

# Mechanisches Verhalten von additiv gefertigtem nicht-rostendem Stahl X2CrNiMo17-12-2 (AISI 316L) und Vergleich zur konventionell gefertigten Variante

vorgelegt von

M. Sc.

Luis Alexander Ávila Calderón

ORCID: 0000-0003-0012-2414

an der Fakultät III – Prozesswissenschaften  
der Technischen Universität Berlin  
zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der Ingenieurwissenschaften

- Dr.-Ing. -

genehmigte Dissertation

Promotionsausschuss:

Vorsitzender: Priv.-Doz. Dr.-Ing. Sören Müller

Gutachterin: Prof. Dr.-Ing. Birgit Skrotzki

Gutachter: Prof. Dr. rer. nat. Walter Reimers

Gutachter: Dr.-Ing. Jürgen Olbricht

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 19. Dezember 2023

Berlin 2024

## Kurzfassung

Die additive Fertigung (AM) metallischer Werkstoffe ist eine Technologie, die zunehmend Gegenstand von Forschungsaktivitäten und industrieller Anwendung ist. Dennoch steht sie noch vor Herausforderungen, um eine breite Nutzung in sicherheitsrelevanten Anwendungen zu erreichen. Die Hauptgründe für die Verzögerung des technologischen Durchbruchs zugunsten von AM-Metallen gegenüber konventionell hergestellten Varianten sind das Fehlen eines tieferen Verständnisses der Prozess-Struktur-Eigenschafts-Beziehungen und die begrenzte Verfügbarkeit von Daten zu den Materialeigenschaften. In diesem Kontext stellt diese Arbeit einen Beitrag sowohl zum Verständnis der Prozess-Struktur-Eigenschafts-Beziehungen als auch zur Verbesserung der Datenlage von 316L dar, einem häufig als Konstruktionswerkstoff in verschiedenen Hochtemperaturbauteilen verwendeten Werkstoff. Die Arbeit legt den Fokus auf die mittels Laser-Pulverbettsschmelzen hergestellte Werkstoffvariante, PBF-LB/M/316L. Eine konventionell hergestellte Variante, HR/316L, wurde auch untersucht. Bei PBF-LB/M/316L wurde zusätzlich der Effekt ausgewählter Wärmebehandlungen ausgewertet. Die Untersuchung umfasste die Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften und der Verformungs- und Schädigungsmechanismen bei erhöhten Prüftemperaturen bei LCF und Kriechen, wo die Daten und Wissenslage am spärlichsten ist. Außerdem hat die untersuchte PBF-LB/M/316L-Werkstoffvariante einen geringen Porositätsgrad. Somit hat diese Arbeit die Mikrostruktur stärker in den Fokus genommen als die meisten bisher in der Literatur verfügbaren Studien.

Die mechanische Prüfkampagne umfasste Zugversuche zwischen Raumtemperatur und 650 °C, LCF-Versuche zwischen Raumtemperatur und 600 °C sowie Kriechversuche bei 600 °C und 650 °C. In Ermangelung konkreter Richtlinien und Normen wurde die Charakterisierung zumeist anhand der bestehenden internationalen Prüfnormen und Probengeometrien durchgeführt. Aus jedem dieser Prüfverfahren wurden die entsprechenden Festigkeits- und Verformungskennwerte ermittelt. Darüber hinaus wurde mit Hilfe gezielter mikrostruktureller Untersuchungen ein Beitrag zum Verständnis des Zusammenhangs zwischen der Mikrostruktur und den mechanischen Eigenschaften in Bezug auf die Verformungs- und Schädigungsmechanismen geleistet.

Die Dehngrenze von PBF-LB/M/316L ist etwa doppelt so hoch wie die von HR/316L und dieser Trend setzt sich mit ansteigender Prüftemperatur fort. Die Bruchdehnung ist bei allen Prüftemperaturen geringer. PBF-LB/M/316L weist über den größten Teil der Ermüdungslebensdauer vor allem bei Raumtemperatur höhere zyklische Spannungen als HR/316L auf. Ausschließlich bei den kleinsten Dehnungsschwingbreiten sind die Ermüdungslebensdauer ausgeprägt kürzer. Das Wechselverformungsverhalten von PBF-LB/M/316L ist durch eine Anfangsverfestigung gefolgt von einer kontinuierlichen Entfestigung charakterisiert, welche bis zum Auftreten der zum Versagen führenden Entfestigung stattfindet. Die Kriechbruchzeiten und die Dauer jeder Kriechphase sind bei allen Kombinationen von Prüfparametern bei PBF-LB/M/316L kürzer als bei HR/316L. Die Spannungsabhängigkeit von PBF-LB/M/316L ist im Vergleich zu HR/316L geringer und die Duktilität beim Kriechen kleiner. Die minimale Kriechrate wird bei allen geprüften Parameterkombinationen bei deutlich geringeren Kriechdehnungen erreicht. Eine Wärmebehandlung bei 450 °C / 4 h bewirkt keine wesentliche Änderungen der Mikrostruktur und Zugversuchseigenschaften. Eine zusätzliche Wärmebehandlung bei 900 °C / 1 h verursacht eine Abnahme der Dehngrenze des PBF-LB/M/316L. Diese blieb aber immer noch um den Faktor 1,5x höher als bei HR/316L. Die Verformungsmerkmale wurden kaum davon beeinflusst. Bezüglich des Kriechverhaltens hat die Wärmebehandlung bei 900 °C / 1 h längere sekundäre und tertiäre Kriechstadien bewirkt und die Kriechdehnung hat sich signifikant erhöht. Die Bruchbilder unterscheiden sich generell nicht nur aber vor allem mit ansteigender Prüftemperatur, bei der bei PBF-LB/M/316L oft interkristalline Rissbildung beobachtet wurde. Die Zellstruktur trägt als der Hauptfaktor zu den unterschiedlichen mechanischen Eigenschaften im Vergleich zur HR/316L-Variante bei. Darüber hinaus spielen mutmaßlich die Kornmorphologie, die Stapelfehlerenergie und der Stickstoffgehalt eine Rolle.

## Abstract

Metal additive manufacturing (AM) is a technology that is increasingly the subject of research activities and industrial applications. However, it still faces challenges to achieve widespread use in safety-relevant applications. The main reasons for the delay of this technological breakthrough in favor of AM metals over conventionally manufactured variants are the lack of a deeper understanding of process-structure-property relationships and the limited availability of data on material properties. In this context, this work contributes to both achieving a better understanding of process-structure-property relationships and the improvement of data for 316L, an alloy frequently used as a structural material in various high-temperature components. The work focuses on a material variant produced by laser powder bed fusion, PBF-LB/M/316L. A conventionally produced variant, HR/316L, was also investigated. For PBF-LB/M/316L, the effect of selected heat treatments was also evaluated. The investigation included the characterization of the mechanical properties and the related deformation and damage mechanisms at elevated test temperatures in LCF and creep, where data and knowledge are scarce. The PBF-LB/M/316L variant studied has a low degree of porosity. Thus, this work is more focused on the microstructure than most studies available in the literature.

The mechanical test campaign included tensile tests between room temperature and 650 °C, LCF tests between room temperature and 600 °C, and creep tests at 600 °C and 650 °C. In the absence of concrete guidelines and standards for testing of AM metals, the characterization mostly took place using existing international test standards and specimen geometries. From each of the test methods, corresponding strength, and deformation characteristic values were determined. In addition, targeted microstructural investigations contributed to understanding the relationship between the microstructure and the mechanical properties in terms of deformation and damage mechanisms.

The proof stress of PBF-LB/M/316L is about twice that of HR/316L. This trend remains with increasing test temperature. The elongation after fracture is lower at all test temperatures. Regarding LCF, PBF-LB/M/316L exhibits higher cyclic stresses than HR/316L for most of the fatigue life, especially at room temperature. Exclusively at the smallest strain amplitudes, the fatigue lives of PBF-LB/M/316L are markedly shorter than in HR/316L. The cyclic stress-strain deformation behavior of PBF-LB/M/316L features an initial strain hardening followed by a continuous softening, which occurs until the softening leading to failure takes place. The creep rupture times and the duration of each creep stage are shorter for PBF-LB/M/316 than for HR/316L for all combinations of test parameters. The stress dependence of PBF-LB/M/316L is lower, and the creep ductility is smaller compared to HR/316L. The minimum creep rate is reached at significantly lower creep extensions for all parameter combinations tested. A heat treatment at 450 °C / 4 h did not cause significant changes in the microstructure and tensile behavior. An additional heat treatment at 900 °C / 1 h caused a decrease in the proof stress of PBF-LB/M/316L. However, it still remained higher than the one of HR/316L by a factor of 1.5x. The deformation characteristics were hardly affected. Regarding the creep behavior, this latter heat treatment at 900 °C / 1 h caused longer secondary and tertiary creep stages, and the creep strain increased significantly. The fracture characteristics generally differed, which happened not only but especially with increasing test temperature, where intergranular cracking often took place in PBF-LB/M/316L. The cellular structure is considered the main factor contributing to the different mechanical properties compared to the HR/316L variant. In addition, grain morphology, stacking fault energy, and nitrogen content might play a role.

## Danksagung

Diese Arbeit entstand im Fachbereich „Metallische Hochtemperaturwerkstoffe“ der Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung (BAM-5.2) in Berlin im Rahmen des BAM-Themenfeldprojekts AGIL „Mikrostrukturentwicklung in additiv gefertigten metallischen Komponenten: vom Pulver zum mechanischen Versagen“.

Allerersten möchte ich mich bei Frau Prof. Dr.-Ing. Birgit Skrotzki dafür bedanken, dass sie mir die Möglichkeit gegeben hat, meine Doktorarbeit in ihrer Gruppe und im Rahmen des AGIL-Projekts durchzuführen. Eine Promotion abzuschließen war eine schöne Idee, die ich immer im Hinterkopf hatte, und ich bin froh, dass das Leben mich genau zu dieser Chance gebracht hat, die meine Erwartungen zur vollsten Zufriedenheit erfüllt hat. Außerdem danke ich ihr vom Herzen für ihre stetige Bereitschaft zur Diskussion meiner Ergebnisse sowie für das immer sehr fundierte und auf angenehmer Weise übermittelte Feedback beim Schreibprozess. Bei Prof. Dr. rer. nat. Walter Reimers möchte ich mich ebenfalls für die wissenschaftliche Betreuung herzlich bedanken. Sein Feedback war stets sehr wertvoll und hat unter anderem dazu beigetragen, dass diese Arbeit in ihren Anfängen einen Schwerpunkt findet. Herrn Dr.-Ing. Jürgen Olbricht danke ich herzlich für die Übernahme des dritten Gutachtens. Bei Priv.-Doz. Dr.-Ing. Sören Müller bedanke ich mich für die Übernahme des Vorsitzes im Promotionsausschuss. Herrn Prof. Dr. Giovanni Bruno (BAM-8.5) danke ich für die Konzipierung und Leitung des AGIL-Projekts. Mein besonderer herzlicher Dank gilt auch Dr.-Ing. Birgit Rehmer und Dr. Alexander Evans (BAM-8.5). Birgit hat mit ihrer stets kollegialen und freundlichen Art und Weise sowie mit ihrer wissenschaftlichen Betreuung und ihrer Unterstützung beim Entscheidungstreffen bezüglich experimenteller Fragestellungen wesentlich zum Erfolg dieser Promotion beigetragen. Als Projektmanager hat Alex zu einer besseren Fokussierung des Projekts beigetragen und hat außerdem durch seine Neugier, seine Kreativität und sein ausgeprägtes Interesse an dem Thema mein Horizont immer wieder erweitert.

Während dieser einmaligen Lebenserfahrung haben viele weitere Menschen zum Erfolg dieses Promotionsvorhabens beigetragen. Mein besonderer Dank gilt meinen AGILen Projektkolleginnen und -kollegen aus den Fachbereichen 8.5, 9.4, 5.2, 5.1 und 9.6 (Tiago, Alex, Amir, Max, Gunther, Konstantin, Tatiana), die immer bereit waren, sowohl wissenschaftlich als auch experimentell Beiträge zu leisten. Ich danke auch herzlich den Kolleginnen und Kollegen des Fachbereichs 5.2, welche durch ihre Art und Weise eine insgesamt sehr nette Arbeitsatmosphäre ermöglicht und mich in die faszinierende Welt der mechanischen Prüfung mit höchsten Qualitätsstandards eingearbeitet und auch ausgewählte Versuche und Auswertungen für dieses Promotionsvorhaben durchgeführt haben. Dabei gilt mein Dank Sina Schriever (Kriechversuche), Patrick Uhlemann und Kathrin Matzak (LCF- und Zugversuche), Ole Kahlcke (LCF-Versuche), Christine Krimmling (Härtemessungen), Monika Finn und Faruk Bayram (E-Modul-Messungen), Michelle Fiebig (E-Modul-Messungen, Metallographie), Steffen Thärig (Metallographie), Benjamin Piesker (Metallographie, Zugversuche) und Peter Löwe (Zugversuche an Miniaturproben). Weiterhin gilt hier mein Dank den verschiedenen Praktikanten des Fachbereichs, die mich bei punktuellen Aufgaben unterstützt haben, sowie auch allen anderen technischen und wissenschaftlichen Mitarbeitern des Fachbereichs, die immer sowohl zum fachlichen als auch persönlichen Austausch da waren und mir viele gute Erinnerungen hinterlassen. Auch Kolleginnen und Kollegen im Fachbereich 5.1 haben wesentliche Beiträge geleistet. Hierbei möchte ich Romeo Saliwan Neumann für die experimentelle und auch fachliche Unterstützung im Rahmen der vielen produktiven und netten Stunden am REM und auch Herrn Prof. Dr. rer. nat. Gert Nolze für die wertvollen Diskussionsrunden meiner Ergebnisse danken. In ähnlicher Weise gilt mein Dank Dr.-Ing. Leonardo Agudo Jácome für die Durchführung der Messkampagnen am TEM und die fachliche Diskussion der Ergebnisse. Elke Sonnenburg und Quynh Hoa Le (Metallographie, REM) und René Hesse (TEM-Probenpräparation) sowie Dr.-Ing. Dirk Bettge für seinen Beitrag zur Diskussion der REM-Ergebnisse danke ich auch herzlich. Darüber hinaus danke ich Dr.-Ing. Pedro Dolabella Portella und Prof. Dr. Robert Maaß (BAM-5.0) für wertvolle Diskus-

sionen in verschiedenen Phasen meiner Arbeit, Dr. rer. nat. Sebastian Recknagel (BAM-1.6) für die Bestimmung der chemischen Zusammensetzung und Katrin Ohm (BAM-9.6) für ihre immer freundliche Unterstützung bei der Lichtmikroskopie.

Nicht zuletzt möchte ich meinen Eltern meinen herzlichen Dank für aussprechen, dass sie mir meine Ausbildung ermöglicht und mich immer unterstützt haben. Außerdem danke ich herzlich dem Rest meiner Familie sowie allen Freunden meiner Tanz- und Capoeira-Gruppen. In all diesen Jahren haben sie mich auf dieser Reise sowohl persönlich als auch aus der Ferne begleitet und mir sehr freudige und wertvolle Momente geschenkt, die mich im Gleichgewicht hielten.

*Amitufofo*

Berlin, Oktober 2023

## Inhaltsverzeichnis

Titelblatt.....	i
Kurzfassung .....	ii
Abstract.....	iii
Danksagung.....	iv
Inhaltsverzeichnis.....	vi
Symbole und Abkürzungen .....	ix
<b>1 Einleitung und Motivation.....</b>	<b>1</b>
<b>2 Literaturübersicht.....</b>	<b>5</b>
2.1 Konventionell hergestellter Werkstoff 316L(N) .....	5
2.2 PBF-LB/M/316L: Mikrostruktur des As-Built-Werkstoffzustands .....	7
2.3 PBF-LB/M/316L: Mechanisches Verhalten des As-Built-Werkstoffzustands.....	11
2.3.1 Härte und Zugversuchseigenschaften .....	11
2.3.2 Low-Cycle-Fatigue .....	14
2.3.3 Kriechen .....	16
2.4 PBF-LB/M/316L: Effekt der Wärmebehandlung .....	16
2.4.1 Einfluss auf die Mikrostruktur .....	17
2.4.2 Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften .....	20
<b>3 Ziel der Arbeit.....</b>	<b>23</b>
<b>4 Methoden und experimentelle Grundlagen.....</b>	<b>24</b>
4.1 Werkstoffe und Rohlinge .....	24
4.1.1 PBF-LB/M/316L.....	24
4.1.2 HR/316L-Werkstoffvariante .....	26
4.2 Mechanische Eigenschaften.....	27
4.2.1 Zugeigenschaften .....	27
4.2.2 Elastische Eigenschaften .....	28
4.2.3 Low-Cycle-Fatigue .....	29
4.2.4 Kriechen.....	31
4.3 Mikrostrukturelle Untersuchungen.....	32
4.3.1 Mikroskopie .....	32
4.3.2 Mikro-Computertomographie .....	34
4.3.3 Eigenspannungen .....	35
4.4 Härte.....	35
<b>5 Ergebnisse .....</b>	<b>36</b>
5.1 Mikrostruktur vor der mechanischen Belastung.....	36
5.1.1 PBF-LB/M/316L/HT450 und PBF-LB/M/316L/As-Built-Werkstoffzustände.....	36

5.1.2	Warmgewalzte Werkstoffvariante (HR/316L).....	41
5.1.3	Effekt der Wärmebehandlung bei 900 °C / 1 h .....	43
5.2	Härte.....	46
5.3	Zugversuchskennwerte .....	48
5.3.1	Spannungs-Dehnungs-Kurven bei Raum- und Hochtemperatur .....	49
5.3.2	Temperaturabhängigkeit der Festigkeits- und Duktilitätskennwerte .....	50
5.3.3	Effekt der Wärmebehandlung bei 900 °C/1 h .....	52
5.4	Elastische Eigenschaften.....	53
5.5	Low-Cycle-Fatigue .....	54
5.5.1	Lebensdauer .....	54
5.5.2	Zyklisches Spannungs-Dehnungs-Verhalten.....	55
5.5.3	Wechselverformungsverhalten .....	57
5.5.4	Coffin-Manson-Basquin-Auswertung und zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurven ..	60
5.6	Kriechen .....	62
5.6.1	Antwort auf die Belastung .....	63
5.6.2	Kriechverhalten .....	63
5.6.2.1	<i>Bruchzeit</i> .....	65
5.6.2.2	<i>Kriechduktilität</i> .....	65
5.6.2.3	<i>Dauer der einzelnen Kriechstadien</i> .....	65
5.6.2.4	<i>Kriechdehnung bei minimaler Kriechrate</i> .....	66
5.6.3	Effekt der Wärmebehandlung bei 900 °C / 1 h .....	67
5.6.3.1	<i>Antwort auf Belastung</i> .....	68
5.6.3.2	<i>Kriechverhalten</i> .....	68
5.6.3.3	<i>Bruchzeit und Dauer der Kriechstadien</i> .....	69
5.6.3.4	<i>Kriechdehnung bei minimaler Kriechrate</i> .....	69
5.6.4	Unterbrochene Kriechversuche .....	69
5.7	Zugversuche an Miniatur-Proben .....	70
5.7.1	Vergleich des Spannungs-Dehnungs-Verhaltens zwischen Standard- und Miniatur-Proben 70	
5.7.2	Entwicklung der Festigkeitskennwerte nach Kriechbelastung bei 600 °C / 225 MPa .....	72
5.8	Charakterisierung des Versagens.....	72
5.8.1	Versagen im Zugversuch .....	72
5.8.2	Versagen unter Low-Cycle-Fatigue-Beanspruchung .....	73
5.8.3	Kriechversagen.....	80
5.9	Entwicklung der Mikrostruktur unter Belastung .....	86
5.9.1	PBF-LB/M/316L/HT450-Werkstoffzustand und HR/316L-Werkstoffvariante .....	86
5.9.1.1	<i>Post-Mortem Untersuchungen</i> .....	86

5.9.1.2	Untersuchungen aus unterbrochenen Kriechversuchen .....	90
5.9.2	PBF-LB/M/316L/HT900-Werkstoffzustand.....	92
5.9.2.1	Post-Mortem Untersuchungen.....	92
5.9.2.2	Untersuchungen aus unterbrochenen Versuchen .....	94
<b>6</b>	<b>Diskussion .....</b>	<b>95</b>
6.1	Homogenitätsprüfung der PBF-LB/M/316L/HT450-Rohlinge.....	95
6.2	Ausgangsmikrostruktur und Mechanisches Verhalten .....	96
6.2.1	Mikrostruktur, Härte und Zugversuchsverhalten .....	97
6.2.2	Low-Cycle-Fatigue .....	99
6.2.3	Kriechen .....	101
6.3	Analyse des Verformung- und Schädigungsverhaltens .....	104
6.3.1	Verformungsverhalten .....	104
6.3.1.1	LCF .....	105
6.3.1.2	Kriechen .....	110
6.3.2	Schädigungsverhalten .....	114
6.3.2.1	LCF .....	114
6.3.2.2	Kriechen .....	118
6.4	Effekt der Wärmebehandlung bei 900 °C/1 h .....	121
6.4.1	Mikrostruktur und Zugversuchsverhalten bei Raumtemperatur .....	121
6.4.2	Kriechverhalten .....	122
<b>7</b>	<b>Schlussfolgerungen und Ausblick .....</b>	<b>128</b>
7.1	Schlussfolgerungen.....	128
7.2	Ausblick.....	132
	<b>Literaturverzeichnis.....</b>	<b>xiii</b>
	<b>Abbildungsverzeichnis.....</b>	<b>xxvii</b>
	<b>Tabellenverzeichnis .....</b>	<b>xxxiii</b>
	<b>Anhang .....</b>	<b>xxxiv</b>
A.	Tabellen zum Stand der Kenntnisse .....	xxxiv
B.	Zeichnungen zur Probenfertigung .....	xxxv
C.	Übersicht der durchgeführten Versuche und Untersuchungen .....	xlili
D.	Tabellen zu den Zugversuchen und zur Bestimmung der Elastizitätskennwerte .....	xlvi
E.	Tabellen zu den LCF-Versuchen .....	xlix
F.	Tabellen zu den Kriechversuchen .....	li
G.	LCF-Auswertung.....	liii
	<b>Eigene Veröffentlichungen .....</b>	<b>lvii</b>



## Symbole und Abkürzungen

## Symbole und Formelzeichen

$A$	[%]	Bruchdehnung
$A_{gt}$	[%]	Gesamte Extensometer-Dehnung bei Höchstkraft (= Gleichmaßdehnung)
$A_u$	[%]	Zeitbruchdehnung
$\alpha$	[K <sup>-1</sup> ]	Thermischer Ausdehnungskoeffizient
$b$	-	Ermüdungs-Festigkeitsexponent
$c$	-	Ermüdungs-Duktilitätsexponent
$dR/de$	-	Verfestigungsrate
$d_{10}, d_{50}, d_{90}$	[ $\mu\text{m}$ ]	Perzentile der Partikelgrößenverteilung
$d$	[ $\mu\text{m}$ ]	Pulver-Partikelgröße
$\Delta e_p$	[%]	Schwingbreite der plastischen Dehnung
$\Delta e_t$	[%]	Dehnungsschwingbreite
$\Delta e_{t, N_T}$	[%]	Dehnungsschwingbreite bei der Übergangslbensdauer
$\Delta T$	[K]	Temperaturänderung
$\Delta z$	[mm]	Schichtdicke
$E$	[GPa]	Elastizitätsmodul
$E_C$	[GPa]	Entlastungsmodul nach der minimalen Spannung
$E_T$	[GPa]	Entlastungsmodul nach der maximalen Spannung
$e_A$	-	Dehnungsamplitude
$e_{A,e}$	-	Elastische Komponente der Dehnungsamplitude
$e_{A,p}$	-	Plastische Komponente der Dehnungsamplitude
$e_e$	[%]	Elastische Extensometer-Dehnung
$e_f$	[%]	Extensometer-Kriechdehnung (abgekürzt Kriechdehnung)
$e_{f,1}, e_{f,2}, e_{f,3}$	[%]	In den Kriechphasen (Subindizes 1, 2 und 3) entwickelten Kriechdehnungen
$e_{f'}$	-	Ermüdungs-Duktilitätskoeffizient
$e_i$	[%]	Plastische Anfangs-Extensometer-Dehnung
$e_t$	[%]	Gesamte Extensometer-Dehnung
$e_{ti}$	[%]	Gesamte Anfangs-Extensometer-Dehnung
$\dot{e}_f$	[1 / s], [% / h]	Kriechrate
$\dot{e}_s$	[1 / s], [% / h]	Minimale Kriechrate
$f_f$	[Hz]	Resonanzfrequenz in Biegung
$f_f(e)$	[Hz]	Biegeresonanzfrequenz aufgezeichnet: kantenweise in Breitenrichtung
$f_f(f)$	[Hz]	Biegeresonanzfrequenz aufgezeichnet flächenweise in Dickenrichtung
$f_t$	[Hz]	Resonanzfrequenz in Torsion
$G$	[GPa]	Schubmodul
$h$	[mm]	Schraffurabstand
$K$	[MPa]	Monotoner Verfestigungskoeffizient
$K'$	[MPa]	Zyklischer Verfestigungskoeffizient
$L$	[mm]	Länge der Probe
$m_E$	[GPa]	Steigung der Spannungs-Dehnungs-Kurve im elastischen Bereich
$n$	-	Spannungsexponent (Kriechen) bzw. monotoner Verfestigungsexponent (LCF)
$n_o$	-	Spannungsexponent basiert auf $R_o$
$n'$	-	Zyklischer Verfestigungsexponent

$N_f$	-	Lebensdauer
$N_{f,10\%}$	-	Zyklenzahl bei 10 % Lastabfall bzw. Lebensdauer
$N_T$	-	Übergangslbensdauer
$P$	[W]	Laserleistung
$R$	[MPa]	Tatsächlich auftretende Prüfspannung (Kriechversuch)
$R_a$	[ $\mu\text{m}$ ]	Mittenrauwert gemäß DIN EN ISO 4287
$R_e$	-	Dehnungsverhältnis
$R_o$	[MPa]	Prüfspannung
$R_m$	[MPa]	Zugfestigkeit
$R_{p0,2}$	[MPa]	Dehngrenze bei 0,2 % plastischer Extensometer-Dehnung (abgekürzt 0,2 % Dehngrenze)
$R_z$	[ $\mu\text{m}$ ]	Rautiefe gemäß DIN EN ISO 4287
$S_a$	[MPa]	Spannungsamplitude
$S_m$	[MPa]	Mittelspannung
$\sigma_{f'}$	[MPa]	Ermüdungs-Festigkeitskoeffizient
$\sigma_Y$	[MPa]	Monotone 0,2 % Dehngrenze
$\sigma_{Y'}$	[MPa]	Zyklische 0,2 % Dehngrenzen
$T$	[ $^{\circ}\text{C}$ ]	(Prüf)Temperatur
$T_{\text{sub}}$	[ $^{\circ}\text{C}$ ]	Vorwärmung der Grundplatte
$t$	[h]	Zeit (beim Kriechen: verstrichene Zeit nach Ende der Lastaufbringung)
$t_1$	[h]	Dauer der primären Kriechphase
$t_2$	[h]	Dauer der sekundären Kriechphase
$t_3$	[h]	Dauer der tertiären Kriechphase
$t_{12}$	[h]	Zeitpunkt für den Beginn der sekundären Kriechphase
$t_{23}$	[h]	Zeitpunkt für den Beginn der tertiären Kriechphase
$t_{\text{ILT}}$	[s]	Zwischenschichtzeit
$t_u$	[h]	Bruchzeit
$U_M$	-	Messunsicherheit
$v$	[ $\text{mm s}^{-1}$ ]	Scangeschwindigkeit
$\nu$	-	Querkontraktionszahl
$W_p$	[M] / $\text{m}^3$	Plastische Arbeit
$Z$	[%]	Brucheinschnürung
$Z_u$	[%]	Zeitbrucheinschnürung

## Abkürzungen:

AISI	Amerikanisches Eisen- und Stahl-Institut (engl. <i>American Iron and Steel Institute</i> )
ASTM International	<i>American Society for Testing and Materials</i>
CSL	Koinzidenzgitter (engl. <i>Coincidence Site Lattice</i> )
CW	Zellwand (engl. <i>Cell Wall</i> )
DED-L	Materialauftrag mit gerichteter Energieeinbringung (engl. <i>Directed Energy Deposition with Laser as Heat Source</i> )
DIN	Deutsches Institut für Normung
DSA	Dynamische Reckalterung
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
EURAMET	Europäische Vereinigung nationaler Metrologieinstitute (engl. <i>European Association of National Metrology Institutes</i> )
FZP	Flachzugprobe
GB	Korngrenze bzw. (Großwinkel-)Korngrenze (engl. <i>Grain Boundary</i> )
GND	Geometrisch notwendige Versetzung (engl. <i>Geometrically Necessary Dislocation</i> )
HAADF	<i>High-Angle Annular Dark Field</i>
HAGB	Großwinkel-Korngrenze (engl. <i>High-Angle Grain Boundary</i> )
HCF	Hochzyklische-Ermüdung (engl. <i>High-Cycle-Fatigue</i> )
hdp	Hexagonal dichtest-gepackt
HR/316L	Konventionell hergestellter, warmgewalzter austenitischer nichtrostender Stahl 316L (HR, engl. <i>Hot-Rolled</i> )
HT450	Wärmebehandlung (engl. <i>Heat Treatment</i> ) bei 450 °C / 4 h
HT900	Wärmebehandlung (engl. <i>Heat Treatment</i> ) bei 900 °C / 1 h
HV	Härte nach Vickers
ICP-AES	Atomemissionsspektrometrie (engl. <i>Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy</i> )
IPF	Inverse Polfigur (engl. <i>Inverse Pole Figure</i> )
IR	Interkolumnarer Bereich (engl. <i>Intercolumnar Region</i> )
ISO	Internationale Organisation für Normung (engl. <i>International Organization for Standardization</i> )
IST	<i>Incremental Step Test</i>
KAM	<i>Kernel Average Misorientation</i>
kfz	Kubisch flächenzentriert
LAGB	Kleinwinkel-Korngrenze (engl. <i>Low-Angle Grain Boundary</i> )
LCF	niederzyklische Ermüdung (engl. <i>Low-Cycle-Fatigue</i> )
LM	Lichtmikroskopie
Metall-AM	additive Fertigung von metallischen Werkstoffen
MO	Missorientierung
MPB	Schmelzbadgrenze (engl. <i>Melt Pool Boundary</i> )
NB-ES	Volumen Eigenspannungen mittels Neutronenbeugung
ODF	Orientierungsdichteverteilungsfunktion (engl. <i>Orientation Distribution Function</i> )
OF-ES	Oberflächeneigenspannungen
PBF-LB/M	Laser-Pulverbettsschmelzen von Metallen
PBF-LB/M/316L	Durch Laser-Pulverbettsschmelzen hergestellter austenitischer nichtrostender Stahl 316L

---

PBF-LB/M/316L/As-Built	Durch Laser-Pulverbettsschmelzen hergestellter austenitischer nicht-rostender Stahl 316L im As-Built Zustand
PBF-LB/M/316L/HT450	Durch Laser-Pulverbettsschmelzen hergestellter austenitischer nicht-rostender Stahl 316L im HT450-Zustand
PBF-LB/M/316L/HT900	Durch Laser-Pulverbettsschmelzen hergestellter austenitischer nicht-rostender Stahl 316L im HT900-Zustand
PGB	persistentes Gleitband
REM	Rasterelektronenmikroskop(ie)
REM-EBSD	Elektronenrückstreubeugung
REM-FSE	Foresscatter Abbildung (engl. <i>Foresscatter Electron Imaging</i> )
REM-RE	Primärelektronen
REM-SE	Sekundärelektronen
RF	Restbruch (engl. <i>Residual Fracture</i> )
RS-O	Oberes Reststück
RS-U	Unteres Reststück
RT	Raumtemperatur
SADP	selektives Elektronenbeugungsmuster (engl. <i>Selected Area Diffraction Pattern</i> )
SB	Gleitband (engl. <i>Slip Band</i> )
SC	Nebenriss (engl. <i>Secondary Crack</i> )
SFE	Stapelfehlerenergie (engl. <i>Stacking Fault Energy</i> )
SGB	Subkorngrenze (engl. <i>Subgrain Boundary</i> )
STEM	Rastertransmissionselektronenmikroskopie
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
TWIP	TWIP-Effekt (engl. <i>Twinning-Induced Plasticity</i> )
TZ	Übergangsbereiche (engl. <i>Transition Zone</i> )
UV	Unterbrochener Versuch
WAAM	Lichtbogendrahtauftragsschweißen (engl. <i>Wire Arc Additive Manufacturing</i> )
WV	Wiederholungsversuch
XCT	Mikro Computertomographie
ZA	Zonenachse
ZSD-Kurve	Zyklische-Spannungs-Dehnungs-Kurve

## 1 Einleitung und Motivation

Die additive Fertigung (AM, engl. *Additive Manufacturing*) von metallischen Werkstoffen (Metall-AM) ist eine sich entwickelnde Technologie, die zunehmend Gegenstand von Forschungsaktivitäten und industrieller Anwendung ist. Einige allgemeine Vorteile dieser (AM-)Technologie sind die geometrische Gestaltungsfreiheit, die Einsparungen von Gewicht und Betriebskosten, z. B. bei Werkzeugen und Lagern, sowie das Potenzial zur Verkürzung von Lieferzeiten [1]. Allerdings haben die nachgelagerten Fertigungsschritte, die notwendig sind, um die gewünschten Abmessungen, Oberflächengüten und Materialeigenschaften zu erreichen, die anfängliche Begeisterung für diese Technologie etwas gedämpft [2].

Damit einhergehend etabliert sich Metall-AM allmählich als eine neue Gruppe von Fertigungsverfahren mit allgemeiner Relevanz ergänzend zu Gießen, Schmieden oder Zerspanen. Neben der erfolgreichen Herstellung von Teilen im Schmuck-, Sport- oder Medizinbereich gibt es in jüngster Zeit auch Fortschritte bei der Fertigung von Teilen, die in sicherheitsrelevanten Anwendungen eingesetzt werden [1, 3, 4]. Dennoch steht Metall-AM noch vor Herausforderungen, um eine breite Nutzung in sicherheitsrelevanten Anwendungen zu erreichen, die von ihren Vorteilen profitieren könnten. Die Hauptgründe für die Verzögerung dieses technologischen Durchbruchs zugunsten von AM-Metallen gegenüber konventionell hergestellten Varianten sind das Fehlen eines tieferen Verständnisses der Prozess-Struktur-Eigenschafts-Beziehungen und die begrenzte Verfügbarkeit von Daten zu den Materialeigenschaften [5, 6].

Unter den verschiedenen verfügbaren Metall-AM-Verfahren hat das Laser-Pulverbettsschmelzen, PBF-LB/M gemäß ASTM-Norm [7], eine große Bedeutung, da es die Möglichkeit bietet, maßgeschneiderte Bauteile mit sehr filigranen Merkmalen herzustellen, die mit konventionellen Verfahren nur schwer zu fertigen sind [1]. Es ist daher nicht verwunderlich, dass es eines der am meisten untersuchten Metall-AM-Verfahren ist [8, 9].

Beim PBF-LB/M, welches auch unter dem geschützten Markennamen „*Selective Laser Melting*“ (SLM<sup>®</sup>) bekannt ist, handelt es sich um ein pulverbettbasiertes Metall-AM-Verfahren. Eine Beschreibung des Prozesses ist z. B. in [1, 10] zu finden. Abbildung 1-1 zeigt eine schematische Darstellung [10]. Zusammengefasst wird hierbei ein Laserstrahl auf ein Pulverbett gerichtet, um eine Schicht zu schmelzen, die durch die Querschnittsfläche eines Bauteilmodells und einen Scan-Pfad, der aus überlappenden Schweißraupen besteht, definiert ist. Das Pulverbett und das Bauteil befinden sich auf einer Bau-/Grundplatte in einem Bauraum und werden schrittweise abgesenkt und durch eine Rolle bzw. eine Rakel, die eine neue Pulverschicht aufträgt, neu beschichtet, um das Schmelzen der nächsten und weiteren Pulverschichten zu ermöglichen und das Bauteil zu fertigen. Dieser sich wiederholende Prozess erfolgt in einer Schutzgasatmosphäre. Je nach Absenkung sind Schichtdicken von 20 µm bis 60 µm möglich. Üblicherweise wird die Scan-(Pfade-)Strategie so gestaltet, dass erst die äußeren Konturen und dann die inneren Strukturen der Bauteilschicht gefertigt werden. Das nicht aufgeschmolzene Pulver kann für weitere Herstellungen nach einer Aufbereitung wiederverwendet werden. Versuchstechnisch kann der Rohling für die Herstellung von Probekörpern das technische Bauteil selbst, den Probekörpern endkonturnahen Bauteile, oder auch Rohlinge mit einer beliebigen Geometrie sein. Dementsprechend können Probekörper beliebige Geometrien und Dimensionen aufweisen und die Belastung ist prinzipiell in allen Richtungen in Bezug auf die Bauplatte bzw. die Aufbaurichtung möglich. Der Zustand des Bauteils bzw. des Werkstoffs direkt nach Herstellung; das heißt, ohne eine zusätzliche Wärmebehandlung, wird als As-Built-Zustand bezeichnet.

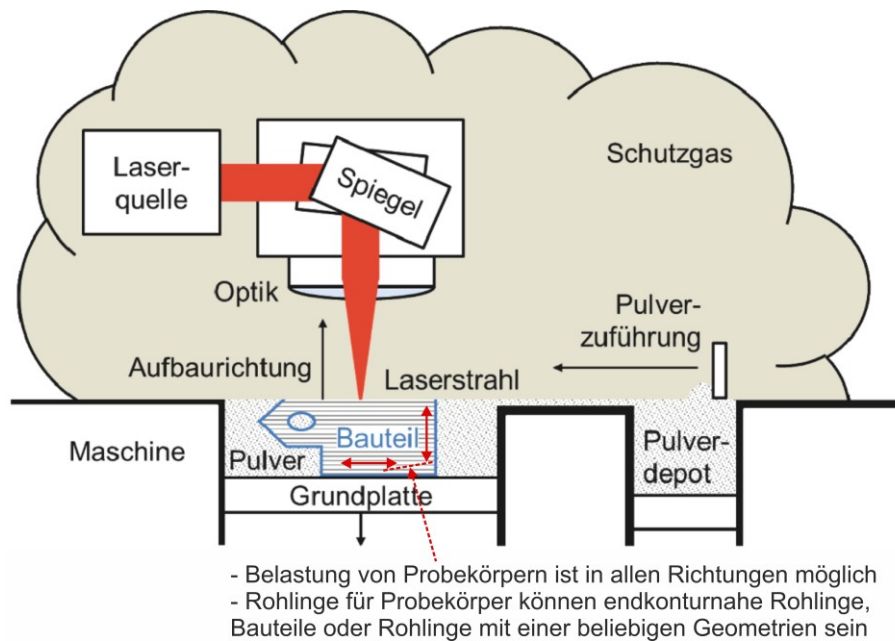


Abbildung 1-1. Schematische Darstellung des Laser-Pulverbettssmelzens (PBF-LB/M). Reproduziert und modifiziert aus [10] mit Genehmigung von Copyright © 2017, Springer Nature Limited..

Eine vollständige Charakterisierung und ein umfassendes Verständnis des mechanischen Verhaltens und der zugrunde liegenden mikrostrukturellen Ursachen ist eine komplexe und langwierige Aufgabe. Daher hat sich die PBF-LB/M-AM-Forschung auf natürliche Weise so entwickelt, dass sie sich zunächst vor allem auf die Prozessoptimierung, die Sensitivitätsanalyse und die Erforschung anderer Bearbeitungsmöglichkeiten, wie z. B. die Multilaserbearbeitung, fokussiert hat. Parallel zu dieser Forschung werden nicht selten sogenannte Hochdurchsatztests [11-13] eingesetzt, um die Ergebnisse z. B. einer Prozessoptimierung effizient zu bewerten und schließlich die interessantesten Ergebnisse in Bezug auf die Mikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften für weitere vertiefte Untersuchungen herauszufiltern. Auf natürliche Weise hat sich dann auch die eher materialwissenschaftlich orientierten PBF-LB/M-AM-Forschung zuerst überwiegend auf die Untersuchung der am häufigsten verwendeten konventionellen metallischen Legierungen fokussiert, die durch die AM-Route hergestellt werden. Danach wurden bzw. derzeit werden parallel dazu weitere Werkstoffsysteme hergestellt und untersucht sowie neue Legierungen entwickelt, um die Potentiale vom Metall-AM voll auszunutzen.

Eine der größten Herausforderungen bei der Charakterisierung von metallischen Werkstoffen, die durch Metall-AM hergestellt werden, ist der Mangel an standardisierten Prüfverfahren, die die gesamte Komplexität sowie die Einflussfaktoren des Metall-AM-Prozesses berücksichtigen [2, 14, 15]. Abbildung 1-2 soll helfen, diese Komplexität in Bezug auf die Beziehung zwischen den Fertigungsparametern, der Mikrostruktur und den Eigenschaften bzw. der Performance zu verdeutlichen. In diesem Zusammenhang befassen sich derzeit führende Institutionen der AM-Gemeinschaft mit dem Übergang von der Forschung zur Erstellung von Normen und der zügigen Zulassung von Metall-AM-Bauteilen [15].

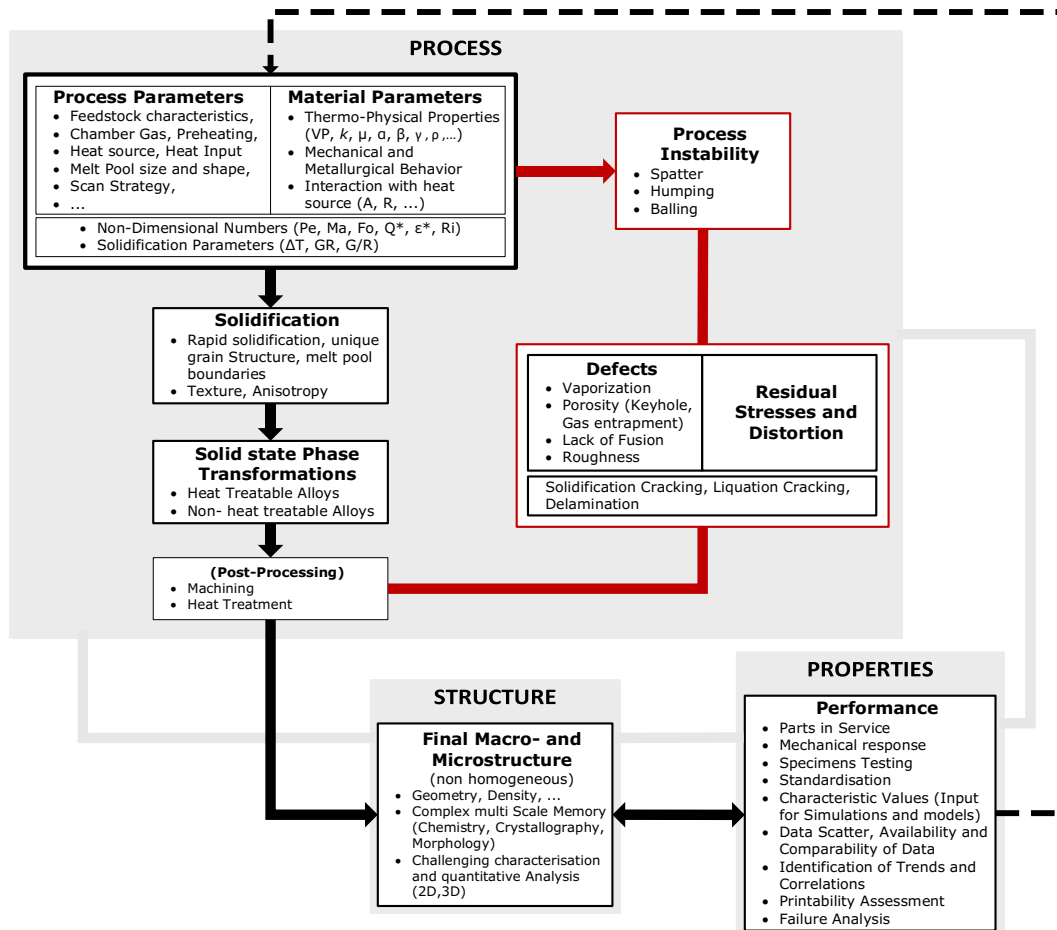


Abbildung 1-2. Darstellung der Beziehung Fertigungsprozess ↔ Mikrostruktur ↔ Eigenschaften bei der additiven Fertigung metallischer Werkstoffe. Basiert auf der Arbeit von DebRoy et al. [6].

Vor diesem Hintergrund beschäftigt sich diese Anfang 2018 begonnene Arbeit mit der umfassenden Charakterisierung des mittels PBF-LB hergestellten austenitischen nichtrostenden Stahls 316L (PBF-LB/M/316L) im Vergleich zu einer konventionell hergestellten Variante. Dabei liegt der Fokus auf dem Verständnis ausgewählter mechanischer Eigenschaften, die für sicherheitsrelevante Anwendungen von Bedeutung sind, und deren Zusammenhang mit der durch die Metall-AM-Verarbeitung erzeugten Mikrostruktur.

Die austenitischen nichtrostenden Stähle 316L und 316LN mit unterschiedlichem Stickstoffgehalt, welche üblicherweise als 316L(N) bezeichnet werden, sind in ihren konventionell und additiv hergestellten Varianten häufig untersuchte Werkstoffe. Die konventionell hergestellte Variante des nichtrostenden Stahls 316L verfügt über eine gute Kombination von (Hochtemperatur-)Zugeigenschaften, Kriechfestigkeit sowie Korrosions- und Strahlungsbeständigkeit [16]. Daher wird sie häufig als Konstruktionswerkstoff in verschiedenen Hochtemperaturbauteilen verwendet, die in der Regel Temperaturen zwischen 300 °C und 600 °C und komplexen thermomechanischen Belastungen ausgesetzt sind [17-19]. Anwendungsbereiche umfassen vom Einsatz als chirurgischer Stahl bis zur Herstellung von Schrauben und Muttern mit einem Betriebstemperaturbereich von -200 °C bis 400 °C [20]. Außerdem wird der Werkstoff in Kernreaktoren verwendet, wo die Betriebstemperaturen bis zu 625 °C erreichen können [21, 22]. Allerdings gibt es, zumindest nach Kenntnis des Autors, keine AM-316L-Teile, die in sicherheitsrelevanten Anwendungen eingesetzt werden, bei denen zum Beispiel Kriechen oder thermomechanische Ermüdung eine Rolle spielen.

Diese Arbeit ist wie folgt untergliedert: im Kapitel 2 wird der zum Zeitpunkt der Erstellung dieser Arbeit aktuelle Kenntnisstand sowohl zur konventionell hergestellten als auch und vor allem zur

PBF-LB/M-Werkstoffvariante des 316L dargestellt. Anschließend wird in Kapitel 3 das Ziel dieser Arbeit und ihre Einordnung in die Forschungslandschaft konkretisiert. Im Kapitel 4 werden die Methoden und experimentelle Grundlagen erklärt. Die Ergebnisse werden im Kapitel 5 präsentiert und im Anschluss daran werden sie im Kapitel 6 diskutiert. Zum Schluss werden im Kapitel 7 die relevantesten Schlussfolgerungen dieser Arbeit sowie ein Ausblick auf weitere Arbeiten gegeben.



## 2 Literaturübersicht

Dieses Kapitel fasst den Stand der für diese Arbeit relevanten Kenntnisse zum Werkstoff PBF-LB/M/316L zusammen. Da in dieser Arbeit neben der PBF-LB/M-Werkstoffvariante auch eine konventionell hergestellte Werkstoffvariante des 316L untersucht wurde, wird auf diese zunächst im Abschnitt 2.1 eingegangen. Die Untersuchung der konventionell hergestellten Werkstoffvariante ist für das Verständnis und die perspektivische Auswertung der PBF-LB/M-Werkstoffvariante von großer Bedeutung. Danach wird in den Abschnitten 2.2 bis 2.4 die PBF-LB/M-Werkstoffvariante behandelt. Der Fokus liegt dabei auf der Mikrostruktur bzw. dem mechanischen Verhalten. Die Abschnitte 2.2 und 2.3 befassen sich mit dem PBF-LB/M/As-Built-Werkstoffzustands und der Abschnitt 2.4 mit dem Zustand nach Wärmebehandlung.

### 2.1 Konventionell hergestellter Werkstoff 316L(N)

Aufgrund seiner umfangreichen Verwendung in verschiedenen Branchen sind mikrostrukturelle Details und mechanische Kennwerte dieses Werkstoffs in Forschungsarbeiten, Datenbanken und Datenblättern gut zugänglich. Dieser Abschnitt gibt trotzdem einen kurzen Überblick über die Merkmale der konventionellen Variante von 316L, die für diese Arbeit relevant sind. Weitere Einzelheiten werden bei Bedarf in den Abschnitten 2.3, 2.4 und im Kapitel 6 erörtert.

Die Mikrostruktur und das Zeit-Temperatur-Ausscheidungsverhalten (ZTA) von austenitischen nichtrostenden Stählen ist umfassend dokumentiert. Die ZTA-Diagramme von AISI 316L und AISI 316 (Letzterer mit höherem Kohlenstoff-Gehalt) wurden von Weiss und Stickler ermittelt [23]. Während des Betriebs oder der Wärmebehandlung im Temperaturbereich von 550 °C bis 900 °C scheiden sich bei den nichtrostenden Stählen des Typs 316(L) Karbide  $M_6C$  und  $M_{23}C_6$  sowie die intermetallischen Phasen  $\sigma$ ,  $\chi$  und  $\eta$  (Laves-Phase) aus [19, 23, 24]. Details über die Zusammensetzung und Kristallstruktur von diesen Phasen sind in Tabelle 2-1 zusammengefasst [19, 23]. Eine Erhöhung des Kohlenstoffgehalts in 316L beschleunigt die Kinetik der  $M_{23}C_6$ -Ausscheidung und unterdrückt die Bildung von  $M_6C$  und den intermetallischen Phasen. Eine Erhöhung des Stickstoffgehalts kann die Bildung der intermetallischen Phasen zugunsten der  $M_6C$ -Bildung unterdrücken [25].

Tabelle 2-1. Zusammensetzung und Kristallstruktur der Phasen in 316L, gemäß [19, 23].

Phase	Chemische Zusammensetzung	Kristallographische Struktur
$M_{23}C_6$	M = Cr, Fe, Mo	kfz, NaCl type
$M_6C$	M = Fe, Mo, Cr, Co, Ni	kfz, diamond type
$\sigma$	Fe-Cr-Mo-Ni	tetragonal, $D_3b$
$\chi$	Fe-Cr-Mo-Ni	kubisch, $\alpha$ -Mn type, $A_{12}$ ,
$\eta$	$Fe_2M$ , M = Mo, Ti, Cr, Ni	hdp, $C_{14}$ ,
Matrix, Austenite	Mo, Cr, Fe, Ni	kfz

Konventionell hergestellte austenitische nichtrostende Stähle wie 316L zeichnen sich durch eine eher niedrige Streckgrenze, eine eher hohe Zugfestigkeit und sehr gute Bruchdehnung und gesamte Extensometer-Dehnung bei Höchstkraft (= Gleichmaßdehnung) aus [26]. Austenitische nichtrostende Stähle sind nicht ausscheidungshärtbar. Mischkristallverfestigung z. B. durch Stickstofflegierung und Kaltverformung sind die wichtigsten Verfestigungsstrategien [25-27]. Daher sind die gängigsten Wärmebehandlungen das Lösungsglühen und das Spannungsarmglühen. Das Lösungsglühen erhöht die Korrosionsbeständigkeit [28-30]. Das Spannungsarmglühen wird in der Regel bei Schweißverbindungen eingesetzt. Weitere Einzelheiten zur Wärmebehandlung von 316L sind im Abschnitt 2.4 zusammengefasst. Nach dem Fließen umfasst bei Raumtemperatur der Mechanismus der Kaltverfestigung die Entwicklung einer Versetzungssubstruktur und die Bildung von verformungsinduziertem Martensit und Verformungszwillingen aufgrund der niedrigen Stapelfehlerenergie (SFE, engl. *Stacking Fault Energy*)

und der Gleiten-Zwilling-Wechselwirkungen (engl. *Slip-Twin-Activities*) [25, 28]. Bei höheren Temperaturen spielen die dynamische Reckalterung (DSA, engl. *Dynamic Strain Aging*) und die Abwesenheit von Zwillingsbildung (bei Temperaturen über  $\sim 100\text{ }^\circ\text{C}$ ) eine zusätzliche Rolle für das Verfestigungsverhalten [31-34]. Die Begriffe DSA und SFE werden in den Abschnitten 6.2.1 bzw. 6.3.1 im Kontext der Diskussion im Detail adressiert.

Aufgrund ihrer technischen Relevanz waren das LCF- (engl. *Low-Cycle-Fatigue*, = niederzyklische Ermüdung) und Kriechverhalten der konventionellen Variante von 316L(N) bisher Gegenstand mehrerer Studien.

Für das LCF-Verhalten sind charakteristische Werte sowie Details zu den Versagensmechanismen und dem Wechselverformungsverhalten einschließlich der damit verbundenen mikrostrukturellen Mechanismen in der Literatur verfügbar; z. B. in [25, 35-45]. LCF-Versuche wurden sowohl bei Raumtemperatur [37-39, 43, 45] als auch bei Hochtemperatur bei Temperaturen zwischen  $250\text{ }^\circ\text{C}$  und  $600\text{ }^\circ\text{C}$  [43, 44, 46] durchgeführt. Bei Raumtemperatur ist das zyklische Verformungsverhalten abhängig von der (plastischen) Dehnungsamplitude [37, 39]. Nur bei niedrigen Dehnungsamplituden (in der Größenordnung von  $10^{-4}$ ) wird über ein stabilisiertes zyklisches Verhalten berichtet. Ein nicht-stabilisiertes zyklisches Verhalten ist häufiger. Bei mittleren Dehnungsamplituden (in der Größenordnung von  $10^{-3}$ ) ist eine kontinuierliche Entfestigung und bei höheren Dehnungsamplituden (in der Größenordnung von  $10^{-2}$ ) eine kontinuierliche Verfestigung charakteristisch. In allen Fällen ist eine Anfangsverfestigung innerhalb der ersten bis zu 100 Zyklen üblich. Die Anfangsverfestigung ist hauptsächlich mit einem Anstieg der Gesamtversetzungsdichte verbunden [37]. Die Entfestigung wurde mit der Dehnungslokalisierung in persistenten Gleitbändern (PGB, engl. *Persistent Slip Bands*) und der Bildung versetzungsfreier Regionen und der damit verbundenen Entwicklung der Versetzungsstruktur hin zu einer zellulären Struktur in Verbindung gebracht [37, 39]. Neben der Anfangsverfestigung und anschließenden Entfestigung haben Hong et al. [43] über eine sekundäre Verfestigungsphase bei Dehnungsamplituden über 0,4 % berichtet und sie auf eine plastizitätsinduzierte martensitische Umwandlung zurückgeführt. Bei erhöhten Temperaturen findet in der Regel eine von einer kontinuierlichen Entfestigung gefolgte Anfangsverfestigung statt [43, 44, 47]. Hong et al. [43], die eine kaltgezogene Variante bei Prüftemperaturen zwischen  $250\text{ }^\circ\text{C}$  und  $600\text{ }^\circ\text{C}$  untersuchten, haben die Verfestigung auf DSA, die Entfestigung auf dynamische Erholung und die allgemeine zyklische Nichtstabilisierung auf die Konkurrenz dieser beiden Mechanismen zurückgeführt. Hinsichtlich des Bruchverhaltens wurde bei Dehnraten  $> 3 \times 10^{-4}\text{ s}^{-1}$  über mehrfache Rissinitiierung aus Gleitbändern an der Oberfläche [46] und transgranulare Rissausbreitung berichtet [44, 46]. Mit zunehmendem Stickstoffgehalt wurde interkristalline Rissausbreitung beobachtet [44]. Bei  $600\text{ }^\circ\text{C}$  wird die Rissausbreitung durch Oxidation begünstigt [46].

Bezüglich des Kriechverhaltens sind mehrere Studien vorhanden; z. B. [48-52]. Sasikala et al. [48] haben 316- und 316LN-Stähle und ihre Schweißverbindungen bei  $600\text{ }^\circ\text{C}$  und  $650\text{ }^\circ\text{C}$  untersucht und umfangreiche metallographische Untersuchungen durchgeführt, um die beobachteten Eigenschaften zu erklären. Diesen Studien nach wird der Mechanismus der Kriechverformung in 316L(N) von Faktoren beeinflusst, welche in erster Linie mit der Chemie und den Phasen des Werkstoffs zusammenhängen [48, 49]. Die SFE, die Zwischengitteratome (insbesondere C und N) und ihr Einfluss auf das Ausscheidungsverhalten sowie das Vorhandensein von Delta-Ferrit zählen dazu [48, 51, 53]. So verbessert eine Erhöhung des C- und N-Gehalts das Kriechverhalten im Sinne einer geringeren minimalen Kriechrate, einer längeren Bruchzeit und einer höheren Kriechduktilität [49, 51]. Auch das Kriechschädigungsverhalten hängt teilweise mit diesen Faktoren zusammen. Es wurde sowohl über transgranularen Bruch, der sich in Grübchen auf den Bruchflächen äußert, als auch über eine Mischung aus trans- und interkristallinen Bereichen berichtet [48, 49]. Interkristalline Rissbildung ist bei Prüfbedingungen wie  $600\text{ }^\circ\text{C} / 275\text{ MPa}$  und  $625\text{ }^\circ\text{C} / \text{ca. } 230\text{ MPa}$  aufgetreten [54, 55]. Bei der Entwicklung von  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ -Karbiden und der Sigma-Phase wurden auf den Bruchflächen sowohl duktile als auch spröde Versagensbilder beobachtet, die mit dem Wachstumsverhalten und der Verknüpfung von Hohlräumen mit der Sigma-

Phasen verbunden waren [48]. Eine Erhöhung des Stickstoffgehalts kann zu einem geringeren Ausmaß an sowohl inneren als auch oberflächlichen Kriechrissen zusammen mit interkristalliner Rissbildung führen [51].

