen als  $\Delta H = \int c_p \cdot dT$  ergibt;  $c_p$  ist die spezifische Wärmekapazität und  $T$  die Temperatur [4DS]. Da die direkte Messung von  $c_p$

mittels eines Kalorimeters schwierig ist, wird üblicherweise der Wärmestrom  $\dot{Q}$  also die Wärmemenge pro Zeiteinheit gemessen. Sie ist mit  $c_p$  und der Probenmasse  $m$  durch die

folgende Beziehung verknüpft:  $\frac{\dot{Q}}{m} = \nu \cdot c_p$ , wobei der Proportionalitätsfaktor  $\nu$  die Heizrate des Kalorimeters ist.

Beim verwendeten Verfahren, das im Englischen differential scanning calorimetry (DSC) heißt und im Deutschen präzise als dynamische Wärmestrom Differenzkalorimetrie bezeichnet wird, besteht die symmetrisch aufgebaute Meßzelle aus einem mit Schutzgas gespülten Ofen indem sich Probe und (leerer) Referenztiegel befinden.

Während des Versuches wird der Ofen mit konstanter Heizrate geheizt, und die Temperaturdifferenz zwischen Referenz und Probe gemessen, aus welcher durch vorherige

Kalibration des Gerätes die dazu proportionale Wärmestromänderung  $\Delta \dot{Q}$  ermittelt werden kann.

### **2c.12 Dynamische mechanische Analyse (DMA)**

Diese Methode bietet die Möglichkeit, den komplexen Elastizitätsmodul eines Werkstoffes zu messen. Hierbei wird die Probe, etwa ein kurzes Stück der Saite, ein- oder beidseitig als Rundstab eingespannt und durch ein sinusförmiges Signal mit der Winkelgeschwindigkeit  $\varpi$  zu Schwingungen angeregt. Der dabei ermittelte komplexe Elastizitätsmodul  $E^*$  entspricht betragsmäßig dem Quotienten aus der Amplitude der aufgebrachten Spannung  $\sigma_A$  und der Amplitude der gemessenen Verformung  $\varepsilon_A$  [4DS]. Mit Hilfe des Phasenwinkels  $\delta$  zwischen Spannung und Verformung ergibt sich für den Real- und den Imaginärteil, also für den Speichermodul  $E'(\varpi) = |E^*| \cdot \cos \delta$  und für den Verlustmodul  $E''(\varpi) = |E^*| \cdot \sin \delta$ , wobei besonders der Verlustmodul als Materialkennwert für die Dämpfung geeignet erscheint.



### 3 Hypothese

Die Tatsache, daß es bis jetzt nur wenige Erfahrungswerte gibt, welche Faktoren für den Klang einer Geigensaite entscheidend sind, legte eine fundierte wissenschaftliche Untersuchung nahe.

Die Überlegung dabei war, daß das aus dem Austenit durch die verformungsinduzierte martensitische Umwandlung entstehende Gefüge bei der nicht umsponnenen Violin e-Saite der entscheidende Faktor ist, der den Klang beeinflusst, wobei Inhomogenitäten in der Phasenverteilung über den Querschnitt der Saite zu erwarten sind.

Als Ergänzung zu den Gefügeuntersuchungen schien eine Messung physikalischer Größen, die entweder für die akustischen Eigenschaften direkt entscheidend sind (Elastizitätsmodul,..) oder das Gefüge charakterisieren (elektrischer Widerstand, Thermospannung, Mikrodehnung, Domänengröße, Defektwahrscheinlichkeiten ...) und damit indirekt auf den Klang wirken, sinnvoll.

Außerdem war eine Messung der Klangeigenschaften der Saite ohne den Einfluß von Geige und Bogen unabhängig vom schwer faßbaren Klangempfinden der Musiker erfolgversprechend.

Die Hypothese war, daß, durch Korrelation der Klangmessungen an den Saiten mit den Aussagen der Musiker deren Klangempfinden zu quantifizieren sei und dann diese Ergebnisse mit Unterschieden des Gefüges und der physikalischen Eigenschaften in Beziehung gesetzt werden könnten.

Dadurch sollten die entscheidenden Faktoren für den Klang erkennbar werden.

In dieser Hinsicht erschien der unerwartet hohe Martensitgehalt sowie der unerwartet niedrige Elastizitätsmodul der Saiten aus Cr Ni-Stahl, letzterer auch im Hinblick auf die Textur, besonders interessant.

Änderungen des Phasenverhältnisses von Austenit zu Martensit, der Versetzungsdichte (z.B. durch Erhöhung) und im Magnetisierungszustand durch zusätzliche Magnetisierung erschienen als mögliche Gründe für die klangliche Alterung der Saite (Verschlechterung des Klanges nach langer Spieldauer).

## 4 Versuchsdurchführung

### 4a Material

Die untersuchten drei Arten von Saitendrähten bestehen aus nichtrostenden Cr-Ni Stählen vom Typus 18/8 (X10CrNi18-8 nach EN 10088, genaue Zusammensetzung Tab.4a.1), welche auch für Federn, Messer und Bleche verwendet werden [5WE]. Drähte aus diesen Legierungen finden außer als Geigensaiten auch bei Zahnregulierungen Anwendung.

Tab.4a.1: chemische Zusammensetzung, 302HLS, 302A: Herstellerangaben, 1.4310: Analyse der VA-Stahl Prüftechnik und Analytik, n.a. = nicht analysiert

<b>Chemische Zusammensetzung der Chargen</b>			
<b>Kurzname:</b>	<b>1.4310</b>	<b>302HLS</b>	<b>302A</b>
<b>Analyse: Element:</b>	<b>VA-Stahl (Massen-%)</b>	<b>Bekaert (Massen-%)</b>	<b>Bekaert (Massen-%)</b>
Cr	17,320	16,84	18,43
Si	0,300	1,01	0,68
Mo	0,320	0,27	0,109
V	n.a.	0,073	0,083
Al	n.a.	0,002	0,003
Ti	n.a.	0,005	0,004
W	n.a.	0,037	0,037
Ni	8,230	7,71	8,26
Co	n.a.	0,077	0,047
Mn	0,856	0,811	0,403
Cu	n.a.	0,386	0,308
N	0,078	0,0238	0,0423
C	0,092	0,103	0,061
P	n.a.	0,021	0,018
S	n.a.	0,006	0,004
Nb	n.a.	0,014	0,013
<b>M<sub>d30</sub> (°C)</b>	<b>3,4</b>	<b>29,6</b>	<b>22,8</b>
<b>Stapelfehlerenergie (mJ/m<sup>2</sup>)</b>	<b>25-30</b>	<b>25-30</b>	<b>25-30</b>
$M_{d30} (°C) = 413 - 462[(C+N)] - 9,2[Si] - 8,1[Mn] - 13,7[Cr] - 9,5[Ni] - 18,5[Mo]$			

Die unterschiedlichen Legierungszusammensetzungen beeinflussen die Austenitstabilität, was sich nach T. Angel [5MV] durch die in der Tab.4a.1 eingetragene M<sub>d30</sub> Temperatur ausdrücken läßt. Es handelt sich hierbei um eine nach einer empirischen Formel aus der

chemischen Zusammensetzung berechenbare Temperatur in °C bei der eine wahre Dehnung (true strain) von 0,3 (entspricht unter Vernachlässigung der Volumsdifferenz von 2-7 % zwischen den beiden Phasen einem Umformgrad  $\varphi = 0,3$ ; Definition des Umformgrades siehe Seite 45) 50 % verformungsinduzierten Martensit erzeugt. Eine tiefere  $M_{d30}$  Temperatur bedeutet also, daß der Stahl gegenüber verformungsinduzierter martensitischer Phasenumwandlung stabiler ist. 1.4310 ist dadurch resistenter gegenüber der Bildung von verformungsinduziertem Martensit als die anderen beiden Chargen. Dieser Einfluß auf die Phasenstabilität hängt auch mit der Stapelfehlerenergie  $\gamma$  dieser im unverformten Zustand austenitischen Stähle zusammen.

In der Literatur [4WE] wurden dafür die folgenden empirischen Gleichungen (4a.1-4) gefunden, wobei die Prozentsätze der Legierungselemente in Gewichtsprozent zu verstehen sind:

$$\gamma = 4 + 1,8(\%Ni) - 0,2(\%Cr) + 410(\%C) \quad (4a.1)$$

$$\gamma = 34 + 1,4(\%Ni) - 1,1(\%Cr) - 77(\%N) \quad (4a.2)$$

$$\gamma = 34 + 2,2(\%Ni) - 1,1(\%Cr) - 13(\%Si) \quad (4a.3)$$

$$\gamma = 32 + 2,4(\%Ni) - 1,2(\%Cr) - 1,2(\%Mn) \quad (4a.4)$$

Da keine Formel für alle Legierungselemente gemeinsam angegeben ist, betragen die Stapelfehlerenergien für jede der drei Chargen im Mittel 25-30 mJ/m<sup>2</sup>.

Generell sei noch angemerkt, daß keiner, der in der Literatur [1-5WE] für das austenitische Ausgangsmaterial angegebener Kennwerte (Elastizitätsmodul, mechanische-, magnetische Eigenschaften,..) den hochverformten, stark texturierten, hauptsächlich martensitischen Draht beschreibt. Die verglichenen Drähte unterscheiden sich, von der Zusammensetzung abgesehen, auch durch Hersteller und Ziehprozeß (siehe Abb.4a.2).

Tab.4a.2: Durchmesser der Ziehstufen (mm) (Die grau unterlegten Ziehstufen standen nicht zur Verfügung)

<b>Durchmesser der Ziehstufen (mm)</b>			
<b>Ziehstufe:</b>	<b>1.4310</b>	<b>302A</b>	<b>302HLS</b>
<b>0</b>	<b>1.200</b>	<b>1.100</b>	<b>0.800</b>
<b>1</b>	<b>1.090</b>	<b>1.049</b>	<b>0.748</b>
<b>2</b>	<b>1.010</b>	<b>0.964</b>	<b>0.687</b>
<b>3</b>	<b>0.936</b>	<b>0.886</b>	<b>0.631</b>
<b>4</b>	<b>0.862</b>	<b>0.814</b>	<b>0.580</b>
<b>5</b>	<b>0.795</b>	<b>0.748</b>	<b>0.533</b>
<b>6</b>	<b>0.732</b>	<b>0.687</b>	<b>0.490</b>
<b>7</b>	<b>0.675</b>	<b>0.631</b>	<b>0.450</b>
<b>8</b>	<b>0.610</b>	<b>0.580</b>	<b>0.413</b>
<b>9</b>	<b>0.550</b>	<b>0.533</b>	<b>0.379</b>
<b>10</b>	<b>0.500</b>	<b>0.490</b>	<b>0.348</b>
<b>11</b>	<b>0.450</b>	<b>0.450</b>	<b>0.320</b>
<b>12</b>	<b>0.415</b>	<b>0.413</b>	<b>0.294</b>
<b>13</b>	<b>0.382</b>	<b>0.379</b>	<b>0.270</b>
<b>14</b>	<b>0.350</b>	<b>0.348</b>	
<b>15</b>	<b>0.320</b>	<b>0.320</b>	
<b>16</b>	<b>0.300</b>	<b>0.294</b>	
<b>17</b>	<b>0.270</b>	<b>0.270</b>	

Der mit 1.4310 bezeichnete Draht stammt von Gebauer & Griller aus Linz und ist jener, aus dem derzeit die Violinsaite „Gold e<sup>2</sup> 0,270“ von Thomastik-Infeld in Wien hergestellt wird.

Er ist als warmgezogenes und geglühtes (1100°C) Vormaterial mit 1,2 mm Durchmesser und in allen nachfolgenden Kaltziehstufen (Abb.4a.2) sowie als Endprodukt mit 0,27 mm Durchmesser im aufgespulten Zustand verfügbar. Außerdem liegt vom Endprodukt noch die vergoldete Violinsaite (G) sowie der nicht aufgespulte Zustand aus der Ziehmaschine („Kopf“(K)) vor. 302HLS und 302A wurden zum Vergleich untersucht und stammen von Bekaert aus dem Stammwerk Zwevegem in Belgien. Sie werden von 0,8 mm bzw. 1,1 mm Vormaterial beginnend (was leider nicht zur Verfügung stand) bis auf ebenfalls 0,27 mm Durchmesser kaltgezogen, wobei beide Endprodukte auch in einem gerichteten Zustand (R) vorliegen, bei dem der Durchlauf durch Zickzack angeordnete Rollen die makroskopischen inneren Spannungen verringert hat. Bei 302A gibt es auch wieder einen nicht aufgespulten „Kopf“-Zustand (K) direkt aus der Ziehmaschine mit 0,27 mm Durchmesser. Charge 302A ist vernickelt, wobei die Schichtdicke etwa 1 µm beträgt.

In dieser Arbeit werden die Proben durchgängig mit einem Symbol, welches aus zwei Größen zusammengesetzt ist, gekennzeichnet. Dieses bezieht sich auf die Charge z.B. 1.4310 und den

Durchmesser der Ziehstufe in mm. 1.4310 0,732 mm ist also laut Tab.4a.2 die 6. Ziehstufe der Charge 1.4310. Die im folgenden als „Umformgrad  $\varphi$ “ bezeichnete Größe ergibt sich aus der wahren Querschnittsänderung als:

$$\varphi = 2 \cdot \ln \frac{\text{Vormaterialdurchmesser}}{\text{Ziehstufendurchmesser}}$$

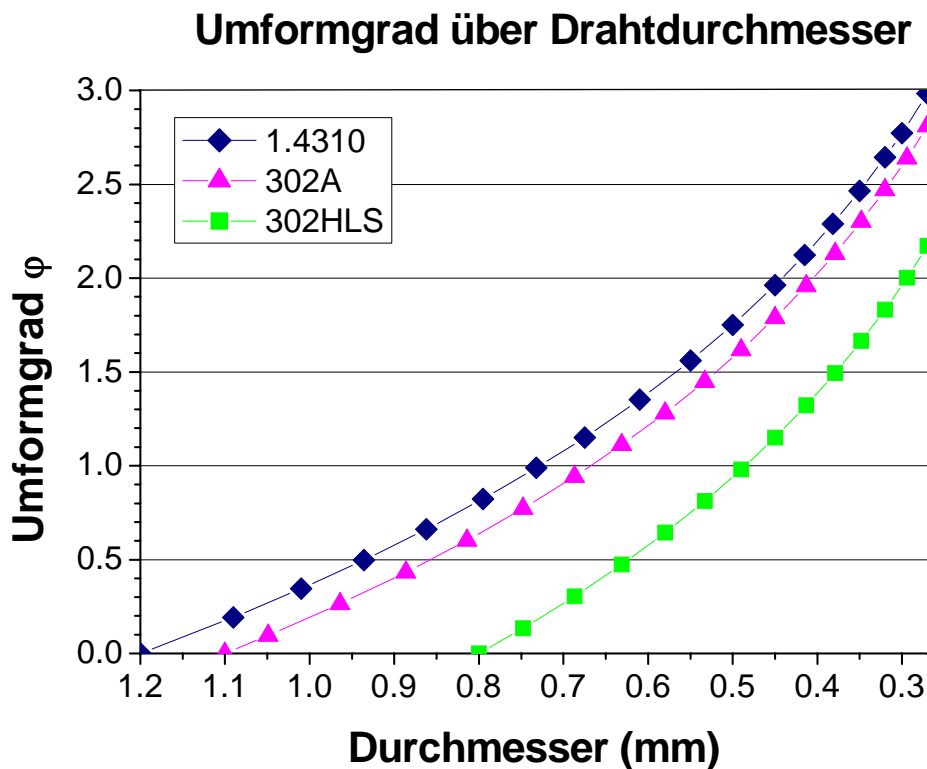


Abb.4a.1: Umformgrad als Funktion des Durchmessers für die drei Chargen von Proben

## 4b Experimentelle Methoden

### 4b.1 Mikroskopie

#### Lichtmikroskopie:

Lichtmikroskopische Untersuchungen (Zeiss Axioplan) reichen nur beim Ausgangsmaterial, und den wenig verformten Ziehstufen bis zu etwa  $\varphi = 1$  aus, um das Gefüge zu charakterisieren. Dazu wurden die Drähte eingebettet, geschliffen, poliert und kurz (5s) mit BII von Struers geätzt.

### Rasterelektronenmikroskopie:

An der TU- Berlin wurde eine EBSD Untersuchung im Rasterelektronenmikroskop an Probe 302A 0,748 mm durchgeführt, die für ein radiales Profil des Martensitgehaltes verwendet wurde. Die Abbildungen im Rasterelektronenmikroskop mit rückgestreuten und sekundären Elektronen zeigten keine wesentliche Verbesserung im Vergleich zu den lichtmikroskopischen Bildern.

### Transmissionselektronenmikroskopie:

Die feiner werdenden Gefügestrukturen der höher verformten Drähte sowie der Wunsch, auch den Beginn des Verformungsvorganges mit höherer Auflösung zu untersuchen, legten den Einsatz der Transmissions-Elektronenmikroskopie (TEM) nahe. Diese ermöglicht es, durch die hohe Auflösung, sogar Netzebenen abzubilden und hat den Vorteil, im Beugungsbild Information über Orientierungen und Phasen zu liefern.

Allerdings ist die Probenpräparation für TEM [3MD] verhältnismäßig aufwendig, da die zylinderförmige Geometrie der bis zu 270 µm dünnen Saiten ein elektrochemisches Polieren erschwert. Deshalb wurden mehrere Drähte längs nebeneinandergeklebt, bis zur Mitte abgeschliffen und mit bis zu 0,5 µm Diamantfolien poliert und dann mit einem 3 mm TEM-Probenhaltering versehen. Nach dem Umdrehen wurde auch die zweite Seite abgetragen, bis der Längsschliff durch den Draht etwa 20 µm Dicke hatte und dann in der Ionenmühle (Gatan Duomill oder Gatan PIPS) bis auf Elektronentransparenz gedünnt werden konnte.

Auch die mit dem **focus ion beam** (FIB) Gerät präparierte Probe bestand aus einem etwa 40 µm dicken, beidseitig poliertem Längsschliff. Als Halter fungierte ein kupferner Probenhaltering, von dem ein Drittel abgeschnitten worden war, um ein sichelförmiges Ringsegment zu bekommen. Auf dieses wurde der Längsschliff so aufgeklebt, daß er bis in die Mitte des Ringes ragte, mit der schmalen Stirnfläche parallel zu einer Linie durch die beiden „Sichelspitzen“. Die waagrechte Stirnfläche der stehend eingeklemmten Probe kann dann im FIB-Gerät von oben mit dem Ionenstrahl bearbeitet werden, wobei an der gewünschten Stelle von beiden Seiten so lange Material abgetragen wird, bis nur mehr ein dünner, durchstrahlbarer Steg stehen bleibt. Die FIB-Präparation wurde bei Siemens in München in der Arbeitsgruppe von Herrn Dr. Cerva (1.4310 0,27 mm) und am ESI Leoben (302A 0,27 mm) durchgeführt.

Für die Querschnittsprobe wurde ein Bündel von Drähten in einem Watt'schen Nickelbad vernickelt und in Scheiben geschnitten, welche dann beidseitig geschliffen, poliert und

ionengedünnt wurden. Da diese aus Nickel und Stahldrahtscheibchen bestehenden Proben sehr instabil sind, wurde sie zwischen zwei Kupfernetzchen ins TEM eingeschleust.

Die verwendeten Elektronenmikroskope waren vom Typ JEOL JEM-200CX (200 kV), JEOL JEM-100CX (100 kV) und großteils ein Phillips FEI Technai F20 S-TWIN (200 kV), welche sich alle bei USTEM an der TU- Wien befinden.

Die Indizierung der Beugungsbilder erfolgte mit Hilfe des Programms EMS On Line [2SO].

#### **4b.2 Phasenanalyse mittels magnetischer Messungen**

Da die Phasenanalyse im TEM-Beugungsbild nur eine ganz bestimmte kleine Probenstelle charakterisiert und außerdem nicht leicht zu quantifizieren ist, schien eine Messung des Gehaltes an Martensit auf magnetischem Weg sinnvoll.

Diese wurden bei der Voest-Alpine Mechatronics in Linz durch Herrn Dr. Angerer in einem selbst gebauten Gerät, das die Sättigungspolarisation der Probe mißt, durchgeführt.

Das Meßverfahren ist jenes der Momentspule nach Weberberger, wobei die Kalibrierung durch Mößbauer-Effekt Untersuchungen, der jeweils am höchsten verformten Probe jeder Charge erfolgte.

#### **4b.3 Phasenanalyse mittels Mößbauereffekt**

Diese Messungen, die von Herrn Prof. Walter Steiner auf seiner Anlage am Institut für Festkörperphysik der TU- Wien durchgeführt wurden, dienten dazu, das Magnetoskop (siehe voriger Absatz) kalibrieren zu können, da die untersuchten Werkstoffe üblicherweise im austenitischen Zustand vorliegen und es deshalb weder Literaturdaten, noch eine Probe gab, von der man sicher sein konnte, daß sie zu 100 % martensitisch sei.

Die Messung erfolgte in Transmission mit einer <sup>57</sup>Co-Quelle in Rhodium und einem 512-Kanal Analysator mit 0,02 mm/s Auflösung pro Kanal.

#### Probenpräparation

Als Proben dienten, ähnlich wie für das TEM beidseitig mechanisch dünn geschliffene Drähte, um in Transmission messen zu können [3MD]. Hierbei wurden auf einer Fläche von etwa 1,7 cm im Quadrat entsprechend viele Drahtstückchen nebeneinander auf ein durchsichtiges Kunststoffplättchen geklebt und mit Schleifpapier bis zur Hälfte abgetragen und mit Körnung 4000 poliert. Nach dem Aufkleben eines zweiten Plättchens auf die polierte Seite, dem Abtragen von Plättchen 1 und dem Dünnen der zweiten Seite wird auch diese poliert. So entstehen die für die Messung in Transmission nötigen etwa 20 µm dünnen Plättchen.

Bei dieser Präparationsmethode besteht prinzipiell die Gefahr durch das Schleifen zusätzlichen Martensit zu erzeugen und durch die Veränderung der Geometrie der Drähte (aus Zylindern werden dünne Latten) eine bei den Drähten vorhandene martensitärmerere Oberflächenschicht zu unterrepräsentieren, was beides die Ergebnisse zu höheren Martensitgehalten verschieben würde. Ersteres erscheint durch die ausschließliche Verwendung der am höchsten verformten Drähte, bei denen die zusätzliche Verformung durch das Schleifen gegenüber der durch das Drahtziehen gering ist, vernachlässigbar, letzteres durch eine bei den Restaustenitanalysen mit Synchrotron- und Röntgenstrahlung festgestellte geringe Dicke der Randschicht in der Größenordnung von unter 10  $\mu\text{m}$  nicht von großem Einfluß. (Wie man sich leicht überzeugen kann, beträgt der diesbezügliche Fehler bei einem 100 % martensitischen Draht mit 270  $\mu\text{m}$  Durchmesser, dessen Oberflächenschicht von 10  $\mu\text{m}$  Dicke 100 % austenitisch ist ca. 7 %; in der Praxis wird der Fehler etwa halb so groß sein und ist somit mit der Meßunsicherheit des Verfahrens vergleichbar.)

#### **4b.4 Röntgenographische Phasenanalyse**

Diese Messungen dienen zur Phasenanalyse an der Drahtoberfläche, um die Phasenzusammensetzung in diesem Bereich zu messen, in dem üblicherweise die höchste Wärme im Umformprozeß generiert wird, welche die Martensitbildung hemmt, obwohl dort die höchsten Schubspannungen herrschen. Die Experimente wurden im „Labor für Kristallographische Analytik Dr. Göbel“ in München, großteils von Frau Dr. Ulrike Hermeking-Göbel durchgeführt, die folgende kurze Beschreibung des Versuchsaufbaus und der Auswertemethode sind aus Ihrem Bericht übernommen:

Die Röntgenbeugungsuntersuchungen erfolgten an einem Bragg-Brentano-Diffraktometer (Abb.4b.4.1) mit einer für Stahlproben geeigneten Wellenlänge. Um störende Einflüsse durch diffuse Fluoreszenzstrahlung zu vermeiden, wurde mit Cr-K $\alpha$ -Strahlung (Wellenlänge  $\lambda_{\text{Cr-K}\alpha 1} = 2,28970 \text{ \AA}$ ,  $\lambda_{\text{Cr-K}\alpha 2} = 2,29361 \text{ \AA}$ ) gearbeitet. Der divergente Strahlengang ist in Abb.1. dargestellt.



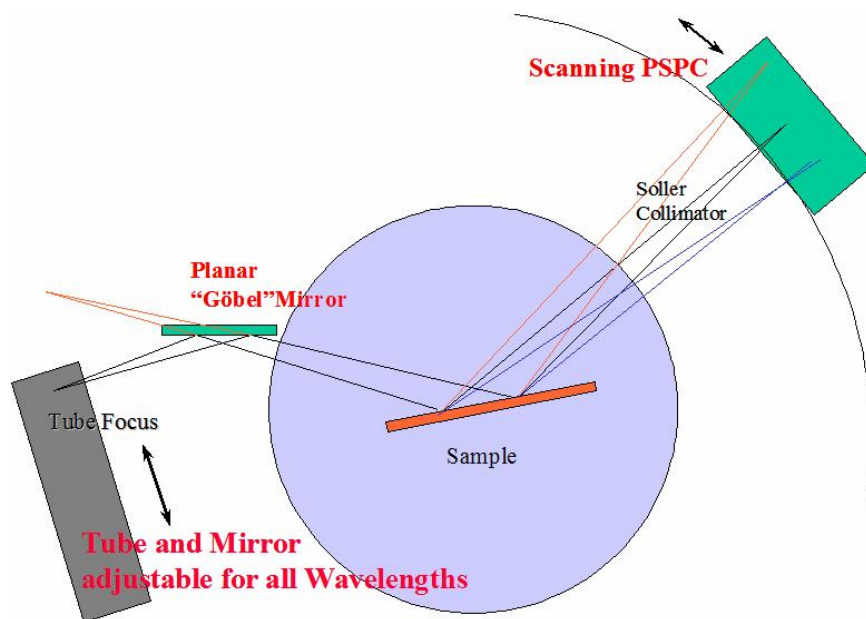


Abb.4b.4.1: Bragg-Brentano-Diffraktometer [www.goebelx-ray.de]

### Auswertung

Bei der quantitativen Phasenanalyse werden die Integralintensitäten der Phasen in Relation gesetzt. Dabei spielen aber auch Textureinflüsse, die Auswirkungen auf die Intensitäten haben, eine große Rolle. Um auftretende Textureinflüsse zu minimieren, wurden die Integralintensitäten mehrerer Reflexe (Austenit(111), Austenit(200), Austenit(220), Ferrit(110), Ferrit(200)) summiert und phasenspezifisch in Relation gesetzt.

Für die quantitative Phasenanalyse wurden alle Integralintensitäten mit dem Lorentz-Polarisations-Faktor korrigiert und auf die Phasenzusammensetzung der Mößbauer-Probe 1.4310 (bekannte Phasenzusammensetzung) bezogen.

Die analysierten Phasen waren Austenit (ICDD-Nr.: 23-0298) und Ferrit/ Martensit (ICDD-Nr.:06-0696), wobei bei Charge 302A zusätzlich Nickel (Oberflächenschicht) (ICDD-Nr.: 04-0850) gefunden wurde. Diese Nickelschicht wurde nicht in die quantitative Auswertung einbezogen.

Die Nachweisgrenze des Bragg-Brentano-Diffraktometers liegt bei ca. 0,1 %. Durch die Texturierung der Proben liegt der Fehler bei ca. 10 % im Verhältnis zu den Ergebnissen der Mößbauereffekt Messungen, die eine Meßgenauigkeit von  $\pm 3\%$  haben.

### Probenpräparation

Als Proben dienten einzelne Drähte, beziehungsweise einzelne Drähte, die elektrochemisch gedünnt wurden, wobei der in [2D] beschriebene Versuchsaufbau als Vorbild diente.

Dazu wurde der Draht (Anode) mit Hilfe einer in der Werkstätte des Instituts für Festkörperphysik gebauten Halterung aus PVC axial in ein Rohr aus rostfreiem Stahl (Durchmesser 6 cm, Länge 12 cm) eingespannt, das auch als Kathode diente.

Dieser Versuchsaufbau befand sich in einem mit einem Gemisch aus 60 % Phosphorsäure und 40 % Schwefelsäure (nach [3TE], Achtung! Schutzkleidung, Gesichtsschutz und Handschuhe erforderlich!) gefüllten 800 ml-Becherglas, welches sich zur Badbewegung im Ultraschallreiniger befand.

Die besten Resultate wurden bei geringen Gleichströmen (30 mA) und einer Kühlung des Wasserbads im Ultraschallreiniger mit Eis erzielt, da dieses sonst durch den Ultraschallreiniger zu stark erwärmt wird.

Bei konstanter Badtemperatur bleiben dann Strom und Spannung näherungsweise konstant und somit kann die voraussichtliche Dauer bis zum gewünschten Abtrag geschätzt und auf einer Zeitschaltuhr, welche die Stromzufuhr zum Netzgerät unterbricht, eingestellt werden.

Durch Inhomogenitäten im elektrischen Feldverlauf an den Enden des Stahlrohres entsteht nur in der Mitte ein gleichmäßig dünner Bereich von etwa 6 cm Länge.

#### **4b.5 Röntgenographische Texturanalyse**

Diese Messungen wurden an der TU- Berlin durch Mitarbeiter von Herrn Prof. Dr. Walter Reimers am Institut für Werkstoffwissenschaften und –technologie durchgeführt.

Die Messung erfolgte mit Co-K<sub>α</sub>-Strahlung ( $\lambda=1,78897 \text{ \AA}$ ) mittels eines Huber-Vierkreis-Diffraktometers und eines Position-Sensitive-Detectors von Mbraun mit Al-Filter.

##### Probenpräparation

Um Proben mit der nötigen Querschnittsfläche von einigen mm<sup>2</sup> herzustellen, wurden die Drähte zu einem Durchmesser von 3-4 mm mit Hilfe von Kabelbindern aus Kunststoff gebündelt, in durchsichtiges und röntgenamorphes (sonst Röntgenlinien des Füllstoffes) Epoxydharz eingebettet und im Querschnitt metallographisch geschliffen und poliert.

Um die mechanische Beeinflussung der Oberfläche zu minimieren, wurden die Proben auch noch kurz (20s) im Struers Lectupol mit dem Elektrolyt AII (von Struers) elektropoliert, nachdem durch Absägen des Einbettmittels an der Rückseite der elektrische Kontakt mit Hilfe von etwas Leitsilber hergestellt worden war (Einstellungen des Gerätes wie von der Automatik ermittelt; der Elektrolyt sollte Kühlschranktemperatur haben.).

Die mit solcherart präparierten Proben bestimmte Textur entspricht einer Mittelung über den ganzen Drahtquerschnitt und über viele Drähte, wobei sich eine geringfügige Verkippung der Einzeldrähte gegeneinander nicht immer ausschließen läßt.

## **4b.6 Linienprofilanalyse mit Synchrotron-Röntgenstrahlung**

### Versuchsdurchführung

Die Messungen wurden am HASYLAB in Hamburg an der Beamline G3 mit einer Wellenlänge von 1,788 Å und einer Schrittweite von  $0,01^\circ\Omega$  durchgeführt.

### Probenpräparation

Die meisten Proben entsprachen jenen, die für die röntgenographische Texturanalyse verwendet wurden; für die Tiefenprofile wurden Drähte verwendet, die wie in 4b.4 beschrieben elektrochemisch gedünnt worden waren. Diese sind dann mit der Zange in etwa 4 mm lange Stücke gezwickt und mit doppelseitigem Klebeband auf ein durchsichtiges Kunststoffplättchen geklebt worden, um so eine quadratische Fläche von einigen  $\text{mm}^2$  zu bilden.

Einige Proben wurden unter Argon im Abschreckdilatometer (Bähr Thermoanalyse DIL 805 A-V4) wärmebehandelt, um die (thermische) Stabilität des metastabilen Gefüges zu untersuchen. Hierbei wurde unter Verwendung des Heizringes von Raumtemperatur weg mit 40 K/min geheizt, dann die Probe für 2 min. auf der angegebenen Temperatur gehalten und schließlich mit 10 K/min abgekühlt.

### Auswertung

Für die Linienprofilanalyse wurde nach der ausgiebigen Erprobung verschiedener Verfahren (u.a. Analyse der Einzelreflexe mit Hilfe des Programms PeakFit [3SO], „whole-profile fitting“ mit dem Programm mwp [5SO]) das im Internet frei zugängliche Programm MAUD [1SO, 3S, 4S, 5S, 6S, 8S] gewählt.

## **4b.7 Thermoelektrischer Effekt**

Hält man die beiden Enden eines elektrischen Leiters, die mit einem anderen Metall in Kontakt stehen auf unterschiedlicher Temperatur, so mißt man eine elektrische Potentialdifferenz, die Thermospannung, welche sehr empfindlich gegenüber Veränderungen des Gefüges ist.

Die Messungen wurden von mir an der KU-Leuven, Fakultät für Maschinenbau, Institut für Metallurgie und Werkstoffwissenschaften bei Herrn Prof. Dr. Ludo Froyen durchgeführt.

Während der Messungen herrschte eine Raumtemperatur von  $20^\circ\text{C}$ , das kalte Ende (Pluspol) hatte eine Temperatur von  $14^\circ\text{C}$ , das warme  $24^\circ\text{C}$ . Die Klemmen bestanden aus Messing und wurden mit einem Drehmoment von 0,5 Nm angezogen.

#### **4b.8 Elektrischer Widerstand**

Die Messungen wurden von mir am Institut für Festkörperphysik bei Herrn A.o.Prof. Dr. Ernst Bauer durchgeführt.

Als Proben dienten etwa 2,8 cm lange Drahtstücke, an welche die 4 Drähte der Brückenschaltung angelötet wurden.

Da sich rostfreier Draht schlecht löten läßt, war nach dem Ausprobieren mehrerer einschlägiger Produkte nur die Verwendung des Flußmittels „stay-clean“ des Herstellers J. W. Harris Co. Inc. ([www.jwharris.com](http://www.jwharris.com)) aus den USA zielführend.

Die Meßunsicherheit ergibt sich hauptsächlich aus der endlichen Größe der Lötunkte und der damit verbundenen Unsicherheit in der Bestimmung der Meßlänge sowie in geringerem Maß aus möglichen Wärmebehandlungseffekten durch das Löten.

#### **4b.9 Differential scanning calorimery**

Die Messungen wurden in Aluminiumtiegeln unter Argon bei einer Heizrate von 20 K/min bei 2,5 mg Probengewicht auf einem Gerät vom Typ TA Instruments DSC 2920 CE durchgeführt.

#### **4b.10 Zugversuche**

Die Ermittlung der mechanischen Kennwerte erfolgten mit einer Zwick Z050 Universalprüfmaschine unter Verwendung des „Multisens“ Längenänderungsaufnehmers.

Die Einspannlänge betrug beim Großteil der Messungen 14 cm bei 10 cm Meßlänge und die Prüfgeschwindigkeit 1,5 mm/min. Bei den später durchgeführten Messungen an den Geigensaiten (Tab.5b10.1) standen längere Proben zur Verfügung, weshalb bei 25 cm Einspannlänge und 20 cm Meßlänge mit 3 mm/min gemessen wurde, um eine vergleichbare Verformungsgeschwindigkeit zu haben.

Bei der Messung von dünnen Drähten ergibt sich einerseits das Problem, daß diese entweder aus dem Spannzeug herausgezogen werden oder durch die Kerbwirkung der geriffelten Spannbacken brechen. Ersteres konnte durch die Verwendung des 20 kN Spannzeuges mit entsprechend hohen Spannkraften verhindert werden und letzteres dadurch, daß die Spannbacken mit selbstklebendem Gewebepband („tesa extra Power“) gepolstert wurden.

Die Messung des Elastizitätsmoduls erfolgte in Hysterese (Abb.5.10.2) nach Ö-Norm EN 10002-1 [1Z].

Dadurch läßt sich der Elastizitätsmodul genauer als mit der Tangentenmethode bestimmen, besonders dann, wenn die Drähte der mittleren Verformungszustände durch ihr spiralfederartiges Aussehen und die dadurch bedingten Federkräfte keinen linearen Anfangsbereich im Spannungs- Dehnungsdiagramm zeigen [1D]. Deshalb, und durch die verwendete Vorkraft, wurde der Nullpunkt der Zugversuchskurve aus dem Schnittpunkt der x-Achse (Dehnung) mit einer Tangente an die gemessene Kurve bestimmt, welche die aus der Hystereseschleife ermittelte Steigung hat.

#### **4b.11 Akustische Messungen mit dem Monocord**

Die Charakterisierung der akustischen bzw. Dämpfungseigenschaften war als Brückenschlag zwischen den Gefüge- bzw. physikalischen Eigenschaften und dem Klang geplant. Die ersten Versuche mit dem am Institut vorhandenen dynamisch mechanischen Analysegerät DMA 2980 von TA-Instruments scheiterten zuerst am seitlichen Wegrollen der runden Drähte in der Einspannung für Biegeversuche und dann am Rutschen der Drähte in der für Fasern gedachten Einspannung, dem aber erfolgreich durch eine Eigenbaulösung aus der Werkstätte des Instituts für Festkörperphysik abgeholfen werden konnte. Schließlich stellte sich aber heraus, daß durch die geringen Kräfte und die kurze Einspannlänge die erzielbaren Wege im Verhältnis zur Auflösung des Wegaufnehmers zu gering waren. Auch die Dämpfungscharakterisierung mit Hilfe eines Torsionspendels scheiterte daran, daß die verfügbaren Geräte zur Messung von massiven Blechstreifen gedacht waren und sich nicht für dünne Drähte eigneten. Deshalb erschien die Entwicklung eines Prüfstandes notwendig, bei dem die Saite, wie in der Praxis transversal schwingen kann, da der longitudinale Schwingungsmodus (DMA-Fasereinspannung) und der Rotationsmodus (Torsionspendel) beim Geigenspiel nur in geringem Maß auftreten und möglichst unterdrückt werden, da sie den Klang der Geige eher ungünstig beeinflussen. Um die Saiten akustisch ohne den Einfluß des Instruments und unabhängig vom menschlichen Ohr charakterisieren zu können wurde von Herrn A.o.Prof. Dr. Johann Wassermann ein Prüfstand (JW\_IDEE GSV1) entwickelt, dessen erste Version in Abb.4b11.1 zu sehen ist.

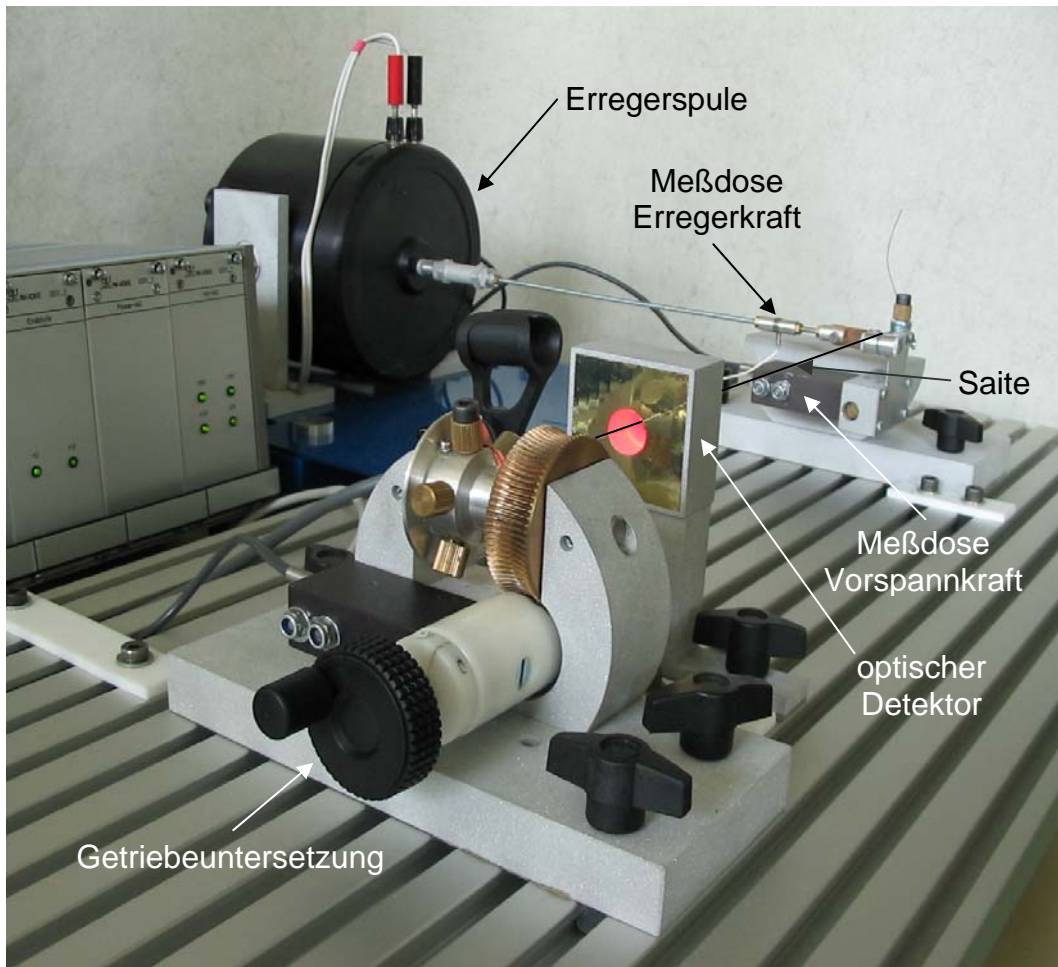


Abb.4b.11.1: Saitenprüfstand JW\_IDEE GSV1, Ausbaustufe I

Die e-Saite ist zwischen zwei Rollen im Abstand von 32,5 cm eingespannt, was der freischwingenden Länge der Saite auf der Geige entspricht und wird mittels Getriebeuntersetzung (im Vordergrund von Abb.4b.11) auf ihre Grundfrequenz von 669,3 Hz gestimmt, wobei die Einspannkraft gemessen wird.

Die Anregung erfolgt mit einem sinusförmigen Signal in einer Einspannung (Ausbaustufe I), die als dünnes Blech ausgeführt ist und quer zur Saite über die im Hintergrund sichtbare Stange durch einen Elektromagneten (Erregerspule) bewegt wird, wobei gleichzeitig die Erregerkraft gemessen wird.

Die Schwingung der Saite wird durch einen zweidimensionalen optischen Detektor gemessen, der aus einer Kombination von je einem Laserdioden- und Photodiodenarray pro Richtung besteht und längs der Saite zur Messung der unterschiedlichen Obertöne verschoben werden kann.

Das System, zu dem auch noch die nötige Analogelektronik (Spannungsversorgung, Meßverstärker,...) gehört, wird durch einen PC unter Verwendung der Soundkarte und einer Meßdatenerfassungskarte durch ein Programm in LabVIEW [4SO] gesteuert.

Dadurch ergeben sich verschiedene Betriebsmöglichkeiten.

Eine davon ist, die Übertragungsfunktion eines Teiltones zu messen, die das Verhältnis von Amplitude zu Erregerkraft in Abhängigkeit von der Frequenz beschreibt.

Die Erregerfrequenz (Sinus) wird in Schritten von 0,1 Hz verändert, wobei, um ein Verstärken des Systems durch zu hohe Amplituden zu vermeiden, diese auf  $\pm 10\%$  konstant gehalten wird.

Die Übertragungsfunktion kann dann z.B. durch ihre Halbwertsbreite charakterisiert werden und liefert somit eine Aussage, wie stark der Teilton bei einer bestimmten Amplitude gedämpft wird.

Bedingt durch die Leistung des Elektromagneten und die, durch die Ortsauflösung der Photodioden notwendigen Schwingungsamplituden, ist es nur möglich die Übertragungsfunktion für die Grundharmonische und den ersten Oberton zu messen, was allerdings keine reproduzierbaren Unterschiede zwischen den verschiedenen Saiten ergeben hat. Bei diesem Versuchsaufbau gibt es auch keine Möglichkeit, gleichzeitig die Amplitudenverhältnisse der Obertöne zueinander zu messen.

Aus diesem Grund wurde dann der Prüfstand dahingehend modifiziert, daß die Erregung mit weißem Rauschen durch einen externen Rauschgenerator und einen externen Verstärker erfolgte und die Getriebeuntersetzung zur Vorspannung motorisiert wurde (Abb.4b.11.2).

Die dadurch erzielbaren Schwingungsamplituden sind sehr klein, weshalb auf ein Laser Doppler-Interferometer als Sensor zurückgegriffen werden mußte, wobei die Positionierung des Laserstrahles auf der 270  $\mu\text{m}$  dünnen Saite so zu erfolgen hat, daß er in sich zurückreflektiert und auf den Empfänger fokussiert wird, was viel Geduld und eine ruhige Hand des Experimentators erfordert.

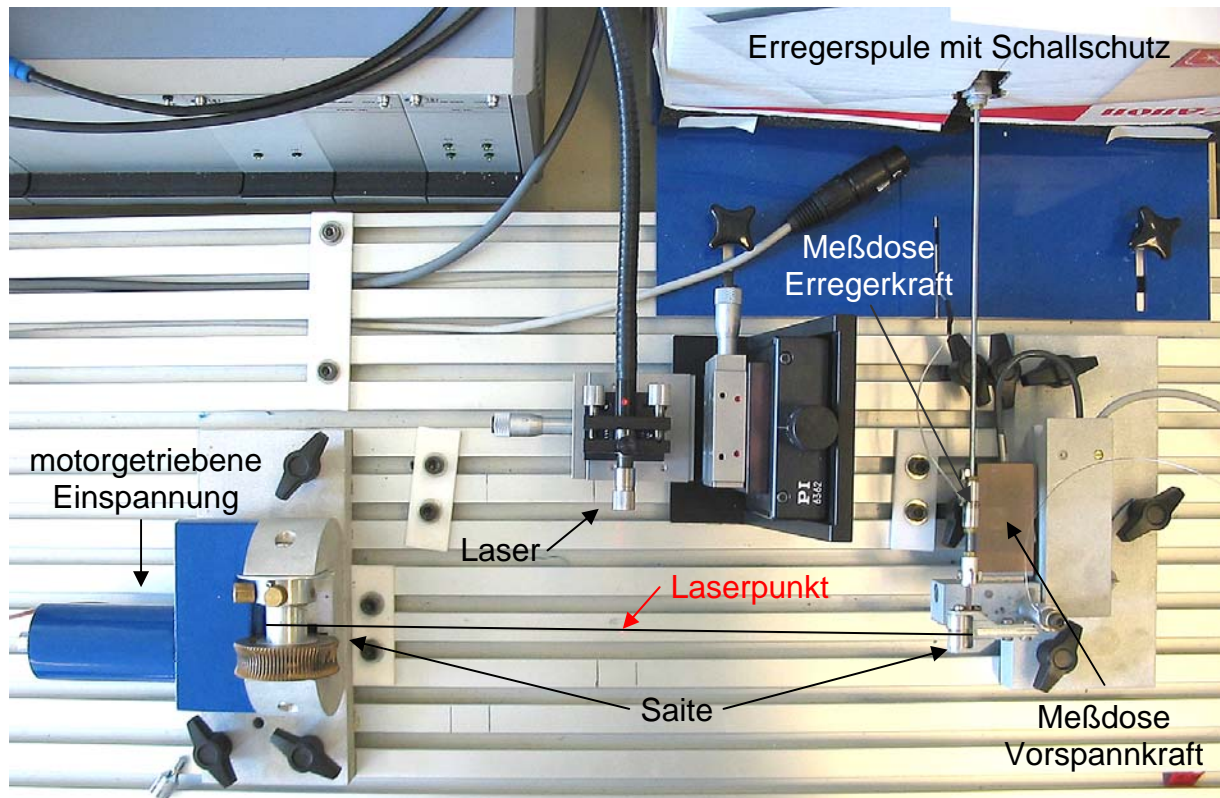


Abb.4b.11.2: Saitenprüfstand JW\_IDEE GSV1, Ausbaustufe II

Positioniert man den Laser in der Mitte der Saite, so kann man die Grundharmonische und die geradzahigen Obertöne detektieren, was den Vorteil hat, daß man Maxima miteinander vergleicht und daß die Position leicht reproduzierbar einzustellen ist.

Wählt man eine andere Position, so kann man meist alle Obertöne untersuchen, ist aber bei jeder Oberwelle unterschiedlich weit vom Schwingungsknoten entfernt, wodurch die Intensitäten der Obertöne geringer und schlechter vergleichbar sind.

Außerdem ist in der Nähe eines Schwingungsknotens das Ergebnis stark von der Position des Lasers abhängig, was dazu führt, daß die Oberwellen, deren Knoten nahe des Meßpunktes liegen, nicht reproduzierbar meßbar sind.

#### 4b.12 Dichtemessungen

Ziel der Messungen war es, einerseits für die Schwingungsexperimente die Werte für die lineare Massendichte zu liefern, und andererseits die aus der Literatur bekannte [2W] Volumszunahme in Folge der Martensitbildung für den Spezialfall der verformungsinduzierten martensitischen Umwandlung beim Kaltziehen von Cr Ni-Stählen zu untersuchen. Die Dichtebestimmung erfolgte nach dem archimedischen Prinzip unter Verwendung von destilliertem Wasser, das mit einem Tropfen Spülmittel zur Verringerung der Oberflächenspannung versetzt war. Es wurde eine digitale Präzisionswaage vom Typ



Sartorius BP211D und das entsprechende Zubehör verwendet. Als Proben dienten Drahtbündel mit einem Gewicht von etwa 4 g, und die Wassertemperatur wurde bei der Messung berücksichtigt.

# 5 Ergebnisse

## 5.1 Mikroskopie

### Lichtmikroskopie

Die folgenden Abb.5.1.1-4 illustrieren das Gefüge des Vormaterials und der Drähte nach wenigen Ziehstufen. Die Versuchsdurchführung wurde in Kapitel 4b.1 beschrieben

Da die drei verschiedenen Arten von Drähten keine signifikanten Unterschiede der Gefüge zeigten, wird hier exemplarisch das Gefüge von Probe 302HLS beschrieben.

Abb. 5.1.1 zeigt im Querschnitt die etwa 20  $\mu\text{m}$  großen Austenitkörner nach der ersten Stufe des Kaltziehprozesses, in denen schwarz angeätzt [BII, Struers] schon Zwillinge und Gleitlinien zu sehen sind. In Abb. 5.1.2 läßt die zunehmende Kaltverformung neben den Zwillingen und Gleitlinien schon deutlich mehr gekreuzte Gleitbänder erkennen, also Gebiete in denen verformungsinduzierter Martensit entstehen kann. Abb. 5.1.3 zeigt diesen dann noch deutlicher, wobei auch schon die geringer werdenden Korngrößen ins Auge fallen.

In Abb. 5.1.4 sieht man wiederum gekreuzte Linien in großer Zahl, wobei die Verringerung der Dimensionen schon allmählich die Grenzen des Lichtmikroskops erreicht.

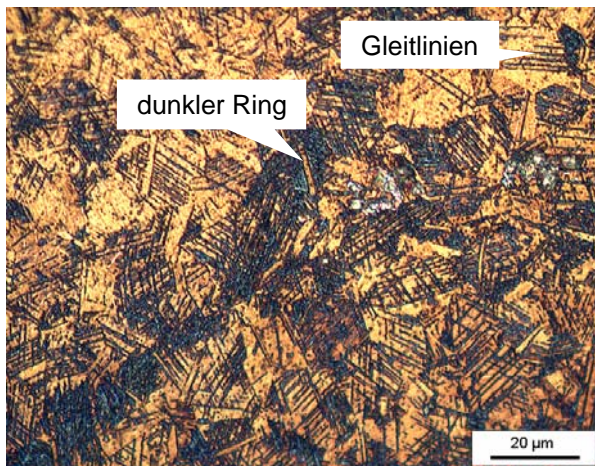


Abb.5.1.1: 302HLS 0,748 mm bei  $\gamma = 0,13$  im Lichtmikroskop

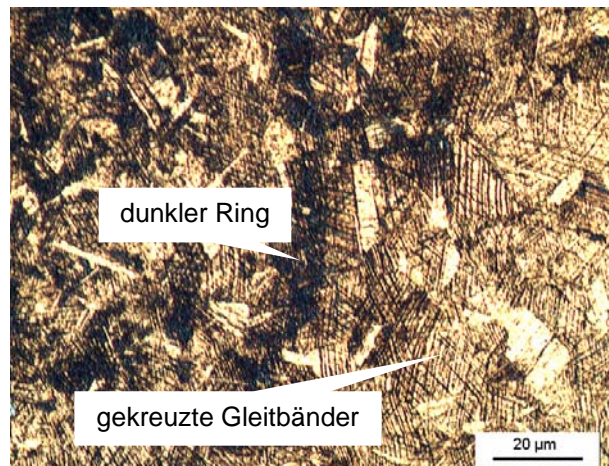


Abb.5.1.2: 302HLS 0,687 mm bei  $\gamma = 0,30$  im Lichtmikroskop

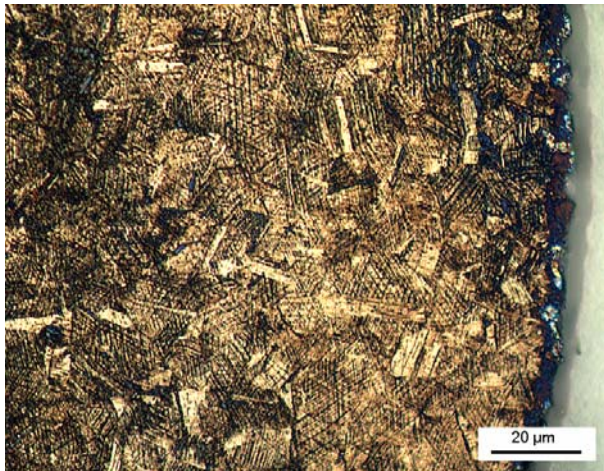


Abb.5.1.3: 302HLS 0,631 mm bei  $\gamma = 0,47$  im Lichtmikroskop

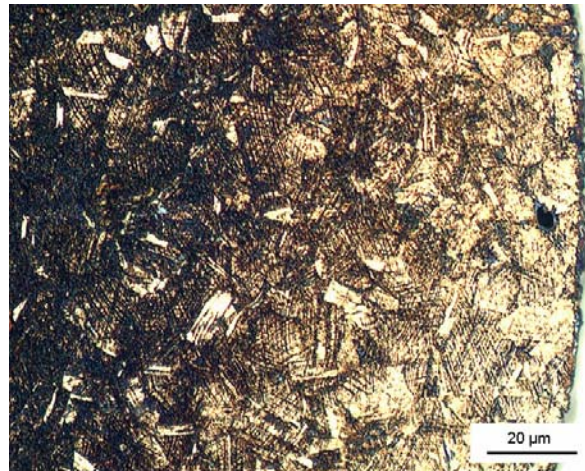


Abb.5.1.4: 302HLS 0,580 mm bei  $\gamma = 0,98$  im Lichtmikroskop

Bei allen untersuchten Ziehstufen der drei Chargen war ein dunkler Ring bei etwa  $\frac{1}{2}$  bis  $\frac{1}{3}$  des Radius zu sehen, der je nach Ätzung mehr oder weniger gut zu sehen war (Abb.5.1.1, 2). Die folgenden beiden Abb.5.1.5, 6 zeigen dieses Phänomen am Beispiel von zwei Verformungszuständen von Probe 1.4310.