## 2.2 PBF-LB/M/316L: Mikrostruktur des As-Built-Werkstoffzustands

Die As-Built-Mikrostrukturen von PBF-LB/M/316L und anderen AM-Metallen sind recht komplex. Ihre charakteristischen Merkmale erstrecken sich über mehrere Längenskalen. Typische Merkmale sind einzigartige Kornmorphologien, Korngrenzen, die häufig in Großwinkel- und Kleinwinkelkorngrenzen (im Englischen oft als *Sub-Grain Boundaries* bezeichnet) unterteilt sind, Schmelzbadgrenzen (MPB engl. *Melt Pool Boundary*), kristallografische Textur, Anisotropie, ausgeschiedene Partikel im Submikrometer-/Nanometerbereich, hohe Versetzungsdichten und eine gerichtete zelluläre Erstarrungsstruktur (im Folgenden als Zellstruktur bezeichnet), die eng mit der Kornstruktur- und Textur-Entwicklung verbunden ist [56]. Darüber hinaus können sich metallurgische Defekte bilden. Dazu gehören unter anderem Balling-Effekt, Porosität, Bindefehler, Risse, Metalleinschlüsse, hohe Eigenspannungen, Verzug, Delamination, Oxidation, Verlust von Legierungselementen, Oberflächenunebenheiten, teilweise geschmolzene/ungeschmolzene Partikel und Spritzer, die zu einer erhöhten Rauheit führen [6, 8]. In den folgenden Absätzen werden weitere ausgewählte Details von typischen Merkmalen erläutert, die für diese Arbeit relevant sind. Abbildung 1-2 gibt dazu einen grafischen Überblick.

Obwohl alle diese Merkmale im PBF-LB/M/316L vorhanden sein können, hängt die resultierende Mikrostruktur in hohem Maß von den Fertigungsparametern inkl. der Scan-Strategie ab [57, 58], so dass im Prinzip jede Fertigungsstrategie eine andere Mikrostruktur und damit eine andere PBF-LB/M/316L-Materialvariante liefern kann. Einer der wichtigsten PBF-LB/M-Prozessparameter, der die Gefüge-Entwicklung beeinflusst, ist die hohe Abkühlgeschwindigkeit. Bei PBF-LB/M kann sie etwa  $10^5$  K/s bis  $10^6$  K/s betragen; ein hoher Wert, wenn man ihn mit den typischen Werten von  $10^0$  K/s bis  $10^2$  K/s bei Gießverfahren oder von bis zu  $10^3$  K/s bei den Verfahren DED-L/M oder WAAM/M (Abkürzungen aus den engl. Begriffen *Directed Energy Deposition* und *Wire Arc Metal Manufacturing*, Deutsch: Materialauftrag mit gerichteter Energieeinbringung bzw. Lichtbogendrahtauftragschweißen) vergleicht [6, 59]. Die Bedeutung der Abkühlgeschwindigkeit ( $= G \cdot R$ , wobei  $G$  der Temperaturgradient und  $R$  die Erstarrungs- oder Wachstumsrate ist) beruht auf der Tatsache, dass sie die Längenskala des Erstarrungsgefüges steuert. Darüber hinaus bestimmt das Verhältnis von  $G / R$  die Erstarrungsmorphologie [59-61].

Die Zellstruktur ist ein komplexes dreidimensionales Netzwerk, das aus länglichen röhrenförmigen Säulen besteht, die allgemein als Zellen bezeichnet werden. Die Wände der Zellen weisen eine elementare Mikro-Segregation von Cr und Mo sowie eine hohe Versetzungsdichte auf, die wesentlich zu einer Gesamtversetzungsdichte in der Größenordnung von  $10^{14} \text{ m}^{-2}$  für PBF-LB/M/316L beiträgt [62]. Die länglichen Zellen wachsen epitaktisch aus der jeweils zuvor aufgetragenen Schicht während des Erstarrungsprozesses in der für kubische Kristalle bevorzugten kristallographischen Wachstumsrichtungsfamilie  $\langle 001 \rangle$  [6, 60, 63] und parallel zum Temperaturgradienten, der wiederum senkrecht zu den Schmelzbadgrenzen verläuft [64]. Die  $\langle 001 \rangle$  Richtung des Wachstums der Zellen steht im Einklang mit einem dendritischen Wachstum oder zellähnlichen dendritischen Strukturen [62, 65, 66]. Der Temperaturgradient variiert lokal innerhalb des Schmelzbads [64]. Daher entwickeln sich innerhalb eines Schmelzbads unterschiedliche Erstarrungsfronten, die dazu führen, dass die Zellen zum Koordinatensystem der Probe in unterschiedliche Richtungen und in unterschiedlichem Ausmaß wachsen; wie beispielsweise von Chen et al. und Sun et al. aufgezeigt wurde [16, 67]. Durch den kompetitiven Wachstumsmechanismus und die längliche Natur der Zellen können sie in Regionen mit einer bestimmten kristallographischen Orientierung sowohl in gleichachsiger als auch in länglicher Morphologie auftreten [16, 65]. Die Zellgröße, die in der Regel in einer Ebene senkrecht zur Längsachse der länglichen Zellen

bestimmt wird, liegt normalerweise unter  $1\ \mu\text{m}$  [65, 68-70]. Die Zellgröße hängt von den Herstellungs- und Erstarrungsbedingungen, die sogar innerhalb einer einzigen Spur variieren können, sowie von der Lage der Zelle im Verhältnis zum Schmelzbad ab [71-73].

In der zellulären Struktur hängt der Ursprung der elementaren Mikrosegregation mit dem dendritischen Wachstum und den schnellen Erstarrungsbedingungen zusammen (in kubischen Materialien richten sich die Mikrosegregationsmuster an den Dendriten in  $\{001\}$ -Ebenen aus [62, 74] und die hohe Versetzungsdichte an den Zellwänden wird in erster Linie durch die Verformung verursacht, die durch thermische Ausdehnung/Schrumpfung in einem eingeschränkten Medium hervorgerufen wird [62]. Die elementare Mikro-Segregation beeinflusst die Ausrichtung und Größe der Versetzungsstruktur, wenn der durchschnittliche Abstand der primären Dendritenarme nahe an der durchschnittlichen Versetzungszellengröße liegt [62]. Darüber hinaus, was die Bildung und Anhäufung von Versetzungen an den Zellwänden betrifft, haben Voisin et al. [65] gezeigt, dass die ausgeschiedenen Partikel, auf die in einem kommenden Absatz eingegangen wird, eine Rolle bei der Zellbildung während der AM-Bearbeitung spielen, indem sie die Versetzungen während der wiederholten thermomechanischen Zyklen an die Zellwände pinnen. Andere plausible Ursachen für die Anhäufung von Versetzungen an den Zellwänden sind die unterschiedliche chemische Zusammensetzung der Zellwände, die zu einer lokalen Mischkristallhärtung führen kann [27, 75], und ein lokal unterschiedlicher Elastizitätsmodul, der dazu beitragen kann, Versetzungen einzufangen bzw. zu erzeugen [65]. Schließlich können einzelne Versetzungen innerhalb der Zellen auftreten und diese können in einigen Fällen mit den Zellwänden verknüpft sein, aber insgesamt ist die Versetzungsdichte im Zellinneren im Allgemeinen viel geringer als die an den Zellgrenzen [68, 76].

Der Literatur nach beträgt die Missorientierung zwischen einzelnen Zellen weniger als  $1^\circ$  bis null Grad, während sie innerhalb der Zellen selbst bis zu  $1,5^\circ$  beträgt [56, 62, 68]. Orientierungsabweichungen treten in zufälligen Mustern und nicht in den länglichen geraden Zellstrukturen auf [62]. Die geringe bis gar nicht vorhandene Missorientierung zwischen benachbarten Zellen wird darauf zurückgeführt, dass die Zellen nicht nur durch die plastische Verformung, sondern erst durch die schnelle Erstarrung entstehen (anders als bei herkömmlichen, dehnungsinduzierten Versetzungszellen) [65].

Ausgeschiedene Partikel, auch Nanopartikel, nanoskalige Oxideinschlüsse oder Oxidpartikel genannt (ab hier vereinfacht als Partikel bezeichnet), sind ebenfalls ein charakteristisches Merkmal der Mikrostruktur von PBF-LB/M/316L. Es wurde berichtet, dass sie sich nicht nur aber hauptsächlich an den Zellwänden befinden [65, 69]. Ihre Größe liegt typischerweise unter  $100\ \text{nm}$  im Durchmesser [59, 65, 68, 69]. In früheren Studien wurden sie als übergangsmetallreiche Silikate, die reich an Si, O und Mn sind (Si-O-Mn-Silikate), oder als Oxidpartikel, die reich an Si und Mn sind, identifiziert. Später wurden sie meist als metastabile amorphe nanoskalige  $\text{MnSiO}_3$ -Rhodonit-artige Nanopartikel identifiziert [56, 70, 77-79]. Die Partikel bilden sich in dem Pulver während des Gasverdünnungsprozesses aufgrund der hohen Affinität von Si und Mn zu Sauerstoff; anschließend dissoziieren sie während des PBF-LB/M-Prozesses und bilden sich während der schnellen Erstarrung erneut [78, 80]. Neben diesen Einschlüssen wurden auch feine Karbide ( $\text{M}_{23}\text{C}_6$ ) an den Schmelzbad- und Subkorgrenzen beobachtet [81].

Bei der Herstellung von 316L mittels PBF-LB/M entsteht in der Regel ein einphasiger, austenitischer Werkstoff. Ob sich zusätzliche Phasen bilden, hängt von der Abkühlgeschwindigkeit [59] und möglicherweise auch von den Prozessparametern ab. Shin et al. [81] haben Delta-Ferrit in ihrem PBF-LB/M/316L-As-Built-Zustand beobachtet.

Die Schmelzbadgrenzen (MPB, engl. *Melt Pool Boundary*) sind die Grenzflächen, die zwischen dem frisch erstarrten Schmelzbad und dem vorhandenen festen Material, auf dem es während eines Schmelzdurchgangs aufgebaut wurde, entstehen [82]. Es handelt sich dabei um dünne Bänder aus segregierten gelösten Elementen, deren Zusammensetzung sich geringfügig vom Inneren des

Schmelzbads unterscheidet [83, 84] und die nach der Erstarrung unter dem Licht- und Elektronenmikroskop sichtbar bleiben. Aufgrund ihrer Natur stellen sie die Form der Scan-Spuren dar [84, 85].

Das Vorhandensein und die Ausbildung der zellulären Struktur, die, wie bereits erwähnt, wiederum von den Prozessparametern abhängt, beeinflusst weitere charakteristische Merkmale der PBF-LB/M/316L-Mikrostruktur wie die Korngrenzen (GB; engl. *Grain Boundary*), die Kornmorphologie und die kristallographische Textur, die in den folgenden drei Absätzen behandelt werden.

Der Mechanismus des konkurrierenden Wachstums der gerichteten Zellen [6] führt zu einer hierarchischen Kornstruktur, die aus Körnern und Subkörnern mit einer komplexen dreidimensionalen Beschaffenheit besteht. Die Kornmorphologie hängt auch von den Prozessparametern ab; z. B. von der Scan-Strategie [86, 87]. Körner und Subkörner werden durch Groß- und Kleinwinkel-Korngrenzen (HAGBs und LAGBs, engl. *High And Low-Angle Grain Boundaries*) getrennt.

Die Subkörner wurden zum Beispiel als Zellpakete beschrieben [65, 88]. Im Gegensatz zu den Versetzungszellwänden sind die LAGBs schmale und gut definierte Grenzen [69], die aus verknäulten Versetzungslinien bestehen [89]. Während die HAGBs eher schlecht dokumentiert sind, haben sich einige Arbeiten bereits mit dem Ursprung und der Natur der LAGBs beschäftigt [65, 89-93].

Abgesehen von dem Einfluss auf die Kornstruktur beeinflusst -ebenso wie die Prozessparameter- der Wachstumsmechanismus der länglichen Zellen verständlicherweise auch die Texturbildung [71, 87, 94, 95]. Einzelheiten zur Texturbildung und -kontrolle sind in der Literatur zu finden [6, 67, 96]. Eine der am häufigsten berichteten Textur in PBF-LB/M/316L besteht aus einer {011}-Texturkomponente in Aufbaurichtung und {001}-Texturkomponenten in Richtung der Laserspuren [16, 64, 65, 67, 97].

Die Entstehung von metallurgischen Defekten (siehe roter Pfad in Abbildung 1-2) hängt vom AM-Herstellungsprozess und den Prozessparametern ab. Im Folgenden werden einige von ihnen angesprochen. Porosität wird verursacht durch (i) Abscheidung oder Schmelzen im Tiefschweißen (*Keyhole*)-Modus, (ii) Einschluss von Gas in Pulverpartikeln während des Pulververdüsungsprozesses oder von Schutzgas oder Legierungsdämpfen im Schmelzbad [6]. Bindefehler können durch einen unzureichenden Energieeintrag, wodurch das Metallpulver nicht vollständig aufschmilzt, und ein unzureichendes Eindringen des flüssigen Metalls in die zuvor erstarrte Schicht verursacht werden [6, 8, 98]. Der Verlust von Legierungselementen ist auf die Verdampfung von Elementen in der Baukammer zurückzuführen [6]. Eigenspannungen sind in der Regel auch vorhanden. Bei der additiven Fertigung von Metallen werden sie durch den thermischen Aufheiz- und Abkühlzyklus verursacht, der durch schnelle Aufheiz- und Abkühlraten und gleichzeitiges Schmelzen der obersten Materialschicht und Wiederaufschmelzen der darunter liegenden und zuvor erstarrten Schichten gekennzeichnet ist [99]. Eine Vorstellung von der typischen Größe der Eigenspannungen kann anhand der Arbeit von Williams et al. [100] vermittelt werden. Sie haben große Zugeigenspannungen von etwa 450 MPa an den äußeren Messflächen einer vertikalen PBF-LB/M/316L-Probe gemessen, die durch hohe Druckeigenspannungen ähnlicher Größe in der Mitte ausgeglichen wurden. Weitere Einzelheiten über die Entstehung anderer metallurgischer Defekte, die durch eine ungeeignete Wahl der Prozessparameter verursacht werden, sind in der Literatur zu finden z. B. in [6, 8].

Als Ergänzung zu den in den vorigen Absätzen dargestellten typischen mikrostrukturellen Merkmalen des As-Built-Werkstoffzustands von PBF-LB/M/316L zeigt Abbildung 2-1 einige relevante Bilder aus der Literatur. Abbildung 2-1a zeigt eine Darstellung der hierarchischen Natur der PBF-LB/M/316L-Mikrostruktur [56]. Darin zeigt (ii) die Kornmorphologie (REM-EBSD), (iii) eine REM-Abbildung im geätzten Zustand, bei der HAGBs, Schmelzbadgrenzen (*fusion boundary*) und die Zellstruktur (*cellular structure*) zu erkennen sind, (iv) und (v) TEM-Abbildungen, bei denen die hohe Versetzungsdichte, die Mikroseggregationen und ausgeschiedene Nanopartikel an den Zellwänden zu erkennen sind, und (vi) eine HAADF-STEM Abbildung (HAADF, engl. *High-Angle Annular Dark Field*) und dazu gehörende EDX-Maps

(Energiedispersive Röntgenspektroskopie), bei denen eine LAGB, sowie die Mikroseggregationen (an Cr und Mo) und Nanopartikel zu erkennen sind. Abbildung 2-1b [16, 65, 67] zeigt in (i) wie innerhalb einer Schmelzbadgrenze abhängig von der lokal unterschiedlichen Richtung des Temperaturgradienten die gerichteten Zellen wachsen können, in (ii) und (iii) ist ersichtlich, wie dieser lokal unterschiedliche Wachstum die Texturentwicklung in der Aufbaurichtung bestimmt und in (iv) bis (vi) ist zu erkennen, wie die anisotropische Natur der gerichteten Zellen das Aussehen dieser bei der (Elektronen-)Mikroskopie in Abhängigkeit von der Schnittebene beeinflusst. Abbildung 2-1c zeigt beispielhaft an DED-L/M/Ti-6Al-4V [101] wie Gasporen (blau markiert, rund) und Bindefehler (schwarz markiert, irreguläre Form) generell bei Metal-AM Legierungen aussehen können.

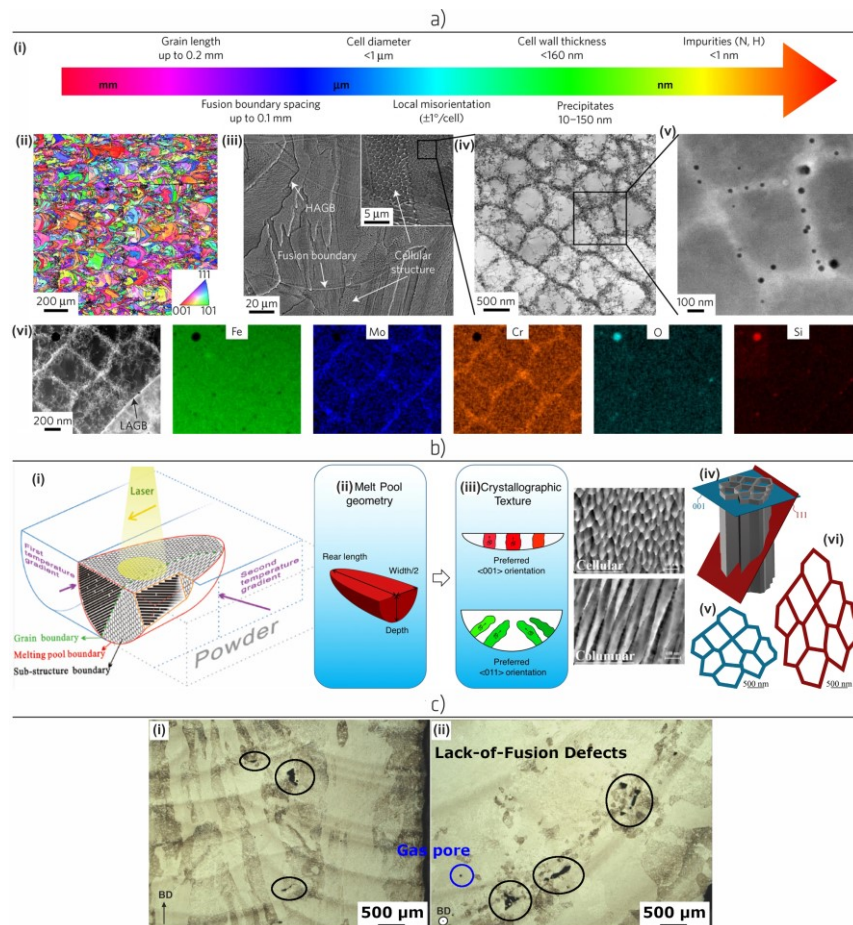


Abbildung 2-1. Ergänzende Bilder zum besseren Verständnis der im Text dargestellten typischen mikrostrukturellen Merkmale des As-Built-Werkstoffzustands von PBF-LB/M/316L. a) Darstellung der hierarchischen Natur der PBF-LB/M/316L-Mikrostruktur, b) Bilder zu den gerichteten Zellen, dem Zellwachstum und der Texturentwicklung, c) Gasporen und Bindefehler (in diesem Fall DED-L/M/Ti-6Al-4V), BD: Aufbaurichtung (engl. Building Direction). Abbildung a) wurde aus Wang et al. [56] mit Genehmigung von Copyright © 2017, Springer Nature Limited reproduziert und modifiziert. Abbildung b) wurde aus Bildern aus Chen et al. [16] (Genehmigung durch © 2022 Elsevier B.V. All rights reserved), Sun et al. [67] (lizenzieren nach CC BY, Copyright 2018, The Author(s)), und Voisin et al. [65] (Genehmigung durch © 2020 Acta Materialia Inc. Published by Elsevier Ltd. All rights reserved) erstellt. Abbildung c) wurde reproduziert und modifiziert aus Ávila Calderón et al. [102] lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Wiley-VCH GmbH (2021).

Alle vorgenannten mikrostrukturellen Merkmale und metallurgischen Defekte beeinflussen das mechanische Verhalten von PBF-LB/M/316L und können sich im Laufe der Zeit in Abhängigkeit von der

thermischen Belastung, der mechanischen Beanspruchung oder einer Kombination aus beidem entwickeln. In den folgenden Abschnitten wird der Stand des Wissens über das mechanische Verhalten von PBF-LB/M/316L und den Einfluss der Mikrostruktur darauf dargestellt.

### 2.3 PBF-LB/M/316L: Mechanisches Verhalten des As-Built-Werkstoffzustands

In diesem Abschnitt wird der Stand des Wissens über die mechanischen Eigenschaften von PBF-LB/M/316L im As-Built-Zustand unter den verschiedenen in dieser Studie untersuchten Belastungsszenarien und die Auswirkungen der im Abschnitt 2.2 vorgestellten mikrostrukturellen Merkmale auf diese Eigenschaften dargestellt. Zunächst wird ein allgemeiner Überblick über die Auswirkungen dieser Merkmale auf das mechanische Verhalten gegeben. Anschließend wird in den Abschnitten 2.3.1, 2.3.2 und 2.3.3 jedes der Belastungsszenarien behandelt.

Die Zellstruktur, die Partikel, die Kornstruktur, die kristallografische Textur und die Schmelzbadgrenzen können die Härte, die Zugversuchskennwerte und die Ermüdungs- und Kriecheigenschaften von PBF-LB/M/316L sowohl hinsichtlich des Verformungs- als auch des Schädigungsverhaltens beeinflussen [16, 32, 56, 68, 69, 76, 79, 83, 103, 104]. Auch die chemische Zusammensetzung, die sich z. B. durch den Verlust von Legierungselementen ändern kann, kann sich auf das mechanische Verhalten auswirken. So wurde beispielsweise für den konventionell hergestellten nichtrostenden Stahl 316L berichtet, dass der C- und N-Gehalt das LCF- und Kriechverhalten beeinflusst [49, 51, 105-109]. Zusätzlich zu diesen Faktoren können auch Eigenspannungen und deren Verteilung eine Rolle spielen, was bereits bezüglich des Zugversuchs- und hochzyklischen Ermüdungsverhaltens (HCF, engl. *High-Cycle-Fatigue*) bei Raumtemperatur berichtet wurde [110-112]. Es ist jedoch bekannt, dass sich Eigenspannungen im Allgemeinen während der Fertigung, nach Einwirkung erhöhter Temperaturen oder nach zyklischer Belastung unter LCF-Bedingungen umverteilen und relaxieren können [113-118]. Der Grad ihrer Auswirkung auf die mechanischen Eigenschaften hängt daher in hohem Maße von der Herstellungsrouten des Materials oder der Probe und den thermomechanischen Belastungsbedingungen ab. Schließlich sind auch Porosität und erhöhte Rauheit Einflussfaktoren auf das mechanische Verhalten. Die Porosität zum Beispiel beeinflusst Berichten zufolge die Zug-, Ermüdungs- und Kriecheigenschaften [14, 83, 119-121].

#### 2.3.1 Härte und Zugversuchseigenschaften

Die Härte von PBF-LB/M/316L bei Raumtemperatur wurde von mehreren Autoren angegeben [59, 70, 85, 122-128]. Die in der Literatur angegebenen Härtewerte streuen stark und reichen von etwa 200 HV bis 280 HV. Diese Werte sind tendenziell höher als die allgemein angegebenen Werte für die konventionell hergestellte Variante von etwa 150 HV bis 220 HV [129]. Die wichtigsten Faktoren, die zur Härte beitragen, sind (i) die Korn-/Zellgröße, (ii) die hohe Versetzungsdichte aufgrund der Ansammlung von Versetzungen an den Zellwänden und (iii) die Partikel [59]. Aufgrund der multiskaligen Natur der PBF-LB/M/316L-Mikrostruktur ist die Härte anfällig für Größeneffekte. Beispielsweise verursacht die anisotrope Morphologie der zellulären Struktur eine orientierungsabhängige mittels Nanoindentation ermittelte Härte [130].

Das Verhalten beim Zugversuch von PBF-LB/M/316L (Raumtemperatur) wurde in den letzten Jahren eingehend untersucht und es wurde sowohl über charakteristische Festigkeits- als auch über Verformungswerte berichtet [56, 65, 68, 83, 85, 103, 112, 126, 131-140]. Das PBF-LB/M/316L besitzt im As-Built-Zustand eine hervorragende Festigkeits-Duktilität-Kombination, die über der von konventionell hergestelltem und nanostrukturiertem 316L liegt [56, 65]. Übliche Werte in der überprüften Literatur reichen für die Dehngrenze von 429 MPa bis 710 MPa, für die Zugfestigkeit von 512 MPa bis 1016 MPa und für die Bruchdehnung von 22 % bis 74 %. Die jeweiligen Durchschnittswerte sind 528 MPa, 650 MPa und 50 %. Dies bedeutet eine wesentlich höhere Dehngrenze (mehr als Faktor 2) und potenziell höhere Dehnungswerte bei ähnlichen Zugfestigkeiten im Vergleich zur konventionell hergestellten Werkstoffvariante [103, 129, 141].

Das Spannungs-Dehnungs-Verhalten ist typischerweise durch eine hohe Dehngrenze gekennzeichnet, welcher ein kontinuierliches gleichmäßiges nahezu ideales plastisches Fließen mit einer eher geringen variierenden Verfestigungsrate folgt, was bei Abwesenheit hoher Porosität zu hohen Dehnungswerten führt [56, 65, 67, 103, 142, 143].

Der Hauptbeitrag zur hohen Dehngrenze ist laut Literatur die Versetzungshärtung aufgrund der hohen Versetzungsdichte im Zusammenhang mit der zellulären Struktur [27, 56, 65, 68, 76, 142], welche im folgenden Absatz ausführlich behandelt wird. Zhong et al. [85] haben aber auch den Beitrag der damit verbundenen Mikroseggregationen hervorgehoben. Der individuelle Beitrag dieser und weiterer mikrostruktureller Merkmale zur Verfestigung wurde untersucht und in einigen Fällen quantifiziert [56, 65, 68, 76]. Also sind die weiteren Beiträge zur Verfestigung nach Cui et al. [76] und Chen et al. [68] die Mischkristallverfestigung (bis zu 30 % der Dehngrenze), die Verfestigung aufgrund der Korngrenzen (bis zu 20 %), die Ausscheidungs- oder Partikelverfestigung (bis zu 7 %) und die intrinsische Verfestigung aufgrund der Gitterreibung (etwa 3 %). Bei der Korngrenzenverfestigung werden sowohl HAGBs als auch LAGBs berücksichtigt [68]. Die Partikelverfestigung wird häufig auf der Grundlage des Orowan-Mechanismus beschrieben [56, 76, 144]. Schließlich wiesen Chen et al. [68] auf die Rolle des Stickstoffs als möglichen Beitrag zur Verfestigung hin: die Dehngrenze von stickstofffreiem austenitischem nichtrostendem Stahl steigt durch die Zugabe von 1,2 % N [145, 146] von 240 MPa auf 900 MPa an.

Die Versetzungshärtung in PBF-LB/M/316L ist zwangsläufig mit einem Mechanismus der Zellwandverfestigung gekoppelt, da die Zellwände im Vergleich zum Zellinneren eine lokal höhere Versetzungsdichte aufweisen ( $7,16 \pm 1,19 \times 10^{14}/\text{m}^2$  bzw.  $2,45 \pm 0,81 \times 10^{14}/\text{m}^2$  in [76]; bis zu  $\approx 10^{16}/\text{m}^2$  für die Zellwände in [65]). Wang et al. [56] zeigten die Bedeutung der Zellwandverfestigung. Unter Anwendung der Hall-Petch-Beziehung und unter Verwendung der Zellgröße als charakteristischen Längenparameter haben sie eine Dehngrenze bestimmt, die fast 90 % des tatsächlichen Werts der Dehngrenze ausgemacht hat. Später wiesen Voisin et al. [65] jedoch darauf hin, dass aufgrund des bevorzugten dendritischen Wachstums in der kfz-Struktur die Verwendung von Zelldurchmessern zur Skalierung der Dehngrenze zu einer Überschätzung führen kann, da der durchschnittliche Zelldurchmesser um fast 50 % zunimmt, wenn er auf die {111}-Gleitebenen projiziert wird. Außerdem haben Voisin et al. [65] darauf hingewiesen, dass das Vorhandensein von Partikeln in den Zellwänden zu einer Verringerung der lokalen Partikelabstände führt, was die Versetzungsbehinderung durch den Orowan-Mechanismus verstärkt. In diesem Zusammenhang schätzten sie den lokalen Anstieg der Scherspannung in den Zellwänden auf bis zu 370 MPa. Schließlich wiesen sie die Existenz einer hohen Dichte von Stapelfehlern in den Zellwänden nach, die weiter zur Stärkung der Zellwände beiträgt [147-149]. Die Bedeutung von Stapelfehlern wurde auch in der Studie von Yin et al. hervorgehoben [141].

Die hohe Gleichmaßdehnung ist mit einem stetigen und fortschreitenden Mechanismus der Kaltverfestigung verbunden, der von der hierarchisch heterogenen Mikrostruktur gesteuert wird, und bei dem Versetzungsgleiten, Verformungszwillinge und die Zellstruktur eine wichtige Rolle spielen [56]. Versetzungsgleiten ist der dominierende Verformungsmechanismus in den frühen Phasen der Verformung [56]. Mit zunehmender Verformung nukleieren Verformungszwillinge an den HAGBs und durchdringen andere Zwillinge, die Zellwände und LAGBs, wodurch Zwilling-Zwilling, Versetzung-Zwilling und Versetzung-Zellstruktur-Interaktionen gefördert werden und somit ein einzigartiges dreidimensionales Netzwerk für fortschreitende und gleichmäßige Kaltverfestigung entsteht [56]. Außerdem wird im Einklang mit dem beobachteten Verfestigungsverhalten angenommen, dass Versetzungen im Inneren der Zellwände und entlang der HAGBs festgehalten werden. Shamsujjoha et al. [150] zeigten, dass Zwillinge vorwiegend in {111}-Ebenen parallel zur Baurichtung entstehen und dass eine höhere Zwillingsaktivität nachweislich mit einer höheren Duktilität zusammenhängt. In der gleichen Argumentationslinie führten Yin et al. [141] und Pham et al. [151] die Duktilität auf den TWIP-Effekt (TWIP, engl. *Twinning-Induced Plasticity*) zurück, was bekannt für die konventionelle 316L-Variante ist. Dabei haben Yin et al. [141] die Bildung von Zwillingen bei verschiedenen Dehnungsgraden nachgewiesen und



darauf hingewiesen, dass die niedrige SFE und die große Korngröße ihre Bildung erleichtern. Pham et al. [151] haben das TWIP-Verhalten auf einen hohen Stickstoffgehalt zurückgeführt, da dieser die SFE senken kann, was zur Dissoziation von Versetzungen führt und die Entstehung von Verformungszwillinge fördert. Dryepont et al. [32] haben berichtet, dass die verformungsinduzierte Texturentwicklung ebenfalls eine Rolle bei der Erhöhung der Duktilität spielen könnte. Schließlich ist bekannt, dass Porosität die Duktilität verringert [83, 120, 152].

Das Verhalten beim Zugversuch von PBF-LB/M/316L bei erhöhten Prüftemperaturen wurde ebenfalls, aber in geringerem Umfang als das Verhalten bei Raumtemperatur untersucht [32, 65, 79, 85, 140, 153]. Dryepont et al. und Byun et al. [32, 79] haben Zugversuche bei Raumtemperatur und zwischen 200 °C und 700 °C sowohl im As-Built-Zustand als auch nach verschiedenen Wärmebehandlungen durchgeführt. In beiden Arbeiten wurde im As-Built-Zustand eine monotone Abnahme der Dehngrenze mit zunehmender Prüftemperatur festgestellt. Die Zugfestigkeit nahm ebenfalls ab und die Duktilität erreichte bei etwa 400 °C – 500 °C ein Minimum. Zhong et al. und Voisin et al. [65, 85] haben Zugversuche zwischen Raumtemperatur und 300 °C durchgeführt und in diesem Temperaturbereich ähnliche Ergebnisse wie Dryepont et al. und Byun et al. erzielt. Akino et al. [140] haben Zugversuche bei Raumtemperatur und 600 °C durchgeführt und berichteten über ähnliche Festigkeitskennwerte wie die bisher genannten Studien. Schließlich wurden bei 600 °C [32, 140] und bei 500 °C [79] gezackte Fließkurven beobachtet, die in letzterem Fall auf DSA zurückgeführt wurden. Die Ergebnisse der Studien von Dryepont et al. und Byun et al. [32, 79] sind in Abbildung 5-10 dargestellt und werden in 6.2.1 diskutiert.

Die Ursache für die temperaturabhängige Abnahme der Festigkeitskennwerte mit ansteigender Prüftemperatur wurde ebenfalls untersucht. Zhong et al. [85] argumentieren, dass die für die Versetzungsbewegung benötigte Energie mit steigender Temperatur abnimmt, was wiederum den Pinning-Effekt zwischen Versetzungen innerhalb der Zellwände schwächt. Dabei wird implizit davon ausgegangen, dass bei höheren Prüftemperaturen die Zellstruktur und die damit verbundene Versetzungshärtung weiterhin den Hauptbeitrag zur Festigkeit leisten. Saeidi et al. [93] zeigten, dass nach einer Wärmebehandlung, die den Aufheizbedingungen vor dem Zugversuch ähnelte, die Zellstruktur zu Beginn der Belastung noch vorhanden war. Auf dieser Grundlage haben sie bestätigt, dass die Zellstruktur bei erhöhten Prüftemperaturen immer noch den Hauptbeitrag zur hohen Dehngrenze leisten kann.

Einige der zitierten Studien haben auch das Verformungsverhalten bei erhöhten Prüftemperaturen untersucht. Dryepont et al. [32] haben auf der Grundlage von post-mortem metallographischen Untersuchungen die Abnahme der Dehnung auf eine Änderung der Verformungsmechanismen zurückgeführt. Während bei Raumtemperatur Verformungszwillinge beobachtet wurden und eine Wechselwirkung mit der Zellstruktur angenommen wurde, wurden bei höheren Prüftemperaturen kaum Zwillinge beobachtet, und es wurde angenommen, dass die Verformung mit Versetzungsbewegungen zusammenhängt. Sie haben darauf hingewiesen, dass das Verhalten typisch für 316L ist, da er eine mäßig niedrige Stapelfehlerenergie aufweist [32, 154]. Bei niedrigen Temperaturen kann eine gewisse Verformung durch Zwillingsbildung angenommen werden und mit steigender Temperatur wird die Verformung durch Versetzungsgleiten aufgrund der thermischen Aktivierung begünstigt. Abgesehen von der Zwillingsbildung haben sie vorgeschlagen, dass die verformungsinduzierte Texturentwicklung ebenfalls eine Rolle bei der Duktilität spielen könnte, da es eine experimentelle Korrelation zwischen größeren Dehnungen, die bei Raumtemperatur beobachtet wurden, und einer stärkeren Texturentwicklung gibt. In der Studie wiesen alle verformten Proben eine starke {001} und {111}-Fasertextur auf; ein bekanntes Zugverhalten für kfz-Systeme, das durch Verformung durch Gleiten dominiert wird [32, 155]. Schließlich schließen Dryepont et al. [32] und Byun et al. [79] nicht aus, dass das beobachtete gezackte Fließen und damit DSA bei Temperaturen zwischen 300 °C und 600 °C eine Ursache für die verringerte Duktilität sein könnte, wie dies auch für die herkömmliche 316L-Variante berichtet wurde [46, 156-158].

### 2.3.2 Low-Cycle-Fatigue

Während es mehrere Studien gibt, die sich mit der Beziehung zwischen den Zugversuchseigenschaften und der Mikrostruktur von PBF-LB/M/316L befassen (siehe Abschnitte 2.2 und 2.3.1), gibt es wenige Forschungsliteratur über das LCF-Verhalten und das damit verbundene Wechselverformungsverhalten.

Die in der Literatur verfügbaren Studien können in zwei Gruppen eingeteilt werden. Eine Gruppe, die für die vorliegende Studie am relevantesten ist, umfasst Versuche, die unter Dehnungskontrolle durchgeführt wurden [14, 16, 104, 134, 159-162]. Eine weitere Gruppe umfasst Versuche, die unter Lastkontrolle durchgeführt wurden und deren Ergebnisse zur Ermüdungslebensdauer in den LCF-Bereich fallen bzw. zyklische Plastizität aufweisen [163-165]. Die meisten dieser Studien haben den As-Built-Zustand untersucht und einige von ihnen haben sich mit den Auswirkungen der Wärmebehandlung [159, 161, 166-171] oder der Prozessparameter [134, 172] befasst. Bisher wurde nur in einer Studie über Ergebnisse bei erhöhter Prüftemperatur berichtet [16].

Was die Ergebnisse bei Raumtemperatur betrifft, haben Pelegatti et al. [14] über ähnliche Ermüdungslebensdauer wie die der auch von ihnen geprüften konventionell hergestellten Variante [45] berichtet. Darüber hinaus haben sie einen Vergleich mit den neuesten Literaturdaten vorgenommen und die ähnlichsten Ergebnisse stammten von Yu et al. [104]. Es wurden ausschließlich leichte Unterschiede bei den höchsten und niedrigsten Dehnungsamplituden aufgrund von Unterschieden bei den plastischen Dehnungskomponenten und der Porosität festgestellt, was sich auch in den zyklischen Spannungs-Dehnungs-Kurven widerspiegelt hat [14]. Der Unterschied zu den Literaturdaten wurde im Allgemeinen auf mehrere Einflussfaktoren zurückgeführt, die sich aus Unterschieden bei der Versuchsplanung und -durchführung ergaben. Die Notwendigkeit einer Standardisierung des Verfahrens zur Charakterisierung der Ermüdungseigenschaften wurde hervorgehoben.

Hinsichtlich des Wechselverformungsverhaltens beobachteten sowohl Pelegatti et al. als auch Yu et al. [14, 104] eine leichte Anfangsverfestigung in den ersten Zyklen, der einer kontinuierlichen zyklischen Entfestigung bis zum Versagen folgte, ohne dabei einen stabilisierten Zustand zu erreichen. Das nicht stabilisierte Wechselverformungsverhalten war ähnlich zu den Ergebnissen bei der konventionellen Variante [38, 173]. Insgesamt ist ein klares Verständnis der mikrostrukturellen Entwicklung und der zugrunde liegenden Ursachen des zyklischen Wechselverformungsverhaltens von As-Built PBF-LB/M/316L bei Raumtemperatur bis heute nicht erreicht worden. Obwohl einige Studien mikrostrukturelle Untersuchungen durchgeführt haben, stützen sich die meisten Interpretationen auf das vorhandene Wissen über die konventionelle Variante. Yu et al. [104] haben die Bildung von Versetzungsstrukturen in Form von Zellwänden nach dem Versagen beobachtet, wie sie auch bei der konventionell hergestellten Variante im zyklischen Zustand vorhanden sind. Sie führten die kontinuierliche zyklische Entfestigung auf die anfänglich hohe Versetzungsdichte und eine Ablösung der Versetzungen von den Zellwänden zurück. Die Anfangsverfestigung könnte laut Yu et al. mit der Bildung von persistenten Gleitbändern und der Zellstruktur korrelieren [36, 104, 174, 175]. Diese Autoren haben auch darauf hingewiesen, dass die Umlagerung von Versetzungen und die mikrostrukturelle Entwicklung stark mit der Stapelfehlerenergie zusammenhängen kann [104].

In einer Reihe von kraftgeregelten Studien bei Raumtemperatur haben Cui et al. [163, 166, 167] die bessere Performance von PBF-LB/M/316L im Vergleich zu z. B. der konventionell hergestellten Variante [163] oder zu der wärmebehandelten Variante [166, 167] auf die Zellstruktur und ihre Fähigkeit zurückgeführt, die Versetzungsbewegung zu blockieren. Demnach unterdrückt die Zellstruktur die Bildung welliger Gleiteigenschaften wie eine zelluläre Versetzungsstruktur, fördert ein verbessertes planares Gleiten, welches die Dehnungslokalisierung verzögert und die Rissbildung verhindert [163]. In [167] haben sie gezeigt, dass gegen Ende der Ermüdungslebensdauer die Zellstruktur die Bildung von Nano-

zwillingen fördert und kontinuierlich mit Versetzungen interagieren kann. Demnach lautet ihre Argumentation, dass die Zellstruktur die Bildung eines massiven Zwilling-Zwilling-, Zwilling-Versetzung- und Versetzung-Zellstruktur 3D-Netzwerks ermöglicht, das die Versetzungsbewegung behindert. Die in dieser Studie untersuchten As-Built, wärmebehandelten sowie konventionell hergestellten 316L-Varianten wiesen jedoch unterschiedliche Dehngrenzen auf. Daher führt die kraftgeregelt Art der Prüfung zu bei der gleichen aufgebracht Last unterschiedlichen Beträgen der Gesamt- und der plastischen Verformung in Abhängigkeit vom Materialzustand. Diese unterschiedlichen effektiv entwickelten Dehnungen könnten eine alternative Erklärung für die in ihrer Arbeit beobachteten unterschiedlichen Verformungsmechanismen und Ermüdungslebensdauer sein.

Das Versagensverhalten wurde ebenfalls von einigen der zitierten Autoren untersucht. Pelegatti et al. [14] haben als Rissinitiierungsstellen halbkugelförmige aus Gaseinschlüssen entstehende Poren und Bindefehler in der Nähe der Oberfläche beobachtet. In der Studie von Yu et al. [104] waren nichtleitende Einschlüsse an der Oberfläche, die vermutlich durch Verunreinigungen in der Baukammer während des Druckvorgangs entstanden sind, die Hauptursachen für die Rissbildung. In beiden Studien wurde auf der Grundlage fraktografischer Beobachtungen berichtet, dass die Rissausbreitung transgranularer Natur war und es wurden sowohl Schwingstreifen als auch Sekundärrisse beobachtet [14, 104]. Die Sekundärrisse wurden auf Ablösungen an den Schmelzbadgrenzen oder auf Risse zurückgeführt, die von Ebenen unterhalb der Bruchfläche ausgingen [14]. Kluczyński et al. [134] haben hervorgehoben, dass der PBF-LB/M/316L eine komplexere Bruchmorphologie als die konventionell hergestellte Variante hat, welche eine ausgeprägte Schichtstruktur und Risse auf mehreren Ebenen aufweist. In der Studie von Cui et al. [167] war die Rissinitiierungsstelle frei von Schwingstreifen, wies eine Facette auf und die Rissausbreitzzone war hauptsächlich durch Streifen gekennzeichnet, die durch das zyklische Vorranschieben des Risses entstanden sind. Schließlich wurden bei der Analyse von Schlifflinien in [104] Verformungszwillinge nachgewiesen, die bei der kleinsten Dehnungsamplitude nur an der Rissspitze auftraten. Es wurde angenommen, dass die Verformungszwillinge die Rissausbreitung behindern, mit der lokalen Spannungskonzentration korrelieren und eine Rolle bei der Plastizität spielen.

Bei erhöhten Prüftemperaturen führten Chen et al. [16] dehnungskontrollierte Versuche an PBF-LB/M/316L im As-Built-Zustand sowie an kaltgewalztem lösungsgeglühtem 316L bei 550 °C durch. Im Vergleich zur konventionell hergestellten Variante zeigte die PBF-LB/M/316L-Werkstoffvariante längere Ermüdungslebensdauer vor allem bei den kleineren Dehnungsamplituden. Außerdem war insgesamt die Spannungsamplitude bei der PBF-LB/M/316L-Variante höher, was auf eine höhere zyklische Festigkeit hinweist. Darüber hinaus hat die PBF-LB/M/316L eine geringere Übergangslbensdauer,  $N_T$ , aufgewiesen, wie dies auch bei Raumtemperatur der Fall ist, wenn man die veröffentlichten Ergebnisse von Pelegatti betrachtet [14, 45].

In Bezug auf das Wechselverformungsverhalten zeigt die PBF-LB/M/316L-Variante bei erhöhten Prüftemperaturen ein stabileres Verhalten als die konventionell hergestellte Variante, das durch ein zyklisches Entfestigungsverhalten und eine Anfangsverfestigung in wenigen Zyklen bei den höchsten Dehnungsamplituden (0,8 % und 1,0 %) gekennzeichnet ist, wie dies bei Raumtemperatur der Fall ist [14, 104]. Der Grad Entfestigung hat eine Abhängigkeit von der Dehnungsamplitude gezeigt. Nach Chen et al. [16] liegt die Ursache der Entfestigung auf folgenden Aspekten der mikrostrukturellen Entwicklung: (i) Vergrößerung der Zellstruktur, (ii) Texturwicklung, (iii) Abnahme der geometrisch notwendigen Versetzungen (GND, engl. *Geometrically Necessary Dislocation*) und iv) Abnahme der Kleinwinkelkorngrenzen. Interessanterweise war die mikrostrukturelle Entwicklung bei höheren Dehnungsamplituden deutlicher zu erkennen, was im Gegensatz zu den geringeren Graden der Entfestigung stand. Die Anfangsverfestigung wird auf die größere plastische Verformung bei höherer Dehnungsamplitude zurückgeführt. Schließlich wurde gezeigt, dass PBF-LB/M/316L kein Masing-Verhalten aufweist, was darauf hindeutet, dass die Entwicklung der Mikrostruktur von der Dehnungsamplitude abhängt [16, 176, 177].

Was das Versagen bei erhöhter Prüftemperatur angeht, so waren in der Arbeit von Chen et al. [16] die Rissinitiierungsstellen meist Bindefehler, aber es wurde auch Rissinitiierung an der Oxidationsschicht beobachtet. Auf der Bruchfläche wurden grobe Streifen und Sekundärrisse beobachtet. Die Abstände der groben Streifen nahmen mit zunehmender Dehnungsamplitude zu, was auf die Ausdehnung des plastischen Bereichs pro Zyklus aufgrund der höheren Dehnungsamplitude und der kontinuierlich abnehmenden Festigkeit zurückgeführt wurde. Die mehrfache Rissbildung wurde auf Bindefehler zurückgeführt. Schließlich haben die Autoren vorgeschlagen, dass die Rissausbreitung einfacher ist, wenn die Rissfront parallel zur Aufbaurichtung verläuft, da der Riss während der Ausbreitung auf weniger Korngrenzen trifft und das damit verbundene „Klettern von Korngrenzen“, das sich in stufenförmigen Merkmalen auf der Bruchoberfläche widerspiegelt, verringert wird.

### 2.3.3 Kriechen

Ähnlich wie das LCF-Verhalten (siehe Abschnitt 2.3.2) ist auch das Kriechverhalten von PBF-LB/M/316L im Vergleich zur Mikrostruktur und den Zugeigenschaften bis dato eher wenig untersucht worden (siehe Abschnitte 2.2 und 2.3.1).

Die meisten der bisher veröffentlichten Studien konzentrieren sich auf den As-Built-Zustand. Die Auswirkungen der Orientierung der Proben bezüglich der Aufbaurichtung sowie der Prozessparameter auf die Schädigung und Verformungsmechanismen wurden dabei berücksichtigt. Li et al. [178] haben über Kriechversuche bei Temperaturen von 550 °C, 600 °C und 650 °C berichtet. Sie haben sowohl PBF-LB/M/316L als auch konventionell hergestelltes 316H untersucht. Williams et al. [119] haben doppelt gekerbte Prüfkörper bei 650 °C unter multiaxialen Belastungsbedingungen geprüft. Yoon et al. [179] haben kleine Prüfkörper (3 mm Durchmesser, 22,5 mm Messlänge) bei 650 °C geprüft. Jong et al. [180] haben Small-Punch-Kriechversuche bei 650 °C durchgeführt.

Bei einem groben Vergleich mit den Literaturdaten der konventionell hergestellten 316L-Variante, sind die bisher berichteten Bruchzeiten bei der PBF-LB/M/316L-Variante kürzer [119, 178, 179]. In Bezug auf die Kriechverformung haben Li et al. [178] vorgeschlagen, dass die Zellstruktur die Spannungsabhängigkeit der Kriechrate beeinflusst. Sie wiesen darauf hin, dass sie die Fähigkeit der Versetzungsmultiplikation begrenzt, was dazu führt, dass die minimale Kriechrate in kurzer Zeit erreicht wird.

Im Hinblick auf das Schädigungsverhalten können auch weitere mikrostrukturelle Merkmale das Kriechverhalten beeinflussen [119, 178, 179]. Yoon et al. [179] haben das Auftreten von Rissbildung an Korngrenzen beobachtet. Williams et al. [119] berichten über große transgranulare Risse und interkristalline Kriechmikrorisse, die offenbar hauptsächlich durch Bindefehler und in geringerem Maße durch Gasporosität entstanden sind. Es wurde angenommen, dass die interkristallinen Mikrorisse ein Produkt des Zusammenwachsens von Kriechhohlräumen an den Korngrenzen sind, die an sowohl senkrecht als auch nahezu parallel zur Aufbaurichtung verlaufenden Korngrenzen beobachtet wurden. Der endgültige transgranulare Bruch war auf die Verzweigung und Verknüpfung der Mikrorisse durch mehrere Defekte und über mehrere Ebenen hinweg zurückzuführen. Das untersuchte Material hatte einen Defektvolumenanteil von weniger als 0,5 %. In der Arbeit von Li et al. [178] war die Entstehung von Rissen an Korngrenzen der dominierende Versagensmechanismus. Die Körner waren sehr langgestreckt und die Risse sind hauptsächlich entlang der Korngrenzen senkrecht zur Belastungsrichtung gewachsen. Es wurden einige große Risse gemischt mit einer hohen Dichte von Mikrorissen festgestellt, die an den Korngrenzen verteilt waren. Der Volumenanteil der Defekte in der untersuchten Region betrug 0,1 %, wobei er zur Mitte hin höher und konzentrierter war (0,18 %).

## 2.4 PBF-LB/M/316L: Effekt der Wärmebehandlung

Erhöhte Temperaturen, die über einen längeren Zeitraum gehalten werden, können Veränderungen in der Mikrostruktur von PBF-LB/M/316L verursachen. Die Veränderungen können jedes der im Abschnitt

2.2 vorgestellten Mikrostrukturmerkmale betreffen. Dieses Phänomen kann grundsätzlich während einer Wärmebehandlung oder der Aufheizphase vor der Versuchsdurchführung bei erhöhten Prüftemperaturen auftreten. Die mikrostrukturellen Veränderungen wirken sich auf die mechanischen Eigenschaften aus. In diesem Abschnitt werden im Abschnitt 2.4.1 die aktuellsten Erkenntnisse über die Auswirkungen von Wärmebehandlungsverfahren auf die PBF-LB/M/316L-Mikrostruktur und im Abschnitt 2.4.2 auf die Härte sowie auf die Zug-, LCF- und Kriecheigenschaften dargestellt.

Ausgehend von den Kenntnissen über die Wärmebehandlung der konventionell hergestellten 316L-Variante haben mehrere Studien die Auswirkungen verschiedener Wärmebehandlungsstrategien auf die Mikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften von PBF-LB/M/316L untersucht [32, 65, 69-71, 77, 79, 81, 83, 89, 97, 123, 126-128, 133, 135, 140, 142, 159-161, 169, 170, 181-188]. Bei der konventionell hergestellten 316L-Variante werden zwei Arten von Wärmebehandlungen angewendet: Lösungsglühen und Spannungsarmglühen. Das Lösungsglühen wird in der Regel zwischen 1010 °C und 1120 °C durchgeführt, um die Karbide im Austenit-Mischkristall aufzulösen, gefolgt von einem Abschrecken (z. B. in Wasser), um die Karbidbildung zu unterdrücken [29, 30, 59]. Der empfohlene Temperaturbereich für das Spannungsarmglühen liegt zwischen 230 °C und 400 °C für bis zu mehreren Stunden, was zu minimalen mikrostrukturellen Veränderungen führt [29, 59]. Höhere Temperaturen als 400 °C führen zu einem ausgeprägteren Spannungsabbau, können aber gleichzeitig andere mikrostrukturelle Merkmale beeinträchtigen [29, 59]. Laut ASM International ist beim geschweißten 316L eine Wärmebehandlung bei Temperaturen über 870 °C erforderlich, um eine deutliche Relaxation der Eigenspannungen zu erreichen [30, 115].

#### 2.4.1 Einfluss auf die Mikrostruktur

In den Studien, die die Auswirkungen verschiedener Wärmebehandlungsstrategien auf die Mikrostruktur von PBF-LB/M/316L untersucht haben [32, 65, 69, 71, 77, 79, 81, 83, 89, 97, 127, 128, 133, 135, 169, 181-183], reichen die Temperaturen von 300 °C [133] bis 1400 °C [181] und die Dauer von 6 min [183] bis 100 h [182], wobei die häufigste Dauer 1 h oder 2 h beträgt. Tabelle A1 im Anhang A stellt eine Übersicht über die aktuellsten Studien und die kritischen Wärmebehandlungstemperaturen für ausgewählte mikrostrukturelle Merkmale dar.

Insgesamt verliert die Zellstruktur bei Wärmebehandlungstemperaturen um die 800 °C an Stabilität [59, 65, 69, 97, 181]. In einigen Studien wurde jedoch Instabilität bei 650 °C / 2 h oder 900 °C / 15 min, keine Veränderungen bei 800 °C / 6 min bzw. 15 min oder nur eine Abnahme der Versetzungsdichte an den Zellwänden bei 1100 °C / 1 h festgestellt [71, 93, 135]. Diese Variabilität zwischen einzelnen Studien ist wahrscheinlich auf die mikrostrukturellen Unterschiede im Ausgangszustand sowie auf verschiedene Wärmebehandlungsbedingungen zurückzuführen [59]. Der Begriff „Stabilität der Zellstruktur“ bezieht sich sowohl auf die Versetzungen als auch auf die Mikroseggregationen an den Zellwänden. Veränderungen wie die Vergrößerung des Durchmessers der gerichteten Zellen, die Verringerung der Versetzungsdichte an den Zellwänden, die Veränderung der Versetzungsart oder die Verringerung der Zellwanddicke werden als Anzeichen für einen Stabilitätsverlust angesehen [65, 69, 97, 181]. Li et al. [69] haben beispielsweise detailliert über die Entwicklung verschiedener Aspekte der Zellstruktur nach verschiedenen Wärmebehandlungen berichtet. Alle Wärmebehandlungen hatten eine Dauer von 1 Stunde. Die mittlere Zellgröße hat sich nach Wärmebehandlungen bei 650 °C und 750 °C verringert, bei 800 °C vergrößert und ist nach Wärmebehandlung bei 900 °C unverändert geblieben. Die Zellwanddicke nahm nach Wärmebehandlung bei 650 °C zu und bei 750 °C und 800 °C ab. Nach Wärmebehandlung bei 900 °C wurden die verknäulten Versetzungen in den Zellwänden durch regelmäßige Versetzungsanordnungen ersetzt, welche dünne Sub-Grenzen gebildet haben. Nach den Wärmebehandlungen bei 800 °C und 900 °C wurden nur wenige Versetzungen im Zellinneren beobachtet. Was die Mikroseggregationen betrifft sind nach den Wärmebehandlungen bei 650 °C und 750 °C nur minimale Veränderungen aufgetreten. Nach einer Wärmebehandlung bei 800 °C wurden sie weniger deutlich und

bei 900 °C nicht mehr festgestellt. Yu et al. [159] haben auf der Grundlage von Neutronenbeugungsexperimenten nahegelegt, dass sich die chemische Heterogenität an den Zellwänden nach einer Wärmebehandlung bei 600 °C / 4 h glättet. Eine vollständige Auflösung der Zellstruktur wurde bei 800 °C / 5 h [32], 850 °C / 2 h [128], 1050 °C / 1 h [69, 79], 1000 °C / 1 h [65], 1200 °C / 1 h [97] oder 1100 °C / 5 min [181] beobachtet.

Wärmebehandlungen, bei denen die Zellstruktur vollständig aufgelöst wird, führen häufig zu weiteren signifikativen Veränderungen der Mikrostruktur einschließlich des Auftretens von Rekristallisation, welche zu einer Mikrostruktur führen kann, die der konventionell hergestellten 316L-Variante sehr ähnelt. Der Mechanismus der Rekristallisation wurde ebenfalls bereits untersucht, und Einzelheiten sind z. B. in den Referenzen [78, 86] zu finden. Zu den wichtigsten mikrostrukturellen Veränderungen gehören die Entwicklung der Kornmorphologie [65, 69, 83, 89], das Auftreten von Rekristallisationszwillingen [83, 97] oder Veränderungen der Volumendichte von LAGBs [65, 135, 181]. Häufig berichtete Wärmebehandlungen, die diese Veränderungen verursachen, sind z. B. 1050 °C / 1 h [69, 126], 1100 °C / >30 min [128, 181] und 1200 °C / 1 h [77, 97]. In der Studie von Voisin et al. [65] wurden durch die Wärmebehandlung bei 1200 °C / 1 h alle PBF-LB-typischen Mikrostrukturmerkmale entfernt und eine eher konventionelle Mikrostruktur erzeugt. In einer anderen neueren Studie wurde eine Rekristallisation von 95 % nach 8 Stunden bei 1150 °C festgestellt [86].