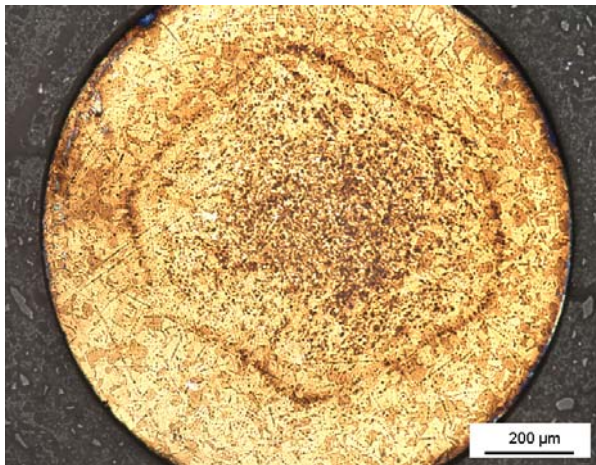


Abb.5.1.5: 1.4310 1,2 mm bei  $\gamma = 0$  im Lichtmikroskop

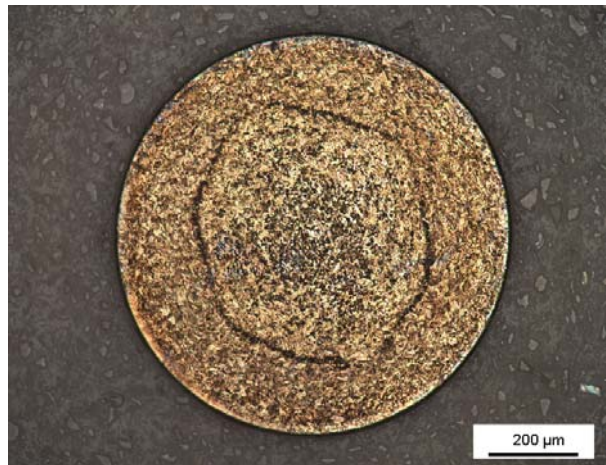


Abb.5.1.6: 1.4310 0,862 mm bei  $\gamma = 0,66$  im Lichtmikroskop

Auch in den von Längsschliffen aufgenommenen Abb.5.1.7, 8, die ebenso wie Abb.5.1.5 1.4310 1,2 mm zeigen, sieht man einen deutlich unterschiedlich angeätzten Bereich, der etwa den gleichen Durchmesser wie der schwarze Ring (Abb.5.1.5) hat. In diesen Bildern ist auch die Streckung der Körner in Ziehrichtung gut zu erkennen.

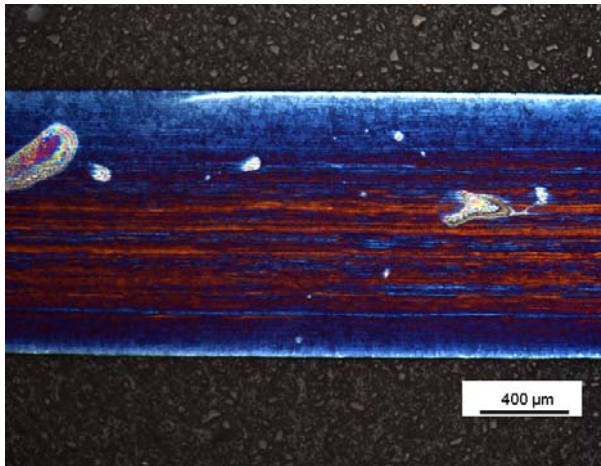


Abb.5.1.7: 1.4310 1,2 mm bei  $\gamma = 0$  längs im Lichtmikroskop

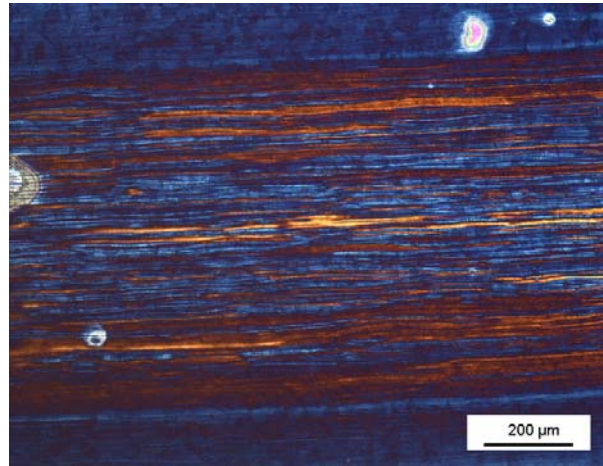


Abb.5.1.8: 1.4310 1,2 mm bei  $\gamma = 0$  längs im Lichtmikroskop

### Rasterelektronenmikroskopie/ EBSD

Von der Arbeitsgruppe von Herrn Prof. Dr. Reimers an der TU- Berlin wurde auch eine EBSD- Messung eines mittleren Verformungsgrades einer 302A Probe im Rasterelektronenmikroskop bezüglich der radialen Veränderung des Martensitgehalts ausgewertet (Abb.5.1.9), wobei sich ein lokales Maximum etwa 125  $\mu\text{m}$  unter der Oberfläche zeigte.

#### 302A 0.748 mm: Martensitgehalt Tiefenprofil

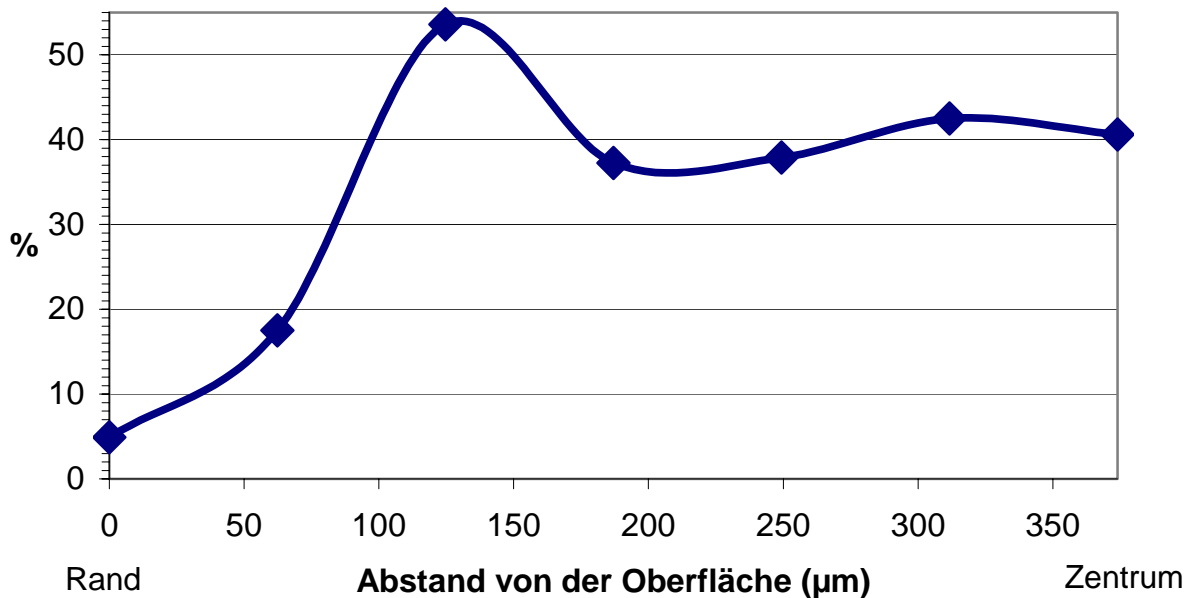


Abb.5.1.9: 302A 0,748 mm ( $\varphi = 0,77$ ) Martensitgehalt radial

## Transmissionselektronenmikroskopie

Auf Grund des nicht unerheblichen Aufwandes für die Präparation und die Untersuchung am TEM wurden nur ausgewählte Ziehstufen der Chargen 1.4310 und 302A untersucht. Im Folgenden gelten *kursive Beschriftungen* für die *Martensitphase*.

Hellfeldbilder sind mit HF abgekürzt, Dunkelfeldbilder mit DF, Beugungsbilder mit BB und Hochauflösungsbilder mit HA.

### Charge 1.4310

1.4310 1,2 mm ( $\varphi = 0$ )

Da bei dieser Charge Warm- und Kaltziehprozeß nicht kontinuierlich aufeinander folgen, steht hier das warmgezogene und dann bei ca. 1100°C weichgeglühte Vormaterial (1,2 mm) zur Verfügung. Abb.5.1.10, ein Hellfeldbild zeigt mehrere  $\mu\text{m}$  große, relativ ungestörte Bereiche, die durch Stapelfehler (SF, dunkel) getrennt sind. Die schrägen, dunkleren Streifen in der Übersichtsaufnahme sind dickere Probenstellen, die durch die Präparation in der Ionenmühle entstanden sind und die feinen dunklen Linien in den hellen Bereichen sind Versetzungen, die häufig auf  $\{111\}$  Ebenen liegen. Sehr häufig verlaufen (Kleinwinkel)Korngrenzen ((K)KG) parallel zu  $\{111\}$  Ebenen, was man am Beispiel der projizierenden  $(-1,1,1)$  Ebene in Abb.5.1.11, 12 sieht.

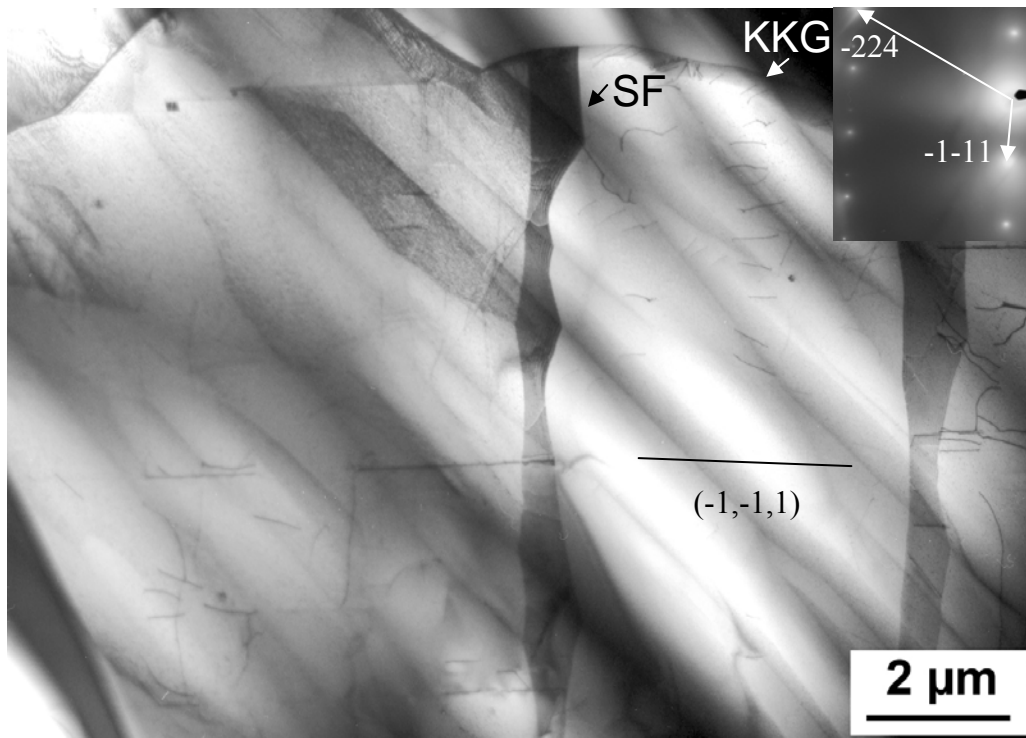


Abb.5.1.10: 1.4310 1,2 mm: HF, Übersicht, mit BB indiziert

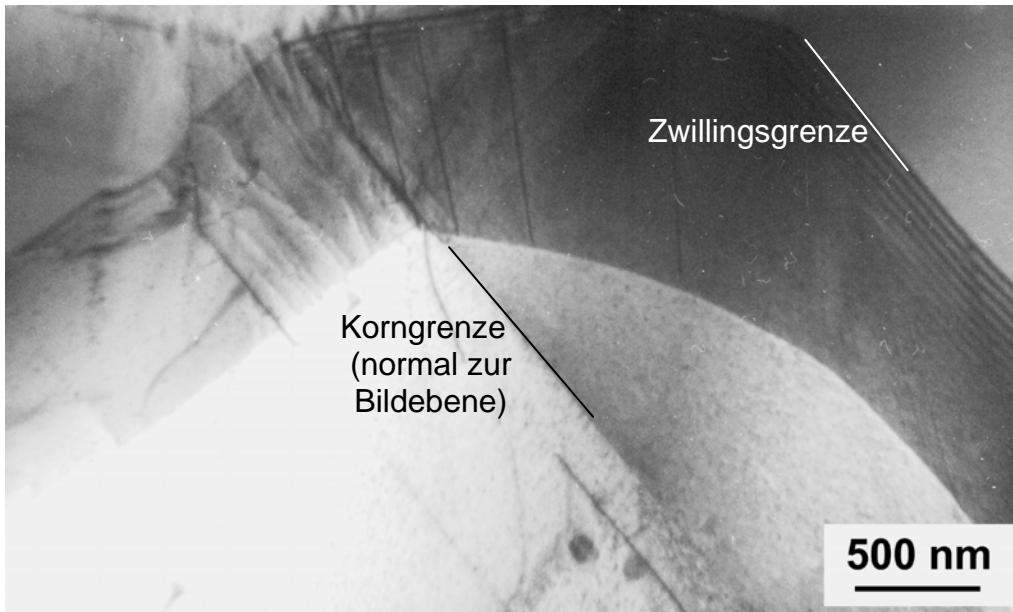


Abb.5.1.11: 1.4310 1,2 mm: HF, Stapelfehler entlang von  $\{111\}$  Ebenen

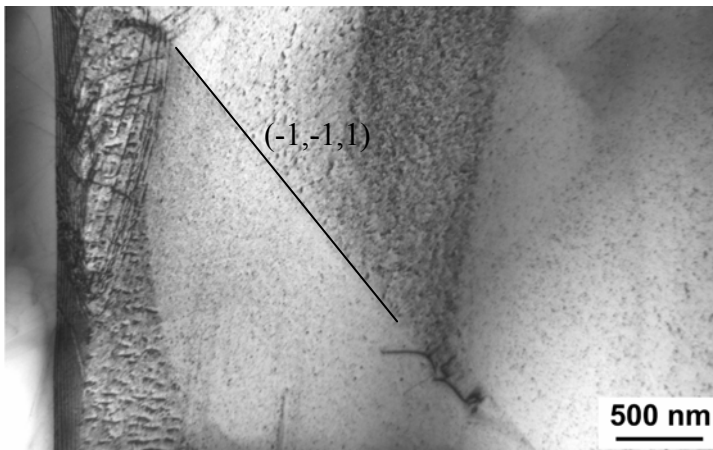


Abb.5.1.12: 1.4310 1,2 mm: HF, Stapelfehler entlang einer  $\{111\}$  Ebene



Abb.5.1.13: 1.4310 1,2 mm: BB zu Abb.5.1.11, 12  $[-1,3,2]$

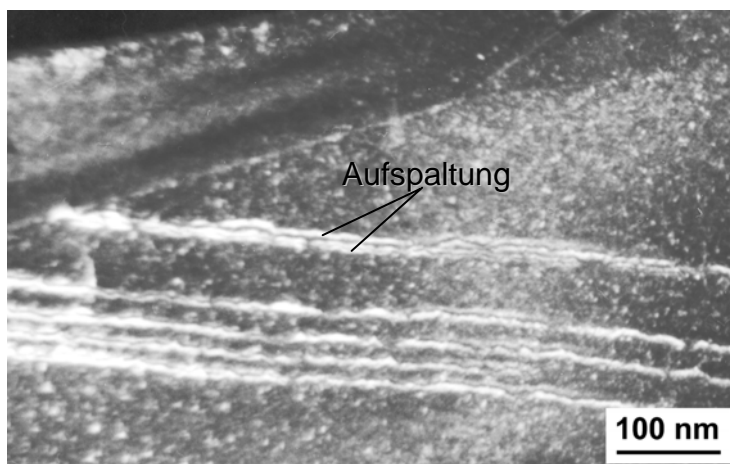


Abb.5.1.14: 1.4310 1,2 mm: DF, Versetzungslinie aus mehreren Partialversetzungen

In der nebenstehenden Abb.5.1.14 sieht man im Dunkelfeldbild bei „weak beam“ Kontrast, daß eine Versetzung aus mehreren Partialversetzungen besteht (Aufspaltung des Kontrastes in mehrere Linien).

1.4310 1,09 mm ( $\varphi = 0,19$ )

Nach der ersten Ziehstufe zeigt sich eine weitere Fragmentierung des Austenits (Abb.5.1.15, 16). Innerhalb der Körner findet schon eine starke Verzwillung statt (dunkle Streifen innerhalb der Körner in Abb.5.1.15), wobei bei geeigneter Orientierung der Probe zum Elektronenstrahl zwei verschiedene Scharen von Zwillingen als regelmäßiges Gitter sichtbar werden (Abb.5.1.17). Die beiden Dunkelfeldbilder (Abb.5.1.19, 20) von der gleichen Stelle wie das Hellfeldbild (Abb.5.1.17) zeigen die beiden unterschiedlichen Typen von Zwillingen und gehören zu den im Beugungsbild (Abb.5.1.18) indizierten Reflexen.



Abb.5.1.15: 1.4310 1,09 mm: HF, Übersicht

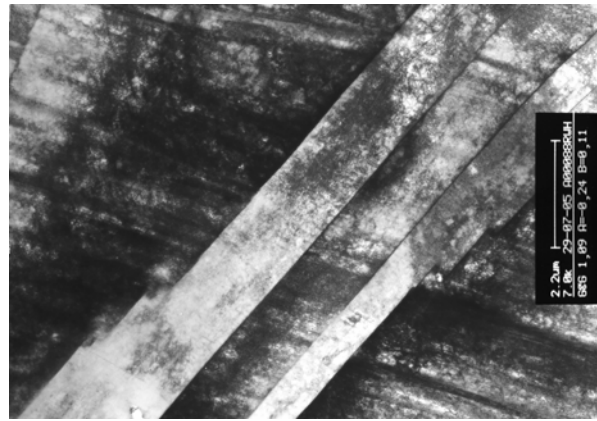


Abb.5.1.16: 1.4310 1,09 mm: HF, Übersicht 2

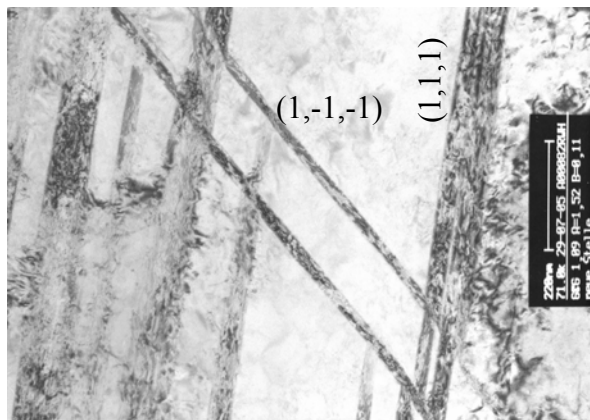


Abb.5.1.17: 1.4310 1,09 mm: HF, Zwillinge, Ebenen bezüglich des  $[1,0,3]$  Pols indiziert

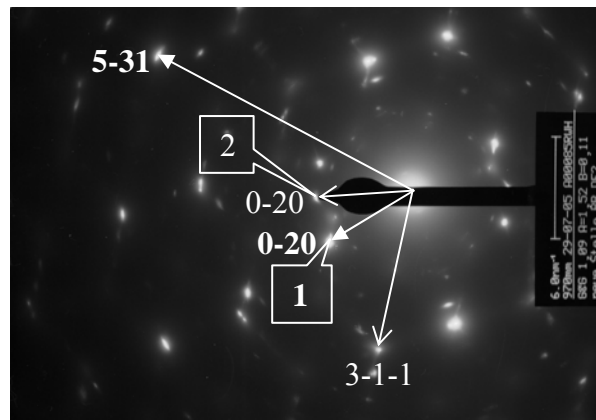


Abb.5.1.18: 1.4310 1,09 mm: BB zu Abb.5.1.17, 19, 20  $[1,0,-5]$ ,  $[1,0,3]$

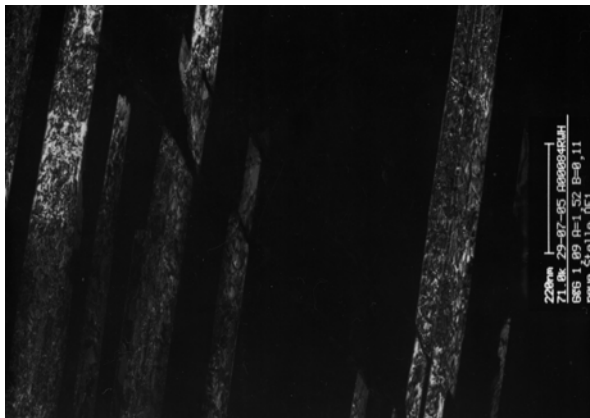


Abb.5.1.19: 1.4310 1,09 mm: DF 1, Zwillinge

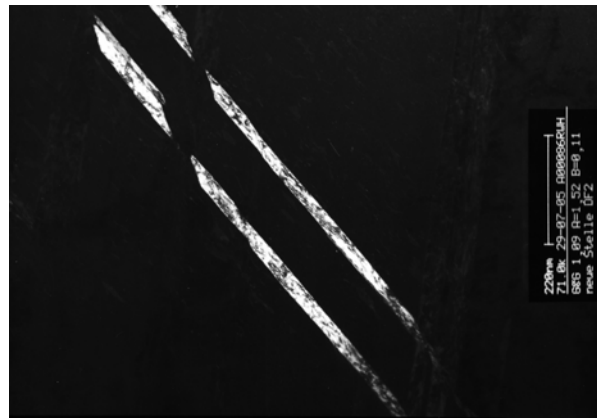


Abb.5.1.20: 1.4310 1,09 mm: DF 2, Zwillinge

1.4310 1,01 mm ( $\varphi = 0,34$ )



Abb.5.1.21: 1.4310 1.01 mm: HF, Übersicht, regelmäßige Anordnung von Austenit Zwillingen

In der zweiten Ziehstufe (1,01 mm) läßt sich bei entsprechender Orientierung zum Elektronenstrahl oft ein regelmäßiges Gitter von Zwillingen in der Austenitmatrix erkennen (Abb.5.1.21). In den folgenden Bildern (Abb.5.1.22-26) wird gezeigt, daß die Zwillinge von  $\{111\}$  Ebenen begrenzt sind. Abb.5.1.22 zeigt eine Stelle an der sich von oben

nach unten und schräg laufende Zwillinge kreuzen. Der Winkel zwischen den Zwillingen beträgt in der Projektion ca.  $40^\circ$ , wobei die Probe nur geringfügig ( $2^\circ$ ) gegen den Elektronenstrahl verkippt ist. Im zugehörigen Beugungsbild (Abb.5.1.23), lassen sich drei Arten von Reflexen feststellen, die zur Matrix ( $[1,1,2]$  Pol) und zu den beiden Scharen von Zwillingsreflexen Zwilling 1 und Zwilling 2 (beides  $[1,0,3]$  Pol) gehören, wobei der Drehwinkel zwischen den Reflexen der beiden Scharen von Zwillingen  $30^\circ$  beträgt. Da der Elektronenstrahl praktisch senkrecht auf die Probe einfällt, sind die Probenoberfläche und die Ebene des Beugungsbilds parallel, wodurch sich der Winkel zwischen den beiden Scharen von Zwillingen im Raum durch eine einfache Addition des Winkels in der Projektion ( $40^\circ$ ) mit dem Winkel zwischen den zugehörigen Reflexen im Beugungsbild ( $30^\circ$ ) mit  $70^\circ$  ergibt. Das entspricht im Rahmen der hier möglichen Genauigkeit dem Winkel zwischen zwei  $\{111\}$  Ebenen von  $70,53^\circ$  [6 TE].



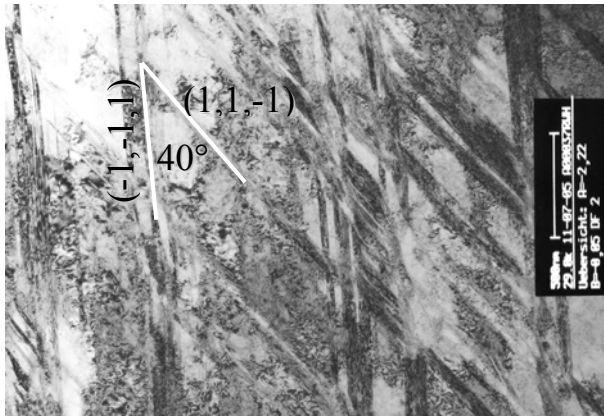


Abb.5.1.22: 1.4310 1.01 mm: HF, Indizierung bezüglich des  $[1,1,2]$  Pols (Matrix)

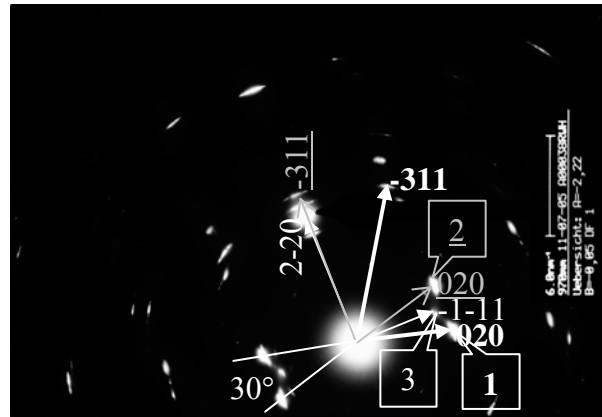


Abb.5.1.23: 1.4310 1.01 mm: BB zu Abb.5.1.22, 24, 25, 26,  $[1,0,3]$ ,  $[1,0,3]$ ,  $[1,1,2]$



Abb.5.1.24: 1.4310 1.01 mm: DF 1, Zwilling 1



Abb.5.1.25: 1.4310 1.01 mm: DF 2, Zwilling 2

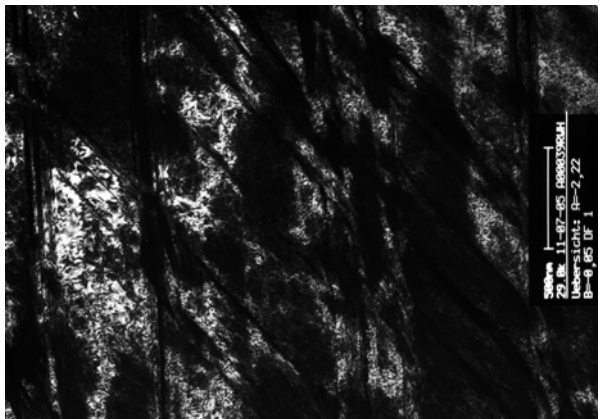


Abb.5.1.26: 1.4310 1.01 mm: DF 3, Matrix

Abb.5.1.27 zeigt die Verzwillungung im Austenit auf atomarer Ebene. Durch die inkohärente Zwillingsgrenze (dicke, weiße Linie) sind die beiden Zwillinge getrennt, welche die  $(-1,-1,-1)$  Ebene gemeinsam haben.

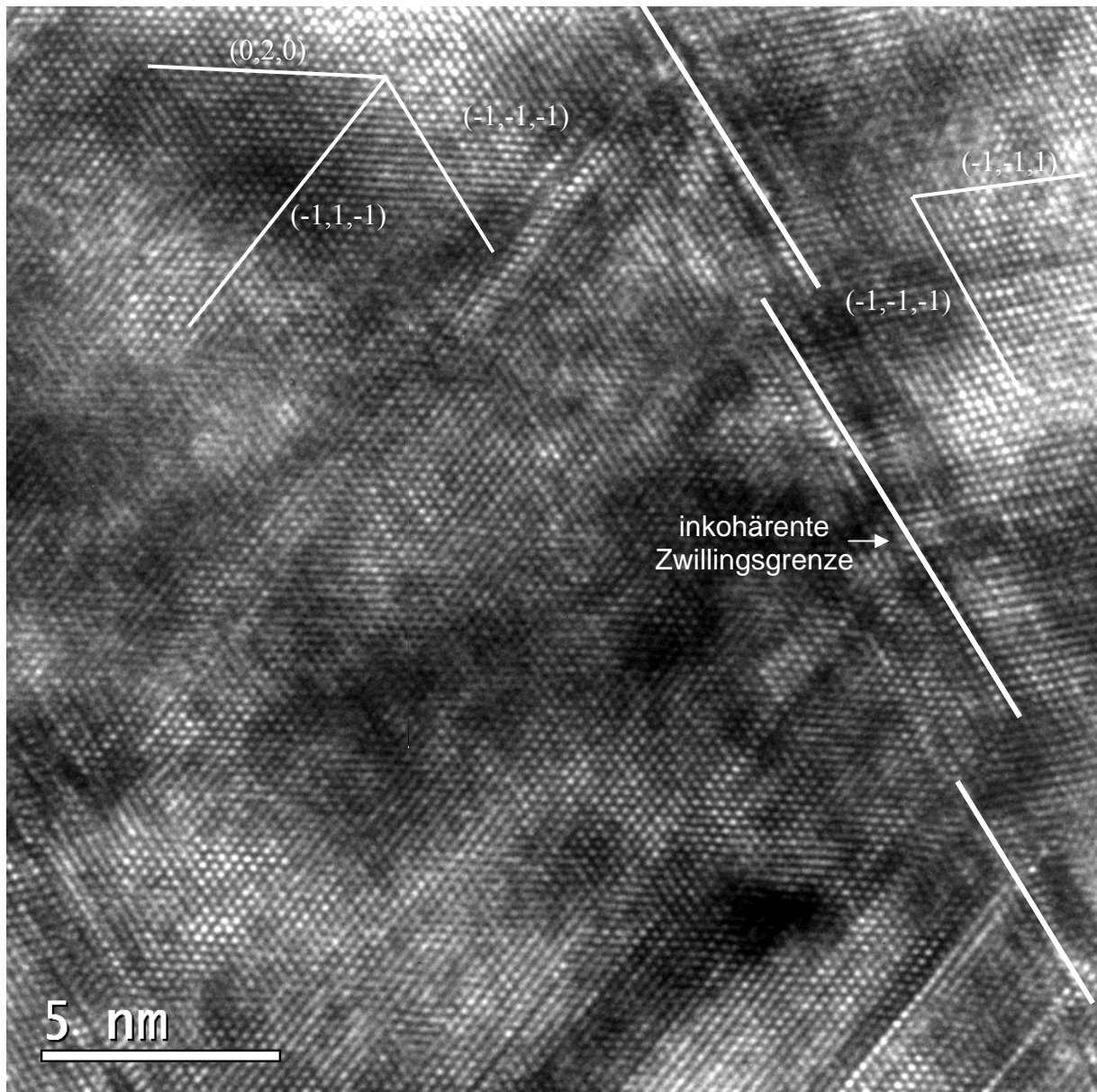


Abb.5.1.27: 1.4310 1.01 mm: HR, Zwillinge

Die folgenden Abb.5.1.28-30 zeigen, daß an den Kreuzungspunkten von Austenit Zwillingen Martensit entstehen kann. Im Hellfeldbild (Abb.5.1.28) lassen sich gekreuzte Zwillinge als dunklere, diagonal verlaufende, Linien erkennen. Im Dunkelfeldbild der gleichen Probenstelle (Abb.5.1.30) leuchten die zum *Martensit 112 Reflex* gehörigen Stellen an den Kreuzungspunkten der Zwillinge auf.



Abb.5.1.28: 1.4310 1.01 mm: HF

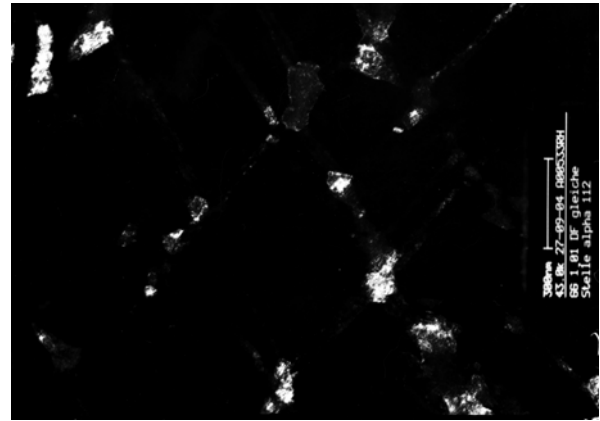


Abb.5.1.29: 1.4310 1.01 mm: DF, *Martensit 112*

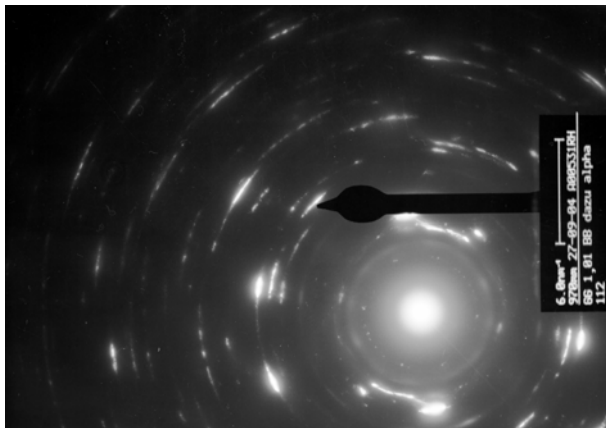


Abb.5.1.30: 1.4310 1.01 mm: BB zu Abb.5.1.27, 28, *Martensit 112*

Abb.5.1.31-36 zeigen dieselbe Stelle wie Abb.5.1.28, 29 bei höherer Vergrößerung, wobei in den Dunkelfeldbildern (Abb.5.1.33-36) *Martensit* (Abb.5.1.33), die beiden Scharen von Austenitwillingen (Abb.5.1.34, 35) und die Matrix (Abb.5.1.36) unterschieden werden können.

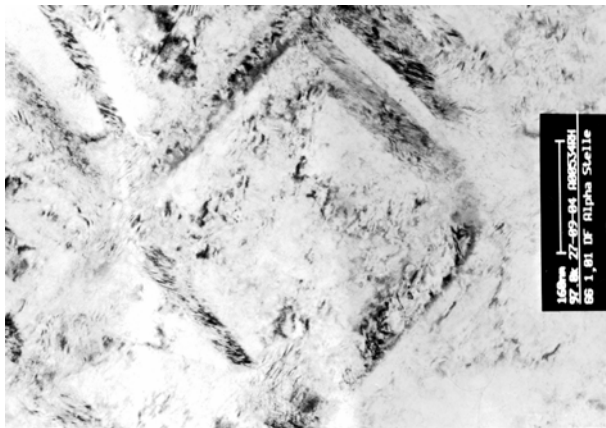


Abb.5.1.31: 1.4310 1.01 mm: HF

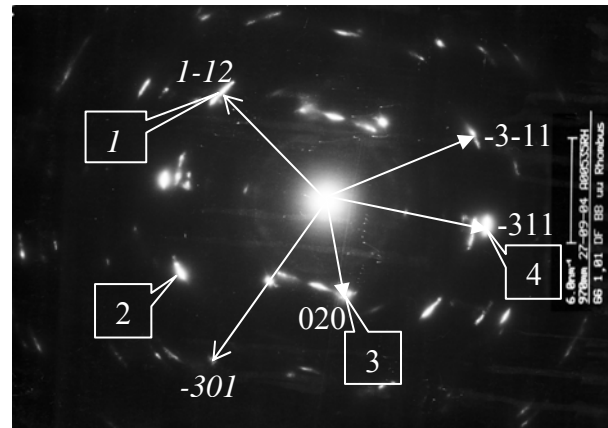


Abb.5.1.32: 1.4310 1.01 mm: BB zu Abb.5.1.31, 33-36 *Martensit*  $[-1,-7,3]$ ,  $[1,0,3]$

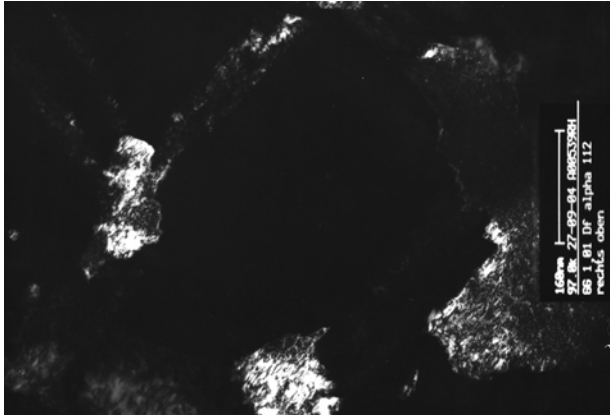


Abb.5.1.33: 1.4310 1.01 mm: DF 1, *Martensit* (1,-1,2)

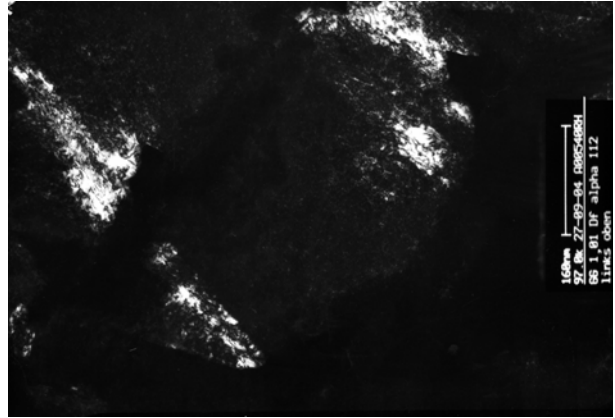


Abb.5.1.34: 1.4310 1.01 mm: DF 2, *Zwilling* 1 (3,1,-1)

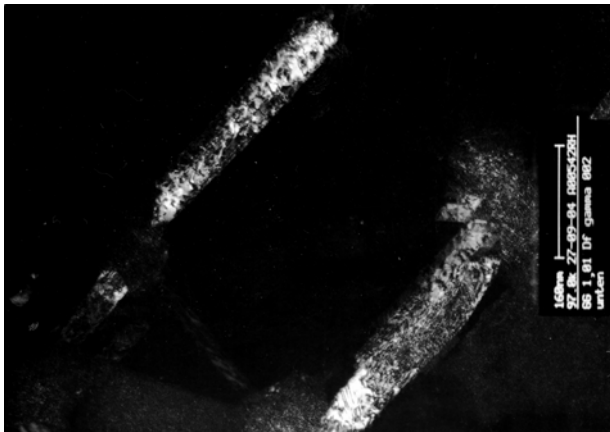


Abb.5.1.35: 1.4310 1.01 mm: DF 3, *Zwilling* 2 (0,2,0)

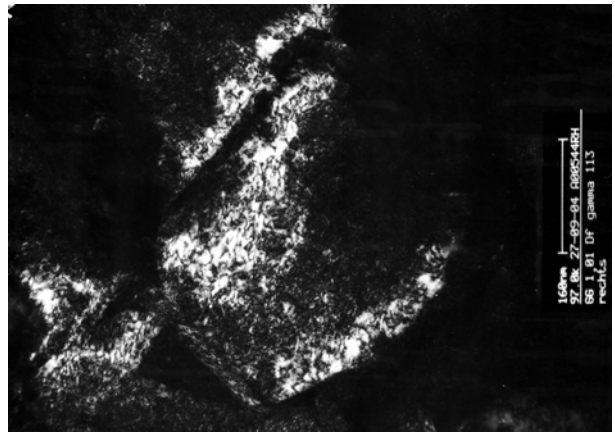


Abb.5.1.36: 1.4310 1.01 mm: DF 4, *Matrix* (-3,1,1)

### 1.4310 0,936 mm ( $\varphi = 0,50$ )

Bei diesem Verformungszustand zeigen sich neben den im allgemeinen kleinräumigeren Strukturen (Abb.5.1.37) bereits größere *martensitische* Gebiete (siehe Abb.5.1.39, 42), die nicht mehr den Kreuzungspunkten von *Zwillingen* zugeordnet werden können.

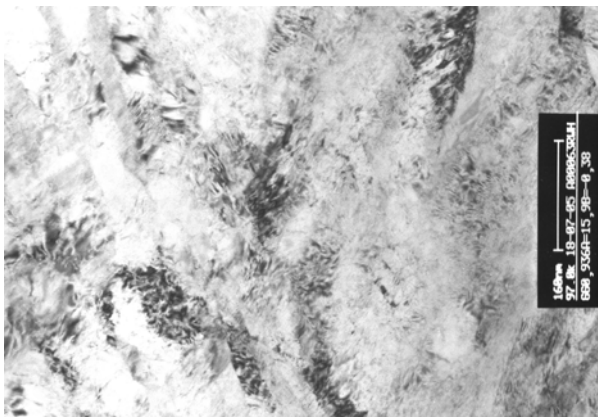


Abb.5.1.37: 1.4310 0,936 mm: HF

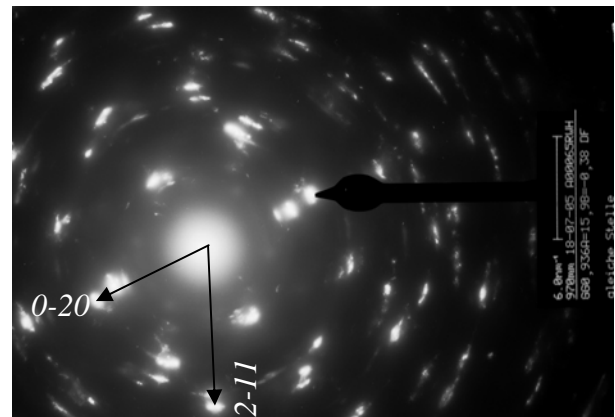


Abb.5.1.38: 1.4310 0,936 mm: BB zu Abb.5.1.36, 38  
*Martensit* [1,0,2]

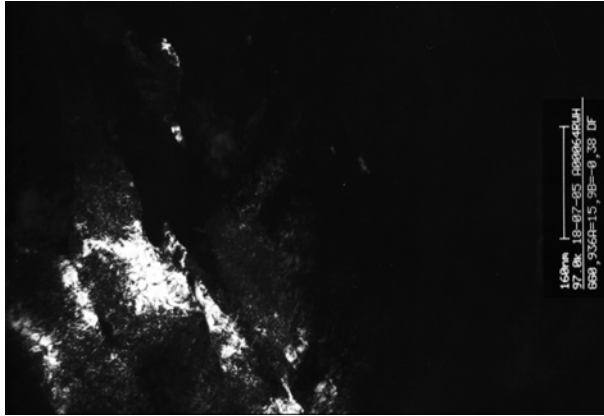


Abb.5.1.39: 1.4310 0,936 mm: DF, *Martensit* 002



Abb.5.1.40: 1.4310 0,936 mm: HF, neue Stelle

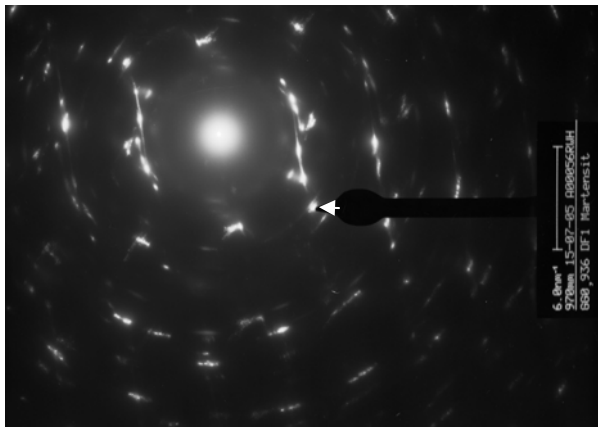


Abb.5.1.41: 1.4310 0,936 mm: BB zu Abb.5.1.40, 42

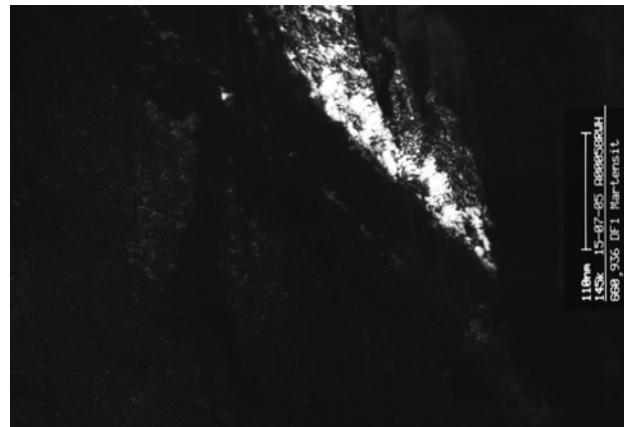


Abb.5.1.42: 1.4310 0,936 mm: DF, neue Stelle *Martensit* 002

1.4310 0,862 mm ( $\varphi = 0,66$ )

Die Ausdehnung der vorwiegend *martensitischen* Bereiche nimmt weiter zu (Abb.5.1.43).

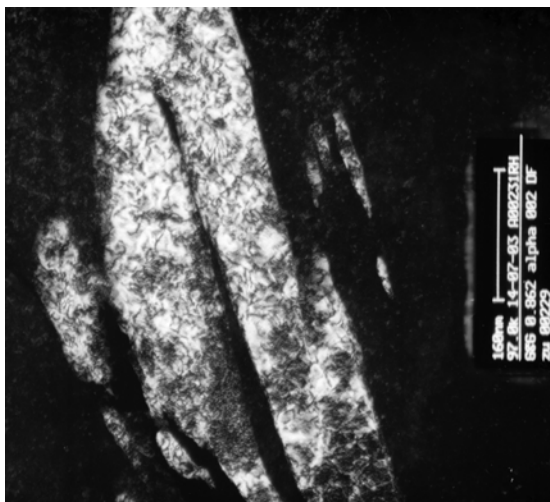


Abb.5.1.43: 1.4310 0,862 mm: DF, *Martensit* 0-20

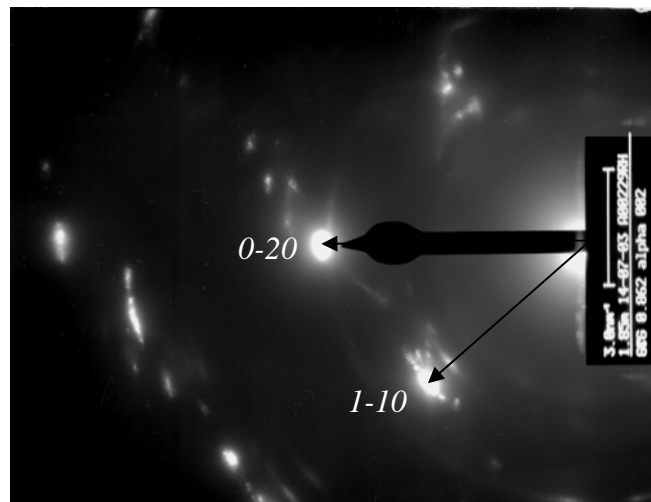


Abb.5.1.44: 1.4310 0,862 mm: BB zu Abb.5.1.43

1.4310 0,61 mm ( $\varphi = 1,35$ )

Hier beginnt sich bereits das für kaltgezogene Drähte typische Gefüge auszubilden, das aus dünnen, nadelförmigen Körnern besteht (Abb.5.1.45). Das zugehörige Beugungsbild (Abb.5.1.46) zeigt durch die geringen Korngrößen bedingt Ringe, wobei eine deutliche Dominanz der *Martensitphase* (weiße Pfeile) festzustellen ist.

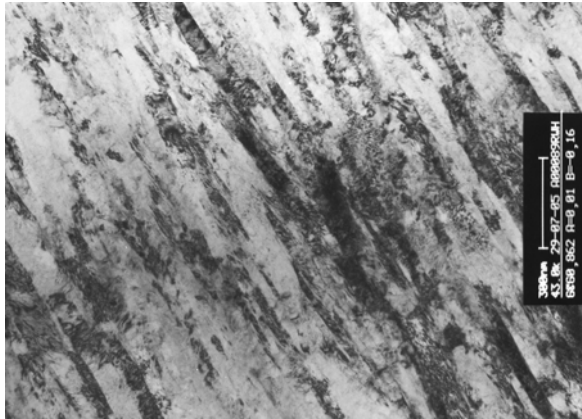


Abb.5.1.45: 1.4310 0,61 mm: HF

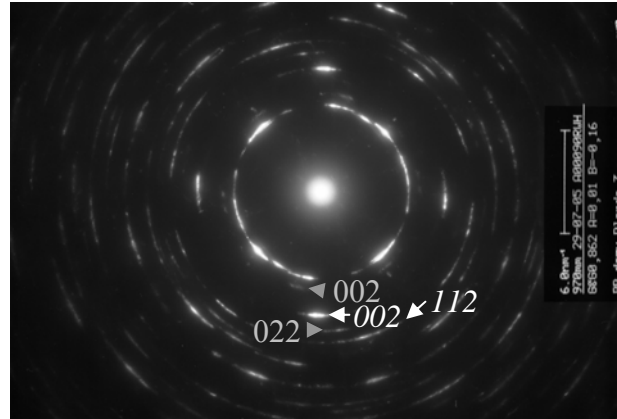


Abb.5.1.46: 1.4310 0,61 mm: BB zu Abb.5.1.45, weiße Pfeile *Martensit*, graue Austenit

1.4310 0,415 mm ( $\varphi = 2,12$ )

Die Nadeln richten sich noch besser parallel in Drahtziehrichtung aus (Abb.5.1.47) und im Beugungsbild dominiert der *Martensit* (weiße Pfeile) (Abb. 5.1.48).

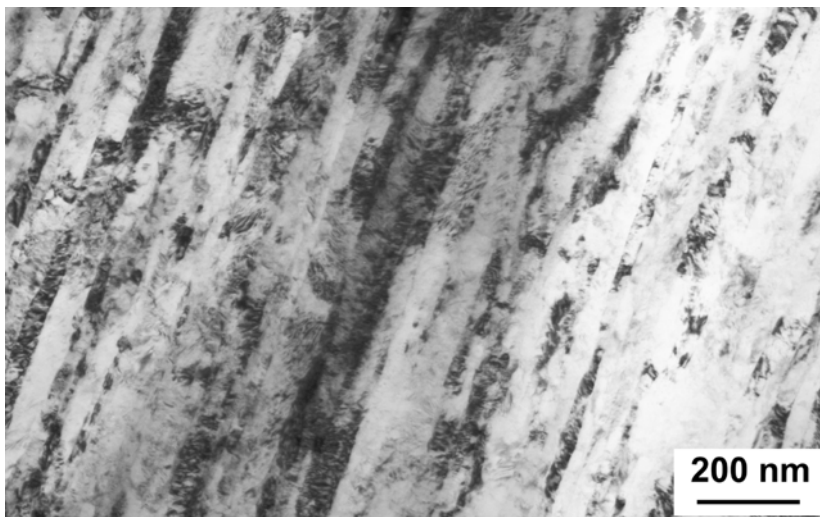


Abb.5.1.47: 1.4310 0,415 mm: HF, nadelförmiges Gefüge

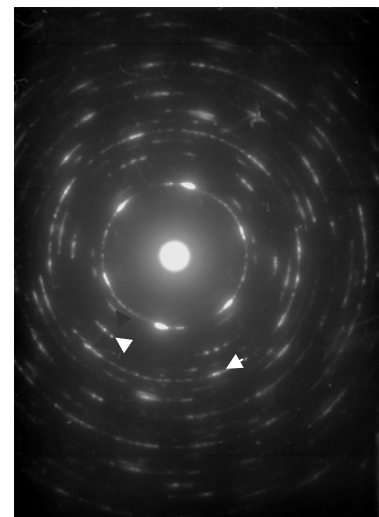


Abb.5.1.48: 1.4310 0,415 mm: BB zu Abb.5.1.47, weiße Pfeile *Martensit*, schwarze Austenit

1.4310 0,27 mm ( $\varphi = 2,98$ )

Hier ist das für kaltgezogene Drähte typische, Gefüge voll ausgebildet (Abb.5.1.49). Innerhalb der etwa 50-100 nm breiten und mehrere  $\mu\text{m}$  langen Latten läßt sich eine sehr hohe Versetzungsdichte feststellen. Dabei ist zu beachten, daß sich in den durchstrahlbaren Bereichen im allgemeinen mehrere Körner beziehungsweise Subkörner überlagern. Das

Gefüge besteht zum überwiegenden Teil aus Martensit, wobei sich aber im TEM Bild die austenitischen und martensitischen Bereiche nicht trennen lassen. Das Beugungsbild (Abb.5.1.50) zeigt, bedingt durch die sehr geringe Korngröße, Ringe, wobei die des *Martensits* (weiße Pfeile) deutlicher ausgeprägt sind.

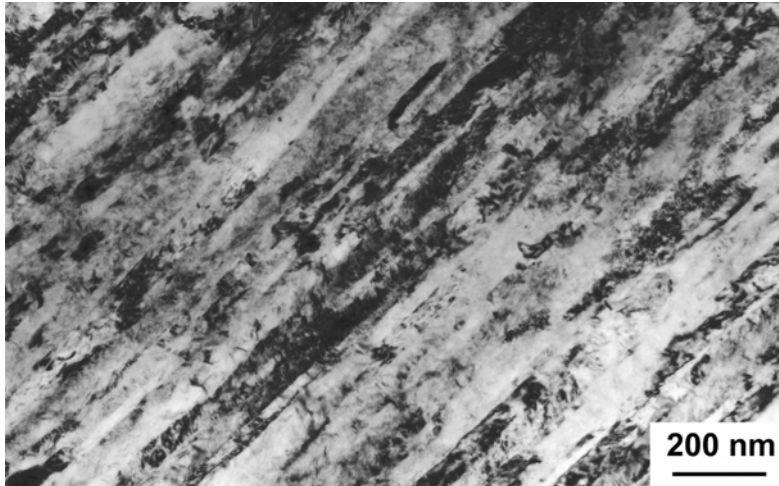


Abb.5.1.49: 1.4310 0,27 mm: HF, typisches Gefüge eines kaltgezogenen Stahldrahtes

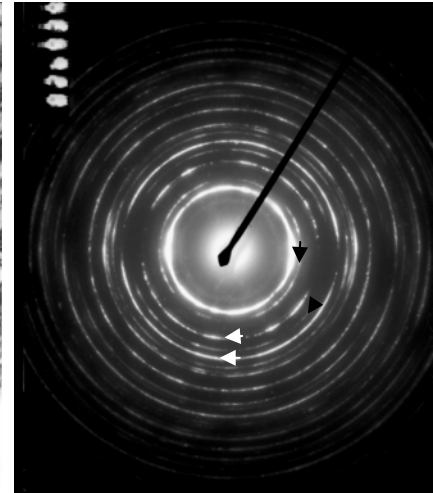


Abb.5.1.50: 1.4310 0,27 mm: BB zu Abb.5.1.49, weiße Pfeile *Martensit*, schwarze Austenit

An dieser Probe wurde auch eine Präparation mit einem **focus ion beam** Gerät (FIB) durchgeführt, um auch Probenstellen aus der Oberflächenschicht des Drahtes präparieren zu können. Das Gefüge am Rand (Abb.5.1.51) und in der Mitte der Probe (Abb.5.1.53) zeigt hierbei im Bild keine signifikanten Unterschiede. Im Beugungsbild zeigt sich aber eine Dominanz der Austenitphase am Rand der Probe (Abb.5.1.52) im Gegensatz zum Bereich weiter innen, ca. 25  $\mu\text{m}$  unter der Oberfläche (Abb.5.1.54), wo bereits der *Martensit* (weiße Pfeile) dominiert.



Abb.5.1.51: 1.4310 0,27 mm: HF, Ziehgefüge an der Drahtoberfläche

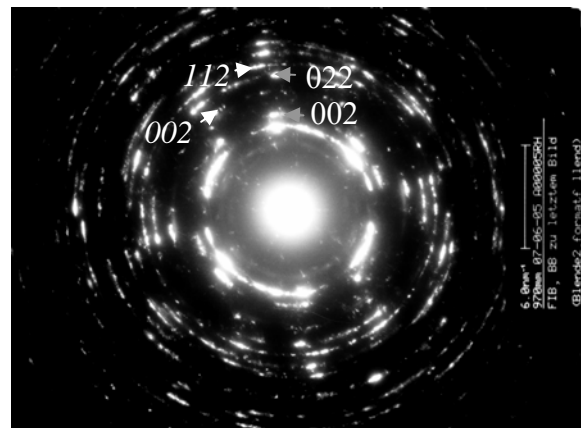


Abb.5.1.52: 1.4310 0,27 mm: BB zu Abb.5.1.51, vorwiegend austenitisch, weiße Pfeile *Martensit*, graue Austenit

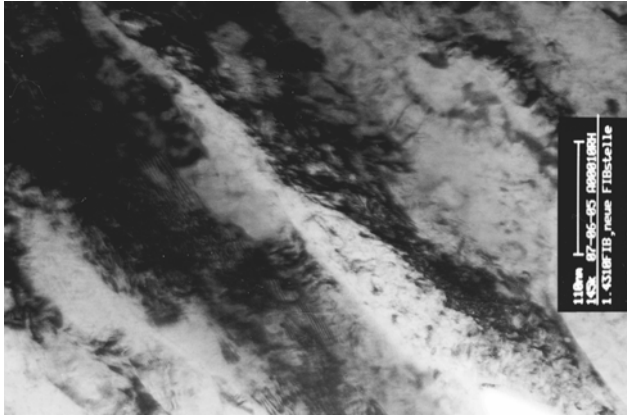


Abb.5.1.53: 1.4310 0,27 mm: HF, Ziehgefüge etwa 25  $\mu\text{m}$  unter der Drahtoberfläche

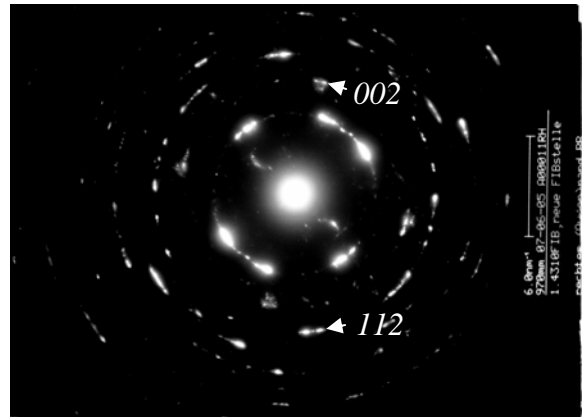


Abb.5.1.54: 1.4310 0,27 mm: BB zu Abb.5.1.53, vorwiegend *martensitisch* (weiße Pfeile)

Von 1.4310 0,27 mm wurde auch eine Probe quer präpariert (Abb.5.1.56). Hierbei sieht man, daß die Körner des Ziehgefüges zwar unterschiedliche, aber in erster Näherung kreisförmige Querschnittsformen haben, diese aber eher auf nadelförmige, als auf lattenförmige Körner schließen lassen. Auch hier sind im Beugungsbild (Abb.5.1.56) die *Martensitreflexe* dominant.

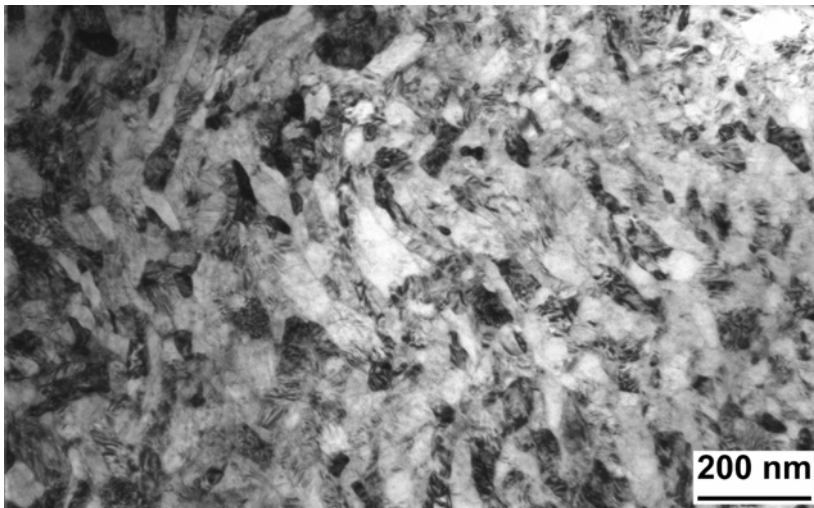


Abb.5.1.55: 1.4310 0,27 mm quer: HF, Übersicht

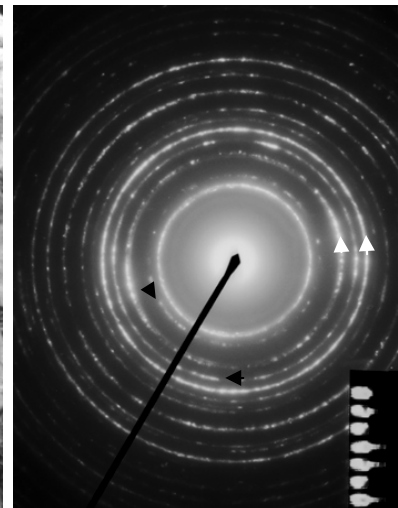


Abb.5.1.56: 1.4310 0,27 mm quer: BB zu Abb.5.1.55, weiße Pfeile *Martensit*, schwarze Austenit



## Charge 302A

1,049 mm ( $\varphi = 0,09$ )

Bei Charge 302A stand das Vormaterial nicht zur Verfügung, da der Kaltziehprozeß gleich kontinuierlich an die letzte Warmziehstufe von 1,1 mm Durchmesser anschließt.

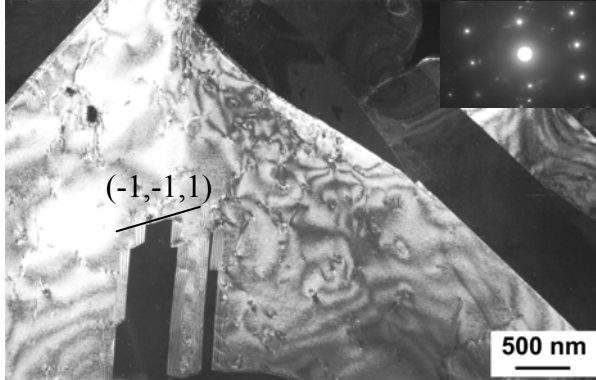


Abb.5.1.57: 302A 1,049 mm: HF, Übersicht

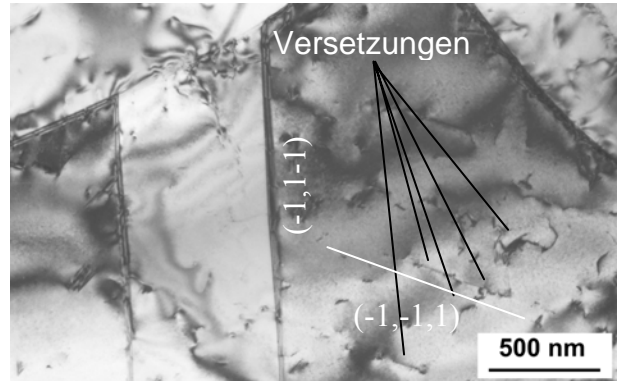


Abb.5.1.58: 302A 1,049 mm: HF, Versetzungen, Zwillingsgrenzen

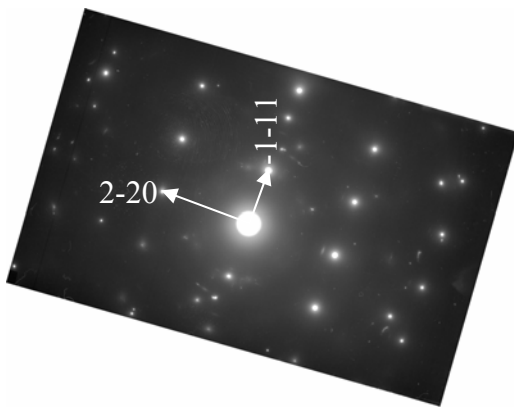


Abb.5.1.59: 302A 1,049 mm: BB zu Abb.5.1.58 [112]

Trotzdem zeigt die erste Ziehstufe, nur eine geringfügig höhere Versetzungsdichte als das Vormaterial von 1.4310 (Abb.5.1.10-14). Die Körner mit Zwillingen und geringer Versetzungsdichte sind mehrere  $\mu\text{m}$  (heller Bereich in Abb.5.1.57) groß. In Abb.5.1.58 sind sehr gut einzelne Versetzungslinien zu sehen, die großteils auf  $(-1,-1,1)$  Ebenen liegen; die annähernd senkrecht verlaufenden Zwillingsgrenzen liegen auf  $(-1,1-1)$  Ebenen.

302A 0,964 mm ( $\varphi = 0,26$ )

Bei dieser Probe bilden sich schon durch die höhere Verformung Stapelfehler und Zwillinge in großer Zahl (Abb.5.1.60, dunkle Streifen im hellen Korn rechts oben). Abb.5.1.62, zeigt die Zwillinge im rechts von Abb.5.1.60 angrenzenden Nachbarkorn, wobei sich im zugehörigen Beugungsbild (Abb.5.1.61) die Reflexe von der Matrix und den Zwillingen (**fett**) trennen lassen.

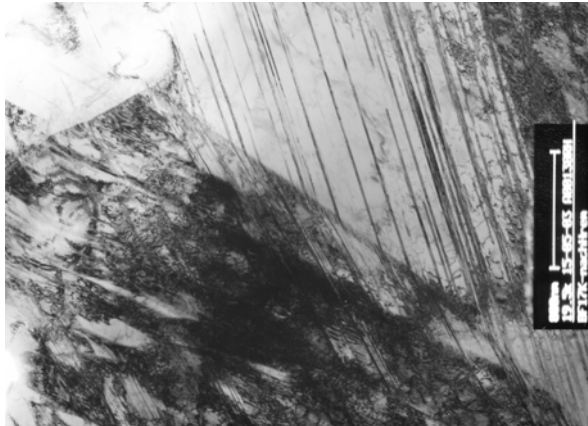


Abb.5.1.60: 302A 0,964 mm: HF, Korngrenze

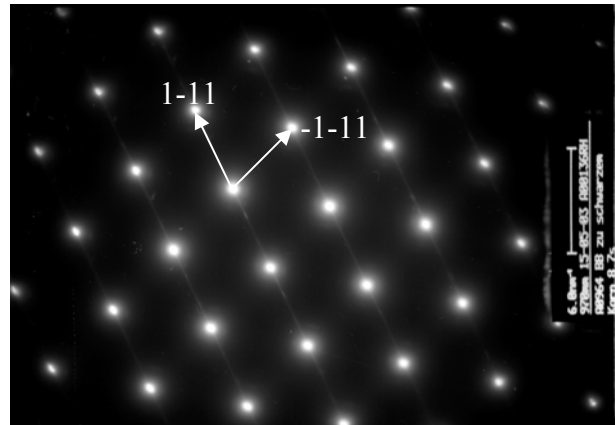


Abb.5.1.61: 302A 0,964 mm: BB zu Abb.5.1.60  $[0,0,1]$ , dunkles Korn links unten

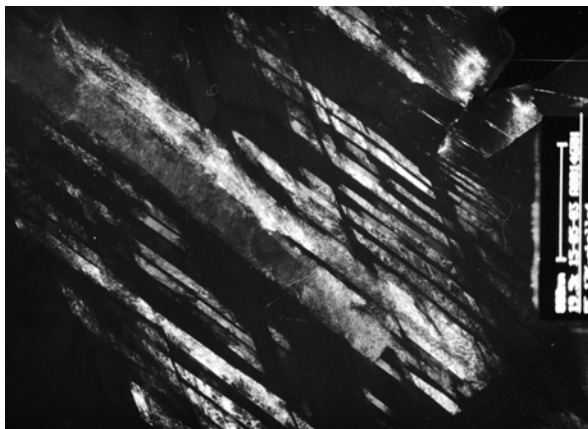


Abb.5.1.62: 302A 0,964 mm: DF 200

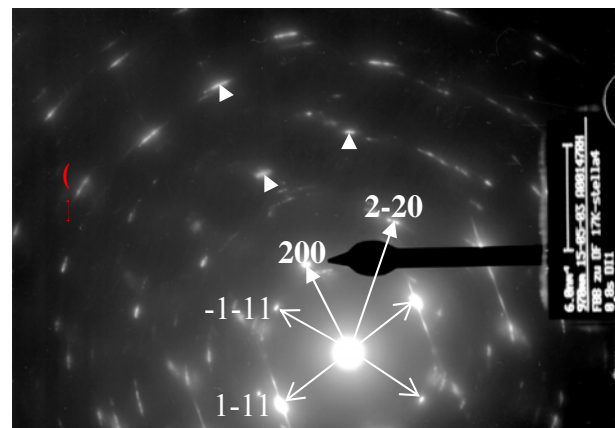


Abb.5.1.63: 302A 0,964 mm: BB zu Abb.5.1.62,  $[0,0,1]$ ,  $[0,1,1]$

302A 0,886 mm ( $\varphi = 0,43$ )

Auch bei dieser Probe lassen sich ähnlich wie bei 1.4310 1,01 mm zwei Systeme von Zwillingen und die Matrix identifizieren. Das ist am Beispiel der Abb.5.1.64-68, die alle die gleiche Probenstelle zeigen, illustriert. Auch hier liegen die Zwillinge auf Ebenen, die einen Winkel von ca.  $39^\circ + 32^\circ = 71^\circ$  einschließen, was dem Winkel zwischen  $\{111\}$  Ebenen ( $70,53^\circ$ ) entspricht.



Abb.5.1.64: 302A 0,886 mm: HF

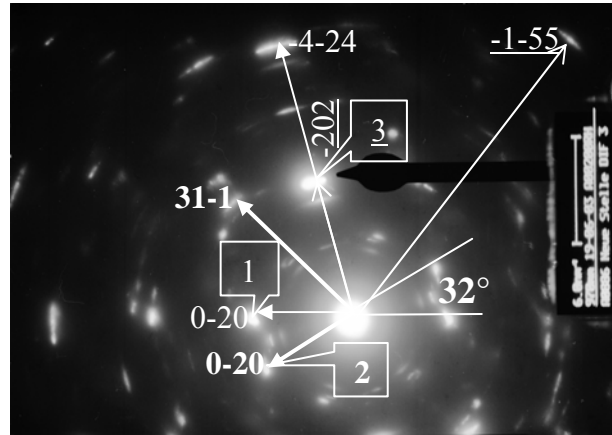


Abb.5.1.65: 302A 0,886 mm: BB zu Abb.5.1.64, 66-68  
 $[1,0,1]$ ,  $[1,0,3]$ ,  $[5,4,5]$

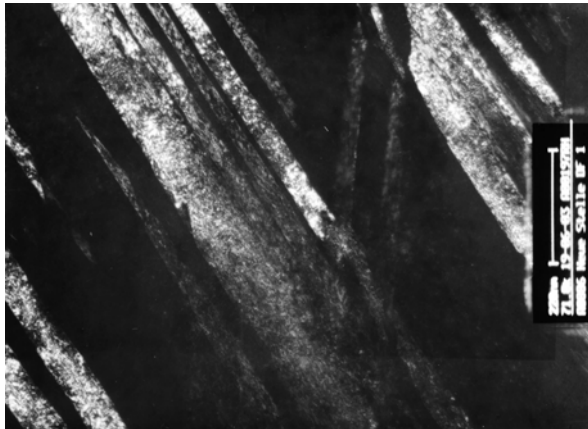


Abb.5.1.66: 302A 0,886 mm: DF 1, Zwilling 1



Abb.5.1.67: 302A 0,886 mm: DF 2, Zwilling 2

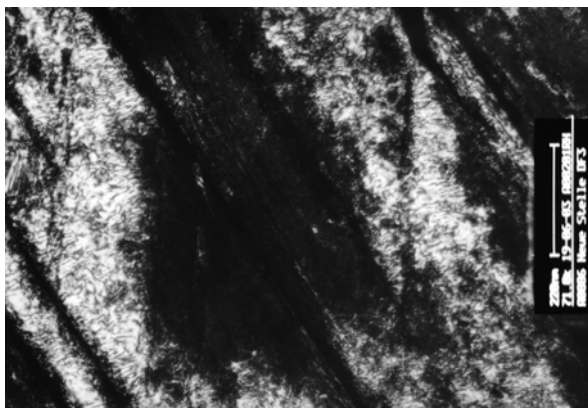


Abb.5.1.68: 302A 0,886 mm: DF 3, Matrix

302A 0,814 mm ( $\varphi = 0,60$ )

Auch diese Probe zeigt ähnlich wie 302A 0,886 mm ein regelmäßiges Muster von Zwillingen mit zahlreichen Stufen durch sich kreuzende Stapelfehler (Abb.5.1.69), wobei sich in diesen Gebieten nur geringe Martensitanteile in den Beugungsbildern finden lassen.

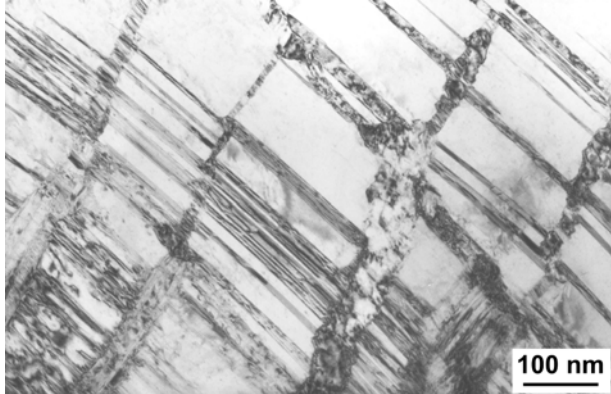


Abb.5.1.69: 302A 0,814 mm: HF, gekreuzte Austenitzwillinge

In den folgenden Abb. 5.1.70-72, die den Kreuzungspunkt zweier Zwillinge zeigen, lassen sich wiederum die Zwillinge und die Matrix in den Dunkelfeldbildern unterscheiden. Im zugehörigen Beugungsbild (Abb.5.1.71) ist auch schon *Martensit* (002) zu sehen.

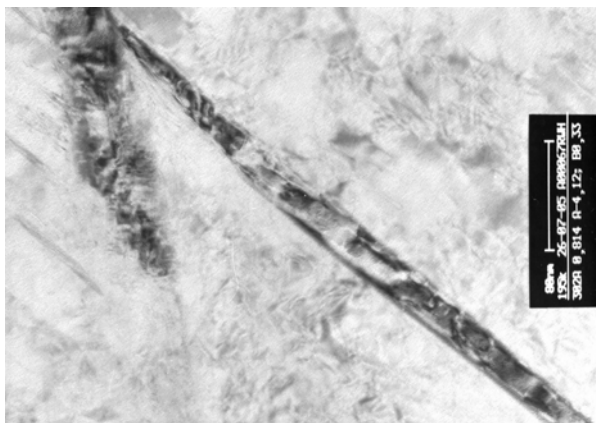


Abb.5.1.70: 302A 0,814 mm: HF

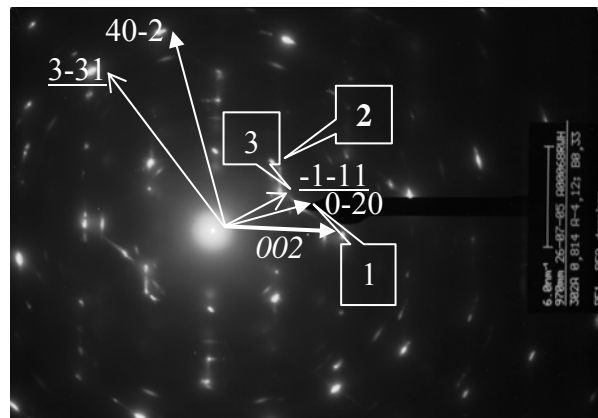


Abb.5.1.71: 302A 0,814 mm: BB zu Abb.5.1.70, 72-73  $[1,0,2]$ ,  $[1,2,3]$

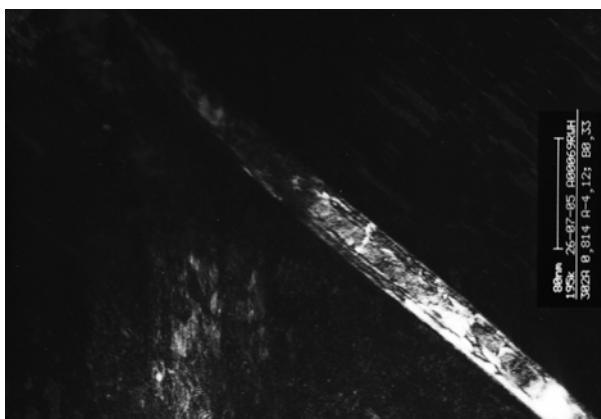


Abb.5.1.72: 302A 0,814 mm: DF 1, Zwilling 1



Abb.5.1.73: 302A 0,814 mm: DF 2, Zwilling 2

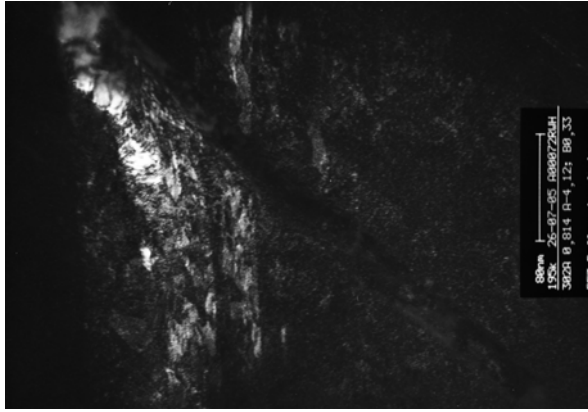


Abb.5.1.74: 302A 0,814 mm: DF 3, Matrix

Die in der gleichen Probe an anderer Stelle gefundenen *Martensitgebiete* (Abb.5.1.76, 77, 79) sind allerdings schon verhältnismäßig groß. Teilweise durchdringen sich nanoskopische, austenitische (Abb.5.1.78) und *martensitische* Gebiete (Abb.5.1.76, 77, 79) innerhalb eines Kornes.

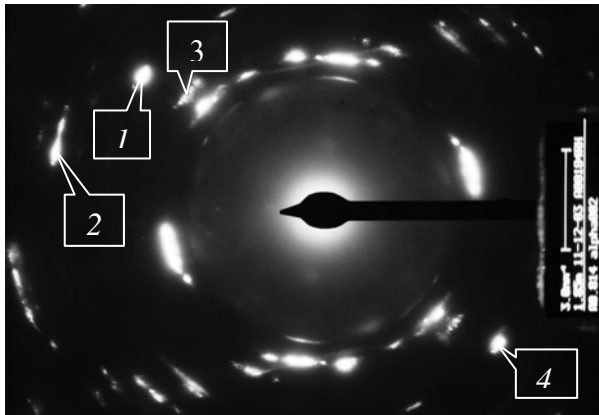


Abb.5.1.75: 302A 0,814 mm: BB zu Abb.5.1.76-79

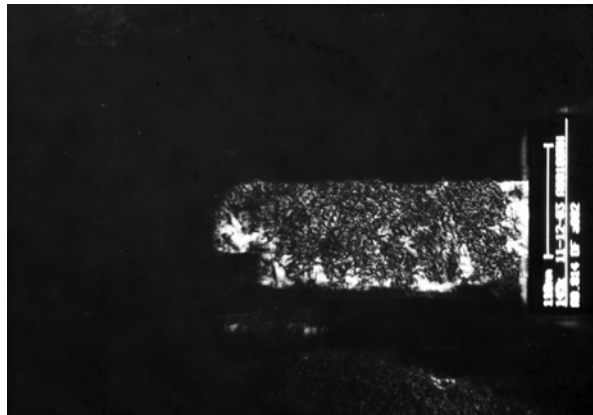


Abb.5.1.76: 302A 0,814 mm: DF 1, *Martensit 002*



Abb.5.1.77: 302A 0,814 mm: DF 2, *Martensit 112*

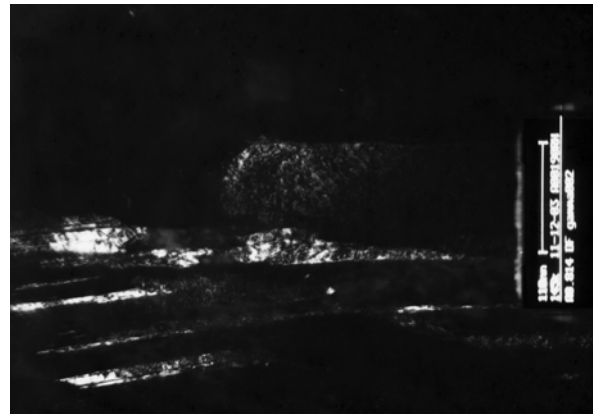


Abb.5.1.78: 302A 0,814 mm: DF 3, *Austenit 002*

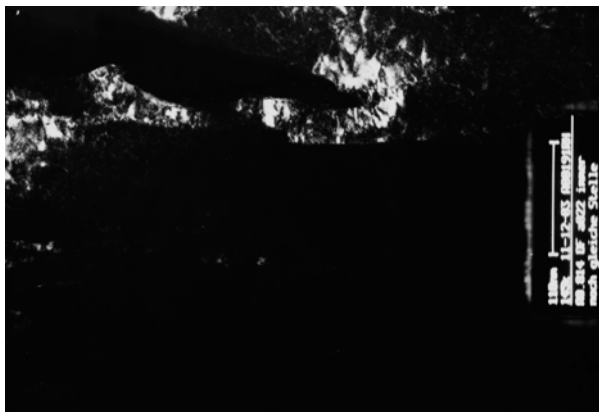


Abb.5.1.79: 302A 0,814 mm: DF 4, *Martensit 002*

An anderen Stellen (Abb.5.1.80-83) erscheint es, als ob es unterschiedliche Bereiche vorwiegend austenitisch oder *martensitisch* sind, was aber durch die Wahl der Reflexe bedingt sein dürfte.



Abb.5.1.80: 302A 0,814 mm: HF

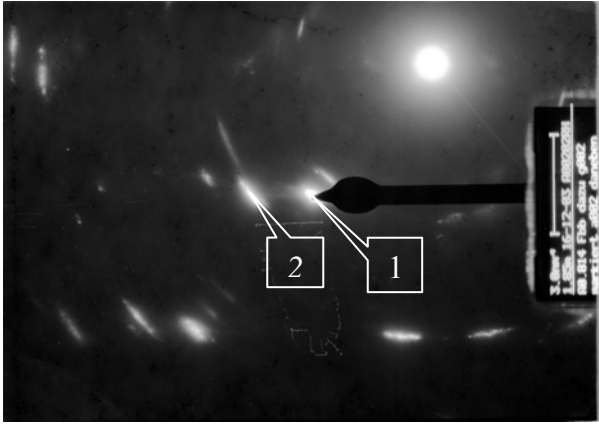


Abb.5.1.81: 302A 0,814 mm: BB zu Abb.5.1.80, 82, 83



Abb.5.1.82: 302A 0,814 mm: DF 1, Austenit 002



Abb.5.1.83: 302A 0,814 mm: DF 2, Martensit 002

302A 0,27 mm ( $\varphi = 2,81$ )

Hier zeigt sich, ähnlich wie bei 1.4310 0.27 das für kaltgezogene Drähte typische Gefüge aus Latten mit 50-100 nm Durchmesser und Längen im Bereich von  $\mu\text{m}$  (Abb.5.1.84). Im Gegensatz zu 1.4310 (Abb.5.1.49) zeigen sich im Beugungsbild (Abb.5.1.85) ausschließlich *Martensitreflexe*.

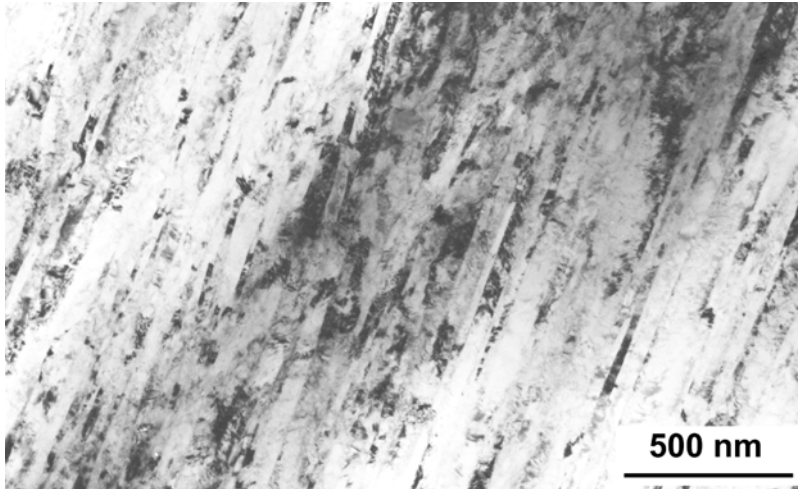


Abb.5.1.84: 304A 0,27 mm: HF, Übersichtsbild

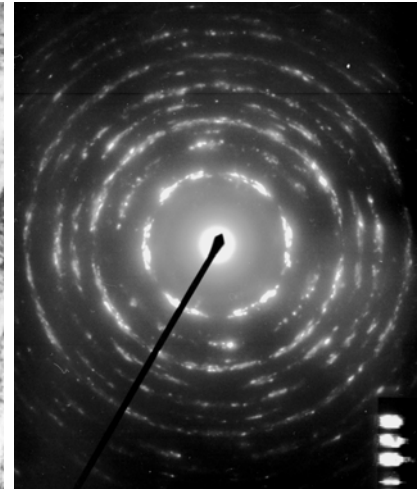


Abb.5.1.85: 302A 0,27 mm: BB zu Abb.5.1.84

Auch hier wurde eine Probe mit dem FIB Gerät präpariert, um das Gefüge am Rand sichtbar zu machen. Das Hellfeldbild (Abb.5.1.86) sieht ähnlich wie im Inneren des Drahtes (Abb.5.1.84) aus, im zugehörigen Beugungsbild (Abb.5.1.87) sieht man neben den *Martensitreflexen* (weiß) auch deutlich Austenitreflexe (schwarz).

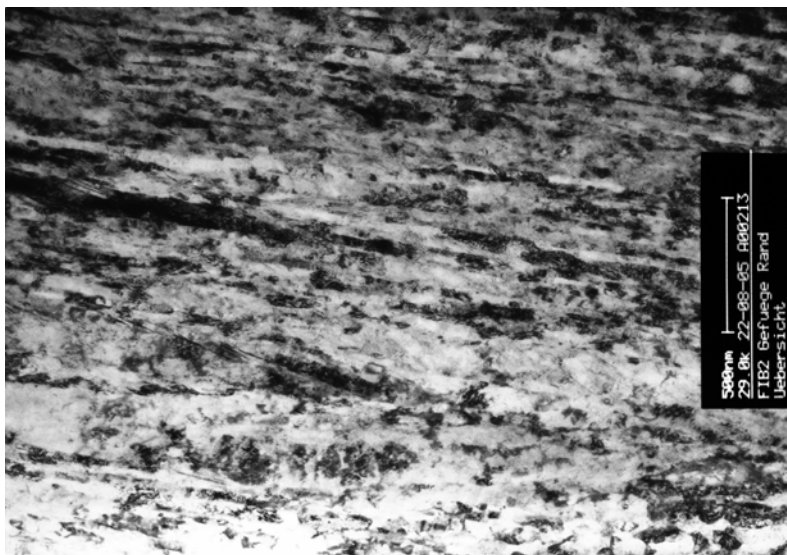


Abb.5.1.86: 304A 0,27 mm: HF, Ziehgefüge an der Drahtoberfläche

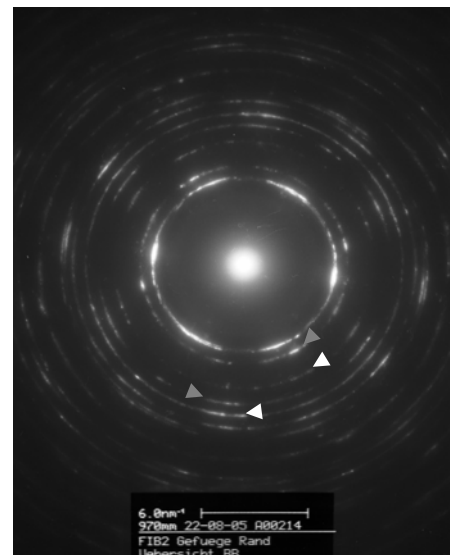


Abb.5.1.87: 302A 0,27 mm: BB zu Abb.5.1.86, weiße Pfeile Martensit, schwarze Austenit

## Charge 302HLS

302HLS 0,27 mm ( $\varphi = 2,17$ )

Bei dieser Charge wurde nur das Endprodukt mit TEM untersucht. Auch hier zeigte sich wie bei den beiden anderen Chargen das typische Ziehgefüge (Abb.5.1.88, 89) und wie bei 302A (Abb.5.1.85) ist im Beugungsbild (Abb.5.1.88) nur *Martensit* zu sehen.

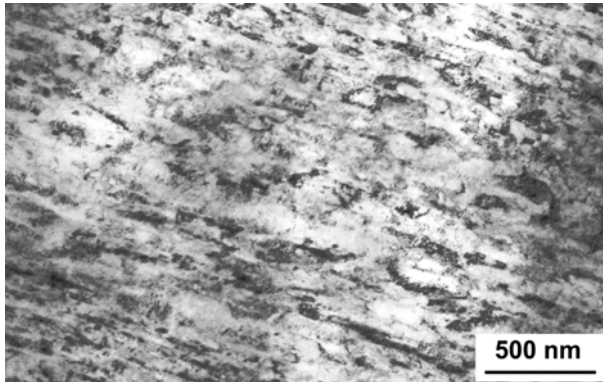


Abb.5.1.88: 302HLS 0,27 mm: HF, Übersichtsbild

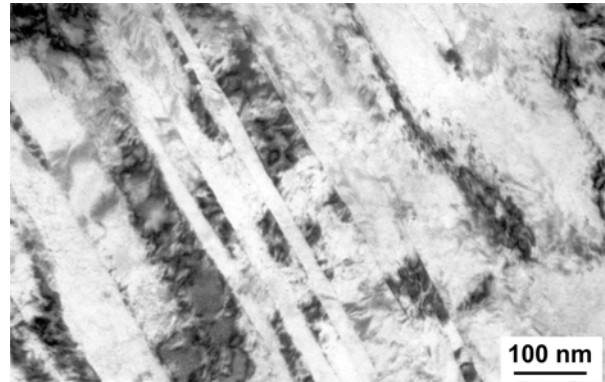


Abb.5.1.89: 302HLS 0,27 mm: HF, nadelförmiges Gefüge

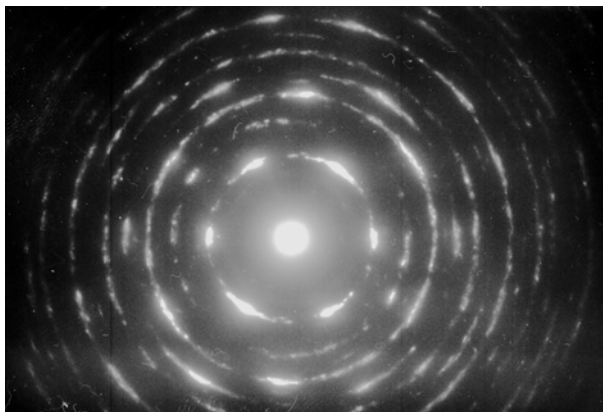


Abb.5.1.90: 302HLS 0,27 mm: BB zu Abb.5.1.86, 87, ausschließlich *Martensit*

## 5.2 Phasenanalyse mittels magnetischer Messungen

Die folgende Abb. 5.2.1 zeigt die Ergebnisse der Messung des Martensitgehalts mit dem Magnetoskop an den Ziehstufen aller drei Drähte, wobei die Mößbauer Effekt Meßwerte der jeweils am höchsten verformten Probe zur Kalibrierung dienen.

Mit R sind die durch den Richter gelaufenen Proben gekennzeichnet und mit K der direkt aus der Ziehmaschine stammende 0,27 mm Draht. Bei allen drei Legierungen zeigen die Kurven einen S-förmigen verlaufenden Anstieg mit zunehmendem Umformgrad.

Der Martensitgehalt ist bei gleichem Umformgrad bei 302HLS am größten und bei 1.4310 am geringsten. Die absolute Meßgenauigkeit schwankt durch die Kalibration mittels der



Mößbauereffekt-Messungen um ca. 3 %, der relative Fehler innerhalb einer Charge ist geringer als die Größe der Symbole in der Grafik.

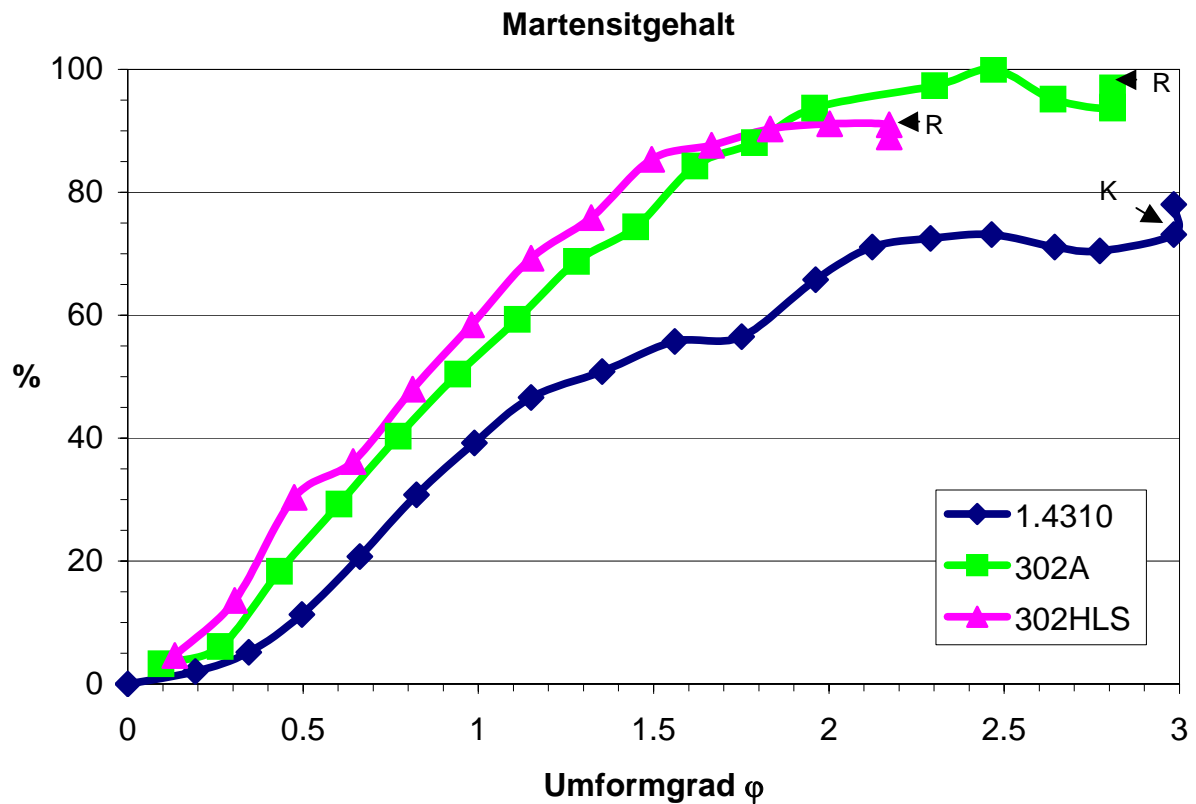


Abb.5.2.1: Martensitgehalt magnetisch gemessen über Umformgrad (Endzustand: R= gerichtet, K= Kopf (0,27 mm Draht direkt aus der Ziehmaschine))

### 5.3 Phasenanalyse mittels Mößbauereffekt

Diese Messungen dienten zur Kalibrierung des Magnetoskops und wurden, um auch die Einflüsse der chemischen Zusammensetzung zu berücksichtigen, an allen drei Typen von Drähten mit 0,27 mm Durchmesser durchgeführt.

Abb.5.3.1. zeigt die gemessenen Absorptionslinien als Punkte, wobei auf der x-Achse die Geschwindigkeit als Energieskala dient, da die Energieverschiebung durch den Dopplereffekt zustande kommt, und auf der y-Achse ist die relative Transmission in % aufgetragen.

Die Linien sind die aus mathematischen Überlegungen verwendeten Subspektren, aus denen sich die Approximationskurve an die Meßpunkte zusammensetzt.

Aus dem Anteil der  $^{57}\text{Fe}$ -Kerne, die eine magnetische Hyperfeinstrukturaufspaltung erfahren, ergaben sich folgende **Martensitgehalte**:

**1.4310 0,27 mm  $\varphi = 2,98$ : 78 %; 302A R 0,27 mm  $\varphi = 2,81$ : 97 %;**

302HLS R 0,27 mm  $\varphi = 2,17$ : 91 %, sowie aus einer früheren Messung Violinsaite „Gold e<sup>2</sup> 0,27 mm“ von Thomastik-Infeld: 64 %, mit einem Fehler von jeweils  $\pm 3$  %.

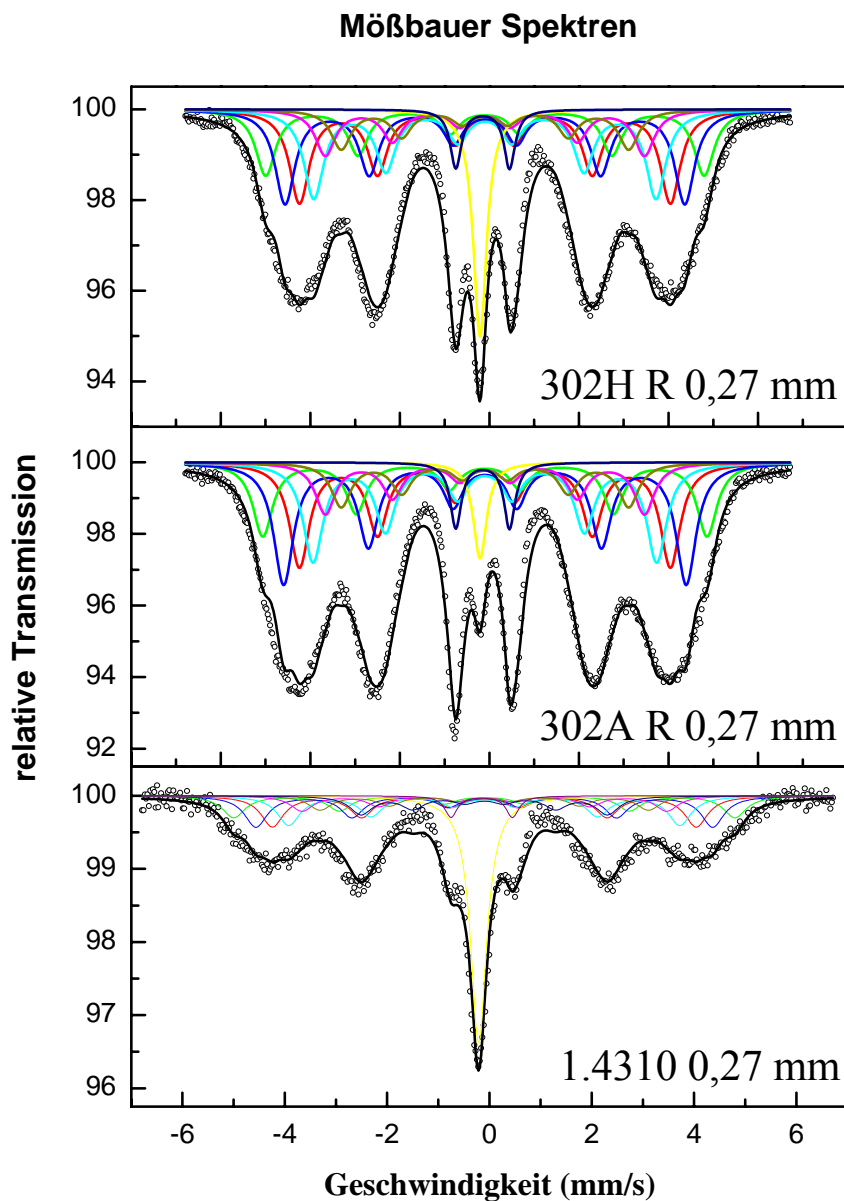


Abb.5.3.1: Mößbauerspektren: Meßpunkte, Approximationskurve plus ihrer sechs aus mathematischen Überlegungen eingeführten Subspektren

## 5.4 Röntgenographische Phasenanalyse

Diese Messungen, die an der Oberfläche von einzelnen Drähten durchgeführt wurden, zeigen deutlich geringere Martensitgehalte als in der gesamten Probe (Messungen mit dem Magnetoskop), wobei allerdings auch wiederum 302HLS den höchsten Martensitgehalt bei gleichem Umformgrad zeigt (Abb.5.4.1).

## Röntgenmessungen an der Oberfläche

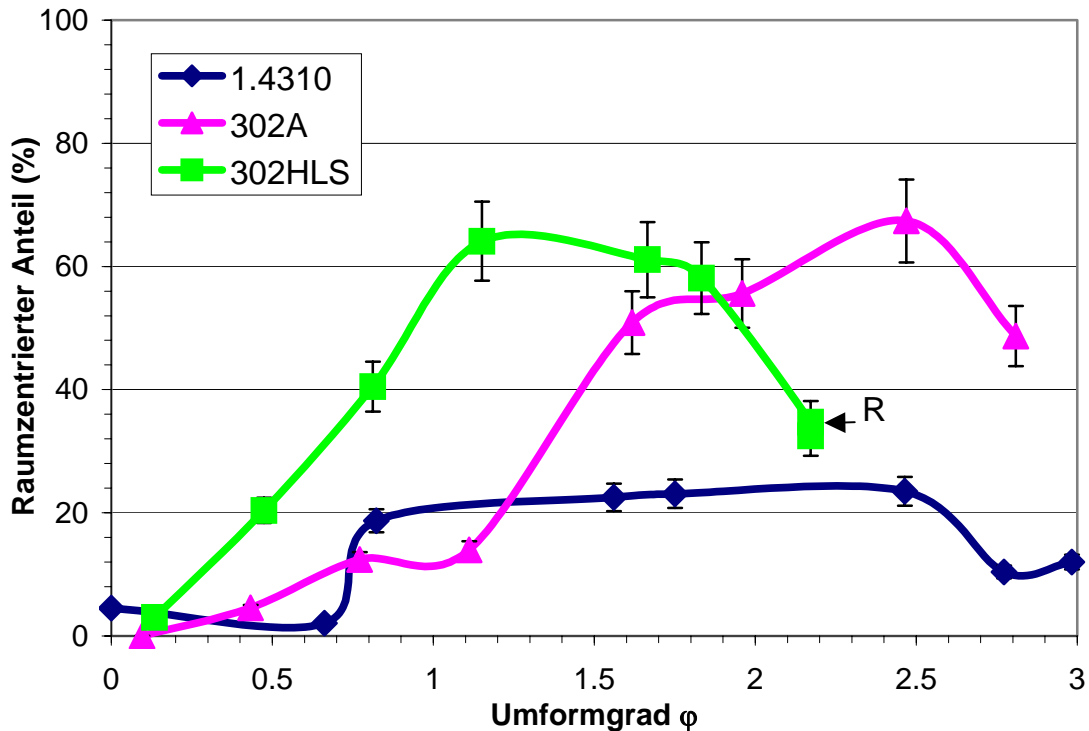


Abb.5.4.1: Phasenzusammensetzung der Drahtoberfläche über Umformgrad (Endzustand: R = gerichtet)

Von Charge 1.4310 wurden außerdem noch röntgenographische Phasenanalysen an Proben durchgeführt, von deren Durchmesser auf elektrochemischem Wege 10 % bzw. 20 % abgetragen worden waren. Abb.5.4.2 zeigt die Rohdaten von Probe 1.4310 0,27 mm, wobei die obere Kurve das Meßergebnis 10 % unter der Oberfläche zeigt und die untere Kurve jenes 20 % darunter. Sehr deutlich kann man die Abnahme der Intensität der Austenitreflexe ( $\gamma$ ) mit zunehmender Tiefe erkennen.

Abb.5.4.3 zeigt diese Ergebnisse zusammen mit denen von der Oberfläche und dem, mit dem Magnetoskop ermittelten, durchschnittlichen, über die ganze Probe gemittelten Martensitgehalt, wobei eine starke Abnahme von innen nach außen festzustellen ist. Bei allen drei Chargen wurden an den Endprodukten mit 0,27 mm Durchmesser auch Messungen an auf 1/3 und 2/3 des Durchmessers gedünnten Proben durchgeführt, die alle nahezu 100 % Martensitgehalt ergaben.

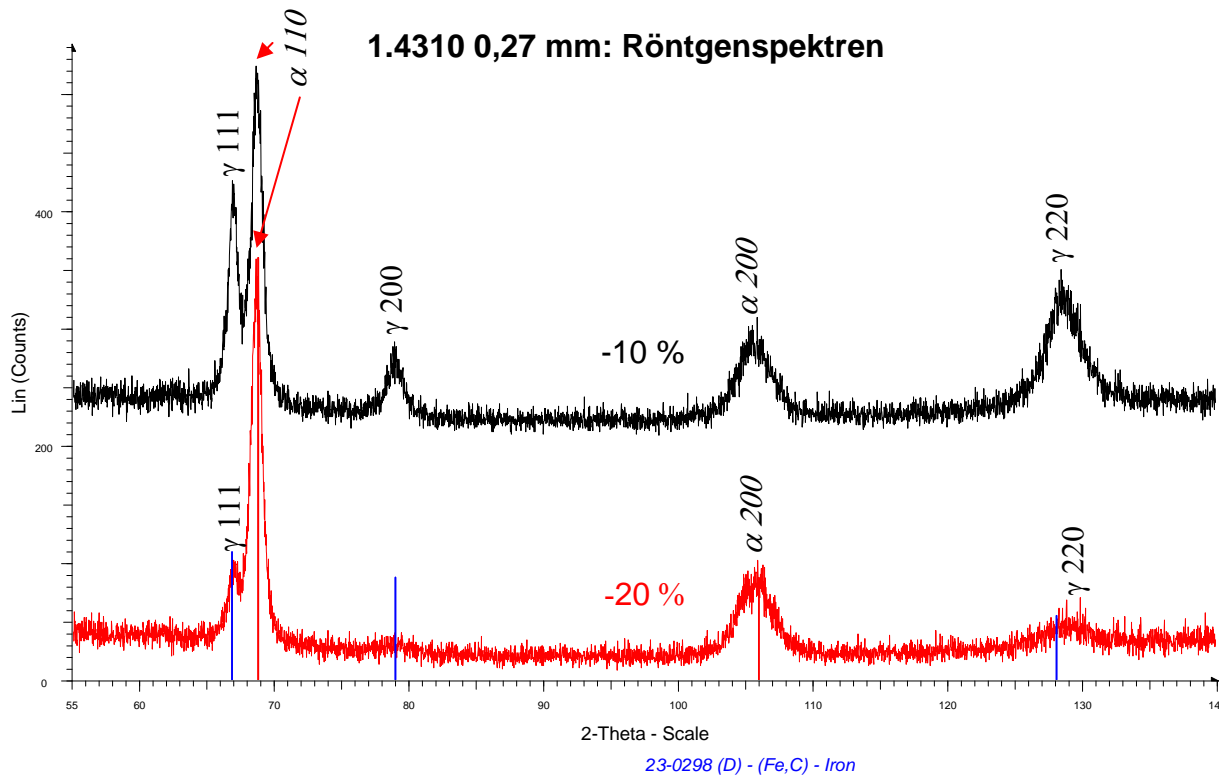


Abb.5.4.2: 1.4310 0,27 mm: Röntgenspektrum zur Phasenanalyse 10 % und 20 % unter der Drahtoberfläche

### 1.4310 Tiefenprofil des Martensitgehalts

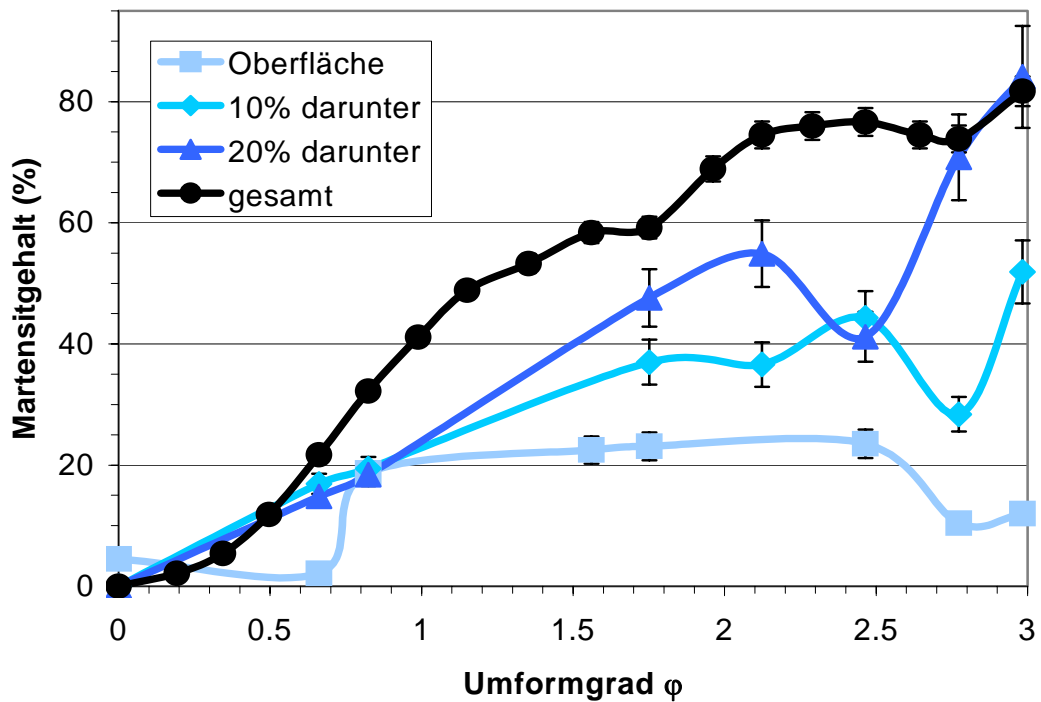


Abb.5.4.3: 1.4310: Martensitgehalt in verschiedenem Abstand von der Drahtachse unter der Oberfläche über Umformgrad

## 5.5a Röntgenographische Texturanalyse

Die folgenden Abb.5.5a.1 zeigt gemessene Austenit Polfiguren von Probe 1.4310 1,2 mm ( $\varphi = 0$ ), wobei sich hier eindeutig die  $\langle 111 \rangle$  Fasertextur zeigt (Abb.5.5a.1, links unten, Maximum = 11,80).