Neben den Veränderungen in der Zellstruktur und den mit Rekristallisationsprozessen verbundenen Veränderungen kann sich auch die kristallographische Textur bei der Wärmebehandlung verändern, was von der Dauer der Wärmebehandlung abhängig und nach der Rekristallisation stärker ausgeprägt zu sein scheint [86, 97]. Darüber hinaus können sich auch die Schmelzbadgrenzen nach der Wärmebehandlung auflösen [69, 83, 97, 128].

Die Wärmebehandlung kann auch zur Umwandlung vorhandener Partikel oder Phasen und zur Bildung zusätzlicher Phasen führen [69, 70, 77, 79, 81, 181, 183], oder die Größe, den Gehalt oder die Verteilung von Partikeln beeinflussen [65, 69, 70, 78, 89, 181]. In der Studie von Voisin et al. [65] blieben die Partikel bei allen Wärmebehandlungstemperaturen (bis zu 1200 °C) hinsichtlich ihrer Zusammensetzung reich an Si-O-Mn. In ähnlicher Weise haben Krakhmalev et al. [71] berichtet, dass die Partikel stabil sind und nach einer Wärmebehandlung bis 1050 °C / 15 min weder zusammenwachsen noch ihre Form verändern. In der Studie von Yin et al. [70] wurde nach 700 °C / 100 h keine sichtbare Vergrößerung und Umverteilung der Partikel beobachtet. Im Gegensatz zu den zuvor erwähnten Fällen, in denen die Partikel eher stabil waren, berichten die meisten der untersuchten Studien sowohl von Veränderungen als auch davon, dass einzelne Unterschiede in der Partikelentwicklung durch die Variationen in der anfänglichen Mikrostruktur und Chemie infolge des Fertigungsprozesses beeinflusst werden könnten [69, 89]. Voisin et al. [65] haben berichtet, dass nach Wärmebehandlung bei 1000 °C die Partikel größer werden, während ihre Anzahl abnimmt und einige Partikel sichtbar verlängert sind. In den Untersuchungen von Byun et al. und Li et al. [69, 79] haben sich die Oxidpartikel nach der Wärmebehandlung bei 1050 °C / 1 h von Si-Mn(-Al-Cr)-reichen Oxiden zu Cr-Mn-reichen Oxiden mit minimalem oder keinem Si verändert. In der Studie von Li et al. [69] vergrößerten die Partikel nach 800 °C / 1 h und es haben sich Mo-reiche Ausscheidungen gebildet; nach 900 °C / 1 h lösten sich die Oxidpartikel nahezu auf. Yan et al. [77] haben in-situ beobachtet, dass sich die Partikel bei 1200 °C / 1 h in stabile  $\text{MnCr}_2\text{O}_4$ -Spinellpartikel umgewandelt haben. Kong et al. [126] haben festgestellt, dass die Partikel kleiner wurden und der Gehalt an Si und Mn nach 1050 °C / 30 min abgenommen hat. Chao et al. [181] berichteten über eine erhebliche Vergrößerung der Partikel bei Wärmebehandlung insbesondere bei langen Dauern und hohen Temperaturen z. B. 1100 °C / 8 h und 1400 °C / 10 min. Pinto et al. [78] haben die Vergrößerung der Partikel auf ihre lokale Interaktion mit der Rekristallisationsfront zurückgeführt.

Als Ergänzung zu den in den vorigen Absätzen dargestellten typischen Veränderungen der Mikrostruktur des As-Built-Werkstoffzustands von PBF-LB/M/316L nach Wärmebehandlung zeigt Abbildung 2-2

beispielhaft ausgewählte Ergebnisse aus der Arbeit von Voisin et al. [65], bei der eine 90°-Rotation der Laser-Pfade zwischen einzelnen Schichten erfolgte. Dabei sind typische Veränderungen der PBF-LB/M/316L-Mikrostruktur in Bezug auf Kornmorphologie, Textur, Zellstruktur und Partikel bei verschiedenen Wärmebehandlungstemperaturen dargestellt. Abbildung 2-2a zeigt IPF-Karten (IPF: inverse Polfigur, engl. *Inverse Pole Figure*) und Polfiguren. Die Kornmorphologie scheint bis 800 °C stabil zu bleiben. Die Textur scheint wenig betroffen zu sein und verändert sich merklich nur in ihrer {001}-Komponente (parallel zu den Scan-Vektoren). Abbildung 2-2b zeigt HAADF-STEM-Abbildungen bei zwei Vergrößerungen. Die Zellstruktur verliert Stabilität ab 800 °C. Bei 1000 °C ist sie fast verschwunden. Nur wenige Versetzungen verbleiben entlang der ursprünglichen Zellwände. Bei 1200 °C bestehen keine Reste mehr von der PBF-LB-Mikrostruktur auf dieser Skala. Ab 1000 °C sind die Partikel größer und länglicher geworden und haben sich demnach vermutlich von Rhodonit zu Spinel Partikel umgewandelt [65].

Hinsichtlich der Phasenbildung und -umwandlung haben Saeidi et al. [183] über die Bildung von Ferrit nach 1100 °C, 1400 °C / 6 min Wärmebehandlungen berichtet. Dryepondt et al. [32] haben Cr, Mo reiche Ausscheidungen nach Wärmebehandlung bei 800 °C / 5 h beobachtet [32] und Yin et al. [70] haben eine Reihe interessanter mikrostruktureller Veränderungen dokumentiert. Zu diesen Veränderungen gehören: (i) Karbidausscheidung ( $M_{23}C_6$ ) und Cr-Verarmung an den HAGBs zusammen mit der Bildung von feinen Ausscheidungen, die als  $Mo_3Si$ -Silizide identifiziert wurden und kontinuierlich auf den HAGBs zwischen den (größeren) Karbiden bei 700 °C / 100 h verteilt waren, und (ii) Keimbildung und Wachstum der  $\sigma$ -Phase bei 800 °C. Dabei bildeten sich innerhalb von 30 Minuten Keime der  $\sigma$ -Phase sowohl auf den HAGBs als auch auf den Zellwänden. Nach 100 Stunden betrug der Volumenanteil etwa das Zehnfache des Volumens von der konventionell hergestellten 316L-Variante und nach einer Langzeit-Wärmebehandlung (> 100 Stunden) bildeten sich durch Ostwald-Reifung sehr große  $\sigma$ -Phasenteilchen entlang der HAGBs. Die Keimbildung und das Wachstum der  $\sigma$ -Phase sind schneller als bei der konventionell hergestellten 316L-Variante mit und ohne Kaltverformung verlaufen.

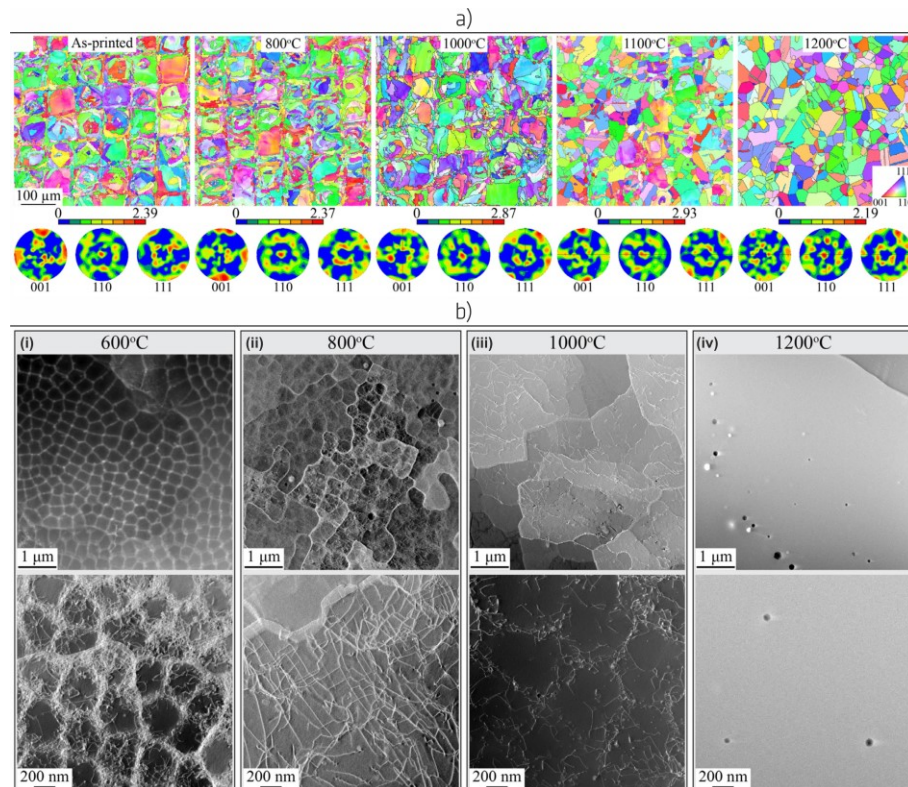


Abbildung 2-2. Auswirkung der Wärmebehandlungstemperatur auf die PBF-LB/M/316L-Mikrostruktur. a) IPF-Karten und Polfiguren, b) Zellstruktur nach Wärmebehandlungen bei verschiedenen Temperaturen (i-iv), wobei HAADF-STEM-Abbildungen bei zwei Vergrößerungen an Proben gezeigt werden, die bei 600, 800, 1000 bzw. 1200 °C wärmebehandelt wurden. Die Abbildung wurde aus Bildern aus der Arbeit von Voisin et al. [65] entnommen mit Genehmigung durch © 2020 Acta Materialia Inc. Published by Elsevier Ltd. All rights reserved reproduziert.

Schließlich kann die Wärmebehandlung auch die Eigenspannungen und deren Verteilung verändern [100, 181, 187]. Chao et al. [181] haben über einen mäßigen bis vollständigen Spannungsabbau von 24 %, 65 % und ~ 90 % nach Wärmebehandlungen bei 400 °C, 650 °C / 2 h und 1100 °C / 5 min berichtet. In der Studie von Williams et al. [100] hat die Wärmebehandlung bei 700 °C / 2 h die Spitzeneigenspannungen um etwa 10 % bei einer vertikalen Probe und um 40 % bei einer horizontalen Probe verringert. Yu et al. [159] beobachteten eine Eigenspannungsrelaxation von ca. 46 % in der Aufbaurichtung nach Wärmebehandlung bei 600 °C / 4 h. Die Relaxation wurde durch die Analyse der Härteergebnisse und Halbwertsbreite rationalisiert und Eigenspannungen vom Typ II und Typ III zugeschrieben, bei denen es sich um die Eigenspannungen auf der Korn- bzw. Gitterskala handelt.

#### 2.4.2 Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften

Einige Autoren haben neben den Veränderungen der Mikrostruktur von PBF-LB/M/316L auch die Entwicklung ausgewählter mechanischer Eigenschaften nach Wärmebehandlung beschrieben. Die meisten der bisherigen Studien konzentrierten sich auf die Härte und die Eigenschaften beim Zugversuch bei Raumtemperatur [65, 70, 83, 123, 126-128, 133, 135, 140, 142, 169, 170, 181-188]. Nur wenige Studien haben über die Auswirkungen auf die Zugversuchseigenschaften bei erhöhter Temperatur [32, 79, 140], die LCF [159-161] oder die Kriecheigenschaften [69] berichtet.

Die Härte variiert nach Wärmebehandlung [59, 70, 123, 127, 128, 142, 170, 182, 184, 185]. Laleh et al. [59] haben einige der in der Literatur vorhandenen Daten für PBF-LB/M/316L bis heute kartiert. Trotz der Streuung in den Daten gibt es eine Tendenz zu einer geringeren Härte nach Wärmebehandlungen oberhalb von 800 °C. Weitere Literatur zu PBF-LB/M/316L, die von Laleh et al. nicht berücksichtigt wurde, deckt sich ebenfalls mit dieser Tendenz [70, 126, 128, 182]. Dieser Härteabfall oberhalb von 800 °C fällt



mit der Stabilitätsschwelle der Zellstruktur zusammen, die im vorherigen Abschnitt erwähnt wurde, was darauf hindeutet, dass die Zellstruktur und die damit verbundene hohe Versetzungsdichte an den Zellgrenzen ein wichtiger Beitrag für die Härte leistet. Yin et al. [70] haben gezeigt, dass eine Langzeit-Wärmebehandlung bei 600 °C (100 h) weder die Zellstruktur noch die Härte beeinflusst hat, die ziemlich konstant bei 230 HV blieb, während eine Wärmebehandlung bei 700 °C / 100 h eine veränderte Zellgröße und etwas niedrigere Härte (221 HV) ergeben hat. Yan et al. [77] haben den individuellen Beitrag der Korngröße, der Versetzungshärtung und der Orowan-Verfestigung durch Partikel begründet, indem sie eine Wärmebehandlung bei 1200 °C für verschiedene Dauer zusammen mit mikrostrukturellen Untersuchungen durchgeführt haben. Obwohl in dieser Studie auch die Vergrößerung der Partikel und die Korngrenzen vor allem nach längeren Einwirkungszeiten eine Rolle gespielt haben, wurde der stärkste Abfall der Mikrohärtigkeit nach 30 Minuten festgestellt und hingte mit der Abnahme der Versetzungsdichte zusammen. Ein ähnliches Ergebnis wurde von Saeidi et al. [93] nach Wärmebehandlung bei 800 °C / 6 min berichtet.

Der Einfluss von Wärmebehandlungen auf die Zugversuchseigenschaften von PBF-LB/M/316L wurde bis dato hauptsächlich bei Raumtemperatur untersucht [65, 83, 126, 127, 133, 135, 140, 169, 170, 181, 183, 186-188]. Laleh et al. und Voisin et al. [59, 65] haben einige der bisher vorliegenden Literaturdaten für PBF-LB/M/316L erfasst. Dort wurde wie im Fall der Härte eine Tendenz zu niedrigeren Dehngrenzen oberhalb von 800 °C festgestellt, die mit dem Beginn der Instabilität der Zellstruktur zusammenfällt, was ihren entscheidenden Beitrag dazu bestätigt. Weitere überprüfte Daten, die in der Studie von Laleh et al. nicht enthalten sind, stimmen ebenfalls gut mit dieser Tendenz überein [32, 79, 83, 97, 135, 140, 186]. Ausnahmen bilden ausschließlich die Arbeiten von Dryepont et al. und Byun et al. [32, 79], bei denen bereits nach 600 °C / 5 h bzw. 650 °C / 1 h Wärmebehandlung trotz unveränderter Zellstruktur eine Abnahme der Dehngrenze beobachtet wurde. Diese Abnahme war jedoch gering im Vergleich zu der beobachteten Abnahme nach einer Wärmebehandlung bei höheren Temperaturen.

Bezüglich der Verformungskennwerte weisen die von Laleh et al. [59] sowie die für diese Arbeit zusätzlich überprüften Daten [32, 79, 140] eine größere Streuung als die Daten bei der Dehngrenze auf und überschneiden sich größtenteils mit den Werten des As-Built-Zustands. Es gibt keine eindeutige Abhängigkeit von der Wärmebehandlung und es ist nicht immer klar, welcher Kennwert angegeben wird. In ausgewählten Fällen hat die Wärmebehandlung über 800 °C zu einer Erhöhung der Bruchdehnung auf Kosten von Festigkeit und Härte geführt [32, 59, 65, 79].

Die Zugfestigkeit folgt im Allgemeinen nicht derselben Tendenz wie die Dehngrenze: sie bleibt nach Wärmebehandlungen unterhalb von 1000 °C entweder ziemlich stabil oder zeigt nur geringe Veränderungen. Oberhalb davon nimmt sie deutlich ab [32, 65, 79, 133]. In Übereinstimmung mit den Werten der Dehngrenze und der relativ konstanten Zugfestigkeit ändert sich auch der Verfestigungsquotient nach der Wärmebehandlung. Während er im As-Built-Zustand eher wenig schwankt, nimmt er nach Wärmebehandlungen -meist bei Temperaturen über 600 °C- nach dem Fließen kontinuierlich ab [65, 97, 127, 135, 186].

Insgesamt führen Wärmebehandlung bei niedrigeren Temperaturen dazu, dass eine gute Kombination aus Festigkeit und Duktilität erhalten bleibt. Wird sie bei Temperaturen  $\geq 800$  °C durchgeführt (und die Zellstruktur zu verschwinden beginnt), gehen die Zugversuchseigenschaften allmählich in Richtung der für die konventionell hergestellte 316L-Variante übliche Werte über, wie Voisin et al. gezeigt haben [65].

Die Wärmebehandlung von PBF-LB/M/316L beeinflusst auch die Zugversuchseigenschaften bei erhöhten Temperaturen [32, 79, 140] sowie das LCF- [159-161] und Kriechverhalten [69]. Dabei ist die Auswirkung der Wärmebehandlung auf das LCF- und das Kriechverhalten bisher die, die am wenigsten umfassend untersucht wurde. In dieser Arbeit wird nur das Kriechverhalten nach der Wärmebehandlung untersucht. Daher wird im Folgenden nur die darauf bezogene Forschung zusammengefasst.

Die Auswirkung einer Wärmebehandlung auf das Kriechverhalten von PBF-LB/M/316L wurde bisher nur von Li et al. [69] beschrieben. Sie haben Wärmebehandlungen bei verschiedenen Temperaturen für jeweils 1 h durchgeführt. Die Bruchzeit stieg nach der Wärmebehandlung bei 650 °C an und nahm dann mit steigender Wärmebehandlungstemperatur bis 900 °C ab, wobei die Zellstruktur noch vorhanden war. Nach der Wärmebehandlung bei 1050 °C, bei der sich die Zellstruktur vollständig auflöste, ist die Bruchzeit wieder leicht angestiegen. Die minimale Kriechrate und die Kriechdehnung folgten einem entgegengesetzten Trend. Die Wärmebehandlungen bei Temperaturen über 650 °C haben sich stark auf das primäre und sekundäre Kriechen ausgewirkt, hatten aber nur minimale Auswirkungen auf das tertiäre Kriechen. Während nach Wärmebehandlungen bei 650 °C und 1050 °C die Kriechdehnung in der tertiären Kriechphase um etwa 10 % abnahm, hat sie sich nach Wärmebehandlungen bei 700 °C und bis 900 °C nicht stark verändert, und die Änderung der Kriechduktilität war hauptsächlich eine Folge der Änderungen der primären und sekundären Kriechdehnung. Die Wärmebehandlungen veränderten auch die minimale Kriechrate. Diese Ergebnisse werden in Kapitel 6 weiter erörtert und diskutiert.

### 3 Ziel der Arbeit

Die im Kapitel 2 dargestellte Literaturübersicht zeigt, dass die PBF-LB/M/316L Werkstoffvariante in den letzten Jahren Gegenstand vieler Studien gewesen ist, die sich mit der Mikrostruktur, den mechanischen Eigenschaften und dem Zusammenhang zwischen Beiden beschäftigt haben. Auch die Auswirkungen von Wärmebehandlungen wurden untersucht. Die Bemühungen um eine Aufklärung der Beziehung zwischen Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften wurden insbesondere im Hinblick auf die Zugversuchseigenschaften bei Raumtemperatur und die Härte unternommen. Die mechanischen Eigenschaften bei erhöhter Temperatur sind bis dato in geringerem Umfang untersucht worden.

Trotz der vielen und wertvollen wissenschaftlichen Anstrengungen, die bisher unternommen wurden, gibt es noch einige wenig erforschte Bereiche im Hinblick sowohl auf die Datenlage als auch auf den Zusammenhang zwischen Mikrostruktur und Eigenschaften. Dazu gehören insbesondere die mechanischen Eigenschaften und die Verformungs- und Schädigungsmechanismen bei erhöhten Prüftemperaturen und nach Wärmebehandlungen bei LCF und Kriechen und die Untersuchung von Werkstoffen mit geringem Porositätsgrad, da in der Literatur oft Porosität und Bindefehler zum Schädigungsmechanismus beitragen.

Dieser Ausgangssituation entsprechend sind die Hauptziele der vorliegenden Arbeit folgende:

- Bestimmung der Kennwerte der PBF-LB/M-Variante des nichtrostendem Stahls 316L, um die aktuell vorhandene Datenlage insbesondere bei hoher Prüftemperatur zu verbessern.
- Beschreibung und Diskussion der mechanischen Eigenschaften/des mechanischen Verhaltens in Bezug auf die Zugversuchs-, LCF- und Kriecheigenschaften.
- Grundlegende Beschreibung der Mikrostruktur und ihrer Entwicklung.
- Grundlegende Beschreibung der Deformations- und Schädigungsmechanismen sowie
- Erlangung eines tieferen Verständnisses der Auswirkungen der PBF-LB/M-Herstellungsrouten auf die Mikrostruktur und die damit verbundenen mechanischen Eigenschaften, die für sicherheitsrelevante Anwendungen von Bedeutung sind, insbesondere die LCF- und Kriecheigenschaften.

Es wird zudem ein Vergleich zu einer konventionell hergestellten Variante desselben Materials dargestellt, welche unter denselben Bedingungen geprüft wird. Der Fokus liegt jedoch auf der Untersuchung der Eigenschaften der PBF-LB/M/316L-Werkstoffvariante. Die Ergebnisse werden mit bestehenden Literaturdaten verglichen. Porosität und Rauheit werden in dieser Arbeit aufgrund der Verwendung geeigneter Fertigungsstrategie und Prozessparameter auf ein Minimum reduziert, was die Isolierung und ein besseres Verständnis der Auswirkungen der anderen typischen Merkmale der PBF-LB/M/316L-Mikrostruktur auf das mechanische Verhalten ermöglicht. Diese Arbeit fokussiert sich daher stärker auf die Mikrostruktur als die meisten bis dato verfügbaren Studien, was eine Untersuchung der intrinsischen Werkstoffeigenschaften ermöglicht.

Um diese Ziele zu erreichen, werden beide Werkstoffvarianten Zugversuchen bei Raumtemperatur, 400 °C und 600 °C, Kriechversuchen bei 600 °C und 650 °C sowie LCF-Versuchen bei Raumtemperatur, 400 °C und 600 °C unterzogen. In Ermangelung konkreter Richtlinien und Normen wird die Charakterisierung zumeist anhand der bestehenden internationalen Prüfnormen und Probengeometrien durchgeführt. Gefügeuntersuchungen werden im Ausgangszustand, nach Unterbrechung von Kriechversuchen und nach dem Versagen vorgestellt. Aufgrund der komplexen hierarchischen Natur der PBF-LB/M/316L-Mikrostruktur erfordert ihre Charakterisierung sowie die der Verformungs- und Schädigungsmechanismen die Verwendung verschiedener zerstörender und zerstörungsfreier Methoden auf mehreren Skalenebenen.

## 4 Methoden und experimentelle Grundlagen

In diesem Kapitel werden die Methoden und experimentellen Grundlagen der in dieser Arbeit durchgeführten Untersuchungen vorgestellt. Das übergeordnete Ziel dieser Untersuchungen war die Erfassung der intrinsischen Werkstoffigenschaften. Aus diesem Grund wurden, unter anderem, als Rohlinge rechteckige Blöcke anstatt von *near-net-shape* Proben hergestellt und eine elektrolytische Politur bei den LCF-Proben durchgeführt. Das Kapitel beginnt mit einer Vorstellung der untersuchten Werkstoffvarianten und Rohlingsgeometrien im Abschnitt 4.1. In den Abschnitten 4.2 und 4.4 werden die Methoden zur Bestimmung der mechanischen Eigenschaften vorgestellt und im Abschnitt 4.3 wird auf die mikrostrukturellen Untersuchungen eingegangen.

### 4.1 Werkstoffe und Rohlinge

In dieser Arbeit wurden zwei Werkstoffvarianten des nichtrostenden Stahls 316L untersucht: eine additiv und eine konventionell hergestellte Variante. Tabelle 4-1 [102] zeigt die chemische Zusammensetzung beider untersuchten Werkstoffvarianten. Diese wurde jeweils an einem Probenstück der jeweiligen Werkstoffvariante bestimmt. Bei der additiv gefertigten Werkstoffvariante wurde das Probenstück bei 450 °C für 4 h wärmebehandelt: HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Werkstoffvariante, oder abgekürzt auch PBF-LB/M/316L-Variante. Mn, Cr, Mo und Ni wurden mit Röntgenfluoreszenzspektroskopie, C und S mit Verbrennungsanalyse, N mit Trägerheigasextraktion, und Si und P mit Atomemissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES) bestimmt. Die Werte in Tabelle 4-1 besttigen, dass es sich bei beiden Werkstoffvarianten um 316L (und nicht 316LN) nach DIN EN 10028-7 [129] handelt. Wie bereits in Tabelle 4-1 ersichtlich, wird in dieser Arbeit die additiv gefertigte Werkstoffvariante als PBF-LB/M/316L und die konventionell gefertigte Werkstoffvariante als HR/316L bezeichnet (HR, engl. *Hot-Rolled*).

Tabelle 4-1. Chemische Zusammensetzung in Gew.-% (nach chemischer Analyse), modifiziert aus [102].

	Fe	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	N
PBF-LB/M/316L	Rest	0,013	0,53	0,97	0,007	0,0044	17,70	12,70	2,33	0,077
HR/316L	Rest	0,017	0,46	1,28	0,030	0,0044	16,90	10,10	2,03	0,045

#### 4.1.1 PBF-LB/M/316L

Die Rohlinge der additiv hergestellten Werkstoffvariante wurden auf einer kommerziellen PBF-LB-Maschine des Typs SLM 280 HL (SLM Solutions Group AG, Lbeck, Deutschland) unter Argon-Gasatmosphre hergestellt. Nichtrostender Stahl 316L-Pulver mit einer Schttichte von 4,58 g/cm<sup>3</sup>, mittlerem Durchmesser von 34,69 µm und einer Partikelgrenverteilung zwischen 10 µm und 45 µm wurde benutzt. Die Perzentile der Partikelgrenverteilung waren: d<sub>10</sub> = 18,22 µm, d<sub>50</sub> = 30,50 µm und d<sub>90</sub> = 55,87 µm. Die PBF-LB-Maschine war mit einem einzelnen kontinuierlich strahlenden 400-Watt Ytterbium-Laser ausgestattet (Wellenlnge 1070 nm, Laserpunktgre etwa 80 µm im Brennpunkt).

Zwei Arten von Rohlingen wurden untersucht: rechteckige Trme mit den Abmessungen 13 mm × 20 mm × 114,6 mm (2292 Schichten) und rechteckige Wnde mit den Abmessungen 13 mm × 80 mm × 82,6 mm (1651 Schichten). Die Trme und Wnde wurden in insgesamt fnf Bauprozessen hergestellt. Bei jedem Bauprozess wurden bis zu 18 Trme und bis zu 3 Wnde erzeugt. Rechteckige Rohlinge wurden anstelle von *Near-Net-Shape* Rohlingen hergestellt, um lokale nderungen der Mikrostruktur und dadurch der Eigenschaften aufgrund geometrischer Vernderungen in der Baurichtung zu vermeiden [189]. Die Prozessparameter sind in Tabelle 4-2 zu finden.

Tabelle 4-2. Prozessparameter PBF-LB/M/316L

Laserleistung	Scangeschwindigkeit	Schraffurabstand	Schichtdicke	Vorwärmung der Grundplatte	Zwischenschichtzeit
P	v	h	$\Delta z$	$T_{sub}$	$t_{LT}$
(W)	(mm s <sup>-1</sup> )	(mm)	(mm)	(°C)	(s)
275	700	0,12	0,05	100	ca. 65

Die Z-Achsen-Abmessung betrug bei den Türmen 114,6 mm und bei den Wänden 82,5 mm, um den Verschnitt beim Entfernen der Türme von der Grundplatte zu kompensieren. Die Rohlinge wurden mit einer Drehung der Scanrichtung um 90° nach jeder Schicht hergestellt. Die Scan-Vektoren verliefen bei den Türmen parallel zu deren Kanten und wurden innerhalb der Querschnitte nicht unterbrochen. Bei den Wänden verliefen sie in einem Winkel von 45° zu den Kanten, um hohe Eigenspannungen bei langen Scan-Vektoren und eine Unterbrechung der Scan-Vektoren zu vermeiden.

Abbildung 4-1 zeigt exemplarische Aufnahmen und Darstellungen der PBF-LB/M/316L-Rohlinge (Türme und Wände), welche im Projekt AGIL benutzt wurden, in welchem diese Arbeit stattfand. Im unteren Teil der Abbildung 4-1a sind Details zu den verwendeten Scan-Strategien zu erkennen sowie die Lage von Prüfkörpern innerhalb der unterschiedlichen Rohlinge exemplarisch dargestellt. Diese Arbeit befasst sich ausschließlich mit der Untersuchung von Prüfkörpern in vertikaler Lage, welche sowohl aus vertikalen Türmen als auch aus Wänden gefertigt wurden (siehe hellblaue gestrichelte Linien in Abbildung 4-1a). Die untersuchten Wände kamen aus Baujobs wie in den Bildern in Abbildung 4-1a. Abbildung 4-1b zeigt in der Mitte die Baujobs, aus welchem die untersuchten PBF-LB/M/316L-Türme kamen. Links wird exemplarisch ihre Position innerhalb eines Baujobs, und rechts ein Turm gezeigt. 002A17f (auf der Stirnseite des Turms) steht für Bauplatte Nr. 2, Position 17.

Die Mehrheit der untersuchten Rohlinge wurde bei 450 °C für 4 h unter Argon-Gasatmosphäre wärmebehandelt (HT450-Wärmebehandlung). Die Abkühlung erfolgte im Ofen. Der daraus entstandene Werkstoffzustand wird als PBF-LB/M/316L/HT450 oder abgekürzt HT450-Zustand bzw. PBF-LB/M/316L-Variante bezeichnet. Ziel der HT450-Wärmebehandlung war ein Abbau der Eigenspannungen bei gleichzeitig keinen wesentlichen Änderungen des Gefüges. Ausgewählte Türme für die Erzeugung von Zug- und Kriechproben wurden zusätzlich zu der HT450-Wärmebehandlung bei 900 °C für 1 h (HT900-Wärmebehandlung) unter Vakuumatmosphäre mit anschließender Abkühlung im Ofen unter Argon-Gasatmosphäre wärmebehandelt. Der daraus entstandene Werkstoffzustand wird als PBF-LB/M/316L/HT900 oder abgekürzt HT900-Zustand bezeichnet. Die HT450-Wärmebehandlung an Türmen erfolgte, als diese noch auf der Grundplatte befestigt waren. Die HT900-Wärmebehandlung erfolgte an bereits von der Bauplatte getrennten Türmen. Außerdem wurden ausgewählte Untersuchungen an Proben durchgeführt, die aus Rohlingen im Herstellungs-(*As-Built*)Zustand stammen: Werkstoffzustand PBF-LB/M/316L/As-Built oder abgekürzt As-Built-Zustand.

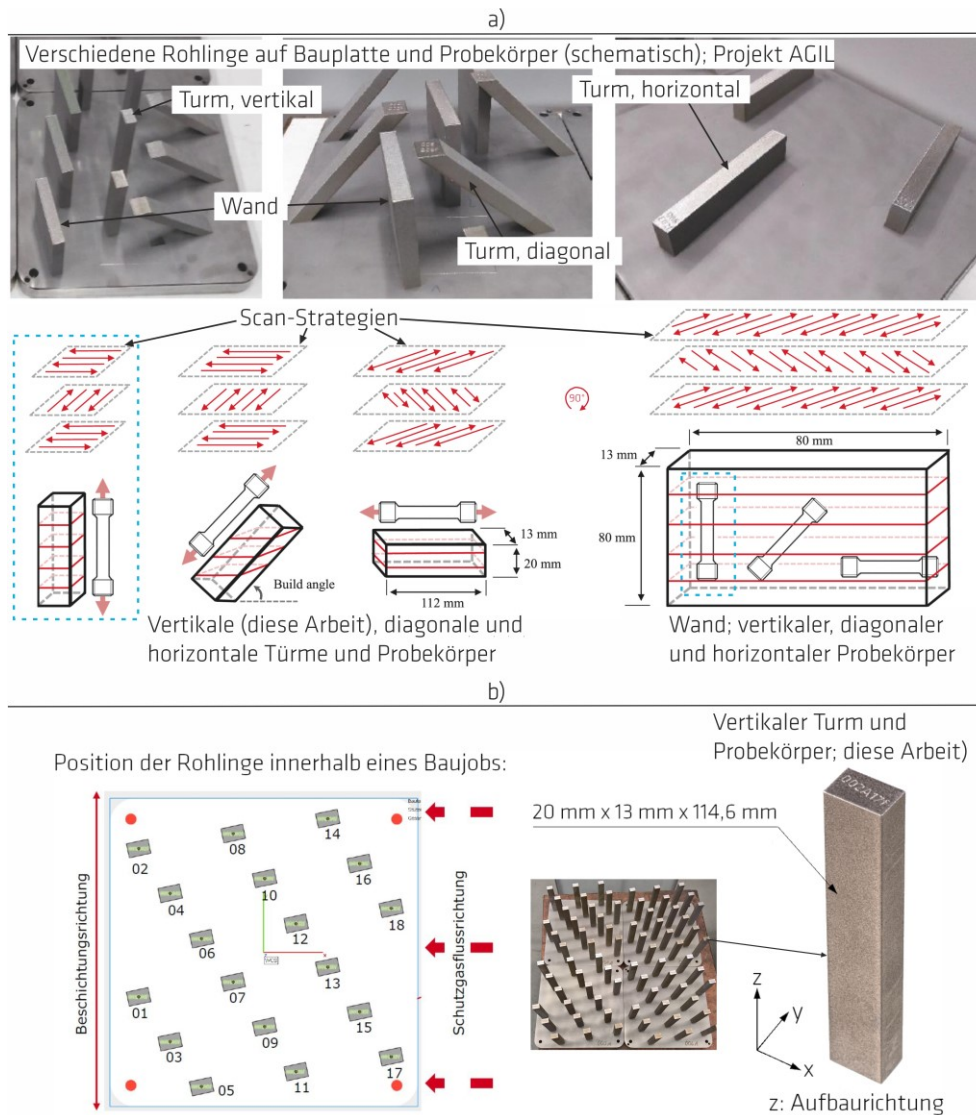


Abbildung 4-1. Exemplarische Darstellung der PBF-LB/M/316L-Rohlinge (Türme und Wände, Projekt AGIL). a) exemplarische Aufnahmen der verwendeten Rohlinge (oben) und Darstellung zur Scan-Strategie und Lage von Prüfkörpern innerhalb der Rohlinge, b) Schematische Darstellung und Aufnahme der Baujobs (links) für die Herstellung der vertikalen PBF-LB/M/316L-Rohlinge (Türme). Bei Abbildung a) wurden Abbildungen aus Charmi et al. [190], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022), reproduziert und modifiziert.

#### 4.1.2 HR/316L-Werkstoffvariante

Als Rohling der konventionellen Werkstoffvariante, abgekürzt HR/316L-Variante, wurde ein warmgewalztes Blech (engl. *Hot-Rolled*) nach DIN EN 10028-7 [129] verwendet. Das Blech hatte die Abmessungen 20 mm × 1000 mm × 500 mm und wurde aus einer größeren Platte durch Plasmaschneiden herausgetrennt (Outokumpu PSC Deutschland GmbH, Heidenheim, Deutschland). Nach dem Warmwalzen wurde das Material bei 1100 °C lösungsgeglüht und anschließend in Wasser abgeschreckt. Das Blech wurde mechanisch mit Sägeband insgesamt in sieben Streifen senkrecht zur Walzrichtung getrennt. Aus jedem Streifen kamen insgesamt 17 bis 18 Blöcke der Abmessungen 135 mm × 20 mm × 20 mm, welche parallel zueinander angeordnet waren. Um Kanteneffekte zu vermeiden, wurden 20 mm von allen Seiten des Blechs ungenutzt gelassen. Alle Blöcke waren in Walzrichtung ausgerichtet. Das Koordinatensystem wurde in diesem Fall wie folgend definiert: z entspricht der Walz- und Belastungsrichtung, y die Normalrichtung (durch die Blechdicke) und x die Querrichtung.

## 4.2 Mechanische Eigenschaften

Aus den Rohlingen der untersuchten Werkstoffvarianten wurden Proben für E-Modul-Bestimmung, Härtemessungen, Zug-, LCF-, und Kriechversuche gefertigt. Die Proben für jede Versuchsart kamen in dem Fall der HR/316L-Variante aus zufällig ausgewählten Blöcken innerhalb des Blechs und in dem Fall der PBF-LB/M/316L-Variante aus zufällig ausgewählten Rohlingen innerhalb der Bauplatten. Es wurden Proben mit rundem Querschnitt in der Prüflänge (Zug-, LCF-, und Kriechversuche) und miniaturisierte Flachzugproben mit *Dog-Bone* Geometrie (Zugversuche) verwendet. Die Prüfung von miniaturisierten Flachzugproben diente der Untersuchung der Entwicklung der Festigkeitskennwerte nach Kriechbelastung. In Übereinstimmung mit diesem Zweck wurde auch der Ausgangszustand anhand Versuche an miniaturisierten Flachzugproben charakterisiert.

Alle Proben mit rundem Querschnitt wurden aus dem mittleren Bereich der jeweiligen PBF-LB/M/316L-Türme und HR/316L-Blöcke herausgearbeitet. Daher stimmten die Schwerpunkte der Proben mit den Schwerpunkten der Türme und Blöcke überein. Dieser Ansatz sollte mögliche Variationen der Eigenschaften durch die Position in Walz- oder Aufbaurichtung vermeiden und dazu beitragen, die Vergleichbarkeit der Eigenschaften zwischen einzelnen Türmen und Blöcken zu gewährleisten. Bei den PBF-LB/M/316L-Wänden stammten die erzeugten Zugproben aus einer der Seiten, und ihr Schwerpunkt war ca. 46 mm von der Grundplatte in Aufbaurichtung entfernt, 7 mm in Breiten-Richtung und mittig in Dicken-Richtung positioniert. Der Nachweis der Vergleichbarkeit der Eigenschaften zwischen Proben aus Türmen und Proben aus Wänden wird im Abschnitt 6.1 adressiert. Die miniaturisierten Flachzugproben für die Charakterisierung der Ausgangszustände (siehe Abschnitt 5.7.1) stammten aus den PBF-LB/M/316L-Wänden sowie aus einem HR/316L-Block. Die miniaturisierten Flachzugproben für die Charakterisierung des Zustandes nach Kriechbelastung stammten aus der mittleren Region des Prüfbereichs der belasteten Kriechproben (unterbrochene Versuche, siehe Abschnitt 5.7.2).

Bei allen in dieser Arbeit berichteten Versuchsergebnissen galt, dass die Lastrichtung im Fall der PBF-LB/M/316L-Variante mit der Aufbaurichtung und im Fall der HR/316L-Variante mit der Walzrichtung übereinstimmte. In den nachfolgenden Abschnitten (4.2.1 bis 4.2.4) werden für jede Versuchsart die Einzelheiten der Probengeometrien und Versuchsdurchführung präsentiert. Technische Zeichnungen und ergänzende Abbildungen zur Probenfertigung sind im Anhang B zu finden. Tabelle C1 im Anhang C stellt eine Übersicht der durchgeführten mechanischen Versuche dar.

Die Mehrheit der Auswertung der Rohdaten erfolgte in Origin (OriginLab Corporation, Massachusetts, USA). Ausgewählte Auswertungen wurden anhand Python-Skripte (Python Software Foundation, Delaware, USA) und BAM-internen Visual-Basic basierten Softwaretools durchgeführt. Bei der Bestimmung der elastischen Eigenschaften wurde emotv6, einer von der Uni Wien zur Verfügung gestellten Software und Microsoft Excel (Microsoft Corporation, Washington, USA) eingesetzt.

### 4.2.1 Zugeigenschaften

Zugversuche wurden an runden Proben (Standard-Proben) bei Raum- und Hochtemperatur und an miniaturisierten Flachzugproben (Miniatur-Proben) bei Raumtemperatur durchgeführt. Die Technik für die Letzten wurde im Rahmen eines anderen Forschungsvorhabens entwickelt. Die Standard-Proben waren B 6 × 36 Zugproben mit rundem Querschnitt und Geometrie gemäß DIN 50125 [191]. Diese hatten Gewindeenden M10, Gesamtlänge 60 mm, Parallele Länge 36 mm mit Durchmesser 6 mm und wurden in dem letzten Fertigungsschritt geschliffen ( $R_z = 6,3 \mu\text{m}$ ). Die Miniatur-Proben waren flache *Dog-Bone* Proben mit Gesamtlänge 32 mm, Parallele Länge 12 mm und Querschnitt der Abmessungen 1 mm x 2 mm im Prüfbereich. Die technischen Zeichnungen der Proben sind in Abbildung B1 und Abbildung B2 im Anhang B zu finden. Die Zugversuche an Miniatur-Proben wurden durchgeführt, um die Entwicklung der Festigkeitskennwerte des Zugverhaltens des PBF-LB/M/316L-Variante nach Kriechbelastung zu untersuchen (siehe Abschnitt 5.6.4).

Die Zugversuche an Standard-Proben wurden bei Raumtemperatur nach DIN EN ISO 6892-1 [192] und bei drei höheren Temperaturen (400 °C, 600 °C und 650 °C) nach DIN EN ISO 6892-2 [193] durchgeführt. Bis zu drei Proben wurden pro Temperatur und Werkstoffvariante geprüft. Eine 100-kN Instron Prüfmaschine (Modell: 4505, Kalibrierungsklasse 1, Instron GmbH, Darmstadt, Deutschland) wurde eingesetzt. Für die Versuche bei Raumtemperatur wurden zwei Dehnungsaufnehmer eingesetzt: Ein MTS-Dehnungsaufnehmer (Modell: 632.12C-21, Kalibrierungsklasse mindestens 1, Nennmesslänge 25 mm; MTS Systems Corporation, Eden Prairie, USA) und ein HBM DD1 Dehnungsaufnehmer (Hottinger Brüel & Kjaer GmbH, Germany, Kalibrierungsklasse 0,2). Die Versuche mit dem HBM DD1 Dehnungsaufnehmer ermöglichten eine genauere Auswertung der Steigung der Spannungs-Dehnungs-Kurve im elastischen Bereich,  $m_E$ , um dem Wert des Elastizitätsmoduls,  $E$ , (siehe Abschnitt 4.2.2) nahe zu kommen. Diese Versuche (HBM DD1 Dehnungsaufnehmer) wurden in Dehnungsregelung mit einer Dehnrates von  $0,00025 \text{ s}^{-1}$  bis 1,0 % Dehnung durchgeführt. Über diese Dehnung hinaus wurde der Dehnungsaufnehmer abgenommen und die Versuche in Traversenregelung bei  $0,24 \text{ mm s}^{-1}$  gefahren. Die Versuche mit dem MTS-Dehnungsaufnehmer wurden dehnungsgeregelt mit einer Dehnrates von  $0,00025 \text{ s}^{-1}$  bis zu 50 % Dehnung durchgeführt, danach wurde der Dehnungsaufnehmer abgenommen und der Versuch in Traversenregelungsmodus umgeschaltet. Für die Versuche bei Hochtemperatur kam ein wassergekühltes MTS-Dehnungsaufnehmer (Modell: 632.51C-05, Kalibrierungsklasse 1, Nennmesslänge 21 mm; MTS Systems Corporation, Eden Prairie, United States) zum Einsatz. Die Hochtemperatur-Zugversuche wurden dehnungsgeregelt mit einer Dehnrates von  $0,00007 \text{ s}^{-1}$  bis 20,0 % Dehnung gefahren, danach wurde analog zu den Versuchen bei Raumtemperatur der Dehnungsaufnehmer abgenommen und der Versuch in Traversenregelungsmodus umgeschaltet. Die Traversengeschwindigkeit nach Abnahme des MTS-Dehnungsaufnehmers bei den Raum- und Hochtemperatur-Zugversuchen entsprach der Empfehlung der Methode A der Norm, um im selben Wertbereich der Dehnrates zu bleiben. Bei den Hochtemperatur-Zugversuchen dauerte das Aufheizen etwa 2,5 Stunden ( $\sim 4 \text{ °C / min}$ ) und die Proben wurden vor der Versuchsdurchführung etwa 1,5 Stunden bei Prüftemperatur gehalten.

Die Zugversuche an Miniatur-Proben erfolgten bis auf die Probengeometrie ebenfalls gemäß DIN EN ISO 6892-1 [192]. Es wurden pro Werkstoffvariante und -zustand inkl. nach Kriechbelastung jeweils drei Proben geprüft. Bei der PBF-LB/M/316L-Variante stammen die Proben aus unterschiedlichen Wänden und Positionen in Breitenrichtung innerhalb der Wände, siehe Abbildung B3 im Anhang B. Es wurden eine 100-kN Instron Prüfmaschine (Modell: 4505, Kalibrierungsklasse 1, Instron GmbH, Darmstadt, Deutschland) und eine 100 kN MTS-Prüfmaschine (Modell: C45.105, Kalibrierungsklasse 1, MTS Systems Corporation, Eden Prairie, United States) eingesetzt. Für diese Versuche kam ein MTS-Dehnungsaufnehmer zum Einsatz (Modell: 632.26C-21, Kalibrierungsklasse 0,5, Nennmesslänge 8 mm; MTS Systems Corporation, Eden Prairie, USA). Diese Versuche wurden vom Anfang an traversengeregelt gefahren. Die Mehrzahl davon wurden mit einer Traversengeschwindigkeit von  $0,003 \text{ mm s}^{-1}$  durchgeführt. Nur bei einem Versuch war die Traversengeschwindigkeit unterschiedlich und betrug  $0,00084 \text{ mm s}^{-1}$ .  $0,003 \text{ mm s}^{-1}$  wurde implementiert, um eine Dehnrates in dem empfohlenen Bereich A des Standards zu erzielen [192]. Der Dehnungsaufnehmer wurde bei allen Versuchen bei unterschiedlichen Dehnungen nach Erreichen der Dehngrenze bei 0,2 % plastischer Extensometer-Dehnung (ab hier 0,2 % Dehngrenze),  $R_{p0,2}$ , von den Proben abgenommen, um ihn vor Beschädigung zu schützen.

Die Messunsicherheit,  $U_M$ , wurde durch Multiplizieren der kombinierten Unsicherheit mit dem Faktor  $k = 2$  (95 % Vertrauensintervall) ermittelt.  $U_M$  berücksichtigt die direkt eingehenden Unsicherheitsquellen (d.h. Messgeräte und Prüfmaschinen) und wurde nach dem UNCERT *Code of Practice* Nr. 7 [194] berechnet.

#### 4.2.2 Elastische Eigenschaften

Der Elastizitätsmodul,  $E$ , der Schubmodul,  $G$ , und die Querkontraktionszahl,  $\nu$ , wurden an dem HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante und an der HR/316L-Variante bestimmt. Von dem



HT450-Zustand wurden die Proben aus einem Turm und von der HR/316L-Variante aus einem Block hergestellt. Einzelheiten zur Probenfertigung sind in Abbildung B6 im Anhang B zu finden. Die Werte des Elastizitätsmoduls wurden als Mittelwert der ermittelten Elastizitätsmodule in Flachkant- und Hochkantrichtung bestimmt. Die Querkontraktionszahl wurde nach der Gleichung  $[E/(2G)] - 1$  jeweils mit den Elastizitätsmodulwerten in Hochkant- und Flachkantrichtung berechnet und der Mittelwert daraus gebildet. Bei dem HT450-Zustand wurden zwei und bei der HR/316L-Variante drei Proben gemessen.

Die E-Modul-Proben waren Stäbe mit rechteckigem Querschnitt der Abmessungen 3 mm x 9 mm x 100 mm. Die Planparallelität der Flächen betrug  $\pm 0,1\%$  für alle Flächen. Um die Proben zu fertigen, wurde die Vorkontur mittels Funkenerosion aus dem jeweiligen Rohling entnommen und anschließend plangeschliffen. Die Längsrichtung der Proben entsprach der Aufbaurichtung und ihre Breite und Dicke derjenigen des entsprechenden Rohlings. Die Probengeometrie folgte den Anforderungen der Norm ASTM E 1875 [195].

Die elastischen Eigenschaften wurden von Raumtemperatur bis 800 °C in 100 °C-Schritten nach ASTM E1875 [195] bestimmt. Die Probentemperatur wurde mittels einer Kalibrierprobe vor den eigentlichen Messungen überprüft. Für die Durchführung dieser Messungen kam eine Elastotron 2000 Anlage zum Einsatz (HTM Reetz GmbH, Berlin, Deutschland / Universität Wien). Diese war mit einem Netzwerkanalysator ausgestattet (Modell: HP8751A, Agilent Technologies, Inc., United States). Bei der Messung wird das Resonanzspektrum durch kontinuierliche Variation der Anregungsfrequenz zwischen 1 kHz und 70 kHz ermittelt und mit dem Netzwerkanalysator aufgezeichnet. Bei der Analyse des Spektrums wird die Resonanzfrequenz in Biegung,  $f_f$ , und Torsion,  $f_t$ , bestimmt. Die Biegeresonanzfrequenz wird in beiden Richtungen der Probe aufgezeichnet: kantenweise in Breitenrichtung,  $f_f(e)$ , und flächenweise in Dickenrichtung,  $f_f(f)$ . Die elastischen Eigenschaften werden aus der Probengeometrie, der Masse sowie aus den gemessenen Resonanzfrequenzen berechnet [195].

#### 4.2.3 Low-Cycle-Fatigue

Die Proben für die LCF-Versuche wurden nach den Anforderungen des Standards ISO 12106 [196] hergestellt. Dabei handelte es sich um Schaftproben mit Durchmesser 12 mm im Einspannbereich, 12 mm Parallelenlänge und 6 mm Durchmesser, siehe Abbildung B4 im Anhang B. In dem letzten Fertigungsschritt wurden sie geschliffen ( $R_a = 0,8\ \mu\text{m}$ ). Aufgrund der verschiedenen Abmessungen der Rohlinge war die Gesamtlänge der Proben je nach Werkstoffvariante unterschiedlich: die Proben aus der PBF-LB/M/316L-Variante waren 110 mm und die aus der HR/316L-Variante 130 mm lang. Alle Proben wurden zusätzlich poliert, um eine Rauheit  $R_z \leq 0,2\ \mu\text{m}$  zu erreichen, welche in der Norm empfohlen wird [196]. Die Politur erfolgte in drei Schritten: Einer ersten mechanischen Vorpolitur folgte eine elektrolytische und eine weitere mechanische Nachpolitur. Die mechanische Politur erfolgte auf einer in BAM-5.2 konstruierten Poliermaschine. Es wurden Filzstifte mit 10 mm Durchmesser (August Rüggeberg GmbH & Co. KG PFERD-Werkzeuge, Marienheide, Deutschland), Diamantsuspension MetaDi Supreme (Buehler ITW Test & Measurement GmbH, Leinfelden-Echterdingen, Deutschland), Diamantpasten „T&O“ und „NORTON“ unterschiedlicher Körnungen (Otelco GmbH, Stuttgart und Saint-Gobain Abrasives GmbH, Wesseling, Deutschland) und als Schmiermittel eine Spezialverdünnung (August Rüggeberg GmbH & Co. KG PFERD-Werkzeuge, Marienheide, Deutschland) eingesetzt. Für die elektrolytische Politur wurde ein vorhandenes Gerät (Eigenbau der BAM) verwendet. Die mechanische Vorpolitur erfolgte mit P600 SiC Schleifpapier und einer 45  $\mu\text{m}$  Körnung Diamant. Die elektrolytische Politur erfolgte in zwei Schritten mit 12 V, 8,9 A (eingestellt) und 6,5 min Polierzeit. Es wurde ein Polierelektrolyt für nichtrostenden Stahl verwendet, der aus Phosphorsäure ( $\geq 25\%$ ) und Schwefelsäure ( $\geq 15\%$ ) mit ionisierten Metallsalzanteilen besteht (Arno Graul GmbH, Mühlacker, Deutschland). Nach jedem Schritt wurde die Probe umgedreht, um einen gleichmäßigen Abtrag über die gesamte Messlänge zu erreichen. Die (spannungsfreie) elektrolytische Politur resultierte in einer Durchmesserreduzierung von

etwa 150  $\mu\text{m}$ . Dadurch sollte ein möglicher Effekt von Oberflächen-Eigenspannungen auf die Ermüdungseigenschaften möglichst ausgeschlossen und damit die Untersuchung der intrinsischen Werkstoffeigenschaften ermöglicht werden. Weitere Informationen über die Messung der Oberflächeneigenspannungen sind im Abschnitt 4.3.3 zu finden. Die mechanische Nachpolitur erfolgte in mehreren Polierschritten bis zu einer 6  $\mu\text{m}$  Körnung und wurde durchgeführt, weil bei den Proben der HR/316L-Variante nach der Elektropolitur mittels Kohärenz-Scaninterferometrie (Gerät: Zygo NewView™ 8000, AMETEK Germany GmbH, BU Zygo, Weiterstadt, Deutschland) Unebenheiten identifiziert wurden, die vermutlich durch die unterschiedliche Leitfähigkeit der Phasen im Gefüge verursacht wurden. Dementsprechend wurden, um die Einheitlichkeit des experimentellen Vorgehens zu sichern, auch die Proben der PBF-LB/M/316L-Variante nachpoliert. Der Durchmesser der Proben wurde als Mittelwert von sechs Messungen bestimmt, welche berührungslos mittels optischer Wellenmesstechnik an drei Stellen in der Messlänge (Mitte der Probe, + 5 mm, - 5 mm) durchgeführt wurden (Maschine: Hommel Etamic C305, Jenoptik Industrial Metrology Germany GmbH, Villingen-Schwenningen, Deutschland). Jeweils wurden zwei Messungen 90° zueinander versetzt durchgeführt. Die Rauheitsmessung erfolgte gemäß DIN EN ISO 4287 [197] mittels eines Tasters mit Tastspitzenradius 2  $\mu\text{m}$  (Hommel-Etamic T1000, Hommel America, New Britain, United States). Jeweils wurden vier Messungen mit einer Taststrecke von 1,5 mm und Tastgeschwindigkeit 0,15 mm/s in Längsrichtung durchgeführt und der Mittelwert daraus berechnet.

Die LCF-Versuche wurden in Dehnungsregelung mit Dehnungsverhältnis  $R_e = -1$  gemäß ISO 12106 [196] durchgeführt. Dieses Dehnungsverhältnis wurde häufig in der Literatur verwendet und erlaubt dadurch eine Vergleichbarkeit mit anderen Arbeiten. Die Dehngeschwindigkeit wurde auf 0,1 %  $\text{s}^{-1}$  fixiert. Ein Dreieck-Belastungs-Signal schließt mögliche Einflüsse einer variierenden Dehnrate aus. Der erste Viertel-Zyklus erfolgte im Zugbereich. Insgesamt wurden bei jeder Werkstoffvariante bis zu fünf Dehnungsschwingbreiten und drei Prüftemperaturen getestet (0,4 %, 0,6 %, 1,0 %, 1,3 %, 1,6 %; Raumtemperatur, 400 °C, 600 °C). Die Prüfparameter wurden anhand der Anwendungstemperaturen der Legierung sowie anhand verfügbarer Literaturdaten ausgewählt. Damit wurde ein Vergleich zu publizierten Ergebnissen für diese Legierung sichergestellt. Die Versuche wurden an einer 100 kN MTS-Prüfmaschine mit elektromechanischem Antrieb durchgeführt (Modell: 8561, MTS Systems GmbH, Deutschland). Die Kraftmessdose wurde gemäß DIN EN ISO 7500-1 kalibriert (Kalibrierungsklasse 1, MPA Kalibrierdienst GmbH, Deutschland). Die Ausrichtung der Spannköpfe wurde gemäß ISO 23788 [198] durchgeführt und entsprach der Klasse 5. Es wurde ein wassergekühlter MTS-Hochtemperatur-Dehnungsaufnehmer benutzt (Modell: 632.51F-08, Kalibrierungsklasse 0,5, Nennmesslänge 10 mm, MTS Systems GmbH, Deutschland). Die Probenerwärmung erfolgte mittels Induktionsheizung. Das Induktionsfeld wurde anhand einer im Labor angefertigten und an die Geometrie der Probe angepassten Kupferspule und einem Wechselstrom-Hochfrequenzgenerator erzeugt (Typ: TruHEat HF 5005 (H), Frequenz: 200 kHz, TRUMPF Hüttinger Elektronik GmbH+Co KG, Freiburg, Deutschland). Die Temperatur der Proben wurde mit einem Thermoelement vom Typ S gemessen und darüber geregelt. Das Thermoelement wurde jeweils im unteren Übergangsradius der Proben angeschweißt. Auf eine Messung und Regelung der Temperatur der Probe mit Thermoelementen innerhalb der Messlänge wurde wegen paralleler Erfahrungen an anderem AM Werkstoff und der -angenommen- hoher Anfälligkeit des PBF-LB/M/316L auf Rissinitiierung an Defekten verzichtet. Jedoch erfolgte für jede Versuchsreihe eine Einstellung des Temperaturprofils in einer Opferprobe mit dem im Radius angeschweißten Thermoelement und drei in der Messlänge angeschweißten und gemäß EURAMET/cg-08 kalibrierten Thermoelementen des Typ S [199]. Dabei wurde die Temperatur kontinuierlich bis zum Erreichen der Prüftemperatur in der Probenmitte erhöht. Der entsprechende Temperaturwert im unteren Radius wurde später im Versuch als Soll-Wert eingestellt. Dieser war in der Regel kleiner als die Prüftemperatur. Grund dafür ist die durch die Induktionsheizung und die gekühlten Einspannungen verursachte inhomogene Temperaturverteilung in der gesamten Probe. Für die Einstellung des Temperaturprofils sowie für die Messung und Regelung der Temperatur während des Versuchs wurden gemäß EURAMET/cg-11/v.01 [200] kalibrierte

Temperatur-Datenerfassungsgeräte von Eurotherm eingesetzt (Modelle: 2604 und 3 x 2216e, Schneider Electric Systems Germany GmbH >EUROTHERM<, Limburg an der Lahn, Deutschland). Die Regelung erfolgte über einen MTS-FlexTest 40 Regler und die Versuchsbedienung über das Station Manager MTS-FlexTest (TM) 40 Version 5.9C 6030 (MTS Systems Corporation, Eden Prairie, United States). Die Datenerfassung erfolgte alle 0,04 s; dies betraf Zeit, Zykluszähler, Dehnung, Kraft, Weg und Temperatur. Die Datenerfassung enthielt nicht die Spitzenwerteerfassung. Die Spitzenwerte wurden nachträglich aus den entstandenen Rohdaten bestimmt. Um die durch die thermische Ausdehnung der Probe bedingte Änderung der Messlänge zu kompensieren, wurde der Dehnungsaufnehmer bei Raumtemperatur mit einer negativen Dehnung angesetzt, welche der abgeschätzten Längenänderung der Probe,  $\Delta L = L \alpha \Delta T$ , entsprach. Der thermische Ausdehnungskoeffizient,  $\alpha$ , wurde jeweils für den ersten Versuch von jeder Werkstoffvariante aus Literaturdaten [201, 202] entnommen und für die anschließenden Versuche anhand der Messdaten des ersten Versuchs korrigiert. Vor dem Beginn jedes Versuchs wurde das Dehnungssignal genullt. Die Erwärmung der Proben erfolgte manuell über das MTS Station Manager und dauerte 5 min bis 10 min. Danach wurde vor dem Versuchsstart jede Probe etwa 20 min auf Prüftemperatur gehalten. Als Versagenskriterium bei den LCF-Versuchen wurde eine Änderung, in den meisten Fällen ein Abfall, der maximalen Spannung von 10 % angewendet. Dafür wurde eine Gerade parallel zu dem Verlauf der letzten Zyklen vor dem Versagen, etwa ab mittlerer Lebensdauer, angepasst und um 10 % versetzt. Der x-Wert, der zum Schnittpunkt der versetzten Gerade mit der Wechselverformungskurve gehört, wurde als Zyklenzahl beim Versagen bzw. Lebensdauer,  $N_{f,10\%}$ , definiert. Bei ausgewählten Versuchen, insbesondere bei den niedrigsten Dehnungsschwingbreiten, war eine Datenreduzierung der Rohdaten erforderlich, um die Lebensdauer zu bestimmen. Diese Datenreduzierung erfolgte mittels einem Python Skript (Python Software Foundation, Delaware, USA).