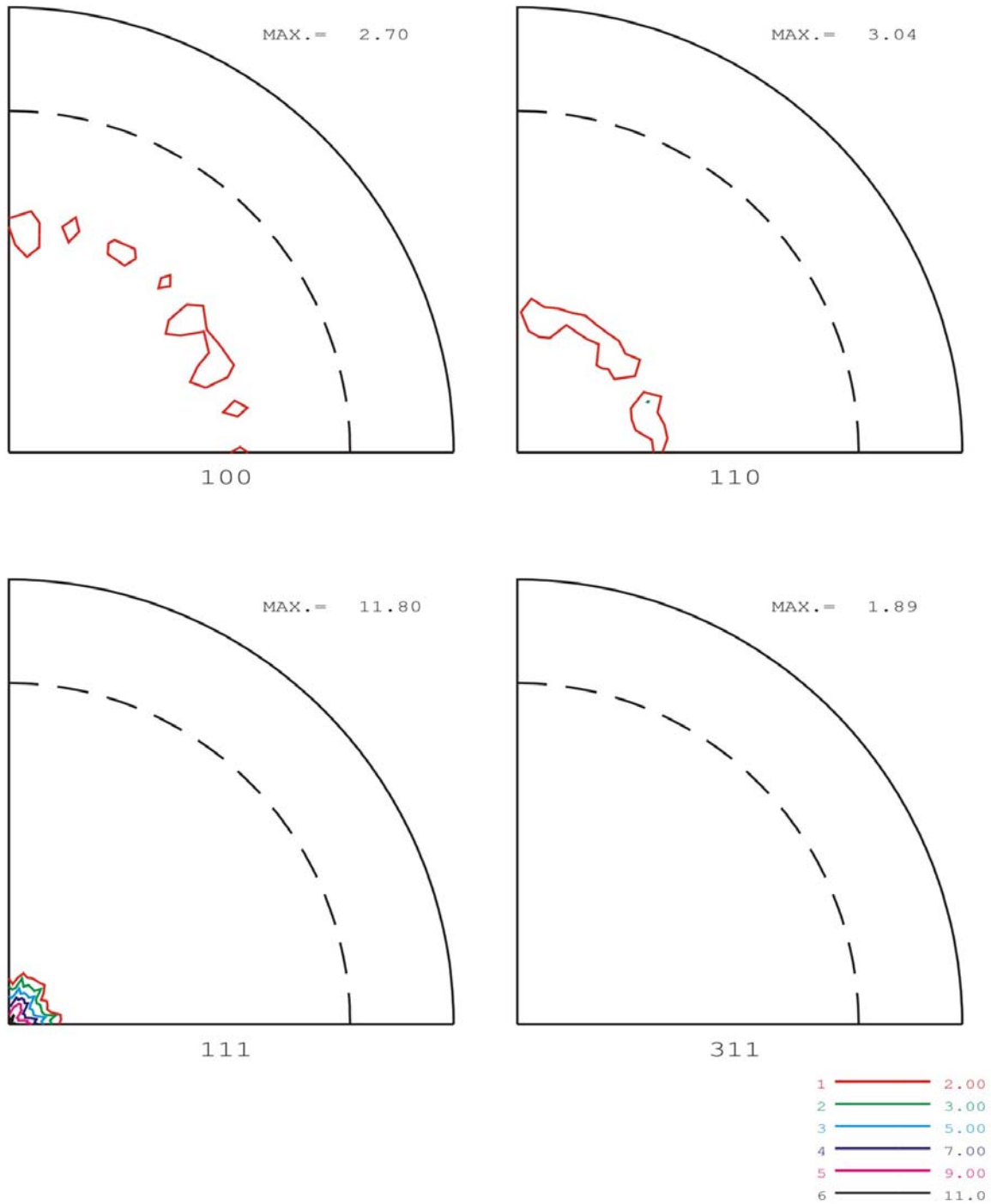


Abb.5.5a.1: Austenit Polfiguren von 1.4310 1,2 mm,  $\varphi = 0$

Der hochverformten Draht (1.4310 0,27 mm,  $\varphi = 2,98$ ) zeigt deutlich unterschiedliche Polfiguren im Restaustenit (Abb.5.5a.2), wobei die  $\langle 111 \rangle$  Fasertextur noch vorherrscht aber deutlich weniger ausgeprägt ist (Abb.5.5a.2, links unten, Maximum = 3,05).

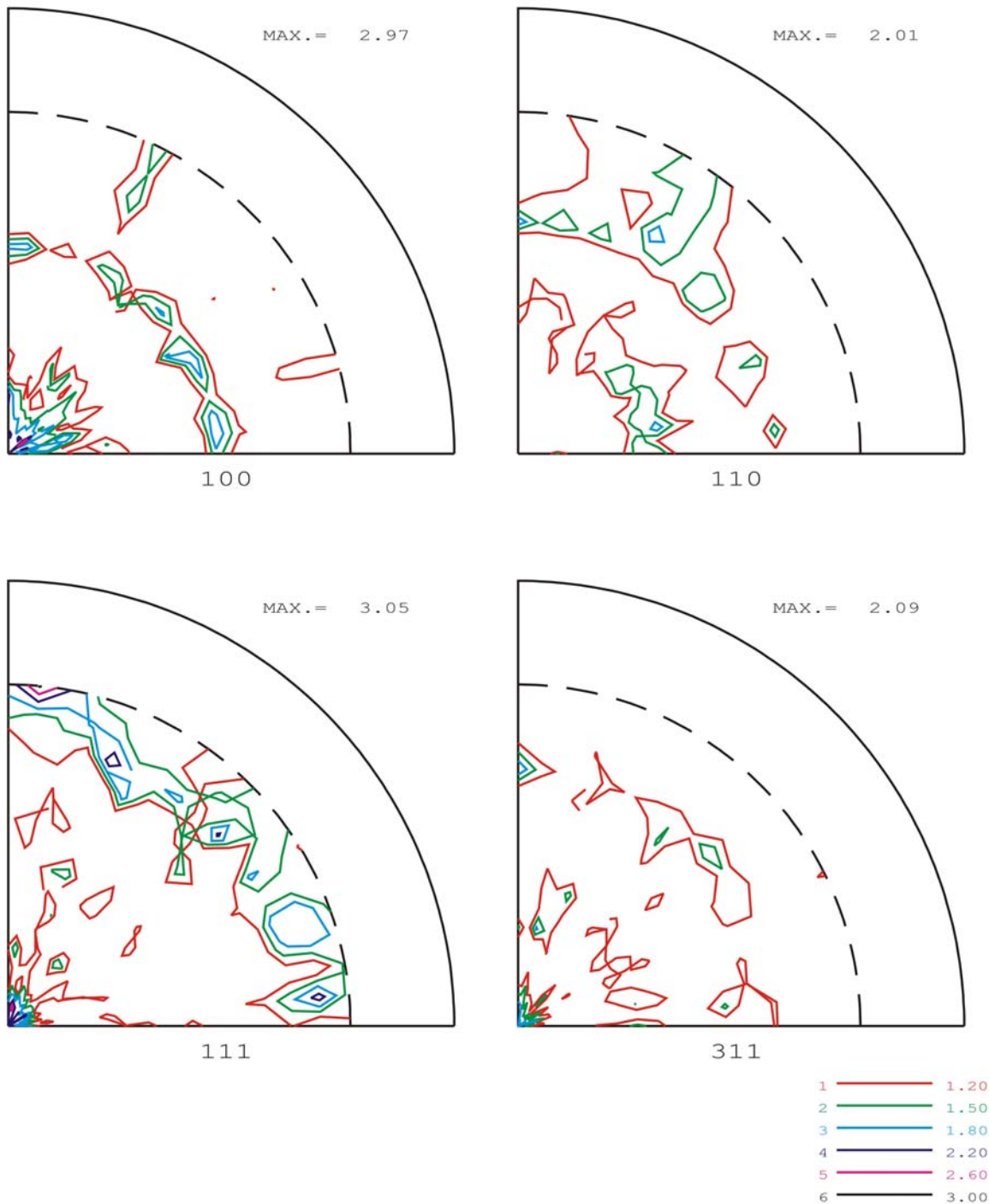


Abb.5.5a.2: Austenit Polfiguren von 1.4310 0,27 mm,  $\varphi = 2,98$

Die bei Probe 1.4310 0,27 mm vorherrschende Martensit Phase zeigt eine  $\langle 110 \rangle$  Fasertextur (Abb.5.5a.2, links unten, Maximum = 3,83).

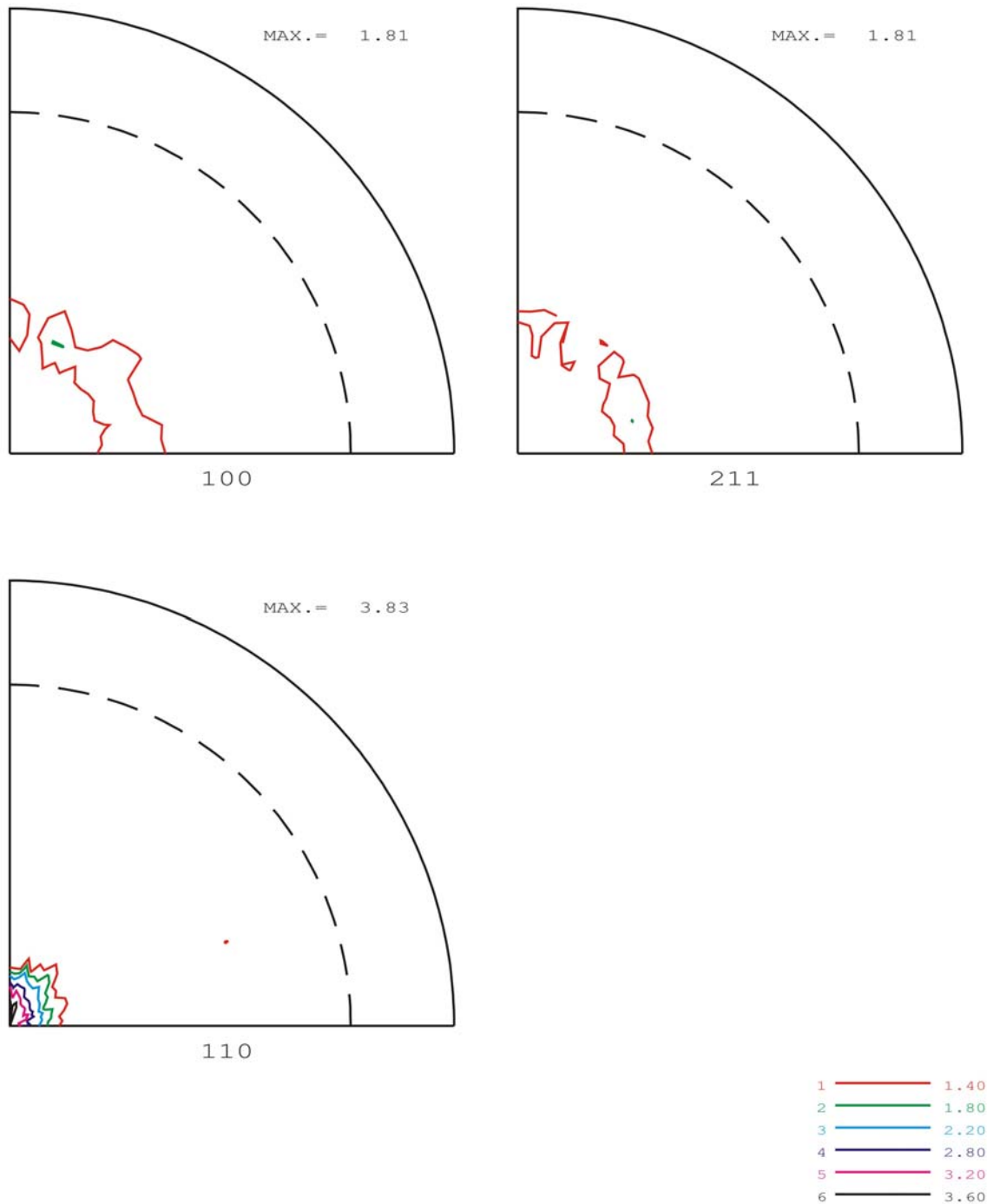


Abb.5.5a.3: Martensit Polfiguren von 1.4310 0,27 mm,  $\varphi = 2,98$

Die Abbildungen 5.5a.4 und 5.5a.5 zeigen die aus den gemessenen Polfiguren berechneten Texturindices (siehe 2c) als Funktion des Umformgrades bei ausgewählten Ziehstufen der Proben 1.4310 und 302A.

Im Austenit herrscht bei beiden Proben eine  $\langle 111 \rangle$  Fasertextur vor, die schon im Vormaterial vorhanden ist. Mit beginnender Kaltverformung (erste bzw. zweite Ziehstufe) steigt die Texturschärfe weiter an und fällt beim hochverformten Endprodukt wieder ab.

Im Martensit herrscht bei mittleren Umformgrad eine  $\langle 210 \rangle$  Fasertextur vor, die dann in einen  $\langle 110 \rangle$  Typ mit höherem Texturindex übergeht. Bei den Texturindizes für Martensit der wenig verformten Proben ist zu berücksichtigen, daß der Martensitgehalt noch sehr niedrig ist und deswegen nur ein geringer Einfluß auf die mechanischen Eigenschaften des Drahtes zu erwarten ist. Interessant ist auch die vergleichbare Höhe des Texturindex für die beiden Chargen 1.4310 und 302A, die ja von unterschiedlichen Herstellern stammen, aber eine sehr ähnliche Zusammensetzung haben.

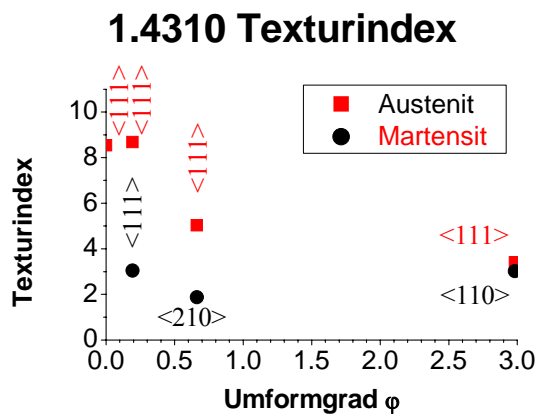


Abb.5.5a.4: 1.4310: Texturindex über Umformgrad

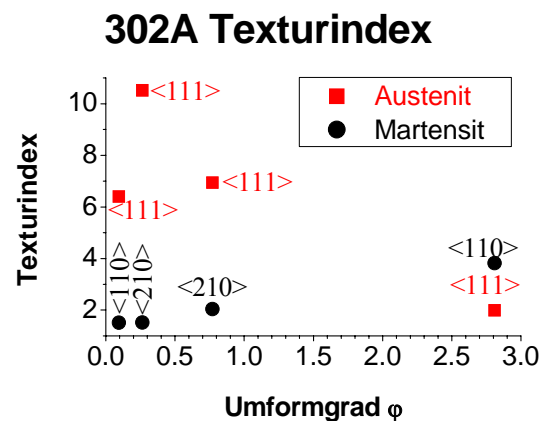


Abb.5.5a.5: 302A: Texturindex über Umformgrad

## 5.5b Berechnung des Einflusses der Textur auf den Elastizitätsmodul

Da die Veränderungen der Elastizitätsmoduli in Abhängigkeit vom Umformgrad unerwartet hoch waren, wurden bei Herrn Prof. Dr. Reimers an der TU Berlin aus den Polfiguren der Röntgenmessungen Elastizitätsmoduli errechnet (Abb.5.5b.1). Die mit der Bezeichnung „längs“ versehenen Werte entsprechen der Richtung der Achse des Drahtes, also der Richtung, in welcher auch beim Zugversuch gemessen wird, die Richtung „quer“ ist normal dazu.

Hierbei zeigt sich bei den „längs“-Werten ein deutliches Minimum bei  $\phi = 0,5$  bis  $\phi = 1$ . In diesem Bereich ist der Elastizitätsmodul um etwa 5 % geringer als im Ausgangszustand und bei den hochverformten Drähten.



## Einfluß der Textur auf den Elastizitätsmodul

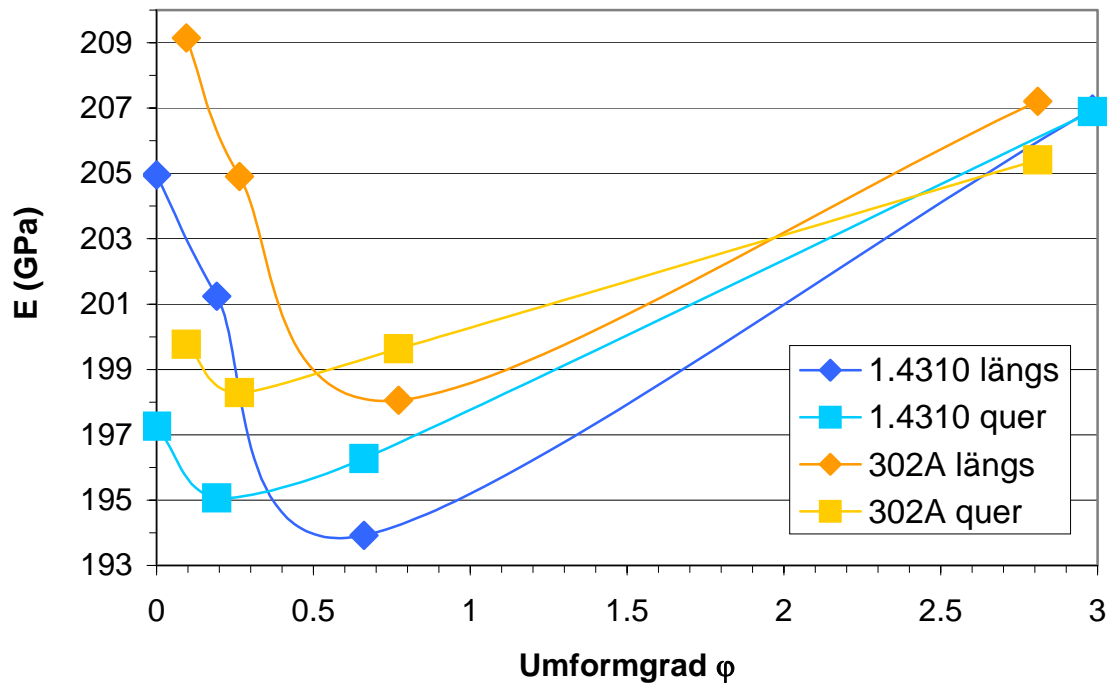


Abb.5.5b.1: Elastizitätsmodul, berechnet aus der Textur, über Umformgrad

## 5.6 Linienprofilanalyse mit Synchrotron-Röntgenstrahlung

Die Messungen des Linienprofils von verschiedenen stark verformten Drähten von Charge 302A sind in Abb.5.6.1a-d dargestellt, wobei mit zunehmendem Umformgrad eine Verbreiterung der Reflexe sowie eine Abnahme des  $\gamma$ -Phasenanteils (Austenit) und eine Zunahme des Anteils der  $\alpha$ -Phase (Martensit) erfolgt und auch Verschiebungen der Reflexe zu beobachten sind.

Auf der x-Achse ist der Beugungswinkel  $2\Theta$  aufgetragen, auf der z-Achse die Zählrate (Rohdaten), wobei die unterschiedlichen Skalierungen zu beachten sind.

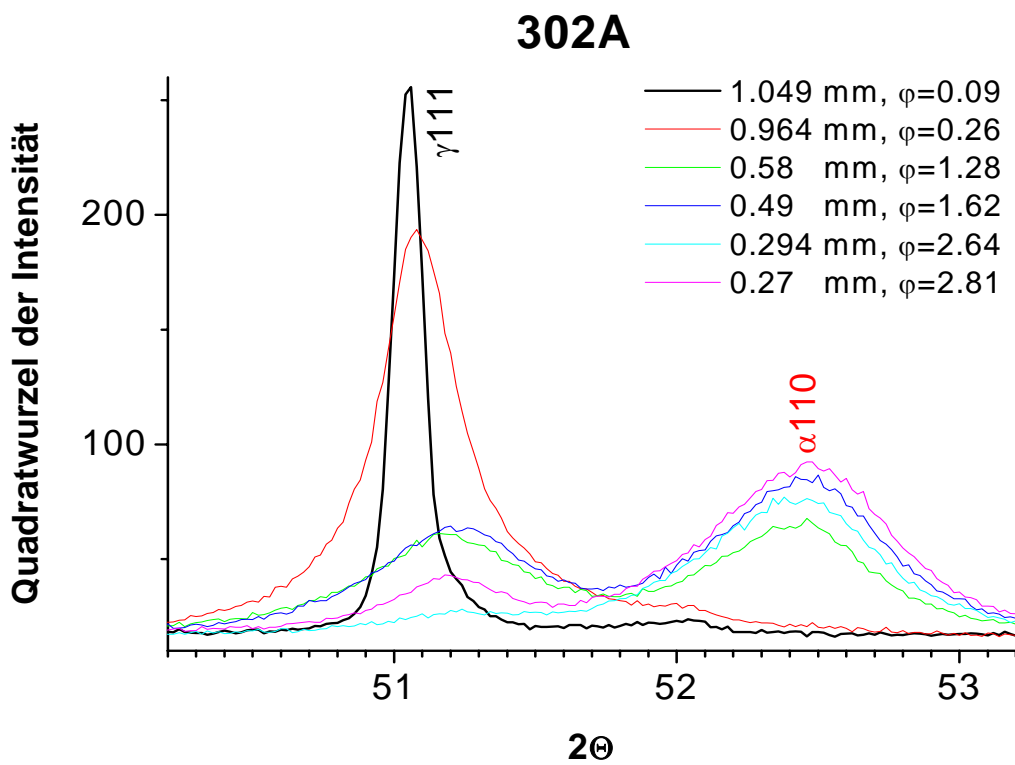


Abb.5.6.1a: 302A : Linienprofil  $\gamma_{111}$ ,  $\alpha_{110}$

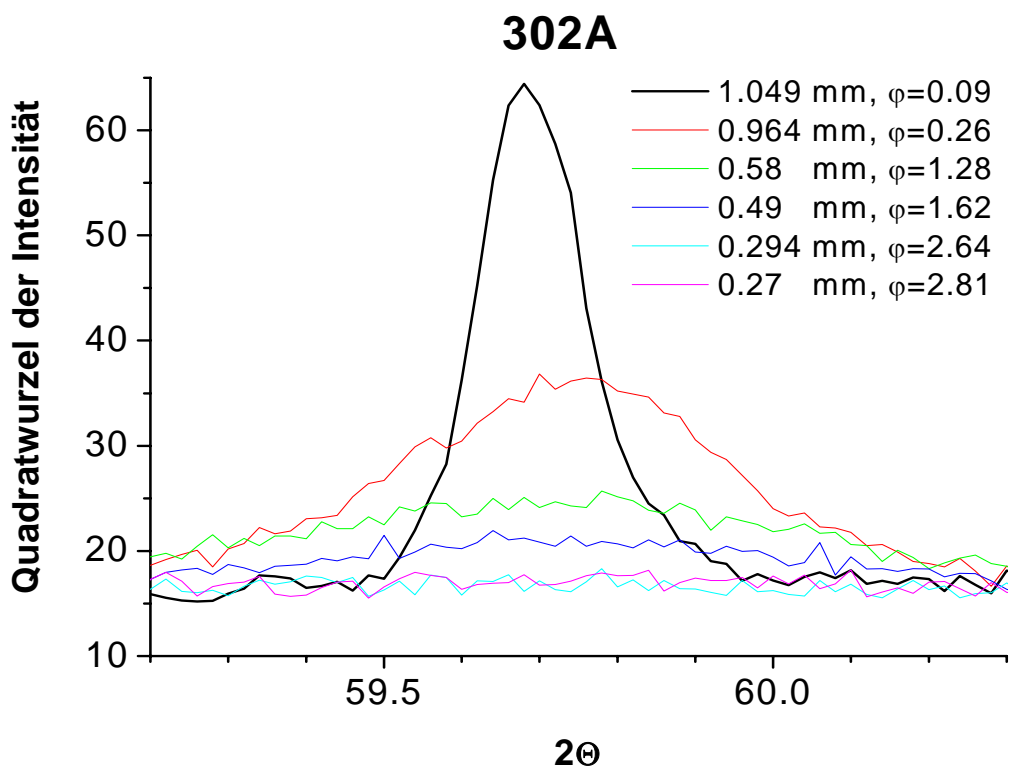


Abb.5.6.1b: 302A : Linienprofil  $\gamma_{200}$

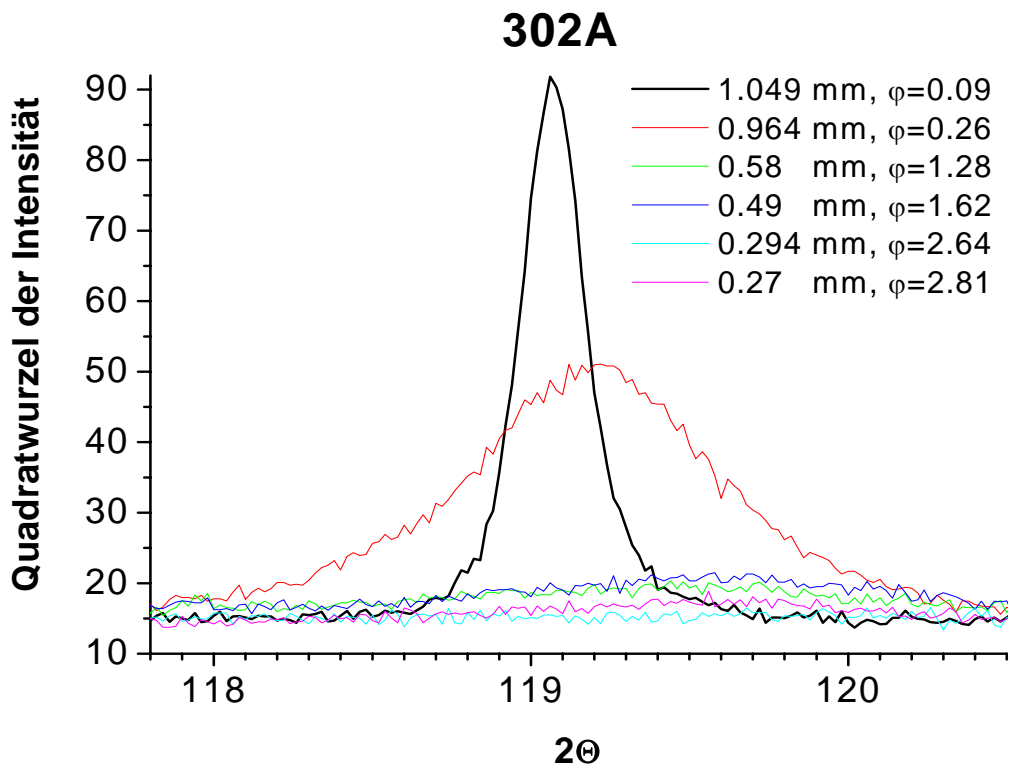


Abb.5.6.1c: 302A : Linienprofil  $\gamma_{222}$

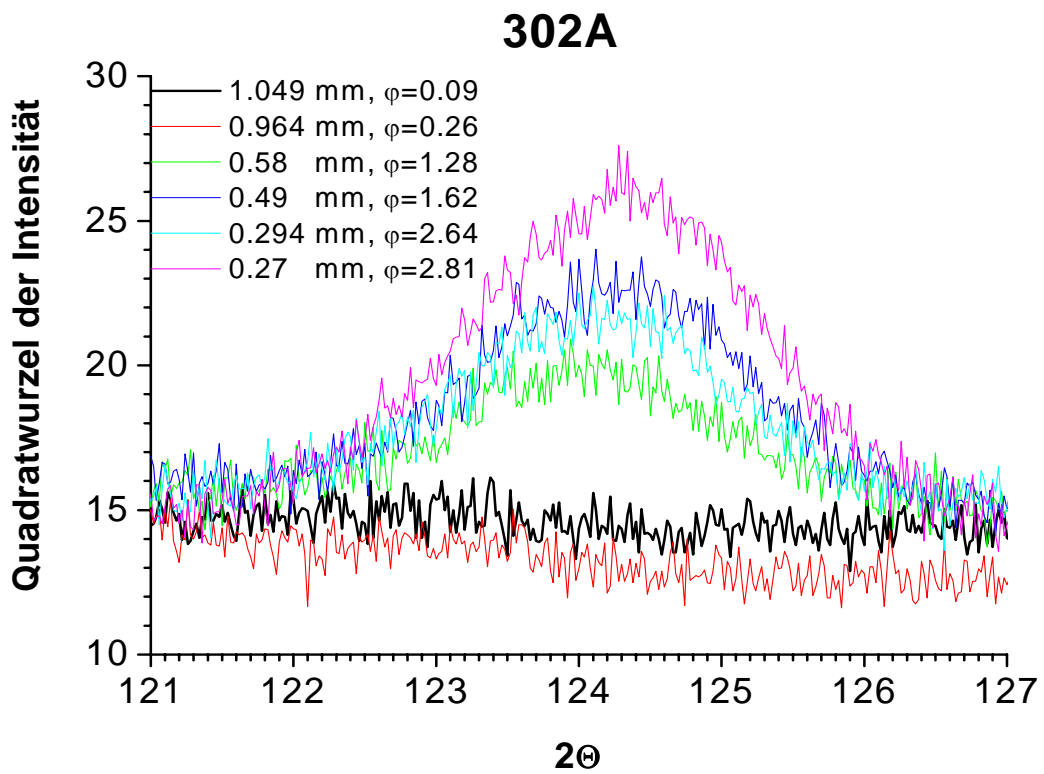


Abb.5.6.1d: 302A : Linienprofil  $\alpha_{220}$

In den folgenden beiden Abbildungen 5.6.2 und 5.6.3 sind die Halbwertsbreiten (FWHM) der untersuchten Austenit- und Martensitreflexe über dem Umformgrad aufgetragen, wobei bei fehlenden Punkten im Diagramm die Intensität der zugehörigen Reflexe für eine sinnvolle Auswertung zu schwach war. Im Austenit (Abb.5.6.2) zeigt sich eine Zunahme der Halbwertsbreiten mit steigender Kaltverformung, wobei dieser Effekt bei den Reflexen höherer Ordnung (311,220) deutlicher feststellbar ist. Beim Martensit (Abb.5.6.3), der bei dieser Probe erst bei einem Umformgrad von etwa  $\varphi = 0,6$  in solchen Mengen vorkommt, daß die Halbwertsbreite der Reflexe bestimmt werden kann, bleibt die Halbwertsbreite im wesentlichen gleich.

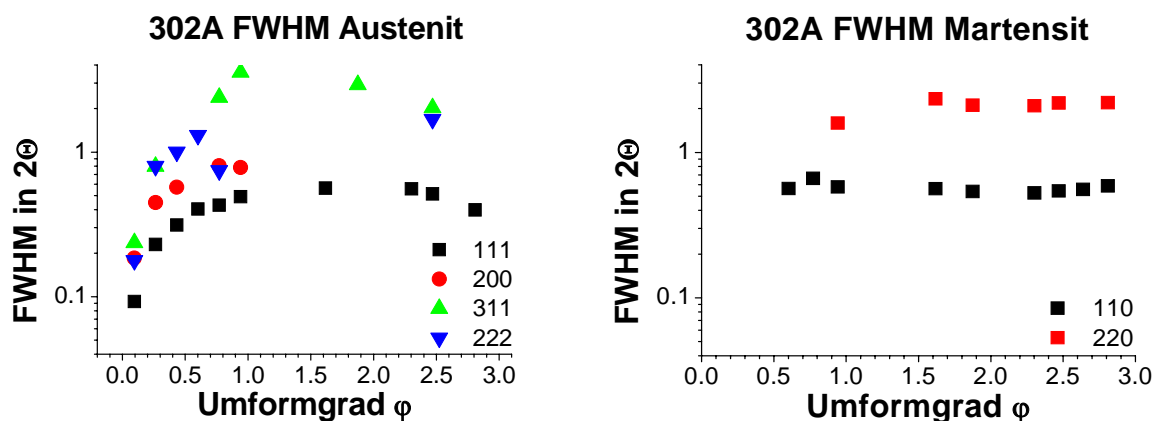


Abb.5.6.2: 302A: FWHM Austenit über Umformgrad    Abb.5.6.3: 302A: FWHM Martensit über Umformgrad

Die Auswertung der Linienprofile mittels des Programms MAUD [3S-6S,8S] ergab bei der am ausführlichsten untersuchten Charge 302A die folgenden Ergebnisse für die Domänengröße (Abb.5.6.4), wobei die Werte für beide Phasen für jeweils drei kristallographische Netzebenen Richtungen ((100), (110), (111)) dargestellt sind.

Im Gegensatz zu der starken Abnahme der Domänengröße um drei Größenordnungen zwischen  $\varphi = 1$  und  $\varphi = 0,8$  beim Austenit, nimmt die Domänengröße für Martensit bis zu  $\varphi = 1,5$  etwa um einen Faktor zwei zu und bleibt dann gleich.

Sowohl beim Austenit als auch beim Martensit sind im gesamten Verformungsbereich die Domänen meist in (100)-Richtung doppelt so ausgedehnt wie in (111)-Richtung.

### 302A Domänengröße

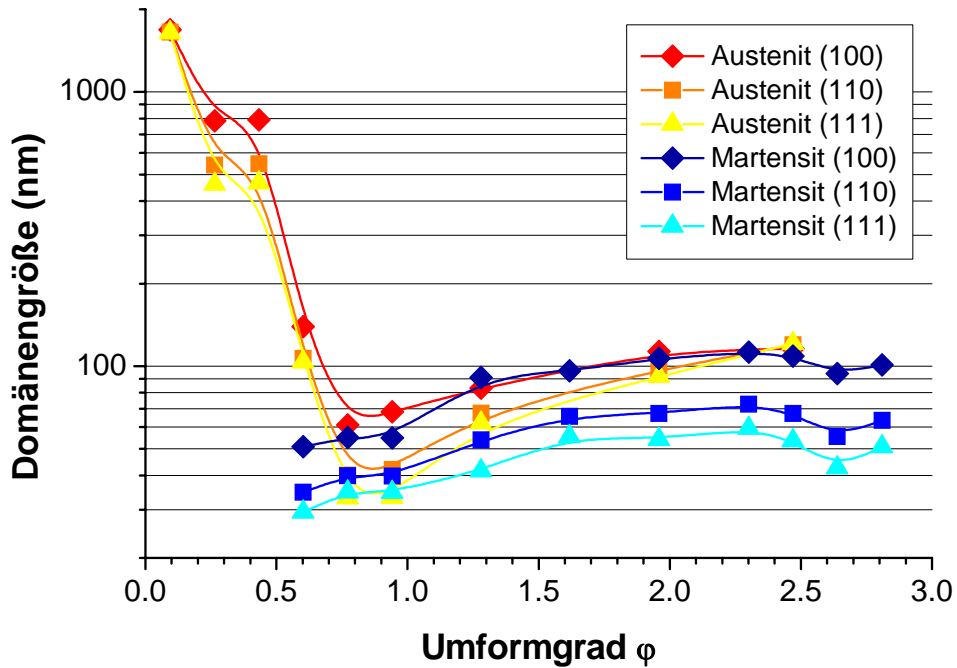


Abb.5.6.4: 302A: Domänengröße

Bei Probe 302HLS (Abb. 5.6.5) ist die Abnahme der Domänengröße nicht so ausgeprägt wie bei 302A (Abb.5.6.4), wobei die unterschiedlichen Maßstäbe der Achsen zu beachten sind und zu berücksichtigen ist, daß die erste Ziehstufe dieser Charge schon stärker verformt ist, als jene der anderen beiden.

### 302HLS Domänengröße

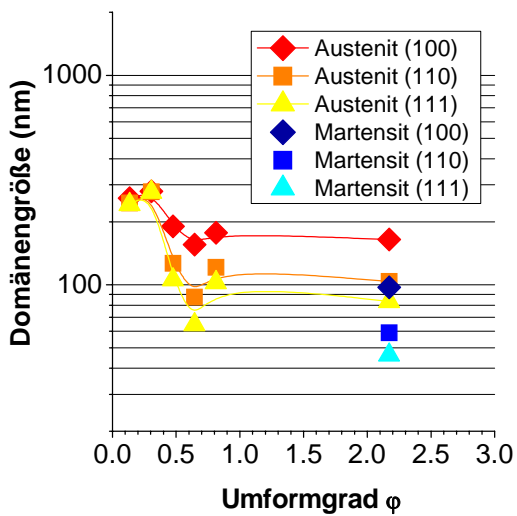


Abb.5.6.5: 302HLS: Domänengröße

### 1.4310 Domänengröße

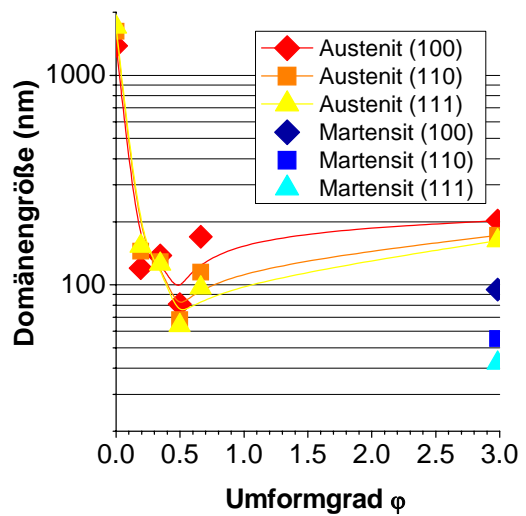


Abb.5.6.6: 1.4310: Domänengröße

Um die drei Chargen besser mit einander vergleichen zu können, werden in den Abb.5.6.7, 8 die Mikrodehnungen für Austenit (Abb.5.6.7) und Martensit (Abb.5.6.8) aufgetragen, wobei der Übersichtlichkeit halber nur die mittlere Domänengröße  $M_0$  dargestellt ist. Hierbei sind keine signifikanten Unterschiede zwischen den Chargen feststellbar.

### Vergleich der mittleren Domänengrößen $M_0$ im Austenit

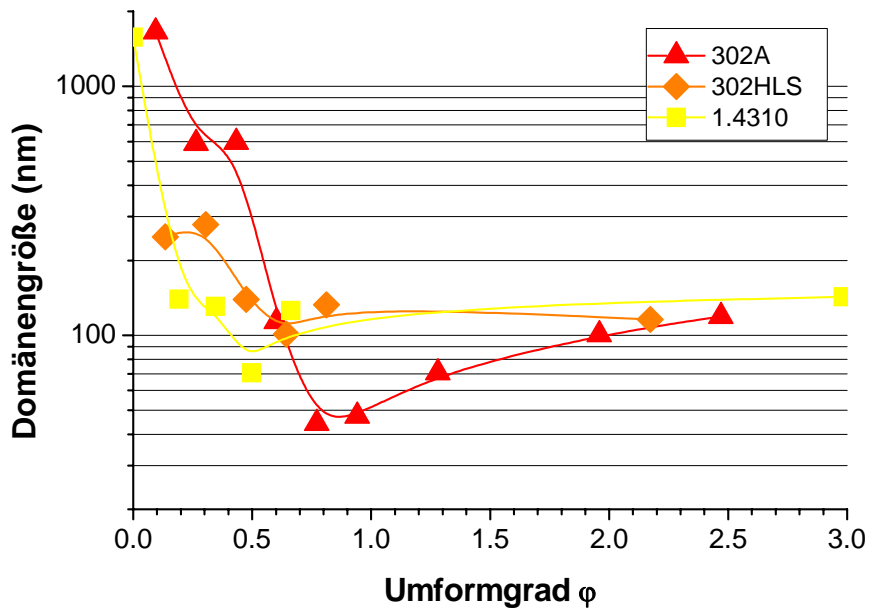


Abb.5.6.7: 302HLS: Vergleich der mittleren Domänengrößen im Austenit

### Vergleich der mittleren Domänengrößen $M_0$ im Martensit

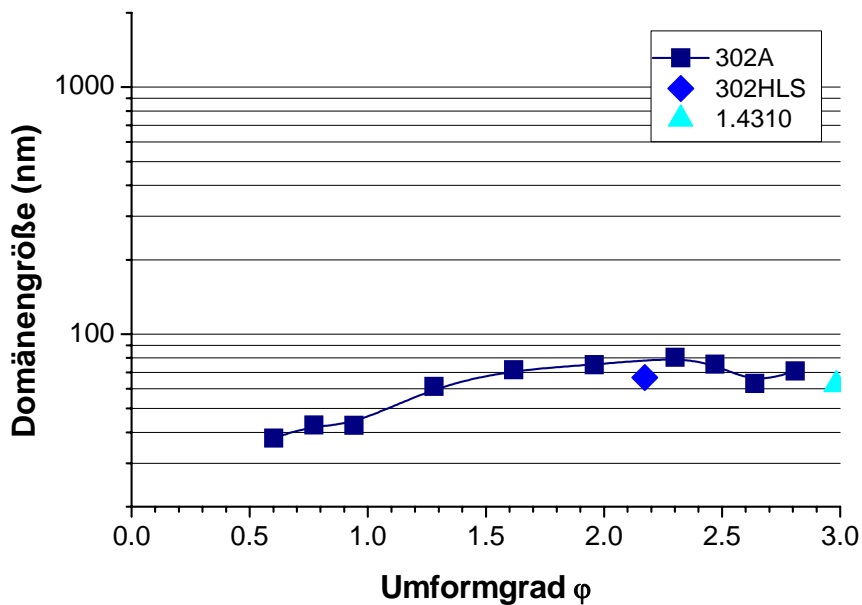


Abb.5.6.8: 302HLS: Vergleich der mittleren Domänengrößen im Martensit

Bei der Mikrodehnung zeigt die am ausführlichsten untersuchte Charge 302A (Abb.5.6.9) einen deutlichen Anstieg im Austenit und näherungsweise konstante Werte im Martensit. Im Austenit fällt noch auf, daß die Mikrodehnung in (111)-Richtung deutlich geringer als in (100)-Richtung ist.

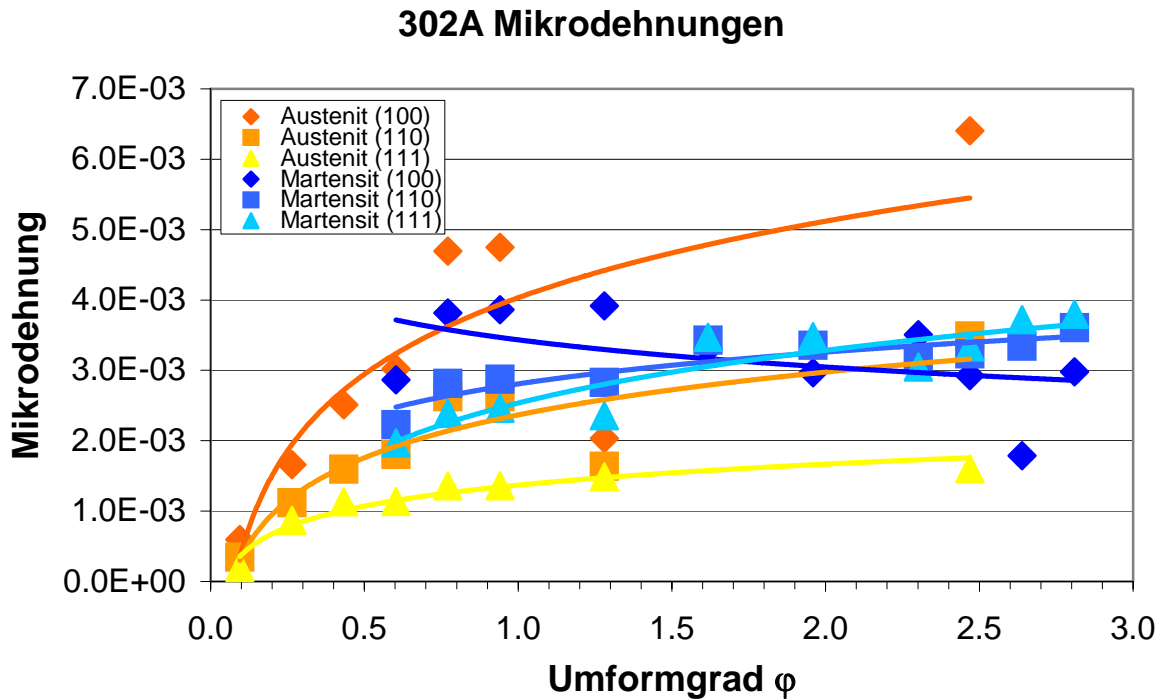


Abb. 5.6.9: 302A: Mikrodehnung

Die Messungen an 302HLS (Abb.5.6.10) und 1.4310 (Abb.5.6.11) zeigen qualitativ und quantitativ ähnliches Verhalten. Auch hier ist im Austenit die (111)-Richtung jene mit der geringsten Mikrodehnung.

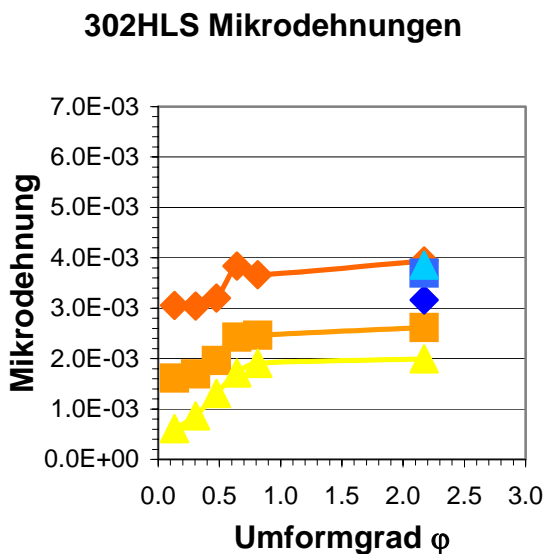


Abb.5.6.10: 302HLS: Mikrodehnung

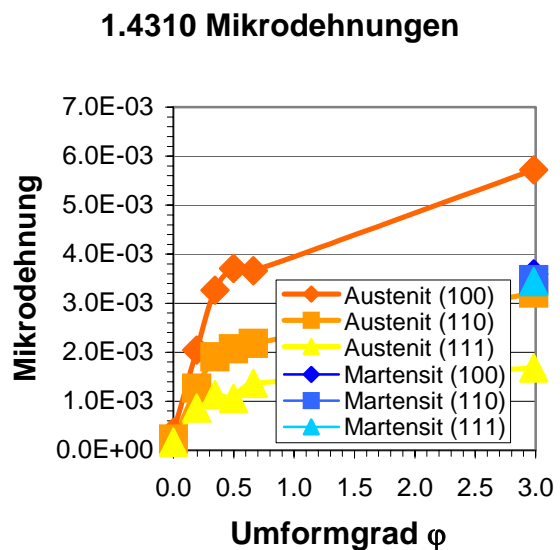


Abb. 5.6.11: 1.4310: Mikrodehnung

Auch hier folgen zum Vergleich aller drei Phasen nochmals die Mikrodehnungen im Austenit (100 und 111, Abb.5.6.12) und im Martensit (5.6.13), wobei bei letzterem der Übersichtlichkeit halber der Mittelwert aus den Mikrodehnungen in die kristallographischen Richtungen 100, 110 und 111 dargestellt wurde. Wieder zeigen sich ein sehr ähnlicher qualitativer Verlauf und sehr ähnliche quantitative Werte für alle drei Chargen:

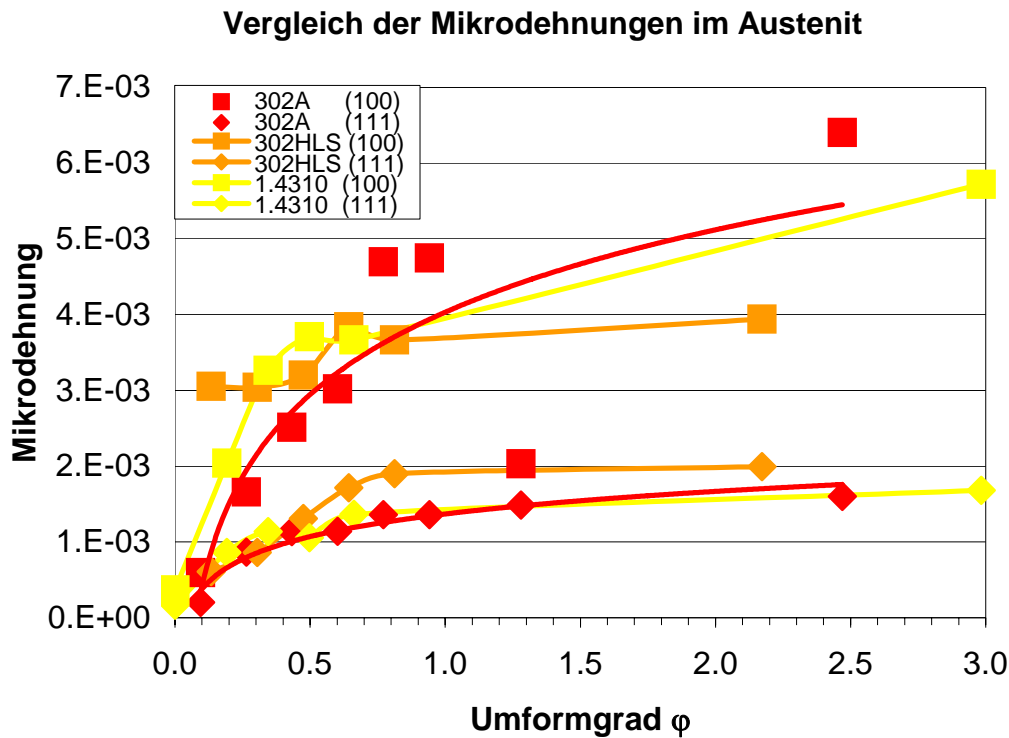


Abb.5.6.12: Vergleich der Mikrodehnungen im Austenit

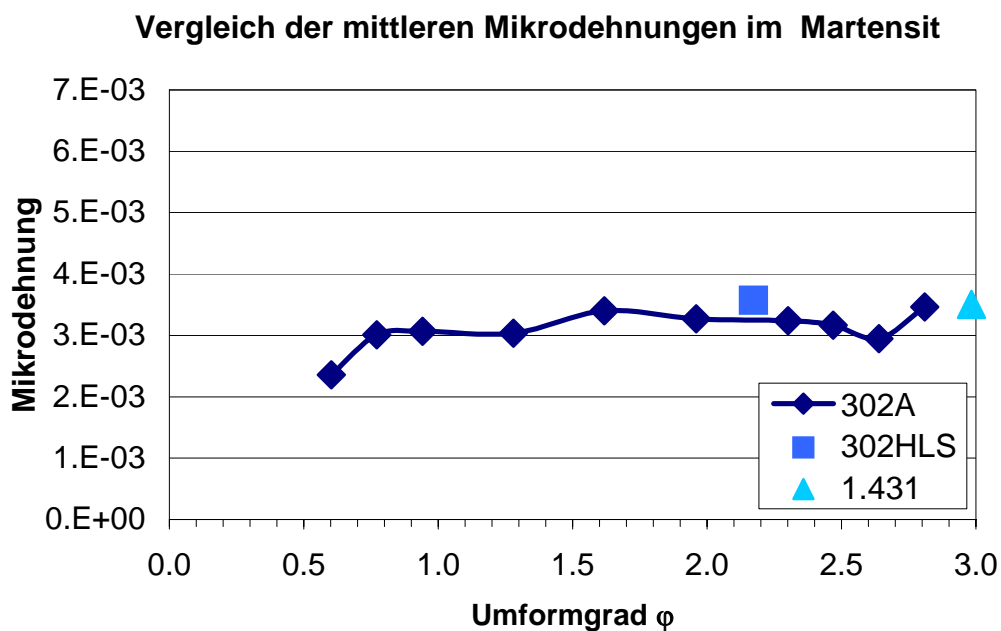


Abb.5.6.13: Vergleich der mittleren Mikrodehnungen im Martensit



Aus den Linienprofilen lassen sich auch die Stapelfehler- und Zwillingshäufigkeitswahrscheinlichkeiten berechnen. Bei Probe 302A fällt der deutliche Anstieg der Zwillingswahrscheinlichkeit  $\beta$  im Austenit zu Beginn der Kaltverformung auf (Abb.5.6.14). Die Gesamtdefektwahrscheinlichkeit ( $1,5 \cdot (\alpha' + \alpha'') + \beta$ ) ist im Austenit höher als im Martensit. Im Austenit ist der Anteil der intrinsischen Stapelfehler  $\alpha'$  deutlich höher als jener der extrinsischen  $\alpha''$  und außer beim Maximum der Zwillingswahrscheinlichkeit zu Beginn der Kaltverformung der dominante Beitrag zur Gesamtdefektwahrscheinlichkeit (Abb.5.6.15).

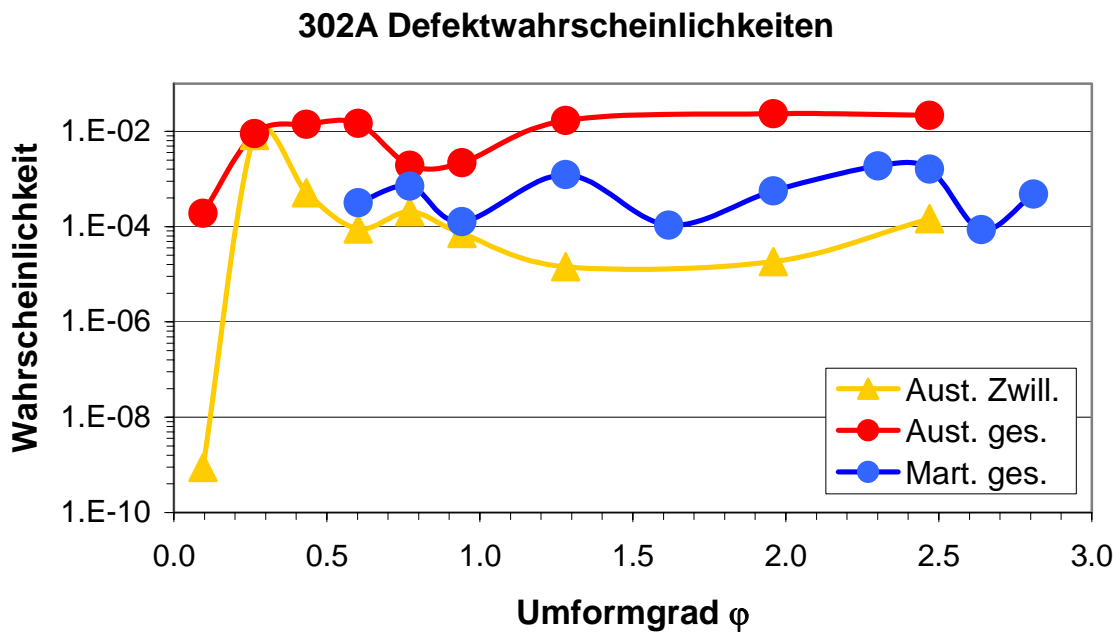


Abb.5.6.14: 302A: Defekthäufigkeitswahrscheinlichkeiten für zweidimensionale Gitterfehler

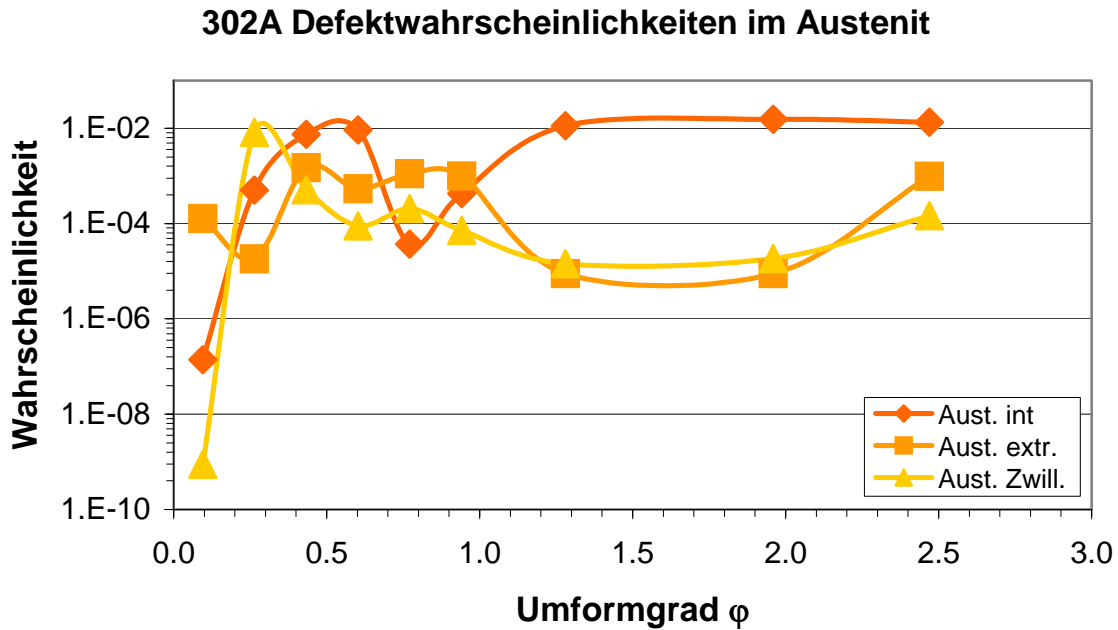


Abb.5.6.15: 302A: Defekthäufigkeitswahrscheinlichkeiten für zweidimensionale Gitterfehler im Austenit

Bei den anderen beiden Chargen (Abb.5.6.16-19) ergibt sich ein ähnliches Bild; auch hier ist die Gesamtdefektwahrscheinlichkeit im Austenit höher als im Martensit, allerdings läßt sich die deutliche Zunahme der Zwillingswahrscheinlichkeit mit beginnender Kaltverformung bei 302HLS (Abb.5.6.16, 17) nicht feststellen, wobei man aber wiederum beachten muß, daß hier die erste Ziehstufe bereits einen Umformgrad  $\phi = 0,13$  hat und dadurch offenbar schon eine hohe Zwillingswahrscheinlichkeit aufweist.

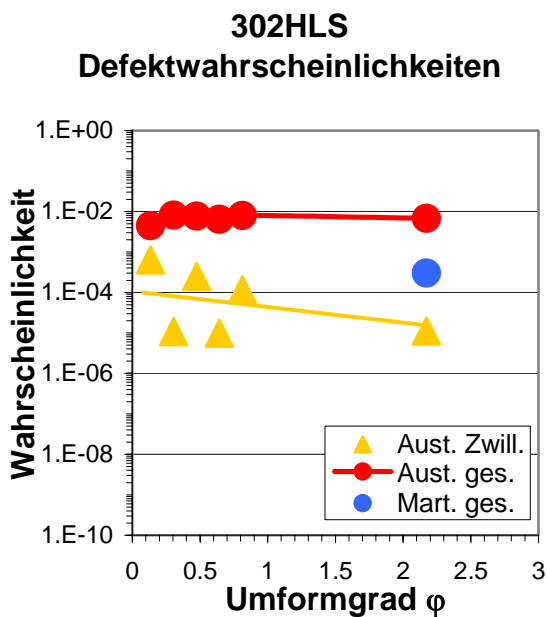


Abb.5.6.16: 302HLS: Defekthäufigkeitswahrscheinlichkeiten

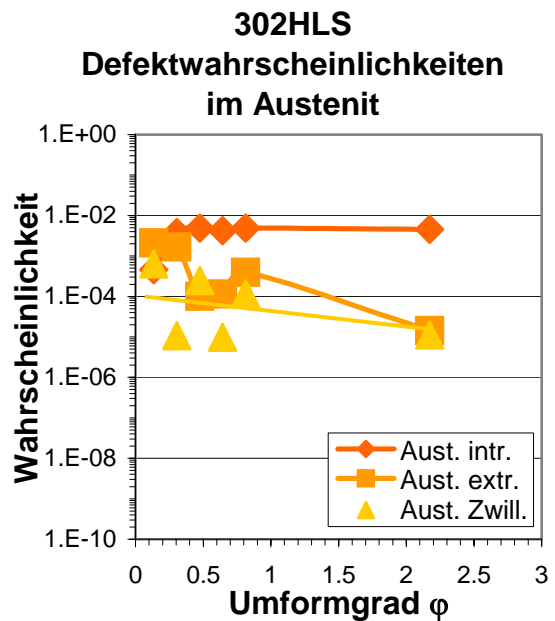


Abb.5.6.17: 302HLS: Defekthäufigkeitswahrscheinlichkeiten im Austenit

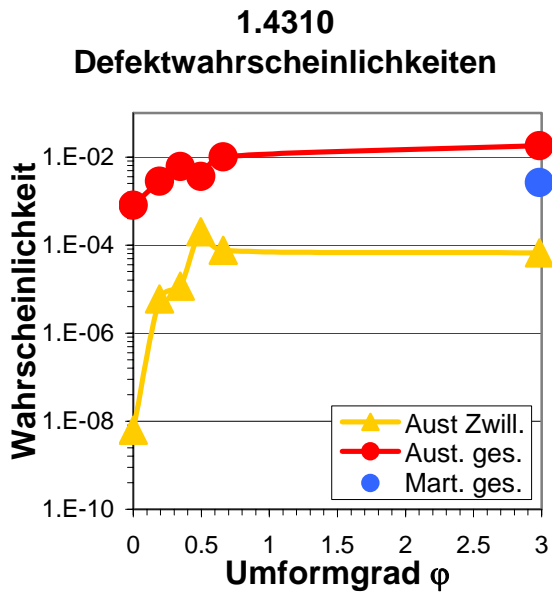


Abb.5.6.18: 1.4310:  
Defekthäufigkeitswahrscheinlichkeiten

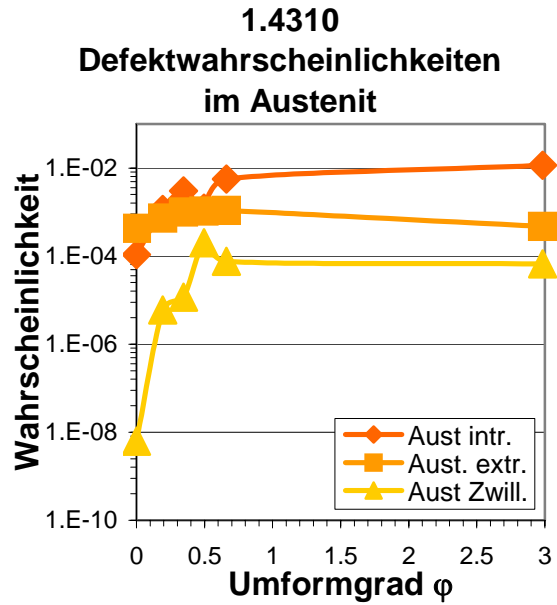


Abb.5.6.19: 1.4310:  
Defekthäufigkeitswahrscheinlichkeiten im Austenit

Die folgenden Abb.5.6.20, 21 vergleichen die Gesamtdfekthäufigkeitswahrscheinlichkeiten der drei Chargen für Austenit (Abb.5.6.20) und Martensit (Abb.5.6.21).

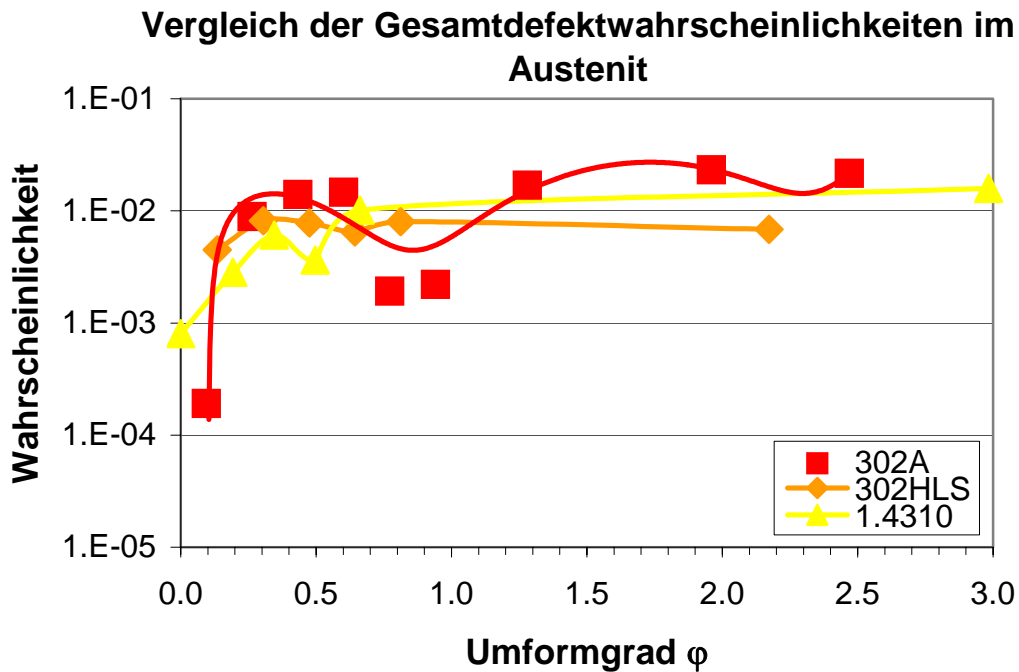


Abb.5.6.20: 1.4310: Vergleich der Gesamtdfekthäufigkeitswahrscheinlichkeiten im Austenit

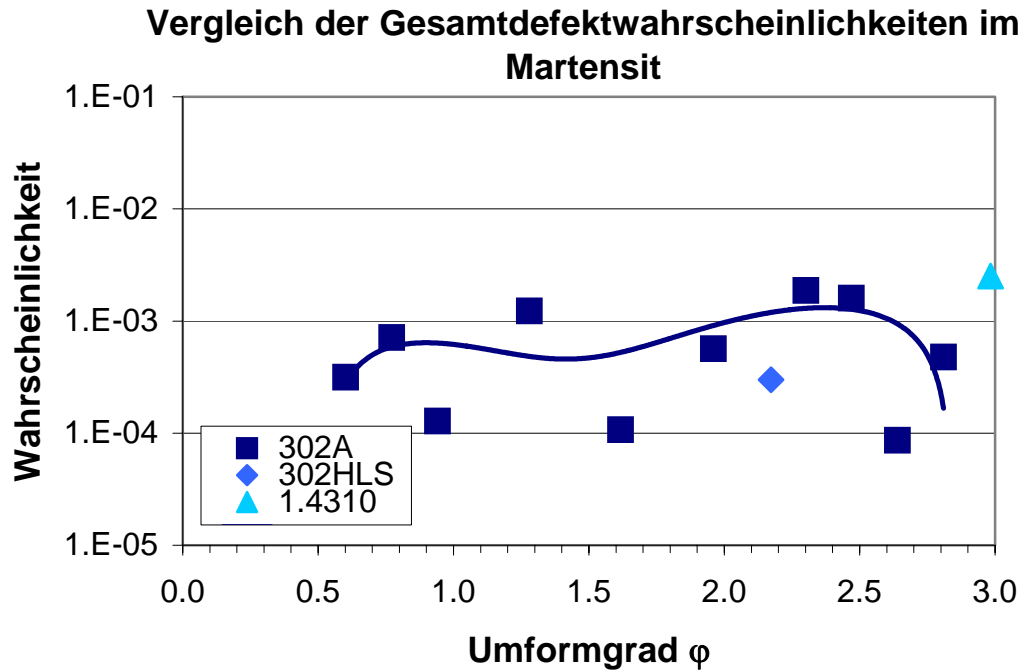


Abb.5.6.21: 1.4310: Vergleich der Gesamtdefekthäufigkeitswahrscheinlichkeiten im Martensit

An Charge 1.4310 wurden zusätzlich Messungen an wärmebehandelten Proben des Endprodukts 1.4310 0,27 mm durchgeführt.

Da es von diesen Proben keine Magnetoskop-Meßwerte gibt, wurden diese Ergebnisse auch zur quantitativen Phasenanalyse herangezogen (Abb.5.6.22). Hierbei zeigt sich eine Rückumwandlung des Ferrits zu Austenit zwischen 400°C und 600°C.

In Abb.5.6.23 nehmen zunächst die Austenit-Domänengrößen ab, zwischen 300°C und 400°C sind sie etwa konstant und ab 500°C steigen sie dann endgültig an.

### 1.4310 Martensitgehalt über Temperatur

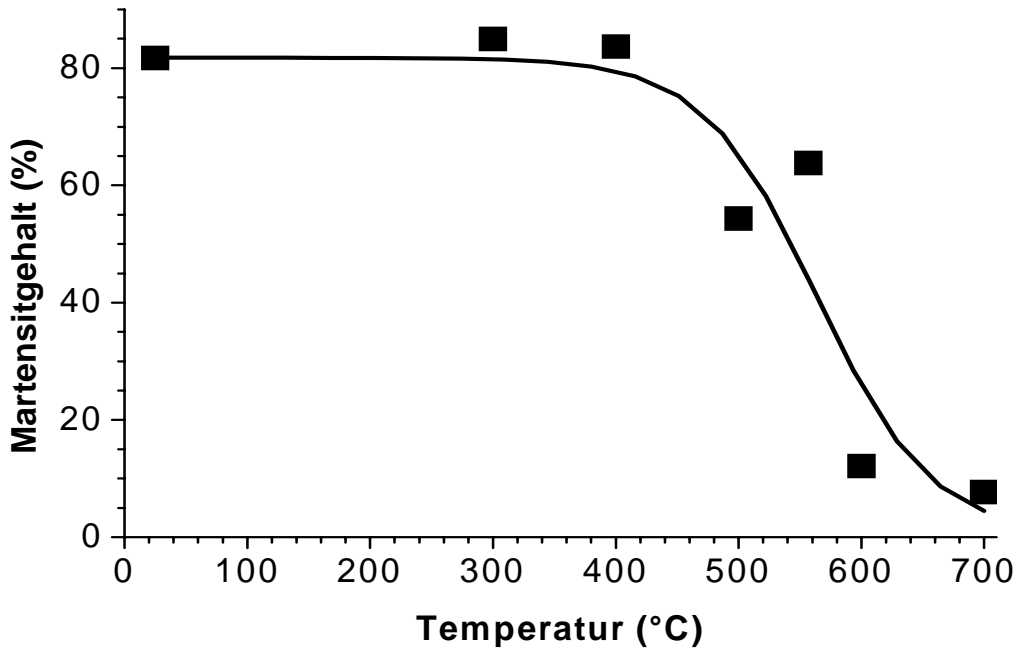


Abb.5.6.22: 1.4310 0,27 mm: Veränderung des Martensitgehaltes mit steigender Temperatur

### 1.4310 0.27 mm Domänengröße

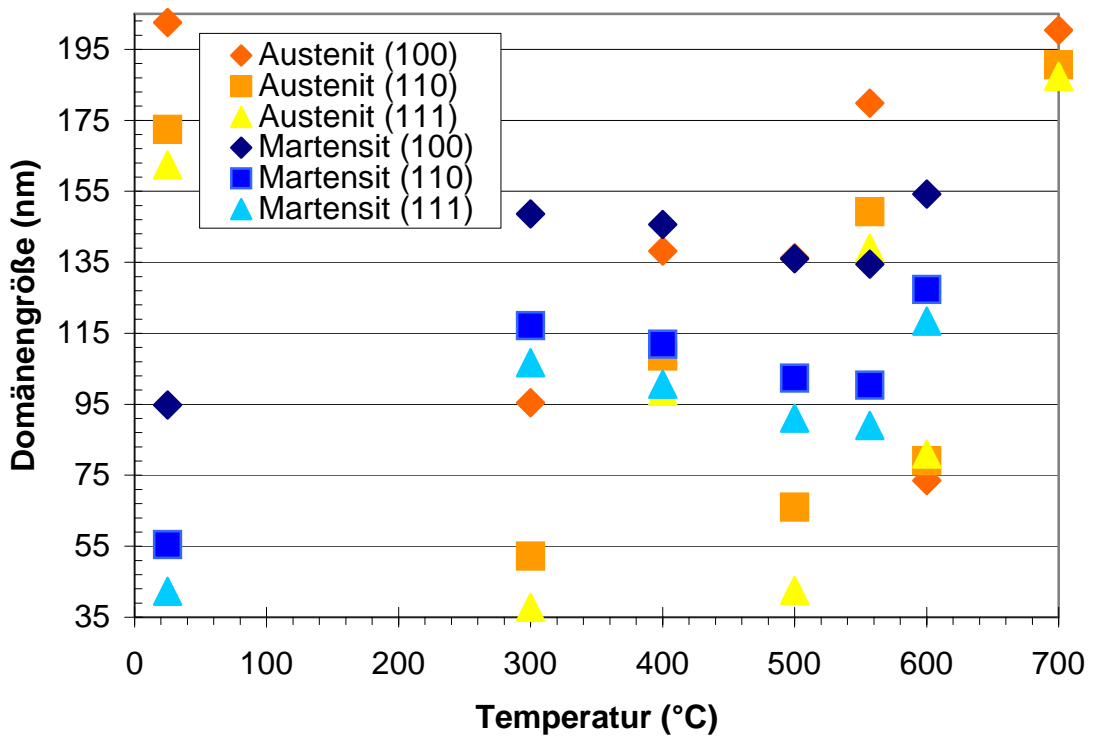


Abb.5.6.23: 1.4310 0,27 mm: Domänengröße, temperaturabhängig

Abb.5.6.24 zeigt eine beginnende Abnahme der Mikrodehnungen beider Phasen ab etwa 500°C, bei jener Temperatur, bei der auch die Domänengröße zu steigen beginnt (siehe Abb.5.6.23).

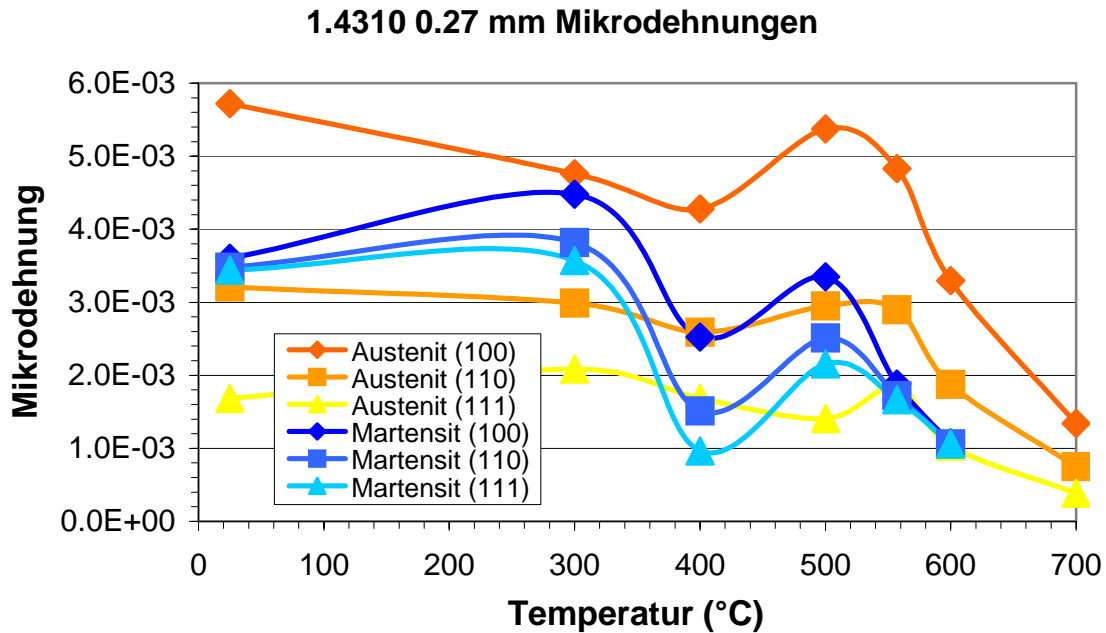


Abb.5.6.24: 1.4310 0,27 mm: Mikrodehnung, temperaturabhängig

In Abhängigkeit von der Temperatur nimmt die gesamte Defektwahrscheinlichkeit sowohl im Martensit, als auch im Austenit ab (Abb.5.6.25, 26), wobei sie in letzterem bei 557°C ein lokales Maximum zeigt.

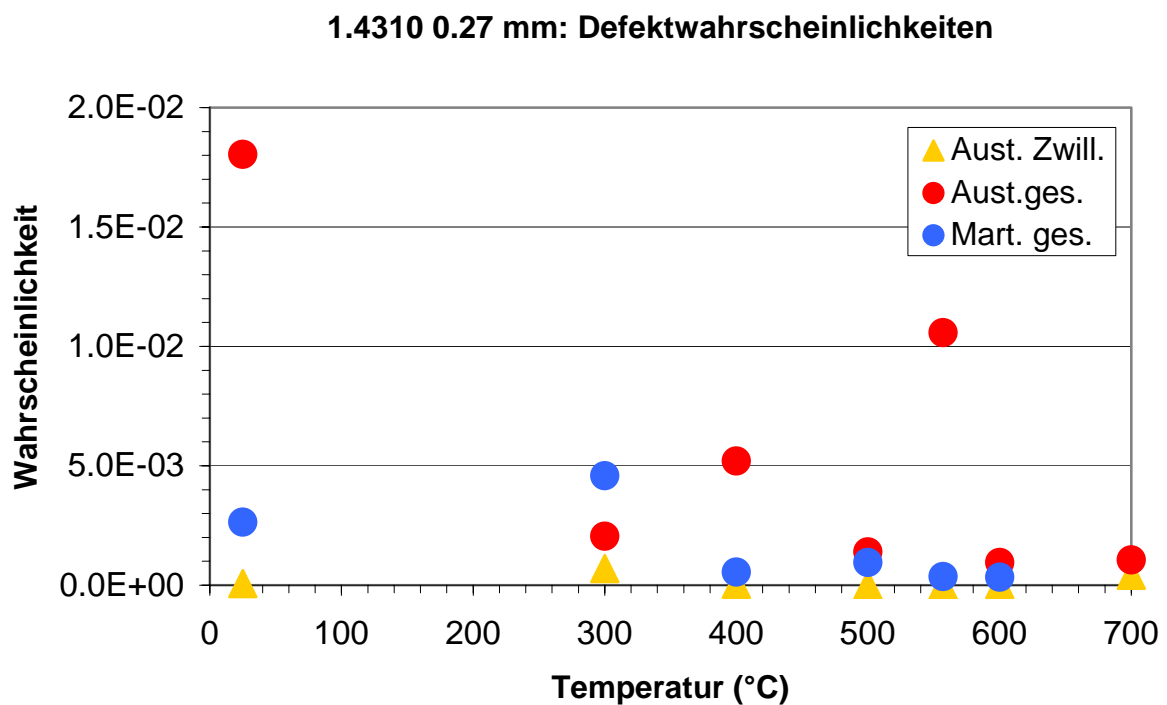


Abb.5.6.25: 1.4310 0,27 mm: Defekthäufigkeitswahrscheinlichkeiten, temperaturabhängig

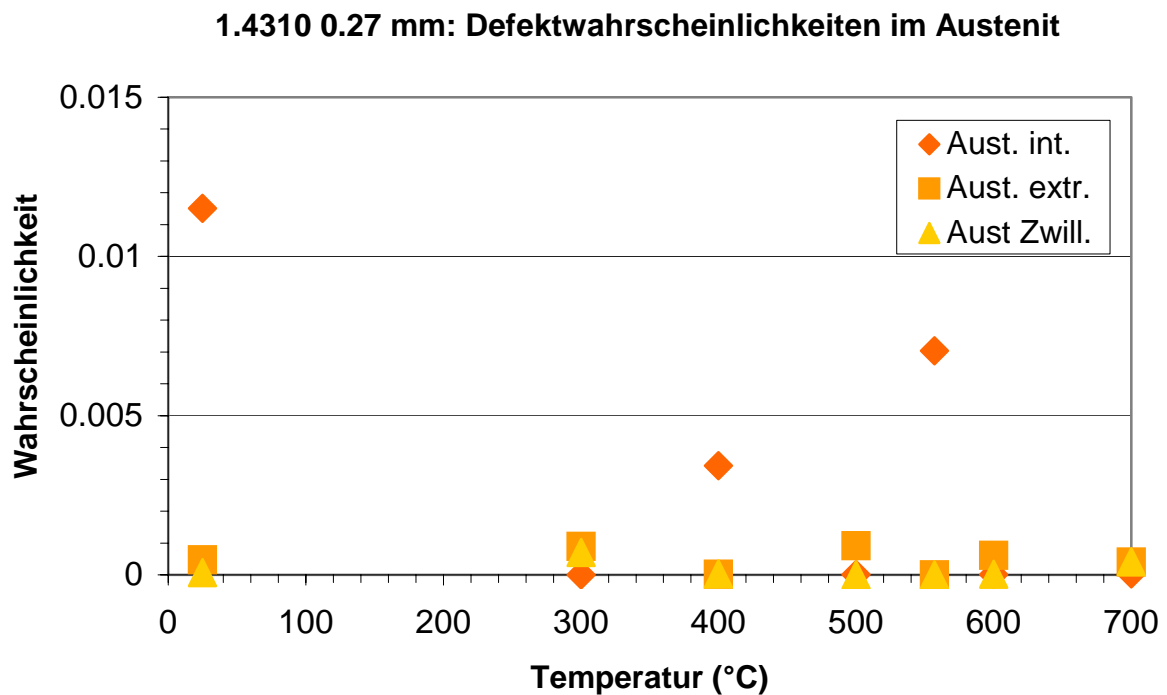


Abb.5.6.26: 1.4310 0,27 mm: Defekthäufigkeitswahrscheinlichkeiten im Austenit, temperaturabhängig

Die Auswertung der Tiefenprofile (die Messungen an den elektrochemisch gedünnten Drähten) von Probe 1.4310.0,27 mm ergaben von der Oberfläche weg einen Anstieg der Domänengröße im Martensit um etwa einen Faktor Zwei innerhalb der ersten 20  $\mu\text{m}$  (Abb.5.6.27). Die Mikrodehnungen im Martensit sinken innerhalb der ersten 10  $\mu\text{m}$  von der Oberfläche weg, während sie im Austenit bei etwa gleichem Mittelwert deutlich weniger isotrop werden (Abb.5.6.28).

### 1.4310 0.27 mm: Domänengröße, Tiefenprofil

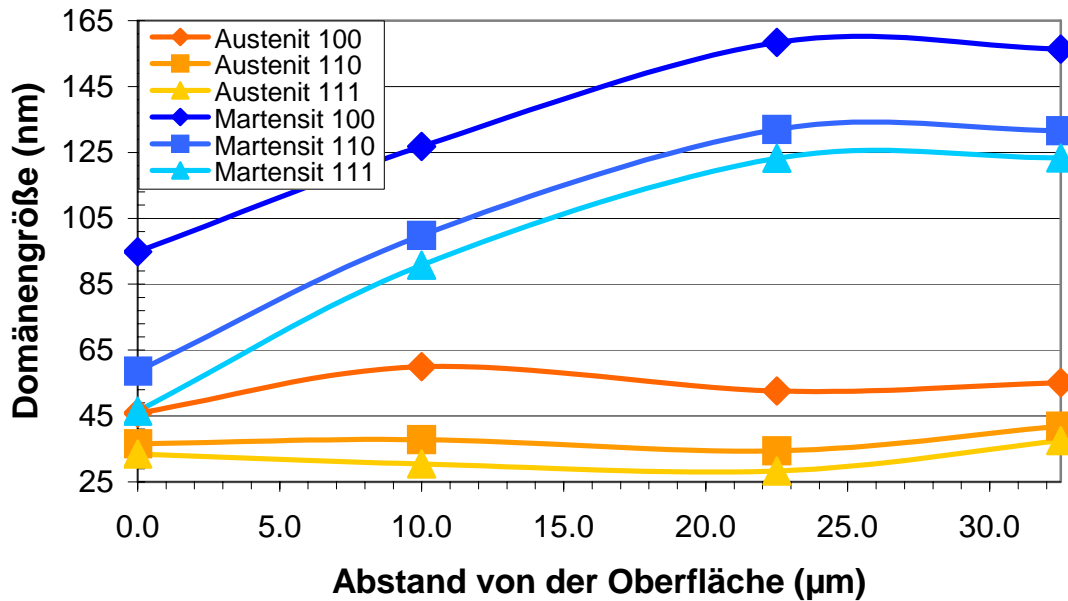


Abb.5.6.27: 1.4310 0,27 mm: Domänengröße im Tiefenprofil

### 1.4310 0.27 mm: Mikrodehnungen, Tiefenprofil

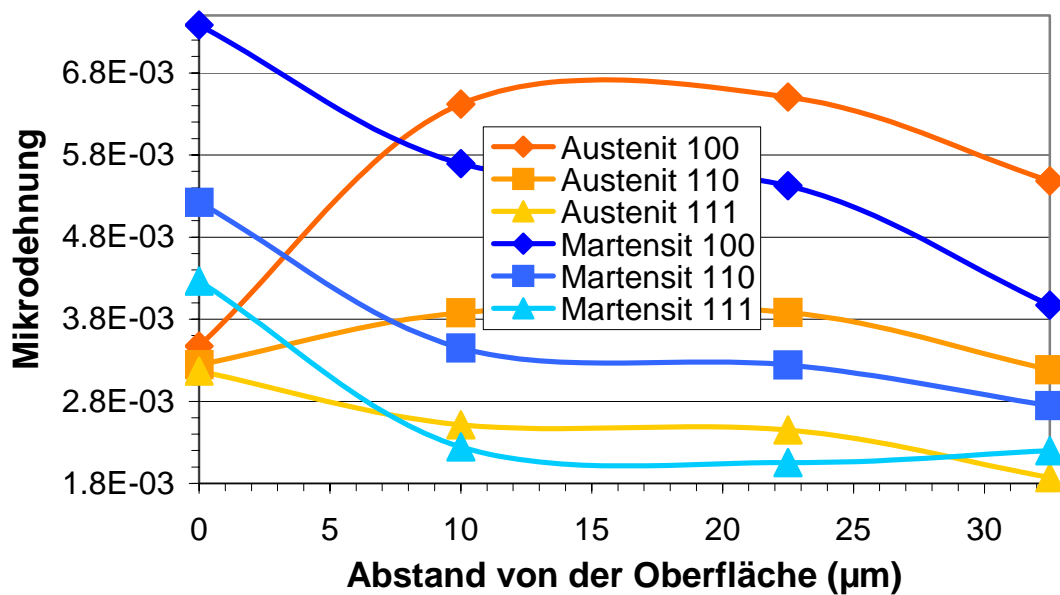


Abb.5.6.28: 1.4310 0,27 mm: Mikrodehnung im Tiefenprofil

Die Defektwahrscheinlichkeiten steigen sowohl im Martensit (am stärksten innerhalb der ersten 10 µm) als auch im Austenit (ab ca. 20 µm und in geringerem Maß) vom Rand her an (Abb.5.6.29).



### 1.4310 0.27 mm: Defektwahrscheinlichkeiten, Tiefenprofil

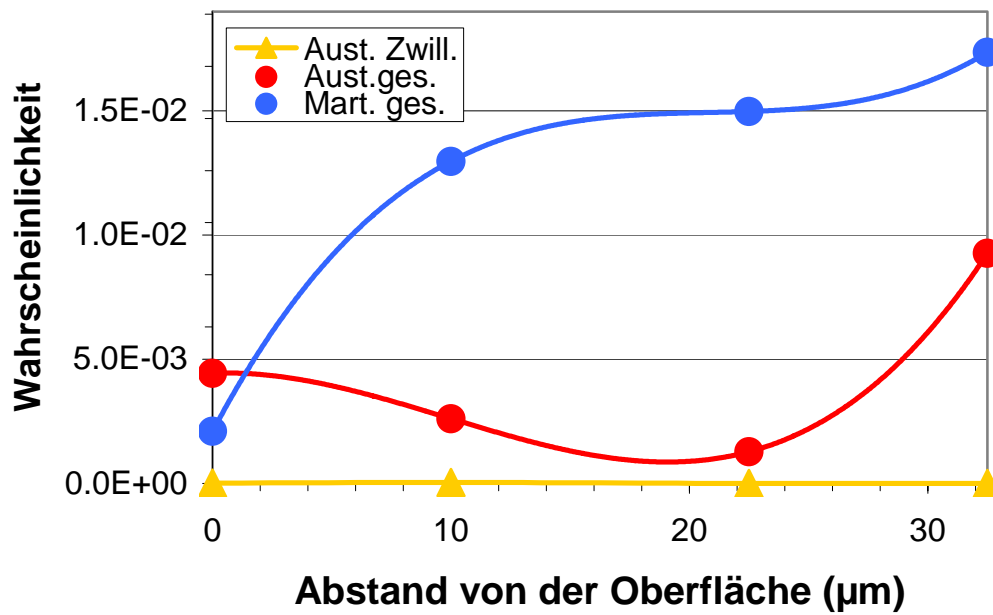


Abb.5.6.29: 1.4310 0,27 mm: Defektwahrscheinlichkeiten im Tiefenprofil

### 1.4310 0.27 mm: Defektwahrscheinlichkeiten im Austenit, Tiefenprofil

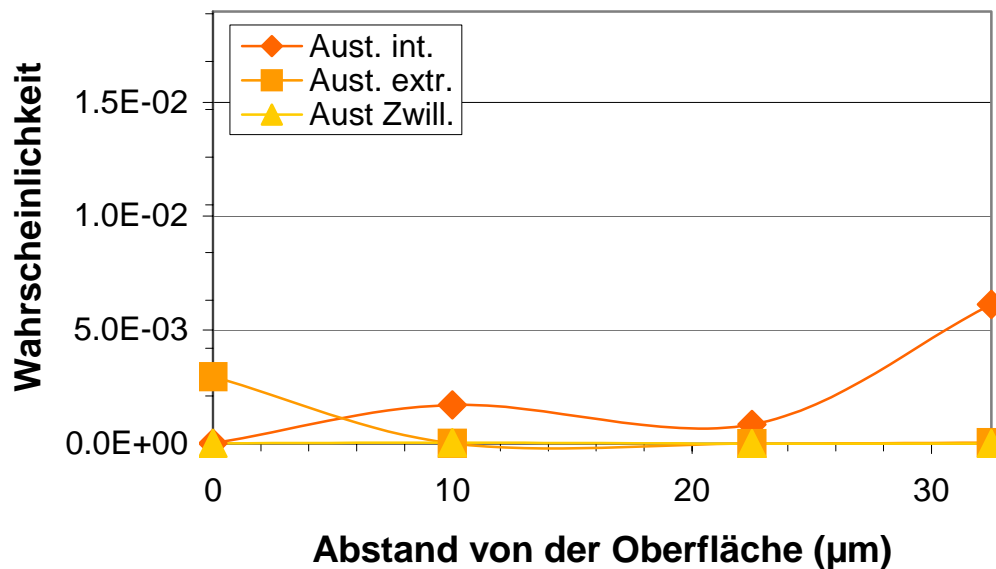


Abb.5.6.30: 1.4310 0,27 mm: Defektwahrscheinlichkeiten im Austenit, Tiefenprofil

Diese Ergebnisse und Messungen an den elektrochemisch abgetragenen Proben der anderen beiden Chargen wurden auch zur quantitativen Phasenanalyse (Abb.5.6.32) herangezogen. An der Oberfläche von Probe 302A 0,27 mm zeigten sich sehr deutliche Nickel-Reflexe in Folge der Beschichtung (Abb.5.6.31, rot), die bereits 7,5  $\mu\text{m}$  darunter nicht mehr feststellbar waren. Diese wurden auch bei der röntgenographischen Phasenanalyse der Drahtoberfläche von 302A (Kapitel 4) festgestellt. Eine Untersuchung der ersten Ziehstufe 302A 1,049 mm im Rasterelektronenmikroskop mittels EDX konnte eine Ni-Schicht an der Oberfläche mit einer Dicke von ca. 1  $\mu\text{m}$  feststellen.

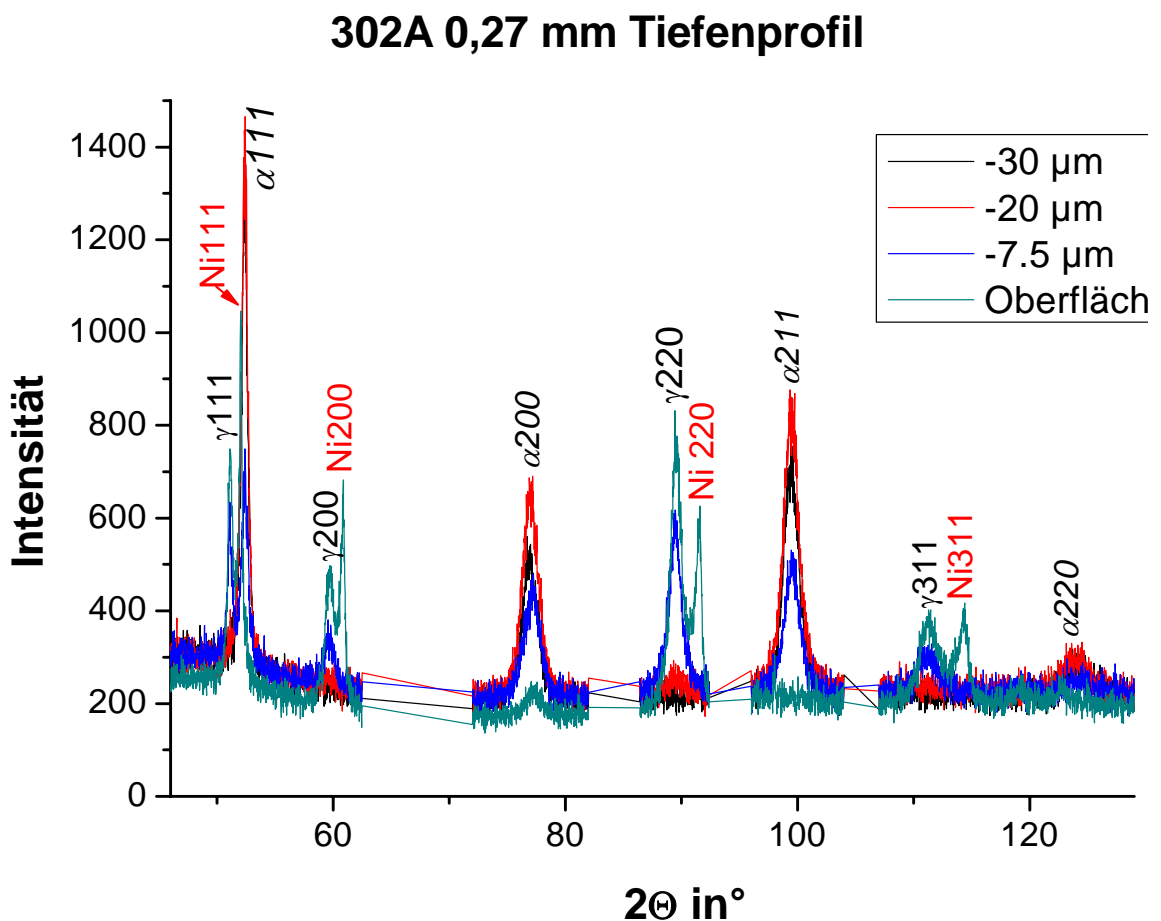


Abb.5.6.31: 302A 0,27 mm: Tiefenprofil

### 0,27 mm: Martensitgehalt, Tiefenprofil

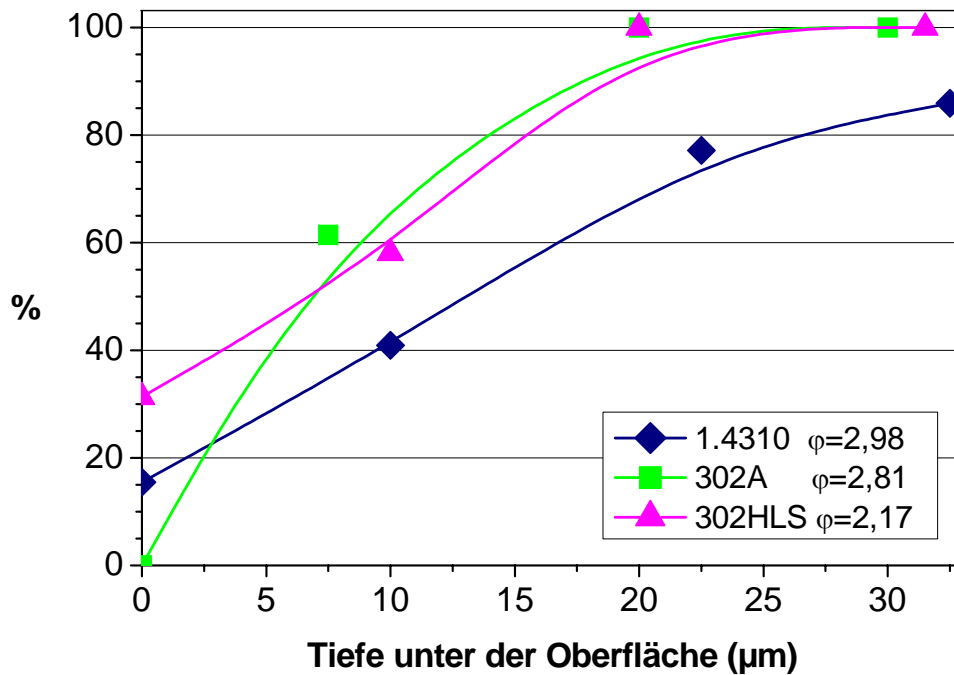


Abb.5.6.32: 0,27 mm: Martensitgehalt im Tiefenprofil

Bei einigen Proben von Charge 302A, konnte bei höheren Verformungszuständen ein schwacher 002-Reflex von  $\epsilon$ -Martensit (Abb.5.6.33) nachgewiesen werden, wobei der maximale Effekt bei Probe 0,413 mm festzustellen war, während die am höchsten verformte Probe mit 0,27 mm Durchmesser keine  $\epsilon$ -Phase mehr zeigte.

Bei den anderen beiden Chargen war das Probenmaterial nicht in ausreichender Menge vorhanden, um Proben für Synchrotronuntersuchungen mit vergleichbaren mittleren Verformungsgraden zu präparieren; bei der Probe 1.4310 0,270 mm zeigte sich jedoch auch etwas  $\epsilon$ -Martensit im hochverformten Zustand (Abb.5.6.34).

Die Linienprofile zeigten bei allen drei Chargen auch bei genauerer Betrachtung keine Asymmetrie der krz-Martensit-Linien, welche auf eine tetragonale Verzerrung des Gitters schließen läßt (C-Gehalt maximal 0,1 %). Als Beispiel hierfür ist der  $\alpha 200$  Reflex der Probe 302HLS dargestellt (Abb.5.6.35), welche elektrochemisch auf 2,07 mm abgetragen worden war, um die martensitarmer Randschicht zu entfernen und längs (also nicht im Querschnitt) gemessen wurde. Dieser Reflex sollte bei einem tetragonalen Gitter in zwei Reflexe mit einem Intensitätsverhältnis 2:1 aufspalten, da aus der kubischen Elementarzelle mit 12 gleich langen Kanten eine mit 8 kürzeren und 4 längeren Tetraederkanten wird und somit die kristallographischen  $\langle 100 \rangle$  Richtungen nicht mehr gleichwertig sind.

Obwohl Charge 302HLS den höchsten Kohlenstoffgehalt (0,103 %) aufweist, läßt sich in Abb.5.6.35 keine Asymmetrie des Peaks feststellen, die auf dessen Aufspaltung hinweisen würde.

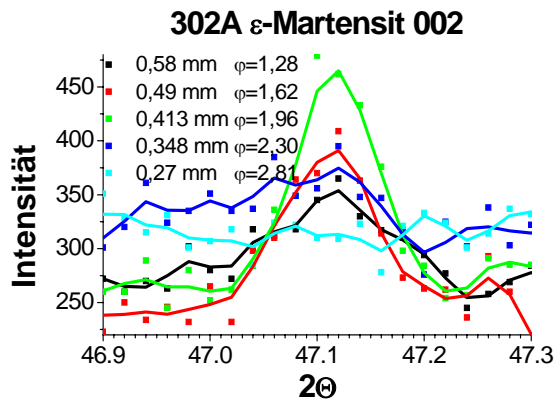


Abb.5.6.33: 302A: ε-Martensit Reflexe

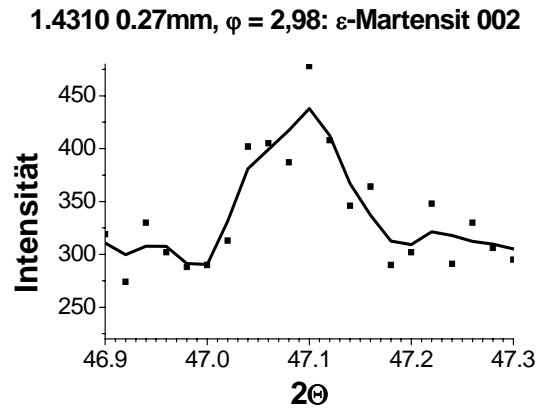


Abb.5.6.34: 1.4310: ε-Martensit Reflex

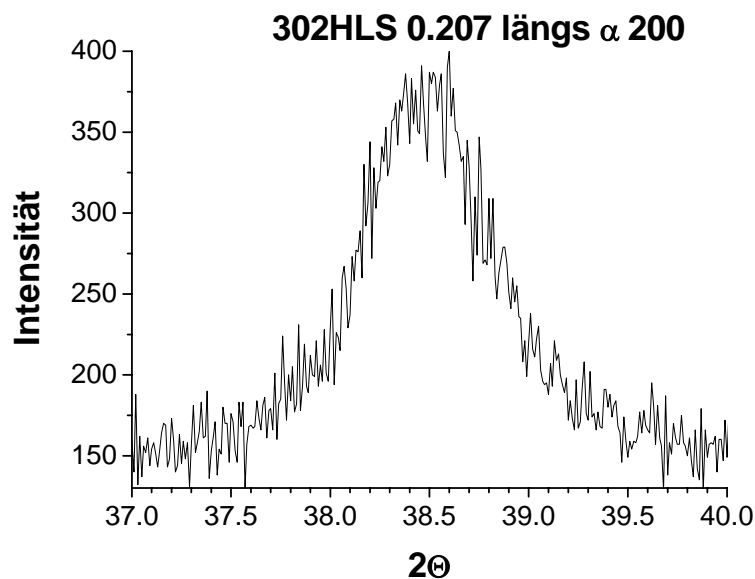


Abb.5.6.35: 302HLS 0,207 längs,  $\alpha$ 200

## 5.7 Thermoelektrischer Effekt

Die Messung der Thermospannung als Funktion des Umformgrades ergab die folgenden Ergebnisse (Abb.5.7.1), wobei sich ein S-förmig verlaufender Anstieg der Thermospannung mit zunehmender Kaltverformung zeigt.

Die Werte wurden, innerhalb der Meßwerte jeder einzelnen Charge, auf die am wenigsten verformte Probe normiert, um die drei Chargen besser vergleichen zu können; die Fehlerbalken sind meist kleiner als die Symbole in der Zeichnung. Die Absolutwerte der am

wenigsten verformten Proben betragen  $-3,08 \pm 0,04 \mu\text{V/K}$  für 1.4310,  $-3,42 \pm 0,03 \mu\text{V/K}$  für 302A und  $-3,20 \pm 0,02 \mu\text{V/K}$  für 302 HLS. Bei letzterer steigt die Thermospannung um etwa  $\Delta\varphi = 0,3$  früher, als bei den anderen Chargen. Zwischen  $\varphi = 1,3$  und  $\varphi = 1,8$  steigt die Thermospannung für 1.4310 weniger als für die anderen Chargen.

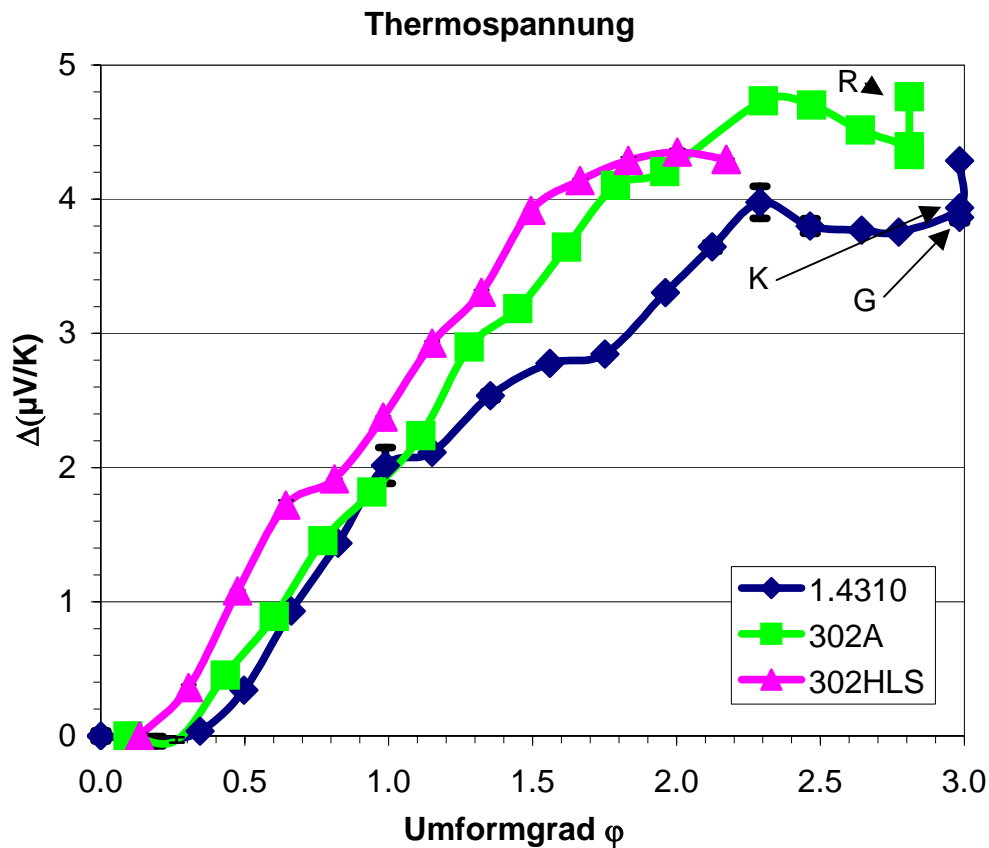


Abb.5.7.1: Thermospannung über Umformgrad (Endzustand: R = gerichtet, K = Kopf (0,27 mm Draht direkt aus der Ziehmaschine), G = vergoldete Geigensaite, Goldschicht wurde vor der Messung entfernt)

## 5.8 Elektrischer Widerstand

Die folgende Abb. 5.8.1 zeigt den relativen phononischen Anteil des elektrischen Widerstands (phononischer Anteil des Widerstands/ Widerstand bei Raumtemperatur) als Funktion der Temperatur am Beispiel der Probe 1.4310. Nach einer Anfangsphase mit geringer Steigung stellt sich dann nach einem Übergangsbereich ein linearer Verlauf mit höherer Steigung ein.

Die am wenigsten verformten Drähte zeigen sogar einen fallenden Anfangsbereich (siehe auch Abb. 5.8.2) und eine größere Steigung bei höheren Temperaturen.

Bei den hochverformten Proben ist von Anfang an eine Zunahme des Widerstands zu beobachten, während der Kurvenverlauf bei höheren Temperaturen dann durch die Division durch das mit höherer Kaltverformung ansteigende  $\rho_{292\text{K}}$  flacher ist.

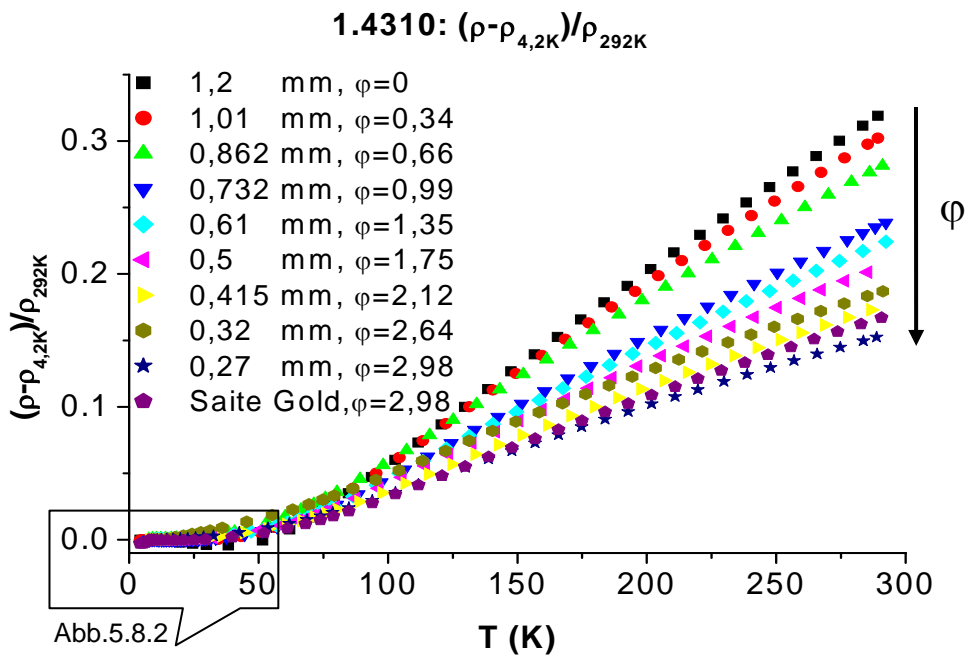


Abb.5.8.1: 1.4310 relativer phononischer Anteil des elektrischen Widerstands über Temperatur

Bei den am wenigsten verformten Drähten aller drei Chargen zeigt sich das Minimum des Widerstandes erst deutlich über 4,2 K (Abb.5.8.2), wobei der Effekt bei der Probe 1.4310 1,2 mm mit einem Minimum bei ca. 40 K am stärksten ist, welche als einzige das Vormaterial vor dem ersten Kaltziehschritt darstellt.

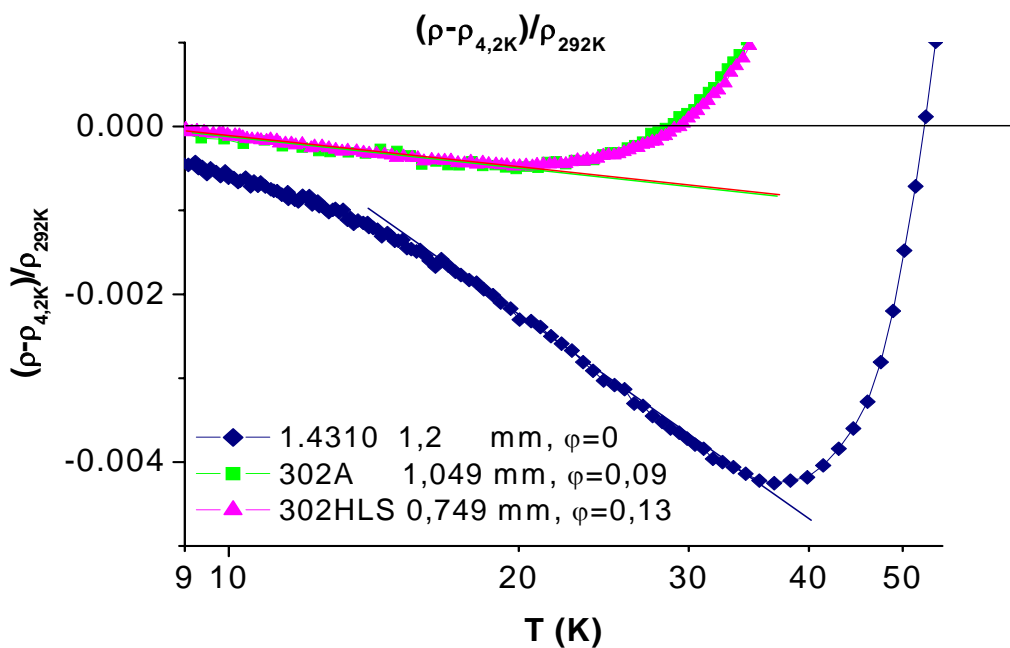


Abb.5.8.2: Minimum des relativen phononischen Anteils des elektrischen Widerstands über Temperatur der am wenigsten verformten Proben (Detail zu Abb.5.8.1)

Die Abhängigkeit des Restwiderstands und des phononischen Widerstandsanteils vom Ziehgrad sind in den Abb.5.8.3, 4 dargestellt, wobei sich die Fehlerbalken durch die Unsicherheit bei der Längenmessung der kleinen Proben ergeben.

Es wurde jede zweite Ziehstufe gemessen, die durchgezogenen Trendlinien wurden ohne Einbeziehung der Zustände R bzw. G berechnet und sollen verdeutlichen, welche Meßwerte zusammen gehören.