#### 4.2.4 Kriechen

Die Kriechversuche wurden an glatten Rundzugproben durchgeführt (Gewindeenden M12, Gesamtlänge 100 mm, parallele Länge 60 mm mit 8 mm Durchmesser). In dem letzten Fertigungsschritt wurden sie geschliffen ( $R_z = 3,2 \mu\text{m}$ ), siehe Abbildung B5 im Anhang B. Insgesamt wurden 16 Kriechversuche mit konstanter Last nach DIN EN ISO 204:2019-04 [203] durchgeführt. Davon wurden 13 bis zum Bruch durchgeführt. Die weiteren drei wurden nach Erreichen der minimalen Kriechrate unterbrochen. Die Unterbrechung der Versuche und anschließende Abkühlung der Probekörper fand unter Last statt. Die unterbrochenen Versuche wurden durchgeführt, um die Entwicklung der Mikrostruktur sowie der mechanischen Eigenschaften nach Kriechbelastung beim Erreichen der minimalen Kriechrate zu untersuchen. Die Anfangsprüfspannungen betragen zwischen 175 MPa und 275 MPa mit 25 MPa Steigerung. Die Prüftemperaturen waren 600 °C und 650 °C. An der PBF-LB/M/316L-Variante (HT450-Zustand) und der HR/316L-Variante wurden drei Versuche bei jeder Temperatur bis zum Bruch durchgeführt. An dem HT900-Zustand wurde ein Versuch bei 600 C / 225 MPa bis zum Bruch durchgeführt. Die drei unterbrochenen Versuche wurden an jeder der Werkstoffvarianten bei 600 C / 225 MPa durchgeführt. Drei BAM-modifizierte 20-kN Kriechprüfstände wurden eingesetzt (Mohr & Federhaff AG, Mannheim, Deutschland). Alle Prüfstände hatten Kraft-Kalibrierungsklasse 1 nach DIN EN ISO 7500-2 [204] und waren mit Drei-Zonen-Öfen (Sonderanfertigung von Heraeus Holding GmbH, Hanau, Deutschland) ausgestattet. Die Last wurde per Hand stoßfrei aufgebracht. Die Zeit für die Lastaufbringung betrug zwischen 15 s und etwa 90 s und die Belastungsgeschwindigkeit zwischen 3,05 MPa/s und 11,67 MPa/s. Vor dem Erwärmen der Proben wurde eine Vorlast von 1 kg aufgebracht, um den Laststrang auszurichten und den Dehnungsaufnehmer bei der Erwärmung zu fixieren. Kalibrierte Temperatur-Datenerfassungsgeräte SCXI-1102 von *National Instruments* wurden eingesetzt (National instruments Kft., Debrecen, Ungarn). Die Regelung der Temperatur erfolgte über das Temperatursignal der Öfen. Die Temperatur der Proben wurde mit drei Thermoelementen vom Typ S gemessen, die entlang der Messlänge angebunden waren. Die Thermoelemente wurden nach EURAMET/cg-08 [199] und die Temperatur-Messkette nach EURAMET/cg-11 [200] kalibriert. Für die Erfassung der Dehnung wurden einseitig

wassergekühlte MTS-Hochtemperatur-Dehnungsaufnehmer benutzt (Modell: 632.51C-03, Kalibrierungsklasse 1, Nennmesslängen 50 mm und 52 mm). Die Datenerfassung erfolgte vor Lastaufbringung alle 5 s, während der Lastaufbringung alle 0,1 s und nach der Lastaufbringung, in Abhängigkeit von der Testdauer, alle 1 min bis max. 10 min. Die Zeitbruchdehnung,  $A_u$ , wurde nicht gemessen. Die Zeitbrucheinschnürung,  $Z_u$ , wurde gemäß der Prüfnorm bestimmt [203]. Der Auswahl der Prüftemperaturen sowie der Prüfspannungen basierte auf der Anwendungstemperatur der Legierung und auf verfügbaren Literaturdaten. Damit wurde ein Vergleich zu publizierten Ergebnissen für diese Legierung sichergestellt. Die Dauer des Aufheizens betrug etwa 2,5 Stunden ( $\sim 4$  °C/min) und die Proben wurden vor dem Versuchsstart etwa 1,5 Stunden bei Prüftemperatur gehalten.

### 4.3 Mikrostrukturelle Untersuchungen

Die Untersuchungen der Mikrostruktur hatten das Ziel, ein grundlegendes Verständnis der Beziehung Mikrostruktur-Eigenschaften bei den verwendeten Prozessparametern zu erschaffen. Darum wurden der Ausgangszustand sowie das Deformations- und Schädigungsverhalten untersucht. Die Untersuchungen erfolgten an versagten gebrochenen Proben sowie an nicht-gebrochenen Proben aus unterbrochenen Versuchen. Unterschiedliche Untersuchungstechniken und Geräte wurden verwendet, die die Charakterisierung aller multiskaligen Merkmale der AM-Mikrostruktur ermöglicht haben. Zum Einsatz kamen Lichtmikroskopie (LM), Rasterelektronmikroskopie (REM), Elektronenrückstreubeugung (REM-EBSD), Energiedispersive Röntgenspektroskopie (REM-EDX), Transmissionselektronmikroskopie (TEM), Mikro-Computertomographie (XCT), Neutronenbeugung und Diffraktometrie. Anhand dieser Techniken wurden Korngröße, Kornmorphologie, Phasen, Partikel, Versetzungsstruktur, Defekte und ihre Verteilung im Volumen, Textur und Eigenspannungen untersucht. Tabelle C2 im Anhang C stellt eine Übersicht der Vor- und Nachuntersuchungen dar.

#### 4.3.1 Mikroskopie

Für die Lichtmikroskopie wurden die zu analysierenden Probenstücke zunächst kalt eingebettet und anschließend mit 180 P SiC-Schleifpapier geschliffen. Danach wurden sie in drei Schritten mit SiC-Schleifpapieren der Körnungen 320 P, 600 P und 1200 P weiter geschliffen. Schließlich wurden sie mit Poliertüchern MD Dac, MD Nap und MD-Chem (Cloeren Technology GmbH, Wegberg, Deutschland) poliert. Die Korngrößen waren 3  $\mu\text{m}$ , 1  $\mu\text{m}$  und 0,2  $\mu\text{m}$ . Poliersuspensionen DiaPro Dac, DiaPro Nap-B (Struers GmbH, Willich, Deutschland) und Mastermet II (Buehler, ITW Test & Measurement GmbH, Esslingen, Deutschland) sowie die Poliermittel Diamant (2x) und SiO wurden verwendet. Zum Schleifen und Polieren wurde eine halbautomatische Buehler Phoenix 4000 Maschine (Buehler, ITW Test & Measurement GmbH, Esslingen, Deutschland) eingesetzt. Für Untersuchungen im geätzten Zustand am Lichtmikroskop und am Rasterelektronmikroskop wurden die eingebetteten Proben zusätzlich für etwa 3 s bis 5 s mit Bloech & Wedl Ätzmittel (30 ml dest.  $\text{H}_2\text{O}$ , 30 ml HCl Konz. 37% und 0.6 gr.  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ) geätzt.

Die LM-Bilder wurden mit einem inversen metallurgischen Mikroskop GX71 aufgenommen (Olympus Europa SE & CO. KG, Hamburg, Deutschland). REM-EBSD- und REM-EDX-Messungen wurden mit einem Rasterelektronenmikroskop Leo Gemini 1530 VP (Carl Zeiss Microscopy GmbH, Deutschland) durchgeführt, das mit einem hochauflösenden EBSD-Detektor e-FlashHD und einem EDX-Detektor XFlash 5030 (Bruker Corporation, USA) ausgestattet ist. Für die EBSD-Analyse betrug die Spannung 20 kV, die minimalen und maximalen Pixelgrößen 0,098  $\mu\text{m}$  und 7,9  $\mu\text{m}$ , der Strahlstrom 10 nA und die EBSP-Auflösung 160  $\times$  120 Pixel (Elektronenrückstreumuster, EBSP engl. *Electron backscatter Pattern*). Für die REM-EDX-Messungen betrug die Pixelgröße 24 nm. Ausgewählte mikrostrukturelle Merkmale (z. B. Korngröße) wurden mit der frei verfügbaren Software ImageJ 1.52p. ausgewertet [205]. Das Softwarepaket ESPRIT 1.9.4 (Bruker Corporation, USA) wurde für die Erfassung, Indexierung und Nachbearbeitung der EBSD- und EDX-Daten verwendet.

Die kristallografische Textur wurde aus ausgewählten REM-EBSD-Messungen mit Hilfe der Software MTEX [206] ausgewertet, welche Intensitätsdaten der Orientierungsverteilungsfunktion (ODF: Orientierungsdichteverteilungsfunktion engl. *Orientation Distribution Function*) ausgibt. Die ODFs wurden mit einer Halbwertsbreite von  $4,5^\circ$  berechnet. Es wurde keine Glättung der Daten angewendet.

Korngrößen und Korngrößenverteilungen, Missorientierungs- (MO-)verteilungen, IPF- (inverse Polfigur, engl. *Inverse Pole Figure*) und Missorientierungs- (MO-)karten wurden anhand ausgewählter REM-EBSD-Messungen mit der kommerziellen Software Oxford Instruments Channel 5 (Oxford Instruments HKL, Hobro, Denmark) generiert. Bei diesen Auswertungen wurden weder eine Rauschunterdrückung noch eine Filterung vorgenommen. MO-Verteilungen und MO-Karten wurden anhand korrelierter Missorientierungen bestimmt. Die korrelierte Missorientierung stellt die Ausrichtung eines Pixels in Bezug auf seine unmittelbaren Nachbarn dar. Diese Pixel für Pixel Auswertung ist durch die Pixelgröße beschränkt und bezieht daher nicht unbedingt nur geschlossene Pfade ein. Letztes ist insbesondere bei kleinen MO (z. B.  $< 15^\circ$ ) der Fall (siehe z. B. MO-Karte in Abbildung 5-3d). Trotz dessen stellen MO-Karte eine ausreichend gute visuelle Annäherung zur Verteilung der Missorientierungswerte an Korngrenzen dar. Bei den Missorientierungsverteilungen (siehe z. B. Abbildung 5-3a) basiert die Häufigkeitszählung sowohl bei der PBF-LB/M/316L-Variante als auch, zur Vergleichbarkeit, bei der HR/316L-Variante auf einer Klassenbreite von  $1^\circ$ . Die relative Häufigkeit jeder Klasse wurde bei dem zur Klassenmitte gehörenden Wert geplottet. Dabei wurden Missorientierungswinkel kleiner als  $2^\circ$  nicht berücksichtigt. Dadurch wurden vor allem Noise-Effekte ausgeschlossen (die nominelle Grenze der Winkelauflösung bei REM-EBSD beträgt etwa  $0,5^\circ$  [207]), da die Erfassung von Missorientierungen (MOs) im Inneren der gerichteten Zellen der PBF-LB/M/316L-Variante, die bis zu  $1,5^\circ$  betragen können [56], aufgrund der eingesetzten Pixelgröße nicht möglich war (min.  $1,95 \mu\text{m}$  bei den betroffenen Messungen vs. Zellgröße üblicherweise kleiner  $1 \mu\text{m}$  [65, 68-70]). Bei der kumulierten Häufigkeit,  $f$  (siehe z. B. Abbildung 5-3a) wurde eine Streuung von  $\pm 0,03$  auf Basis von Wiederholmessungen festgestellt. Die kumulierte Häufigkeit (engl. *cumulative frequency*) wurde in dieser Arbeit für Missorientierungs-Klassen bis  $15^\circ$  bestimmt und stellt die Summe der Häufigkeiten der jeweiligen Klassen dar.  $15^\circ$  ist die Winkel-Grenze für die Unterscheidung zwischen LAGBs und HAGBs, siehe Abschnitt 5.1.1 und Abbildung 5-3a.

Die Korngrößen wurden größtenteils mittels REM-EBSD und, in dem Fall von der HR/316L-Variante, auch nach dem planimetrischen Verfahren gemäß ASTM E112-13 [208] bestimmt. Beide Methoden haben vergleichbare Ergebnisse geliefert (siehe Abschnitt 5.1.2). Die Korngröße wurde als Durchschnittswert des Durchmessers von Äquivalentkreisen bestimmt, die die gleiche Fläche des jeweiligen Korns aufweisen. Bei der PBF-LB/M/316L-Variante wurden jeweils min. 3 EBSD-Scans auf Ebenen parallel zur Aufbaurichtung ausgewertet. Jeder der einzelnen Scans umfasste eine Fläche von min.  $3 \text{ mm}^2$ . Die minimale Anzahl an Pixeln, die ein Korn enthalten darf, wurde bei jedem Scan angepasst, um einer Fläche von  $1185,8 \mu\text{m}^2$  zu entsprechen, und die Klassenbreite wurde ebenfalls angepasst. Dadurch wurden in jedem Fall insgesamt mehr als 1500 Körner für die Auswertung der Korngrößenverteilung berücksichtigt und die Vergleichbarkeit mit den Daten von Charmi et al. [190] sichergestellt. Bei der HR/316L-Variante erfolgte die EBSD-Auswertung der Korngröße anhand von einem  $12 \text{ mm}^2$  großflächigen EBSD-Scan auf einer Ebene parallel zur Walzrichtung und die minimale Anzahl an Pixeln für ein Korn wurde auf 10 festgelegt, als es in dem ISO-Standard 13067 empfohlen wird [209]. Dadurch wurden insgesamt mehr als 14000 Körner berücksichtigt. Die Auswertung nach dem planimetrischen Verfahren erfolgte im Bandkontrastbild einer ca.  $500 \mu\text{m} \times 500 \mu\text{m}$  senkrecht zur Walzrichtung durchgeführten EBSD-Messung. Für die Auswertung der Korngrößen nach mechanischer Belastung umfassten die EBSD-Scans bei jedem Werkstoffzustand der PBF-LB/M/316L-Variante eine Fläche von min.  $4 \text{ mm}^2$  und in jedem Fall wurden insgesamt mehr als 750 Körner berücksichtigt. Bei der HR/316L-Variante umfassten die EBSD-Scans eine Fläche von ca.  $4 \text{ mm}^2$  und mehr als 8000 Körner wurden berücksichtigt.

Bei beiden Werkstoffvarianten betrug der zugrunde liegende Missorientierungswinkel  $15^\circ$  und die angegebenen Korngrößen und Standardabweichungen entsprechen jeweils dem aus den betroffenen EBSD-Scans gebildeten Mittelwert.

Für die Untersuchung von Bruchflächen wurden ein Tescan VEGA3 Rasterelektronenmikroskop (Tescan Orsay Holding, a. s. Brno, Tschechische Republik) und ein Lichtmikroskop Keyence VHX-2000 (KEYENCE Deutschland GmbH, Deutschland) verwendet.

Rastertransmissionselektronenmikroskopie (STEM) wurde für eine qualitative Charakterisierung der Versetzungsdichte und Versetzungsstruktur der untersuchten Werkstoffvarianten und deren Interaktion mit Gefügebestandteilen, wie beispielsweise Partikel oder Korn- und Subkorn Grenzen, eingesetzt. Es wurden der Zustand vor der Belastung der As-Built-, HT450-, und HT900-Zustände sowie der HR/316L-Variante und, nach Kriechbelastung bis zum Erreichen der minimalen Kriechrate, bis auf den As-Built-Werkstoffzustand, die entsprechenden Zustände der PBF-LB/M/316L-Variante untersucht. Zur Herstellung der STEM-Proben wurden bei beiden Werkstoffvarianten 0,5 mm dünne Scheiben hergestellt. Vor der Belastung wurden sie parallel (Ebenen XZ bzw. YZ in Abbildung 4-1) und nach Kriechbelastung senkrecht (Ebene XY in Abbildung 4-1) zur Aufbaurichtung/Walzrichtung abgetrennt. Die 0,5 mm dünne Scheiben wurden nach dem Abtrennen beidseitig mit 1200 P Schleifpapier geschliffen, bis eine Dicke von etwa  $100\ \mu\text{m}$  erreicht wurde. Danach wurden sie in einer Zweistrahlanlage elektrolytisch auf Elektronentransparenz gedünnt. Dafür wurde ein Tenupol-3-Gerät (Struers GmbH, Dänemark) bei  $24\ ^\circ\text{C}$  und  $25\ \text{V}$  mit einer Durchflussrate von 3,1 (willkürliche Einheit, d. h., die Zahl ist proportional zur Drehgeschwindigkeit vom Motor, der wiederum die Flussrate bestimmt, ist aber auf einer Skala von 1 bis 10 einheitlos) und einer Mischung aus 95 % Essigsäure und 5 % Salzsäure verwendet. Die STEM-Untersuchungen erfolgten bei einer Beschleunigungsspannung von 200 kV in dem Mikroskop JED-2200FS (JEOL Ltd., Japan), das mit einer Feldemissionskathode, einem in der Säule eingebauten "Omega"-Energiefilter und einem Scanning (S)TEM-Gerät ausgestattet ist.

#### 4.3.2 Mikro-Computertomographie

Die in dieser Arbeit verwendeten XCT-Daten wurden im Fachbereich BAM-8.5 mit verschiedenen XCT-Scannern aufgenommen und sie wurden auch da ausgewertet. Die Mehrheit der in dieser Arbeit verwendeten XCT-Daten wurden im Fachbereich BAM-8.5 mit einem XCT-Scanner GE v|tome|x 180/300 (GE Sensing & Inspection Technologies GmbH, Deutschland) unter Verwendung einer 300 kV-Röntgenquelle bei einer Spannung von 200 kV und einer Stromstärke von  $50\ \mu\text{A}$  aufgenommen. Es wurde ein Silbervorfilter von 0,25 mm Dicke verwendet und Voxelgrößen von  $(5\ \mu\text{m})^3$  und  $(10\ \mu\text{m})^3$  für die Untersuchung von Rundproben und von  $(0,438\ \mu\text{m})^3$  für die Untersuchung eines Stifts mit 0,5 mm Durchmesser erreicht, welcher aus dem oberen Abschnitt einer PBF-LB/M/316L-Wand entnommen wurde. Ausgewählte Zug- und Kriechproben des HT450-Zustands wurden an dem kommerziellen CT-Scanner GE v|tome|x 180/300 (GE Sensing & Inspection Technologies GmbH, Deutschland) unter Verwendung einer 300 kV-Röntgenquelle bei einer Spannung von 200 kV und einer Stromstärke von  $50\ \mu\text{A}$  sowie ein Vorfilter (0,25 mm Ag) gescannt. Es konnte dabei eine Voxelgröße von  $10\ \mu\text{m}$  erreicht werden, die eine räumliche Auflösung von ca.  $20\ \mu\text{m}$  zulässt. Die Untersuchung eines Stifts mit 0,5 mm Durchmesser, welcher aus dem oberen Abschnitt einer PBF-LB/M/316L/HT450-Wand entnommen wurde, wurde an der CT-Beamline BAMline des Synchrotrons BESSY II mit 50 keV durchgeführt. Es konnte eine Voxelgröße von  $0,438\ \mu\text{m}$  erreicht werden. Eine Kriechprobe des HT900-Zustands sowie eine LCF-Probe wurden an einem für die BAM speziell gebauten CT-Scanner durchgeführt. Dieser ist mit einer 225 kV-Röntgenröhre (X-RAY WorX GmbH, Garbsen, Deutschland) und einem 2k Flachpaneldetektor (PerkinElmer, Inc., Waltham USA) ausgestattet. Dabei wurde die Kriechprobe mit diesen Parametern untersucht: Beschleunigungsspannung 210 kV, Strömstärke  $70\ \mu\text{A}$ , Vorfilter 1 mm Kupfer und 0,25 mm Aluminium und es konnte eine Voxelgröße von  $10\ \mu\text{m}$  realisiert werden. Bei den LCF-Proben wurden folgende Parameter verwendet: Beschleunigungsspannung 210 kV, Strömstärke  $60\ \mu\text{A}$ , Vorfilter 1 mm

Kupfer und 0,25 mm Aluminium und es konnte eine Voxelgröße von 5  $\mu\text{m}$  erreicht werden. Zur Filterung der Daten wurde das Plug-in *non local means denoising* [210, 211] in der Open-Source-Software Fiji [212] und zur Analyse der rekonstruierten Volumina wurde die kommerzielle Software VG Studio MAX Version 3.3 (Volume Graphics GmbH, Deutschland) in Kombination mit der Open-Source-Software iLastik [213] verwendet.

### 4.3.3 Eigenspannungen

An ausgewählten Proben wurden Messungen von Oberflächeneigenspannungen mittels Diffraktometrie (OF-ES; BAM-9.4) sowie von Volumen-Eigenspannungen mittels Neutronenbeugung (NB-ES; BAM-8.5) durchgeführt. Die Oberflächeneigenspannungen wurden an Kriech- und LCF-Proben, und die Volumeneigenspannungen an Kriech- und Zugproben durchgeführt. Zu dem Zeitpunkt der Erstellung dieser Arbeit waren nur Ergebnisse zu den Volumen-Eigenspannungen der Zugproben publiziert [190].

Die OF-ES wurden mit einem mobilen Diffraktometer Xstress G3 (StressTech Oy, Vaajakoski, Finnland) unter Verwendung der  $\sin^2\psi$ -Methode [214] bestimmt. Die Parameter für die Erfassung der Beugungspeaks und die Berechnung der OF-ES sind in [110] zu finden. Die Neutronenbeugungsexperimente wurden mit dem winkeldispersiven Diffraktometer E3 am Helmholtz-Zentrum Berlin durchgeführt. Der detaillierte Aufbau des Geräts ist in [215] zu finden. Eine Wellenlänge von  $\approx 1,476 \text{ \AA}$  und einen  $2\theta$ -Winkel von  $86^\circ$  wurden zur Aufnahme der Fe-311-Reflexe verwendet. Die Volumeneigenspannungen wurden mit einem Beugungsmessvolumen von  $(2 \text{ mm})^3$  in fünf Messpositionen auf drei Ebenen bestimmt, welche entlang des Messvolumens von der Zugprobe verteilt waren. Der Abstand zwischen den einzelnen Ebenen betrug 18 mm entlang der Messlänge. Weitere Information zu diesen Messungen inkl. über die verwendeten Messebenen und -positionen sind in [190] zu finden.

### 4.4 Härte

Die Härte wurde bei allen drei PBF-LB/M/316L-Zuständen sowie bei der HR/316L-Variante untersucht. An dem HT450-Zustand wurden die Mehrheit der Härtemessungen an Reststücken von Türmen durchgeführt, die für die Fertigung von Zug- und Kriechproben benutzt wurden. Diese Reststücke waren rechteckig und stammen aus entweder dem oberen oder unterem Bereich von Türmen und direkt nach dem Trennschnitt, der die Türme auf die Gesamtlänge der entsprechenden Proben gebracht hat. Die zu untersuchenden Flächen wurden mechanisch bis zu einer 3  $\mu\text{m}$  Körnung poliert. An einem oberen Reststück wurde die Härte auf drei benachbarten Ebenen (zwei parallel zur Aufbaurichtung und eine senkrecht dazu) vermessen. Auf dem zu dieser Position gehörenden unteren Reststück sowie auf dem Rest der, meist unteren, untersuchten Reststücke wurde nur die Oberfläche parallel zur Aufbaurichtung vermessen. Bei den As-Built-, und HT900-Zuständen wurden ebenfalls Härtemessungen auf senkrecht zur Aufbaurichtung liegenden Oberflächen (untere Reststücke) durchgeführt. Bei der HR/316L-Variante wurden an einem Block, aus welchem die E-Modul-Proben gefertigt wurden, sechs linienförmige Härte-Prüfserien durchgeführt.

Bei allen Prüfreiheiten wurden Vickers-Kleinlasthärtemessungen nach DIN EN ISO 6507-1 [216] durchgeführt. Eine kalibrierte automatische Härteprüfmaschine wurde eingesetzt (Modell: KB 30 SR FA Basic, KB Prüftechnik GmbH, Deutschland). HV1 wurde ausgewählt, um Streuungen zu minimieren, die durch feine mikrostrukturelle Merkmale verursacht werden könnten. Dafür wurde ein Vergleich zwischen der erwarteten Diagonallänge und der Mikrostruktur durchgeführt. Die Messunsicherheit,  $U_M$ , wurde gemäß DIN EN ISO 6507-1, Anhang D, berechnet [216].

## 5 Ergebnisse

Dieses Kapitel stellt die Ergebnisse der durchgeführten experimentellen Untersuchungen dar. Thematisch ist es in drei Teile untergliedert, welche in neun Abschnitten dargestellt werden.

Im Abschnitt 5.1 werden die Ergebnisse der Charakterisierung der Mikrostruktur der untersuchten Werkstoffvarianten vor der Durchführung der Versuche dargestellt. Anschließend werden in den Abschnitten 5.2 bis 5.6 die Ergebnisse der Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften durch Härtemessungen, Zugversuche, Resonanzmessungen, LCF-Versuche und Kriechversuche dargestellt. Schließlich werden in den Abschnitten 5.8 und 5.9 die Ergebnisse der grundlegenden Charakterisierung der Schädigungsmechanismen sowie der Entwicklung der Mikrostruktur dargestellt. Dabei stellt Abschnitt 5.8 die Charakterisierung der Versagensmerkmale durch u.a. fraktografische Untersuchungen und Abschnitt 5.9 die Charakterisierung der Entwicklung ausgewählter mikrostruktureller Merkmale nach dem Bruch und in unterbrochenen Verformungszuständen dar.

Der Fokus der Untersuchungen liegt auf dem HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante und auf der HR/316L-Variante. Ausgewählte Ergebnisse der As-Built- und HT900-Zustände werden auch dargestellt. Die Ergebnisse des HT900-Zustands stellen den Effekt der HT900-Wärmebehandlung auf den HT450-Zustand dar.

Die in diesem Kapitel ausgeführten Ergebnisse wurden zum Teil bereits publiziert. Dies betrifft vor allem (i) die Charakterisierung der Mikrostruktur der As-Built- und HT450-Zustände und der HR/316L-Variante vor der Durchführung der Versuche und (ii) Ergebnisse des mechanischen Verhaltens einschließlich der Kriechversuche (inkl. Nachuntersuchungen) sowie ausgewählter Zugversuchs- und Elastizitätsmodulkennwerte [102, 190, 217, 218].

### 5.1 Mikrostruktur vor der mechanischen Belastung

In diesem Abschnitt wird die Mikrostruktur vor der mechanischen Belastung von den HT450- und As-Built-Zuständen der PBF-LB/M/316L-Variante (Abschnitt 5.1.1), von der HR/316L-Variante (Abschnitt 5.1.2) und schließlich von dem HT900-Zustand (Abschnitt 5.1.3) dargestellt.

#### 5.1.1 PBF-LB/M/316L/HT450 und PBF-LB/M/316L/As-Built-Werkstoffzustände

Den ersten Blick auf die Mikrostruktur des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante liefern die LM-Aufnahmen in Abbildung 5-1a und b. Die in dem Artikel von Charmi et al. [190] beschriebene schachbrettartige Kornmorphologie ist auf der Ebene senkrecht zur Aufbaurichtung, Abbildung 5-1a, gut zu erkennen. Auf der Ebene parallel zur Aufbaurichtung, Abbildung 5-1b, weisen die Körner eine unregelmäßige Form auf, die ein Produkt des epitaktischen Kornwachstums umgeschmolzener Zonen ist. Auf den ersten Blick sind sie in parallelen säulenförmigen Bereichen (ab hier kolumnare Bereiche genannt) übereinandergestapelt und zeigen die in der Literatur beschriebenen "rippelartigen" Formen [56]. Die Korngrenzen (GB) und die Schmelzbadgrenzen (MPB) sind mit schwarzen Pfeilen gekennzeichnet. Zwecks Phasenanalyse wurde neben den in Abbildung 5-1 gezeigten lichtmikroskopischen Aufnahmen ein ca. 12 mm<sup>2</sup> groß EBSD-Scan (Pixelgröße 7,03 µm) ausgewertet. Diese Auswertung ergibt, dass das Gefüge vollständig austenitisch ist, wie die lichtmikroskopische Aufnahme in Abbildung 5-1b aufgrund fehlender anderer sichtbarer Phasen nach dem Ätzen bereits vermuten lässt.



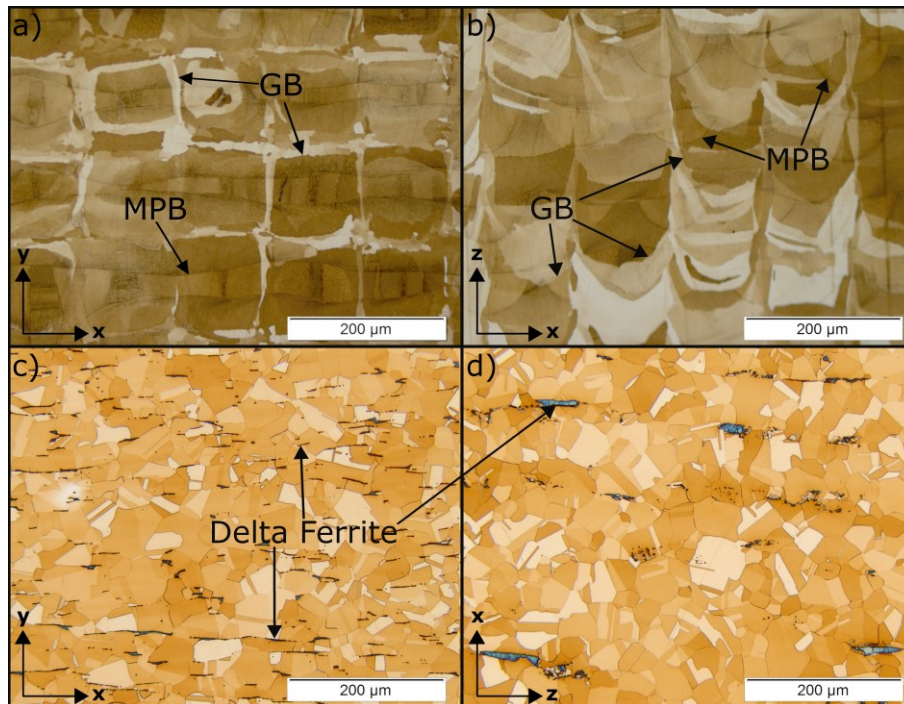


Abbildung 5-1. Ausgangsmikrostruktur (LM) bei Raumtemperatur im geätzten Zustand. a) und b) PBF-LB/M/316L/HT450-Werkstoffzustand, c) und d) HR/316L-Werkstoffvariante. Die Koordinaten wurden im Abschnitt 4.1 erklärt. In allen Bildern entspricht z der Belastungsrichtung. Reproduziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022).

Die XCT-Analyse der Porosität in den untersuchten Rundzugproben (HT450-Zustand) zeigt, dass alle segmentierten Poren kugelförmig sind. Daher wird davon ausgegangen, dass es sich um Gasporen handelt. Die Porosität liegt deutlich unter 0,01 % und die Poren verteilen sich gleichmäßig über das Probenvolumen [102, 190].

Während die LM (Abbildung 5-1) hauptsächlich hochwinklige Korngrenzen, die MPBs und für ihre Auflösung genügend große Defekte sichtbar macht, werden im TEM feinere Details der PBF-LB/M/316L Mikrostruktur abgebildet. Dies betrifft vor allem die Subkornstruktur und die gerichtete Zellstruktur mit Versetzungen an den Zellwänden. In Abbildung 5-2a bis c werden repräsentative BF-STEM-Bilder (BF engl. *Bright Field*) der Mikrostruktur des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante gezeigt. Abbildung 5-2a zeigt die Koordinatensysteme der Probe und des Kristalls für die untersuchten Bereiche. Die Zonenachse (ZA) ist  $[001]$  und die Bildebene liegt nahezu senkrecht zur Längsachse der Zellstruktur. Daher sind in Abbildung 5-2b und c die Zellen mit gleichachsigem Erscheinungsbild zu erkennen. Abbildung 5-2b zeigt eine Aufnahme mit geringer Vergrößerung. Das weiße Rechteck markiert die in Abbildung 5-2c gezeigte höher vergrößerte Aufnahme. In der Abbildung ist qualitativ zu erkennen, dass der HT450-Zustand eine hohe Versetzungsdichte aufweist. In Abbildung 5-2b wurden links, in der Mitte und rechts drei Subkörner mit Breiten unter  $\approx 10 \mu\text{m}$  teilweise erfasst, was an den insgesamt unterschiedlichen Helligkeiten dieser Regionen zu erkennen ist. Die Subkornstrukturen (SGB, engl. *Sub-grain Boundary*), welche LAGBs entsprechen, sind in Abbildung 5-2b und c beispielhaft markiert (schwarze Pfeile). Alle drei Subkörner weisen ähnliche Formen der gerichteten Zellstruktur auf. Qualitativ betrachtet beträgt die Zellgröße zwischen  $0,5 \mu\text{m}$  und  $1 \mu\text{m}$ . Eine genauere Charakterisierung mit ImageJ 1.52p. [205] liefert einen Wert von  $662 \pm 370 \text{ nm}$ . Dieser Wert entspricht dem Durchschnittswert des Durchmessers von Äquivalentkreisen, die die gleiche Fläche der jeweiligen Zelle aufweisen. Insgesamt wurden dabei 47 Zellen berücksichtigt (Zellen des mittleren Subkorns in Abbildung 5-2b). Die Mikrostruktur des HT450-Zustands ist in diesem Maßstab eindeutig durch Versetzungsnetzwerke gekennzeichnet, welche hauptsächlich an den Zellwänden vorhanden sind, wie in der vergrößerten Abbildung 5-2c zu sehen ist. Die Versetzungen befinden sich aber auch im Zellinneren. Alle Versetzungen

scheinen perfekte Versetzungen, ohne offensichtliche Anzeichen von Dissoziation, zu sein. Die Anordnung der Versetzungen ist in den Subkorn Grenzen deutlich anders als in den Zellwänden. Da sind die Versetzungswände schmaler und klarer definiert, während sie in den Zellwänden breiter und diffuser sind bzw. Versetzungsknäuel (engl. *Dislocation Tangles*) zu sehen sind. Die Zellwanddicke (Zellwand: CW, engl. *Cell Wall*) liegt unter 100 nm. Eine genauere Charakterisierung mit ImageJ 1.52p. [205] liefert einen Wert von  $68 \pm 16$  nm. Darüber hinaus bestehen lokale Mikroseggregationen mit Anreicherung von Cr und Mo an den Zellwänden sowie ausgeschiedene Nanopartikel, welche sowohl im Zellinneren als auch an den Zellwänden zu finden sind. Die Nanopartikel sind an Si- und Mn- angereichert. Basiert auf dem bis dato neuesten Erkenntnissen (siehe Abschnitt 2.2) handelt es sich wahrscheinlich um metastabile amorphe  $\text{MnSiO}_3$  Rhodonit-artige Nanopartikel [32, 56, 70, 77-79]. Das Vorhandensein von den Segregationen und den Partikeln wurde anhand der entsprechenden HAADF-Aufnahmen, EDX-Flächenmessungen und punktuellen EDX-Messungen nachgewiesen (Ergebnisse nicht gezeigt). Dieses Ergebnis deckt sich mit früheren Beschreibungen der Mikrostruktur von PBF-LB/M/316L in diesem Maßstab, z. B. in [62, 69].

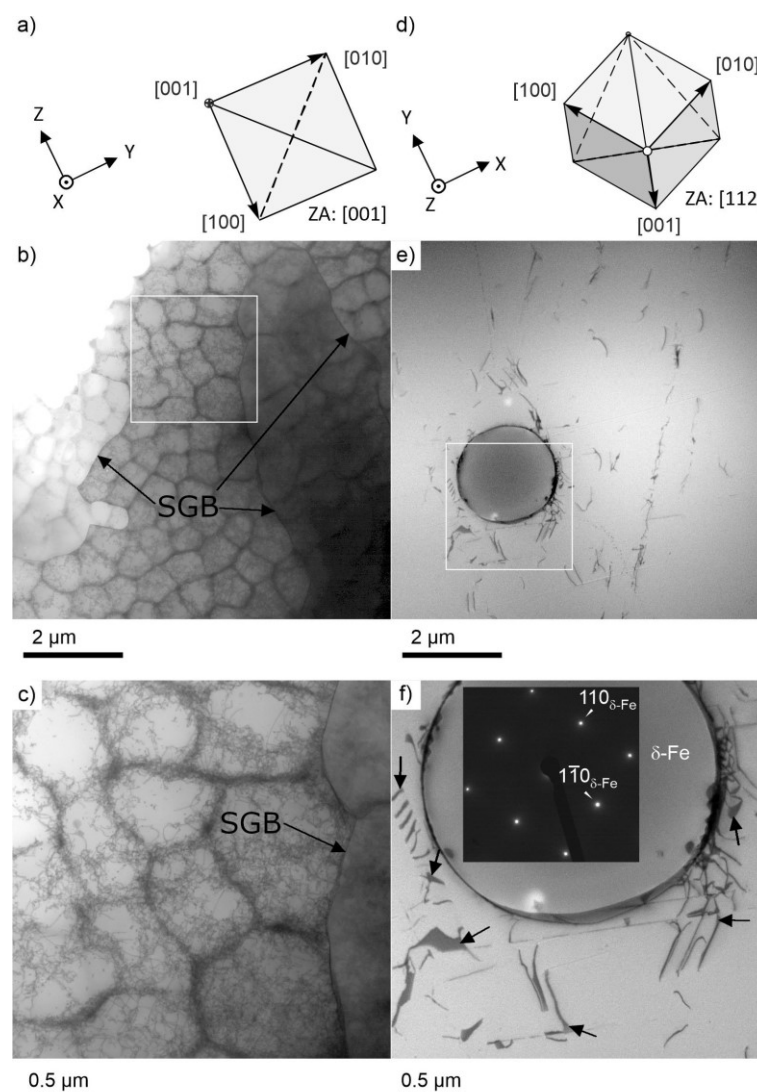


Abbildung 5-2. Ausgangsmikrostruktur bei Raumtemperatur (BF-STEM). a), b) und c): PBF-LB/M/316L/HT450-Werkstoffzustand, d), e) und f): HR/316L-Werkstoffvariante. b) und e): Übersicht, c) und f): höhere Vergrößerung zeigt Detail von weißen Rechtecken in b) und e). Die Koordinaten wurden im Abschnitt 4.1 erklärt. Reproduziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022).

Weitere mikrostrukturelle Merkmale der As-Built und HT450-Zustände werden anhand REM und REM-EBSD-Ergebnisse in Abbildung 5-3 gezeigt. In Abbildung 5-3a wird die korrelierte Missorientierungsverteilung als Missorientierungswinkel (x-Achse) gegenüber der relativen Frequenz als Bruchteil (y-Achse) dargestellt. Das Maximum, mit etwa 30 % Häufigkeit, befindet sich in der Klasse 2° bis 3°. Ein zweites lokales Maximum, mit etwa 1,5 % Häufigkeit (schwarzer Pfeil), befindet sich um 45° MO. Bei allen PBF-LB/M/316L-Zuständen liegen etwa 50 % der Missorientierungswinkel (MO) unter 15°, wie aus den Werten der kumulierten Häufigkeit (cum. f) zu entnehmen ist. Auf Basis des Ergebnisses in Abbildung 5-3a wurde 15° als untere Grenze gesetzt, um die Korngrößenverteilung (Abbildung 5-3b) zu beschreiben. Das bedeutet, dass Körner mit  $MO < 15^\circ$  davon ausgeschlossen wurden. Offenbar betrifft es am ehesten die Subkörner, die mittels LAGBs getrennt sind und z. B. mittels STEM (Abbildung 5-2) beobachtet wurden.

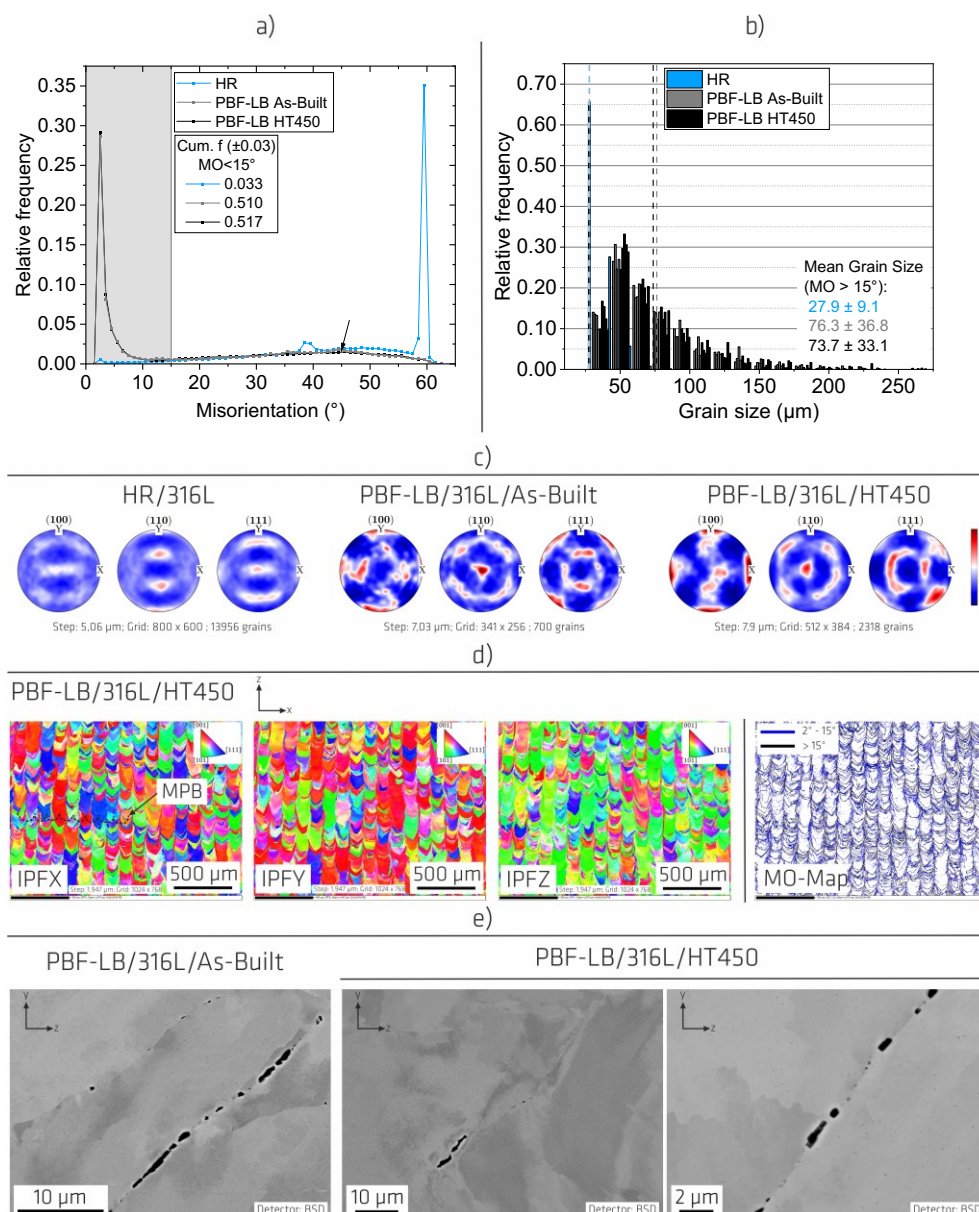


Abbildung 5-3. Weitere mikrostrukturelle Merkmale der HR/316L-Variante und der As-Built und HT450-Zustände. a) Missorientierungsverteilungen (REM-EBSD), b) Korngrößenverteilungen (REM-EBSD), c) Polfiguren zur Darstellung der Textur (REM-EBSD), d) IPF-Karten (drei ersten Abbildungen) und Missorientierungskarte (ganz rechts, REM-EBSD), e) kleinste beobachtete Hohlräume (gelbe Pfeile, REM-RE).

In der Literatur werden Missorientierungswinkel häufig für die Klassifizierung zwischen Großwinkel- und Kleinwinkelkorngrenzen verwendet (engl. *High Angle- and Low Angle- Grain Boundary* bzw. *HAGB/LAGB*) und die durchschnittliche Korngröße wird normalerweise auf der Grundlage der durch die HAGBs geteilten Körner angegeben [65]. Vor diesem Hintergrund wird in dieser Arbeit die Korngröße für durch HAGBs getrennte Körner ( $MO > 15^\circ$ ) vorgenommen. Dadurch wird eher die Kornmorphologie beschrieben, die mit Lichtmikroskopie (Abbildung 5-1) zu erkennen ist, und die Ergebnisse sind sowohl direkt mit den Daten von Charmi et al. [190] als auch qualitativ mit den vorhandenen Literaturdaten vergleichbar. Die Auswahl von  $15^\circ$  als *HAGB/LAGB* Grenze impliziert auch, dass Missorientierungen unter  $15^\circ$  LAGBs entsprechen. Als unterer Grenzwert für die Missorientierung der LAGBs wurde  $2^\circ$  wegen der bisher berichteten maximalen Missorientierung innerhalb der Zellen von  $1,5^\circ$  [56] gewählt.

In Abbildung 5-3b wird die Korngrößenverteilung dargestellt. Die mittlere Korngröße beträgt für den HT450-Zustand  $73,7 \pm 33,1 \mu\text{m}$  und für den As-Built-Zustand  $76,3 \pm 36,8 \mu\text{m}$  und unterscheiden sich damit nicht signifikant.

In Abbildung 5-3c ist die Textur anhand von Polfiguren dargestellt. Charakteristisch für die As-Built und HT450-Zustände (Abbildung 5-3c, Mitte und rechts) sind eine  $\{110\}$ -Texturkomponente in der Aufbaurichtung (z-Achse) sowie  $\{100\}$ -Texturkomponenten in den Richtungen der Scanvektoren (x- und y-Achsen). Außerdem sind  $\langle 001 \rangle$  Orientierungen überwiegend in den Zonen zwischen den kolumnaren Bereichen, im Folgenden interkolumnare Bereiche (IR, engl. *Intercolumnar Region*) genannt, zu finden. Dieses Ergebnis ist vergleichbar und in Übereinstimmung mit den Ergebnissen von Sprengel et al. und Charmi et al. von derselben Werkstoffvariante [115, 190].

Abbildung 5-3d zeigt beispielhaft anhand einer Messung an dem HT450-Zustand IPF-Karten mit  $MO$ -Grenzwert für HAGBs =  $15^\circ$  (IPF, engl. *Inverse Pole Figure*) in x (IPFX), y (IPFY) und z (IPFZ) Richtung (linke Seite; erste drei Abbildungen) sowie eine Missorientierungskarte (rechte Seite, schwarz und blau). Die dargestellten Orientierungen in den drei IPF-Karten entsprechen erwartungsgemäß der anhand der Polfiguren (Abbildung 5-3c, Mitte und rechts) dargestellten Textur. Besonders in der IPFZ-Karte fällt es durch das vorherrschende Auftreten von  $\langle 110 \rangle$  Orientierungen (grün) auf. Darüber hinaus kann man anhand der Missorientierungskarte erkennen, dass die interkolumnaren Bereiche (IR, engl. *Intercolumnar Region*) eine höhere Konzentration von Missorientierungswerten zwischen  $2^\circ$  und  $15^\circ$  (blau in der  $MO$ -Karte ganz rechts) aufweisen, was in der Literatur zu diesem Werkstoff bereits berichtet wurde [86]. In den interkolumnaren Bereichen verlaufen die Korngrenzen tendenziell parallel zur Aufbaurichtung (z-Achse). In den kolumnaren Bereichen selbst verlaufen sie eher senkrecht oder  $45^\circ$  dazu. Längliche Körner bzw. Regionen von Körnern befinden sich dementsprechend vor allem in den interkolumnaren Bereichen. Das Aussehen der Körner ist aber durch den Grenzwert von  $15^\circ$  bedingt und kann eventuell auch durch die zweidimensionale Natur des Schlibbildes bedingt sein. Die interkolumnaren Bereiche befinden sich in der Mitte der Schmelzbadgrenzen (MPB, engl. *Melt Pool Boundary*), wie in der IPFX-Karte schematisch anhand von schwarzen gestrichelten Linien dargestellt ist. Die Orientierung der Korngrenzen zur Aufbaurichtung in diesen Bereichen ergibt sich durch das epitaktische Kornwachstum (siehe Abschnitt 2.2).

Abbildung 5-3e zeigt REM-Aufnahmen von den As-Built und HT450-Zuständen. In allen drei Bildern lassen sich Subkorngrenzen erkennen (siehe schwarze Pfeile), welche auch mit STEM festgestellt wurden (Abbildung 5-2b und c). Außerdem hebt Abbildung 5-3e ein Merkmal hervor, dass bei diesen beiden Werkstoffzuständen vor der Belastung festgestellt wurde: an den Korngrenzen, insbesondere an den HAGBs, wurden am REM in metallographischen Schlibben beim polierten Zustand sehr kleine Hohlräume mit Größen bis in den Submikrometerbereich (siehe gelbe Pfeile) beobachtet, d.h., unterhalb der Auflösungsgrenze der durchgeführten XCT-Scans. Diese Hohlräume wurden an Korngrenzen an mehreren Stellen festgestellt, erscheinen offenbar unabhängig z. B. von der Lage der Korngrenze in Bezug auf die Aufbaurichtung und scheinen nicht regelmäßig im Volumen verteilt zu sein. Außerdem treten

sie in der Regel nicht einzeln auf, sondern, wie in Abbildung 5-3e zu sehen ist, neben oder in Verbindung mit anderen Hohlräumen, so dass sie einen länglichen Hohlraum entlang der betroffenen Korngrenze bilden. Proben der betroffenen Zustände wurden mehrmals erneut metallographisch präpariert und zwischenuntersucht. Bei jeder Zwischenuntersuchung waren diese Hohlräume in unterschiedlichem Maße erkennbar. Bei manchen Zwischenuntersuchungen waren sie kaum zu beobachten. Darüber hinaus konnte anhand von vereinzelt REM-EDX-Messungen im Bereich der Hohlräume ein Cr-Signal festgestellt werden, was die Existenz von Ausscheidungen an den Korngrenzen als mögliche Ursache des Auftretens der Hohlräume am REM-Bild nicht ausschließen lässt. Diese Merkmale (Hohlräume/Ausscheidungen) wurden auch mit XCT bei einer Voxelgröße von  $(0,438 \mu\text{m})^3$  an einem kleinen vertikal ausgerichteten Stift mit 0,5 mm Durchmesser festgestellt, der aus dem oberen Abschnitt einer Wand entnommen wurde [219]. Dabei wurden nur wenige dieser Merkmale entdeckt, und der kleinste hatte einen Durchmesser von  $2,7 \mu\text{m}$ . Die Detektion dieser Hohlräume im REM und mit XCT sowie die Ergebnisse ausgewählter EDX-Messungen deuten darauf hin, dass sie eher keine Präparationsartefakte sind und tatsächlich sowohl im As-Built als auch im HT450-Zustand vorhanden sind. Eine endgültige Aussage verlangt weitere gezielte Untersuchungen. Diese Hohlräume können entweder Gasporen sein, oder nach dem Ablösen von Partikeln entstanden sein. Wenn sie Gasporen sind, wird davon ausgegangen, dass sie kaum einen Einfluss auf den bereits angegebenen Wert der Porosität (deutlich unter 0,01 %) haben, welcher bei einer Voxelgröße von  $(10 \mu\text{m})^3$  gemessen wurde.

Insgesamt weist die PBF-LB/M/316L-Variante eine hierarchisch organisierte Mikrostruktur auf, die aus den in Abbildung 5-1 und Abbildung 5-3d dargestellten Körnern und den Subkörnern, Poren, sowie aus der gerichteten Zellstruktur mit lokalen Segregationen von Cr und Mo an den Zellwänden und ausgeschiedenen Partikeln besteht. Dieses Ergebnis stimmt mit den aktuellen Literaturerkenntnissen überein (siehe Abschnitt 2.2). Der Anteil der Missorientierungswerte unter  $15^\circ$  liegt bei etwa 50 %. Die mittlere Korngröße ( $MO > 15^\circ$ ; Fläche  $> 1186 \mu\text{m}^2$ ) beträgt etwa  $75 \mu\text{m}$ .

Die HT450-Wärmebehandlung ( $450^\circ\text{C} / 4 \text{ h}$ ) hat auf allen Längenskalen der Mikrostruktur des As-Built-Zustands keine wesentlichen Änderungen verursacht. Die gerichtete Zellstruktur ist stabil geblieben. Der Abbau der Volumen-Eigenspannungen (*As-Built* vs. HT450-wärmebehandelte Rohlinge) war gering (kleiner als 5 %), wie es von Sprengel et al. in [115] beschrieben wird. Die Probenfertigung hat einen stärkeren Eigenspannungsabbau als die Wärmebehandlung bewirkt: die Eigenspannungen in den Prüfkörpern liegen 10-20 % unter denen derjenigen in den rechteckigen Rohlingen.

Die Oberflächeneigenspannungen, welche bei fünf HR/316L-LCF-Proben und einer PBF-LB/M/316L/HT450-LCF, einer -Zug und einer Kriechprobe bestimmt wurden, betragen in Längsrichtung zwischen ca.  $-440 \text{ MPa}$  und ca.  $-200 \text{ MPa}$  (durchschnittlich etwa  $-300 \text{ MPa}$ ). Nach der Politur wurden sie jeweils an einer LCF-Probe bestimmt und lagen bei der HR/316L-Variante durchschnittlich bei etwa  $-400 \text{ MPa}$ . Bei dem HT450-Zustand waren sie sehr niedrig (etwa  $-20 \text{ MPa}$ ). Die Ergebnisse hatten generell eine große Streuung und große Fehlerbalken.

### 5.1.2 Warmgewalzte Werkstoffvariante (HR/316L)

Abbildung 5-1c und d zeigt repräsentative lichtmikroskopische Aufnahmen der HR/316L-Variante. Die Gefügemorphologie ist gleichachsig und es sind Zwillinge vorhanden, die einen erheblichen Anteil der Körner ausmachen. Auf beiden Schlibfbildern ist Delta-Ferrit zu erkennen. Er tritt in verschiedenen Größen auf und hat meist eine längliche Morphologie, die je nach Analyseebene auch kreisförmig oder oval erscheinen kann. Die Phasenanteile wurden aus zwei EBSD-Scans bestimmt. Der Anteil an Delta-Ferrit beträgt ca. 0,9 %. Der Rest des Gefüges ist vollständig austenitisch. Diese Variante von 316L eignet sich gut als Referenz, da sie ein idealisiertes feines vollständig rekristallisiertes gleichachsiges Gefüge darstellt, welches sich für zahlreiche Anwendungen eignet.