Der Restwiderstand (Einfluß der Mischkristallatome, Versetzungen, Korngrenzen; Abb.5.8.3) zeigt eine Zunahme mit steigendem Umformgrad, im Gegensatz zum abnehmenden phononischen Anteil (Einfluß der Phasenumwandlung und der inneren Spannungen; Abb.5.8.4), bei dem sich allerdings ein deutlicher Einfluß des Richtens zeigt, das diesen Anteil wieder erhöht.

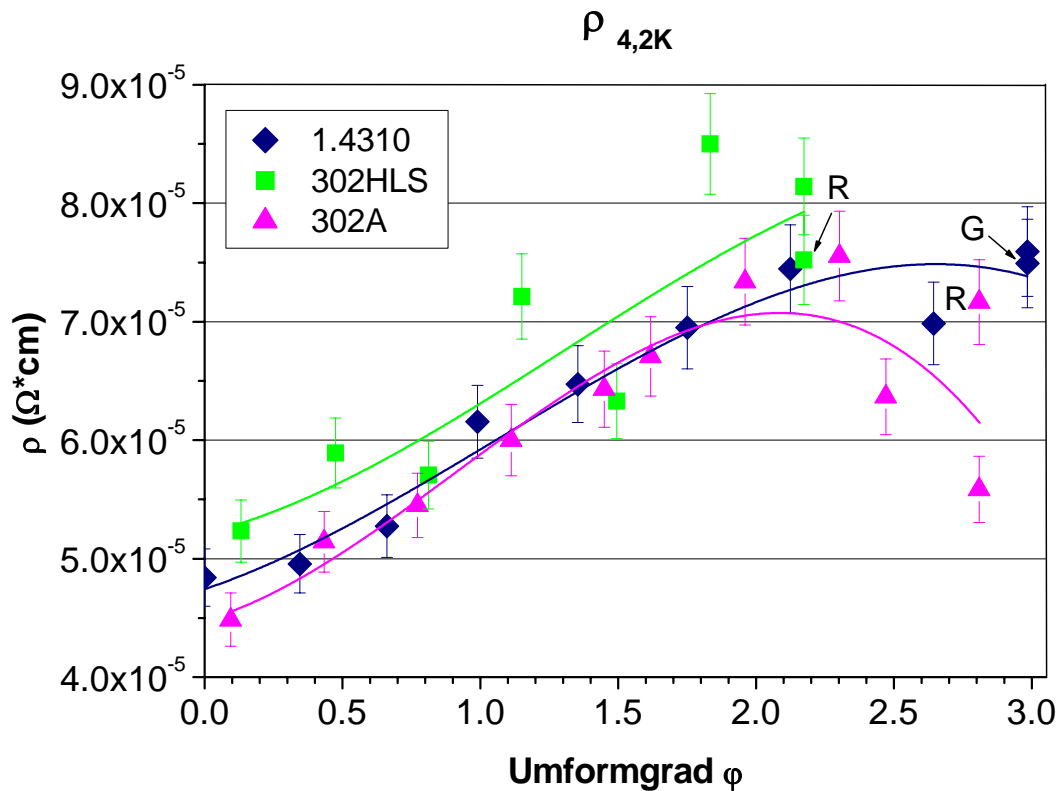


Abb.5.8.3: Restwiderstand über Umformgrad (R = gerichtet, K = Kopf (0,27 mm Draht direkt aus der Ziehmaschine), G = Geigensaiten vergoldet)

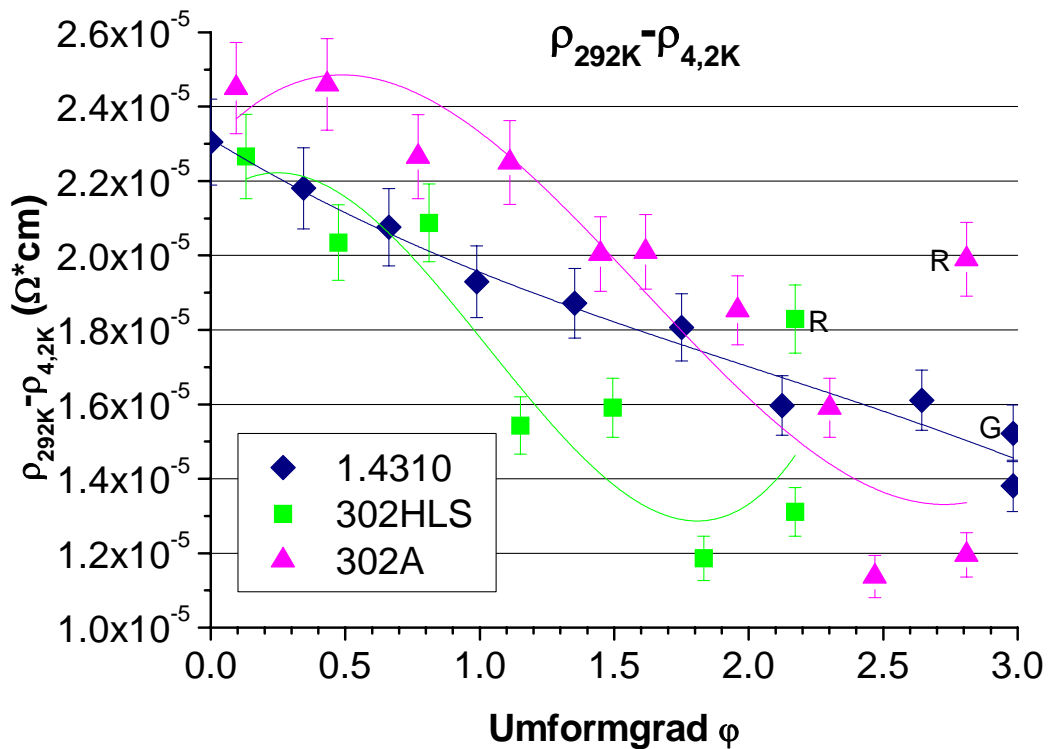


Abb.5.8.4: phononischer Anteil des elektrischen Widerstands über Umformgrad (R = gerichtet, K = Kopf (0,27 mm Draht direkt aus der Ziehmaschine), G = Geigensaite vergoldet)

## 5.9 Differential scanning calorimetry

Bei den Messungen von Charge 1.4310 (Abb.5.9.1) wurde zuerst das austenitische Vormaterial (1.4310 1,2 mm,  $\phi = 0$ , schwarze Linie) gemessen, was keinen signifikanten Meßeffect zeigte und somit als Referenz dienen konnte.

Die hochverformten Proben (0,27 mm und Saite Gold 0,27 mm,  $\phi = 2,98$ ) zeigten über den ganzen untersuchten Temperaturbereich exothermes Verhalten (negative Werte in dieser Darstellung), das sich auch noch bei einer zweiten Messung an der gleichen Probe (II) zeigt. Im Gegensatz dazu zeigt sich bei der ersten Messung zwischen 450°C und 570°C eine Verringerung des exothermen Verhaltens und um 580°C ein scharfes exothermes Maximum.

Bei den beiden anderen Chargen (Abb.5.9.2, 3) zeigt sich prinzipiell recht ähnliches Verhalten, wobei das exotherme Maximum bei leicht unterschiedlichen Temperaturen auftritt.



### DSC 1.4310

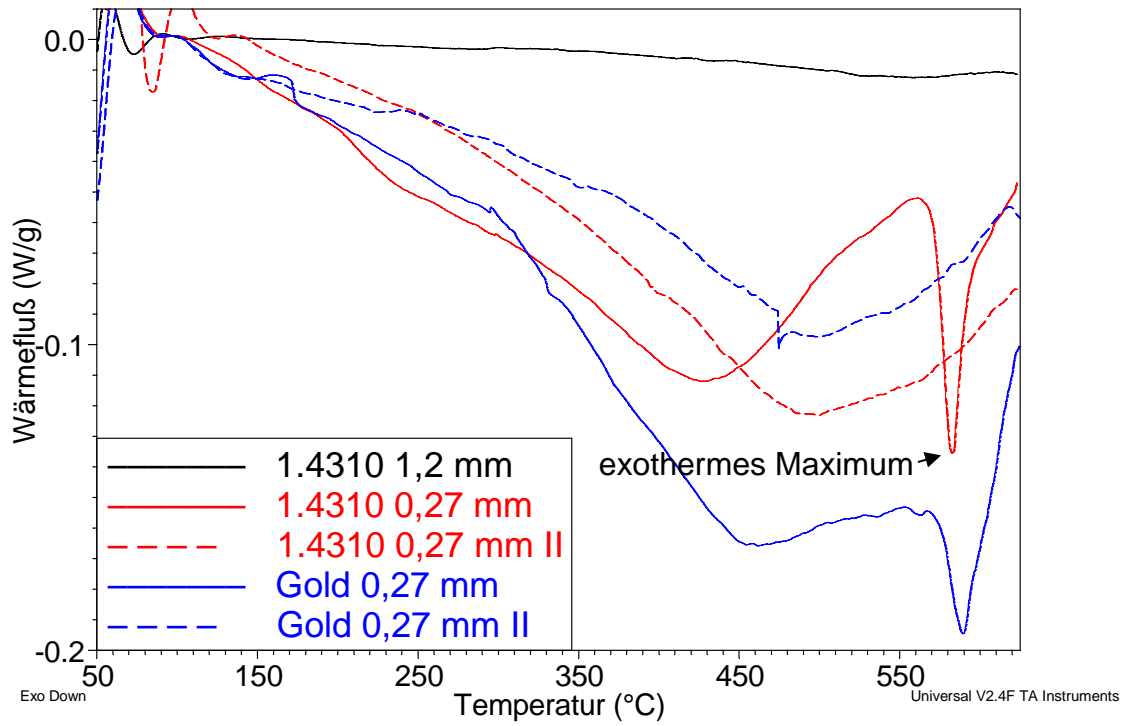


Abb.5.9.1: 1.4310, DSC

### DSC 302A 0,27 mm, $\varphi = 2,81$

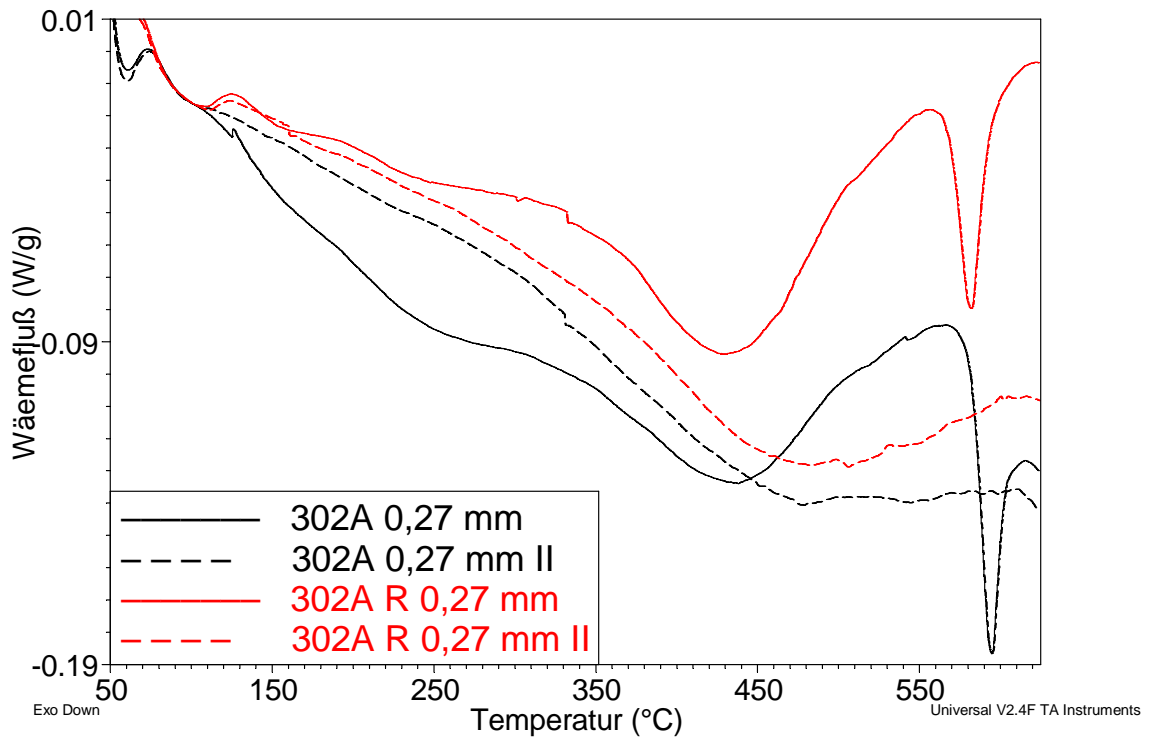


Abb.5.9.2: 302A, DSC

## DSC 302HLS 0,27 mm, $\varphi = 2,17$

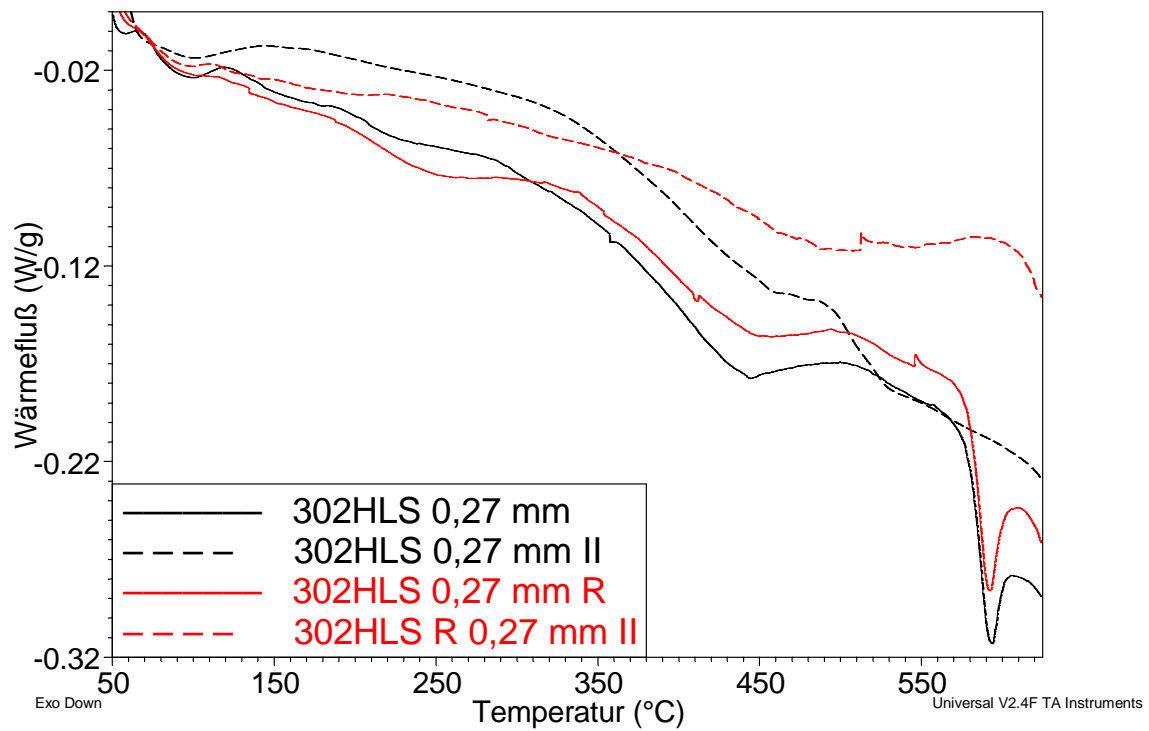


Abb.5.9.3: 302 HLS, DSC

## 5.10 Zugversuche

Die Spannungs-Dehnungsdiagramme der Drähte mit vorheriger unterschiedlicher Kaltverformung zeigen deutliche Unterschiede in den Kurvenverläufen. Abb. 5.10.1 zeigt die Kurve des Vormaterials von Charge 1.4310, wobei vor allem die große gesamte Dehnung beim Bruch von 58 % auffällt.

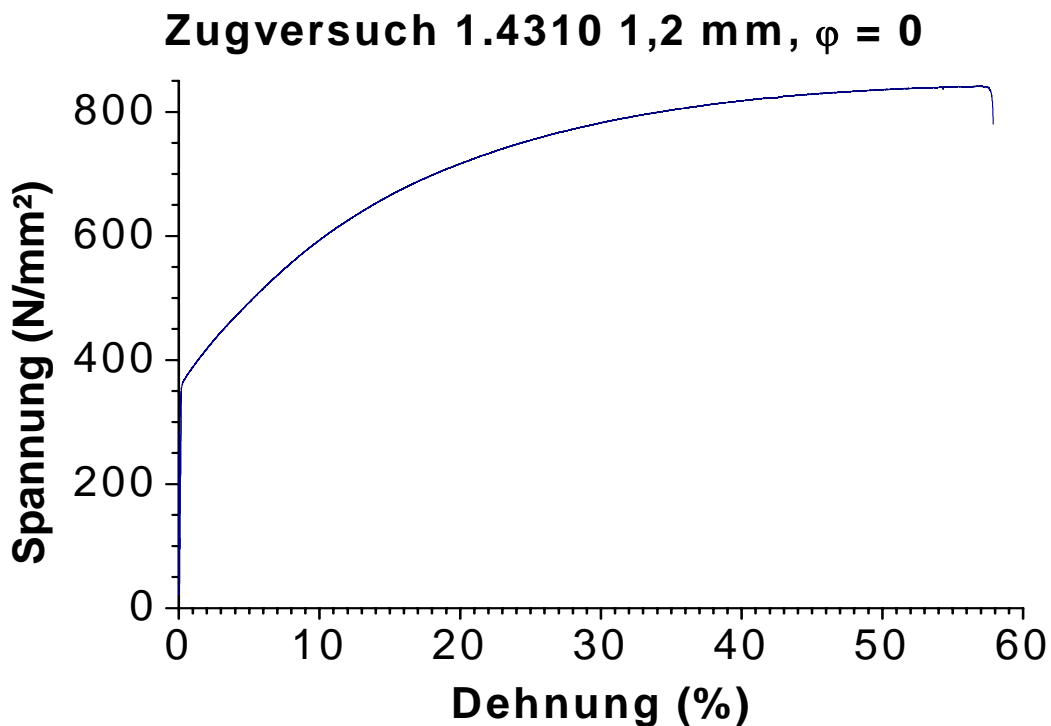


Abb.5.10.1: Zugversuch 1.4310 1,2 mm,  $\varphi = 0$

In der folgenden Abb.5.10.2 (andere Skalierung) sieht man die analoge Kurve für den hochverformten 1.4310 0,27 mm Draht, wobei die Spannung der Saite auf der Geige mit 1450 N/mm<sup>2</sup> eingezeichnet ist.

Neben der deutlich geringeren Dehnung und deutlich höheren Festigkeit, kann man in dieser Darstellung auch sehr gut die Hystereseschleife erkennen, also das Entlasten und anschließende Belasten der Probe zur Ermittlung des Elastizitätsmoduls. Durch das Minimum dieser Schleife und deren oberen Kreuzungspunkt wird eine Gerade gelegt, deren Steigung dem Elastizitätsmodul entspricht.

Diese in [1Z] empfohlene Vorgangsweise war notwendig, da besonders die Proben mit mittlerem Umformgrad durch ihr spiralfederartiges Aussehen und die daraus resultierenden Zusatzkräfte keinen linearen Bereich im Spannungs- Dehnungsdiagramm zeigen, der zur Bestimmung des Elastizitätsmodul herangezogen werden kann.

### Zugversuch 1.4310 0,27 mm, $\varphi = 2,98$

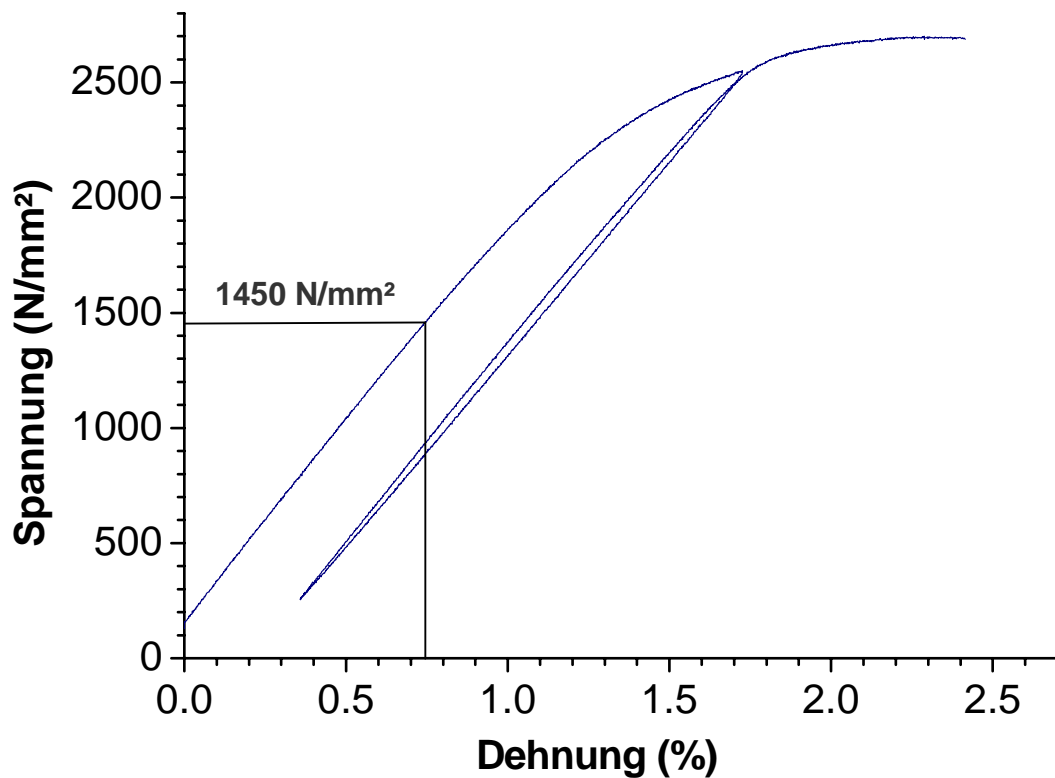


Abb.5.10.2: Zugversuch 1.4310 0,27 mm,  $\varphi = 2,98$

Die folgenden Diagramme präsentieren die aus mehreren Zugversuchskurven gewonnenen Kennwerte, wobei die Standardabweichung der Messungen (Fehlerbalken) in den meisten Fällen geringer als die Größe der Meßpunkte in der Darstellung ist.

Abb.5.10.3 zeigt den Anstieg der Zugfestigkeit mit steigendem Umformgrad und in Abb.5.10.4 sieht man die Zunahme der 0,2 % Dehngrenze.

### Vergleich der Zugfestigkeiten

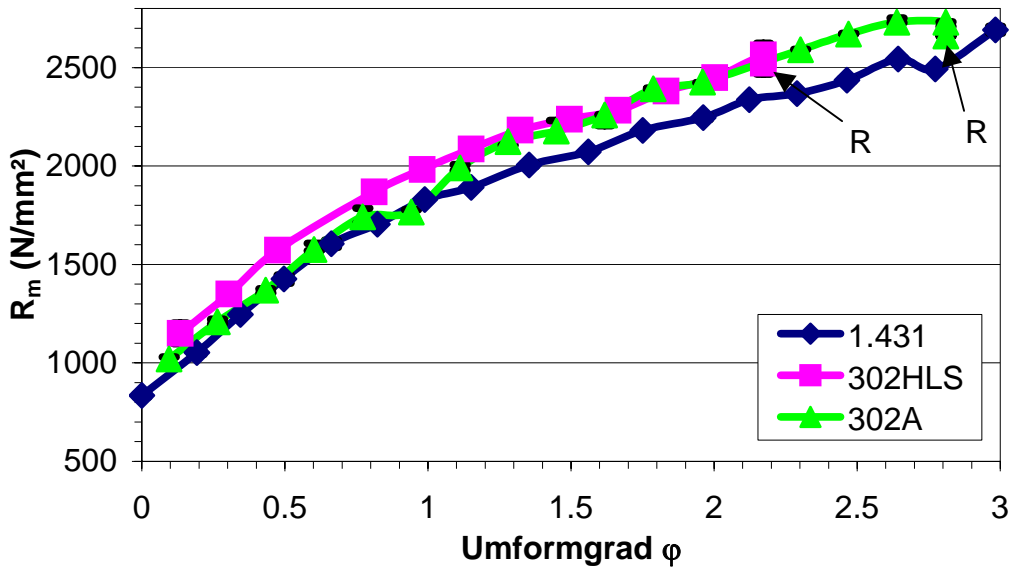


Abb.5.10.3: Zugfestigkeiten über dem Umformgrad der Drähte vor dem Versuch (R = gerichtet)

### Vergleich der 0,2 % Dehngrenzen

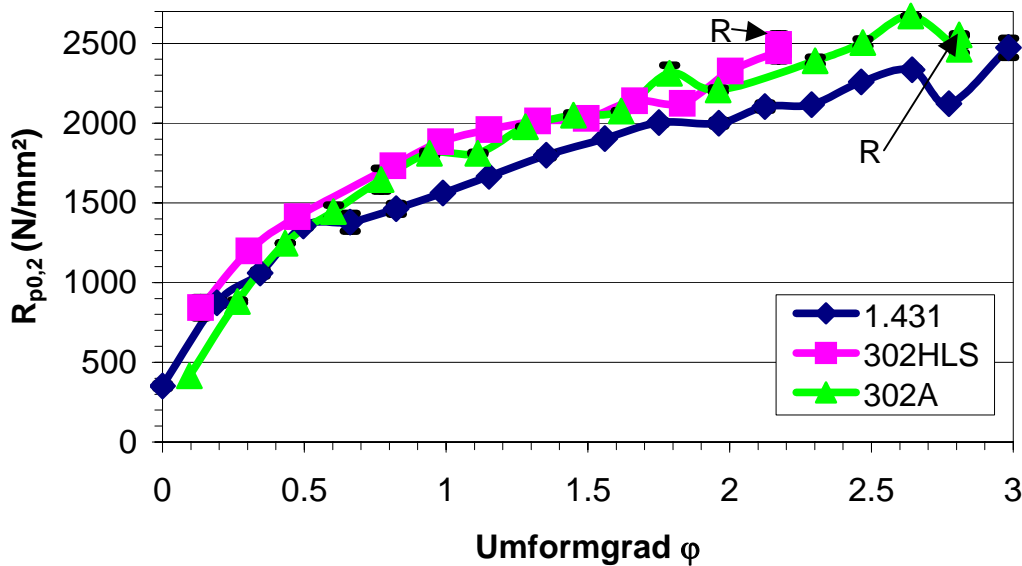


Abb.5.10.4: 0,2 % Dehngrenzen über dem Umformgrad der Drähte vor dem Versuch (R = gerichtet)

Die Erhöhung der Festigkeit geht mit einer deutlichen Verringerung der Dehnung einher (Abb.5.10.5, Abb.5.10.6).

### Vergleich der gesamten Dehnungen bei Höchstkraft

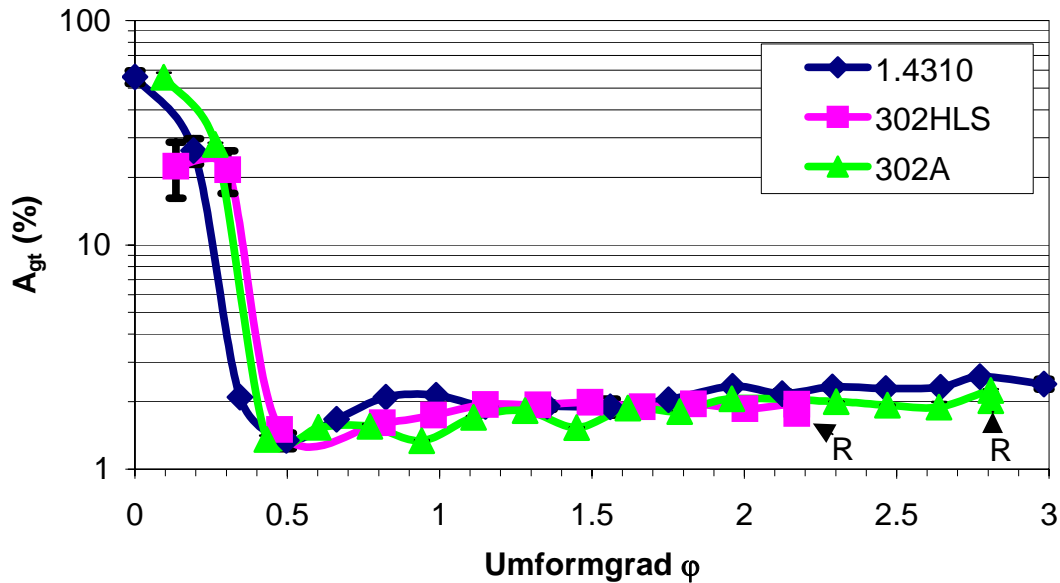


Abb.5.10.5: gesamte Dehnung bei Höchstkraft über dem Umformgrad der Drähte vor dem Versuch (R = Richter)

### Vergleich der nichtproportionalen Dehnungen bei Höchstkraft

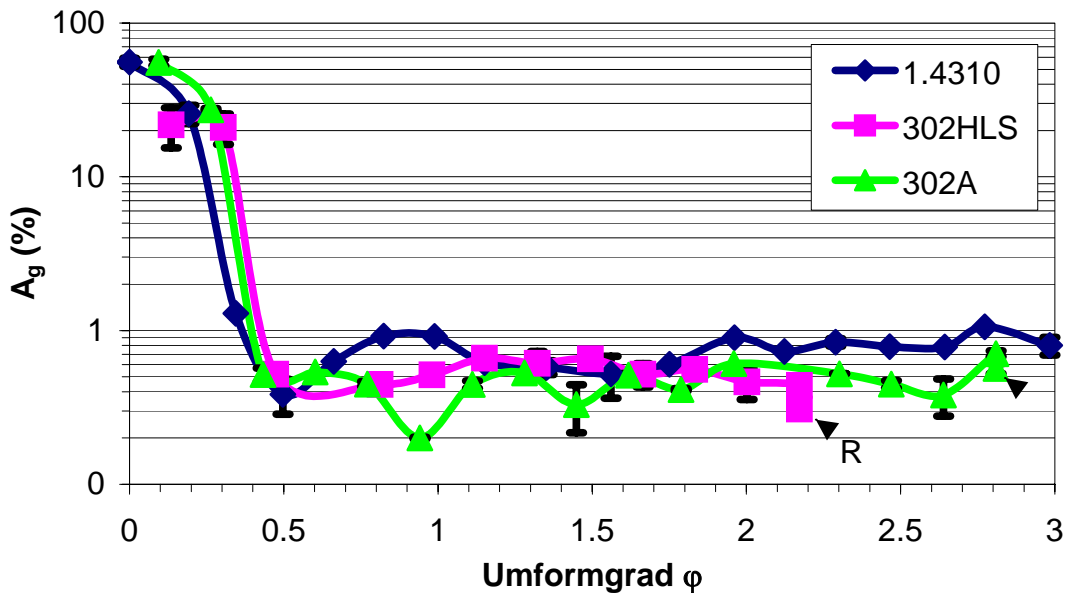


Abb.5.10.6: nichtproportionale Dehnung bei Höchstkraft (vormals Gleichmaßdehnung) über dem Umformgrad der Drähte vor dem Versuch (R = Richter)

Für die akustischen Eigenschaften ist die Veränderung des Elastizitätsmoduls von Bedeutung (Abb.5.10.7, bzw. Gleichung 2a.11). Alle drei Chargen zeigen hier einen starken Abfall bei beginnender Kaltverformung, ein Minimum im Bereich von  $\varphi = 0,5$  bis  $\varphi = 1$  und einen geringfügigen linearen Anstieg bei weiterer Umformung. Um zu überprüfen, ob dieser Effekt

nur im Zugversuch vorkommt, wurden mit den Proben 1.4310 1,2 mm und 1.4310 0,936 mm, die den größten Unterschied im Elastizitätsmodul zeigen, Vergleichsmessungen durchgeführt bei denen diese als einseitig eingespannter Biegebalken (Länge 17,3 mm) in ein dynamisch mechanisches Analysegerät (TA Instruments DMA 2980) eingespannt und mit 1 Hz bei 50  $\mu\text{m}$  Auslenkung sinusförmig angeregt wurden. Der Realteil des dabei gemessenen komplexen Elastizitätsmoduls zeigte auch hier einen deutlichen Abfall um etwa 19 %.

### Vergleich der Elastizitätsmoduli

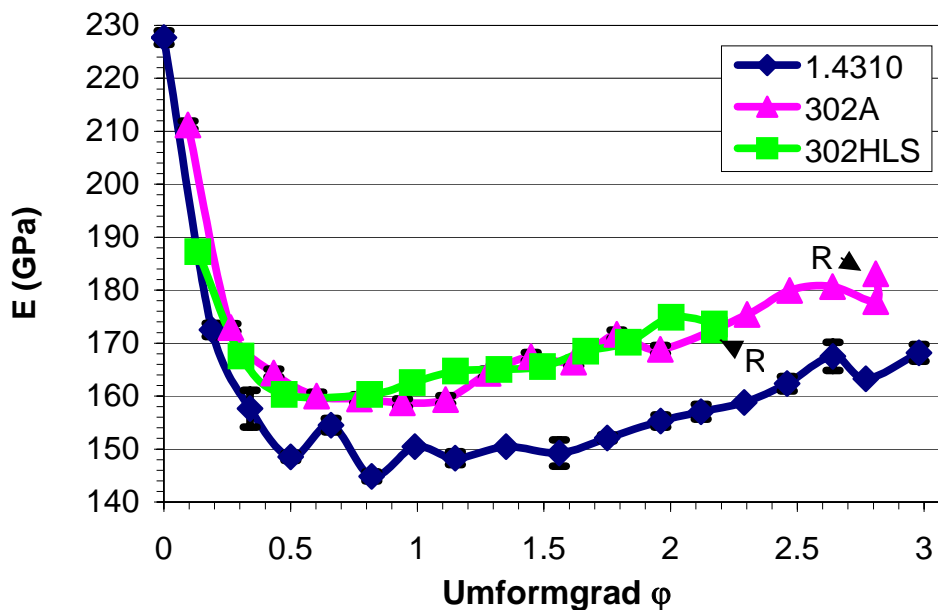


Abb.5.10.7: Elastizitätsmodul über dem Umformgrad der Drähte vor dem Versuch

Nachdem für die akustischen Messungen zum Vergleich Saiten aus C-Stahl herangezogen wurden, lag es nahe, auch diese bezüglich ihrer mechanischen Kennwerte zu charakterisieren (Tab.5.10.1 oben). Hierbei zeigte sich (Abb.5.10.8), daß an den Saiten aus C-Stahl (rosa markiert) Elastizitätsmoduli  $> 200$  GPa gemessen wurden, wie sie auch für den unverformten Stahl typisch sind, während die Cr Ni-Stähle (blau) mit Meßwerten von  $< 184$  GPa deutlich unter denen des unverformten Zustandes lagen. Die gesamte Dehnung bei Höchstkraft  $A_{gt}$  und die nichtproportionale Dehnung bei Höchstkraft  $A_g$  der Saiten aus C-Stahl lagen unter den Werten der Cr Ni-Stahl Saiten (Tab.5.10.1), die 0,2 % Dehngrenze  $R_{p0,2}$  liegt etwas höher und die Zugfestigkeit  $R_m$  etwa auf gleichem Niveau wie bei den Drähten aus C-Stahl.

Von den drei untersuchten Saiten mit einem Durchmesser mit 0,265 mm („INFELD rot“, „INFELD blau“ und „orange blau“) weisen „INFELD rot“ und „INFELD blau“ den stärksten Unterschied (29 GPa) auf. Außerdem wurden zur Kontrolle nochmals die Drähte der drei Chargen mit 0,27 mm Durchmesser gemessen und mit den beiden vorhandene „Kopf-

Proben“, also der letzten Ziehstufe, die direkt aus der Ziehmaschine entnommen worden war, verglichen (Tab.5.10.1 unten). Hierbei zeigte sich ein geringer, aber doch signifikanter Unterschied in den Kennwerten zwischen „1.4310 0,27 mm“ und „1.4310 Kopf“, also bei jenen beiden Proben, die auch bei der TEP-Messung und der Messung im Magnetoskop leicht unterschiedlich waren.

### Elastizitätsmoduli der Saitendrhte

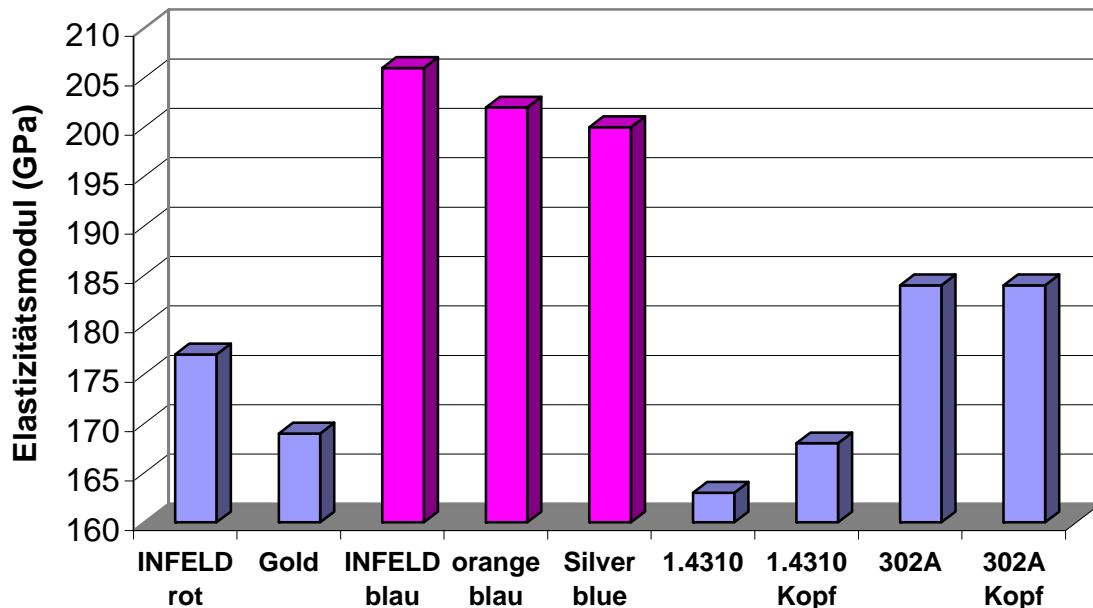


Abb.5.10.8: Elastizitätsmoduli der Saitendrhte

Tab.5.10.1: Mechanische Kennwerte der verschiedenen Geigensaiten

<b>Bezeichnung:</b>	<b>INFELD rot</b>	<b>Gold</b>	<b>INFELD blau</b>	<b>orange blau</b>	<b>Silver blue</b>
<b>Material:</b>	Cr Ni-Stahl, vergoldet	Cr Ni-Stahl, vergoldet	C-Stahl, feuerverzinkt	C-Stahl, unternickelt, vermessingt, elektrolytisch verzinkt	C-Stahl
<b>Durchmesser (mm):</b>	<b>0.265</b>	<b>0.27</b>	<b>0.265</b>	<b>0.265</b>	<b>0.27</b>
<b>E (GPa):</b>	<b>177 ± 1</b>	<b>169 ± 2</b>	<b>206 ± 2</b>	<b>202 ± 1</b>	<b>200 ± 0</b>
<b>R<sub>m</sub> (N/mm<sup>2</sup>):</b>	2627 ± 8	2600 ± 13	2719 ± 9	2714 ± 9	2569 ± 15
<b>R<sub>p0,2</sub> (N/mm<sup>2</sup>):</b>	2562 ± 10	2375 ± 48	2670 ± 5	2861 ± 18	X
<b>A<sub>gt</sub> (%):</b>	1.94 ± 0.02	2.18 ± 0	1.62 ± 0.02	1.90 ± 0.01	1.43 ± 0.02
<b>A<sub>g</sub> (%):</b>	0.46 ± 0.02	0.65 ± 0.01	0.30 ± 0.01	0.44 ± 0	0.14 ± 0.01
<b>Bezeichnung:</b>	<b>1.4310</b>	<b>1.4310 Kopf</b>	<b>302A</b>	<b>302A Kopf</b>	<b>302HLS</b>
<b>Material:</b>	Cr Ni-Stahl	Cr Ni-Stahl	Cr Ni-Stahl	Cr Ni-Stahl	Cr Ni-Stahl
<b>Durchmesser (mm):</b>	0.27	0.27	0.27	0.27	0.27
<b>E (GPa):</b>	<b>163 ± 1</b>	<b>168 ± 0</b>	<b>184 ± 0</b>	<b>184 ± 1</b>	<b>179 ± 2</b>
<b>R<sub>m</sub> (N/mm<sup>2</sup>):</b>	2533 ± 46	2600 ± 3	2715 ± 3	2734 ± 1	2591 ± 2
<b>R<sub>p0,2</sub> (N/mm<sup>2</sup>):</b>	2247 ± 42	2352 ± 1	2483 ± 2	2483 ± 13	2499 ± 20
<b>A<sub>gt</sub> (%):</b>	2.38 ± 0.08	2.31 ± 0	2.25 ± 0.02	2.19 ± 0.04	1.95 ± 0.05
<b>A<sub>g</sub> (%):</b>	0.83 ± 0.09	0.76 ± 0	0.78 ± 0.03	0.71 ± 0.04	0.51 ± 0.04



## 5.11 Akustische Messungen mit dem Monocord

Nachdem bei Thomastik-Infeld aus den Endprodukten aller drei Chargen Saiten gefertigt worden waren, stellte sich heraus, daß diese von den Musikern als klanglich sehr ähnlich beurteilt wurden. Deshalb wurden für die ersten Tests am Saitenprüfstand die beiden am stärksten unterschiedlichen e-Saiten von Thomastik-Infeld mit einem Durchmesser von 0,265 mm verwendet, die auch für jemanden, der nicht Geige spielt, beim Probehören klanglich sehr unterschiedlich erscheinen. „INFELD rot“ ist aus Cr Ni- Stahl und vergoldet, und entspricht damit, abgesehen vom etwas geringeren Durchmesser „Gold e<sup>2</sup> 0,27“, der PVD- vergoldeten Version des Endproduktes von Charge 1.4310. Der Klang wird vom Hersteller als „warm“ und „reich“ beschrieben. „INFELD blau“ unterscheidet sich auch vom Material her deutlich und besteht aus C-Stahl, der feuerverzinkt ist, wobei der Klang als „brillant“ und „fokussiert“ bezeichnet wird. Obwohl es am Anfang der Versuche in der Aufbaustufe I des Prüfstandes erschien, als ob mehrere Messungen (je fünf) reproduzierbar Unterschiede in den Halbwertsbreiten der Übertragungsfunktion der Grundharmonischen zeigen, so ließen sich diese Ergebnisse (ermittelt mit „PeakFit“ [3SO]) einige Wochen später nicht mehr wiederholen. Abb.5.11.1 zeigt beispielsweise ein Meßergebnis von „INFELD blau“, wobei die Übertragungsfunktion der Auslenkung, dividiert durch die Erregerkraft entspricht, und die Auslenkung, vom PC gesteuert auf  $\pm 10\%$  konstant gehalten wurde.

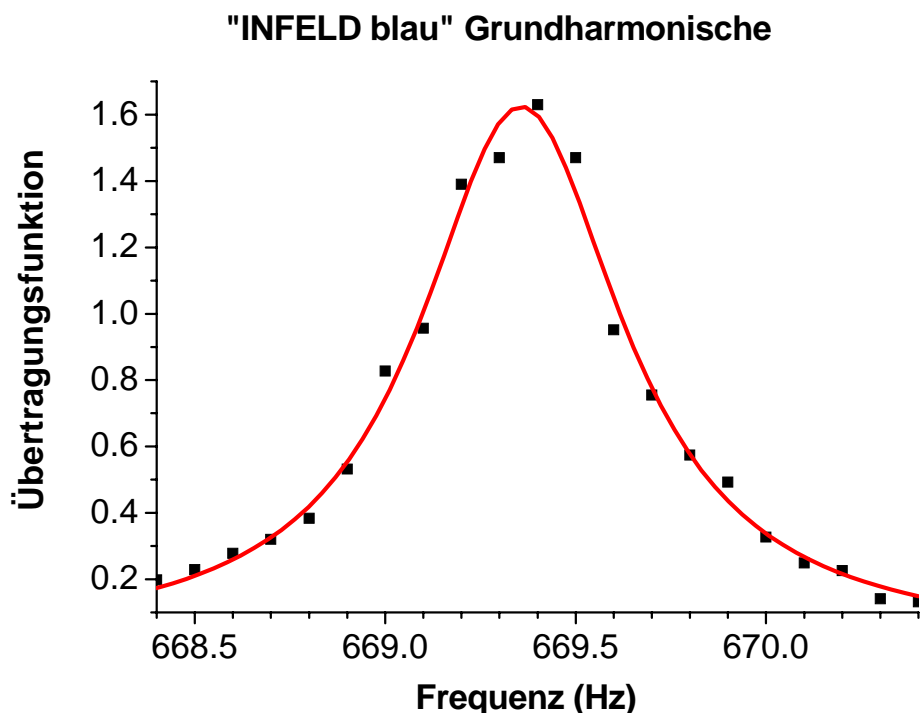


Abb.5.11.1: „INFELD blau“ (brillant), Übertragungsfunktion der Grundharmonischen

Da diese Untersuchungen keine reproduzierbaren Unterschiede brachten, erschien es angebracht durch die gleichzeitige Messung des Grundtones und einer Vielzahl von Obertönen Unterschiede in der Harmonizität (Abweichung von den für die unendlich dünne Saite geltenden ganzzahligen Frequenzverhältnissen der Obertöne) und in den relativen Amplitudenverhältnissen der Obertöne zum Grundton zu suchen, welche ja die Klangfarbe bestimmen. Für die geradzahligen Obertöne (also jene, die keinen Schwingungsknoten in der Mitte der Saite haben) ergibt sich dabei das folgende Bild (Abb.5.11.2), wobei die lineare Darstellung übersichtlicher erscheint. An dieser Stelle sei nur kurz angemerkt, daß die menschliche Wahrnehmung sowohl für die Tonhöhe (Frequenz) als auch für die Lautstärke logarithmisch ist.

Diese Messung in der Mitte der Saite bietet den Vorteil, jeweils das Maximum jedes zweiten Obertones messen zu können. Auch hier wurde eigentlich eine Übertragungsfunktion gemessen, da auch hier das Signal durch das Erregerkraft Spektrum durchdividiert wurde, um die nicht perfekt lineare Charakteristik des Anregungsmechanismus herauszurechnen. Da dies aber nur eine relativ geringe Korrektur darstellt, wird im folgenden der anschaulichere Begriff der relativen Amplitude verwendet.

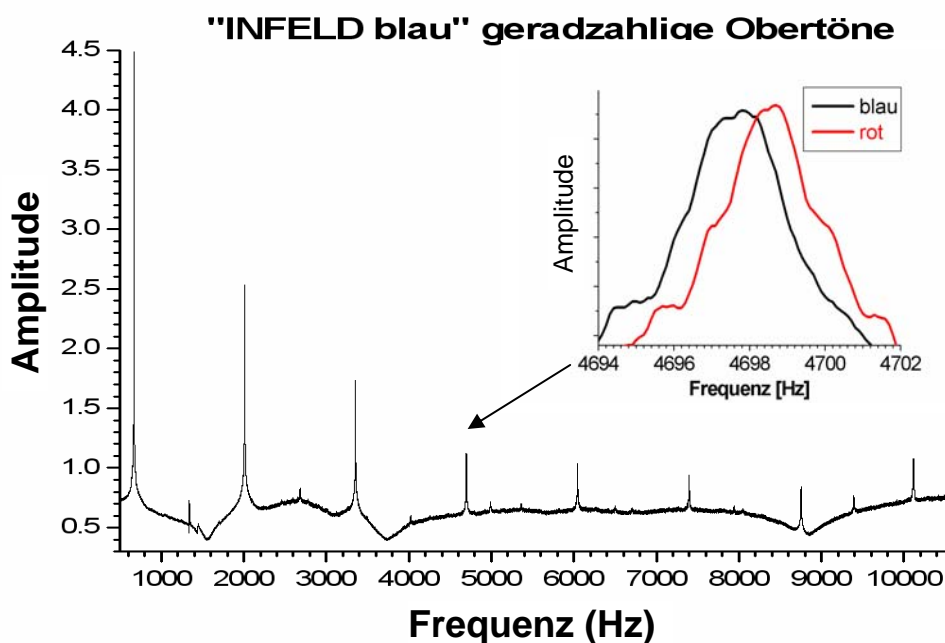


Abb.5.11.2: „INFELD blau“, Spektrum der geradzahligen Obertöne (Insert: Vergleich mit „INFELD rot“)

Tab.5.11.1 zeigt die Auswertung dieser Messungen, wobei die Kennwerte die folgende Bedeutung haben. Eine Harmonizität von 2 ‰ beim 6. Oberton bedeutet, daß dieser nicht die 7-fache Frequenz des Grundtones hat sondern um 2 ‰ höher liegt, und die Amplituden der

Obertöne sind auf jene des Grundtones (= 1) normiert. Hierbei zeigt sich eine Verschiebung der Frequenz des 6. Obertones um etwa 0,3 ‰ nach oben bei „INFELD rot“ im Vergleich zu „blau“ (Abb.5b11.2), welche auch bei der Kontrollmessung an einer anderen Charge (Charge II) beobachtet werden konnte. Abb. 5.11.3 faßt die Ergebnisse für den 6. Oberton zusammen, die detaillierten Gesamtergebnisse folgen in Tab5.11.1-3. Bei den grau hinterlegten Werten handelt es sich um jene Ergebnisse, die trotz der hohen Anzahl von Messungen an verschiedenen Proben (die zwischendurch auch wieder ein- und ausgespannt und nachgestimmt wurden) Unterschiede zeigen, die wesentlich über die oft sehr geringen Standardabweichungen hinausgehen. Die Messungen zeichnen sich also durch eine hohe Reproduzierbarkeit aus, welche die Unterschiede statistisch absichern.

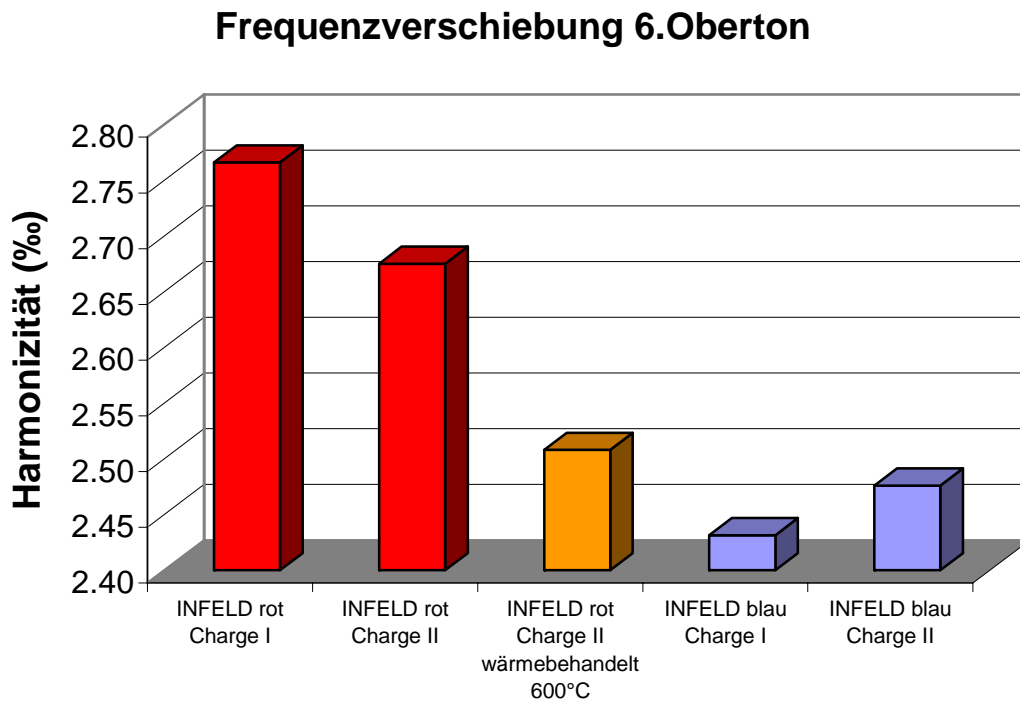


Abb.5.11.3: Frequenzverschiebung beim 6. Oberton

Tab.5.11.1: Kennwerte der geradzahigen Obertöne (unterlegt: signifikante Unterschiede)

Kennwerte der geradzahigen Obertöne							
Oberton:	2	4	6	8	10	12	14
INFELD rot, Position Mitte Charge I, 18 Messungen an 4 Proben							
Harmonizität (‰):	1.86	1.98	2.77	3.45	4.50	5.69	7.12
±	0.08	0.16	0.11	0.21	0.29	0.29	0.29
Amplitude relativ:	0.61	0.39	0.30	0.26	0.24	0.18	0.24
±	0.04	0.02	0.04	0.01	0.01	0.06	0.04
INFELD rot, Position Mitte Charge II, 3 Messungen an 1 Probe							
Harmonizität (‰):	1.71	1.88	2.68	3.30	4.36	5.54	6.98
±	0.03	0.03	0.07	0.06	0.01	0.02	0.04
Amplitude relativ:	0.62	0.42	0.28	0.25	0.23	0.20	0.26
±	0.01	0.01	0.00	0.00	0.00	0.00	0.00
INFELD blau, Position Mitte Charge I, 18 Messungen an 4 Proben							
Harmonizität (‰):	1.79	1.88	2.43	3.45	4.54	5.84	7.43
±	0.09	0.10	0.15	0.08	0.09	0.13	0.12
Amplitude relativ:	0.62	0.43	0.27	0.25	0.23	0.08	0.26
±	0.04	0.03	0.02	0.02	0.01	0.02	0.02
INFELD blau, Position Mitte Charge II, 3 Messungen an 1 Probe							
Harmonizität (‰):	1.70	1.89	2.48	3.41	4.54	5.89	10.68
±	0.08	0.08	0.09	0.08	0.14	0.08	13.94
Amplitude relativ:	0.64	0.43	0.28	0.26	0.23	0.20	0.25
±	0.02	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01	0.02

Betrachtet man die anderen Obertöne, so ergibt sich ein ähnliches Bild, nämlich daß auch die Frequenzen des 5. 7. und 8. Obertones leicht unterschiedlich sind (Tab.5.11.2).

Hier zeigen sich außerdem unterschiedliche Amplituden bei 1. und 11. Oberton.

Tab.5.11.2: Kennwerte der ungeradzahigen Obertöne (unterlegt: signifikante Unterschiede)

Kennwerte der ungeradzahigen Obertöne											
Oberton:	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
INFELD rot, Position Mitte Charge I, 12 Messungen an 2 Proben											
Harmonizität (‰):	0.24	1.74	1.66	1.80	2.12	2.61	2.79	3.23	4.00	4.84	5.58
±	0.01	0.04	0.01	0.02	0.01	0.10	0.03	0.01	0.40	0.85	1.13
Amplitude relativ:	0.38	0.63	0.40	0.40	0.30	0.27	0.30	0.24	0.22	0.17	0.23
±	0.00	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.00	0.01	0.09	0.01
INFELD blau, Position Mitte Charge I, 12 Messungen an 2 Proben											
Harmonizität (‰):	0.25	1.75	1.70	1.87	2.20	2.26	2.95	3.44	3.94	4.09	5.16
±	0.09	0.07	0.05	0.08	0.02	0.25	0.00	0.02	0.00	0.68	0.09
Amplitude relativ:	0.35	0.62	0.39	0.42	0.30	0.26	0.30	0.23	0.22	0.22	0.17
±	0.01	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.02	0.04

Messungen an einer bei 600°C im Schutzgasofen unter Argon wärmebehandelten Saite „INFELD rot“ brachten wieder geringfügige Verschiebungen der Frequenz des 6. Obertones (Tab.5.11.3). Versuche an einem Draht 302A 0,27 mm in unterschiedlichen Magnetisierungszuständen zeigten keine Unterschiede. Ebenso wenig hatten Ermüdungsversuche an Drähten 1.4310 meßbare Auswirkungen auf das Eigenfrequenzspektrum. Hierbei sollte das Nachstimmen der Geige simuliert werden, indem mit der Zugprüfmaschine 100 Hystereseschleifen von ± 10 N um die übliche Einspannkraft auf der Geige von 83 N gefahren wurden.