Abbildung 5-2d bis f zeigt repräsentative BF-STEM-Bilder der Ausgangsmikrostruktur der HR/316L-Variante. Darin zeigt Abbildung 5-2d die Koordinatensysteme der Probe und des Kristalls für die untersuchten Bereiche. Abbildung 5-2e zeigt eine Aufnahme mit geringer Vergrößerung. Dabei markiert das weiße Rechteck die in Abbildung 5-2f gezeigte, höher vergrößerte Aufnahme. In Abbildung 5-2e und f handelt es sich bei dem rundlichen, dunkleren Bereich um Delta-Ferrit. Dieser wurde am TEM durch einen erhöhten Cr- und Mo-Gehalt mittels EDX sowie durch die Analyse des selektiven Elektronenbeugungsmusters (SADP, engl. *Selected Area Diffraction Pattern*) an diesem und an mehreren ähnlichen Partikeln identifiziert. Das eingefügte SADP in Abbildung 5-2e wurde an dem rund erscheinenden Teilchen bei einer Probenkipfung  $\approx 11^\circ$  gegenüber dem BF-STEM-Bild aufgenommen. Außer diesen Delta-Ferritpartikeln stellen Zwillinge (in Abbildung 5-1c und d sichtbar) in diesem Material große planare Defekte dar, an denen Versetzungen interagieren. Die Zwillinge weisen gezackte Grenzflächen auf. Die Versetzungsdichte ist insgesamt mindestens eine Größenordnung niedriger als bei dem HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante (Abbildung 5-2a bis c) und die Versetzungen haben größere mittlere freie Weglängen zwischen Grenzflächenhindernissen, z. B. Delta/Gamma-Grenzflächen oder Zwillings- und Großwinkelkorngrenzen. Außerdem ist eine allgemeine Beobachtung in der HR/316L-Variante, dass die Versetzungsdichte zwar insgesamt niedrig ist, aber in Richtung dieser planaren Defekte zunimmt, z. B. in der Nähe des Delta-Ferritpartikels in Abbildung 5-2e. In Abbildung 5-2e ist außerdem deutlich, dass die wenigen vorhandenen Versetzungen in Reihen entlang einiger weniger Gleitebenen lokalisiert sind (siehe schematische Gitterebenen und -richtungen in Abbildung 5-2d). Darüber hinaus zeigt ein genauerer Blick in den mit einem weißen Rechteck markierten Bereich in Abbildung 5-2e, dass mehrere dieser Versetzungen in Partialversetzungen aufgespalten sind, was durch die dunkleren Kontraste zwischen Versetzungspaaren zu erkennen ist, die auf schrägen Gleitebenen liegen (siehe schwarze Pfeile in Abbildung 5-2f).

In Abbildung 5-3 werden weitere mikrostrukturelle Merkmale der HR/316L-Variante gezeigt. Um die Vergleichbarkeit mit den Ergebnissen der PBF-LB/M/316L-Variante zu sichern, wurde  $15^\circ$  als untere Grenze gesetzt, um die Korngrößenverteilung (Abbildung 5-3b) zu beschreiben. Dadurch wird in Abbildung 5-3 die Kornmorphologie beschrieben, die mit Lichtmikroskopie (Abbildung 5-1c und d) zu erkennen ist.

In Abbildung 5-3a wird die Missorientierungsverteilung dargestellt (blaue Kurve). Im Gegensatz zu den Ergebnissen der PBF-LB/M/316L-Variante ist der Anteil an  $MO < 15^\circ$  mit 0,03 % in diesem Fall erheblich kleiner. Ca. 50 % des Anteils an  $MO > 15^\circ$  liegt über  $50^\circ$ . Das deutlich sichtbare Maximum mit etwa 35 % Häufigkeit befindet sich in der Klasse  $59^\circ$  bis  $60^\circ$  und gehört den Missorientierungen der Zwillingsgrenzen, die durch  $60^\circ$ -Drehungen um  $\langle 111 \rangle$  dargestellt werden können [220], und oft als  $\Sigma 3$  Grenzen bezeichnet werden. Ein zweites Maximum liegt zwischen  $38^\circ$  und  $40^\circ$  und gehört offenbar den Großwinkelkorngrenzen. Der  $\Sigma$ -Wert wird oft in Verbindung mit dem CSL-Modell verwendet (engl. *Coincidence Site Lattice*), welches besagt, dass es bei bestimmten Orientierungen zwischen zwei sich durchdringenden Gittern eine Anzahl von Positionen gibt, an denen die Atome zusammenfallen. Die Zahl neben  $\Sigma$  steht für den Kehrwert der Dichte der Atome an koinzidenten Stellen: bei einer  $\Sigma 3$ -Grenze befinden sich  $1/3$  der Atome an koinzidenten Stellen [221].

In Abbildung 5-3b wird die Korngrößenverteilung dargestellt (blau). Diese unterscheidet sich erheblich von der der PBF-LB/M/316L-Variante (grau und schwarz). Die Mehrheit der Körner haben Korngrößen kleiner als  $50 \mu\text{m}$ . Die mittlere Korngröße wurde sowohl mittels EBSD als auch nach dem planimetrischen Verfahren gemäß ASTM E112-13 [208] bestimmt und beide Methoden haben vergleichbare Ergebnisse geliefert. Die Korngröße entspricht einer Korngrößenzahl  $G$  von 7,0 nach ISO 643 [222], was einem mittleren Durchmesser von ca.  $30 \mu\text{m}$  darstellt.

In Abbildung 5-3c ist die Textur anhand von Polfiguren dargestellt. Insgesamt ist die Textur der HR/316L-Variante weniger stark ausgeprägt als die der PBF-LB/M/316L-Variante und die HR/316L-

Variante weist eine Walztextur auf. Diese besteht aus  $\{100\}$  und, etwas stärker ausgeprägt,  $\{111\}$ -Texturkomponenten in Walzrichtung (z). Außerdem bestehen  $\{110\}$  und  $\{111\}$ -Texturkomponenten in anderen Richtungen auf der Ebene senkrecht zu TD (x). Dieses Ergebnis ähnelt Texturergebnissen von kaltgewalztem 316L von Mokhtari et al. [223].

### 5.1.3 Effekt der Wärmebehandlung bei 900 °C / 1 h

Im Folgenden werden, anhand von Abbildung 5-4 bis Abbildung 5-6 die mikrostrukturellen Merkmale des HT900-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante bzw. die Entwicklung der Mikrostruktur des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante nach der Wärmebehandlung bei 900 °C / 1 h (HT900-Wärmebehandlung) dargestellt.

Abbildung 5-4a zeigt eine lichtmikroskopische Aufnahme einer Ebene parallel zur Aufbaurichtung. Die Kornmorphologie von Abbildung 5-1b bleibt erhalten. Die Korngrenzen sind mit schwarzen Pfeilen gekennzeichnet. Die Schmelzbadgrenzen (MPB) sind zwar weiterhin erkennbar, aber weniger sichtbar als bei dem HT450-Zustand. Es wird davon ausgegangen, dass die Wärmebehandlung die Porosität nicht beeinflusst hat: sie liegt weiterhin deutlich unter 0,01 % und die Poren verteilen sich gleichmäßig über das Volumen.

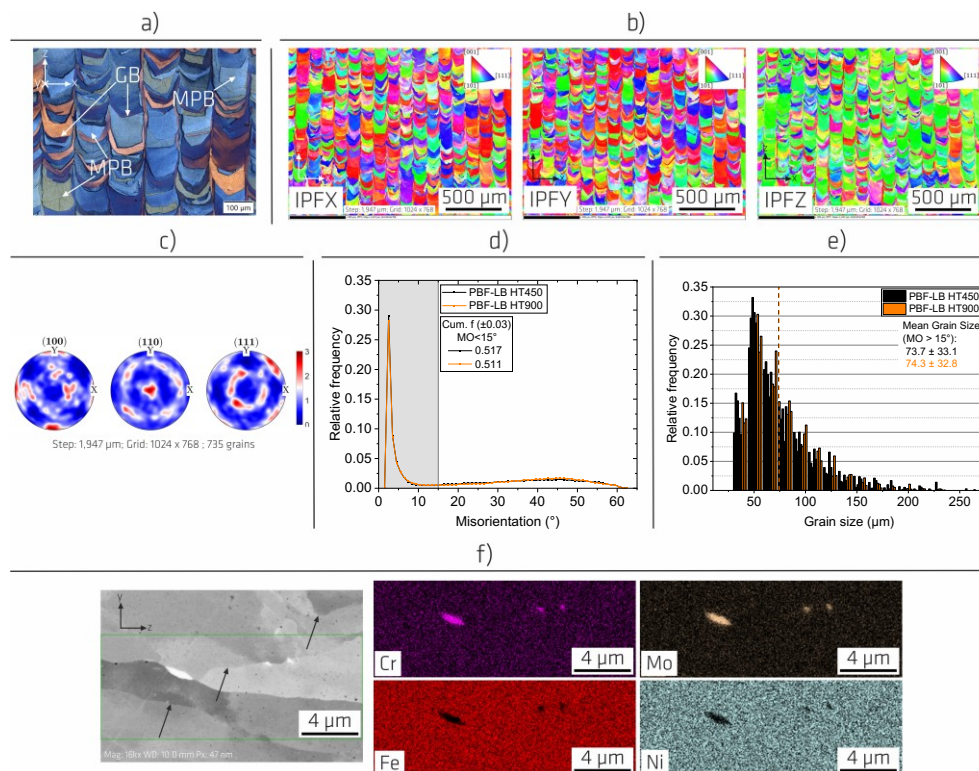


Abbildung 5-4. Mikrostruktur des HT900-Zustands. a) Lichtmikroskopische Aufnahme parallel zur Aufbaurichtung (z), b) IPF-Karten und c) Polfigur zur Darstellung der Textur (REM-EBSD), d) und e) Missorientierungs- und Korngrößenverteilungen (REM-EBSD), f) REM-RE-Aufnahme und Elementkarten (REM-EDX). GB: (Großwinkel-)korngrenze, MPB: Schmelzbadgrenze.

Die Ergebnisse in Abbildung 5-4b bis e beruhen auf drei EBSD-Scans parallel zur Aufbaurichtung. Der zugrundeliegende Missorientierungswinkel beträgt 15°.

In Abbildung 5-4b sind IPF-Karten in x (IPFX), y (IPFY) und z (IPFZ) Richtung zu sehen. Es gibt keine wesentliche Änderung der Kornmorphologie im Vergleich zum HT450-Zustand (siehe Abschnitt 5.1.1) und die interkolumnaren Bereiche haben weiterhin eine höhere Konzentration von Missorientierungswerten zwischen 2° und 15°. Bei der Textur (Abbildung 5-4c) gibt es auch keine wesentliche Änderung (siehe Abbildung 5-3c), was die Erkenntnisse von Sprengel et al. [115] an anderen Proben derselben

Werkstoffvariante bestätigt. In Abbildung 5-4d wird die korrelierte Missorientierungsverteilung dargestellt und dabei gibt es auch keine wesentliche Änderung. Die mittlere Korngröße (Abbildung 5-4e) beträgt  $74,3 \pm 32,8 \mu\text{m}$ , was auch keine signifikante Änderung nach der HT900-Wärmebehandlung im Vergleich zum HT450-Zustand (Korngröße =  $73,7 \pm 33,1 \mu\text{m}$ ) darstellt.

Abbildung 5-4f zeigt beispielhaft eine REM-Abbildung und eine dazu gehörende REM-EDX-Messung. Nach der HT900-Wärmebehandlung wurden die bei dem HT450-Zustand beobachteten sehr kleinen Hohlräume an den Korngrenzen nicht gefunden. Darüber hinaus sind vereinzelt an den Korngrenzen, und unabhängig von deren Orientierung in Bezug auf die Aufbaurichtung, Cr-, Mo-reiche Ausscheidungen mit Größen bis in den Submikrometerbereich vorhanden. Schließlich sind im dem RE-Bild Subkorngrenzen sichtbar (schwarze Pfeile), welche auch im STEM in Abbildung 5-6 zu sehen sind.

Abbildung 5-5 zeigt repräsentative REM-RE-Aufnahmen von den drei untersuchten PBF-LB/M/316L-Werkstoffzuständen im geätzten Probenzustand. Der Z-Kontrast und der lokal unterschiedlich starke Ätzungseffekt ermöglichen es, die von der gerichteten Zellstruktur charakteristischen Mikrosegregationen an Cr und Mo zu erkennen, welche mit den Zellwänden hoher Versetzungsdichte übereinstimmen [62]. Also bestätigen Abbildung 5-5a und b das Vorhandensein der Mikrosegregationen an den Zellwänden der Zellstruktur, auf die bereits anhand von den STEM-Ergebnissen im Abschnitt 5.1.1 hingewiesen wurde. Nach der HT900-Wärmebehandlung (Abbildung 5-5c) ist die Zellstruktur bzw. sind die entsprechenden Mikrosegregationen nicht mehr zu sehen. Die Schmelzbadgrenzen sind weiterhin erkennbar, dennoch sind sie breiter und weniger sichtbar.

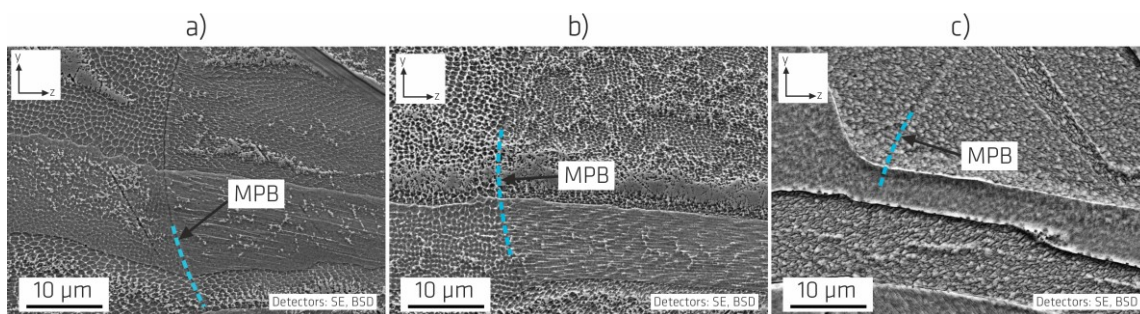


Abbildung 5-5. Effekt der Wärmebehandlung auf die gerichtete Zellstruktur der drei untersuchten PBF-LB/M/316L-Werkstoffzustände anhand von REM-RE-Aufnahmen im geätzten Zustand. a) As-Built-, b) HT450-, c) HT900-Zustand. MPB: Schmelzbadgrenze.

Abbildung 5-6 zeigt weitere BF-STEM-Aufnahmen der Mikrostruktur des HT450-Zustands (Abbildung 5-6a bis c) sowie Aufnahmen des HT900-Zustands (Abbildung 5-6d bis i). Die Koordinatensysteme der Probe und des Kristalls für die untersuchten Bereiche werden für jede Spalte jeweils oben dargestellt. Die in Abbildung 5-6b und c dargestellten Aufnahmen, mit ZA [011], dienen sowohl zur Ergänzung von Abbildung 2a bis c, welche ZA [001] darstellen, als auch als weitere Grundlage für die Untersuchung des Effekts der HT900-Wärmebehandlung. Die Bildebene liegt dabei parallel zur Längsachse der gerichteten Zellen. Dadurch werden die Wände der gerichteten Versetzungszellen deutlicher sichtbar. In Abbildung 5-6e und f werden Aufnahmen mit ZA [001] und Schnittfläche parallel zur Längsachse der gerichteten Zellen gezeigt. Schließlich werden in Abbildung 5-6h und i Aufnahmen mit ZA [011] und Schnittfläche diagonal zur Längsachse der gerichteten Zellen gezeigt.



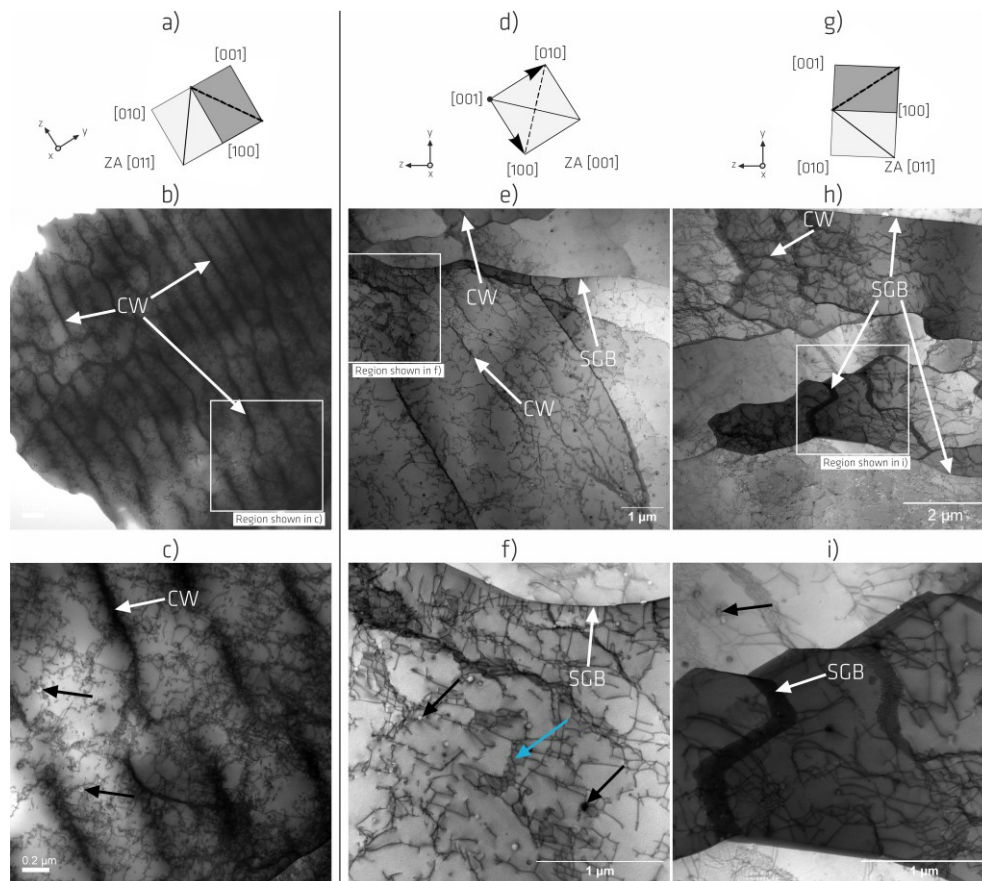


Abbildung 5-6. BF-STEM-Aufnahmen des a) bis c) HT450-Zustands, als Ergänzung zur Abbildung 5-2, und d) bis i) des HT900-Zustands. CW: Zellwand, SGB: Subkorngrenze, schwarze Pfeile zeigen (exemplarisch) Partikel und blaue Pfeile Versetzungsnetzwerke.

In Abbildung 5-6b und c (HT450-Zustand) sind manche der in Bezug auf Abbildung 5-2b und c beschriebenen Merkmale des HT450-Zustands in diesem Maßstab wiedererkennbar: die Subkorngrenzen sind weiterhin als eher schmal und klar definierte Grenzen (SGB, schwarze Pfeile) und einzelne Subkörner sind durch Helligkeitsunterschiede zu erkennen. Im rechten Teil der Abbildung 5-6h und i sind Subkorngrenzen als reguläre Anordnungen Versetzungen gleicher Art zu erkennen. Die Zellwände (CW, schwarze Pfeile), als längliche dunkle Merkmale sichtbar, enthalten Versetzungsknäuel (engl. *Dislocation Tangles*) und sind dicker und diffuser als die Subkorngrenzen. Die Zellwanddicke liegt weiterhin unter 200 nm, Versetzungen sind weiterhin auch im Zellinneren zu finden und die Si- und Mn-reichen Partikel sind auch weiterhin zu sehen (Abbildung 5-6b, schwarze Pfeile ohne Text, exemplarisch).

Bei dem HT900-Zustand (Abbildung 5-6d bis i) bestehen Änderungen. Da ist die Versetzungsdichte insgesamt, qualitativ betrachtet, höher als bei der HR/316L-Variante (Abbildung 5-2e und f) und niedriger als bei dem HT450-Zustand (Abbildung 5-2b und c und Abbildung 5-6a bis c). Außerdem ist die gerichtete Zellstruktur insgesamt weniger deutlich erkennbar als bei dem HT450-Zustand. Die Zellwände, wenn erkennbar, sind insgesamt weniger ausgeprägt, schmäler, weniger diffus und weniger kontinuierlich. Diese bestehen offenbar nicht mehr aus Versetzungsknäulen, sondern aus eher irregulären Versetzungsnetzwerken. Weitere Versetzungsnetzwerke sind auch an Stellen zu finden, die nicht unbedingt dem Verlauf ehemaliger Zellwände folgen, und welche offenbar aus der Wechselwirkung zwischen Versetzungen aus sowohl ehemaligen Zellwänden als auch dem Zellinneren stammen (siehe exemplarisch blauer Pfeil). Dies deutet darauf hin, dass die Wärmebehandlung bei 900°C zu Erholungsvorgängen hinsichtlich der Versetzungsstrukturen geführt hat. Darüber hinaus sind, in Übereinstimmung mit den Ergebnissen in Abbildung 5-5, die Mikroseggregationen an den Zellwänden anhand von

den entsprechenden HAAD-Aufnahmen (Ergebnisse nicht gezeigt) nicht mehr festzustellen. Dieses Ergebnis bestätigt die Erkenntnisse in Abbildung 5-5 und damit auch denen von Sprengel et al. an anderen Proben derselben Werkstoffvariante [115]. Partikel (schwarze Pfeile, ohne Text, exemplarisch), weiterhin an Si- und Mn- angereichert, wie mit punktuellen EDX-Messungen bestätigt, sind offenbar öfter und weiterhin sowohl im Zellinneren als auch an Zellwänden zu finden. Diese sind sowohl als eher helle als auch als eher dunkle Partikel zu sehen. Eine Wechselwirkung der Versetzungen mit den Partikeln ist an mehreren Stellen festzustellen.

Schließlich wurde der Abbau der Eigenspannungen nach der HT900-Wärmebehandlung in der Arbeit von Sprengel et al. [115] für andere Rohlinge desselben Werkstoffzustands berichtet und war von 86 % in der Aufbaurichtung.

## 5.2 Härte

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse der durchgeführten Härtemessungen dargestellt (Abbildung 5-7 und Abbildung 5-8). Die in Abbildung 5-7a, b und c als Konturdiagramme dargestellten Ergebnisse hatten das Ziel, eine geeignete Größe für die weiteren Eindrucksmatrizen bei anderen Reststücken zu wählen (Ergebnisse in Abbildung 5-8a) und wurden anhand von Messungen auf drei benachbarten Ebenen eines oberen Reststücks erstellt. Die Lage der einzelnen Härteeindrücke ist in Abbildung 5-7 als schwarze Punkte markiert. Jedem Härtewert wird ein Grauwert anhand der in Abbildung 5-7b angezeigten Legende zugeordnet. Der Abstand zwischen den Indentierungen beträgt 1,2 mm. Die minimalen und maximalen Messwerte in allen drei Oberflächen betragen 183 HV1 und 247 HV1. Die Fläche ist anhand einer linearen Interpolation mit weiteren Grauwerten gefüllt. Zusätzlich wurde zwecks einer übersichtlicheren Darstellung der Messergebnisse eine Glättung nach dem *Thin-Plate-Spline* Algorithmus mit den Standardparametern von OriginLab angewendet [224].

Die jeweils über den Konturdiagrammen angegebenen Härtewerte stellen die Mittelwerte aller Messpunkte der jeweiligen untersuchten Ebene dar. Die erweiterte Messunsicherheit,  $U_M$ , ist in jedem Fall angegeben. Der Gesamtmittelwert aus allen Messungen an den drei Ebenen beträgt  $213 \pm 9$  HV1 (angegeben ist hier ebenfalls  $U_M$ ). In Abbildung 5-7a wurde der Messwert bei der Koordinate (0,0) wegen einer schlechten Qualität des Härteeindrucks nicht berücksichtigt. Insgesamt scheint die Verteilung der Härte auf den Konturdiagrammen in Abbildung 5-7a, b und c zufällig verteilt zu sein: es ist keine unmittelbare Korrelation zwischen Position innerhalb des Reststückes und einzelnen Härtewerten zu erkennen. Der Gesamtmittelwert der Eindrucksdiagonale beträgt  $93,7 \mu\text{m}$  und ist somit größer als die Korngröße von etwa  $75 \mu\text{m}$ . Dadurch ist sichergestellt, dass etwaige Streuung oder Größeneffekte, die durch die hierarchische Natur der Mikrostruktur verursacht werden könnten (siehe Abschnitt 2.3.1), minimiert werden.

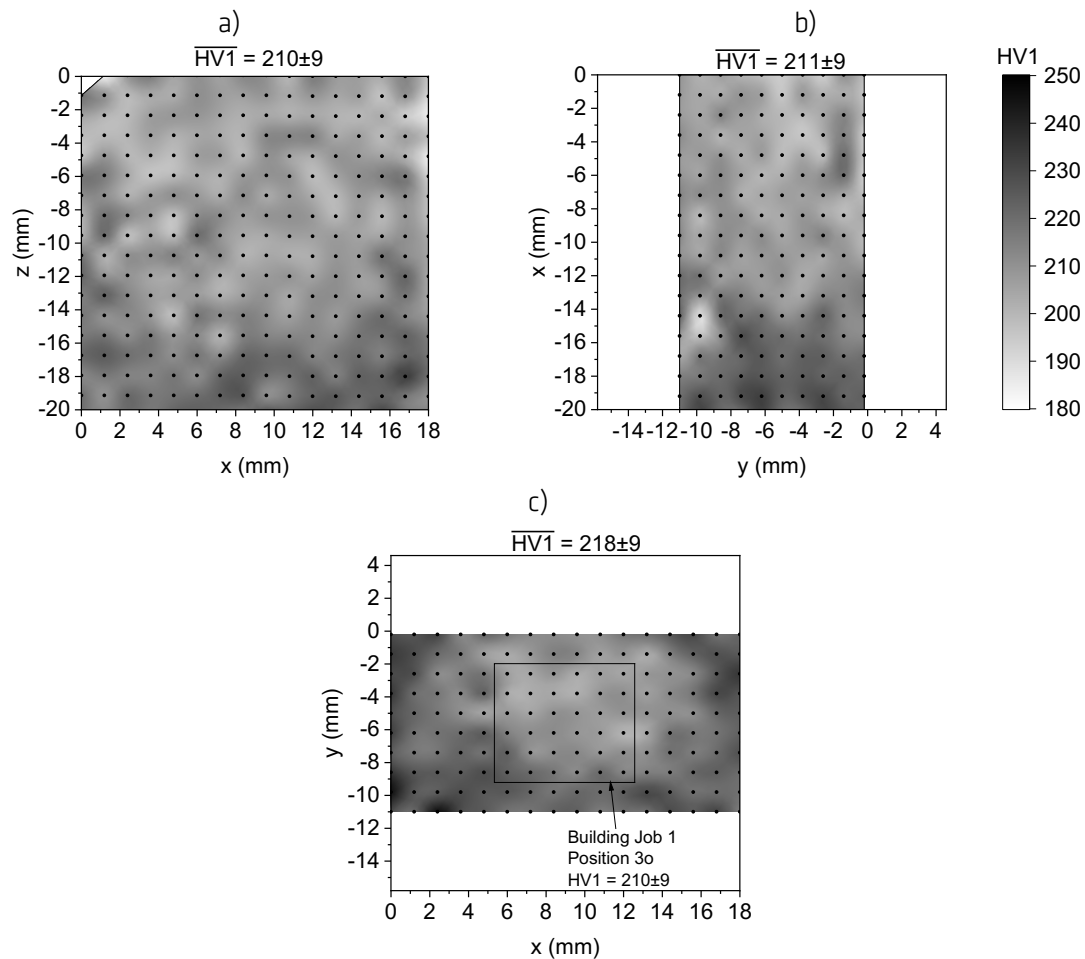


Abbildung 5-7. Ergebnisse der Untersuchung an den drei benachbarten Ebenen des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante. a) und b) parallel zur Aufbaurichtung, c) senkrecht dazu. Bei allen Diagrammen ist die Aufbaurichtung entlang z (in c) senkrecht zum Bildschirm). Die Mittelwerte inkl. erweiterte Messunsicherheit,  $U_M$ , sind jeweils angegeben.

Anhand der Ergebnisse in Abbildung 5-7 wurde eine Eindrucksmatrix von 6 x 6 Härteeindrücken als Basis für die in Abbildung 5-8 gezeigten Ergebnisse ausgewählt. Die Eindrucksmatrix deckt eine Fläche von etwa 6 mm x 6 mm ab und liegt in der Mitte der Oberfläche senkrecht zur Aufbaurichtung. Diese Sub-Matrix weist einen Mittelwert von  $210 \pm 9$  HV1 auf (siehe Abbildung 5-7c). Die Größe 6 x 6 ist repräsentativ, denn ihre Fläche und Lage stimmen mit der Querschnittsfläche und Lage der Zugproben (Durchmesser 6 mm) überein und der Mittelwert ( $210 \pm 9$  HV1,  $U_M$ ) ähnelt dem Gesamtmittelwert aller drei Ebenen ( $213 \pm 9$  HV1,  $U_M$ ).

Abbildung 5-8 zeigt Ergebnisse der Variation der Härte zwischen unterschiedlichen Baujobs und unterschiedlichen Positionen innerhalb dieser Baujobs (siehe Abbildung 4-1) für den HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante (Abbildung 5-8a) sowie der Härteunterschiede zwischen den untersuchten Werkstoffzuständen (Abbildung 5-8b). Die Ergebnisse der PBF-LB/M/316L-Variante in Abbildung 5-8a und b stellen Härtewerten dar, die aus den 6 x 6 Eindrucksmatrizen bestimmt wurden, welche mittig auf der Oberfläche senkrecht zur Aufbaurichtung einiger unterer Reststücke lagen. Bis auf die Reststücke 4/5u und 3/4u (Baujob/Position, siehe Abbildung 4-1), welche etwa 10 mm hoch waren, waren alle Reststücke etwa 20 mm hoch. Bei der HR/316L-Variante (Abbildung 5-8b) entspricht der angegebene Wert dem Mittelwert der Messungen an einem Block, die aus sechs linienförmigen Härte-Prüfserien bestand. Die Fehlerbalken entsprechen der Messunsicherheit,  $U_M$ .

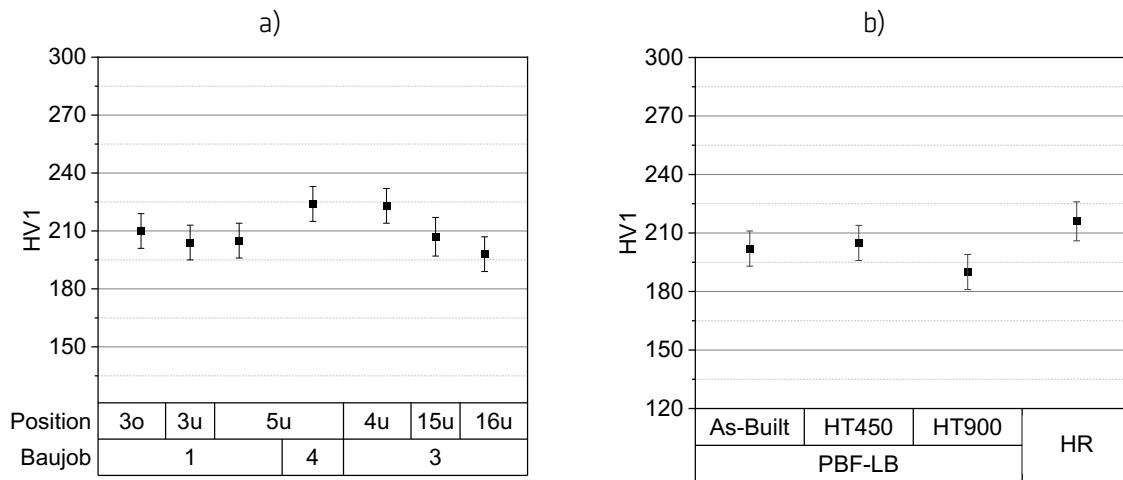


Abbildung 5-8. a) Härte des HT450-Zustands, „o“ und „u“ stehen für obere und untere Reststücke, b) Vergleich der Härte aller untersuchten Werkstoffzustände.

In Abbildung 5-8a zeigt die x-Achse die Ursprungslage der jeweils untersuchten Rohlinge. Ganz links im Diagramm (3o) ist der Härtewert der 6 x 6 Matrix aus Abbildung 5-7c dargestellt. Alle Werte befinden sich innerhalb der Balken der Messunsicherheit, was darauf hindeutet, dass (i) es keine signifikanten Unterschiede in der Härte zwischen den Baujobs und den Positionen innerhalb dieser Baujobs und (ii) es keine Abhängigkeit der Härte von der Höhe der Rohlinge gibt. Letztes macht sich vor allem bei dem Härtewert des oberen Reststücks 1/3o bemerkbar, der bei einer solchen Abhängigkeit niedriger als alle anderen Härtewerten liegen würde (Anlasseffekt). Die Durchführung von Messreihen über die gesamte Höhe eines Rohlings war im Rahmen des Projekts nicht möglich. Diese Ergebnisse der Höhenabhängigkeit stimmen trotzdem mit Ergebnissen von Mohr et al. für denselben Werkstoffzustand überein [225].

In Abbildung 5-8b wird die Härte des HT450-Zustands mit der der As-Built und HT900-Zustände und der HR/316L-Variante in Vergleich gesetzt. Die Härtewerte bei den As-Built- und HT900-Zuständen entsprechen dem Mittelwert einer Messung von 6 x 6 Härteeindrücken an 20 mm hohen unteren Reststücken. Bei dem Härtewert des HT450-Zustands handelt es sich um den Mittelwert aller in Abbildung 5-8a dargestellten Messungen bis auf die Messungen an den etwas halb so kurzen unteren Reststücken 4/5u und 3/4u. Der Härtewert bei der HR/316L-Variante ( $216 \pm 10$  HV1) entspricht dem Mittelwert der Messung an einem Block, die aus sechs linienförmigen Härte-Prüfserien bestand. Diese Prüfserien bestanden jeweils aus 83 Indentierungen. Der Abstand zwischen den Indentierungen betrug 1,2 mm und zwischen den Prüfserien 1,0 mm bis 1,2 mm. Der Unterschied zwischen den Härtewerten der As-Built- ( $202 \pm 9$  HV1) und HT450- ( $205 \pm 9$  HV1) Werkstoffzuständen ist offenbar vernachlässigbar. Die HR/316L-Variante scheint eine etwas höhere Härte ( $216 \pm 10$  HV1) und der HT900-Zustand eine etwas geringere Härte ( $190 \pm 9$  HV1) zu haben.

### 5.3 Zugversuchskennwerte

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse des Verhaltens bei Zugbelastung dargestellt. In den Abschnitten 5.3.1 und 5.3.2 werden die Ergebnisse bezüglich der HT450- und As-Built-Zustände sowie der HR/316L-Variante dargestellt. Anschließend wird im Abschnitt 5.3.3 auf den Effekt der HT900-Wärmebehandlung eingegangen. Gezeigt werden das Spannungs-Dehnungs-Verhalten (S-D-Verhalten) anhand der Spannungs-Dehnungs-Kurven (S-D-Kurven) und die Temperaturabhängigkeit der Festigkeits- und Duktilitätskennwerte. Ein Vergleich des S-D-Verhaltens zwischen Proben mit Standard- und miniaturisierter Geometrie anhand derer S-D-Kurven wird im Abschnitt 5.7.1 dargestellt. Die aus den Zugversuchen ermittelten Kennwerte sind in Tabelle D1 und Tabelle D2 im Anhang D zu finden.

### 5.3.1 Spannungs-Dehnungs-Kurven bei Raum- und Hochtemperatur

Abbildung 5-9a zeigt repräsentative S-D-Kurven des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante und der HR/316L-Variante bei Raumtemperatur (RT), 400 °C, 600 °C, und 650 °C sowie des As-Built-Zustands bei RT (As-Built in grau, HT450 in schwarz, HR/316L in hellblau). Die Kurven entsprechen Versuchen, welche mit MTS-Dehnungsaufnehmer durchgeführt wurden (siehe 4.2.1). Die Kennwerte sind in Tabelle D1 im Anhang D zu finden.

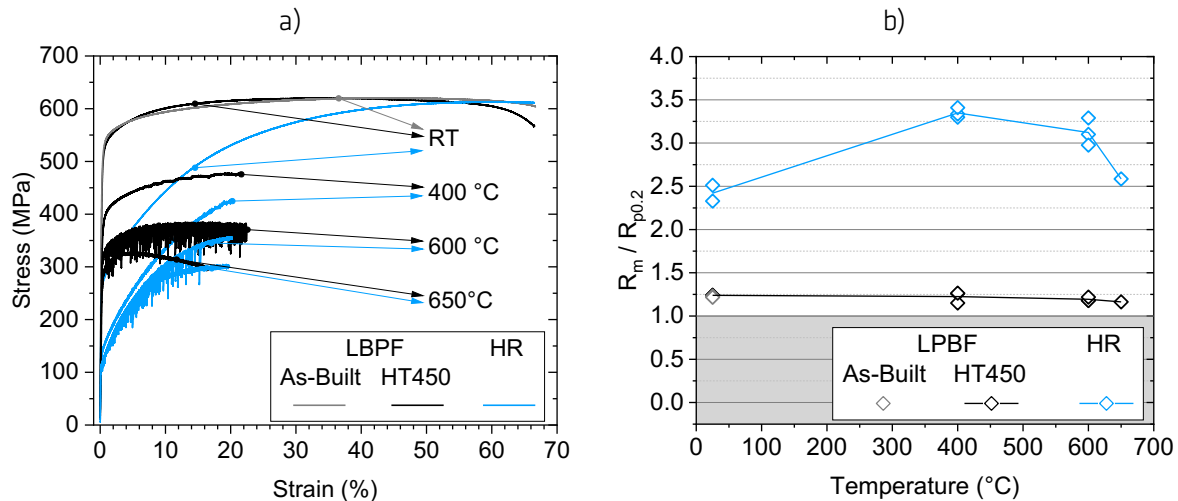


Abbildung 5-9. a) Spannungs-Dehnungs-Kurven der As-Built und HT450-Zustände, sowie der HR/316L-Variante bei Raum- und Hochtemperatur. Die Kurven sind bis zur Abnahme des Dehnungsaufnehmers dargestellt. Ausschließlich die bei 650 °C getestete HT450-Zugprobe ist vor Abnahme des Dehnungsaufnehmers gebrochen, b) Verfestigungsquotienten. In b) verbinden die durchgezogenen Linien die Mittelwerte der Verfestigungsquotienten bei jeder Prüftemperatur.

Die Ergebnisse der Versuche mit dem HBM-Dehnungsaufnehmer in Tabelle D1 im Anhang D offenbaren die Abhängigkeit der Bruchdehnung,  $A$ , von der Dehnrage. Denn kleinere  $A$ -Werte sind bei den Versuchen mit HBM-Dehnungsaufnehmer festzustellen, bei denen die Dehnrage nach Abnahme des Dehnungsaufnehmers eine Größenordnung größer als bei den Versuchen mit MTS-Extensometer war. Außerdem zeigen diese zusätzlichen Versuche, dass die Festigkeitskennwerte stärker bei der HR/316L- als bei der PBF-LB/M/316L-Werkstoffvariante streuen. Auf die Ergebnisse bezüglich der Steigung der Spannungs-Dehnungs-Kurven im elastischen Bereich,  $m_E$ , wird im Abschnitt 5.4 eingegangen.

Bei Raumtemperatur überlagern sich die Kurven der As-Built und HT450-Zustände (Abbildung 5-9a). Die Kurve der HR/316L-Variante befindet sich größtenteils unterhalb dieser Beiden. Die Fließspannung der HR/316L-Variante beträgt etwa die Hälfte der Fließspannung der As-Built- und HT450-Zustände. Bei 600 °C und 650 °C weisen sowohl die Spannungs-Dehnungs-Kurven der PBF-LB/M/316L-Variante als auch die der HR/316L-Variante einen gezackten Verlauf auf, der durch ein wiederholtes und rasches Absacken der Spannung gekennzeichnet ist. Während der gezackte Verlauf bei 600 °C über den gesamten plastischen Bereich festzustellen ist, ist er bei 650 °C eher schwach und nur in der Nähe des Bereichs des plastischen Fließens sichtbar.

Darüber hinaus ist auf den ersten Blick ein markanter Unterschied des Verfestigungsverhaltens zu erkennen. Die Werkstoffzustände der PBF-LB/M/316L-Variante (As-Built, HT450) verfestigen eher zu Beginn der plastischen Verformung und außerdem insgesamt weniger als die HR/316L-Variante. Diese Tendenz ist sowohl bei Raumtemperatur als auch bei den höheren Prüftemperaturen vorhanden. Um dies zu verdeutlichen, sind die Verfestigungsquotienten (engl. *Strain Hardening Ratio*) in Abbildung 5-9b dargestellt, welche sich aus dem Quotienten der Zugfestigkeit und 0,2 % Dehngrenze bilden. Dieses unterschiedliche Verfestigungsverhalten kann auch anhand des unterschiedlichen Verlaufs der Verfestigungsraten (engl. *Work Hardening Rate*) nach dem Fließen,  $dR/de$ , festgestellt werden (nicht

gezeigt), welcher bei allen Prüftemperaturen dem Trend der Literatur ähnelt (geringe variierende Verfestigungsrate nach dem Fließen bei der PBF-LB/M/316L-Werkstoffvariante). Während die Verfestigungsquotienten der As-Built- und HT450-Zustände über den gesamten Temperaturbereich nahezu konstant bei ca. 1,2 bleiben, variieren die der HR/316L-Variante zwischen ca. 2,4 und 3,4 mit einem lokalen Maximum bei 400 °C.

### 5.3.2 Temperaturabhängigkeit der Festigkeits- und Duktilitätskennwerte

Abbildung 5-10a stellt die Temperaturabhängigkeit der 0,2 % Dehngrenze,  $R_{p0,2}$ , und Zugfestigkeit,  $R_m$ , (links) sowie der Bruchdehnung,  $A$ , und Brucheinschnürung,  $Z$ , (rechts) für den HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante und die HR/316L-Variante dar. Die entsprechenden Kennwerte sind in Tabelle D1 im Anhang D zu finden.

In Abbildung 5-10a sind die aus jedem durchgeführten Versuch ermittelten Kennwerte dargestellt. Die durchgezogenen Linien verbinden die entsprechenden Mittelwerte bei jeder Prüftemperatur. Aus beiden Diagrammen (Festigkeitskennwerte auf der linken und Verformungskennwerte auf der rechten Seite) wird deutlich, dass die Streuung der Kennwerte, insbesondere bei den Festigkeitskennwerten, sehr gering ist. Die Ergebnisse von Dryepont et al. und Byun et al. [32, 79] sind zum Vergleich dargestellt (siehe Diskussion im Abschnitt 6.2.1). Abbildung 5-10b fasst die charakteristischen Kennwerte der As-Built und HT450-Zustände sowie der HR/316L-Variante bei Raumtemperatur zusammen. Die Fehlerbalken bei  $R_m$ ,  $A$  und  $Z$  stellen die berechnete Messunsicherheit,  $U_M$ , dar.

Die 0,2 % Dehngrenzen des HT450- sowie des As-Built-Zustands sind etwa doppelt so hoch wie diejenigen der HR/316L-Variante (Abbildung 5-10a).  $R_{p0,2}$  und  $R_m$  nehmen mit zunehmender Prüftemperatur ab. Die 0,2 % Dehngrenze des HT450-Zustands ist bei 650 °C immer noch höher als die der HR/316L-Variante bei Raumtemperatur. Bei Prüftemperaturen größer als 400 °C werden die Unterschiede in den 0,2 % Dehngrenzen etwas geringer. Über 600 °C sinkt die 0,2 % Dehngrenze des HT450-Zustands stärker als die der HR/316L-Variante.

Die Zugfestigkeit,  $R_m$ , ist im Gegensatz zur 0,2 % Dehngrenze bei allen Prüftemperaturen nahezu identisch für die untersuchten Werkstoffvarianten und -zustände. Ab 600 °C nehmen alle Zugfestigkeiten stärker ab.

Die Bruchdehnung,  $A$  (Kreise), ist bei allen Prüftemperaturen bei der PBF-LB/M/316L- geringer als bei der HR/316L-Variante (siehe Abbildung 5-10a, rechts). Bei Raumtemperatur (siehe Abbildung 5-10b) beträgt die maximale relative Differenz etwa 20 % (HT450 vs. HR). Außerdem ist sie etwa 11 % (relative Differenz) geringer nach der HT450-Wärmebehandlung im Vergleich zum As-Built-Zustand (siehe Abbildung 5-10b). Bei beiden Werkstoffvarianten besteht ein lokales Minimum sowohl bei  $A$  als auch bei der Differenz dazwischen (PBF-LB vs. HR) bei 400 °C, welche hier etwa 10 % beträgt. Ab 600 °C nimmt  $A$  zunächst zu, um dann erneut mit zunehmender Temperatur abzufallen.

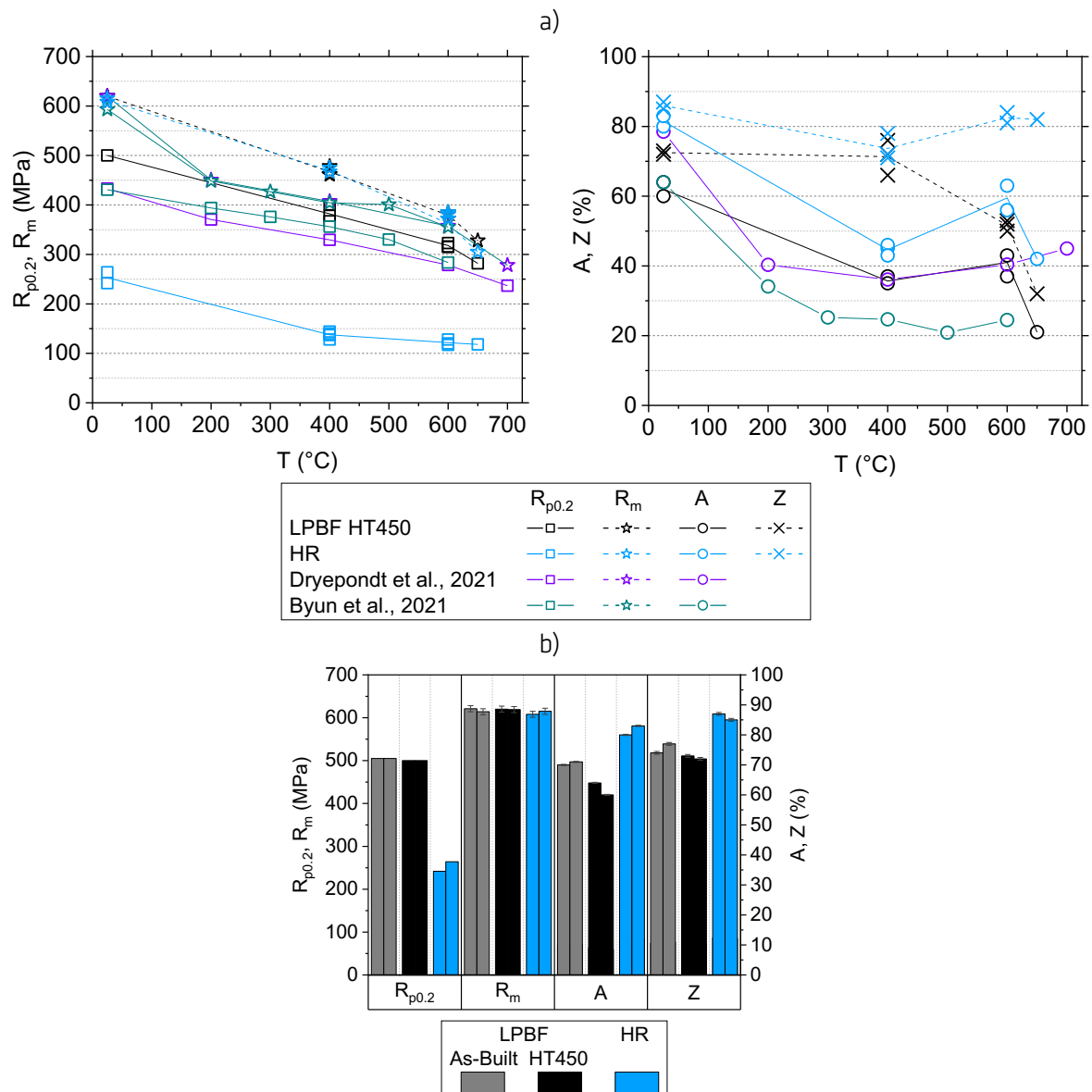


Abbildung 5-10. Kennwerte aus Zugversuchen der As-Built- und HT450-Zustände sowie der HR/316L-Variante. a) Temperaturabhängigkeit der 0,2 % Dehngrenze,  $R_{p0.2}$ , und Zugfestigkeit,  $R_m$ , (links), und der Bruchdehnung,  $A$ , und Brucheinschnürung,  $Z$ . (rechts); die Ergebnisse bei 600 °C und 650 °C sind aus Ávila Calderón et al. [102] wiedergegeben, b) Kennwerte bei Raumtemperatur.

Die Brucheinschnürung,  $Z$  (x-Symbole), ist bei allen Prüftemperaturen, ähnlich wie die Bruchdehnung,  $A$ , tendenziell geringer bei beiden PBF-LB/M/316L-Zuständen als bei der HR/316L-Variante. Eine Ausnahme bildet der Fall bei 400 °C, bei dem sich die  $Z$ -Werte anzugleichen scheinen. Während bei der HR/316L-Variante  $Z$  (hellblaue x-Symbole) mit zunehmender Prüftemperatur eine ähnliche Tendenz wie  $A$  (hellblaue Kreise) aufweist, ist  $Z$  bei dem HT450-Zustand (schwarze x-Symbole) bis 400 °C weniger temperaturabhängig als  $A$  (schwarze Kreise) und fällt darüber kontinuierlich ab; ab 600 °C stärker. Bei Raumtemperatur (Abbildung 5-10b) sind die  $Z$ -Werte der As-Built und HT450-Zustände sehr ähnlich. Die HT450-Wärmebehandlung hat eher keinen Einfluss auf diesen Kennwert des As-Built-Zustands.

### 5.3.3 Effekt der Wärmebehandlung bei 900 °C/1 h

Abbildung 5-11 veranschaulicht den Effekt der HT900-Wärmebehandlung auf die Zugeigenschaften des HT450-Zustands (orange Linien, Symbole und Balken). Dafür wurden die Diagramme von Abbildung 5-9, und Abbildung 5-10b mit den Messergebnissen des HT900-Zustands ergänzt. Die Fehlerbalken bei  $R_m$ ,  $A$  und  $Z$  stellen weiterhin die berechnete Messunsicherheit,  $U_M$ , dar. Die entsprechenden Kennwerte sind in Tabelle D1 im Anhang D zu finden.

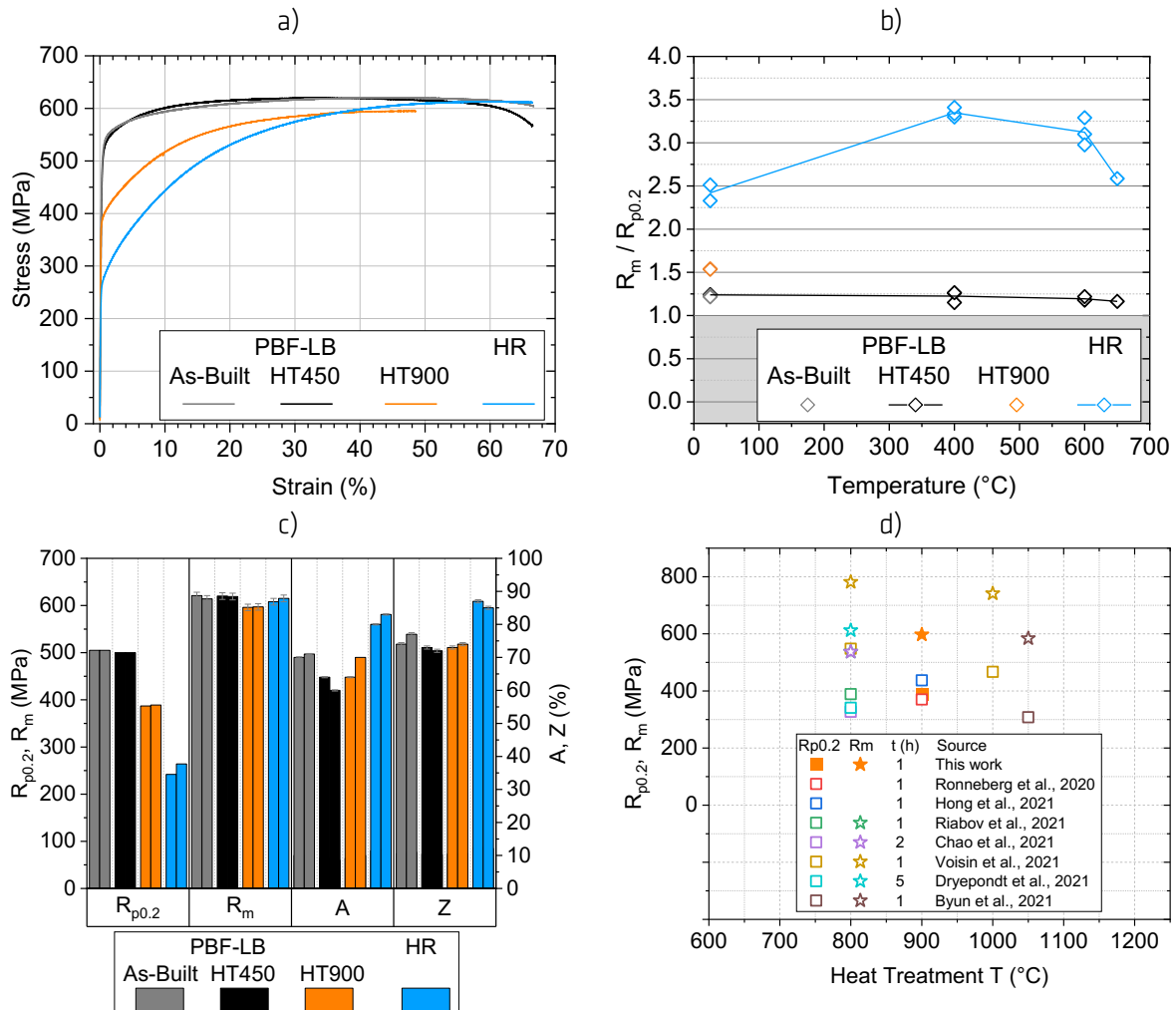


Abbildung 5-11. Effekt der HT900-Wärmebehandlung auf die Zugeigenschaften. a) Spannungs-Dehnungs-Kurven, b) Verfestigungsquotienten, c) Festigkeits- und Verformungskennwerte bei Raumtemperatur, d) Vergleich zu Literaturwerten. Die Dauer der jeweiligen Wärmebehandlung ist in der Legende mit angegeben.

Die S-D-Kurve des HT900-Zustands liegt zwischen den Kurven der HR/316L-Variante und den anderen beiden PBF-LB/M/316L-Zuständen. Nach der HT900-Wärmebehandlung haben sich vor allem die 0,2 % Dehngrenze,  $R_{p0.2}$ , und das Verfestigungsverhalten verändert (siehe Abbildung 5-11a und c).  $R_{p0.2}$  hat im Vergleich zu den As-Built- und HT450-Zuständen in Abbildung 5-11c um etwa 23 % (relative Differenz) abgenommen.  $R_m$  ist nach der HT900-Wärmebehandlung auch geringer geworden (siehe Abbildung 5-11a und Abbildung 5-11c). Die Reduzierung ist aber weniger stark ausgeprägt als bei  $R_{p0.2}$  und beträgt etwa 4 %. Die Änderung im Verfestigungsverhalten betrifft mehrere Kennwerte. Hauptsächlich ist diese Änderung im Vergleich zum HT450-Zustand durch (i) ein um 20 % größeren Verfestigungsquotient, (ii) eine Verfestigungsrate (engl. *Work Hardening Rate*) nach dem Fließen,  $dR/de$ , die sich insgesamt deutlich langsamer, aber noch schneller im Vergleich zum HR-Zustand, dem



Wert Null annähert und (iii) eine höhere gesamte Extensometer-Dehnung bei Höchstkraft,  $A_{gt}$ , charakterisiert.  $dR/de$  und  $A_{gt}$  sind aus Abbildung 5-11a implizit nachzuvollziehen. Insgesamt ähnelt der Kurvenverlauf des HT900-Zustands im Bereich der Verfestigung (Abbildung 5-11a) eher dem der HR/316L- als dem der anderen PBF-LB/M/316L-Zustände und der Verfestigungsquotient (Abbildung 5-11b) folgt dem umgekehrten Trend.

Die Bruchdehnung,  $A$ , scheint nach der HT900-Wärmebehandlung wieder anzusteigen, nachdem sie nach der HT450-Wärmebehandlung gesunken war (Abbildung 5-11c). Sie ähnelt dem Wert des As-Built-Zustands und bleibt niedriger als bei der HR/316L-Variante. Die Brucheinschnürung,  $Z$ , bleibt in etwa gleich und ist weiterhin scheinbar unabhängig vom Wärmebehandlungszustand und immer noch geringer als bei der HR/316L-Variante. Abbildung 5-11d stellt einen Vergleich zu aktuellen Literaturwerten dar. Auf diese Abbildung wird wieder im Diskussionskapitel im Abschnitt 6.4 eingegangen.

#### 5.4 Elastische Eigenschaften

Die Ergebnisse der mittels Resonanzmethode ermittelten Kennwerte, die das elastische Verhalten beschreiben, werden in Abbildung 5-12 und in Tabelle D3 im Anhang D dargestellt. Diese Kennwerte wurden ausschließlich an dem HT450-Zustand und an der HR/316L-Variante bestimmt. Abbildung 5-12a stellt die Elastizitäts-,  $E$  (Rechtecke), und Schubmoduli,  $G$  (Kreise), und Abbildung 5-12b, die daraus berechneten Querkontraktionszahlen,  $\nu$ , dar. Der HT450-Zustand ist mit schwarzen und die HR/316L-Variante mit hellblauen Symbolen dargestellt. Die Streuung der Messergebnisse zwischen einzelnen Proben ist sehr gering. Daher liegen die Messergebnisse jeweils fast genau übereinander. Die Steigungen der Spannungs-Dehnungs-Kurve im elastischen Bereich,  $m_E$ , welche bei den Zugversuchen mit HBM-Dehnungsaufnehmer bei Raumtemperatur ermittelt wurden (siehe Tabelle D1 im Anhang D), nähern sich erwartungsgemäß dem Wert der mittels Resonanzmethode bestimmten Elastizitätsmodule.

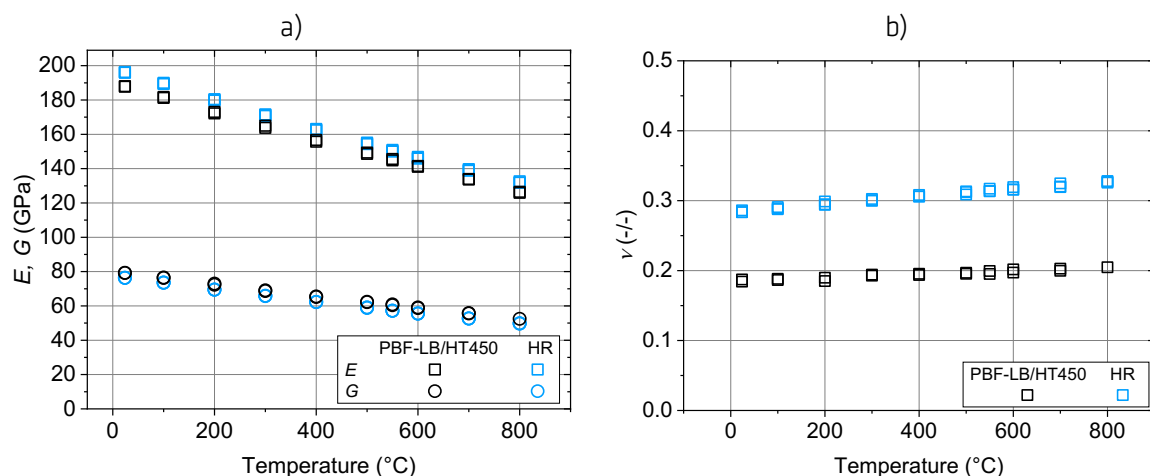


Abbildung 5-12. Temperaturabhängigkeit der dynamischen Elastizitäts- ( $E$ , Rechtecke) und Schubmoduli ( $G$ , Kreise) (a) sowie der Querkontraktionszahlen (b) für den HT450-Zustand (schwarz) und die HR/316L-Variante (hellblau).

Der Elastizitätsmodul wird jeweils in Breiten- und Dickenrichtung bestimmt. Dadurch lässt sich feststellen, ob sich das geprüfte Material bezüglich der elastischen Eigenschaften isotrop oder anisotrop verhält. Da die Unterschiede zwischen den Biegeesonanzfrequenzen in Breitenrichtung,  $f_f(e)$ , und Dickenrichtung,  $f_f(f)$  sehr gering ( $< 1\%$  relative Differenz) waren (nicht gezeigt), lässt sich ableiten, dass die geprüften Materialien sich isotrop bezüglich der elastischen Eigenschaften verhalten.

Der HT450-Zustand weist bei allen Temperaturen leicht niedrigere E-Modul-Werte (schwarze Rechtecke) als die HR/316L-Variante (hellblaue Rechtecke) auf. Der Unterschied zwischen den E-Modul-Werten ist bei allen Prüftemperaturen ähnlich und liegt im Durchschnitt bei etwa 4%. Im Gegensatz zu den E-Modul-Werten (Rechtecke) sind die Schubmodulwerte (Kreise) des HT450-Zustands leicht höher als

die der HR/316L-Variante. Der Unterschied in den G-Modul-Werten ist ebenfalls ähnlich bei allen Temperaturen und beträgt etwa 5 %. Die Querkontraktionszahlen,  $\nu$ , des HT450-Zustands sind kleiner als die von der HR/316L-Variante und unterscheiden sich bei Raumtemperatur um etwa 35 %. Diese Tendenz setzt sich bis zu den höheren Temperaturen fort und der prozentuale Unterschied steigt dabei in geringem Maß durch einen leicht ausgeprägteren Anstieg der  $\nu$ -Werte bei der HR/316L-Variante an.

## 5.5 Low-Cycle-Fatigue

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse des *Low-Cycle-Fatigue* Verhaltens des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante sowie der HR/316L-Variante dargestellt. Zunächst werden im Abschnitt 5.5.1 die Lebensdauer, danach im Abschnitt 5.5.2 das zyklische Spannungs-Dehnungs-Verhalten anhand der Hystereseschleifen, anschließend im Abschnitt 5.5.3 das Wechselverformungsverhalten anhand der Wechselverformungskurven und schließlich im Abschnitt 5.5.4 die Coffin-Manson-Basquin-Auswertung dargestellt.

### 5.5.1 Lebensdauer

In dem in Abbildung 5-13 dargestellten Dehnungs-Wöhler-Diagramm ist die Zyklenzahl beim Versagen bzw. die Lebensdauer,  $N_{f,10\%}$ , (x-Achse) gegenüber den Dehnungsschwingbreiten,  $\Delta e_t$ , (engl. *Total Strain Range*) vergleichend dargestellt (PBF-LB/M/316L-Variante mit schwarzen Symbolen; HR/316L-Variante mit hellblauen Symbolen). Bei 600 °C (Sterne) werden Datenpunkte aus Wiederholungsversuchen gezeigt. Diese wurden bei  $\Delta e_t = 0,6$  % bei der HR/316L-Variante (hellblau) und bei  $\Delta e_t = 1,3$  % bei der PBF-LB/M/316L-Variante (schwarz) durchgeführt. Die Streuung der  $N_{f,10\%}$  Datenpunkte ist gering bei den Wiederholungsversuchen.

Zur besseren Übersichtlichkeit der Ergebnisse werden in Abbildung 5-13 zu den Datenpunkten angepassten Kurven gezeigt. Die Anpassung erfolgte anhand der Coffin-Manson-Basquin-Gleichung, welche sich aus der Summe der Basquin- und Coffin-Manson-Beziehungen bzw. der elastischen und plastischen Anteile der Dehnung ergibt. Die entsprechende Auswertungsprozedur wird im Anhang G erklärt. Weiterführende Ergebnisse aus dieser Auswertung werden im Abschnitt 5.5.4 dargestellt.

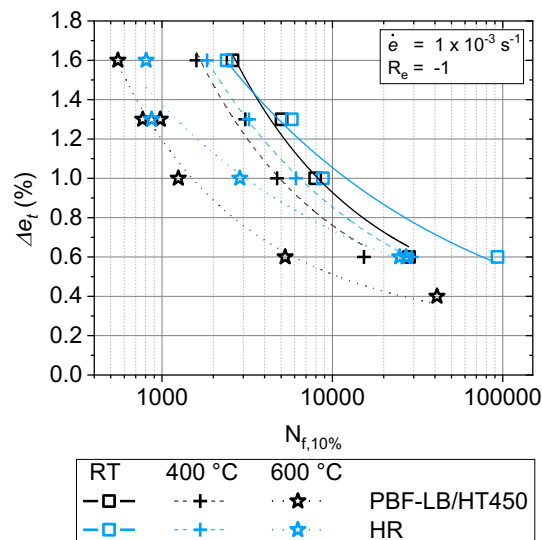


Abbildung 5-13. Dehnungs-Wöhler-Diagramm. Vergleich der Lebensdauer,  $N_{f,10\%}$ , des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante gegenüber der HR/316L-Variante. Die Anpassungskurven wurden anhand der Coffin-Manson-Basquin-Gleichung ermittelt. Bei 600 °C werden auch Lebensdauer aus Wiederholungsversuchen gezeigt (bei  $\Delta e_t = 0,6$  % und  $\Delta e_t = 1,3$  %).

Generell ist bei beiden Werkstoffvarianten eine Abnahme der Lebensdauer mit steigender Dehnungsschwingbreite und Prüftemperatur festzustellen. Die temperaturabhängige Abnahme ist von 400 °C zu 600 °C stärker ausgeprägt als von Raumtemperatur zu 400 °C. Bei allen Prüftemperaturen fallen

die Lebensdauer beider Materialvarianten mit abnehmender Dehnungsschwingbreite auseinander. Infolgedessen weist die PBF-LB/M/316L-Variante bei den kleinsten  $\Delta e_t$ -Werten ausgeprägt kürzere Lebensdauer als die HR/316L-Variante auf, insbesondere bei Raumtemperatur und 600 °C. Bei 600 °C / 0,6 % ist sie etwa 79 % kürzer (relative Differenz). Alle einzelne  $N_{f,10\%}$ -Werte sind in Tabelle E1 im Anhang E zu finden. Die Messunsicherheit wurde gemäß UNCERT *Code of Practice* Nr. 2 [226] berechnet (Ergebnisse nicht gezeigt) und liegt meist unter Faktor 2. Da die Wiederholungsversuche eine hohe Reproduzierbarkeit zeigen, wird davon ausgegangen, dass die beobachteten Unterschiede signifikant sind.

### 5.5.2 Zyklisches Spannungs-Dehnungs-Verhalten

Das zyklische Spannungs-Dehnungs-Verhalten wird in diesem Abschnitt anhand der Hystereseschleifen bei halber Lebensdauer dargestellt. In Abbildung 5-14a bis c werden die Hystereseschleifen der PBF-LB/M/316L-Variante (schwarz) und der HR/316L-Variante (hellblau) verglichen. Dabei sind die Schleifen für die kleinste (0,6 %) und die größte (1,6 %) Dehnungsschwingbreite jeweils beispielhaft dargestellt. Bei 600 °C (Abbildung 5-14c) sind außerdem die Hystereseschleifen des Versuchs bei 0,4 % Dehnungsschwingbreite bei dem HT450-Zustand (HT450 / 0,4 %) sowie der Wiederholungsversuche (HR/316L / 0,6 % und HT450 / 1,3 %) gezeigt, und die Hystereseschleife des Versuchs HR/316L / 1,3 % ist zum Vergleich mit dem Versuch HT450 / 1,3 % ebenfalls dargestellt. Das Ziel des Versuchs HT450 / 600 °C / 0,4 % war, ein Vergleich des Versagensmechanismus LCF vs. Kriechen bei gleicher Prüftemperatur, einem ähnlichem Spannungsniveau, aber einer unterschiedlichen Belastungsart durchzuführen (siehe mehr dazu im Abschnitt 5.8.2 bzw. Abbildung 5-30).

Die Hystereseschleifen der Wiederholungsversuche in Abbildung 5-14c weisen eine hohe Reproduzierbarkeit sowohl bei der PBF-LB/M/316L-Variante als bei der HR/316L-Variante auf. In Abbildung 5-14d sind die Schwingbreite der plastischen Dehnung,  $\Delta e_p$ , und die plastische Arbeit,  $W_p$ , bei halber Lebensdauer gegenüber der Dehnungsschwingbreiten für alle Prüfparameter dargestellt. Die sogenannte plastische Arbeit,  $W_p$ , wird als die Fläche der jeweiligen Hysterese berechnet und entspricht der in der Probe umgesetzten irreversiblen Formänderungsarbeit [227, 228].  $W_p$  gibt somit die Arbeit an, die nötig ist, um das Material zu verformen.

Generell ist festzustellen, dass die Hystereseschleifen für beide Werkstoffvarianten und Prüftemperaturen nahezu symmetrisch sind. Bei Raumtemperatur und 400 °C (Abbildung 5-14a und b) sind die zyklischen Spannungen sowohl im Zug- als auch im Druckbereich höher bei der PBF-LB/M/316L-Variante als bei der HR/316L-Variante. Mit abnehmender Dehnungsschwingbreite,  $\Delta e_t$ , wird der Unterschied größer. Mit zunehmender Prüftemperatur werden die zyklischen Spannungen (maximale und minimale Spannung) bei beiden Werkstoffvarianten geringe, insbesondere bei Erhöhung der Prüftemperatur von Raumtemperatur auf 400 °C. Eine Ausnahme bildet das Verhalten der HR/316L-Variante im Bereich von 400 °C bis 600 °C, wo die zyklischen Spannungen nahezu unverändert bleiben.

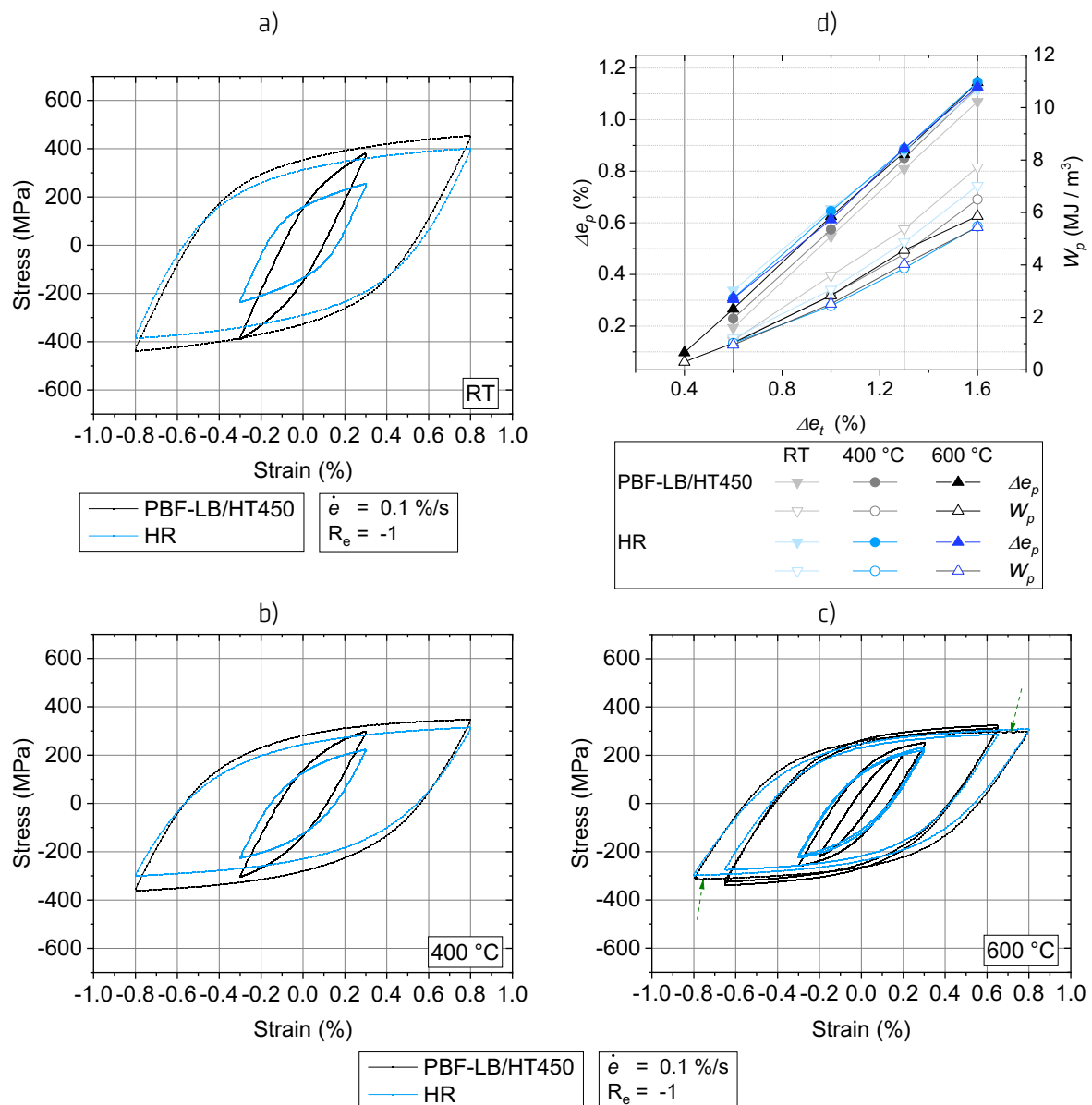


Abbildung 5-14. a), b), c) Ausgewählte Hystereseschleifen von LCF-Versuchen bei mittlerer Lebensdauer für den HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante und die HR/316L-Variante für die Dehnungsschwingbreiten 0,6 % und 1,6 %. a) Raumtemperatur, b) 400 °C, c) 600 °C. In c) werden außerdem die Hystereseschleifen der Wiederholungsversuche (HR/316L / 0,6 %, HT450 / 1,3 % und HR/316L / 1,3 %) sowie des Versuchs bei 600 °C / 0,4 % gezeigt. d) Schwingbreite der plastischen Dehnung,  $\Delta e_p$ , und plastische Arbeit,  $W_p$ .

Der Öffnungsgrad der Hystereseschleifen in x-Richtung, der direkt mit dem Ausmaß der plastischen Verformung zusammenhängt, ist geringer bei der PBF-LB/M/316L-Variante als bei der HR/316L-Variante und der Unterschied wird etwas kleiner mit zunehmender Dehnungsschwingbreite und Prüftemperatur. Letzteres ist sowohl an den Hystereseschleifen als auch in Abbildung 5-14d ( $\Delta e_p$ ) sichtbar, wo auch eine nahezu lineare Abhängigkeit von  $\Delta e_t$  (x-Achse) erkennbar ist. Die Temperatur-Abhängigkeit von  $\Delta e_p$  ist sehr gering. Bei der höchsten Prüftemperatur (600 °C) liegen die  $\Delta e_p$ -Werte am dichtesten beieinander, insbesondere ab 1,0 % Dehnungsschwingbreite.

Die plastische Arbeit,  $W_p$ , steigt mit steigender Dehnungsschwingbreite an und wird dabei immer abhängiger von der Prüftemperatur und dem Herstellungsprozess. Die PBF-LB/M/316L-Variante weist

tendenziell höhere  $W_p$ -Werte als die HR/316L-IVariante auf und eine ansteigende Prüftemperatur bewirkt tendenziell kleinere  $W_p$ -Werte. Bei 1,6 % sind diese Trends am leichtesten zu erkennen.

Die Entlastungs-Elastizitätsmodule nehmen mit ansteigender Prüftemperatur ab und sie sind sowohl im Druck- als auch im Zugbereich ( $E_C$  bzw.  $E_T$ ) ähnlich zwischen beiden Werkstoffzuständen (HT450, HR). Letzteres gilt sowohl bei Raum- als auch bei den höheren Prüftemperaturen mit Ausnahme des Falls 400 °C / 1,6 %, bei dem  $E_C$  und  $E_T$  bei der PBF-LB/M/316L-Variante größer sind. Die Werte für  $\Delta e_p$ ,  $E_C$  und  $E_T$  sind in Tabelle E1 im Anhang E zu finden.

Schließlich wurde ein gezackter Verlauf ausgewählter Hysteresekurven bei beiden Werkstoffzuständen (HT450, HR) bei 600 °C beobachtet, der sowohl im Zug- als auch, weniger ausgeprägt, im Druckbereich auftritt (siehe grüne gestrichelte Pfeile in Abbildung 5-14c). Dieses Verhalten wurde von Chen et al. für PBF-LB/M/316L bei 550 °C berichtet und als dynamische Reckalterung interpretiert [16].

### 5.5.3 Wechselverformungsverhalten

In diesem Abschnitt wird das Wechselverformungsverhalten anhand der Wechselverformungskurven dargestellt. Diese werden in Abbildung 5-15a, b und c für die PBF-LB/M/316L-Variante (schwarz) und die HR/316L-Variante (hellblau) verglichen. Dabei werden jeweils die Verläufe der zyklischen Spannungen sowie der Mittelspannung über die gesamte Versuchsdauer dargestellt. Das Wechselverformungsverhalten der Wiederholungsversuche in Abbildung 5-15c (HR/316L bei RT / 0,6 % und HT450 bei 600 °C / 1,3 %) weist eine hohe Reproduzierbarkeit auf, obwohl die Wechselverformungskurven über den gesamten Versuchsverlauf nicht exakt übereinander liegen.

Über die gesamte Lebensdauer betrachtet, nehmen bei beiden Werkstoffvarianten die zyklischen Spannungen mit abnehmender Dehnungsschwingbreite und zunehmender Prüftemperatur ab. Dabei ist von Raumtemperatur auf 400 °C und unter Berücksichtigung der bei den Wiederholungsversuchen gesehenen Streuung die Abhängigkeit von der Dehnungsschwingbreite weniger ausgeprägt als die Abhängigkeit von der Prüftemperatur. Von 400 °C auf 600 °C gilt der umgekehrte Fall.

Das Wechselverformungsverhalten der HR/316L-Variante verändert sich mit variierender Dehnungsschwingbreite und Prüftemperatur und ist durch bis zu maximal drei Phasen charakterisiert, welche in Abbildung 5-15a beispielhaft anhand von gestrichelten grünen Pfeilen gezeigt werden. Einer Anfangsverfestigung (I) folgt meist eine kontinuierliche Entfestigung (II) und bei Raumtemperatur, 400 °C / 0,6 % und 400 °C / 1,0 % eine anschließende zweite Verfestigung, bevor die zum Versagen führende Entfestigung eintritt. Die Anfangsverfestigung hat eine variierende Dauer, die qualitativ betrachtet mit abnehmender Dehnungsschwingbreite und, bis 400 °C, mit zunehmender Prüftemperatur ansteigt. In einigen Fällen stellt sich anstatt der Entfestigung (II) eine nahezu stabile Phase ein, beispielsweise bei 400 °C / 0,6 % und 600 °C / 0,6 %. Bei RT / 1,3 % findet vor dem Versagen keine Entfestigung statt, was höchstwahrscheinlich auf den bei dieser Probe außerhalb der Messlänge liegenden Riss zurückzuführen ist.

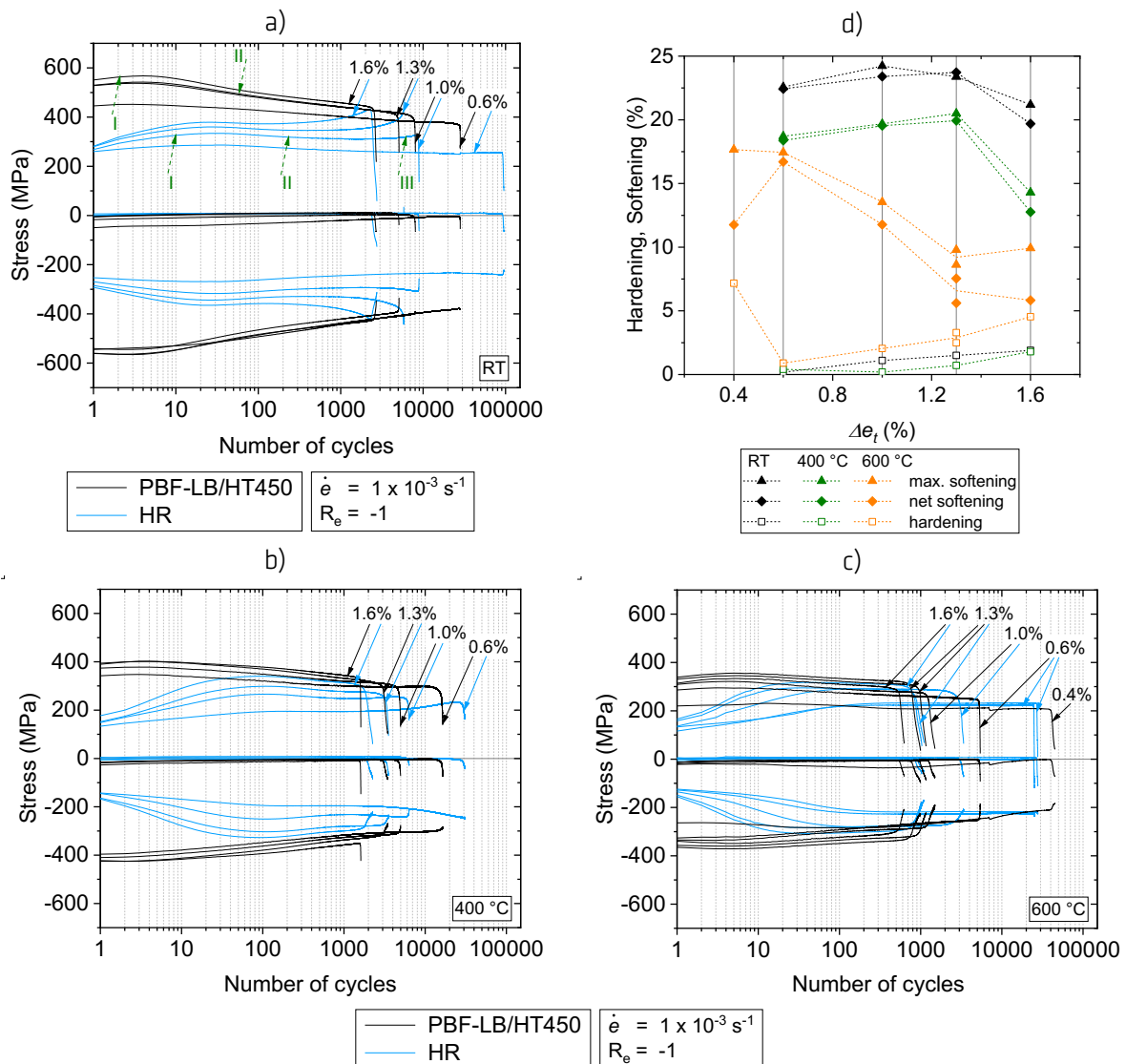


Abbildung 5-15. Wechselverformungskurven. a) Raumtemperatur, b) 400 °C, c) 600 °C. Vergleich HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante gegenüber HR/316L-Variante. Bei 600 °C (c) werden auch die Wechselverformungskurven der Wiederholungsversuche (HR/316L / 0,6 %, HT450 / 1,3 %, und HR/316L/1,3 %) sowie des Versuchs HT450 / 0,4 % gezeigt. d) Grade der Anfangsverfestigung und der Entfestigung bei dem HT450-Zustand (relative Differenz).

Das Wechselverformungsverhalten der PBF-LB/M/316L-Variante und seine Abhängigkeit von den Prüfparametern unterscheiden sich zum Teil von derjenigen der HR/316L-Variante. Meist findet eine Anfangsverfestigung (I), siehe grüne Pfeile in Abbildung 5-15a, gefolgt von einer kontinuierlichen Entfestigung (II) statt, bis die zum Versagen führende Entfestigung stattfindet. Das Wechselverformungsverhalten variiert weniger mit variierender Dehnungsschwingbreite und Prüftemperatur als bei der HR/316L-Variante und es stellt sich in der Regel kein stabilisiertes Verhalten ein. Ausschließlich bei 400 °C / 0,6 % scheint sich nach der Entfestigung eine stabile Phase einzustellen und eine zweite Verfestigungsphase stattzufinden. Außerdem ist anhand der Wechselverformungskurven zu erkennen, dass die Anfangsverfestigung (I) der PBF-LB/M/316L-Variante deutlich geringer ausgeprägt ist und über weniger Zyklen erfolgt als bei der HR/316L-Variante. Ein weiterer und wesentlicher Unterschied in dem Wechselverformungsverhalten beider Werkstoffvarianten besteht bei den zyklischen Spannungen in den anfänglichen Zyklen der Belastung. Diese sind bei der PBF-LB/M/316L-Variante bei allen Temperaturen etwa doppelt so groß wie bei der HR/316L-Variante. Mit fortsetzender Versuchsdauer

nähern sich die Werte der zyklischen Spannungen mit zunehmender Dehnungsschwingbreite und Prüftemperatur an (siehe Abbildung 5-14 und Abbildung 5-15).

Die Grade der Anfangsverfestigung sowie der Entfestigung (Phasen I bzw. II des Wechselverformungsverhaltens) werden in Abbildung 5-15d für die PBF-LB/M/316L-Variante dargestellt. Der Grad der Anfangsverfestigung wurde als Differenz zwischen der maximal erreichten Spannungsamplitude bei halber Lebensdauer und derjenigen beim ersten Belastungszyklus gegenüber der Spannungsamplitude beim ersten Belastungszyklus berechnet. Die Differenz für die maximale Entfestigung wird durch die maximal erreichte Spannungsamplitude bei halber Lebensdauer und für die Netto-Entfestigung durch die Spannungsamplitude beim ersten Belastungszyklus gebildet.

Die Anfangsverfestigung (Rechtecke) steigt in der Regel mit zunehmender Dehnungsschwingbreite an. Außerdem ist sie bei 600 °C tendenziell größer als bei Raumtemperatur und 400 °C, wo keine eindeutige Tendenz zu erkennen ist. Bei 600 °C ist sie etwa doppelt so groß als bei Raumtemperatur und 400 °C. Bei 600 °C ist ein Minimum zu erkennen und die Anfangsverfestigung ist bei 0,4 % größer als bei 0,6 % Dehnungsschwingbreite. Im Gegensatz zu dem Trend der Anfangsverfestigung nimmt die Entfestigung (Dreiecke für maximale Entfestigung und Rhomboide für Netto-Entfestigung) insgesamt mit ansteigender Prüftemperatur ab. Die Prüftemperatur bewirkt also bei der PBF-LB/M/316L-Variante eine stärkere Anfangsverfestigung sowie eine weniger ausgeprägte Entfestigung.

Die Abhängigkeit der Entfestigung von der Dehnungsschwingbreite ist etwas komplexer als diejenige der Verfestigung. Während sie bei Raumtemperatur und 400 °C mit steigender Dehnungsschwingbreite bis 1,3 %-Dehnungsschwingbreite tendenziell zunimmt, nimmt sie bei 600 °C bis zur selben Dehnungsschwingbreite ab. Danach, bei Raumtemperatur und 400 °C, nimmt sie ab 1,3 %-Dehnungsschwingbreite ab, während sie bei 600 °C eher konstant bleibt. Die Entwicklung der maximalen und Netto-Entfestigungen sind bei allen Prüftemperaturen bis auf den Fall 600 °C / 0,4 % ähnlich, bei dem die höhere Anfangsverfestigung eine deutlich niedrigere Netto-Entfestigung (oranger Rhombus) im Vergleich zur maximalen Entfestigung (oranges Dreieck) bewirkt. Schließlich, in Übereinstimmung mit den höheren Werten der Anfangsverfestigung bei 600 °C, unterscheiden sich die maximalen und Netto-Entfestigungen erst bei 600 °C markant.

Der Verlauf der Mittelspannungen ist zwar in Abbildung 5-15a bis c sichtbar, wird aber in Abbildung 5-16 detaillierter dargestellt. Bei der HR/316L-Variante stellt sich meist nach einem kleinen Einlaufen ein nahezu konstanter Wert von etwa 10 MPa bis Versuchsende ein. Bei der PBF-LB/M/316L-Variante entwickelt sich die Mittelspannung von negativen Werten zu Beginn des Versuchs bis hin zu etwa null und bei Raumtemperatur bei 1,0 %, 1,3 % und 1,6 % Dehnungsschwingbreiten zu leicht positiven Werten. Bei 600 °C / 0,4 % nimmt die Mittelspannung erstmal ab, bis ein Minimum zwischen 300 und 400 Zyklen erreicht wird. Danach nimmt sie, ähnlich allen anderen Prüfparametern, erneut zu.

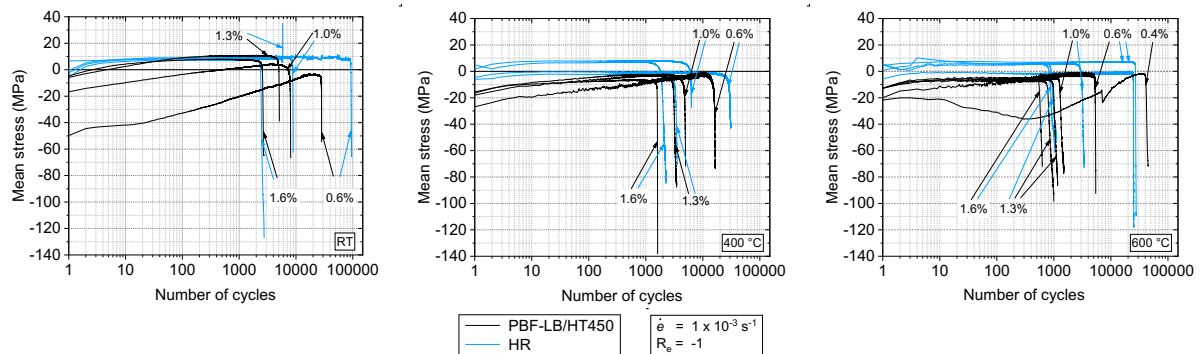


Abbildung 5-16. Entwicklung der Mittelspannung über die Zyklenzahl für den HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante und die HR/316L-Variante. a) Raumtemperatur, b) 400 °C, c) 600 °C.

#### 5.5.4 Coffin-Manson-Basquin-Auswertung und zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurven

Abbildung 5-17 stellt erweiterte Ergebnisse der Auswertung des LCF-Verhaltens dar. Diese hier dargestellte Coffin-Manson-Basquin-Auswertung (C-M-B-Auswertung) liefert die zyklischen Kennwerte und ist für die Modellbildung und die Lebensdauervorhersage von Bedeutung. Da beide Werkstoffvarianten in der Regel keine Stabilisierung des Wechselverformungsverhaltens aufweisen (siehe Abbildung 5-15 bzw. Abschnitt 5.5.3), wurden für die Bestimmung der einzelnen Datenpunkte die Hysteresekurven bei mittleren Lebensdauer anstatt der Hysteresekurven eines stabilisierten Bereichs ausgewertet.

Abbildung 5-17a bis f zeigen die Ergebnisse der C-M-B-Auswertung. Dabei wird die Beziehung zwischen der Dehnungsschwingbreite und der Lebensdauer dargestellt und dadurch die in Abbildung 5-13 bzw. im Abschnitt 5.5.1 gezeigten Ergebnisse ergänzt. Die Auswertung ergibt sich aus der Summe der Basquin- und Coffin-Manson-Beziehungen bzw. der elastischen und plastischen Anteile der Dehnungsschwingbreite. Die entsprechende Auswertungsprozedur wird im Anhang G erklärt. Die dazu gehörenden ermittelten Kennwerte sind in Tabelle E2 im Anhang E zu finden. Der Effekt der Mittelspannung wird dabei berücksichtigt und daraus ergibt sich in dieser Hinsicht, dass die Mittelspannung einen vernachlässigbaren Einfluss auf die Lebensdauer hat.

Ein bedeutender Kennwert aus der C-M-B-Auswertung ist die Übergangslbensdauer,  $N_T$ . Bei  $N_T$  sind die elastischen und plastischen Komponenten der Dehnungsschwingbreite gleich.  $N_T$  ist relevant, denn es wird angenommen, dass sie aus physikalischer Sicht den Übergang vom LCF- zu HCF-Regime (engl. *High-Cycle-Fatigue*) darstellt [229]: ist die Lebensdauer kleiner als  $N_T$  bzw. die geprüfte Dehnungsschwingbreite größer als die dazu entsprechende Dehnungsschwingbreite,  $\Delta e_{t,N_T}$ , dann ist der Beitrag der plastischen Verformung zu der Lebensdauer größer als der der elastischen Verformung (LCF-Bereich). In dem umgekehrten Fall (bei  $N > N_T$ ) ist der Beitrag der elastischen Verformung größer (HCF-Bereich). Diese unterschiedliche Gewichtung der elastischen und plastischen Beiträge zur Lebensdauer lässt die für die Lebensdauer entscheidende Komponente erkennen und kann sich wiederum auf die Deformation- und Schädigungsmechanismen auswirken.

Abbildung 5-17a bis f (a, b und c für HR/316L; d, e, und f für HT450) lassen feststellen, dass  $N_T$  bei beiden Werkstoffvarianten mit steigender Prüftemperatur abnimmt. Dieser Effekt ist bei der PBF-LB/M/316L-Variante weniger stark ausgeprägt als bei der HR/316L-Variante, insbesondere von Raumtemperatur auf 400 °C. Von 400 °C auf 600 °C ist der Abnahmegrad bei beiden Werkstoffvarianten ähnlich. Außerdem hat die PBF-LB/M/316L-Variante (Abbildung 5-17b) kürzere Übergangslbensdauer,  $N_T$ , als die HR/316L-Werkstoffvariante (Abbildung 5-17a) bei allen Prüftemperaturen, was in Übereinstimmung mit der Literatur steht [14, 16]. Mit ansteigender Prüftemperatur wird die Differenz kleiner. Beispielsweise ist  $N_T$  bei Raumtemperatur bei der HR/316L-Variante (Abbildung 5-17a) ca. 35x und bei 400 °C und 600 °C (Abbildung 5-17b bzw. c) ca. 4x so lang wie bei der PBF-LB/M/316L-Variante. Die unterschiedlichen  $N_T$ -Werte zwischen beiden Werkstoffvarianten weisen darauf hin, dass bei der PBF-



LB/M/316L-Variante bei den geprüften Testparametern die elastische Komponente der Dehnungsschwingbreite insgesamt einen größeren Einfluss auf die Lebensdauer als bei der HR/316L-Variante hat und dass bei beiden Werkstoffvarianten mit steigender Prüftemperatur der Einfluss der elastischen Komponente der Dehnungsschwingbreite auf die Lebensdauer größer wird.

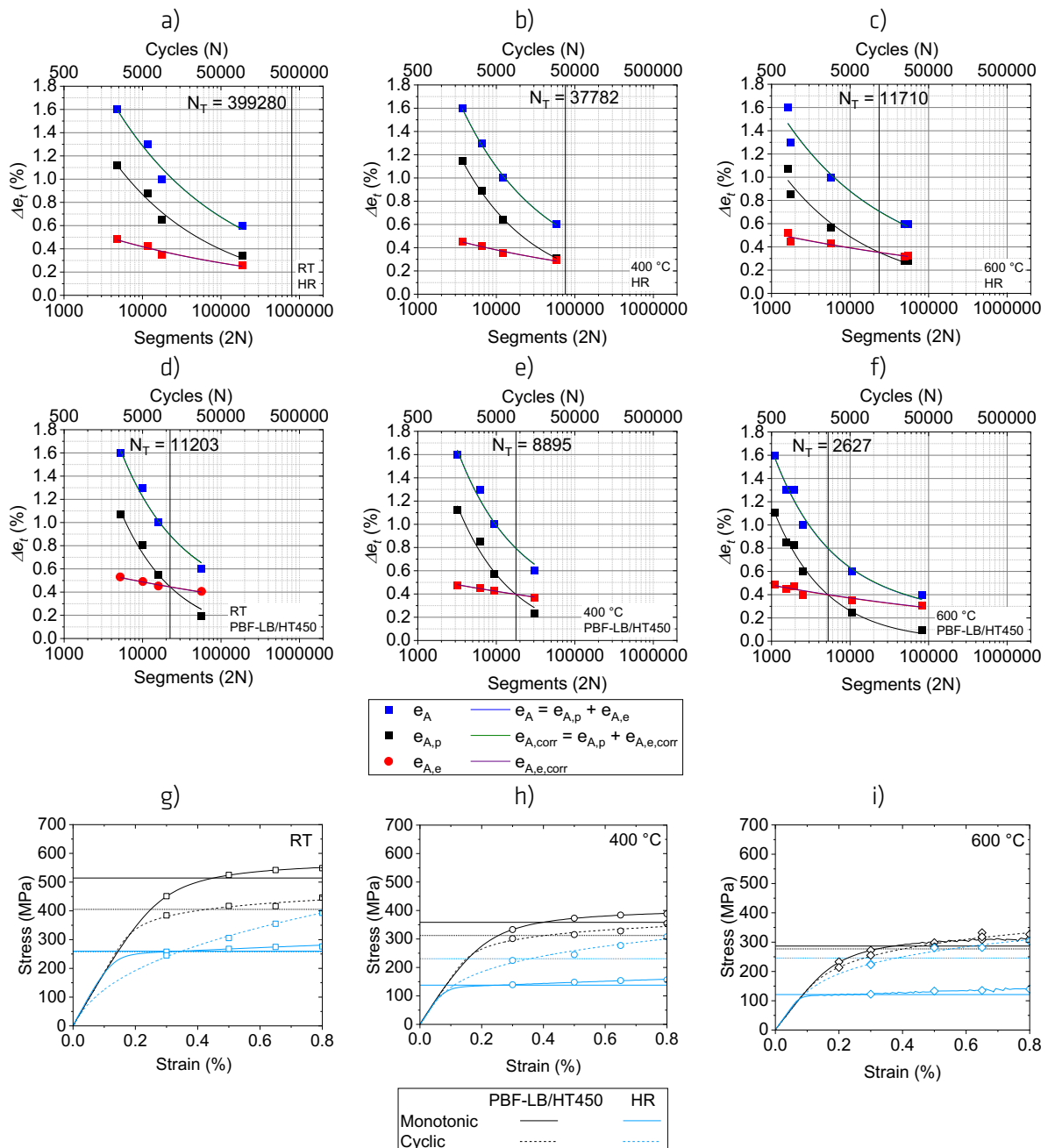


Abbildung 5-17. Ergebnisse der Coffin-Manson-Basquin-Auswertung. a), b), c) HR/316L-Variante; c), e), f) HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante. g), h), i) Gegenüberstellung der monotonischen und zyklischen Spannungs-Dehnungs-Kurven für beide Werkstoffvarianten bei den drei Prüftemperaturen. a), d) und g) Raumtemperatur; b), e) und h) 400 °C; c), f) und i) 600 °C.

Über die C-M-B-Auswertung hinaus, stellt Abbildung 5-17g bis i für jede Werkstoffvariante und Prüftemperatur die monotonen und zyklischen Spannungs-Dehnungs-Kurven (ZSD-Kurven) im Vergleich dar. Die monotonen S-D-Kurven (durchgezogene Linien) kommen aus dem ersten Belastungszyklus, wie in der ISO 12106 empfohlen [196] wird. Dadurch ist der Vergleich bei gleicher Dehnrate gesichert. Die ZSD-Kurven (gestrichelte Linien) bilden sich aus den elastischen und plastischen Anteilen der Dehnungsschwingbreite. Ähnlich wie bei der Ramberg-Osgood Gleichung bei monotoner Belastung, folgt der

elastische Anteil dem Hookeschen Gesetz und der plastische Anteil basiert auf einem Potenzgesetz. Außerdem werden in Abbildung 5-17g bis i die zyklischen 0,2 % Dehngrenzen,  $\sigma_{\gamma'}$ , als horizontale gestrichelte Linien und die monotonen 0,2 % Dehngrenzen,  $\sigma_{\gamma}$ , (Nomenklatur aus dem ISO 12106-Standard [196]) als horizontale durchgezogene Linien jeweils dargestellt. Die entsprechende Auswertungsprozedur wird im Anhang G erklärt. Die dazu gehörenden ermittelten Kennwerte sind in Tabelle E2 im Anhang E zu finden.

In Übereinstimmung mit den Ergebnissen in Abbildung 5-9 liegen in Abbildung 5-17c die monotonen S-D-Kurven der PBF-LB/M/316L-Variante bei allen Prüftemperaturen oberhalb der der HR/316L-Variante und es besteht bei beiden Werkstoffvarianten mit ansteigender Prüftemperatur eine Verschiebung der Kurven zu niedrigeren Spannungen. Letzteres gilt auch bei den ZSD-Kurven mit Ausnahme bei der HR/316L-Werkstoffvariante von 400 °C auf 600 °C. Bei den S-D-Kurven ist bei 600 °C ein gezackter Kurvenverlauf festzustellen.

Darüber hinaus und in Übereinstimmung mit den Ergebnissen in Abbildung 5-15 offenbaren die ZSD-Kurven bei allen Prüftemperaturen bei der PBF-LB/M/316L-Variante ein zyklisch entfestigendes Verhalten, welches sich in dieser Darstellung darin bemerkbar macht, dass die ZSD-Kurven unterhalb der monotonen S-D-Kurven liegen. Der Grad dieser Entfestigung ist mit steigender Prüftemperatur weniger ausgeprägt, was mit Abbildung 5-15d übereinstimmt. Bei 600 °C liegen die monotonen und zyklischen S-D-Kurven nahezu übereinander. Bei der HR/316L-Variante tritt in der Regel ein zyklisch verfestigendes Verhalten auf und der Grad der Verfestigung ist bei dieser Werkstoffvariante unabhängiger von der Prüftemperatur. Die Entwicklung der zyklischen und monotonen Dehngrenzen stimmt mit dem in den vorangegangenen Abschnitten beschriebenen Entfestigungsverhalten der PBF-LB/M/316L-Variante bzw. Verfestigungsverhalten der HR/316L-Variante sowie der Temperaturabhängigkeit dieser Verhalten überein.

Außerdem liegt bei der HR/316L-Werkstoffvariante bei Raumtemperatur die ZSD-Kurve bei Dehnungen  $< 0,3$  % unterhalb der monotonen S-D-Kurve. Grund dafür ist eine höhere Abhängigkeit des Wechselverformungsverhaltens von der getesteten Dehnungsamplitude als bei der PBF-LB/M/316L-Variante, welche einen steileren Verlauf der ZSD-Kurve im Vergleich zu den monotonen Kurven beider Werkstoffvarianten sowie im Vergleich zur zyklischen Kurve des HT450-Zustands bewirkt. Andersrum beschrieben hat die PBF-LB/M/316L-Variante bei Raumtemperatur eine niedrigere Abhängigkeit des Wechselverformungsverhaltens von der getesteten Dehnungsamplitude als die HR/316L-Variante. Außerdem bewirkt die steigende Prüftemperatur bei der PBF-LB/M/316L-Variante eine höhere Abhängigkeit des Wechselverformungsverhaltens von der getesteten Dehnungsamplitude (siehe auch orange Symbole in Abbildung 5-15d), so dass bei 600 °C die ZSD-Kurven beider Werkstoffvarianten nahezu parallel verlaufen. Im Gegensatz dazu bewirkt bei der HR/316L-Variante die steigende Prüftemperatur eine niedrigere Abhängigkeit des Wechselverformungsverhaltens von der getesteten Dehnungsamplitude, was vor allem von Raumtemperatur auf 400 °C bemerkbar ist (die ZSD-Kurve weniger steil).

## 5.6 Kriechen

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse bezüglich des Kriechverhaltens des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante und der HR/316L-Variante dargestellt. Zuerst wird im Abschnitt 5.6.1 die Antwort Beider auf die Belastung und anschließend im Abschnitt 5.6.2 das Kriechverhalten dargestellt. Der Inhalt der Abschnitte 5.6.1 und 5.6.2 ist mit leichten Formänderungen aus der Publikation "*Creep and creep damage behavior of stainless steel 316L manufactured by laser powder bed fusion*" entstanden, welche im Fachjournal *Materials Science and Engineering A*, Volumen 830, lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022), veröffentlicht wurde [102]. Im Abschnitt 5.6.3 wird auf das Kriechverhalten des HT900-Zustands bzw. auf den Effekt der HT900-Wärmebehandlung eingegangen. Schließlich enthält Abschnitt 5.6.4 die Ergebnisse zu den unterbrochenen Kriechversuchen.

### 5.6.1 Antwort auf die Belastung

Abbildung 5-18 stellt die Antwort der PBF-LB/M/316L-Variante und der HR/316L-Variante auf die Belastung in Bezug auf die dabei entwickelten Dehnungen für beide untersuchten Temperaturen dar. Die y-Achse ist zur Veranschaulichung der Unterschiede logarithmisch aufgetragen. Bei einem Kriechversuch besteht die gesamte Extensometer-Dehnung,  $e_t$ , Gleichung 5-1, aus der zeitunabhängigen anfänglichen gesamten Anfangs-Extensometer-Dehnung,  $e_{ti}$ , und der zeitabhängigen Extensometer-Kriechdehnung (abgekürzt Kriechdehnung),  $e_f$ .

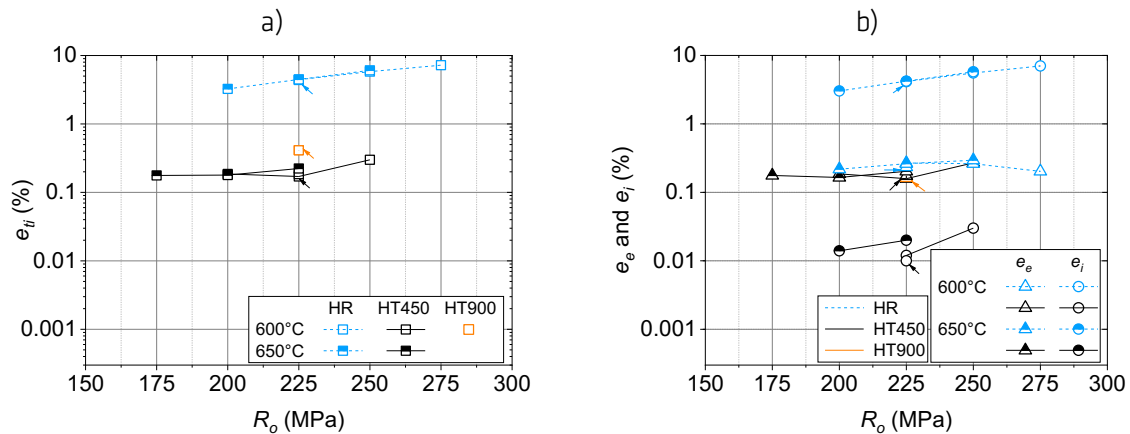


Abbildung 5-18. Vergleich der HT450- und HT900-Zustände mit der HR/316L-Variante. a) gesamte Anfangs-Extensometer-Dehnung, b) elastische und plastische Anteile als Funktion der Prüfspannung. Die Linien, die die Datenpunkte verbinden, stellen keine Anpassung dar. Die Pfeile deuten auf unterbrochene Wiederholungsversuche hin (siehe Abschnitt 5.6.4). Reproduziert und modifiziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022).

$$e_t = e_{ti} + e_f \quad 5-1$$

Abbildung 5-18a zeigt die gesamte Anfangs-Extensometer-Dehnung,  $e_{ti}$ , Gleichung 5-2, für jede Werkstoffvariante, Prüfspannung und Prüftemperatur. Abbildung 5-18b zeigt die elastische Extensometer-Dehnung,  $e_e$ , und die Anfangs-Extensometer-Dehnung,  $e_i$ . Die Daten des HT900-Zustands (orange Symbol, siehe Abschnitt 5.6.3) und der unterbrochenen Wiederholungsversuche (Pfeile, siehe Abschnitt 5.6.4) sind auch dargestellt und werden in den entsprechenden Abschnitten behandelt. Die PBF-LB/M/316L-Variante (schwarze Symbole) weist bei allen Prüfbedingungen viel kleinere  $e_{ti}$ -Werte ( $< 0,3$  %), als die HR/316L-Variante ( $> 3$  %) auf, siehe Abbildung 5-18a. Außerdem hängt  $e_{ti}$  bei beiden Werkstoffvarianten nur in geringem Maß von der Prüftemperatur ab. Im Gegensatz zu der HR/316L-Variante, bei der  $e_{ti}$  überwiegend aus der plastischen Anfangs-Extensometer-Dehnung,  $e_i$ , besteht (hellblaue kreisförmige Symbole in Abbildung 5-18b), besteht  $e_{ti}$  bei der PBF-LB/M/316L-Variante überwiegend aus der elastischen Extensometer-Dehnung,  $e_e$ , siehe schwarze dreieckige Symbole. Die plastischen Anteile der PBF-LB/M/316L-Variante sind bei 650 °C/175 MPa und 600 °C / 200 MPa gleich null und daher in der logarithmischen Auftragung nicht dargestellt.

$$e_{ti} = e_e + e_i \quad 5-2$$

### 5.6.2 Kriechverhalten

Abbildung 5-19 stellt in allgemeiner Form die Antwort beider Werkstoffvarianten auf die Kriechbelastung dar. Alle Versuche wurden bis zum Bruch durchgeführt. Aufgrund der langen Versuchszeit musste die Darstellung des HR/316L / 600 °C / 225 MPa-Versuchs unterbrochen werden (siehe Pfeil nach rechts in Abbildung 5-19a und b). Drei Diagramme sind in Abbildung 5-19 zu sehen: Kriechdehnung,  $e_f$ , vs. verstrichene Zeit nach Ende der Lastaufbringung (abgekürzt Zeit),  $t$ , Abbildung 5-19a; Kriechrate,  $\dot{e}_f$ , vs.  $t$ , Abbildung 5-19b, und  $\dot{e}_f$  vs. gesamte Extensometer-Dehnung,  $e_t$ , Abbildung 5-19c. Die Kurve

$e_f$  vs.  $t$ , Abbildung 5-19a, wurde direkt aus den Rohdaten der Dehnung und der Zeit erstellt. Die Lücke in den Daten bei 650 °C / 650 MPa bei etwa 150 h ist auf einen Fehler in der Datenerfassung zurückzuführen. Zur Erstellung der Kurve  $\dot{e}_f$  vs.  $t$ , Abbildung 5-19b, wurden die Rohdaten der Dehnung mit einem gleitenden Durchschnitt geglättet und anschließend nach der Zeit abgeleitet. Die dadurch erhaltenen Daten der Kriechrate wurden wiederum mit einem gleitenden Durchschnitt geglättet. Die Darstellung  $\dot{e}_f$  vs.  $e_t$ , Abbildung 5-19c, entstand durch das Plotten der geglätteten Daten der Kriechrate gegenüber den Rohdaten der Dehnung. Anhand der Diagramme in Abbildung 5-19 lässt sich bereits Folgendes feststellen: (i) die Bruchzeiten,  $t_u$ , der PBF-LB/M/316L-Variante (schwarze Symbole) sind in allen Belastungsszenarien kürzer als die der HR/316L-Variante (siehe Abbildung 5-19a), (ii) die PBF-LB/M/316L-Variante erreicht geringere Zeitbruchdehnungen als die HR/316L-Variante (siehe Abbildung 5-19a) und (iii) die minimale Kriechrate wird bei der PBF-LB/M/316L-Variante bei gleicher Prüfspannung und gleicher Prüftemperatur schneller (siehe Abbildung 5-19b) und bei kleineren Gesamt-,  $e_t$ , und Kriechdehnungen,  $e_f$ , erreicht als bei der HR/316L-Variante (siehe Abbildung 5-19c). Diese Erkenntnisse werden im Folgenden detaillierter analysiert und dargestellt. Tabelle F1 im Anhang F gibt einen Überblick über die untersuchten Parameter und die aus den Kriechversuchen ermittelten Kennwerte.

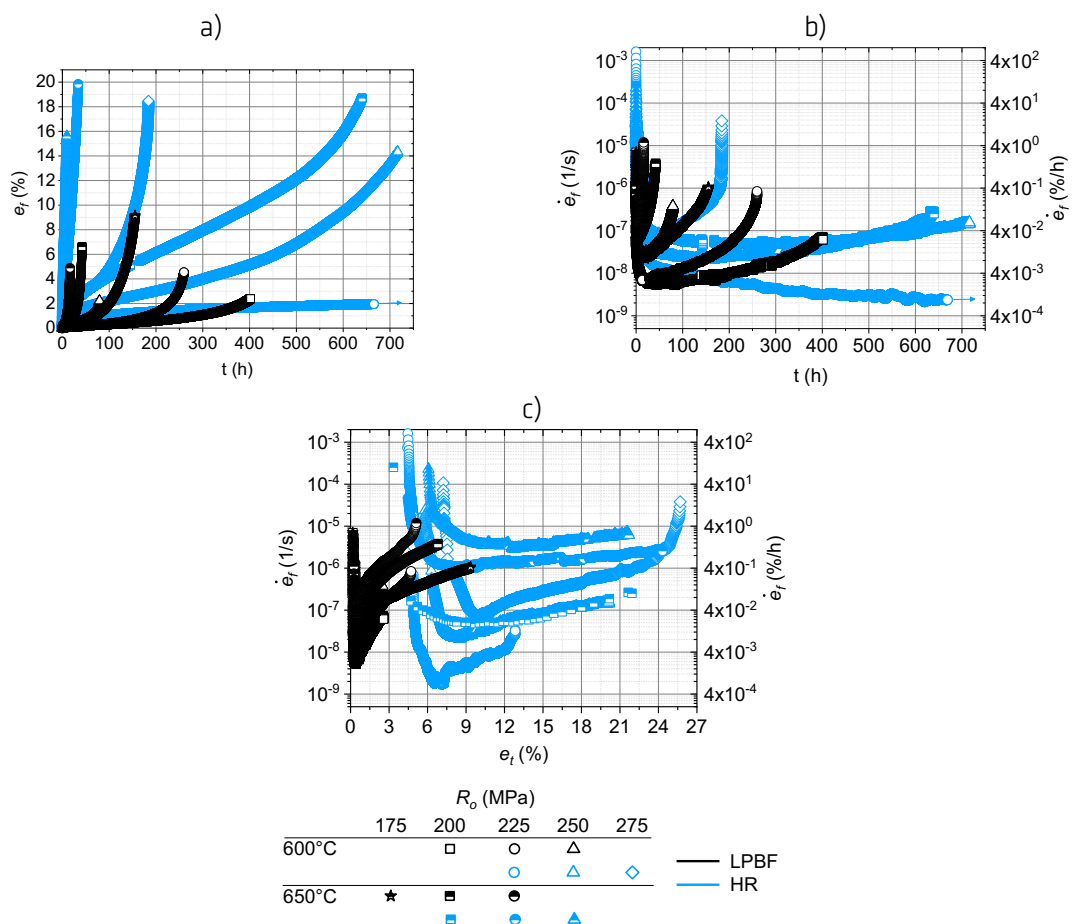


Abbildung 5-19. Vergleich des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante mit der HR/316L-Variante. a) Kriechdehnung vs. Zeit, b) Kriechrate vs. Zeit, c) Kriechrate vs. gesamte Extensometer-Dehnung. Reproduziert und angepasst aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022).