Tab.5.11.3: „INFELD rot“ wärmebehandelt bei 600°C, Kennwerte der ungeradzahligen Obertöne (unterlegt: signifikanter Unterschied zur unbehandelten Probe)

Kennwerte "INFELD rot", bei 600°C wärmebehandelt							
Oberton:	2	4	6	8	10	12	14
INFELD rot 600°C, Position Mitte Charge II, 6 Messungen an 2 Proben							
Harmonizität (‰)	1.73	1.84	2.51	3.37	4.37	5.68	7.14
±	0.15	0.15	0.14	0.16	0.17	0.16	0.16
Amplitude relativ	0.64	0.43	0.27	0.24	0.22	0.20	0.25
±	0.03	0.02	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01

## 5.12 Dichtemessungen

Die Messungen (Tab.5.12.1) zeigen durchwegs eine Zunahme des Volumens durch die Martensitbildung, und zwar umso mehr, je höher der Martensitgehalt ist, wobei der Zusammenhang zwar näherungsweise linear ist, die Trendlinie aber nicht annähernd durch den Ursprung geht (Abb.5.12.1). Jedenfalls bewegen sich die Werte im Rahmen der in der Literatur [7R] angegebenen + 2 % bis + 7 %.

Tab.5.12.1: Dichteveränderung durch den Ziehprozeß

Dichte						
	1.431	±	302HLS	±	302A	±
ρ (g/cm <sup>3</sup> ) Vormaterial bzw. 1. Ziehstufe (*)	7.80	0.01	7.88*	0.00	7.76*	0.00
ρ (g/cm <sup>3</sup> ) Endprodukt 0.27 mm (R)	7.68	0.00	7.46	0.02	7.17	0.01
Volumenzunahme (% absolut)	1.6	0.1	5.3	0.3	7.5	0.1
Zunahme an Martensit (% relativ)	78		84		91	

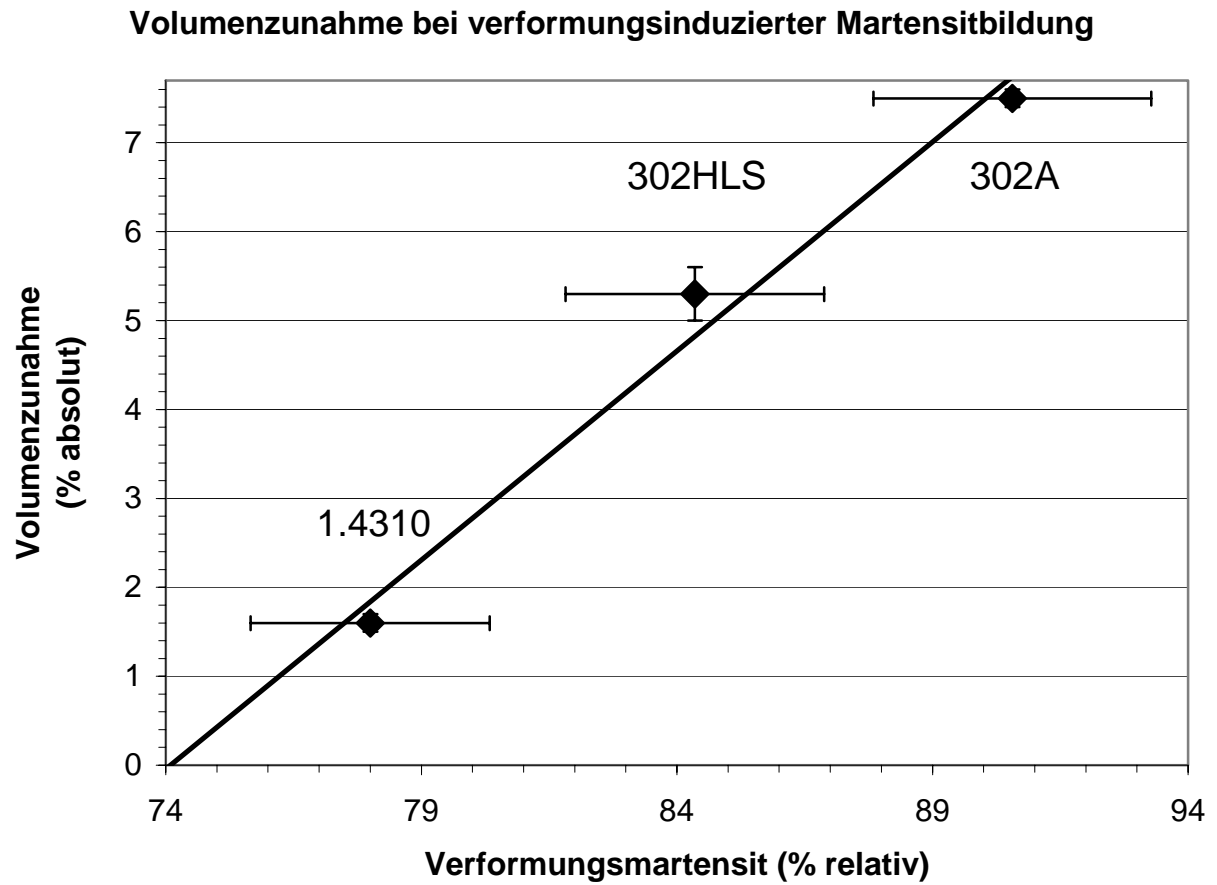


Abb.5.12.1: Volumszunahme durch den Ziehprozeß

## 6 Diskussion

### 6a Verformungsinduzierte martensitische Umwandlung

#### 6a.1 Martensitgehalt

Das quantitative Ausmaß der Martensitbildung als Funktion der Kaltverformung läßt sich an Hand der **Magnetoskop**- Messungen (Abb.5.2.1) verfolgen, wobei die Abhängigkeit von der chemischen Zusammensetzung [5MV,1MD] gut mit der relativen Lage der Kurven zu einander übereinstimmt. Abb.6a.1.1 illustriert diesen Zusammenhang nochmals, wobei die einzelnen Quader im Diagramm jeweils  $\Delta\varphi = 0,2$  repräsentieren und die Kanten gleichfarbiger Quader gleichen Umformgrad darstellt.

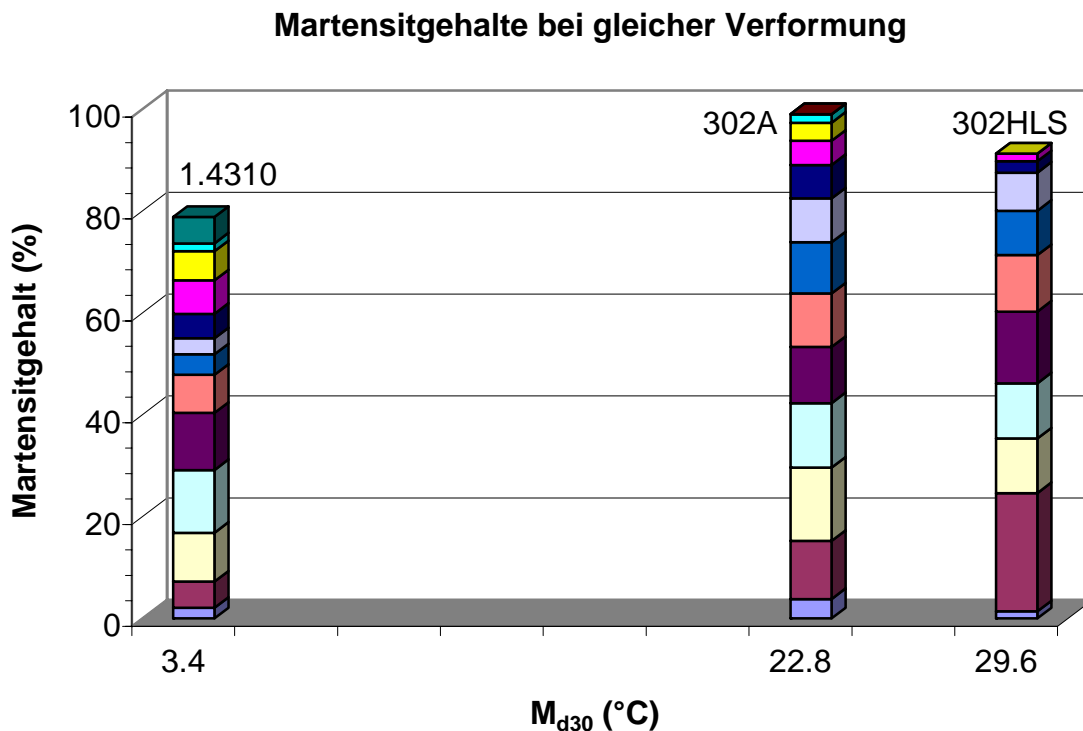


Abb.6a.1: Martensitgehalt bei gleichem Umformgrad in Schritten von  $\Delta\varphi = 0,2$  Abhängigkeit von  $M_{d30}$

Die Tatsache, daß der Martensitgehalt bei gleichem Umformgrad von 1.4310 ( $M_{d30}$ : 3,4°C) am geringsten ist, dann 302A ( $M_{d30}$ : 22,8°C) folgt und der von 302HLS ( $M_{d30}$ : 29,6°C) fast durchwegs am größten ist, läßt sich durch die in Tab.4a.1 [bzw.5MV] angeführten  $M_{d30}$  Werte erklären. Eine niedrige  $M_{d30}$  Temperatur bedeutet, daß die Austenitstabilität höher ist, wobei vorausgesetzt werden muß, daß während der Ziehprozesse in den Drähten der

unterschiedlichen Chargen annähernd die gleichen Temperaturen (Verformungs- und Reibungswärme, Kühlung durch Schmiermittel) geherrscht haben.

Der S-förmige Verlauf der Kurven (Abb.5.2.1), der auch aus der Literatur [1MV,17MV] bekannt ist, kann durch die Untersuchungen des Gefüges erklärt werden, da zuerst genügend Zwillinge vorhanden sein müssen (z.B. Abb.5.1.21, Abb.5.1.66), an deren Kreuzungspunkten die Martensitkeime entstehen können (Abb.5.1.28, Abb.5.1.32) und so die Martensitbildung erst ab der 2. Ziehstufe in Gang kommt: je höher  $M_{d30}$ , um so stärker steigt der Martensitgehalt. Dann folgt ein linearer Zusammenhang zwischen Umformgrad und Martensitbildung und ein Sättigungseffekt gegen das Ende zu, wenn die hohe Versetzungsdichte in der kleinräumigen Struktur (Abb.5.1.46-53; Abb.5.1.81-85) eine weitere Umwandlung blockiert. Ab ca.  $\varphi = 1,2$  steigt der Martensitgehalt bei allen Chargen weniger als bei den vorhergehenden Ziehstufen.

Die Kombination von Mößbauereffekt (standardfrei und nicht durch Textureffekte beeinflusst aber aufwendige Probenpräparation und lange Meßzeit) und Messungen mit dem Magnetoskop (schnell und einfach zu messen aber nur relative Ergebnisse) zur Bestimmung des Anteiles einer magnetischen Phase stellt, nach meinem Wissensstand, eine Neuheit gegenüber dem Stand der Technik dar und bietet sich besonders dann an, wenn vom untersuchten Material keine Literaturdaten für die Sättigungsmagnetisierung vorliegen, und viele Proben gleicher chemischer Zusammensetzung zu messen sind.

Auch die Messungen mit Hilfe des **Seebeck-Effekts** (Abb.5.7.1) liefern trotz einer gänzlich unterschiedlichen Meßmethode ein nahezu übereinstimmendes Bild zur Magnetisierungsmessung.

Da der thermoelektrische Effekt von der Form der Fermifläche abhängig ist [1E, 4F], liegt der Schluß nahe, daß die Veränderungen der Fermiflächen durch den Übergang vom kubisch-flächenzentrierten zum kubisch-raumzentrierten Kristallgitter der entscheidende Beitrag zur Thermospannung sind und diese Messungen somit auch die unterschiedlichen Martensitgehalte widerspiegeln.

Die Proportionalität von Thermospannung und Martensitgehalt wurde noch nicht publiziert.

Die **röntgenographische Phasenanalyse** an der Oberfläche der Drähte (Abb.5.4.1) zeigt hingegen besonders für 1.4310, übereinstimmend mit TEM-Untersuchungen (Abb.5.1.51), einen deutlich geringeren Martensitgehalt. Dieses Phänomen ist aus der Literatur bekannt [1R] und kann durch die stärkere Erwärmung der Randzone [2D, 5D] erklärt werden, die



beim Drahtziehen in direktem Kontakt mit den Ziehsteinen steht. Dort wird durch plastische Deformation und zusätzliche Reibung die meiste Wärme erzeugt und offenbar schneller durch das Ziehöl wieder weggekühlt, als sie in das Innere des Drahtes geleitet werden kann.

Abb.5.4.3 zeigt, besonders für 1.4310 tendenziell eine Zunahme des Martensitgehaltes von außen nach innen, was auch durch die Auswertung der im Synchrotron gemessenen Linienprofile bestätigt werden konnte (Abb.5.6.32), wobei genauere Untersuchungen (Abb. 5.1.9) zeigen, daß es zumindest bei mittlerem Umformgrad ( $\varphi = 0,77$ ) ein lokales Maximum des Martensitgehaltes bei etwa  $\frac{1}{3}$  des Radius gibt. Hierfür sind offenbar die beiden gegeneinander wirkenden, aus der Literatur bekannten [2D] Effekte verantwortlich, nämlich die vom Rand nach innen abnehmende Verformung, welche die Bildung von Verformungsmartensit ermöglicht und die ebenfalls von außen nach innen abnehmende Temperaturerhöhung, welche die Martensitbildung hemmt.

Die Tatsache, daß an der Oberfläche von 1.4310 der wenigste Martensit gebildet wird und an der Oberfläche von 302HLS der meiste, stimmt auch hier wieder mit Angels Modell [5MV] überein.

Die Interpretation der Messungen des **elektrischen Widerstandes** ist etwas subtiler, da dieser von verschiedenen Einflüssen abhängt.

Obwohl der kaltgezogene Draht ein kompliziertes zweiphasiges System mit hoher Versetzungsdichte und inneren Spannungen ist, läßt sich die Temperaturabhängigkeit des relativen phononischen Anteils (Abb.5.8.1) näherungsweise mit dem einfachen Modell nach [6F] erklären.

Bei einfachen Metallen zeigt der phononische Anteil das Verhalten nach Grüneisen mit einem Anstieg etwa proportional  $T^5$  bei tiefen Temperaturen, der dann in einen näherungsweise linearen Zusammenhang übergeht.

Bei den am wenigsten verformten Proben ist ein Minimum des elektrischen Widerstandes oberhalb von 4,2 K erkennbar (Abb.5.8.2). Dies läßt sich durch den sogenannten Kondo-Effekt erklären, der bei den am wenigsten verformten Proben durch die Nickel Ionen im Mischkristall des Austenitgitters auftritt. In verdünnten, festen Lösungen magnetischer Ionen (z.B. Nickel) in nichtmagnetischen metallischen Kristallen (z.B. Austenit), kann es durch die Austauschwechselwirkung zwischen dem Ion und den Leitungselektronen des Kristalls einen zusätzlichen Beitrag zum Widerstand bei tiefen Temperaturen geben, was sich durch ein lokales Minimum des Gesamtwiderstandes bemerkbar macht. Die Tatsache, daß dieses Verhalten bei Probe 1.4310 1,2 mm am ausgeprägtesten ist, mag dadurch bedingt sein, daß

bei dieser Probe der erste Kaltverformungsschritt noch nicht stattgefunden hat und sie deshalb zu 100 % austenitisch ist.

Die Messergebnisse beschreiben die Abhängigkeit des Restwiderstands (Abb.5.8.3) und des phononischen Widerstandsanteils (Abb.5.8.4) vom Ziehgrad.

Die Tatsache, daß im wenig verformten Zustand der Restwiderstand von 302HLS am höchsten ist, dann 1.4310 folgt und 302A den niedrigsten Wert zeigt, läßt sich durch den höheren Kohlenstoffgehalt (Tab.4a.1) erklären, da die C-Atome auf den Zwischengitterplätzen als zusätzliche Streuzentren wirken.

Der generelle Anstieg der Kurven spiegelt die Zunahme an Defekten und Korngrenzen wider. Demnach erhöht im Laufe der Kaltverformung der Summeneffekt von Phasenumwandlung und Zunahme an inneren Spannungen die Debyetemperatur, wobei hingegen der Spannungsabbau durch das Richten diese wieder absenkt.

In Abb.5.8.4 wird der normierte temperaturabhängige Widerstand verglichen.

Dieser hängt von der thermischen Anregung der Phononen ab, ist proportional zum mittleren Quadrat der Schwingungsamplitude des betreffenden Phonons und fällt somit mit steigender Debyetemperatur. Für 1.4310 ist dieser Abfall geringer als für die beiden anderen Chargen, die mehr Verformungsmartensit bilden, wobei das Richten den normierten temperaturabhängigen Widerstand wieder deutlich erhöht.

Auch ein **Zugversuch** bei Zimmertemperatur am Vormaterial (Abb.5.10.1) läßt nach dem Versuch durch einen einfachen Test mit einem Magneten den gebildeten Martensit an den gebrochenen Drahtstücken erkennen.

Die in Abb.5.10.2 erkennbare deutlich höhere Festigkeit und geringere Dehnung des hochverformten Drahtes ist prinzipiell ein Charakteristikum jeder Kaltverformung, da die Zunahme an Versetzungen das für duktilen Verhalten notwendige Abgleiten von Versetzungen erschwert.

Dieser Effekt wird aber durch die Bildung des Martensits verstärkt, da die kubisch raumzentrierte Struktur keine Gleitebenen hat, die als dichteste Kugelpackung wie im Austenit vorliegen. Die Duktilität ist außerdem wegen der geringeren Anzahl von Gleitsystemen und der relativ unbeweglichen Versetzungsstrukturen wesentlich geringer.

Die Gitterfehlpassung zwischen Martensit und Restaustenit und auch die Volumszunahme bei der Martensitbildung führen zu hohen inneren Spannungen und hoher Versetzungsdichte, was beides die Festigkeit erhöht und die Verformbarkeit verringert.

Die Veränderung des Elastizitätsmoduls mit der Kaltverformung (Abb.5.10.7) ist besonders bemerkenswert, da sich hier bei allen drei Chargen ein deutliches Minimum im Bereich von  $\varphi = 0,5$  bis  $\varphi = 1$  zeigt und die Verringerung des Elastizitätsmoduls doch bis zu 30 % beträgt. Bei Vergleichsmessungen im DMA-Gerät, bei denen die Probe als einseitiger Biegebalken eingespannt war, lag der maximale Unterschied mit 19 % in ähnlicher Größenordnung. Obwohl die deutliche Veränderung des Elastizitätsmoduls als Funktion der Kaltverformung nicht allgemein bekannt ist, finden sich in der Literatur ähnliche Ergebnisse mit unterschiedlichen Meßverfahren:

J. Nunes et al. [2MD] hat bei kaltgezogenem 18-8 Cr-Ni Stahldraht mit einer akustischen Meßmethode einen Abfall des Elastizitätsmoduls um bis zu 22 % gemessen, wobei auch hier das bei 1065°C geglühte Vormaterial einen mit 220 GPa vergleichsweise hohen Elastizitätsmodul aufwies (vgl. Abb.5.10.7. 1.4310 0,27 mm: 228 GPa). Vergleichsmessungen an Proben mit unterschiedlichen Glühtemperaturen (982°C, 871°C) zeigten eine Verringerung des Effekts mit geringerer Glühtemperatur und ein anderes Verhalten (kein Minimum des Elastizitätsmoduls bei mittlerer Verformung) bei 760°C Glühtemperatur (Die zur Rückumwandlung von Martensit in Austenit notwendige Temperatur wurde von den Autoren deutlich unter 760°C angenommen.).

X. Wang et al. [4DA] verwendete zur Untersuchung von korrosionsbeständigem Stahl (AISI 304) einen elektrostatisch angeregten Biegebalken (30mm\*3mm\*0,4mm) und untersuchte den Einfluß der Kaltverformung durch Kugelstrahlen mit unterschiedlicher Dauer, wobei auch hier der Elastizitätsmodul von anfänglich 192 GPa um 27 % auf 151 GPa abfiel und dann wieder auf 172 GPa anstieg. Da hier kein gezogener Draht vorlag, sondern die Kaltverformung durch Kugelstrahlen eingebracht wurde, kann man davon ausgehen, daß Textureffekte hierbei keine große Rolle spielten.

Auch die Berechnung des **Elastizitätsmoduls** aus **röntgenographischen Spannungsmessungen** in Längsrichtung (Abb.5.5b.1) zeigen eine Abhängigkeit vom Umformgrad, die in die gleiche Richtung geht, wobei allerdings der gemessene Effekt mit etwa 5 % deutlich geringer ausfällt.

Ein möglicher Grund für die deutlich geringere Ausprägung bei der Röntgenmethode ist, daß hierbei einzig und allein der Einfluß der Textur berücksichtigt wird, während die anderen Methoden die Summe aller Veränderungen des Gefüges berücksichtigen.

In Übereinstimmung mit der Literatur [3EL] zeigte sich also, daß die Textur nur zu einem geringen Teil die Veränderung des Elastizitätsmoduls bei Kaltverformung beeinflusst. Der

Einfluß der Phasenzusammensetzung ist auch vernachlässigbar, da die Elastizitätsmoduli von Martensit und Austenit praktisch gleich sind [1EL] und in dem Bereich, in dem sich der Elastizitätsmodul am stärksten ändert ( $\varphi < 0,5$ ) der Martensitgehalt von Probe 1.4310 noch unter 10 % liegt.

Aus der Literatur [2M, Teil III] ist außerdem bekannt, daß bei der Martensitbildung durch Abschrecken die linear elastischen Konstanten im metastabilen Austenit bei Annäherung an die Temperatur  $M_s$ , bei der die ersten Martensitkeime entstehen, abnehmen. Dieser Effekt wurde auch an Einkristallen von Ti-Ni Formgedächtnislegierungen untersucht [6M], wobei knapp vor dem Unterschreiten von  $M_s$  die elastische Konstante  $c_{44}$  eine Verringerung um fast die Hälfte zeigte.

Dieser Mechanismus tritt offensichtlich auch bei der verformungsinduzierten Martensitbildung auf und führt dort zu einer deutlichen Abnahme des Elastizitätsmoduls zu Beginn der Kaltverformung, bevor die Martensitkeime in größerer Zahl entstehen. Auf mikroskopischer Ebene ist dieser Effekt wahrscheinlich dadurch bedingt, daß die Atome die in Kapitel 2b beschriebenen, weniger stabilen Zwischenpositionen (Aufspaltung der  $a_{fcc}/6 \langle 112 \rangle$  Shockley-Partialversetzung) einnehmen, die weder exakt der fcc, noch der bcc Gitterkoordination entsprechen.

Man kann also zusammenfassend feststellen, daß die Veränderung des Elastizitätsmoduls mit der Kaltverformung bei metastabilen, austenitischen Cr-Ni Stählen unabhängig von der Meßmethode beobachtet werden kann und die Textur zwar einen Beitrag dazu leistet, dieser aber nur von untergeordneter Bedeutung ist.

Die vergleichsweise durchgeführten Zugversuche an den (hochverformten) Geigenseiten aus perlitischem C-Stahl zeigen Werte für den Elastizitätsmodul, wie sie auch für den unverformten Zustand typisch sind (200-206 GPa, Tab.5.10.1). Allerdings standen hier weder das Vormaterial, noch Zwischenstufen aus dem Ziehprozeß zur Verfügung und auch der Umformgrad war unbekannt, weshalb hier keine Aussagen über das Verhalten des Elastizitätsmoduls bei mittleren Umformgraden getroffen werden konnten.

## 6a.2 Veränderungen im Gefüge

Die wenig verformten Zustände sind der Untersuchung durch bildgebende Verfahren besser zugänglich, während im hochverformten Zustand die Vielzahl der Versetzungskontraste und die Kleinräumigkeit der Strukturen die Untersuchungen erschweren. Hier sind Ergebnisse der **Synchrotron Linienprofilanalyse** im Hinblick auf die Domänengröße besonders wertvoll und genauer, als beim wenig gestörten Kristallgitter.

Die Entstehung des verformungsinduzierten Martensits zeigt die aus der Literatur [1-18MV] bekannte Abfolge von Schritten bei der sich zuerst Stapelfehler auf (111) Ebenen bilden (Abb.5.1.12) aus denen dann Zwillinge (z.B. Abb.5.1.64-68) entstehen an deren Kreuzungspunkten sich die ersten Martensitkeime bilden (Abb.5.1.29, Abb.5.1.33).

Die untersuchten Legierungen haben Stapelfehlerenergien in der Größenordnung von 25-30 mJ/m<sup>2</sup>, was nahelegt, daß die direkte Umwandlung vom Austenit in kubischen Martensit, ohne die Entstehung von hexagonalem  $\epsilon$ -Martensit als Zwischenprodukt, der für die Phasenumwandlung bedeutende Mechanismus ist, da selbst für Stähle mit nur 17 mJ/m<sup>2</sup> Stapelfehlerenergie die Phasenumwandlung ohne die Entstehung von hexagonalem Martensit experimentell mit Röntgenmethoden (Röntgenröhre, keine Synchrotronstrahlung) beobachtet wurde [13MV, 1MD].

Trotzdem konnten bei der sorgfältigen Analyse der im Synchrotron aufgenommenen Linienprofile Spuren von  $\epsilon$ -Martensit nachgewiesen werden (Abb.5.6.33, 34). Bei Probe 302A (Abb.5.6.33) waren die ersten Spuren von  $\epsilon$ -Martensit bei einem Umformgrad  $\varphi = 1,28$  festzustellen, bei dem der Gehalt an kubischem Martensit bereits 69 % beträgt. Das Maximum an hexagonalem Martensit ist bei  $\varphi = 1,96$  feststellbar, wo 94 % kubischer Martensit vorhanden ist. Das Endprodukt ( $\varphi = 2,81$ ) zeigt keinen  $\epsilon$ -Martensit mehr. Allerdings läßt sich im Endprodukt 1.4310 ( $\varphi = 2,98$ , Abb.5.6.34) noch hexagonaler Martensit finden, wobei es hier auch noch, bedingt durch die chemische Zusammensetzung, relativ viel Restaustenit (22 %) gibt.

Das Ergebnis für 302A paßt prinzipiell zur Theorie der Martensitbildung für Legierungen mit niedriger Stapelfehlerenergie, bei der  $\epsilon$ -Martensit als Zwischenprodukt auftritt [3MV], das bei entsprechend hoher Verformung wieder verschwindet. Nach [13MV, 1MD] überwiegt jedoch bei den untersuchten Legierungen die direkte Bildung von kubischem Martensit, ohne  $\epsilon$ -Phase als Zwischenprodukt, bei weitem. Der  $\epsilon$ -Martensit im Endprodukt von 1.4310 kommt daher, daß bei dieser Charge die Umwandlung in kubischen Martensit nicht vollständig stattfindet (22 % Restaustenit), weshalb auch die, in viel geringerem Maß stattfindende Phasenumwandlung mit  $\epsilon$ -Martensit als Zwischenprodukt nicht vollständig abläuft und dieser teilweise erhalten bleibt.

Beide bezüglich ihrer Textur untersuchten Chargen 1.4310 (Abb.5.5a.4) und 302A (Abb.5.5a.5) zeigen eine deutliche  $\langle 111 \rangle_\gamma$  Austenit Fasertextur (rotationssymmetrische Textur in Faser- bzw. Drahrichtung) im Vormaterial und in den ersten Ziehstufen, die vom Warmziehprozeß herrührt und typisch für das Ziehen von kubisch flächenzentrierten Metallen

(Austenit) ist. Die Textur ist im Martensit bei geringer Kaltverformung deutlich schwächer ausgeprägt als im Austenit und wechselt von einer  $\langle 210 \rangle_\alpha$  auf eine  $\langle 110 \rangle_\alpha$  Fasertextur (Ausnahme 1.4310 1.09 mm  $\langle 111 \rangle_\alpha$ ). Nach N. Inakazu et al. [4MD] ist die  $\langle 210 \rangle_\alpha$  Fasertextur zu Beginn der Martensitbildung ein Resultat der starken  $\langle 111 \rangle_\gamma$  Fasertextur im Austenit, was bedeutet, daß die  $[111]_\gamma$  Richtung parallel zur Ziehrichtung (ZR in Abb.6a.2.1) liegt und somit die darauf normale  $(111)_\gamma$ -Ebene keine Gleitebene sein kann.

Deswegen wird die Martensitbildung auf der zweiten aktiven Gleitebene (siehe Abb.6a.2.1) induziert, was zur rechts oben gezeichneten Orientierung des Martensits führt, bei der die  $\langle 10\ 21\ 2 \rangle_\alpha$  Richtung in Ziehrichtung (ZR) liegt, was im Rahmen der erzielbaren Meßgenauigkeit einer  $\langle 120 \rangle_\alpha$  Fasertextur entspricht. Bei höherer Verformung bildet sich dann durch Rotation der  $\langle 210 \rangle_\alpha$  Achse die  $\langle 110 \rangle_\alpha$  Fasertextur aus (Abb.6a.2.1, links unten), bei der dann die Texturrichtungen der beiden Phasen die Kurdjumov-Sachs Orientierungsbeziehung erfüllen ( $\langle 111 \rangle_\gamma // \langle 110 \rangle_\alpha$  vgl. Kapitel 2b).

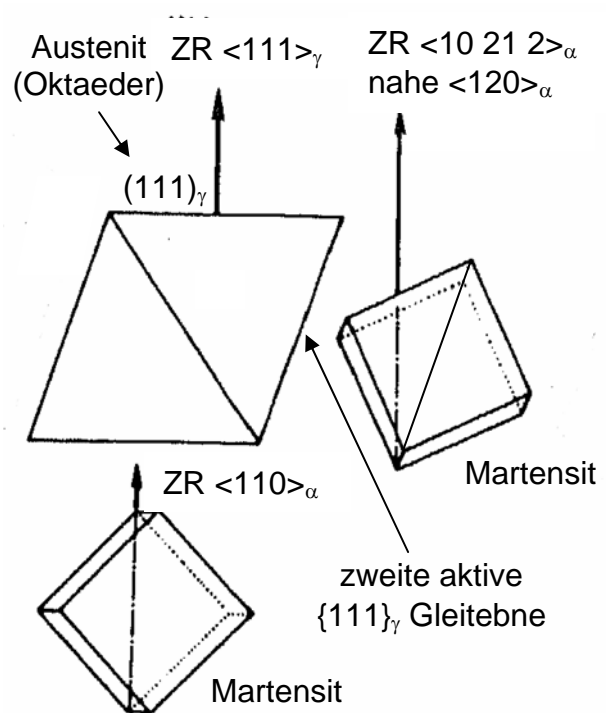


Abb.6a.2: Verschiedene Texturachsen in kubischen Kristallen unter Berücksichtigung der Kurdjumov-Sachs Orientierungsbeziehung, nach [4MD]

Diese Rotation der Texturachse im Martensit ist wahrscheinlich auch der Hauptgrund dafür, daß die Texturindizes für Restaustenit und Martensit in den Endprodukten (1.4310 0,27 mm, 302A 0,27 mm) deutlich geringer sind als im Austenit des Vormaterials oder der ersten Ziehstufen.

Die Ergebnisse der Texturmessungen fielen für beide Chargen ähnlich aus, was sicherlich mit den praktisch gleichen Stapelfehlerenergien der Legierungen zu tun hat.

Im Anschluß werden die ermittelten Gefügeveränderungen für die einzelnen Phasen zusammengefaßt:

Das nur im Falle der Charge **1.4310** vorhandene Vormaterial (**1.4310 1,2 mm**) ist zu 100 % austenitisch (Abb.5.2.1) und weist schon durch das Warmziehen bedingt eine recht starke (rel. Texturindex 8,5) Austenit Fasertextur in  $\langle 111 \rangle$ -Richtung auf (Abb.5.5a.1).

Die Korngrößen in Querrichtung können übereinstimmend sowohl im **Lichtmikroskop** als auch im **TEM** (Abb.5.1.10) mit etwa 10  $\mu\text{m}$  angegeben werden, wobei sich nur wenige Versetzungen im TEM zeigen (Abb.5.1.10). Die Synchrotron Untersuchungen liefern für die Domänengröße Werte um 1600 nm = 1,6  $\mu\text{m}$  (Abb.5.6.6), was nahe an diesen Ergebnissen liegt. Die Mikrodehnungen liegen im Bereich zwischen  $3,7\text{E-}4$  (001) und  $1,6\text{E-}4$  (111) (Abb.5.6.11), bedingt durch die sehr geringe Versetzungsdichte. Die Tatsache, daß die Mikrodehnung im Austenit immer in (111)-Richtung am geringsten ist, hängt damit zusammen, daß diese die steifsten Richtungen des anisotropen Gitters darstellen.

Die Zwillingswahrscheinlichkeit im Austenit ist mit  $6,3\text{E-}9$  noch sehr gering (Abb.5.6.18, 19). Bereits nach der ersten Ziehstufe (**1.4310 1.09 mm**) verändert sich das Austenitgefüge signifikant (Abb.5.1.15), was auch offensichtlich deutliche Auswirkungen auf den Elastizitätsmodul hat (Abb.5.10.7).

Die Größe der Körner (weitgehend versetzungsfreie Gebiete) sinkt um 1-2 Größenordnungen auf einige 100 nm (Synchrotron Ergebnis: 140 nm) und die Mikrodehnung im Austenit steigt um eine Größenordnung auf  $2,0\text{E-}3$  (001) bis  $8,6\text{E-}4$  (111), während der Austenit Texturindex mit  $8,7 \langle 111 \rangle$  (Abb.5.5a.1) praktisch gleich bleibt. Die Austenit- Zwillingswahrscheinlichkeit ist bereits um drei Größenordnungen auf  $6,0\text{E-}6$  angestiegen, wodurch auch im TEM Zwillinge in großer Zahl zu sehen sind (Abb.5.1.17-20), die auf {111} Ebenen liegen.

Bei der zweiten Ziehstufe (**1.4310 1.01 mm**) ist das Gefüge weiterhin von Austenitzwillingen dominiert (Abb.5.1.21-36), wobei sich bereits die ersten Martensitgebiete an den Kreuzungspunkten von Austenitzwillingen im TEM zeigen (Abb.5.1.29, 33), obwohl der gesamte Martensitgehalt erst etwa 5 % beträgt (Abb.5.2.1).

Die Domänengröße bleibt mit etwa 130 nm praktisch gleich (Abb.5.6.6) und der Elastizitätsmodul sinkt nochmals recht deutlich um etwa 15 GPa (Abb.5.10.7).

Die Mikrodehnungen steigen nochmals um die Hälfte auf  $3,2\text{E-}3$  (001) bis  $1,1\text{E-}3$  (111) (Abb.5.6.11), und die Austenit Zwillingswahrscheinlichkeit steigt weiter auf  $1,2\text{E-}5$  (Abb.5.6.18, 19) an.

Ziehstufe **1.4310 0,936 mm** zeigt ein deutliches Kleinerwerden der Strukturen (Abb.5.1.36) und eine Zunahme der martensitischen Gebiete (Abb.5.1.39, 42). Die Domänengröße sinkt weiter auf 70 nm ab (Abb.5.6.6). Der longitudinale Elastizitätsmodul erreicht sein Minimum von ca. 150 GPa (Abb.5.7.10), die Mikrodehnung steigt leicht auf  $3,8\text{E-}3$  (001) bis  $1,0\text{E-}3$  (111) (Abb.5.6.11) und die Zwillingswahrscheinlichkeit steigt nochmals deutlich auf  $2,2\text{E-}4$  (Abb.5.5.18, 19) an.

Die weiteren Ziehstufen sind auf mikroskopischer Ebene durch ein weiteres Kleinerwerden der Strukturen gekennzeichnet, wobei sich allmählich das typische Gefüge eines kaltgezogenen Drahtes ausbildet, das aus einige  $\mu\text{m}$  langen, nadelförmigen Körnern mit etwa 50-100 nm Durchmesser besteht, die parallel zur Drahtachse ausgerichtet sind (Abb.5.1.49). Der Martensitgehalt steigt bis zum Sättigungswert weitgehend linear, wobei die örtliche Unterscheidung auf mikroskopischer Ebene von martensitischen und austenitischen Gebieten dabei immer schwieriger wird und beim Endprodukt nicht mehr möglich ist.

Die Charakteristika des Gefüges zeigen nur mehr geringe Veränderung bei weiterer Verformung. So sinkt der rel. Texturindex im Restaustenit von 5,0  $\langle 111 \rangle$  (1.4310 0,862 mm) auf 3,4  $\langle 111 \rangle$  (1.4310 0,27 mm) während er im Martensit von 1,9  $\langle 210 \rangle$  auf 3,0  $\langle 110 \rangle$  steigt (Abb.5.5a.1). Die Domänengröße steigt im Restaustenit geringfügig von 170 nm (001) bis 90 nm (111) (1.4310 0,862 mm) auf 200 (100) bis 160 (111) (1.4310 0,27 mm) an, und die Größe der Domänen im Martensit liegt beim Endprodukt 1.4310 0,27 mm mit 100 nm (001) bis 40 nm (111) unter der im Austenit. Die Zwillingswahrscheinlichkeit im Austenit sinkt nur leicht von  $7,56\text{E-}5$  (1.4310 0,862 mm) auf  $6,7\text{E-}5$  (1.4310 0,27 mm), während die Mikrodehnungen noch geringfügig von  $3,7\text{E-}3$  (001) bis  $1,3\text{E-}3$  (111) (1.4310 0,862) auf  $5,7\text{E-}3$  (001) bis  $1,6\text{E-}3$  (111) (1,4310 0,27 mm) steigen.

Die Mikrodehnungen für Martensit im Endprodukt 1.4310 0,27 liegen mit  $3,6\text{E-}3$  (001) bis  $3,4\text{E-}3$  (111) auf vergleichbarem Niveau (Abb.5.6.11). Die Untersuchungen an den gedünnten Drähten zeigen, daß die Domänengrößen im Martensit an der Drahtoberfläche um etwa einen Faktor zwei kleiner sind (Abb.5.6.27) und die Mikrodehnungen im Martensit (Abb.5.6.28) etwa doppelt so groß sind. Die Defekthäufigkeit im Martensit (Abb.5.6.29) beträgt an der Oberfläche etwa nur ein Siebentel des Werts im Inneren.

Bei **1.4310 0,27 mm** läßt sich wegen des relativ geringen durchschnittlichen Martensitgehalts von 78 % (Abb.5.2.1) auch noch im Inneren der Probe deutlich Restaustenit im TEM-Beugungsbild (Abb.5.1.50) erkennen. Das Gefüge am Rand der Probe (Abb.5.1.51) sieht aber trotz des geringen Martensitgehalts von 12 % im TEM sehr ähnlich wie das vorwiegend martensitische weiter innen (Abb.5.1.49) aus.

Charge **302A** zeigt prinzipiell ein ähnliches Verhalten wie 1.4310, allerdings stand hier das Vormaterial nicht zur Verfügung, weshalb alle Veränderungen auf die erste Ziehstufe ( $\varphi = 0,09$ ) bezogen werden müssen und deshalb manche Effekte wie z.B. die Veränderung des Elastizitätsmoduls mit zunehmender Kaltverformung (Abb.5.10.7) nicht deutlich erkennbar werden. Durch die unterschiedliche chemische Zusammensetzung und die daraus



resultierende höhere  $M_{d30}$  Temperatur (Tab.4a.1) bildet 302A bei gleichem Umformgrad mehr Martensit als 1.4310 und wandelt fast vollständig in Martensit um (Abb.5.2.1). Das Gefüge dieser Charge zeigt in der ersten Ziehstufe **302A 1,049 mm** Versetzungen, die oft, genau wie die Zwillingsgrenzen auf  $\{111\}$  Ebenen liegen (Abb.5.1.58).

Die zweite Ziehstufe **302A 0,964 mm** zeigt dann bereits Zwillinge in großer Zahl (Abb.5.1.60) die dann bei **302A 0,886 mm** regelmäßige, auf  $\{111\}$  Ebenen liegende Muster bilden (Abb.5.1.64-68). Bei **302A 0,814 mm** zeigen sich dann neben den von Austenitzwillingen dominierten Gebieten (Abb.5.1.69) auch solche, die schon recht große martensitische Bereiche haben und nicht mehr die typische Zwillingsstruktur zeigen (Abb.5.1.75-83). Das Endprodukt **302A 0,27 mm** zeigt das typische nadelförmige Gefüge eines kaltgezogenen Drahtes (Abb.5.1.84), wobei sich kein Restaustenit mehr im Beugungsbild (Abb.5.1.85) finden läßt, da dieser nur mehr an der Drahtoberfläche vorkommt, wo das Gefüge, abgesehen vom geringeren Martensitgehalt (Abb.5.1.87) ähnlich wie im Inneren aussieht (Abb.5.1.86).

Bei **302A** konnte die Synchrotron Linienprofilanalyse bei einer höheren Anzahl von Proben durchgeführt werden, was die Ergebnisse aussagekräftiger macht.

Die Domänengrößen fallen im Austenit von 1690 nm (001) bis 1640 nm (111) (302A 1,049 mm) auf 61 nm (001) bis 63 nm (111) (302A 0,748 mm) und steigen dann wieder leicht auf 116 nm (001) bis 121 nm (111) (302A 0,27 mm) an. Im Martensit steigen diese Werte von 51 nm (001) bis 29 nm (111) (302A 0,814 mm) geringfügig auf 101 nm (001) bis 51 nm (111) (302A 0,27 mm) an und bewegen sich damit knapp unter denen für Austenit bei gleichem Umformgrad (Abb.5.6.4).

Die Mikrodehnungen steigen im Austenit parabolisch von  $5,4E-4$  (001) bis  $2,0E-4$  (111) (302A 1,049 mm) bis  $6,0E-3$  (001) bis  $1,5E-3$  (111) (302A 0,32 mm) an, wobei sie entlang der  $\{111\}$ -Ebenen, der bevorzugten Stapelfehler- und Gleitebenen, am geringsten sind. Sie bewegen sich im Martensit bei ca.  $3E-3$  auf gleichem Niveau wie für den Austenit im Grenzwert (Abb.5.6.9).

Die Zwillingswahrscheinlichkeit im Austenit steigt von  $8,8E-10$  (302A 1,049 mm) auf ein deutliches Maximum von  $8,1E-3$  bei 302A 0,964 mm und pendelt sich dann auf Werte zwischen  $1E-4$  und  $1E-5$  ein (Abb.5.6.14, 15).

Bei den Texturmessungen (Abb.5.5a.2) fällt auf, daß der maximale rel. Texturindex von 10,5  $\langle 111 \rangle$  im Austenit erst bei der zweiten Ziehstufe 302A 0,964 erreicht wird. Bei 302A 0,27 mm ist er dann für den Restaustenit auf 2,0  $\langle 111 \rangle$  abgefallen. Im Martensit steigt der Texturindex von 1,5  $\langle 110 \rangle$  (302A 1,049 mm) auf 3,8  $\langle 110 \rangle$  (302A 0,27 mm) an.

Von Charge **302HLS** liegen nur TEM- Bilder von 302HLS 0,27 mm vor (Abb.5.1.88, 89), die keine signifikanten Unterschiede zu 302A 0,27 mm (Abb.5.1.84) zeigen und auch wie diese nur Martensitreflexe im Beugungsbild (Abb.5.1.90) aufweisen. Auch die Ergebnisse der Synchrotron Linienprofilanalyse sind ähnlich wie die der anderen beiden Proben, wobei auch hier besonders zu berücksichtigen ist, daß die erste, verfügbare Ziehstufe bereits einen Umformgrad von  $\varphi = 0,13$  aufweist, wodurch die Änderung der Kennwerte geringer ist.

### **6a.3 Stabilität des Gefüges**

Da auch Geigensaiten aus Stahl nur eine begrenzte Lebensdauer haben und deren Klang sich in der Praxis mit der Zeit verschlechtert und andererseits der verformungsinduzierte Martensit bei Raumtemperatur nur eine metastabile Phase ist, stellt sich die Frage wovon die Stabilität des Gefüges vor allem abhängt.

**DSC** Messungen zeigten bei den hochverformten Proben aller drei Chargen (Abb.5.9.1, 2, 3) exothermes Verhalten über den gesamten untersuchten Temperaturbereich (50- 625°C), wobei das unverformte, bei 1100°C austenitisierte Vormaterial (Abb.5.9.1, schwarze Kurve) erwartungsgemäß keinen Effekt zeigt und somit als Referenz dienen kann.

Prinzipiell wäre für das exotherme Verhalten der Abbau von inneren Spannungen eine mögliche Erklärung, wobei allerdings bemerkenswert ist, daß dieser Effekt auch beim zweiten Aufheizen wieder auftritt.

Die irreversible Verringerung der Exothermie zwischen 450°C und 570°C fällt mit der Rückumwandlung des Martensits zu Austenit zusammen (Abb.5.6.11). Das exotherme Minimum um 590°C kann nach [1DS] der möglichen Bildung von  $(Cr, Fe)_{23}C_6$ -Karbiden im hochverformten Gefüge zugeschrieben werden, welche im Vormaterial, wegen der geringeren Beweglichkeit des substitutionellen Elements Cr erst bei höheren Temperaturen gebildet werden können.

Bei den **wärmebehandelten Proben** von Charge 1.4310 läßt sich bei der **Synchrotron Linienprofilanalyse** auch feststellen, daß dieser Rücktransformation eine Abnahme der Mikrodehnungen beider Phasen ab 500°C vorausgeht (Abb.5.6.13). Die Domänengrößen (Abb.5.6.12) und Gesamtddefektwahrscheinlichkeiten (Abb.5.6.14) im Austenit haben bei etwa 560°C ein lokales Maximum, wobei die Domänengröße im Austenit nach einem lokalen Minimum bei 600°C nochmals deutlich zu steigen beginnt. Dieses Maximum von planaren Gitterdefekten bei 560°C und das Minimum der Domänengrößen im Austenit bei 600°C kommen mit hoher Wahrscheinlichkeit von zwei konkurrierenden Prozessen, nämlich

einerseits von der Abnahme von Korngrenzen, Defekten und Mikrodehnungen mit steigender Temperatur durch das Relaxieren von Gitterstörungen und andererseits von den Störungen, die durch die Bildung der Chromkarbide ab etwa 570°C verursacht werden.

## **6b Akustische Messungen an den Saiten**

Der Grundgedanke hinter dem Bau des Saitenprüfstandes war, den Klang der Saite unter definierten, reproduzierbaren Bedingungen ohne die dominanten Einflußfaktoren Bogen, Geige und Musiker zu messen, jedoch die anderen Parameter wie Einspannlänge, Einspannkraft und somit die Grundfrequenz (669,3 Hz) gleich wie bei der Geige zu halten.

Für die Anregung der Saite wurde von Herrn A.o.Prof. Dr. Wassermann ein Ende der Saite gewählt, da dadurch die Saite ohne zu starke Kopplung an den Erreger in Schwingungen versetzt werden kann. Ein Streichmechanismus erschien zu wenig reproduzierbar und eine elektromagnetische Anregung verändert den Magnetisierungszustand der Saite und läßt keine Vergleichsmessungen an Kunststoffsaiten zu. Da die Schallabstrahlung der Saite ohne Geige minimal ist, kam eine Schallmessung nicht in Frage, weshalb eine berührungslose, optische Abtastung durch eine Laserdioden- Photodiodenkombination, bzw. in Ausbaustufe II ein Laser Doppler-Interferometer geeignet erschien.

Mit diesem Versuchsaufbau ließen sich sehr deutlich die geringen positiven Frequenzverschiebungen der Obertöne messen, die von der zusätzlichen rücktreibenden Kraft der biegesteifen Saite herrühren. Diese steigen mit zunehmendem Index des Obertones, da die Wellenlänge der Mode (auch im Verhältnis zum Saitendurchmesser) kleiner wird. Woher die geringe Frequenzverschiebung des 6. Obertones zwischen den beiden getesteten Saiten herrührt, konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht geklärt werden. Die Saiten zeigen zwar auch im Zugversuch einen deutlichen Unterschied im Elastizitätsmodul, was aber die Frequenzen aller Obertöne beeinflussen sollte (vgl. Gleichung 2a.11) und darüber hinaus im umgekehrten Maß wirkt, da ein höherer Elastizitätsmodul bei gleicher Geometrie eine stärkere Frequenzverschiebung bewirkt. Allerdings zeigen auch die Messungen zur Harmonizität der Obertöne von N. Pickering [2SE] Ergebnisse (z.B. negative Harmonizität des dritten Obertones) die sich nicht durch das Modell der biegesteifen Saite erklären lassen, die durchwegs höhere Eigenfrequenzen als die ideale Saite zeigt (vgl. Gleichung 2a.11). Außerdem ist noch bemerkenswert, daß auch bei N. Pickering [2SE] sich die beiden untersuchten e-Saiten aus einem Einzeldraht (Supersens. 0,264 mm, Supersens. 0,249 mm), am stärksten in der Harmonizität des 6. Obertones (die Obertöne 2-8 wurden untersucht) unterscheiden.

Auch eine Wärmebehandlung bei 600°C wirkt sich geringfügig auf die Frequenz dieses Obertons aus. Unterschiedliche Magnetisierungszustände oder mit der Zugprüfmaschine ermüdete Saiten zeigten keine meßbaren Unterschiede.

Jedenfalls ist es wissenschaftliches Neuland, überhaupt Unterschiede zwischen Stahlsaiten gleichen Durchmessers und gleichen Aufbaus zu messen. M. Hancock [3SE, 4SE] verglich zwei völlig unterschiedliche Stahl Klaviersaiten aus einem Einzeldraht und eine D-Cellosaite mit Verbundaufbau. N. Pickering [2S] betrachtete Unterschiede zwischen Violin e-Saiten, die sich sowohl deutlich im Durchmesser (0,249 mm bis 0,307 mm) als im Aufbau (Einzelstahldraht, Stahldraht umwickelt, Perlon Kerndraht, mit Silber umwickelt, Synthetik Kerndraht) unterschieden.

Der Saitenprüfstand ist eine Eigenentwicklung von Herrn A.o.Prof. Dr. Wassermann und weist viele Neuheiten, wie z.B. den in Ausbaustufe I verwendeten, eigens angefertigten zweidimensionalen Schattendetektor auf. In diesem Detektor bewegt sich die Saite in einem Vorhang aus Licht von Laserdioden und ihr Schatten wird von einem zweidimensionalen Photodiodenarray verfolgt, was durchaus ein großes Anwendungspotential als berührungsloser Sensor für schwingungsdynamische Problemstellungen hat.

## **6c Bewertung der experimentellen Methoden**

Die Vielfalt der verwendeten Methoden legt es nahe, nochmals deren Eignung im einzelnen zu besprechen, wobei man generell sagen muß, daß die geringe Ausdehnung der Proben (minimal 270 µm Drahtdurchmesser) fast alle Verfahren deutlich erschwert. Die **TEM**-Untersuchungen sind sicher zur Charakterisierung des Mechanismus der Phasenumwandlung sehr wertvoll; die Geometrie der Drähte verhindert aber eine einfache Probenpräparation durch Elektropolieren. Außerdem ist es nur schwer möglich, an einer Probe durchstrahlbare Bereiche über den ganzen Radius und im besonderen auch am äußersten Rand zu erzeugen, um alle unterschiedlichen Gebiete dieser Probe zu charakterisieren, die durch den Gradienten der Temperatur und der Verformung beeinflusst sind, da der für die Ziehstufe angegebene Umformgrad (aus der Durchmesserreduktion) nur einen Mittelwert darstellt. Auch die Probenpräparation mittels FIB (**f**ocused **i**on **b**eam) bietet hier nur bedingt Abhilfe, da die mit diesem Zielpräparationsverfahren hergestellten Proben in der Praxis nicht dünn genug waren. Die Phasenanalyse mit dem **Magnetoskop** ermöglicht sehr schnell genaue quantitative Ergebnisse, die allerdings kalibriert werden müssen, wofür sich trotz des erheblichen Präparationsaufwandes der **Möbbaueffekt** bewährt, da hierfür keine Standards oder magnetische Kennwerte notwendig sind.

Die **röntgenographische Phasenanalyse** ermöglicht die Bestimmung der Phasenanteile lokal an der Drahtoberfläche und ist dadurch ein Bindeglied zwischen den globalen Ergebnissen des Magnetoskops und den nur semiquantitativen punktuellen aus dem TEM, wobei auch hier die kleinen Probenabmessungen die Meßzeiten deutlich verlängern.

Bei den **Röntgen-Texturmessungen** war es aus diesem Grund notwendig, trotz langer Meßzeiten (1 Woche) über die Querschnitte vieler Proben zu messen, weshalb die Ergebnisse nur Mittelwerte widerspiegeln.

Die **Synchrotron Linienprofilanalyse** bietet eine wertvolle Ergänzung zu den TEM-Untersuchungen, besonders bei hohen Verformungen. Das Problem ist hier natürlich die beschränkte Verfügbarkeit von Synchrotron- Meßzeit, da trotz der hohen Intensität des Röntgenstrahles die kleinen Proben relativ lange Meßzeiten zur Erreichung einer guten Zählstatistik erfordern, obwohl auch hier zur Vergrößerung der Fläche viele Drahtquerschnitte gleichzeitig gemessen wurden.

**TEP**-Messungen lassen sich sehr schnell durchführen und sind sehr empfindlich, um geringe Gefügeveränderungen festzustellen und ergaben die gleiche Verformungsabhängigkeit wie die Magnetisierung.

Die **temperaturabhängigen elektrischen Widerstandsmessungen** sind durch die Verwendung von flüssigem Stickstoff und flüssigem Helium ebenfalls aufwendig und durch die gleichzeitige Veränderung aller Gefügeparameter beim Drahtziehen auch nicht wesentlich einfacher interpretierbar als die TEP-Messungen, zeigen aber kleine Chargenunterschiede.

**DSC**-Messungen sind schnell durchführbar und geben Anhaltspunkte für die thermische Stabilität des Gefüges, wobei zur Interpretation auch die Ergebnisse anderer Methoden notwendig sind.

Selbst der **Zugversuch**, üblicherweise ein recht einfaches Verfahren zur Ermittlung mechanischer Kennwerte, ist bei Drähten mit zusätzlichem Aufwand verbunden, da man Sorge tragen muß, daß der Draht nicht in der Einspannung bricht. Durch die Notwendigkeit, eine Vorkraft anzulegen, und den Elastizitätsmodul in Hysterese zu messen, steigt der Aufwand bei der Versuchsauswertung, weil diese Optionen von der Software der Prüfmaschine nicht ausgewertet werden.

Die Messungen mit dem **Monochord** kann man prinzipiell nicht mit den anderen Methoden vergleichen, da es sich um einen speziellen Versuchsaufbau im Prototypenstadium handelt und kein am Markt erhältliches Gerät. Die diesbezüglichen Verbesserungsvorschläge folgen im Kapitel 7b.

Die folgende Tab.6c.1 soll eine Übersicht über die Methoden geben, wobei die Bewertung von ++ (sehr hoch) über +, /, -, bis zu -- (sehr gering) geht. Ist das Feld Vor- oder Nachteile leer, so ist mir kein alternatives Verfahren bekannt, das vergleichbare Ergebnisse liefert.