### 5.6.2.1 Bruchzeit

Die Bruchzeiten,  $t_u$ , sind in Abbildung 5-20 dargestellt. Dabei handelt es sich um ein Zeitstanddiagramm, bei dem die Bruchzeiten,  $t_u$ , in Abhängigkeit von den Prüfspannungen,  $R_o$ , für jede Kombination von Prüfparametern aufgetragen werden und sie mit einer Potenzfunktion  $f(x) = a \cdot x^b$  gefittet wurden. Die PBF-LB/M/316L-Variante (schwarze Symbole) hat in allen Belastungsszenarien kürzere Bruchzeiten als die HR/316L-Variante (blaue Symbole, gestrichelte Linien). Die Bruchzeit des HT900-Zustands (orangefarbene Symbole) ist auch dargestellt und wird im Abschnitt 5.6.3 behandelt. Bei beiden Prüftemperaturen neigen die Bruchzeiten beider Werkstoffvarianten mit zunehmender Spannung zu konvergieren.

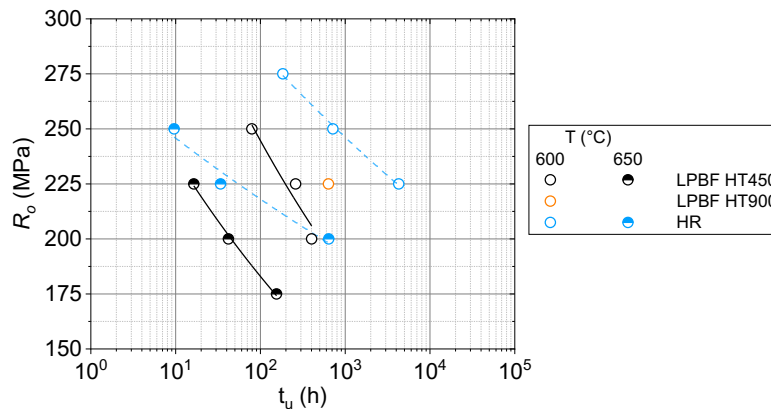


Abbildung 5-20. Vergleich der HT450- und HT900-Zustände mit der HR/316L-Variante. Prüfspannung,  $R_o$ , vs. Bruchzeit,  $t_u$ . Reproduziert und modifiziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022).

### 5.6.2.2 Kriechduktilität

Ein Wert, der alternativ zur Zeitbruchdehnung,  $A_u$ , indirekt zur Beschreibung der Kriechduktilität dient, ist die Kriechdehnung,  $e_f$ . Eine Beschreibung der Kriechduktilität auf der Grundlage von  $e_f$  ist aber nur sinnvoll, wenn alle Prüfkörper entweder innerhalb oder außerhalb der Messlänge des Dehnungsaufnehmers brechen. In dieser Studie wird diese Bedingung erfüllt. Alle Prüfkörper sind außerhalb der Messlänge des Dehnungsaufnehmers an ähnlichen Positionen relativ zu dem Einspannbereich gebrochen. Abbildung 5-19 zeigt, dass die PBF-LB/M/316L-Variante nicht nur kleinere plastische Anfangsdehnungen ( $e_i$  in Abbildung 5-18b), sondern auch, bei gleichen Prüfparametern, kleinere Kriechdehnungen,  $e_f$ , im Vergleich zur HR/316L-Variante bei allen Kombinationen von Prüfparametern aufweist (siehe auch Tabelle F1 im Anhang F). Daraus lässt sich schließen, dass die PBF-LB/M/316L-Variante insgesamt eine geringere Kriechduktilität als die HR/316L-Variante besitzt. Darüber hinaus (siehe Werte in Tabelle F1 im Anhang F) gibt es keinen unmittelbaren Zusammenhang zwischen Kriechdehnung und Prüfspannung und bei gleichen Prüfparametern bewirken höhere Prüftemperaturen eine Zunahme der Kriechdehnung (gilt bei beiden Werkstoffvarianten).

### 5.6.2.3 Dauer der einzelnen Kriechstadien

Aus mikrostruktureller Sicht ist ein Diagramm der Kriechrate,  $\dot{e}_f$ , als Funktion der Zeit, Abbildung 5-19b, oder der Dehnung, Abbildung 5-19c, aufschlussreicher als das Diagramm  $e_f$  vs.  $t$ , Abbildung 5-19a, da die Kriechrate die Reaktion des Materials auf die Belastung direkter darstellt [230]. In diesem Sinne zeigt Abbildung 5-19b ( $\dot{e}_f$  vs.  $t$ ) zusätzlich zu den Beobachtungen aus Abbildung 5-19a, dass die PBF-LB/M/316L-Variante die minimale Kriechrate bei gleicher Prüfspannung und gleicher Prüftemperatur zu einem früheren Zeitpunkt als die HR/316L-Variante erreicht bzw. die primäre Kriechphase kürzer ist. Außerdem zeigt Abbildung 5-19b bereits, dass die PBF-LB/M/316L-Variante eine kürzere sekundäre Kriechphase und ein beschleunigtes Schädigungsverhalten bzw. eine kürzere tertiäre Kriechphase als die HR/316L-Werkstoffvariante aufweist. Um diese Erkenntnisse anschaulicher darzustellen,

zeigt Abbildung 5-21 die Dauer der primären,  $t_1$ , sekundären,  $t_2$ , und tertiären Kriechphasen,  $t_3$ . Die Daten bezüglich des HT900-Zustands (orange Symbole, siehe Abschnitt 5.6.3) sowie aus unterbrochenen Wiederholungsversuchen (Pfeile, siehe Abschnitt 5.6.4) sind dabei auch dargestellt und werden in den entsprechenden Abschnitten behandelt. Die Unterschiede zwischen den Dauern der Kriechstadien zwischen beiden Werkstoffvarianten bei gleicher Prüfspannung und gleicher Temperatur sind signifikant (die y-Achse ist auf einer logarithmischen Skala aufgetragen). Der Unterschied zwischen den Dauern der Kriechphasen der PBF-LB/M/316L-Variante (schwarze Symbole, durchgezogene Linien) und der HR/316L-Variante (blaue Symbole, gestrichelte Linien) scheint, wie im Fall der Bruchzeiten (Abbildung 5-20), mit zunehmender Prüfspannung kleiner zu werden. Um dies zu zeigen, wurden die Datenpunkte mit einer Potenzfunktion  $f(x) = a \cdot x^b$  angepasst. Schließlich ist bei beiden Werkstoffvarianten die Dauer der tertiären Kriechphase etwa eine Größenordnung höher als diejenige der beiden anderen Kriechphasen. Die Zeitpunkte für den Beginn der sekundären und tertiären Kriechphasen,  $t_{12}$  bzw.  $t_{23}$  (Gleichung 5-3), wurden als Grenzwerte einer Linienanpassung bestimmt, die an den Rohdaten Dehnung vs. Zeit und welche zur Bestimmung der minimalen Kriechrate,  $\dot{\epsilon}_s$ , durchgeführt wurde. Die Dauer des sekundären Kriechens,  $t_2$ , wurde gemäß Gleichung 5-3 und die Dauer des tertiären Kriechens gemäß Gleichung 5-4 bestimmt ( $t_u$  ist die Bruchzeit).

$$t_2 = t_{23} - t_{12} \quad 5-3$$

$$t_3 = t_u - t_{23} \quad 5-4$$

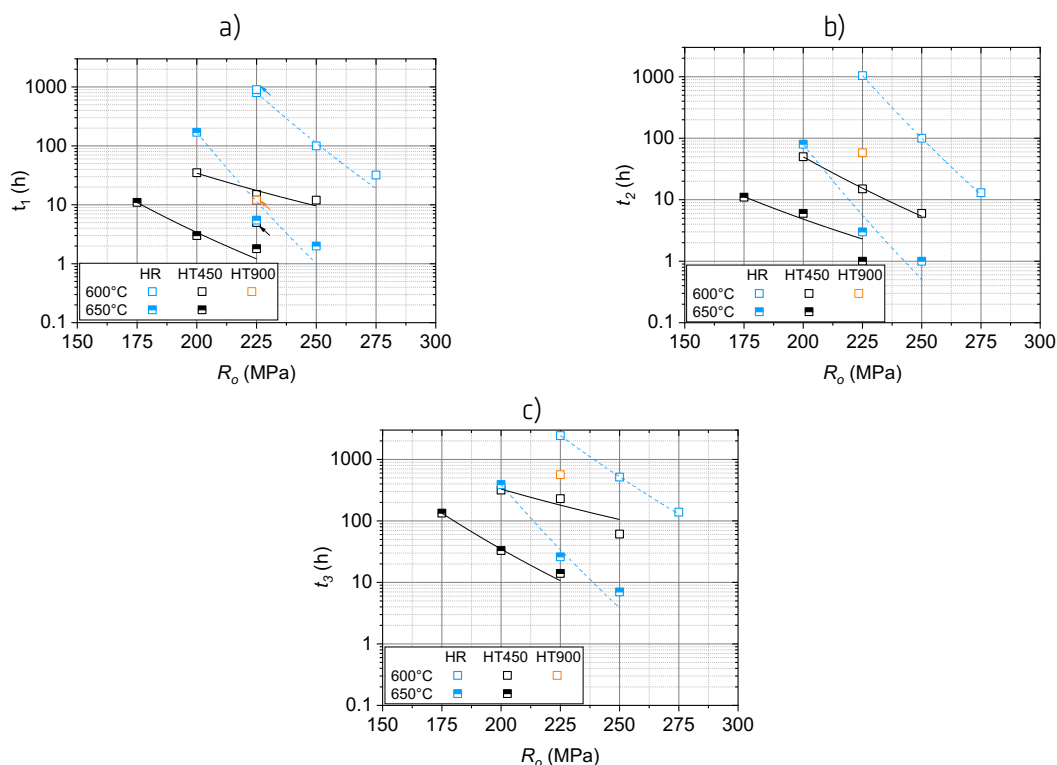


Abbildung 5-21. Vergleich der HT450- und HT900-Zustände mit der HR/316L-Variante. Dauer der Kriechphasen. a) Primäre, b) sekundäre und c) tertiäre Kriechphase ( $t_1$ ,  $t_2$  und  $t_3$ ) vs. Prüfspannung ( $R_o$ ). Die Pfeile deuten auf unterbrochene Wiederholungsversuche hin (siehe Abschnitt 5.6.4). Reproduziert und modifiziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022).

#### 5.6.2.4 Kriechdehnung bei minimaler Kriechrate

Das Diagramm der Kriechrate,  $\dot{\epsilon}_f$ , über der gesamten Extensometer-Dehnung,  $e_t$ , bis zum Versagen, Abbildung 5-19c, hilft dabei, die Unterschiede im Werkstoffverhalten weiter zu verstehen. Zum einen

zeigt sich erneut (siehe Abbildung 5-18a), dass die gesamte Anfangs-Extensometer-Dehnung,  $e_{ti}$ , der PBF-LB/M/316L-Variante für alle Kombinationen von Prüfparametern kleiner ist als bei der HR/316L-Variante<sup>1</sup>. Andererseits deutet Abbildung 5-19c darauf hin, dass die PBF-LB/M/316L-Variante bei den geprüften Parametern die minimale Kriechrate,  $\dot{\epsilon}_s$ , bei kleineren Gesamt-,  $e_t$ , und Kriechdehnungen,  $e_f$ , erreicht als die HR/316L-Variante. Abbildung 5-22, eine Darstellung der Kriechdehnung beim Erreichen der minimalen Kriechrate,  $e_f$  bei  $\dot{\epsilon}_s$ , für jede Prüfspannung verdeutlicht dies (die Werte für  $e_f$  bei  $\dot{\epsilon}_s$  sind auch in Tabelle F1 im Anhang F zu finden). Die Daten bezüglich des HT900-Zustands (orange Symbole, siehe Abschnitt 5.6.3) sowie aus unterbrochenen Wiederholungsversuchen (Pfeile, siehe Abschnitt 5.6.4) sind dabei auch dargestellt und werden in den entsprechenden Abschnitten behandelt. Die PBF-LB/M/316L-Variante (schwarze Symbole, durchgezogene Linien) erreicht die minimale Kriechrate bei deutlich geringeren Dehnungen (< 0,2 %; etwa eine Größenordnung niedriger) als die HR/316L-Variante (blaue Symbole, gestrichelte Linien; > 2 %). Darüber hinaus ist die Spannungsabhängigkeit von  $e_f$  bei  $\dot{\epsilon}_s$ , für beide Werkstoffvarianten bei jeder Prüftemperatur vernachlässigbar.  $e_f$  bei  $\dot{\epsilon}_s$  wurde als der Wert der Kriechdehnung bestimmt, der sich bei dem Zeitpunkt des Beginns der sekundären Kriechphase,  $t_{12}$ , entwickelt hat. Die minimale Kriechrate,  $\dot{\epsilon}_s$ , wurde anhand Abbildung 5-19a bestimmt und abgelesen. Dafür wurde eine lineare Interpolation zwischen den Datenpunkten durchgeführt. Die für  $\dot{\epsilon}_s$  erhaltenen Werte sind in Tabelle F1 im Anhang F dargestellt. Die Abhängigkeit von  $\dot{\epsilon}_s$  von der Prüfspannung und -temperatur wird im Abschnitt 6.2.3 dargestellt und diskutiert. Schließlich zeigt sich beim Vergleich der Werte der Bruchdehnung aus den Zugversuchen (siehe Tabelle D1 im Anhang D) mit der Zeitbruchdehnung aus den Kriechversuchen (siehe Tabelle F1 im Anhang F), dass bei der PBF-LB/M/316L-Variante, im Vergleich zu den Zugversuchen, die Abnahme der Duktilität von 600 °C auf 650 °C in den Kriechversuchen viel höher ist (bis zum Dreifachen), als es der Fall bei der HR/316L-Variante ist. Die Duktilität der PBF-LB/M/316L-Variante ist empfindlicher gegenüber der Belastungsart im Vergleich zur HR/316L-Variante.

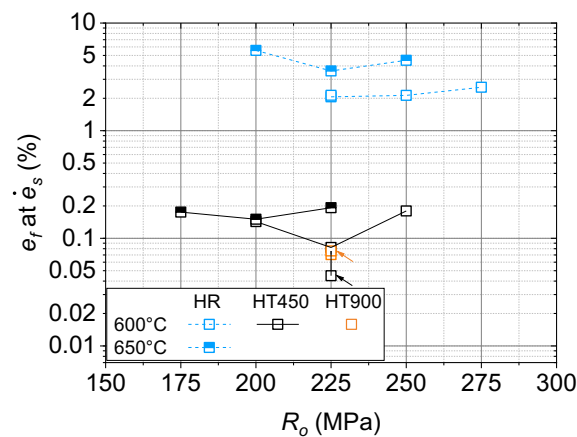


Abbildung 5-22. Vergleich der HT450- und HT900-Zustände mit der HR/316L-Variante. Kriechdehnung bei minimaler Kriechrate,  $e_f$  bei  $\dot{\epsilon}_s$ , vs. Prüfspannung,  $R_o$ . Die Pfeile deuten auf unterbrochene Wiederholungsversuche hin (siehe Abschnitt 5.6.4). Reproduziert und modifiziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022).

### 5.6.3 Effekt der Wärmebehandlung bei 900 °C / 1 h

In diesem Abschnitt werden die Ergebnisse bezüglich des Effekts der HT900-Wärmebehandlung auf die Kriecheigenschaften des HT450-Zustands (PBF-LB/M/316L-Variante) dargestellt. Diese Studie

<sup>1</sup> Dafür muss beachtet werden, dass die x-Achse die gesamte Anfangs-Extensometer-Dehnung,  $e_t$ , darstellt und daher die anfängliche Dehnung,  $e_{ti}$ , als ein Offset in  $e_t$  sichtbar ist (bevor das Kriechen beginnt, ist  $\dot{\epsilon}_f$  gleich null). Dieses Offset ist bei der HR/316L-Variante am deutlichsten.

wurde anhand von einem an dem HT900-Zustands bei 600 °C / 225 MPa bis zum Bruch gefahrenen Kriechversuch durchgeführt. Das Ergebnis dieses Kriechversuchs wird mit denen des HT450-Zustands und der HR/316L-Variante in Vergleich gesetzt.

Analog zu der Darstellung der Ergebnisse des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante und der HR/316L-Variante in den Abschnitten 5.6.1 und 5.6.2, wird im Folgenden auf die Antwort auf die Belastung (Abschnitt 5.6.3.1), und anschließend auf das Kriechverhalten (Abschnitt 5.6.3.2), die Bruchzeit und die Dauer der einzelnen Kriechstadien (Abschnitt 5.6.3.3), die Duktilität beim Kriechen und die Kriechdehnung bei minimaler Kriechrate (Abschnitt 5.6.3.4) eingegangen.

### 5.6.3.1 Antwort auf Belastung

Der HT900-Zustand weist eine gesamte Anfangs-Extensometer-Dehnung,  $e_{ti}$ , von 0,41 % auf, welche aus einem elastischen Anteil,  $e_e$ , von 0,17 % und einem plastischen Anteil,  $e_i$ , von 0,24 % besteht. Somit ist  $e_{ti}$  mehr als doppelt so groß als bei dem HT450-Zustand, bei welchem  $e_{ti} = 0,17$  % beträgt. Jedoch beträgt sie immer noch weniger als 10 % des Werts der HR/316L-Variante ( $e_{ti}$  ca. 4,4 %), siehe Abbildung 5-18 und Tabelle F1 im Anhang F. Insgesamt ist die Zunahme der gesamten Extensometer-Dehnung nach der Wärmebehandlung überwiegend auf die Zunahme des plastischen Anteils zurückzuführen, welcher jedoch viel geringer ist als derjenige der HR/316L-Variante ( $e_i = 4,15$  %). Um diese Zusammenhänge zu verdeutlichen sind die einzelnen Werte der elastischen und plastischen Anteile der gesamten Anfangs-Extensometer-Dehnung in Abbildung 5-18 dargestellt und Tabelle F2 im Anhang F zu finden.

### 5.6.3.2 Kriechverhalten

Die beiden Diagramme in Abbildung 5-23,  $e_f$  vs.  $t$  (Abbildung 5-23a; vgl. Abbildung 5-19a) und  $\dot{e}_f$  vs.  $e_t$  (Abbildung 5-23b; vgl. Abbildung 5-19c), lassen mehrere Aspekte des Effekts der HT900-Wärmebehandlung auf das Kriechverhalten des HT450-Zustands hervorheben. Bei beiden Diagrammen sind die Datenpunkte bis zum Bruch gezeigt.

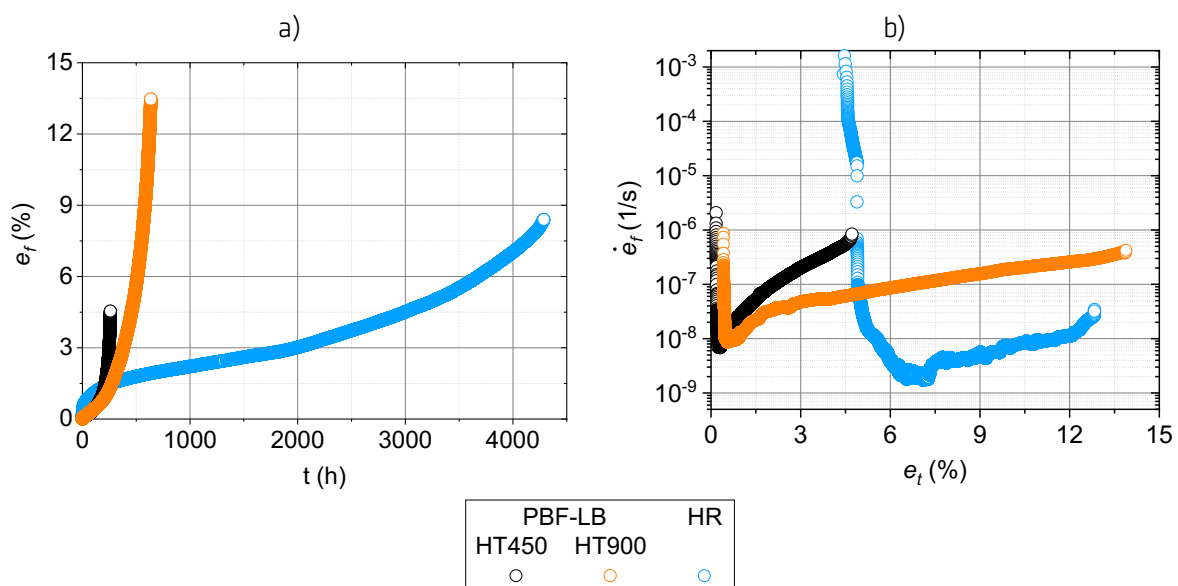


Abbildung 5-23. Effekt der HT900-Wärmebehandlung (orange Symbole) auf das Kriechverhalten des zuvor bei 450°C wärmebehandelten Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante (schwarze Symbole). Die Ergebnisse der HR/316L-Variante werden als Referenz gezeigt. Prüfparameter 600°C / 225 MPa. a)  $e_f$  vs.  $t$ , b)  $\dot{e}_f$  vs.  $e_t$ . Beide Diagramme stellen die Datenpunkte der Versuche bis zum Bruch dar.

Hinsichtlich der Kriechduktilität ist die Kriechdehnung des HT900-Zustands,  $e_f$  in Abbildung 5-23a, merklich größer (fast dreimal so groß) als diejenige des HT450-Zustands und übertrifft sogar diejenige



der HR/316L-Variante. Die gesamte Extensometer-Dehnung,  $e_t$  in Abbildung 5-23b, ist ebenfalls größer bei dem HT900- als bei dem HT450-Zustand, wie im Fall der gesamten Anfangs-Extensometer-Dehnung sowie der Kriechdehnung.  $e_t$  ist beim Bruch sogar größer als diejenige der HR/316L-Variante trotz der viel kleineren gesamten Anfangs-Extensometer-Dehnung (erkennbar als ein Offset der Kurve in der x-Achse; vgl. Abbildung 5-19c). Die Zeitbrucheinschnürung,  $Z_u$  in Tabelle F3 im Anhang F, ist mit 22 % mehr als dreimal so groß wie bei dem HT450-Zustand (6,5 %), aber immer noch weniger als ein Drittel derjenigen der HR/316L-Variante (74 %).

Die minimale Kriechrate ist, für die gewählten Prüfparameter, bei dem HT900-Zustand ca. 1,4x so groß wie bei dem HT450-Zustand. Der Maß der Änderung der minimalen Kriechrate nach der HT900-Wärmebehandlung ist aber, im Vergleich zum Maß des Unterschieds beider PBF-LB/M/316L-Zustände zur minimalen Kriechrate der HR/316L-Variante (ca. Faktor 3), viel weniger signifikant. Die ermittelten Werte der minimalen Kriechraten sind in der Tabelle F4 im Anhang F zu finden.

Schließlich, bei ca. 1,5 % gesamte Extensometer-Dehnung, im Bereich der tertiären Kriechphase, gibt es bei dem HT900-Zustand ein Knickpunkt im Verlauf der  $\dot{e}_f$  vs  $e_t$  Kurve (Abbildung 5-23b), welcher eine weniger ausgeprägte Zunahme der Kriechrate in Abhängigkeit der Kriechdehnung bewirkt.

### 5.6.3.3 Bruchzeit und Dauer der Kriechstadien

Die Bruchzeit,  $t_u$ , grob erkennbar in Abbildung 5-23a und in Abbildung 5-20 dargestellt, beträgt 635 h und ist somit mehr als doppelt so groß wie in dem HT450-Zustand ( $t_u = 260$  h), bleibt aber immer noch viel geringer als diejenige der HR/316L-Variante ( $t_u = 4287$  h).

Die längere Bruchzeit des HT900- im Vergleich zum HT450-Zustand ist überwiegend auf eine längere sekundäre sowie eine längere tertiäre Kriechphase zurückzuführen (siehe Abbildung 5-21). Diese Kriechphasen dauern bei dem HT900-Zustand im Vergleich zum HT450-Zustand etwa 4x (sekundäre Kriechphase) bzw. 2,5x (tertiäre Kriechphase) länger. Im Gegensatz dazu ist die Dauer der ersten Kriechphase geringfügig kürzer (siehe Abbildung 5-21). Die einzelnen Dauern der Kriechstadien bei 600 °C / 225 MPa bei den zwei geprüften PBF-LB/M/316L-Zuständen und der HR/316L-Variante sind in Tabelle F5 im Anhang F zu finden.

### 5.6.3.4 Kriechdehnung bei minimaler Kriechrate

Die Kriechdehnung bei minimaler Kriechrate,  $e_f$  bei  $\dot{e}_s$ , ist vernachlässigbar kleiner im HT900- (0,07 %) im Vergleich zu der des HT450-Zustands (0,08 %), siehe Abbildung 5-22 und Tabelle F6 im Anhang F.

## 5.6.4 Unterbrochene Kriechversuche

Um die Entwicklung sowohl der Mikrostruktur als auch der mechanischen Eigenschaften nach Kriechbelastung beim Erreichen der minimalen Kriechrate zu untersuchen, wurde ein unterbrochener Kriechversuch bei 600 °C / 225 MPa bei beiden untersuchten Werkstoffzuständen der PBF-LB/M/316L-Variante (HT450, HT900) sowie bei der HR/316L-Variante durchgeführt.

In Abbildung 5-24 werden die dazu gehörenden Kriechkurven  $e_f$  vs.  $t$  (Abbildung 5-24a) und  $\dot{e}_f$  vs.  $e_t$  (Abbildung 5-24b) dargestellt. Die Datenpunkte der unterbrochenen Versuche sind in grün dargestellt. Die Datenpunkte der bei den gleichen Prüfparametern bis zum Bruch durchgeführten Kriechversuche werden als Referenz dargestellt (blaue, orange und schwarze Symbole; vgl. Abbildung 5-23). Zur besseren vergleichenden Darstellung sind Abbildung 5-24a bis 50 h und Abbildung 5-24b bis  $e_t = 8$  % gezeigt. Insgesamt ist festzustellen, dass die Kurven der unterbrochenen Kriechversuche bis zum Unterbrechungspunkt sehr gut mit denen der bis zum Bruch durchgeführten Kriechversuche übereinstimmen, was für eine hohe Reproduzierbarkeit der Kriechversuche -zumindest bis zum Zeitpunkt der Unterbrechung- sowohl bei beiden PBF-LB/M/316L-Zuständen (HT450, HT900) als auch bei der HR/316L-Variante spricht. Diese hohe Reproduzierbarkeit kann auch anhand von Abbildung 5-18, Abbildung 5-21a, und Abbildung 5-22 festgestellt werden. Bei dem Wiederholungsversuch des HT450-Zustands

gibt es eine Streuung bei  $t_1$  (siehe Abbildung 5-21a) und  $e_f$  bei  $\dot{e}_s$  (siehe Abbildung 5-22), die höher als diejenige bei den anderen Wiederholungsversuche ist. Diese größere Streuung gab es aber weder bei der minimalen Kriechrate (siehe Tabelle F4 im Anhang F) noch bei der zum Zeitpunkt der Unterbrechung entwickelten Kriechdehnung. Auf dieser Basis können die zum Unterbrechungszeitpunkt ermittelten mechanischen Eigenschaften (siehe Abbildung 5-25c) und Mikrostruktur-Merkmale (siehe Abschnitt 5.9.1) als repräsentativ für die drei Wiederholungsversuche angesehen werden.

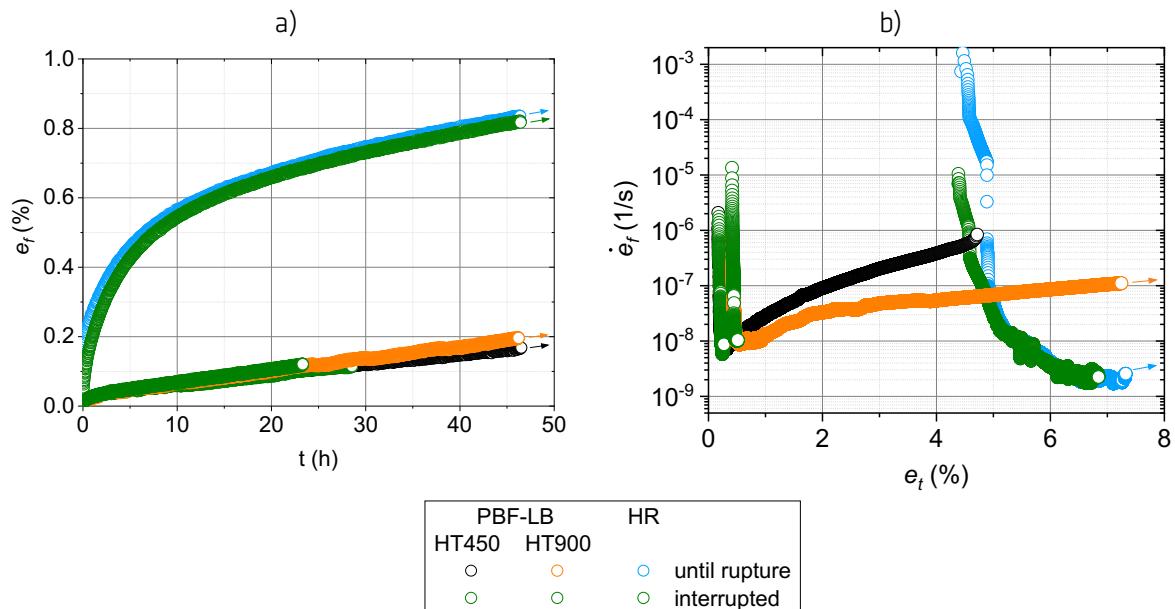


Abbildung 5-24. Kriechkurven der durchgeführten unterbrochenen Versuche (grüne Symbole) bei 600 °C / 225 MPa. Die Unterbrechung der Kriechversuche erfolgte beim Erreichen der minimalen Kriechrate. Als Referenz sind die Datenpunkte der Versuche bis zum Bruch bei gleichen Parametern gezeigt. a)  $e_f$  vs.  $t$ , b)  $\dot{e}_f$  vs.  $e_t$ .

## 5.7 Zugversuche an Miniatur-Proben

In diesem Abschnitt werden anhand Abbildung 5-25 die Ergebnisse bezüglich der Zugversuche an Miniatur-Proben dargestellt. Diese Versuche hatten das Ziel, die Entwicklung des Zugverhaltens und der bei den Zugversuchen ermittelten Festigkeitskennwerte zu untersuchen.

### 5.7.1 Vergleich des Spannungs-Dehnungs-Verhaltens zwischen Standard- und Miniatur-Proben

In Abbildung 5-25a und b werden die S-D-Kurven von Standard- und Miniatur-Proben verglichen. Die Standard-Proben wurden aus Türmen und Wänden der PBF-LB/M/316L-Zustände (HT450, HT900) sowie aus Blöcken der Platte der HR/316L-Variante gefertigt. Die Standard-Proben wurden aus HT450-Wänden sowie aus einem Block der HR/316L-Platte gefertigt. Die S-D-Kurven der Versuche an Miniatur-Proben in Abbildung 5-25a und b sind bis zum Punkt der Abnahme des Dehnungsaufnehmers dargestellt. In Abbildung 5-25a sind die S-D-Kurven nur bis 20 % gezeigt, um den Vergleich zwischen den beiden Probengeometrien zu vereinfachen. Die Kennwerte der Zugversuche an Standard-Proben sind in Tabelle D1 und diejenige der Zugversuche an Miniatur-Proben in Tabelle D2 im Anhang D zu finden.

a)

b)

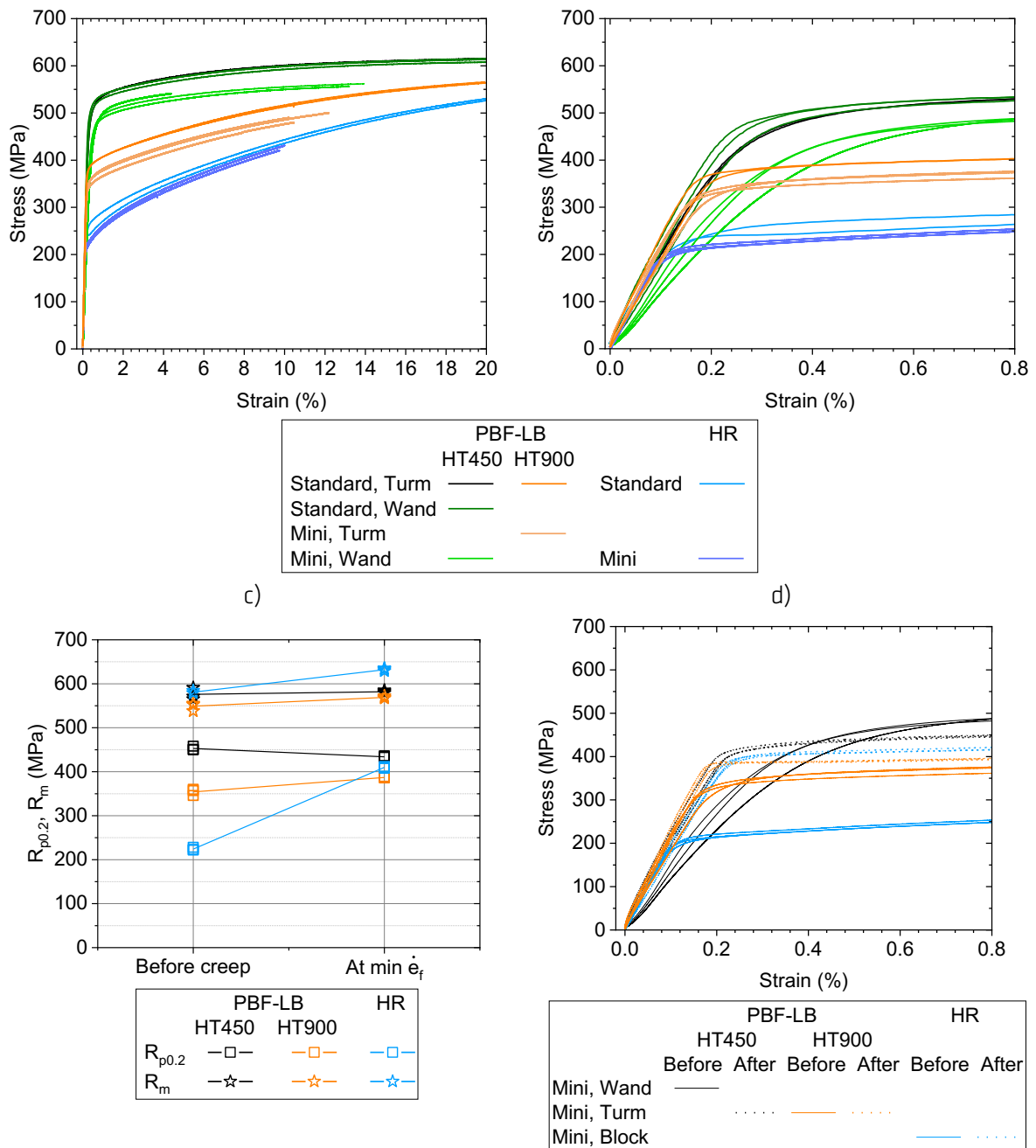


Abbildung 5-25. Zugversuche an Miniatur-Proben. a) und b) Spannungs-Dehnungs-Kurven von Standard- und Miniatur-Proben im Vergleich. a) Darstellung bis 20 % Dehnung, b) Darstellung bis 0,8 % Dehnung, c) an Miniatur-Proben ermittelten Festigkeitskennwerte vor und nach Kriechbelastung, d) entsprechende S-D-Kurven.

Sowohl bei den PBF-LB/M/316L-Zuständen als auch bei der HR/316L-Variante ist bei den Miniatur-Proben (hellgrün, hellorange, königsblau) eine Verschiebung der S-D-Kurven zu einem niedrigeren Spannungsniveau festzustellen. Diese Verschiebung ist reproduzierbar und ist bei der HR/316L-Variante weniger ausgeprägt. Darüber hinaus ist bei den PBF-LB/M/316L-Zuständen die Streuung der Versuche an den Miniatur-Proben scheinbar etwas größer als bei den Standard-Proben. Im Gegensatz dazu scheint die Streuung bei den Versuchen an den Miniatur-Proben der HR/316L-Variante etwas geringer als diejenige bei den Versuchen an den Standard-Proben zu sein. Bei dem HT450-Zustand bewirkt die miniaturisierte Probengeometrie (hellgrün) eine kleinere Steigung der S-D-Kurve im elastischen Bereich,  $m_E$ , siehe die Darstellung bis 0,8 % in Abbildung 5-25b.

### 5.7.2 Entwicklung der Festigkeitskennwerte nach Kriechbelastung bei 600 °C / 225 MPa

Die Entwicklung der Festigkeitskennwerte und des Zugverhaltens nach Kriechbelastung werden in Abbildung 5-25c und Abbildung 5-25d dargestellt. Die 0,2 % Dehngrenzen,  $R_{p0,2}$ , Abbildung 5-25c, konvergieren nach der Kriechbeanspruchung (siehe Quadrate auf der rechten Seite der Abbildung 5-25c und gestrichelte Linien in Abbildung 5-25d). Während der  $R_{p0,2}$ -Wert des HT450-Zustands leicht abnimmt, steigen die  $R_{p0,2}$ -Werte des HT900-Zustand und der HR/316L-Variante an. Dabei ist der Anstieg des  $R_{p0,2}$ -Wertes des HT900-Zustands im Vergleich zu dem der HR/316L-Variante eher gering. Diese Entwicklung von  $R_{p0,2}$  nach dem Ende der ersten Kriechphase deutet auf Entfestigungsprozesse beim HT450-Zustand hin, während der HT900-Zustand und die HR-Variante verfestigen. Darüber hinaus erhöht sich die Steigung der S-D-Kurve im elastischen Bereich (hellgrüne Linien in Abbildung 5-25b bzw. schwarze Linien in Abbildung 5-25d) nach der Kriechbelastung (schwarze gestrichelte Linien in Abbildung 5-25d), so dass sie eher den Steigungen aller anderen untersuchten Zuständen ähnelt.

Die Entwicklung der Zugfestigkeit,  $R_m$ , ist generell weniger ausgeprägt als die der 0,2 % Dehngrenze. Während die Zugfestigkeit des HT450-Zustands nahezu konstant bleibt, steigt sie bei dem HT900-Zustand ein wenig und bei der HR/316L-Variante etwas stärker an. Nach der Kriechbeanspruchung konvergieren die  $R_m$ -Werte der PBF-LB/M/316L-Zuständen (HT450 und HT900), während die  $R_m$ -Werte der HR/316L-Variante etwas höher liegen.

Der Zustand vor mechanischer Belastung anhand von Miniatur-Proben konnte bei dem HT450-Zustand nur an Wand-Proben charakterisiert werden (siehe Legende zu Abbildung 5-25a und b). Es kann daher kein direkter Vergleich des Zustands vor und nach Kriechbelastung zwischen aus HT450-Türmen stammenden Miniatur-Proben durchgeführt werden. Die mögliche Auswirkung eines solchen Vergleichs beim HT450-Zustand (mit Miniatur-Wandproben anstatt Miniatur-Turmproben) wurde aber aus mikrostruktureller Sicht reduziert, indem die Breiten- und Dickenrichtung der Miniatur-Proben aus den Kriechproben der unterbrochenen Versuchen (HT450-Türme), genauso wie bei den Miniatur-Wandproben, einen 45° Winkel zur Richtung der Scan-Vektoren aufweisen. Außerdem liegen die Kurven aus den Zugversuchen an Standard-Proben, welche sowohl aus Türmen (schwarz in Abbildung 5-25a und b) als auch aus Wänden (dunkelgrün in derselben Abbildung) gefertigt wurden, nahezu übereinander und innerhalb der üblichen Streuung, und die Kennwerte sind auch nahezu identisch (siehe Tabelle D1 im Anhang D), was, obwohl nicht unbedingt direkt auf die Miniatur-Proben übertragbar ist, darauf hindeutet, dass der Ursprung der Zugproben (aus Turm vs. aus Wand) eine geringe Auswirkung auf die resultierenden Zugeigenschaften hat. Daher wird der Vergleich von Miniatur-Turmproben aus ungebrochenen Kriechproben mit Miniatur-Wandproben für richtig befunden. Im Fall des HT900-Zustands war die Vergleichbarkeit zwischen dem Zustand vor und nach Kriechbelastung anhand von Miniatur-Proben besser gegeben, denn in diesem Fall konnten die Miniatur-Proben aus einem Turm hergestellt werden.

## 5.8 Charakterisierung des Versagens

In diesem Abschnitt werden Ergebnisse aus sowohl zerstörenden als auch zerstörungsfreien Untersuchungen an dem HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante und an der HR/316L-Variante nach Zug- (Abschnitt 5.8.1), LCF- (Abschnitt 5.8.2) und Kriechbelastung (Abschnitt 5.8.3), sowie an dem HT900-Zustand nach Kriechbelastung (Abschnitt 5.8.3) dargestellt. Insgesamt liegt der Fokus auf der Charakterisierung des Schädigungsverhaltens der PBF-LB/M/316L-Zustände unter Berücksichtigung der Rolle der im Abschnitt 5.1 dargestellten mikrostrukturellen Merkmale. Auf die Charakterisierung des Versagens nach Zugbelastung wird in geringerer Detailtiefe eingegangen, da es nicht Bestandteil dieses Promotionsprojekts war.

### 5.8.1 Versagen im Zugversuch

In Abbildung 5-26 sind repräsentative lichtmikroskopische Aufnahmen gebrochenerer Zugproben der PBF-LB/M/316L-Variante und der HR/316L-Variante zu sehen. In Übereinstimmung mit den

Ergebnissen in Tabelle D1 im Anhang D und Abbildung 5-10a ist da zu erkennen, dass die Brucheinschnürung,  $Z$ , der PBF-LB/M/316L-Variante bei allen Prüftemperaturen geringer als die der HR/316L-Variante ist und sie mit zunehmender Prüftemperatur abnimmt, während sie bei der HR/316L-Variante ein Minimum bei 400 °C aufweist.

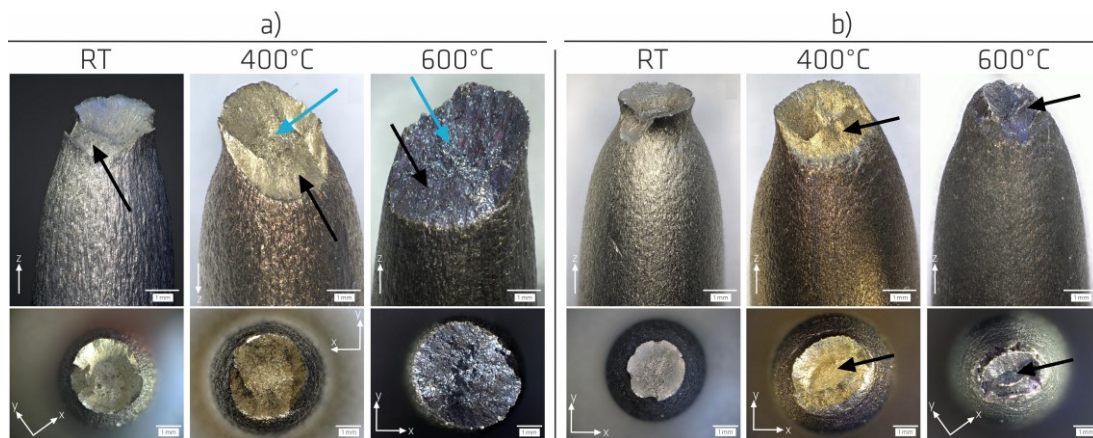


Abbildung 5-26. Versagen der Zugproben bei verschiedenen Temperaturen. a) HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante, b) HR/316L-Variante.

Bei Raumtemperatur weisen beide Werkstoffvarianten einen zähen Zug-Gewaltbruch mit Schublippen (Trichter-Kegel-Bruch) auf. Am deutlichsten ausgeprägt ist er bei der HR/316L-Variante (Abbildung 5-26b). Bei der PBF-LB/M/316L-Variante gibt es einen höheren Scheranteil (Abbildung 5-26a). Bei den höheren Prüftemperaturen besteht bei beiden Werkstoffvarianten ein Scherbruch. Dabei sind bei der PBF-LB/M/316L-Variante auch Bereiche mit aufrechter und in Lastrichtung orientierter offener Wabenbildung (siehe blaue Pfeile) und bei der HR/316L-Variante Bereiche mit anderen Scherebenen (siehe schwarze Pfeile) vorhanden.

Bei den bei 600 °C geprüften Proben und, weniger ausgeprägt, bei den bei 400 °C geprüften Proben der PBF-LB/M/316L-Variante wurde eine Mischung von Bruchmechanismen festgestellt. Auf die detaillierte Darstellung der Ergebnisse wurde verzichtet. Auf der Bruchfläche ist die schachbrettartige Kornmorphologie (siehe Abbildung 5-1a) zu erahnen und auf der Mantelfläche sind Nebenrisse festzustellen, deren Form auf einen interkristallinen Bruch hindeutet. Die Wabenbildung konzentriert sich eher in den interkolumnaren Bereichen (REM-Ergebnisse nicht gezeigt). Die Korngrenzen sind offenbar aufgerissen und es hat ein interkristalliner Spaltbruch stattgefunden. Auf der Bruchfläche der bei 400 °C geprüften Proben (Abbildung 5-26b) sind diese Versagensmerkmale auch aber nur teilweise zu erkennen.

### 5.8.2 Versagen unter Low-Cycle-Fatigue-Belastung

Im Folgenden werden die Versagensmerkmale der LCF-Proben der PBF-LB/M/316L-Variante und der HR/316L-Variante bei allen Prüftemperaturen und Dehnungsschwingbreiten beschrieben. Das erfolgt anhand repräsentativer Aufnahmen in Abbildung 5-27 bis Abbildung 5-30 (PBF-LB/M/316L-Variante) und in Abbildung 5-31 (HR/316L-Variante). In Abbildung 5-30 wird speziell auf die Versagensmerkmale der bei 600 °C / 0,4 % geprüften Probe eingegangen, um einen Vergleich mit dem Versagensmechanismus bei Kriechbeanspruchung bei 600 °C / 225 MPa durchzuführen.

Insgesamt weist die Mehrheit der Bruchflächen der PBF-LB/M/316L-Variante eine ausgeprägte unebene Topografie auf (siehe Abbildung 5-27a und Abbildung 5-28a). Dennoch wurden auch nahezu flache und senkrecht zur Lastrichtung liegende Bruchflächen bei der höchsten Dehnungsschwingbreite (1,6 %) bei Raumtemperatur und 600 °C und bei den kleinsten Dehnungsschwingbreiten (0,6 % und 0,4 %) bei 600 °C gefunden (nicht gezeigt). Mit ansteigender Prüftemperatur wird die Verformung im Bereich des Bruchs geringer (Abbildung 5-27f).

Rissinitiierung findet insgesamt vorwiegend auf der Oberfläche statt und kann sowohl trans- als auch interkristallin sein. Im Probeninneren gibt es keine eindeutigen Rissinitiierungsstellen (in dieser Arbeit anhand von blauen Pfeilen exemplarisch dargestellt). Nebenrisse (SC, engl. *Secondary Crack*), welche auf mehrfache Rissinitiierung (Sekundärrisse) hindeuten, sind sowohl auf den Bruchflächen (Abbildung 5-28a) als auch an unterschiedlichen Stellen auf der Mantelfläche entlang des Prüfbereichs (exemplarisch gezeigt in Abbildung 5-27c und d) festzustellen. Meist sind SC bei Proben zu finden, welche Bruchflächen mit ausgeprägter Topografie aufweisen. Bei Proben mit eher flachen und senkrecht zur Lastrichtung liegenden Bruchflächen (600 °C / 0,4 %; - / 0,6 % und - / 1,6 %;) treten sie seltener auf bzw. wurden sie nicht nachgewiesen.

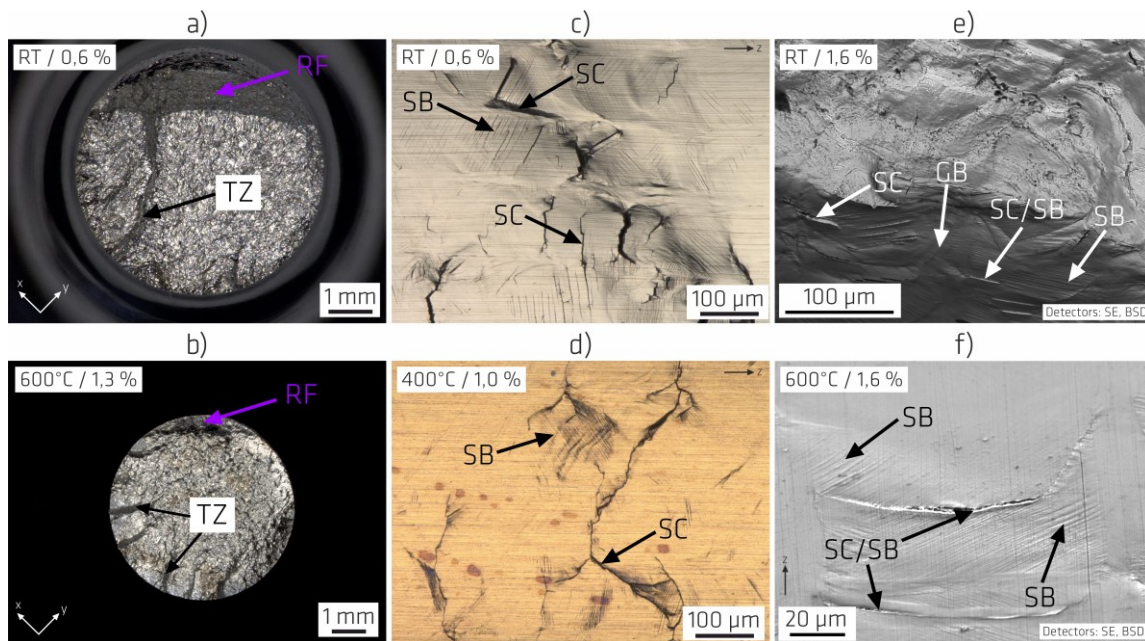


Abbildung 5-27. LCF-Versagen des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante (Teil I). a) bis d) ausgewählte lichtmikroskopische Aufnahmen von Bruchflächen (a, b) und Mantelflächen (c, d), e) und f) REM-Aufnahmen der Mantelflächen nah der Bruchfläche. RF: Restbruch, SB: Gleitband, SC: Nebenriss, TZ: Übergangsbereich, GB: (Großwinkel-)Korngrenze.

Bei Raumtemperatur erfolgt die Rissinitiierung offenbar vorwiegend transkristallin an Gleitbändern (SB, engl. *Slip Band*) und bei 600 °C vorwiegend interkristallin an (Großwinkel-)Korngrenzen. Bei 600 °C wurden Oxidationsphänomene an Rissinitiierungsstellen oft beobachtet. Diese konnten mit Hilfe der Anlauffarben bei den LM-Aufnahmen festgestellt werden (siehe Abbildung 5-30b). Bei 400 °C besteht eine Mischung aus den bei Raumtemperatur und 600 °C auftretenden Mechanismen. Dabei sind weniger Gleitbänder an der Mantelfläche als bei Raumtemperatur zu beobachten und der Zusammenhang zwischen Nebenrisse und GBs ist schwieriger festzustellen als bei 600 °C (siehe exemplarisch Abbildung 5-27d). Gasporen spielen sowohl auf oder nahe der Probenoberfläche als auch im Probeninneren offenbar keine wichtige Rolle bei der Rissinitiierung. Das gilt auch für Schmelzbadgrenzen (MPB).

Die Rissausbreitung ist in dem Bereich nahe der Rissinitiierungsstelle(n) im Allgemeinen überwiegend transkristallin (siehe Abbildung 5-28c und d und Abbildung 5-29a). Bei 600 °C (Abbildung 5-28d) scheint auch zum Teil eine interkristalline Rissausbreitung stattzufinden, welche an dem Wiedererkennen der schachtbrettartige Kornmorphologie feststellbar ist. Risse treffen sich oft an stufenartigen Übergangsbereiche (TZ, engl. *Transition Zone*; siehe Abbildung 5-27a und b und Abbildung 5-28a und b), welche die unebene Topografie der Bruchfläche verursachen und zumindest teilweise durch Querrisse (SC, engl. *Secondary Crack*) verursacht werden. Die Querrisse sind mit Pfeilen in Abbildung 5-28a und b und Abbildung 5-29b exemplarisch markiert und sind bei allen Prüftemperaturen und insbesondere bei 600 °C vorwiegend in den interkolumnaren Regionen (IR) zu finden.

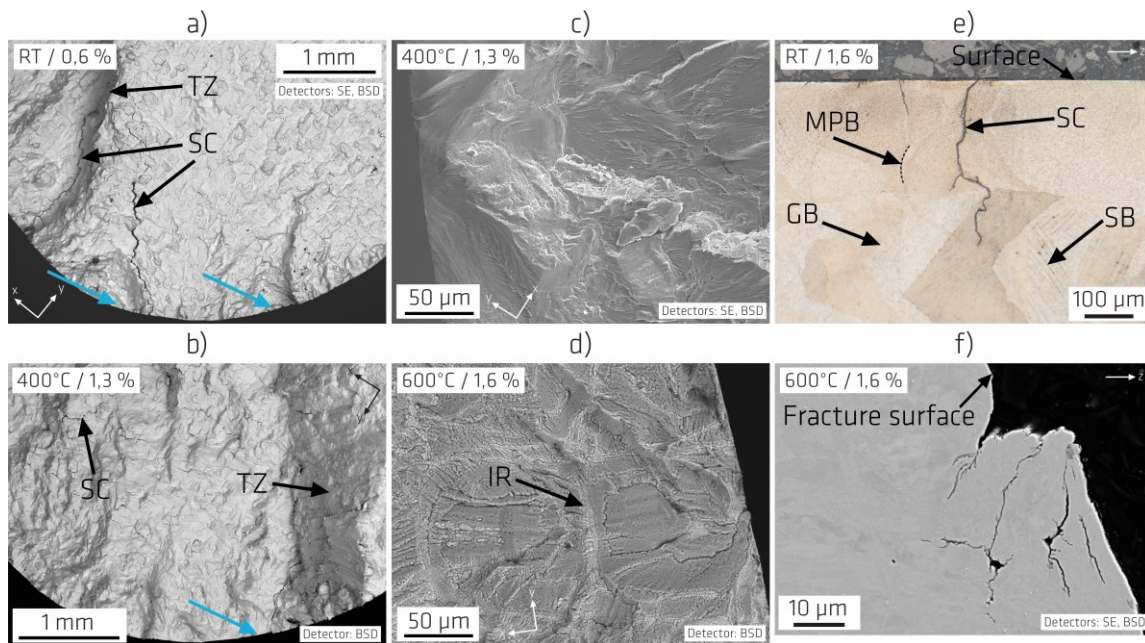


Abbildung 5-28. LCF-Versagen des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante (Teil II). a) bis d) REM-Aufnahmen der Bruchflächen. c) und d) zeigen Rissinitiationsstellen bei höherer Vergrößerung, e) und f) Längsschliffe der bei einer Dehnungsschwingbreite von 1,6 % geprüften Probe. SB: Gleitband, SC: Nebenriss, TZ: Übergangsbereich, GB: (Großwinkel-)Korngrenze, MPB: Schmelzbadgrenze, IR: interkolumnarer Bereich, blaue Pfeile: Rissinitiationsstelle.

Weitere Details über die Rissinitiation und -ausbreitung wurden anhand von Schliffen in Längsrichtung aus bei RT / 1,6 % und 600 °C / 1,6 % getesteten Proben untersucht und ausgewählte Ergebnisse sind in Abbildung 5-28e und f zu sehen. Eine ausgeprägte Verzweigung der Risse wurde sowohl bei Raumtemperatur als auch bei 600 °C beobachtet und der Rissverlauf ist, in Übereinstimmung mit der Beschreibung in den vorigen Absätzen, hauptsächlich transkristallin. Bei RT / 1,6 % bildeten sich Risse und Nebenrisse entweder 45° zur Lastrichtung oder entlang Gleitbänder (nicht gezeigt). Sie sind aber auch vereinzelt im Probeninneren in unmittelbarer Nähe der Probenoberfläche zu finden. Bei 600 °C / 1,6 % wurden Nebenrisse ausschließlich auf der Bruchfläche beobachtet. Die ausgeprägte Verzweigung der Risse wurde bei der HR/316L-Variante nicht beobachtet.

Dass es bei Raumtemperatur tatsächlich um Gleitbänder handelt, wurde anhand REM-Aufnahmen im geätzten Zustand, EBSD-Messungen und unter Berücksichtigung des Schmid-Faktors und der Lage der Gleitebenen nachgewiesen. Die Ergebnisse werden in dieser Arbeit aber nicht gezeigt, weil sie Teil anderen Promotionsvorhabens sind und zum Zeitpunkt der Erstellung dieser Arbeit noch nicht veröffentlicht wurden.