Tab.6c.1: Übersicht über die experimentellen Methoden

Übersicht über die experimentellen Methoden					
Methode:	TEM	Magnetoskop	Mößbauer Effekt	Phasen Röntgen	Textur Röntgen
Aufwand:	++	--	+	++	++
Interpretierbarkeit:	++	++	++	++	++
Vorteile:	Auflösung	schnell, genau	standardfrei	quantitativ, lokal	quantitativ
Nachteile:	Aufwand, lokal	Kalibrierung	Probenpräparation	Aufwand	Aufwand, gemittelt
Methode:	Linienprofil	TEP	elektrischer Widerstand	DSC	Zugversuch
Aufwand:	++	--	++	--	/
Interpretation:	+	-	/	/	++
Vorteile:	quantitativ	schnell, empfindlich		schnell	
Nachteile:	Synchrotron	Interpretation	Interpretation	Interpretation	

## 7 Schlußfolgerungen

### 7a Gefügeantworten der 18-8 Geigensaiten

Kaltgezogene Stahldrähte aus 18-8 Cr-Ni Stählen bilden ein nanostrukturiertes Gefüge aus 50-100 nm dünnen, mehrere  $\mu\text{m}$  langen Nadeln, in denen sich der dominante verformungsinduzierte Martensit im Falle von noch vorhandenem Restaustenit (1.4310 0,27 mm) nicht getrennt von diesem lokalisieren läßt.

Der Martensitgehalt als Funktion des Umformgrades, beschreibt eine S-förmige Kurve, die dadurch bedingt ist, daß die Phasenumwandlung durch die vorhergehende Bildung von Stapelfehlern und Zwillingen im Austenit erst verzögert in Gang kommt, dann einen linearen Wachstumsbereich zeigt und schließlich eine vollständige Phasenumwandlung erreicht wird. Hiervon ausgenommen ist der vorwiegend austenitische, oberflächennahe Bereich, der durch lokale Erwärmung erhalten bleibt und bei 1.4310 am deutlichsten ausgeprägt ist.

Der Zusammenhang zwischen chemischer Zusammensetzung, Kaltverformung und Temperatur kann mit der Formel von T. Angel [5MV] beschrieben werden, mit der auch der geringere Gehalt an Martensit an der Drahtoberfläche durch die dort herrschenden höheren Temperaturen erklärt werden kann, die von der Reibung mit den Ziehsteinen und der Umformarbeit herrühren.

Im Transmissionselektronenmikroskop läßt sich feststellen, daß der Phasenumwandlung die Bildung von Stapelfehlern und Zwillingen im Austenit, bevorzugt auf  $\{111\}$ -Ebenen, vorangeht und die ersten Martensitkeime an Kreuzungspunkten von Zwillingen entstehen.

Synchrotronstrahlungs-Linienprofilanalyse zeigt parallel dazu, daß im Austenit während der Zwillingsbildung die Mikroeigenstressungen stark zunehmen, am wenigsten entlang der  $\{111\}$ -Ebenen, welche die Stapelfehler- und Gleitebenen sind. Im Martensit, der hier nicht tetragonal verzerrt, sondern kubisch ist, nehmen die Mikrodehnungen mit steigender Kaltverformung nur geringfügig zu.

Von den mechanischen Eigenschaften ändert sich der Elastizitätsmodul sehr deutlich während des Ziehprozesses. Einem steilen Abfall zu Beginn um bis zu 30 % folgt ein leichter Anstieg um etwa 10 %, wobei der Abfall wahrscheinlich dadurch bedingt ist, daß die Atome, bevor der Martensit entsteht, im Austenit weniger stabile Zwischenpositionen einnehmen, die weder exakt der fcc, noch der bcc Gitterkoordination entsprechen und deswegen einen schwächeren Bindungszustand darstellen.

Durch Röntgenmessungen wurde festgestellt, daß Textureffekte zwar tendenziell in die gleiche Richtung gehen, aber quantitativ von untergeordneter Bedeutung sind.

Die mittels eines eigens konstruierten Prüfstands gemessenen Unterschiede im Eigenfrequenzspektrum von unterschiedlich klingenden Saiten fielen geringer als erwartet aus und betrafen im wesentlichen reproduzierbar meßbare Verschiebungen der Frequenz des 6. Obertones in der Größenordnung von 0,3 % bei denjenigen Saiten, die auch deutliche Unterschiede im Elastizitätsmodul zeigten. Einflüsse des Ermüdungszustandes und der Magnetisierung auf das Spektrum konnten nicht gemessen werden.

## **7b Vorschläge für weitere Untersuchungen**

Trotz oder gerade wegen der Vielzahl an unterschiedlichen Untersuchungen, die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführt wurden, ließen sich die Forschungen in viele Richtungen ausdehnen. TEM Untersuchungen an einer größeren Zahl von Proben an unterschiedlichen Stellen in ausführlicherem Maß wären zur genaueren Charakterisierung der verformungsinduzierten martensitischen Umwandlung beim Drahtziehen von korrosionsbeständigen Cr-Ni Stählen sicherlich lohnend, unter Umständen auch unter Verwendung von Zielpräparationstechniken wie z. B. FIB (focused ion beam), wobei die bisherigen Ergebnisse noch nicht optimal waren.

Röntgenographische Eigenspannungsanalysen an den Endprodukten, möglichst im Tiefenprofil, erscheinen sinnvoll, da diese, nach der Meinung von Herrn Dipl.-Ing. Klanner von Thomastik-Infeld, den Klang entscheidend beeinflussen. Die Interpretierbarkeit der DSC Messungen ließe sich durch weitere Untersuchungen, etwa an wärmebehandelten Proben, verbessern, da man so überprüfen könnte, ob das exotherme Verhalten nach länger dauernden Wärmebehandlungen bei verschiedenen Temperaturen (400°C, 570°C, 625°C) immer noch auftritt. Außerdem könnte man mit einer wärmebehandelten Probe als Referenz (statt des leeren Tiegels) messen und durch die Verwendung von Cu- Tiegeln Temperaturen von bis zu 725°C erreichen.

Da der Saitenprüfstand trotz eines erheblichen Einsatzes von Zeit und Material nur relativ geringe Unterschiede zeigte, werden im Folgenden noch etwas detaillierter diesbezügliche Verbesserungsmöglichkeiten erläutert. Fußend auf unzähligen praktischen Versuchen und einem recht ausführlichen Literaturstudium ergeben sich aus meiner Sicht fünf Verbesserungsmöglichkeiten, wobei die ersten vier am sinnvollsten zusammen realisiert



werden sollten, während die fünfte (e) eventuell zusätzlich als eigener Versuchsaufbau, oder als speziell gefertigte Einspannung zu einem DMA-Gerät verwirklicht werden müßte:

- a) Abgreifen des Signals, wie bei der Geige, über einen Steg: Dadurch können gleichzeitig sämtlich Obertöne gemessen werden, wobei bei Anregung nahe des Stegs durch Streichen die Obertöne verstärkt auftreten. Eine Möglichkeit hierzu wäre, einen Steg an den dünnsten Stellen der Füße durchzusägen und mit Piezosensoren zu versehen [1SI]. Man muß allerdings berücksichtigen, daß nun die Übertragungscharakteristik des Stegs mitgemessen wird und man sich überlegen muß, wo die üblicherweise am Rand befindliche e-Saite ohne die drei anderen Saiten am Steg zu plazieren ist.
- b) Erregung der Saite durch Streichen: Wie in der Literatur beschrieben wurde [8SI], erzeugt erst die Erregung der Saite durch Streichen **nahe** des Steges den Streicherklang, der von allen Klangfarben den dominantesten Anteil an Obertönen hat. Eine Möglichkeit hierzu wäre die Anregung mittels eines mit Kolophonium eingeriebenen Kunststoffrades, das einen Streichvorgang ohne Bogenwechsel simuliert, welche die Meßzeit zu stark verkürzen. Man könnte das Streichen auch (ohne die dabei entstehenden Torsionsschwingungsanteile) elektromagnetisch simulieren, indem man am Ort des Bogens den Polschuh eines starken Elektromagneten plaziert, dessen Breite die der Bogenhaare nicht überschreitet. Läßt man dann durch den Saitendraht einen gepulsten Gleichstrom mit der Eigenfrequenz der Saite fließen, so wird diese ähnlich wie vom Geigenbogen angeregt [1SE].
- c) Messung bis in einen höheren Frequenzbereich (mindestens bis 20-25 kHz), um das Klangspektrum der Obertöne vollständiger zu erfassen.
- d) Einbau einer Weglängenmessung beim Vorspannmechanismus [1SE]: Durch den Einbau einer Mikrometerschraube in den Spannmechanismus läßt sich die Weglängenänderung, die dem Verstimmen um z.B. einen Halbton nach unten ( $\text{Frequenz} \cdot \frac{1}{\sqrt[12]{2}}$ ) entspricht ermitteln, welche sich relativ zur Gesamtlänge als Dehnung darstellen läßt. Durch Lösen der Schwingungsgleichung für die ideale Saite (Gleichung 2a.5) kommt man auf eine Verringerung der Spannung auf 89,09 % [1SE]. Somit läßt sich ohne zusätzlichen Zugversuch der Elastizitätsmodul im Bereich der Vorspannkraft der Saite berechnen.
- e) Verkürzen der Einspannlänge: In die einfache Schwingungsgleichung der unendlich dünnen Saite geht als einziges „Materialcharakteristikum“ die lineare Dichte (Masse/Länge) der Saite ein. Bei einer Geometrie, welche der auf einer Geige eingespannten e-Saite entspricht, ergibt sich ein Verhältnis von Länge zu Durchmesser von 1204 : 1, was

näherungsweise eher der unendlich dünnen Saite als dem Biegebalken entspricht. Geht man davon aus, daß Materialkennwerte und nicht etwa die Oberflächenbeschaffenheit für den Klang der Saite von entscheidender Bedeutung sind, so ließen sich diese bei kürzeren Drähten deutlich besser messen, was nach dem Bau einer geeigneten Einspannung, beziehungsweise der Adaptierung der vorhandenen (single cantilever) für diesen Zweck, in einem gängigen dynamisch mechanischen Analyse Gerät (DMA; z.B. TA Instruments DMA 2980) erfolgen könnte.

- f) Der Einfluß des identifizierten radial gradierten Gefüges könnte durch den Vergleich einer Biegebalkenanordnung mit einer Torsionsanregung untersucht werden.

## 8 Literaturliste

### 8.1 Werkstoffkunde (W)

- [1W] H. J. Bargel, G. Schulze „Werkstoffkunde“, Springer (2000)  
[2W] Wolfgang Bergmann „Werkstofftechnik“, Carl Hanser München (1984)

### 8.2 Festkörperphysik (F)

- [1F] R. B. Phillips “Crystals, Defects and Microstructures: modelling across scales”, Cambridge University Press (2001)  
[2F] F. R. N. Nabarro “Dislocations in Solids”, North-Holland (1986)  
[3F] Charles Kittel “Einführung in die Festkörperphysik”, R. Oldenbourg (1999)  
[4F] Neil W. Ashcroft, N. David Merim „Solid State Physics“, Holt-Saunders International (1981)  
[5F] Karl-Heinz Hellwege „Einführung in die Festkörperphysik“, Springer (1988)  
[6F] Skalicky Peter „Einführung in die Festkörperphysik“, Skriptum für den Studiengebrauch TU-Wien (1991)

### 8.3 Metallkunde (M)

- [1M] Peter Haasen “Physikalische Metallkunde”, Springer (1984)  
[2M] E. Hornbogen, H. Warlimont „Metallkunde: Aufbau und Eigenschaften von Metallen und Legierungen“, Springer 2001  
[3M] F. Brian Pickering “Materials science and technology Volume 7 – Constitution and properties of steels”, VCH (1991)  
[4M] Michael B. Bever “Encyclopedia of materials science and engineering Volume 6”, Pergamon  
[5M] John D. Verhoeven „Fundamentals of physical metallurgy”, Wiley (1995)  
[6M] Krishan K. Chawla, Marc A. Meyers “Metallurgy, mechanical” in “Encyclopaedia of Physical Science and technology” 9 pp 729 Academic Press (1992)  
[7M] Hermann Schuhmann “Kristallgeometrie”, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig (1980)  
[8M] Hans Berns „Stahlkunde für Ingenieure, Gefüge, Eigenschaften, Anwendungen“, Springer Verlag (1991)

### 8.4 Kaltverformung (K)

- [1K] E. Aernoudt, P. Van Houtte, T. Leffers „Deformation and Textures of Metals at Large Strain“ in: Materials Science and Technology 6, p.89 ed. Cahn, Haasen, VCH (1993)

### 8.5 Drähte allgemein (D)

- [1D] A. Bray, G. Forlin, F. Franceschini, R. Levi, a. Zompi “Messungen der Eigenschaften von Feinstdrähten”, Draht 45 (1994)  
[2D] H. Delrue “Invloed van de trekparameters op microstructuur en mechanische eigenschappen van perlitische staaldraad“, Dissertation KU-Leuven (2001)  
[3D] P. Watté ”Fundamentele studie van de delaminatielimit in hoogkoolstof staaldraad“, Dissertation KU-Leuven (1994)  
[4D] P. Watté, J. Van Humbeek, E. Aernoudt, I. Lefever “Strain ageing in heavily drawn eutectoid steel wires”, Scripta materialia 34, 89, Pergamon (1996)  
[5D] O. Pawelski, H. Vollmer „Über die Oberflächentemperatur beim Ziehen von Stahldraht“,

Stahl und Eisen **93**, 439, (1973)

[6D] H. Delrue, J. Van Humbeck, E. Aernoudt, I. Lefever, W. Raemdonck “A study of aging of hard-drawn pearlitic steel wire by Differential Scanning Calorimetry (DSC) and Thermoelectric Power (TEP)”, wire journal international **30**, No 4, 74 (1997)

## 8.6 Martensitische Umwandlung allgemein (M)

[1M] G. B. Olson, W. S. Owen “Martensite”, ASM International (1992), Metals Park, Ohio

[2M] G. B. Olson, M. Cohen “A general mechanism of martensitic nucleation: parts I, II, III”, Metall. Trans. **7A**, 1897 (1976)

[3M] Zenji Nishiyama “Martensitic transformation”, Academic Press (1978)

[4M] K. Bhattacharya “Theory of martensitic microstructure and the shape-memory effect”, private information unpublished (1998), California Institute of Technology

[5M] Peter Haasen “Materials science and technology Volume 5 – Phase transformations in Materials”, VCH (1991)

[6M] X. Ren, N. Miura, J. Zhang, K. Otsuka, K. Tanaka, M. Koiwa, T. Suzuki, Yu.I. Chumlyakov, M. Asai “A comparative study of elastic constants of Ti-Ni-based alloys prior to martensitic transformation”, Materials Science and Engineering **A312**, 196-2006 (2001)

## 8.7 Martensitische Umwandlung verformungsinduziert (MV)

[1MV] R. G. Stringfellow, D. M. Parks, G. B. Olson “A constitutive model for transformation plasticity accompanying strain-induced martensitic transformation in metastable austenitic steels”, Acta Metall. Mater. **40**, 1703, Pergamon (1992)

[2MV] K.P. Staudhammer, L.E. Murr, S. S. Hecker „Nucleation and evolution of strain-induced martensitic (bcc) embryos and substructure in stainless steel: A transmission electron microscope study“, Acta metall. **31**, No. 2, 267, Pergamon (1983)

[3MV] L. E. Murr, K. P. Staudhammer, S. S. Hecker „Effects of strain state and strain rate on deformation-induced transformation in 304 stainless steel: parts I, II“, Metall. Trans. **13A**, 619-635, (1982)

[4MV] I. Mészárosz, M. Káldor, B. Hidashi, A. Vértes, I. Czakó-Nagy “Micromagnetic and Mößbauer spectroscopic investigation of strain-induced martensite in austenitic stainless steel”, Journal of Materials Engineering and Performance **5** (4), 538 (1996)

[5MV] Tryggve Angel “Formation of martensite in austenitic stainless steels”, Journal of the Iron and Steel Institute, May 1954, 165-174

[6MV] R. W. Rathburn, D. K. Matlock, J. G. Speer “Strain ageing behaviour of austenitic stainless steels containing strain induced martensite”, Scripta materialia **42**, 887, Pergamon (2000)

[7MV] T. Narutani “Effect of deformation-induced martensitic transformation on plastic behaviour of metastable austenitic stainless steel”, Materials transactions, JIM **30**, 33 (1989)

[8MV] Hiroshi Fujita, Tetsuya Katayama “In-situ Observation of Strain-Induced  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$  and  $\gamma \rightarrow \alpha'$  martensitic transformation in Fe-Cr-Ni Alloys”, Materials Transactions JIM **33**, 243, (1992)

[9MV] M.P. Kashenko, V.V. Letuchev, L.A. Teplyakova, T. N. Yablonskaya “A model of the formation of macroshear bands and strain-induced martensite with (hhl) boundaries”, The Physics of Metals and Metallography **82**, 329, Interperiodica Publishing (1996)

[10MV] J. W. Brooks, M. H. Loretto, R. E. Smallman “In situ observation of the formation of martensite in stainless steel”, Acta metallurgica **27**, 1829, Pergamon (1979)

[11MV] H. Berns, V.A. Duz, V. G. Gavriljuk, N. Petrov, A. V. Tarasenko “Structure and properties of cold-worked stainless steels alloyed with nitrogen”, English translation: ISSN 0204-3580, T.19, No.2 (1997)

- [12MV] T. Inamura, K. Takashima, Y. Higo “Cristallography of nanometre-sized  $\alpha'$ -martensite formed at intersections of mechanical  $\gamma$ -twins in an austenitic stainless steel”, Philosophical magazine **83**, No. 8, 935-954 (2003)
- [13MV] H. W. Zhang, Z. K. Hei, G. Liu, J. Lu, K. Lu „Formation of nanostructured surface layer on AISI 304 stainless steel by means of surface mechanical attrition treatment“, Acta Materialia **51**, 1871-1881 (2003)
- [14MV] J.R. Patel, M. Cohen “Criterion for the action of applied stress in the martensitic transformation”, Acta Metallurgica **1**, 531-538 (1953)
- [15MV] H. C. Shin, T. K Ha, Y. W. Chang “Kinetics of deformation induced martensitic transformation in a 304 stainless steel”, Scripta Materialia **45**, 823-829 (2001)
- [16MV] J. M. Diani, D. M. Parks “Effects of strain state on the kinetics of strain- induced martensite in steels”, J. Mech. Phys. Solids, **46**, 1613-1635 (1998)
- [17MV] G. B. Olson, Morris Cohen “Kinetics of strain-induced martensitic nucleation”, Metallurgical Transactions, **6A**, 791-795 (1975)
- [18MV] H. Fujita, T. Katayama “In-situ observation of strain-induced  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$  and  $\gamma \rightarrow \alpha'$  martensitic transformation in Fe-Cr-Ni alloys”, Materials Transactions **33**, No. 3, 243-252 (1992)

## 8.8 Martensitische Umwandlung beim Drahtziehen (MD)

- [1MD] Jeom-Yong Choi, Won Jin “Strain-induced martensite formation and its effects on strain hardening behaviour in the cold drawn 304 austenitic stainless steels”, Scripta materialia **36/1**, 99-104, Pergamon (1996)
- [2MD] John Nunes, Albert Martin “Effect of cold work and heat-treatment on the mechanical properties of a wire- drawn metastable stainless steel”, Journal of materials science **10**, 641-646, (1975)
- [3MD] Rüdiger Haas “Kristallgitterdefekte und Phasen in metallischen Violinsaiten”, Diplomarbeit TU-Wien (2001)
- [4MD] Inakazu, N.; Yamamoto, H. “Formation process of transformation texture during cold drawing in austenitic stainless steels”, seventh international conference on textures of materials, ICOTOM-7, 327-332 (1984)

## 8.9 TRIP Stähle (T)

- [1T] F. D. Fischer, G. Reisner, E. Werner, K. Tanaka, G. Cailletaud, T. Antretter „A new view on transformation induced plasticity (TRIP)“, International Journal of Plasticity **16**, 732, Pergamon (2000)
- [2T] Y. Tomita, T. Iwamoto “Constitutive modelling of TRIP steel and its application to the improvement of mechanical properties”, Int. J. Mech. Sci. **37**, 1295, Elsevier (1995)

## 8.10 Transmissions Elektronenmikroskopie (TE)

- [1TE] David B. Williams, Barry C. Carter “Transmission electron microscopy, a textbook for materials science”, Plenum Press (1996)
- [2TE] P. J. Godhew, F. J. Humphreys “Electron Microscopy and Analysis”, Taylor & Francis (1988)
- [3TE] Hirsch, Howie, Nicolson, Pashley, Whelan „Electron microscopy of thin crystals“, Robert Krieger Publishing Company (1977)
- [4TE] J. W. Eddington “Practical electron microscopy in materials science”, Macmillan 1976
- [5TE] A. G. Jackson “Handbook of Crystallography”, Springer (1991)
- [6TE] K. W. Andrews, D. J. Dyson, S. R. Keown “Interpretation of electron Diffraction Patterns”, Adam Hilger Ltd (1968)

## 8.11 Synchrotron Linienprofilanalyse (S)

- [1S] R. Delhez, Th. H. de Keijser, E. J. Mittermeijer „Determination of crystallite size and lattice distortions through X-Ray diffraction Line Profile Analysis, recipes methods and comments“, *Fresenius Z Anal. Chem.* **312**, 1-16 (1982)
- [2S] J. G. M. van Berkum, R. Delhez, Th. H. de Keijser, E. J. Mittermeijer „Diffraction-line broadening due to strain fields in materials; fundamental aspects and methods of analysis“ *Acta Cryst. A* **52**, 730-747 (1996)
- [3S] P. Sahu, M. De, S. Kajiwara „Microstructural characterisation of Fe-Mn-C martensites athermally transformed at low temperature by Rietveld method“, *Materials Science and Engineering A* **333** 10-23 (2002)
- [4S] N. C. Popa “The (hkl) dependence of diffraction-line broadening caused by strain and size for all Laue groups in Rietveld refinement”, *J. Appl. Cryst.* **31**, 176-180 (1998)
- [5S] N. C. Popa “Texture in Rietveld refinement”, *J. Appl. Cryst.* **25**, 611-616 (1992)
- [6S] Luca Lutterotti, Paolo scardi “Simultaneous structure and size-strain refinement by the Rietveld method”, *J. Appl. Cryst.* **23**, 246-252 (1990)
- [7S] G. K. Williamson, R. E. Smallman “The use of Fourier analysis in the interpretation of X-ray line broadening from cold-worked iron and molybdenum”, *Acta Cryst.* **7**, 574-581 (1954)
- [8S] P.Sahu, M. De, S. Kajiwara “Microstructural characterization of stress-induced martensites evolved at low temperature in deformed powders of Fe-Mn-C alloys by the Rietveld method “, *Journal of Alloys and Compounds* **246**, 158-169 (2002)

## 8.12 Röntgenuntersuchungen (R)

- [1R ] G. Van der Perre, M. Bombeke „Applications de la Diffraction X en Tréfilerie“, 3eme Colloque International sur les Methodes analytiques par rayonnements X. Compagnie Generale de Radiologie, Issy-les-Moulineaux, France; 1974; vii + 252 pp. p.109-16, (1974)
- [2R] R. W. Cheary, Ying Ma-Sorrel “Quantitative phase analysis by X-ray diffraction of martensite and austenite in strongly oriented orthodontic stainless steel wires”, *Journal of Materials Science* **35**, 1105, Kluwer (2000)
- [3R] S. He, A. Van Bael, S. Y. Li, P. Van Houtte, F. Mei, A. Sarban “Residual stress determination in cold drawn steel wire by FEM simulation and x-ray diffraction”, *Materials Science and Engineering A* **346**, 101-107 (2003)
- [4R] J. T. Bonarski, M. Wróbel, K. Pawlik “Quantitative phase analysis of duplex stainless steel using incomplete pole figures”, *Materials Science and Technology* **16**, 657-662 (2000)
- [5R] Robert I. Snyder, Jaroslav Fiala, Hans J. Bunge, “Defect and microstructure analysis by diffraction”, Oxford science publications, 1999
- [6R] B. E. Warren “X-ray diffraction”, Dover publications, 1990
- [7R] A. Bahadur, B. Ravi Kumar, S. Ghosh Chowdhury “Evaluation of changes in X-ray elastic constants and residual stress as a function of cold rolling of austenitic steels”, *Materials Science and Technology* **20**, 387-392 (2004)

## 8.13 Mößbauereffekt (MÖ)

- [1MÖ] Horst Wegener “Der Mößbauereffekt und seine Anwendungen in Physik und Chemie”, BI Mannheim, Hochschultaschenbücher-Verlag (1965)

## 8.14 Elektrischer Widerstand, Seebeck Effekt (E)

[1E] J. S. Dugdale "The electrical properties of metals and alloys", Edward Arnold (1977)

[2E] A. T. Burkov "Metals at high temperatures: thermoelectric power", Encyclopedia of materials science and technology pp. 5548-5554, Elsevier (2001)

[3E] K. Durczewski "Thermoelectric power: theoretical concepts", encyclopedia of materials science and technology pp. 9186-9197, Elsevier (2001)

## 8.15 DSC (DS)

[1DS] F. Haeßner, R. L. Plaut, A. F. Padilha „Separation of static recrystallization and reverse transformation of deformation-induced martensite in an austenitic stainless steel by calorimetric measurements”, ISIJ International **43**, No. 9; 1472-1474 (2003)

[2DS] P. Watté, J. Van Humbeck, E. Aernoudt, I. Lefever "Strain ageing in heavily drawn eutectoid steel wires", Scripta Materialia **34**, No. 1, 89-95 (1996)

[3DS] A. Cuniberti, R. Romero "Differential scanning calorimetry study of deformed Cu-Zn-Al martensite", Scripta Materialia **51**, 315-320 (2004)

[4DS] G. Ehrenstein, G. Riedel, P. Trawiel „Praxis der thermischen Analyse von Kunststoffen“, Carl Hanser Verlag (2003)

## 8.16 Zugversuche (Z)

[1Z] Ö-Norm EN 10002-1

[2Z] „Atlas of stress strain curves“, ASM International (2002)

## 8.17 Werkstoffeigenschaften von rostfreiem Stahl (WE)

[1WE] Michael Baucio „ASM metals reference Book“, ASM international

[2WE] Hans Rohloff "Physikalische Eigenschaften gebräuchlicher Stähle", Verlag Stahleisen (1996)

[3WE] W. Pepperhoff, M. Acet "Konstitution und Magnetismus des Eisens und seiner Legierungen, Springer (2000)

[4WE] R. E. Schramm, R. P. Reed "Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels", Met. trans. A **6A**, 1375-1351 (1975)

[5WE] "Stahlschlüssel" Verlag Stahlschlüssel Wegst GmbH, Marbach

## 8.18 Elastische Eigenschaften (EL)

[1EL] Jens Oliver Kraft "Einfluß der Textur auf die elastischen Eigenschaften ein- und mehrphasiger Werkstoffe", Schriftenreihe Werkstoffwissenschaften und Werkstofftechnik, **12** Shaker Verlag (2001)

[2EL] M. R. Daymond, H.G. Priesmeyer "Elastoplastic deformation of ferritic steel and cementite studied by neutron diffraction and self-consistent modelling", Acta Materialia **50**, 1613-1626 (2002)

[3EL] H. Hildebrand, M. Hildebrand "Microstructural Influences on Young's Modulus for Fe-V-C and Fe-Mo-C Alloys", Mat.-wiss. u. Werkstofftech. **32**, 701-711 (2001)

[4EL] Hans-Joachim Bunge "Textur und Anisotropie", Z. Metallkde. **70**, 411-418 (1979)

[5EL] J. Gil Sevillano "Comment on "Lattice constant dependence of elastic modulus for ultrafine grained mild steel"", Scripta Materialia **49**, 913-916 (2003)

[6EL] A. Latapie, D. Farkas “Effect of grain size on the elastic properties of nanocrystalline  $\alpha$ -iron”, *Scripta Materialia* **48**, 611-615 (2003)

### **8.19 Dämpfung (DA)**

[1DA] R. Mulyukov, S. Mikhailov, R. Zaripova, D. Salimonenko “Damping properties of 18Cr-10Ni stainless steel with submicrocrystalline structure”, *Materials Research Bulletin* **31**, 639, Pergamon (1996)

[2DA] M. Dolezal “Elastizität und Dämpfung heterogener Werkstoffe”, Dissertation TU-Wien (2002)

[3DA] J. Talonen, H. Hänninen „Damping properties of austenitic stainless steel containing strain-induced martensite”, *Metallurgical and materials transactions A* **35A**, 2401-2406 (2004)

[4DA] Xiaowei Wang, Jingyang Wang, Ping Wu, Hongwang Zhang “The Investigation of internal friction and elastic modulus in surface nanostructured materials”, *Materials science and engineering A* **370**, 158-162 (2004)

### **8.20 Streichinstrumente/ Akustik (SI)**

[1SI] Lothar Cremer „Physik der Geige“, S. Hirzel Stuttgart (1981)

[2SI] W. Güth “Einführung in die Akustik der Streichinstrumente”, S. Hirzel Stuttgart/ Leipzig (1995)

[3SI] W. Güth „Die Akustik der Streichinstrumente“, S. Hirzel Stuttgart/ Leipzig (1995)

[4SI] Neville H. Fletcher, Thomas D. Rossing “The physics of musical Instruments”, Springer (1997)

[5SI] Carleen M. Hutchins “A history of violin research”, *J. Acoust. Soc. Am.* **73** (5) (May 1983)

[6SI] Carleen M. Hutchins “Research papers in violin acoustics 1975-1993”, Woodbury/NY: Acoust. Soc. of America/American Inst. of Acoustics (1997)

[7SI] Günther, Hansen, Veit “Technische Akustik- ausgewählte Kapitel”, Expert-Verlag (1994)

[8SI] Ian Johnston „Measured tones, the interplay of physics and music”, IOP Publishing Ltd (2002)

### **8.21 Saiten (SE)**

[1SE] Norman C. Pickering „String testing“, *Journal of the Violin Society of America* **10/2**, 107-132 (1989)

[2SE] Norman C. Pickering “Physical properties of violin strings”, *Journal of the Catgut Acoustical Society* **44**, 6-8 (November 1985)

[3SE] Maurice Hancock “The dynamics of musical strings”, *Journal of the Catgut Acoustical Society* **1**, No. 3 (Series II) (May 1989)

[4SE] Maurice Hancock “The dynamics of musical strings II”, *Journal of the Catgut Acoustical Society* **1**, No. 8 (Series II) (November 1991)

[5SE] Daniela Bauer “Zur Theorie der gestrichenen Saite auf dem Monocord“, Diplomarbeit TU-Wien (1995)

[6SE] Xavier Boutillon “Corde frottée sur un violon: dynamique, mouvements, standard et instabilités“, *Mec. Ind.* **1**, 609-619 (2000)

[7SE] „String motion“ (Hochgeschwindigkeitsaufnahmen von schwingenden Saiten) Thomastik-Infeld, Wien, auf CD-ROM herausgegeben

[8SE] J. Woodhouse, p. M. Galluzzo “The bowed string as we know it today”, *Acta Acustica* **90**, 579-589 (2004)



[9SE] E. V. Jansson "Experiments with the violin string and bridge", *Applied Acoustics* **30**, 133-146 (1990)

## **8.22 Software (SO)**

[1SO] Synchrotron Linienprofilanalyse: „MAUD“, Luca Lutteroty, [www.ing.unitn.it/~luttero/maud/](http://www.ing.unitn.it/~luttero/maud/)

[2SO] Elektronenmikroskopische Beugungsbilder: „EMS On Line“, Pierre Stadelmann, [cimesg1.epfl.ch/CIOL/ems.html](http://cimesg1.epfl.ch/CIOL/ems.html)

[3SO] Auswertung Monochord: "PeakFit" AISN Software Inc.

[4SO] Steuerung Monochord: "LabVIEW", National Instruments

[5SO] G. Ribárik, T. Ungár, J. Gubiczka „MWP-fit: a program for multiple whole-profile fitting of diffraction peak profiles by ab initio theoretical functions“, *Journal of Applied Crystallography* **34**, 669-676 (2001)

## **8.23 Orientierungsabbildende Rasterelektronenmikroskopie (OR)**

[1OR] D. Katrakova, C. Maas, D. Hohnerlein, F. Mücklich „Erfahrungen zur Gefüge-Kontrastierung mit der orientierungsabbildenden Rasterelektronenmikroskopie“, *Prakt. Metallogr.* **35**, 4-20 (1998)

## 9 Abbildungsverzeichnis

Abb.2a.1: Stehende Welle einer gestrichenen Saite, aus „measured tones“ [8SI].....	12
Abb.2a.2: Fourierzerlegung einer Sägezahnschwingung (Auslenkung des Stegs über der Zeit), aus „measured tones“ [8SI].....	12
Abb.2a.3: ideale Saite, aus „Zur Theorie der gestrichenen Saite auf dem Monocord“ [5SE] .	15
Abb.2a.4: Längenelement $dx$ eines Rundstabes, aus „Zur Theorie der gestrichenen Saite auf dem Monocord“ [5SE] .....	16
Abb.2b.1: Orientierung der beiden Zwillinge $\gamma_1$ und $\gamma_2$ zur Matrix $\gamma_0$ und zum Elektronenstrahl, aus Inamura et al. [12MV].....	22
Abb.2b.2: Stereographische Projektion, aus Inamura et al. [12MV] .....	23
Abb. 2c.1: Prinzipskizze der Momentenspule nach Weberberger [Dr. Angerer, Vatron].....	26
Tab.4a.1: chemische Zusammensetzung, 302HLS, 302A: Herstellerangaben, 1.4310: Analyse der VA-Stahl Prüftechnik und Analytik, n.a. = nicht analysiert .....	42
Tab.4a.2: Durchmesser der Ziehstufen (mm) (Die grau unterlegten Ziehstufen standen nicht zur Verfügung) .....	44
Abb.4a.1: Umformgrad als Funktion des Durchmessers für die drei Chargen von Proben....	45
Abb.4b.4.1: Bragg-Brentano-Diffraktometer [www.goebelx-ray.de].....	49
Abb.4b.11.1: Saitenprüfstand JW_IDEE GSV1, Ausbaustufe I.....	54
Abb.4b.11.2: Saitenprüfstand JW_IDEE GSV1, Ausbaustufe II.....	56
Abb.5.1.1: 302HLS 0,748 mm bei $\gamma = 0,13$ im Lichtmikroskop.....	58
Abb.5.1.2: 302HLS 0,687 mm bei $\gamma = 0,30$ im Lichtmikroskop.....	58
Abb.5.1.3: 302HLS 0,631 mm bei $\gamma = 0,47$ im Lichtmikroskop.....	59
Abb.5.1.4: 302HLS 0,580 mm bei $\gamma = 0,98$ im Lichtmikroskop.....	59
Abb.5.1.5: 1.4310 1,2 mm bei $\gamma = 0$ im Lichtmikroskop .....	59
Abb.5.1.6: 1.4310 0,862 mm bei $\gamma = 0,66$ im Lichtmikroskop .....	59
Abb.5.1.7: 1.4310 1,2 mm bei $\gamma = 0$ <b>längs</b> im Lichtmikroskop .....	60
Abb.5.1.8: 1.4310 1,2 mm bei $\gamma = 0$ <b>längs</b> im Lichtmikroskop .....	60
Abb.5.1.9: 302A 0,748 mm ( $\varphi = 0,77$ ) Martensitgehalt radial .....	60
Abb.5.1.10: 1.4310 1,2 mm: HF, Übersicht, mit BB indiziert.....	61
Abb.5.1.11: 1.4310 1,2 mm: HF, Stapelfehler entlang von $\{111\}$ Ebenen.....	62
Abb.5.1.12: 1.4310 1,2 mm: HF, Stapelfehler entlang einer $\{111\}$ Ebene.....	62
Abb.5.1.14: 1.4310 1,2 mm: DF, Versetzungslinie aus mehreren Partialversetzungen.....	62
Abb.5.1.15: 1.4310 1,09 mm: HF, Übersicht .....	63
Abb.5.1.16: 1.4310 1,09 mm: HF, Übersicht 2 .....	63
Abb.5.1.17: 1.4310 1,09 mm: HF, Zwillinge, Ebenen bezüglich des $[1,0,3]$ Pols indiziert ....	63
Abb.5.1.18: 1.4310 1,09 mm: BB zu Abb.5.1.17, 19, 20 <b>[1,0,-5]</b> , $[1,0,3]$ .....	63
Abb.5.1.19: 1.4310 1,09 mm: DF 1, Zwillinge.....	63
Abb.5.1.20: 1.4310 1,09 mm: DF 2, Zwillinge.....	63
Abb.5.1.21: 1.4310 1.01 mm: HF, Übersicht, regelmäßige Anordnung von Austenit Zwillingen .....	64
Abb.5.1.22: 1.4310 1.01 mm: HF, Indizierung bezüglich des $[1,1,2]$ Pols (Matrix).....	65
Abb.5.1.23: 1.4310 1.01 mm: BB zu Abb.5.1.22, 24, 25, 26, <b>[1,0,3]</b> , $[1,0,3]$ , $[1,1,2]$ .....	65
Abb.5.1.24: 1.4310 1.01 mm: DF 1, Zwilling 1.....	65
Abb.5.1.25: 1.4310 1.01 mm: DF 2, Zwilling 2.....	65
Abb.5.1.26: 1.4310 1.01 mm: DF 3, Matrix.....	65
Abb.5.1.28: 1.4310 1.01 mm: HF .....	67
Abb.5.1.29: 1.4310 1.01 mm: DF, <i>Martensit 112</i> .....	67
Abb.5.1.30: 1.4310 1.01 mm: BB zu Abb.5.1.27, 28, <i>Martensit 112</i> .....	67
Abb.5.1.31: 1.4310 1.01 mm: HF .....	67

Abb.5.1.32: 1.4310 1.01 mm: BB zu Abb.5.1.31, 33-36 <i>Martensit</i> [-1,-7,3], [1,0,3] .....	67
Abb.5.1.33: 1.4310 1.01 mm: DF 1, <i>Martensit</i> (1,-1,2) .....	68
Abb.5.1.34: 1.4310 1.01 mm: DF 2, Zwilling 1 (3,1,-1) .....	68
Abb.5.1.35: 1.4310 1.01 mm: DF 3, Zwilling 2 (0,2,0) .....	68
Abb.5.1.36: 1.4310 1.01 mm: DF 4, Matrix (-3,1,1) .....	68
Abb.5.1.37: 1.4310 0,936 mm: HF .....	68
Abb.5.1.38: 1.4310 0,936 mm: BB zu Abb.5.1.36, 38 <i>Martensit</i> [1,0,2] .....	68
Abb.5.1.39: 1.4310 0,936 mm: DF, <i>Martensit</i> 002 .....	69
Abb.5.1.40: 1.4310 0,936 mm: HF, neue Stelle .....	69
Abb.5.1.41: 1.4310 0,936 mm: BB zu Abb.5.1.40, 42 .....	69
Abb.5.1.42: 1.4310 0,936 mm: DF, neue Stelle <i>Martensit</i> 002 .....	69
Abb.5.1.43: 1.4310 0,862 mm: DF, <i>Martensit</i> 0-20 .....	69
Abb.5.1.44: 1.4310 0,862 mm: BB zu Abb.5.1.43 .....	69
Abb.5.1.45: 1.4310 0,61 mm: HF .....	70
Abb.5.1.46: 1.4310 0,61 mm: BB zu Abb.5.1.45, weiße Pfeile <i>Martensit</i> , graue Austenit .....	70
Abb.5.1.47: 1.4310 0,415 mm: HF, nadelförmiges Gefüge .....	70
Abb.5.1.48: 1.4310 0,415 mm: BB zu Abb.5.1.47, weiße Pfeile <i>Martensit</i> , schwarze Austenit .....	70
Abb.5.1.49: 1.4310 0,27 mm: HF, typisches Gefüge eines kaltgezogenen Stahldrahtes .....	71
Abb.5.1.50: 1.4310 0,27 mm: BB zu Abb.5.1.49, weiße Pfeile <i>Martensit</i> , schwarze Austenit .....	71
Abb.5.1.51: 1.4310 0,27 mm: HF, Ziehgefüge an der Drahtoberfläche .....	71
Abb.5.1.52: 1.4310 0,27 mm: BB zu Abb.5.1.51, vorwiegend austenitisch, weiße Pfeile <i>Martensit</i> , graue Austenit .....	71
Abb.5.1.53: 1.4310 0,27 mm: HF, Ziehgefüge etwa 25 µm unter der Drahtoberfläche .....	72
Abb.5.1.54: 1.4310 0,27 mm: BB zu Abb.5.1.53, vorwiegend <i>martensitisch</i> (weiße Pfeile) ..	72
Abb.5.1.55: 1.4310 0,27 mm quer: HF, Übersicht .....	72
Abb.5.1.56: 1.4310 0,27 mm quer: BB zu Abb.5.1.55, weiße Pfeile <i>Martensit</i> , schwarze Austenit .....	72
Abb.5.1.57: 302A 1,049 mm: HF, Übersicht .....	73
Abb.5.1.58: 302A 1,049 mm: HF, Versetzungen, Zwillingsgrenzen .....	73
Abb.5.1.59: 302A 1,049 mm: BB zu Abb.5.1.58 [112] .....	73
Abb.5.1.60: 302A 0,964 mm: HF, Korngrenze .....	74
Abb.5.1.61: 302A 0,964 mm: BB zu Abb.5.1.60 [0,0,1], dunkles Korn links unten .....	74
Abb.5.1.62: 302A 0,964 mm: DF 200 .....	74
Abb.5.1.63: 302A 0,964 mm: BB zu Abb.5.1.62, [0,0,1], [0,1,1] .....	74
Abb.5.1.64: 302A 0,886 mm: HF .....	75
Abb.5.1.65: 302A 0,886 mm: BB zu Abb.5.1.64, 66-68 [1,0,1], [1,0,3], [5,4,5] .....	75
Abb.5.1.66: 302A 0,886 mm: DF 1, Zwilling 1 .....	75
Abb.5.1.67: 302A 0,886 mm: DF 2, Zwilling 2 .....	75
Abb.5.1.68: 302A 0,886 mm: DF 3, Matrix .....	75
Abb.5.1.69: 302A 0,814 mm: HF, gekreuzte Austenitzwillinge .....	76
Abb.5.1.70: 302A 0,814 mm: HF .....	76
Abb.5.1.71: 302A 0,814 mm: BB zu Abb.5.1.70, 72-73 [1,0,2], [1,2,3] .....	76
Abb.5.1.72: 302A 0,814 mm: DF 1, Zwilling 1 .....	76
Abb.5.1.73: 302A 0,814 mm: DF 2, Zwilling 2 .....	76
Abb.5.1.74: 302A 0,814 mm: DF 3, Matrix .....	77
Abb.5.1.75: 302A 0,814 mm: BB zu Abb.5.1.76-79 .....	77
Abb.5.1.76: 302A 0,814 mm: DF 1, <i>Martensit</i> 002 .....	77
Abb.5.1.77: 302A 0,814 mm: DF 2, <i>Martensit</i> 112 .....	77
Abb.5.1.78: 302A 0,814 mm: DF 3, Austenit 002 .....	77

Abb.5.1.79: 302A 0,814 mm: DF 4, <i>Martensit 002</i> .....	77
Abb.5.1.80: 302A 0,814 mm: HF .....	78
Abb.5.1.81: 302A 0,814 mm: BB zu Abb.5.1.80, 82,83 .....	78
Abb.5.1.82: 302A 0,814 mm: DF 1, Austenit 002 .....	78
Abb.5.1.83: 302A 0,814 mm: DF 2, <i>Martensit 002</i> .....	78
Abb.5.1.84: 304A 0,27 mm: HF, Übersichtsbild .....	79
Abb.5.1.85: 302A 0,27 mm: BB zu Abb.5.1.84 .....	79
Abb.5.1.86: 304A 0,27 mm: HF, Ziehgefüge an der Drahtoberfläche .....	79
Abb.5.1.87: 302A 0,27 mm: BB zu Abb.5.1.86, weiße Pfeile Martensit, schwarze Austenit .....	79
Abb.5.1.88: 302HLS 0,27 mm: HF, Übersichtsbild .....	80
Abb.5.1.89: 302HLS 0,27 mm: HF, nadelförmiges Gefüge .....	80
Abb.5.1.90: 302HLS 0,27 mm: BB zu Abb.5.1.86, 87, ausschließlich <i>Martensit</i> .....	80
Abb.5.2.1: Martensitgehalt magnetisch gemessen über Umformgrad (Endzustand: R= gerichtet, K= Kopf .....	81
(0,27 mm Draht direkt aus der Ziehmaschine)) .....	81
Abb.5.3.1: Mößbauerspektren: Meßpunkte, Approximationskurve plus ihrer sechs aus mathematischen Überlegungen eingeführten Subspektren .....	82
Abb.5.4.1: Phasenzusammensetzung der Drahtoberfläche über Umformgrad (Endzustand: R = gerichtet) .....	83
Abb.5.4.2: 1.4310 0,27 mm: Röntgenspektrum zur Phasenanalyse 10 % und 20 % unter der Drahtoberfläche .....	84
Abb.5.4.3: 1.4310: Martensitgehalt in verschiedenem Abstand von der Drahtachse unter der Oberfläche über Umformgrad .....	84
Abb.5.5a.1: Austenit Polfiguren von 1.4310 1,2 mm, $\varphi = 0$ .....	85
Abb.5.5a.2: Austenit Polfiguren von 1.4310 0,27 mm, $\varphi = 2,98$ .....	86
Abb.5.5a.3: Martensit Polfiguren von 1.4310 0,27 mm, $\varphi = 2,98$ .....	87
Abb.5.5a.4: 1.4310: Texturindex über Umformgrad .....	88
Abb.5.5a.5: 302A: Texturindex über Umformgrad .....	88
Abb.5.5b.1: Elastizitätsmodul, berechnet aus der Textur, über Umformgrad .....	89
Abb.5.6.1a: 302A : Linienprofil $\gamma_{111}$ , $\alpha_{110}$ .....	90
Abb.5.6.1b: 302A : Linienprofil $\gamma_{200}$ .....	90
Abb.5.6.1c: 302A : Linienprofil $\gamma_{222}$ .....	91
Abb.5.6.1d: 302A : Linienprofil $\alpha_{220}$ .....	91
Abb.5.6.2: 302A: FWHM Austenit über Umformgrad .....	92
Abb.5.6.3: 302A: FWHM Martensit über Umformgrad .....	92
Abb.5.6.4: 302A: Domänengröße .....	93
Abb.5.6.5: 302HLS: Domänengröße .....	93
Abb.5.6.6: 1.4310: Domänengröße .....	93
Abb.5.6.7: 302HLS: Vergleich der mittleren Domänengrößen im Austenit .....	94
Abb.5.6.8: 302HLS: Vergleich der mittleren Domänengrößen im Martensit .....	94
Abb. 5.6.9: 302A: Mikrodehnung .....	95
Abb.5.6.10: 302HLS: Mikrodehnung .....	95
Abb. 5.6.11: 1.4310: Mikrodehnung .....	95
Abb.5.6.12: Vergleich der Mikrodehnungen im Austenit .....	96
Abb.5.6.13: Vergleich der mittleren Mikrodehnungen im Martensit .....	96
Abb.5.6.14: 302A: Defekthäufigkeitswahrscheinlichkeiten für zweidimensionale Gitterfehler .....	97
Abb.5.6.15: 302A: Defekthäufigkeitswahrscheinlichkeiten für zweidimensionale Gitterfehler im Austenit .....	98
Abb.5.6.16: 302HLS: Defekthäufigkeitswahrscheinlichkeiten .....	98
Abb.5.6.17: 302HLS: Defekthäufigkeitswahrscheinlichkeiten im Austenit .....	98

Abb.5.6.18: 1.4310: Defekthäufigkeitswahrscheinlichkeiten .....	99
Abb.5.6.19: 1.4310: Defekthäufigkeitswahrscheinlichkeiten im Austenit .....	99
Abb.5.6.20: 1.4310: Vergleich der Gesamtdefekthäufigkeitswahrscheinlichkeiten im Austenit .....	99
Abb.5.6.21: 1.4310: Vergleich der Gesamtdefekthäufigkeitswahrscheinlichkeiten im Martensit.....	100
Abb.5.6.22: 1.4310 0,27 mm: Veränderung des Martensitgehaltes mit steigender Temperatur .....	101
Abb.5.6.23: 1.4310 0,27 mm: Domänengröße, temperaturabhängig.....	101
Abb.5.6.24: 1.4310 0,27 mm: Mikrodehnung, temperaturabhängig.....	102
Abb.5.6.25: 1.4310 0,27 mm: Defekthäufigkeitswahrscheinlichkeiten, temperaturabhängig.....	103
Abb.5.6.26: 1.4310 0,27 mm: Defekthäufigkeitswahrscheinlichkeiten im Austenit, temperaturabhängig.....	103
Abb.5.6.27: 1.4310 0,27 mm: Domänengröße im Tiefenprofil .....	104
Abb.5.6.28: 1.4310 0,27 mm: Mikrodehnung im Tiefenprofil .....	104
Abb.5.6.29: 1.4310 0,27 mm: Defektwahrscheinlichkeiten im Tiefenprofil .....	105
Abb.5.6.30: 1.4310 0,27 mm: Defektwahrscheinlichkeiten im Austenit, Tiefenprofil.....	105
Abb.5.6.31: 302A 0,27 mm: Tiefenprofil .....	106
Abb.5.6.32: 0,27 mm: Martensitgehalt im Tiefenprofil.....	107
Abb.5.6.33: 302A: $\epsilon$ -Martensit Reflexe .....	108
Abb.5.6.34: 1.4310: $\epsilon$ -Martensit Reflex.....	108
Abb.5.6.35: 302HLS 0,207 längs, $\alpha 200$ .....	108
Abb.5.7.1: Thermospannung über Umformgrad (Endzustand: R = gerichtet, K = Kopf (0,27 mm Draht direkt aus der Ziehmaschine), G = vergoldete Geigensaite, Goldschicht wurde vor der Messung entfernt) .....	109
Abb.5.8.1: 1.4310 relativer phononischer Anteil des elektrischen Widerstands über Temperatur .....	110
Abb.5.8.2: Minimum des relativen phononischen Anteils des elektrischen Widerstands über Temperatur der am wenigsten verformten Proben (Detail zu Abb.5.8.1).....	110
Abb.5.8.3: Restwiderstand über Umformgrad (R = gerichtet, K = Kopf (0,27 mm Draht direkt aus der Ziehmaschine), G = Geigensaite vergoldet) .....	111
Abb.5.8.4: phononischer Anteil des elektrischen Widerstands über Umformgrad (R = gerichtet, K = Kopf (0,27 mm Draht direkt aus der Ziehmaschine), G = Geigensaite vergoldet) .....	112
Abb.5.9.1: 1.4310, DSC .....	113
Abb.5.9.2: 302A, DSC .....	113
Abb.5.9.3: 302 HLS, DSC.....	114
Abb.5.10.1: Zugversuch 1.4310 1,2 mm, $\varphi = 0$ .....	115
Abb.5.10.2: Zugversuch 1.4310 0,27 mm, $\varphi = 2,98$ .....	116
Abb.5.10.3: Zugfestigkeiten über dem Umformgrad der Drähte vor dem Versuch (R = gerichtet).....	117
Abb.5.10.4: 0,2 % Dehngrenzen über dem Umformgrad der Drähte vor dem Versuch (R = gerichtet).....	117
Abb.5.10.5: gesamte Dehnung bei Höchstkraft über dem Umformgrad der Drähte vor dem Versuch (R = Richter) .....	118
Abb.5.10.6: nichtproportionale Dehnung bei Höchstkraft (vormals Gleichmaßdehnung) über dem Umformgrad der Drähte vor dem Versuch (R = Richter) .....	118
Abb.5.10.7: Elastizitätsmodul über dem Umformgrad der Drähte vor dem Versuch.....	119
Abb.5.10.8: Elastizitätsmoduli der Saitendrähte.....	120
Tab.5.10.1: Mechanische Kennwerte der verschiedenen Geigensaiten .....	120
Abb.5.11.1: „INFELD blau“ (brillant), Übertragungsfunktion der Grundharmonischen .....	121

Abb.5.11.2: „INFELD blau“, Spektrum der geradzahigen Obertöne (Insert: Vergleich mit „INFELD rot“)	122
Abb.5.11.3: Frequenzverschiebung beim 6. Oberton	123
Tab.5.11.1: Kennwerte der geradzahigen Obertöne (unterlegt: signifikante Unterschiede)	124
Tab.5.11.2: Kennwerte der ungeradzahigen Obertöne (unterlegt: signifikante Unterschiede)	124
Tab.5.11.3: „INFELD rot“ wärmebehandelt bei 600°C, Kennwerte der ungeradzahigen Obertöne (unterlegt: signifikanter Unterschied zur unbehandelten Probe)	125
Tab.5.12.1: Dichteveränderung durch den Ziehprozeß	125
Abb.5.12.1: Volumszunahme durch den Ziehprozeß	126
Abb.6a.1: Martensitgehalt bei gleichem Umformgrad in Schritten von $\Delta\varphi = 0,2$ Abhängigkeit von $M_{d30}$	127
Abb.6a.2: Verschiedene Texturachsen in kubischen Kristallen unter Berücksichtigung der Kurdjumov-Sachs Orientierungsbeziehung, nach [4MD]	134
Tab.6c.1: Übersicht über die experimentellen Methoden	142

# Lebenslauf

**Name: Rüdiger Wolfgang HAAS**

**Geburtsdatum: 20.08.1974**

**Geburtsort: Wien**

**Nationalität: Österreich**

## Ausbildung:

Ab 04.2001 bis 10.2005 Doktoratsstudium

10.1993 bis 01.2001 Studium der Technischen Physik an der TU Wien.

17.01.2001 Abschluß des Studiums mit dem akademischen Grad Diplomingenieur, Diplomarbeit: „*Kristallgitterdefekte und Phasen in metallischen Violinsaiten*“ bei Herrn Prof. Peter Pongratz am Institut für Angewandte und Technische Physik unter Anwendung der Transmissions-Elektronenmikroskopie. Wahlfachschwerpunkt: „*Technische Physik- Methoden und Technologie*“

01.10.1992 - 02.07.1993 Präsenzdienst beim Österreichischen Bundesheer in der Fernmeldetruppe

1980 - 1992 Schulbesuch in Wien

24.06.1992 Matura mit ausgezeichnetem Erfolg am Naturwissenschaftlichen Realgymnasium mit Darstellender Geometrie BRG 21, Franklinstraße 21, 1210 Wien

## Ausgewählte Publikationen:

R. Haas, H.P. Degischer, P. Pongratz, H. Knoblich: „*Verformungs-Martensit in Violinsaiten aus rostfreiem Stahl*“; *Praktische Metallographie - Practical Metallography* (eingeladen), **41** (2004), 7; S. 354 - 365.

R. Haas, H.P. Degischer, P. Pongratz: „*Werkstoffcharakterisierung von Drähten aus korrosionsbeständigem Stahl*“, Vortrag: XXIV Verformungskundliches Kolloquium, Plannersalm; 26.2.2005-5.3.2005; in: „*XXIV Verformungskundliches Kolloquium Tagungsband*“, B. Buchmayr (Hrg.); Lehrstuhl für Umformtechnik, Montanuniversität Leoben (2005), 3-902078-06-05; S. 97-102.

R. Haas, P. Pongratz, H.P. Degischer: „*Microstructure and Phases in Stainless Steel Violin Strings*“; Poster (best poster award, 1<sup>st</sup> prize): 6th Multinational Congress on Microscopy with European Extension, Pula (Kroatien); 01.06.2003 - 05.06.2003; in: „*Proceedings of the 6th Multinational Congress on Microscopy with European Extension*“, O. Milat, D. Jezek (Hrg.); Croatian Society for Electron Microscopy, Zagreb (Kroatien) (2003); S. 412-413.