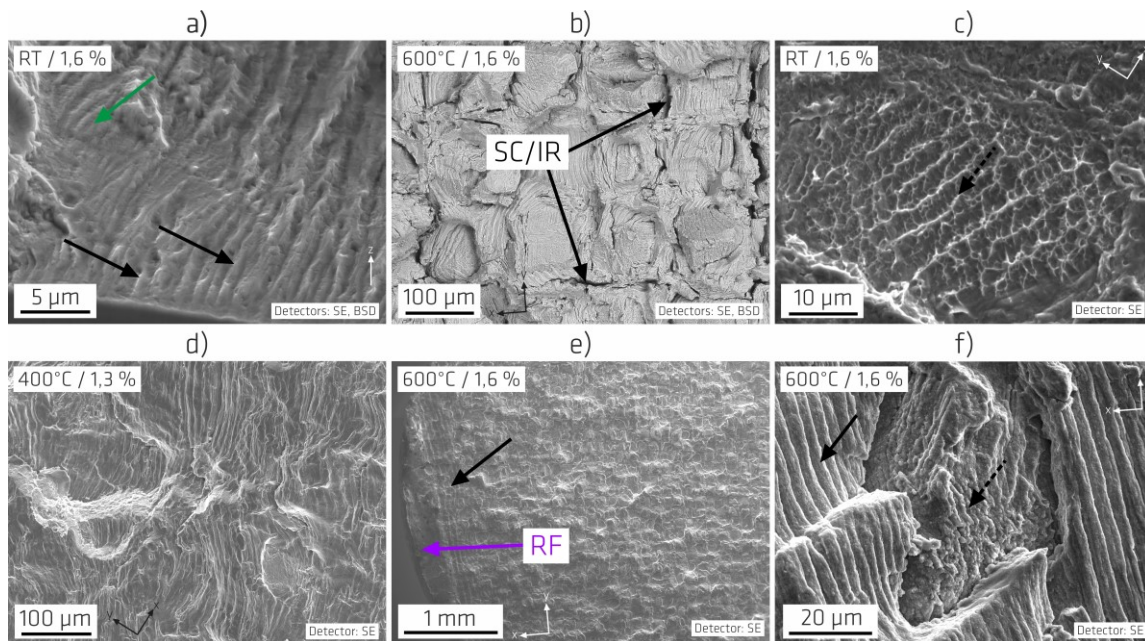


Abbildung 5-29. LCF-Versagen des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante (Teil III). Weiterführende Merkmale der Rissausbreitung anhand REM-Aufnahmen auf den Bruchflächen. a) Schwingstreifen (grünes Pfeil), b) und d) vermutlich „auffällige große Streifen“ [231] und Querrisse (in b) bei transkristalliner Rissausbreitung, e) vermutlich „auffällige große Streifen“ [231] nah des Restbruchs (RF), c) und f) Einfluss der gerichteten Zellstruktur auf die Rissausbreitung. SC: Nebenriss/Querriss, IR: interkolumnarer Bereich.

Noch weitere ergänzende Details bezüglich der Rissinitiierung und -ausbreitung wurden anhand von weiteren REM-Aufnahmen der Bruchflächen festgestellt. Diese Ergebnisse werden in Abbildung 5-29 gezeigt. In Abbildung 5-29a sind Schwingstreifen (exemplarisch anhand eines grünen Pfeils gezeigt) zu erkennen. In Abbildung 5-29b, d und e sind Streifen zu sehen, deren Abstand voneinander zunimmt, je näher sie am Restbruch liegen und den in [231] dargestellten auffälligen großen Streifen ähneln. Neben Schwingstreifen sind in der Nähe von Rissinitiierungsstellen auch feine bahnartige Merkmale festzustellen (siehe Abbildung 5-29a, schwarze Pfeile) und es wurden außerdem überall auf der Bruchfläche feine stufenartige Streifen festgestellt (siehe schwarzes durchgezogenes Pfeil in Abbildung 5-29f), welche nicht unbedingt Schwingstreifen oder auffällige große Streifen darstellen. Neben diesen feinen stufenartigen Streifen wurden auch Regionen mit sehr feinen Waben festgestellt (siehe schwarze Pfeile mit gestrichelter Linie in Abbildung 5-29c und f). Diese verteilen sich auf der gesamten Bruchfläche und deuten auf Duktilität auf der Mikroskala und lokale interkristalline Wabenbrüche hin. Von diesen Regionen mit sehr feinen Waben wurden zwei Arten festgestellt. Eine Art, welche größer erscheint und nur bei 600 °C beobachtet wurde, deutet auf einen interkristallinen Wabenbruch hin (Abbildung 5-29f). Eine zweite feinere Art, bei welcher ein Zusammenhang mit der Zellstruktur vermutet wird (siehe Abschnitt 6.3.2.1) ist in Abbildung 5-29c zu sehen.

Restbrüche (RF, engl. *Residual Fracture*) fehlen bzw. sind sehr klein in der Mehrheit der Fälle und befinden sich offenbar vorwiegend im Umfang der Bruchflächen. Diese sind in dieser Arbeit mit lila-Pfeilen dargestellt und können sowohl bei Anwesenheit von einem einzelnen Anriss als auch von mehreren konkurrierenden Rissverläufe auftreten, welche sich während des Versuchsverlaufs an stufenartigen Übergangsbereichen (TZ) treffen (siehe Abbildung 5-27a). Die nach TZs aussehenden Bereichen können Restbrüche darstellen, z. B. falls zwei gegenüber wachsenden Rissfronten sich gegen Ende des Versuchs treffen. Dass nach TZs aussehenden Bereichen aber nicht immer den Restbruch darstellen, konnte exemplarisch durch das Auseinanderziehen einer Probe festgestellt werden, welche innerhalb des Versuchs zwar versagt aber nicht gebrochen ist, siehe Abbildung 5-27a. Dabei ist oben auf dem Bild



die durch das Auseinanderziehen verursachte Restbruchfläche deutlich zu erkennen und deutet darauf hin, dass die große TZ in diesem Fall der Restbruch nicht dargestellt hätte, wenn der Versuch bis zum Bruch durchgeführt worden wäre.

Als Ergänzung zu der allgemeinen Beschreibung der Versagensmerkmale der PBF-LB/M/316L-Variante der vorherigen Abschnitte, fasst Abbildung 5-30 die Ergebnisse der Nachuntersuchung der Probe zusammen, welche bei 600 °C / 0,4% geprüft wurde. Wie im Abschnitt 5.5.2 bereits erwähnt, war das Ziel dieser Nachuntersuchung, ein Vergleich des Versagensmechanismus LCF vs. Kriechen bei gleicher Prüftemperatur, einem ähnlichem Spannungsniveau, aber einer unterschiedlichen Belastungsart durchzuführen. Dabei wurde angestrebt, dass der Absolutwert der Spannungsamplitude bei mittlerer Lebensdauer so nah wie möglich an 225 MPa liegt (siehe entsprechende Hystereseurve in Abbildung 5-14c), dem Wert der Prüfspannung, der bei den chronologisch zuerst nachuntersuchten Kriechproben aufgebracht wurde (siehe Ergebnisse dazu in 5.8.3). Die angestrebte Spannungsamplitude wurde nicht exakt getroffen. Der Vergleich wird aber trotzdem als berechtigt angesehen, denn bei kraftgeregelten Kriechversuchen ist eine gewisse Reduzierung der Spannung mit Verringerung des Querschnitts zu erwarten. Die untersuchte Probe ist innerhalb des Versuchs zwar versagt, aber nicht gebrochen. Daher wurde als Erstes ihre Mantelfläche mittels Lichtmikroskopie (Abbildung 5-30b) und die Entwicklung der Porosität und der Schädigung mittels XCT (Abbildung 5-30a) untersucht. Anschließend wurde sie zwecks fraktographischer Untersuchung am REM (Abbildung 5-30c und d) mechanisch auseinandergezogen.

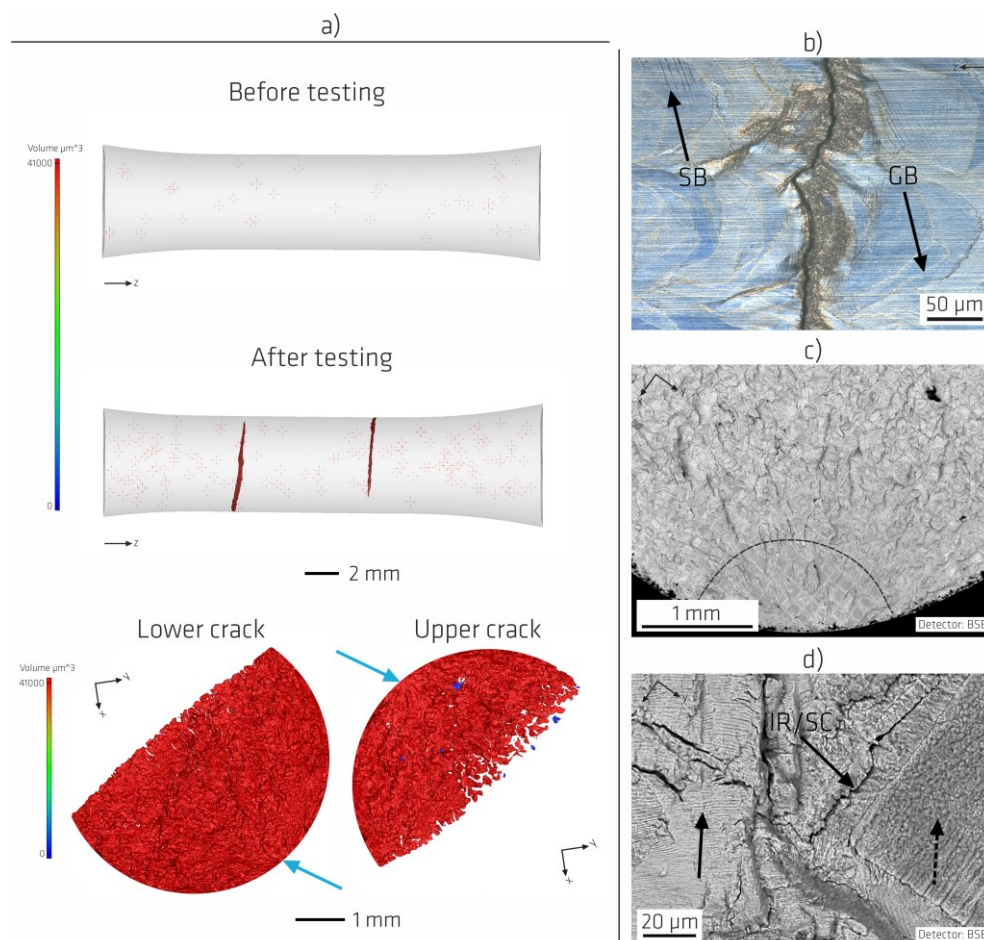


Abbildung 5-30. Versagensbild der bei 600 °C / 0,4 % geprüften LCF-Probe des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante. a) XCT-Ergebnisse, b) lichtmikroskopische Aufnahme der Mantelfläche, c) und d) REM-Aufnahmen der Bruchfläche des unteren Risses. Die Rissausbreitung ist sowohl inter- als

auch transkristallin. In c) ist die Rissausbreitung nach der gestrichelten Linie insgesamt stärker transkristallin. d) wurde mittig auf der Bruchfläche aufgenommen. GB: (Großwinkel-)Korngrenze, IR: Interkolumnarer Bereich, SC: Querriss/Nebenriss, SB: Gleitband.

In Abbildung 5-30a wird oben die XCT-Rekonstruktion des Probenvolumens vor der Durchführung des LCF-Versuchs und darunter wird die nach dem Versagen gezeigt. Bei beiden Darstellungen sind alle einzelnen Hohlräume auf die Bildebene projiziert. Der Volumenanteil der Hohlräume, vor der LCF-Belastung offenbar Gasporen, entspricht dem im Abschnitt 5.1 erwähnten Wert ( $< 0,01\%$ ). Nach der LCF-Belastung wurden insgesamt mehr vereinzelte Hohlräume als vor der Belastung gefunden. Diese Hohlräume könnten entweder Rissinitiierungsstellen im Probeninneren oder weiterhin Gasporen darstellen. Risse sind als kontinuierliche, rote Bereiche sichtbar. Am auffälligsten erkennt man zwei große Risse innerhalb der Parallellänge der Probe. Diese werden im untersten Teil der Abbildung 5-30a gezeigt. An jedem der Risse ist eine einzelne Rissinitiierungsstelle zu erkennen (siehe blaue Pfeile). Die Bruchfläche hat bei dieser kleinen Dehnungsschwingbreite eine wenig ausgeprägte Topografie und liegt eher senkrecht zur Lastrichtung. Außer den zwei großen Rissen, wurden keine weiteren Nebenrisse festgestellt. In Übereinstimmung mit den anhand von Abbildung 5-27f dargestellten Ergebnisse folgen die Risse auf der Mantelfläche bevorzugt dem Verlauf der Großwinkelkorngrenzen (siehe Abbildung 5-30b). Schließlich konnte anhand XCT bei dieser kleinen Dehnungsschwingbreite kein Zusammenhang zwischen der Lage der Poren und der Rissentstehung und -ausbreitung festgestellt werden.

Die REM-Aufnahmen in Abbildung 5-30c und d ergänzen das Versagensbild. In Abbildung 5-30c ist die Rissinitiierungsstelle zu erkennen und Abbildung 5-30d zeigt eine ausgewählte Detail-Aufnahme des mittleren Bereichs der Bruchfläche. Die Rissinitiierung findet offenbar als interkristalliner Wabenbruch an der Probenoberfläche statt. Die Rissausbreitung ist in Übereinstimmung mit den in Bezug auf Abbildung 5-28 dargestellten Ergebnissen überwiegend transkristallin. Hierbei scheint aber auch zum Teil eine interkristalline Rissausbreitung stattzufinden, welche auf der Bruchfläche an der schachbrettartigen Kornmorphologie erkennbar ist (siehe in Abbildung 5-30c Bereich unterhalb der gestrichelten Linie). Nach dieser Phase der Rissausbreitung (in Abbildung 5-30c wird sie anhand einer gestrichelten Linie getrennt) ist die schachbrettartige Kornmorphologie weniger erkennbar, was auf eine insgesamt stärker transkristalline Rissausbreitung hindeutet. Dennoch erkennt man bei höherer Vergrößerung (Abbildung 5-30d), dass es immer noch Bereiche interkristalliner Rissausbreitung gibt. In diesen Bereichen erkennt man, genauso wie bei Abbildung 5-29c und f, sehr feine Waben, die auf Duktilität auf der Mikroskala und lokale interkristalline Wabenbrüche hindeuten. Diese sehr feinen Waben treten bei dieser kleinen Dehnungsschwingbreite insgesamt häufiger als auf der Bruchfläche der bei  $600\text{ °C} / 1,6\%$  geprüften Probe (siehe Abbildung 5-29) auf. Außerdem sind weitere Bereiche mit den in Abbildung 5-27 bis Abbildung 5-29 angedeuteten Querrissen (SC) vorhanden. Diese sind hierbei ebenso vorwiegend in den interkolumnaren (IR) Regionen zu finden. Schließlich erkennt man auch Streifen, welche feiner in Vergleich zu den bei der bei  $600\text{ °C} / 1,6\%$  geprüften Probe in dem mittleren Bereich der Bruchfläche beobachteten Streifen sind (siehe Abbildung 5-29b). Diese feineren Streifen können mit der Wechselwirkung der Rissfront mit der gerichteten Zellstruktur zusammenhängen, z. B. falls die Rissfront nahezu parallel zur Längsachse der gerichteten Zellen verläuft. Andere Möglichkeit ist, dass sie „auffällige große Streifen“ [231] darstellen, die in diesem Fall -bei sehr kleiner Dehnungsschwingbreite- wegen einer langsameren Rissausbreitung feiner sind.

In den nächsten Abschnitten werden die Versagensmerkmale der LCF-Proben der HR/316L-Variante anhand Abbildung 5-31 dargestellt. Allgemein lässt sich feststellen, dass die Bruchflächen, im Gegensatz zu dem Versagensbild bei der PBF-LB/M/316L-Variante, bei Raumtemperatur tendenziell eher flach sind und eine weniger ausgeprägte Topografie aufweisen. Sie liegen nahezu senkrecht zur Lastrichtung und sehen eher verformungsfrei aus. Bei  $600\text{ °C}$  und insbesondere bei  $400\text{ °C}$  weisen die Bruchflächen eine ausgeprägtere Topografie als bei Raumtemperatur auf (exemplarisch in Abbildung

5-31a gezeigt) und das Versagensbild ähnelt insgesamt mehr dem der Proben der PBF-LB/M/316L-Variante.

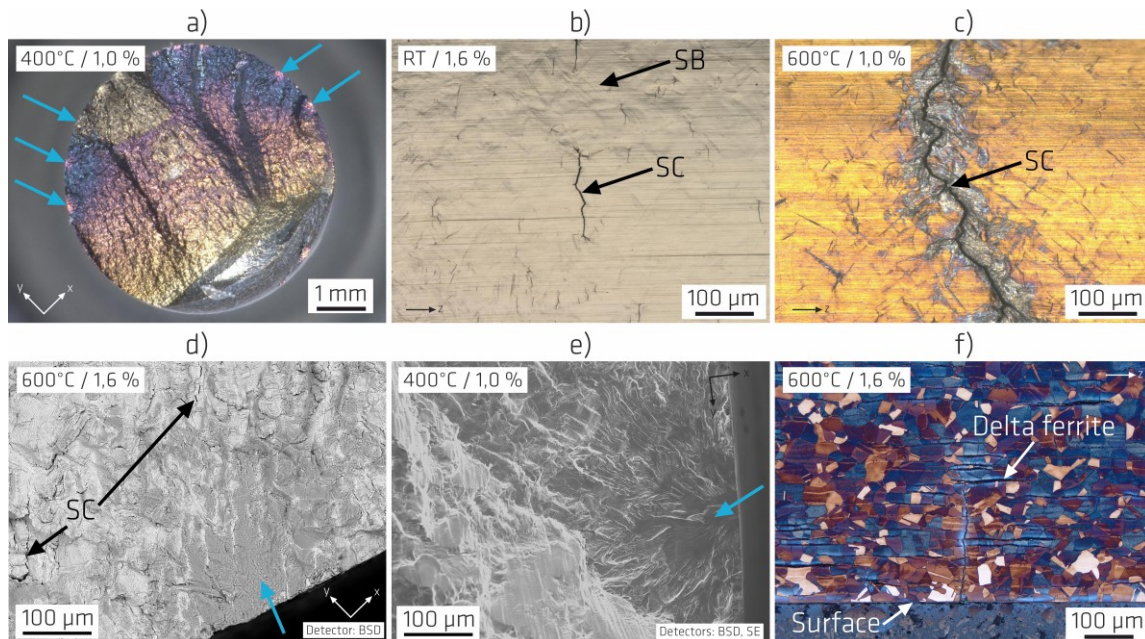


Abbildung 5-31. LCF-Versagen der HR/316L-Variante. Lichtmikroskopische Aufnahmen ausgewählter Proben von Bruchflächen (a) und von Mantelflächen (b und c). d) und e) zeigen repräsentative REM-Aufnahmen von Rissinitiationsstellen. f) Längsschliff von bei einer Dehnungsschwingbreite von 1,6 % geprüften Proben bei Raumtemperatur. SC: Nebenriss, SB: Gleitband, TZ: Übergangsbereich, RF: Restbruch, blaue Pfeile: Rissinitiationsstellen.

Bei der HR/316L-Variante, wie bei der PBF-LB/M/316L-Variante, fehlen Restbrüche bzw. sie sind in der Mehrheit der Fälle sehr klein, und es ist bei den Proben, deren Bruchflächen mehr Topografie aufweisen, mehrfache Rissinitiation auf den entsprechenden Mantel- und Bruchflächen festzustellen (siehe Abbildung 5-31b und c). Letzteres gilt aber nur für die bei 400 °C und 600 °C geprüften Proben. Bei den bei Raumtemperatur geprüften Proben der HR/316L-Variante ist die mehrfache Rissinitiation auf den Mantelflächen entlang der Prüflänge an Proben festzustellen, welche eher flache verformungsfreie Bruchflächen und eine einzige Rissinitiationsstelle haben. Bei Bruchflächen mit mehrfacher Rissinitiation sind stufenartige Übergangsbereiche (TZs) vorhanden, bei denen sich vermutlich konkurrierend wachsende Risse treffen (siehe Abbildung 5-31d). Diese Bereiche können hierbei auch, aber müssen nicht, Restbrüche darstellen.

Die Rissinitiation fand bei der HR/316L-Variante bei allen Prüftemperaturen an der Probenoberfläche statt. Bei Raumtemperatur und 400°C ist sie offenbar transkristallin. Außerdem sind bei Raumtemperatur und 400 °C, wie bei der PBF-LB/M/316L-Variante, Gleitbänder auf der Mantelfläche zu erahnen, aber in diesem Fall kein eindeutiger Zusammenhang mit der Rissentstehung zu erkennen. Bei 400 °C (Abbildung 5-31e) ähnelt die Rissinitiationsstelle einem transkristallinen Spaltbruch [232]. Bei 600 °C fallen Risse mit oxidierten Bereichen zusammen (Abbildung 5-31c) und die Oxidation an den Rissinitiationsstellen erschwert die Auswertung der Rissinitiationsstelle auf der Bruchfläche (Abbildung 5-31d). Eine interkristalline Rissinitiation, wie in dem Fall der PBF-LB/M/316L-Variante, kann aber nicht ausgeschlossen werden (siehe Abbildung 5-30b). Die Rissausbreitung ist bei allen Prüftemperaturen transkristallin (siehe exemplarisch Schliffbild in Abbildung 5-31f). Bei 400 °C und 600 °C wurden auf den Bruchflächen im Bereich der Rissausbreitung, ähnlich wie bei der PBF-LB/M/316L-Variante, Querrisse beobachtet (siehe Abbildung 5-31d). Schließlich spielt der Delta-Ferrit bei der Rissinitiation und -ausbreitung offenbar keine Rolle, wie in Abbildung 5-31f zu erkennen ist.

### 5.8.3 Kriechversagen

In den folgenden Abschnitten wird die Charakterisierung des Versagensbilds nach Kriechbeanspruchung dargestellt, die an bei 600 °C / 225 MPa geprüften Kriechproben des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante sowie der HR/316L-Variante erfolgte (siehe Abbildung 5-32 bis Abbildung 5-34). Anschließend wird kurz über das Versagensbild von bei anderen Prüfparameter geprüften Proben berichtet. Schließlich werden die Charakterisierung des Versagensbilds der auch bei 600 °C / 225 MPa geprüften Probe des HT900-Zustands dargestellt (siehe Abbildung 5-36).

Abbildung 5-32 zeigt lichtmikroskopische und XCT-Aufnahmen. Abbildung 5-32a zeigt eine LM-Aufnahme des Bruchbereichs der untersuchten Kriechprobe in Längsrichtung. Das makroskopische Versagensbild der gezeigten Probe ist repräsentativ für alle geprüften Kriechproben der PBF-LB/M/316L-Variante, die nahezu keine Brucheinschnürung aufweisen (siehe  $Z_u$ -Werte in Tabelle F1 im Anhang F). Abbildung 5-32b zeigt eine XCT-Rekonstruktion der untersuchten Kriechprobe. Das kürzere und das längere Ende wurden separat gescannt und anschließend virtuell zusammengefügt. Es ist eine große Anzahl von Hohlräumen (meist blau) vorhanden. Die unregelmäßige Form der Hohlräume entspricht auf den ersten Blick der Form der Korn- und Schmelzbadgrenzen und ihre Größe liegt in der Größenordnung der im Abschnitt 5.1.1 angegebenen Korngröße. Diese Art von Hohlräumen wurden im Ausgangszustand nicht gefunden, hängen also mit Kriechschädigung zusammen und werden im Folgenden als Mikrorisse bezeichnet. Die spätere Analyse mit Lichtmikroskopie (LM) an der geätzten Probe, Abbildung 5-34, zeigt, dass sie entlang der Korngrenzen, d. h. interkristallin, entstehen. Die Mikrorisse sind in Spalten parallel zur Last- und Aufbaurichtung angeordnet. Sie konzentrieren sich nicht nur auf den unmittelbaren Bereich in der Nähe des Bruchs, wo sie tendenziell öfter aufzutreten scheinen, sondern sie sind über das gesamte erfasste Messvolumen zu finden. Dies ist besonders bei dem Schliff des längeren Reststücks zu beobachten (siehe Abbildung 5-32d und Abbildung 5-34). Im kürzeren Reststück kann man erkennen, dass ihre Anzahl vor dem Ende des parallelen Testvolumens abnimmt, was vermutlich auf eine geometrisch bedingte geringere lokale Spannung zurückzuführen ist. In der Nähe der Bruchfläche sind miteinander verbundene Mikrorisse zu finden.

Die mit XCT identifizierten Mikrorisse haben einen Gesamtvolumenanteil von 2,65 % innerhalb des gemessenen Bereichs. Dieser Volumenanteil umfasst Mikrorisse und alle anderen Hohlräume, die vorhanden sein können, z. B. Gasporen. Der Maßstab auf der linken Seite von Abbildung 5-32b ermöglicht die Unterscheidung der Hohlräume nach ihrem Gesamtvolumen. Größere Mikrorisse befinden sich in der Nähe der Bruchfläche. Bei diesen größeren Mikrorissen handelt es sich entweder um einzelne Mikrorisse oder um miteinander verbundene Mikrorisse (meist in grün). Ein repräsentativer Ausschnitt aus diesen beiden Arten von Mikrorissen ist in Abbildung 5-32b, unten rechts, dargestellt. Miteinander verbundene Mikrorisse kommen eher selten vor.

Abbildung 5-32c zeigt eine LM-Übersicht (links) eine sowie eine LM-Detailaufnahme (rechts) der Bruchfläche (siehe den schwarzen Pfeil und den entsprechenden schwarzen Kasten). Das in Abbildung 5-1 dargestellte Schachbrettmuster ist ebenso, wie im Fall ausgewählter Zug- und LCF-belasteten Proben, zu erkennen. Die Topografie der Bruchfläche ist nicht komplett flach, wie in Abbildung 5-32a und c zu sehen ist. Im Vergleich zu den Bruchflächen nach LCF- und Zugbelastung bei gleicher Prüftemperatur (Abbildung 5-27b bzw. Abbildung 5-26a, rechts) ist sie rauer und eher senkrecht zur Lastrichtung. Außerdem zeigt Abbildung 5-32c schematisch die Schnittebene, die anschließend analysiert wurde (blaue Linien und Text), und welche leicht aus der  $y$ -Richtung geneigt ist. Das Detailbild (Abbildung 5-32c, rechts) verdeutlicht, wie die Schnittebene durch die kolumnaren und die interkolumnaren Bereiche schneidet (siehe weißer Text).

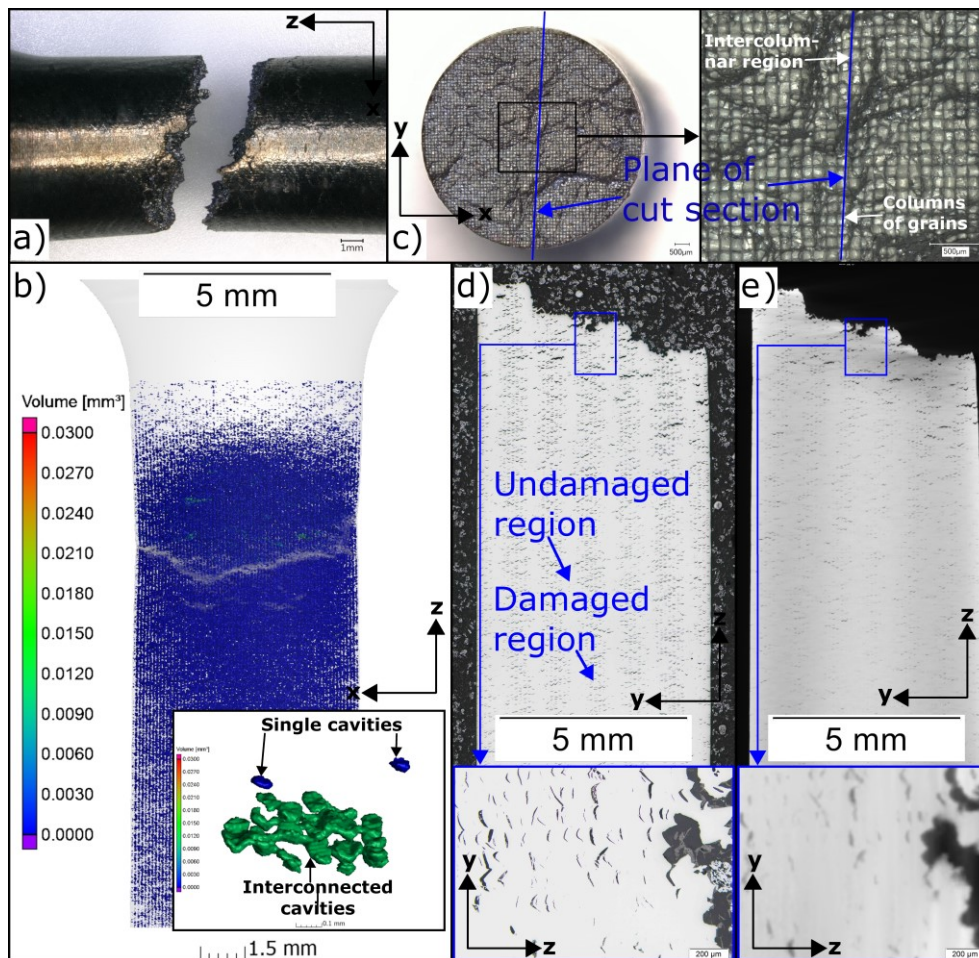


Abbildung 5-32. Kriechversagen des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante bei 600 °C / 225 MPa. Visualisierung von Mikrorissen durch zerstörende (LM) und zerstörungsfreie (XCT) Charakterisierungstechniken. In allen Bildern entspricht die z-Koordinate der Aufbau- und Belastungsrichtung. a) Makroskopische Ansicht des Bruchbereichs, b) XCT-Scan des untersuchten Probekörpers, c) LM-Bilder der Bruchfläche (der für die untersuchte Schlieffebene verwendeter Schnitt ist schematisch dargestellt), d) LM-Bilder der Schlieffebene im ungeätzten Zustand: Übersicht (oben) und Detail (unten), e) Zweidimensionale XCT-Bilder derselben Schlieffebene (virtueller Schnitt): Übersicht (oben) und Detail (unten). Reproduziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022).

Abbildung 5-32d zeigt LM-Aufnahmen des metallographischen Schnitts (ungeätzter Zustand). Ein periodisch auftretendes Streifenmuster ist zu erkennen, welches aus geschädigten und ungeschädigten Bereichen besteht (siehe blauer Text und Pfeile). In Übereinstimmung mit den Ergebnissen in Abbildung 5-32b sind die Mikrorisse in Spalten angeordnet und nicht nur im unmittelbaren Bruchbereich konzentriert. Außerdem kann man grob erkennen, dass sie in der Nähe der Bruchfläche tendenziell größer und häufiger miteinander verbunden sind (siehe vergrößertes Detail im unteren Teil von Abbildung 5-32d). Abbildung 5-32e zeigt einen zweidimensionalen virtuellen Schnitt, der aus dem XCT-Scan des längeren Rests der Kriechprobe generiert und der so erstellt wurde, dass er den metallografischen Schliff von Abbildung 5-32d reproduziert. Um das mit LM beobachtete Streifenmuster nachzubilden, musste der virtuelle Schnitt nicht perfekt parallel zu den Mikrorissäulen ausgeführt werden. Daraus lässt sich ableiten, dass das Material innerhalb dieser gestreiften Bereiche frei von Schädigung ist und dass sich diese Bereiche zwischen den Mikrorissen befinden. Im unteren Teil von Abbildung 5-32d und Abbildung 5-32e ist der Bruchbereich mit höherer Vergrößerung mit LM bzw. XCT dargestellt. In diesen zweidimensionalen Darstellungen zeigen die Mikrorisse eine schräge Doppelkeilform. Die Schärfe der

vergrößerten XCT-Aufnahme ist zwar durch die Voxelgröße von  $(10\ \mu\text{m})^3$  begrenzt, aber die Ergebnisse aus beiden Methoden stimmen sehr gut überein.

Zur weiteren Analyse des Schädigungsmechanismus der untersuchten Kriechprobe sind in Abbildung 5-33 repräsentative REM-Aufnahmen der Bruchfläche (mit LM in Abbildung 5-32c dargestellt) zu sehen. Abbildung 5-33b ist ein Detailbild eines ausgewählten Bereichs (weißer Kasten) aus Abbildung 5-33a. Auf den Bildern ist deutlich das Schachbrettmuster sowie Bereiche mit einer eher duktilen (schwarze Pfeile) und einer eher spröden (blaue Pfeile) Bruchmorphologie zu erkennen. Die Bereiche mit eher duktiler Bruchmorphologie decken sich mit den interkolumnaren Bereichen (siehe Abbildung 5-32c, weißer Text) ab. Die Bereiche mit einem eher spröden Versagen fallen mit den kolumnaren Bereichen zusammen. Das eher duktile Versagen deutet auf einen transkristallinen und das eher sprödes Versagen auf einen interkristallinen Wabenbruch hin. Die in den eher spröderen Bruchbereichen sichtbaren sehr feine Waben können als Duktilität auf der Mikroskala interpretiert werden, wie im Fall der in Abbildung 5-29c und f (Pfeil mit gestrichelten Linien) sichtbaren sehr feinen Waben (LCF-Versagen). Der Kriechbruch ist insgesamt hauptsächlich interkristallin.

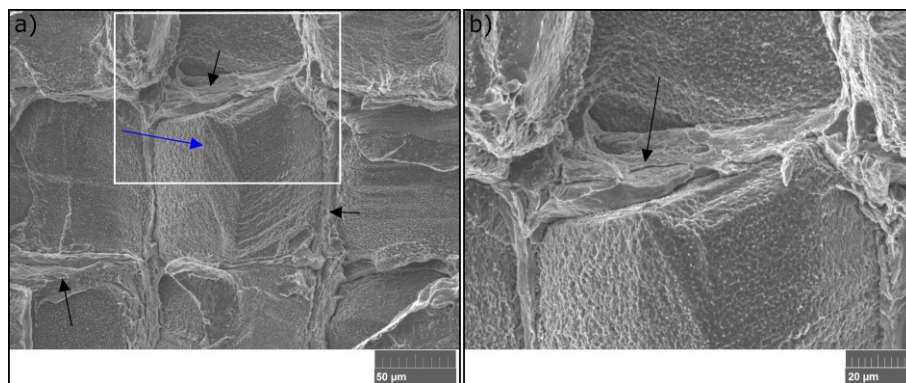


Abbildung 5-33. Kriechversagen des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante bei  $600\ \text{°C} / 225\ \text{MPa}$ . REM-SE-Aufnahmen, die Details der Bruchfläche zeigen. a) niedrig und b) hoher vergrößerte Aufnahme. Der Bruch ist interkristallin mit duktileren Anteilen in den interkolumnaren Regionen (schwarze Pfeile). Reproduziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022).

Ergänzend zu den in Abbildung 5-32 und Abbildung 5-33 gezeigten Ergebnissen sind in Abbildung 5-34 LM-Aufnahmen des geätzten Schliffes zu sehen. Abbildung 5-34b bis e weisen nach, dass sich die Mikrorisse an Korngrenzen befinden und deshalb das Produkt einer interkristallinen Schädigung (ID, engl. *Intergranular Damage*, schwarze Pfeile) sind. Wie bereits in Bezug auf Abbildung 5-33 beschrieben, scheinen sie in Regionen abseits der Bruchfläche seltener zu aufzutreten (Abbildung 5-34b und d). Außerdem erkennt man deutlich in Abbildung 5-34b bis e, dass die Mikrorisse sich nicht an den Schmelzbadgrenzen bilden (MPB, engl. *Melt Pool Boundary*, schwarze Pfeile in Verbindung mit gestrichelten schwarzen Linien, die sie teilweise hervorheben). In Abbildung 5-34e sind zwei der Mikrorisse miteinander verbunden (siehe schwarzer Kreis). Miteinander verbundenen Mikrorisse sind eher selten. Schließlich sieht man, dass runde Hohlräume, offenbar Gasporen, keinen unmittelbaren Zusammenhang mit der Rissbildung haben, was in [217] anhand XCT-Untersuchungen bei unterbrochenen Versuchen weiterhin nachgewiesen wurde. Darüber hinaus wird in [217] darauf hingedeutet, dass die Entstehung von Schädigung nicht mit der anfänglichen Porenverteilung zusammenhängt.

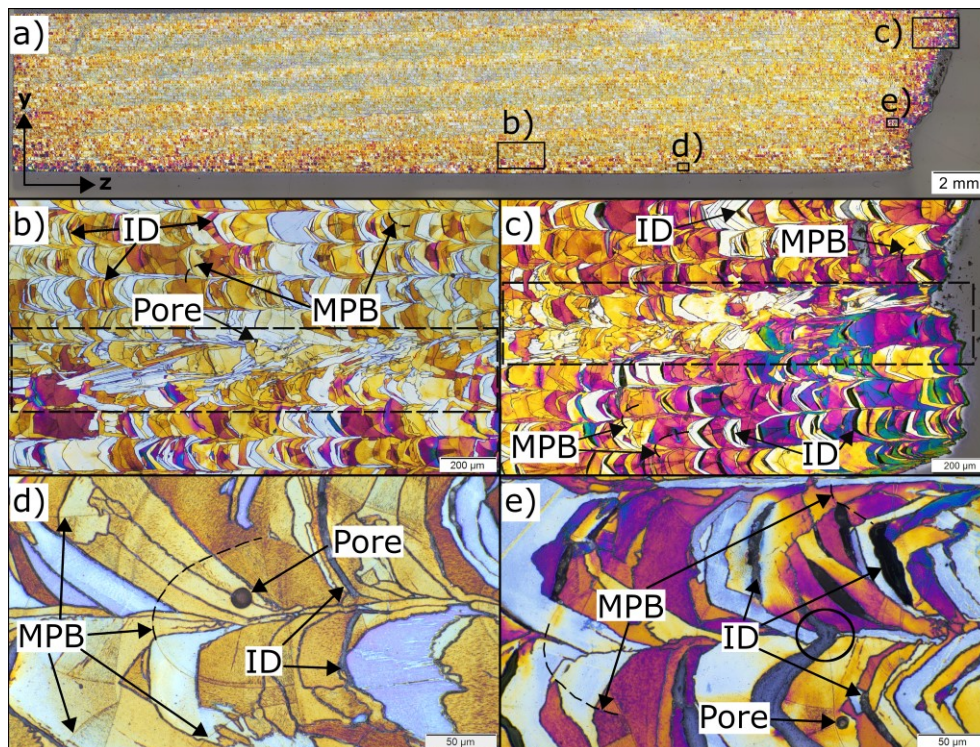


Abbildung 5-34. Kriechversagen des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante bei 600 °C / 225 MPa. Lichtmikroskopie nach dem Ätzen, gleicher Prüfkörper wie in Abbildung 5-32. Das Koordinatensystem in a) ist für alle Bilder gleich. a) Übersichtsbild, b) und d) Detailansichten von Bereichen abseits der Bruchfläche, c) und e) Detailansichten aus der Nähe der Bruchfläche. Reproduziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022).

In Abbildung 5-34b und Abbildung 5-34c sind auch Regionen mit weniger interkristallinen Kriechschädigung (ID) zu erkennen. Diese Regionen sind hauptsächlich die interkolumnaren Bereiche, in denen die Kornmorphologie in der Aufbaurichtung länglicher ist und die Korngrenzen eher parallel zur Aufbau- und Lastrichtung liegen. Dennoch gibt es aber auch eher senkrecht zur Lastrichtung liegende Korngrenzen in den kolumnaren Bereichen, welche ebenfalls keine Kriechschädigung aufweisen. Die interkolumnaren Bereiche sind in Abbildung 5-32d als Streifen mit geringeren Schäden und in Abbildung 5-34 als Bereiche mit einer anderen Kornmorphologie sichtbar, wie in Abbildung 5-34b und c durch gestrichelte Kästchen dargestellt. Ob diese mit gestrichelten Kästchen dargestellten Bereiche, bei denen die Kornmorphologie länglicher ist, in einem metallographischen Schliff zu sehen sind, hängt von der Lage des Schliffes ab. Wenn der Schnitt nicht vollkommen parallel zum Schachtbrettmuster verläuft (siehe Abbildung 5-32c) werden sie in regelmäßigen Abständen sichtbar (siehe Abbildung 5-32d).

Die Beobachtungen aus Abbildung 5-32 bis Abbildung 5-34 sind auch für alle anderen Prüfparameter gültig. Darüber hinaus gibt es Hinweise auf eine Abhängigkeit des Umfangs und Verteilung der Kriechschädigung im Probenvolumen von der Prüftemperatur und Prüfspannung. Weiterführende lichtmikroskopische Untersuchungen aller geprüften Proben (Ergebnisse nicht gezeigt) sowie die in der Arbeit von Ulbricht et al. dargestellten Ergebnisse aus ausgewählten XCT-Aufnahmen [217] deuten nämlich darauf hin, dass eine höhere Prüftemperatur (in diesem Fall 650 °C anstatt 600 °C) und eine geringere Prüfspannung zu einer vermehrten Bildung und einem höheren Ausmaß der entstandenen Kriechschädigung beitragen können. Eine endgültige Aussage ist jedoch nicht möglich, denn (i) das Erscheinungsbild der metallographischen Schliffbilder aufgrund der ungleichmäßigen räumlichen Lage der Kriechschäden hängt stark von der Position des Schnittes ab, und (ii) nicht alle geprüften Proben wurden mittels XCT untersucht.

In Abbildung 5-35 sind die Versagensmerkmale der untersuchten Kriechprobe der HR/316L-Variante dargestellt. Abbildung 5-35a ist eine XCT-Rekonstruktion der untersuchten Probe. Die in diesem Bild sichtbare Kontur der Kriechprobe ist repräsentativ für alle geprüften Proben aus der HR/316L-Variante. Sie alle zeigen eine ausgeprägte Brucheinschnürung, die auf einen duktilen Bruch hindeutet (siehe auch  $Z_u$ -Werte in Tabelle F1 im Anhang F). Abbildung 5-35b und c sind LM-Aufnahmen eines Schliffes im Bruchbereich bzw. ca. 10 mm entfernt davon. In Abbildung 35b ist Kriechschädigung in Form von Hohlräumen zu erkennen (blaue Pfeile). Abseits des Bruchs, aber noch im Bereich der Einschnürung, (Abbildung 5-35c) ist das Gefüge viel weniger verformt als im Bruchbereich und es ist keine Kriechschädigung zu erkennen. Die stärkere Verformung im Bereich der Einschnürung ist an dem größeren Seitenverhältnis der Körner als in Abbildung 5-35b zu erkennen. In Regionen, die weiter entfernt vom Bruchbereich sind (nicht gezeigt), sind die Körner weniger verformt als die in Abbildung 5-35c gezeigten Körner und ähneln der in Abbildung 5-1 gezeigten ursprünglichen Kornmorphologie. Hohlräume sind meist als blaue Merkmale sichtbar. In Abbildung 5-35b sind nur einige wenige runde bis ovale Hohlräume zu sehen. Insgesamt zeigt Abbildung 5-35, dass sich die Kriechverformung am stärksten in der Nähe der Bruchfläche im Bereich der Einschnürung konzentriert. Die XCT-Rekonstruktion (Abbildung 5-35a) zeigt außerdem, dass die Hohlräumpopulation spärlich, im Bruchbereich lokalisiert und tendenziell eher im mittleren Bereich des Prüfkörpers angesammelt ist. Der endgültige Bruch ist transkristalliner Natur und deutet auf einen zähen Zug-Gewaltbruch mit Schublippen hin, der dem Bruch bei Zugbeanspruchung ähnelt (siehe Abbildung 5-26b).

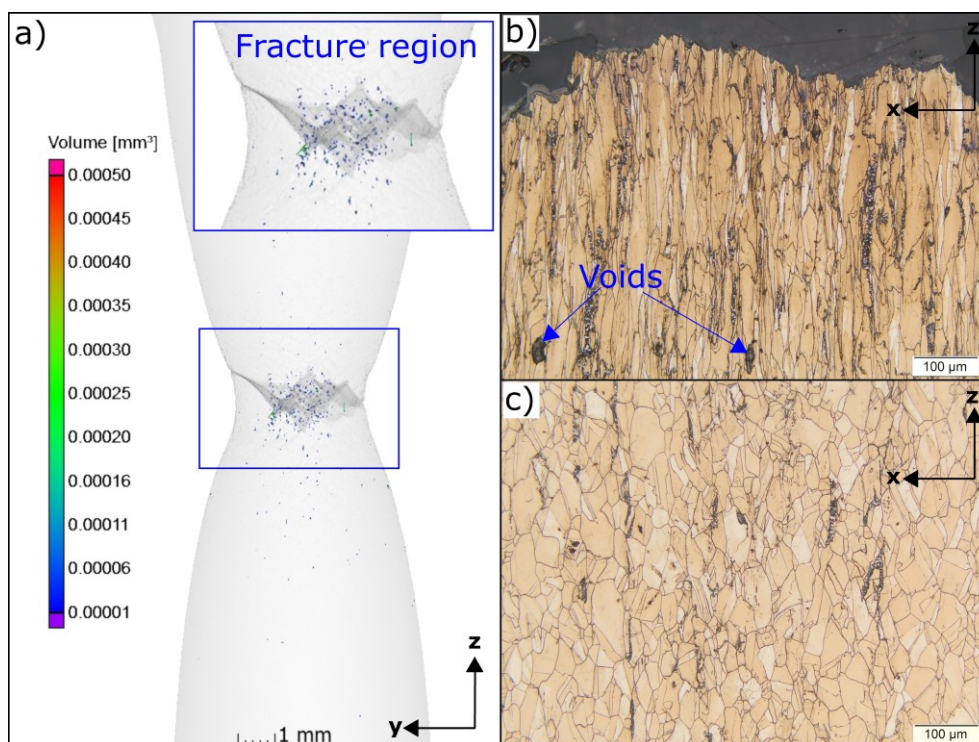


Abbildung 5-35. Kriechversagen der HR/316L-Variante. Prüfparameter 600 °C / 225 MPa. Die z-Koordinate entspricht der Walz- und Belastungsrichtung. a) XCT-Rekonstruktion der untersuchten Kriechprobe. b), c) Repräsentative Detailansichten von Bereichen der Bruchregion (b) und davon entfernt (c). Reproduziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022).

Zurück zur PBF-LB/M/316L-Variante, ähnlich wie bei dem HT450-Zustand wurde eine Kriechprobe des HT900-Zustands (Wärmebehandlung bei 900 °C / 1 h nach der Wärmebehandlung bei 450 °C / 1 h) anhand zerstörungsfreier und zerstörender Methoden untersucht, Abbildung 5-36. Es wurde festgestellt, dass das Versagensbild der Probe des HT900-Zustands sehr ähnlich wie bei der Probe des HT450-Zustands ist. Die prägnantesten Unterschiede sind eine sichtbar höhere Zeitbrucheinschnürung,  $Z_u$ , und



ein kleinerer Volumenanteil der entstandenen Hohlräume. Im Folgenden werden sowohl diese Unterschiede als auch die Gemeinsamkeiten näher beschrieben.

Abbildung 5-36a zeigt eine XCT-Rekonstruktion der untersuchten Kriechprobe des HT900-Zustands. In diesem Fall wurde ausschließlich das längere Ende der versagten Probe gescannt und dieses wurde vor der XCT-Untersuchung zwecks metallographischer Präparation sowohl in Quer- als auch in Längsrichtung getrennt. Das auf der linken Seite der Abbildung dargestellte Stück enthält den Gewindebereich und das andere Stück die Bruchfläche. Abbildung 5-36b zeigt LM-Aufnahmen des ungeätzten metallographischen Schnitts von dem Stück mit der Bruchfläche. Abbildung 5-36c bis f zeigen LM-Aufnahmen desselben Schliffes nach dem Ätzen jeweils aus Bereichen abseits (c und e) und in der Nähe (d und f) der Bruchfläche.

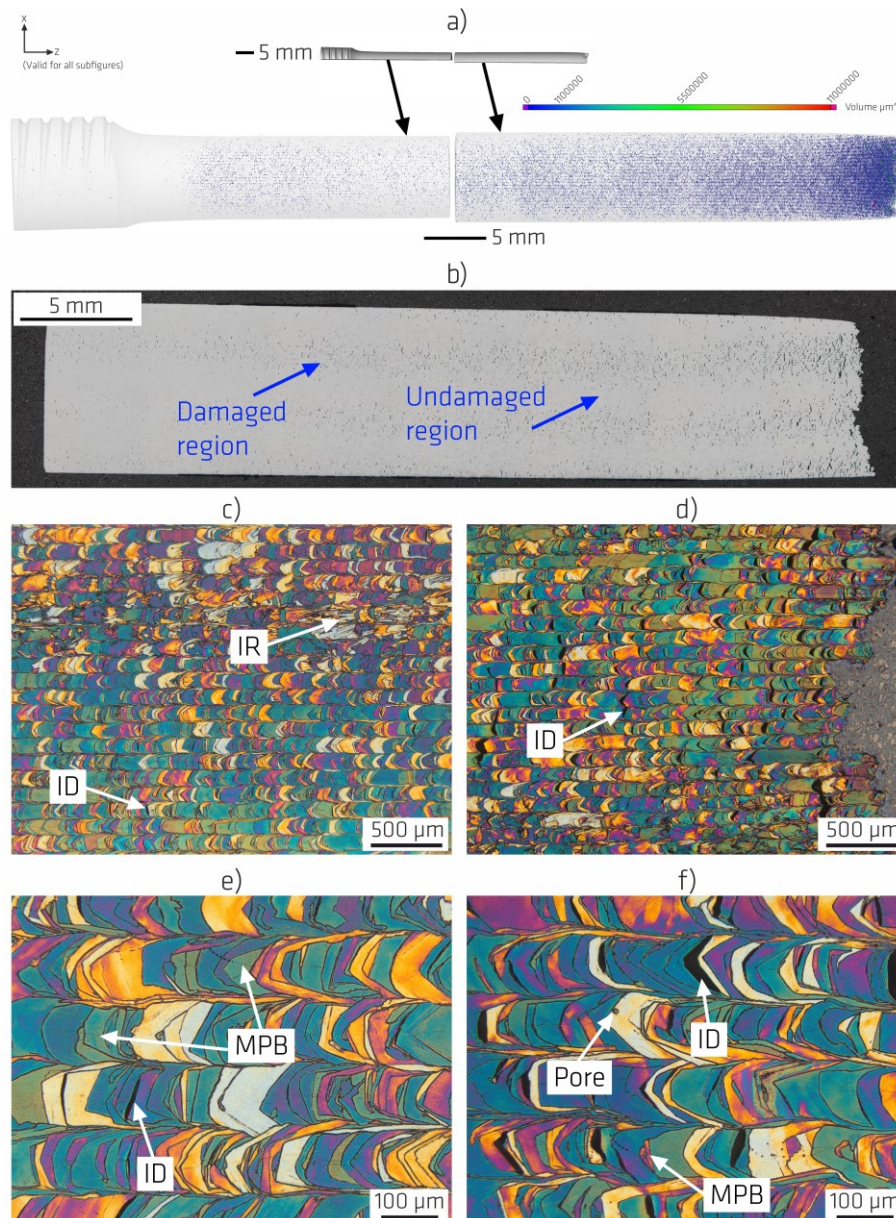


Abbildung 5-36. Kriechversagen des HT900-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante. Prüfparameter 600 °C / 225 MPa. Das Koordinatensystem in a) ist für alle Bilder der Abbildung gültig. a) XCT-Rekonstruktion zwei getrennter Stücke der gebrochenen Probe, b) Aufnahme vor dem Ätzen, c) bis f) Lichtmikroskopische Aufnahmen in niedrigerer (c, d) und höherer (e, f) Vergrößerung. d), f) Bereiche nah der Bruchfläche. c), e) Bereiche ca. 20 mm davon entfernt.

Im Vergleich zur Probe des HT450-Zustands und in Übereinstimmung mit den in Tabelle F3 im Anhang F und im Abschnitt 5.6.3 dargestellten Ergebnisse ist die Zeitbrucheinschnürung,  $Z_u$ , sowohl im Schliffbild in Abbildung 5-36b als auch in der XCT-Rekonstruktion in Abbildung 5-36a deutlicher ausgeprägt. Ähnlich wie bei der Probe des HT450-Zustands ist insgesamt eine große Anzahl von Hohlräumen (meist blau in Abbildung 5-36a) vorhanden, die in Spalten parallel zur Last- und Aufbaurichtung angeordnet sind und sich nicht nur auf den unmittelbaren Bereich in der Nähe des Bruchs konzentrieren, sondern über das gesamte erfasste Messvolumen zu finden sind. Die Hohlräume (Mikrorisse) entstehen durch interkristalline Kriechschädigung (ID, siehe Abbildung 5-36c bis f). Miteinander verbundene Mikrorisse sind bei dieser Kriechprobe auch vorhanden und sowohl in der XCT-Rekonstruktion (Abbildung 5-36a) in grün und rot als auch in den Schliffbildern (Abbildung 5-36b bis f) zu erkennen. Mikrorisse sind in der Nähe der Bruchfläche (Abbildung 5-36d und f) tendenziell größer und häufiger miteinander verbunden als abseits davon (Abbildung 5-36c und e). Die in Abbildung 5-36a wenigen sichtbaren verbleibenden Poren im Gewindebereich sind alle sphärisch und stammen daher höchstwahrscheinlich aus dem ursprünglichen Baujob (Gasporen). Die Mikrorisse befinden sich, wie auch bei der Probe des HT450-Zustands, hauptsächlich innerhalb des parallelen Bereichs des Testvolumens, was vor allem in der XCT-Rekonstruktion auf der linken Seite der Abbildung 5-36a zu erkennen und auf eine geometrisch bedingte höhere herrschende Spannung zurückzuführen ist. Der Volumenanteil der Hohlräume des Stücks mit der Bruchfläche beträgt 0,75 % (Stück auf der rechten Seite der Abbildung 5-36a). Der Volumenanteil im Bereich der parallelen Länge des Stücks mit dem Gewindeteil (Stück auf der linken Seite der Abbildung 5-36a) beträgt 0,07 %. Dieser Volumenanteil umfasst Mikrorisse und alle anderen Hohlräume, die vorhanden sein können, z. B. Gasporen. Insgesamt ist der Volumenanteil um etwa 2,0 %-Volumenanteil kleiner im Vergleich zur Probe des HT450-Zustands.

Bei dem Schliffbild in Abbildung 5-36b ist, wie auch in Abbildung 5-32, ein periodisch auftretendes Streifenmuster zu erkennen, welches aus geschädigten und ungeschädigten Bereichen besteht (siehe Text und Pfeile in blau), und auf eine schräg zur Richtung der Scanvektoren bzw. zum Schachtbrettmuster liegende Schnittebene zurückzuführen ist. Das Vorhandensein dieses Musters deutet darauf hin, dass die Mikrorisse, wie auch bei dem HT450-Zustand der Fall ist, vorwiegend in den kolumnaren Bereichen vorhanden sind, was die ungeätzten Schliffbilder in Abbildung 5-36c bis f bestätigen. Darüber hinaus ist in Abbildung 5-36c bis f zu erkennen, dass sich Mikrorisse wie bei der Probe des HT450-Zustands (siehe Abbildung 5-34) auch ausschließlich an Korngrenzen (GB), und nicht an Schmelzbadgrenzen (MPBs) oder an Poren bilden. Die MPBs sind hier wie auch im Zustand vor der Kriechbelastung (siehe Abschnitt 5.1.3) zwar erkennbar aber wenig sichtbar (siehe Pfeile in Abbildung 5-36e und f). Schließlich sieht die Bruchfläche sowohl makroskopisch (LM) als auch mikroskopisch (REM) ähnlich wie die in Abbildung 5-32c und Abbildung 5-33 gezeigten Bruchflächen aus (Ergebnisse nicht gezeigt).

## 5.9 Entwicklung der Mikrostruktur unter Belastung

In diesem Abschnitt werden Ergebnisse aus metallographischen Untersuchungen in Bezug auf die Entwicklung der im Abschnitt 5.1 dargestellten mikrostrukturellen Merkmale an dem HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante und der HR/316L-Variante (Abschnitt 5.9.1) sowie an dem HT900-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante (Abschnitt 5.9.2) dargestellt. Die Untersuchungen wurden im Post-Mortem Zustand nach Kriechbelastung bei 600 °C / 225 MPa und LCF-Belastung bei RT / 1,6 % und 600 °C / 1,6 % sowie im Zustand nach Kriechbelastung bei 600 °C / 225 MPa nach Unterbrechung beim Erreichen der minimalen Kriechrate durchgeführt.

### 5.9.1 PBF-LB/M/316L/HT450-Werkstoffzustand und HR/316L-Werkstoffvariante

#### 5.9.1.1 Post-Mortem Untersuchungen

Abbildung 5-37 (vgl. Abbildung 5-3) stellt die Entwicklung der Textur anhand von Polfiguren (Abbildung 5-37a bis d), der Missorientierungsverteilung (Abbildung 5-37e) und der Korngrößenverteilung (Abbildung 5-37f) aus EBSD-Untersuchungen nach Kriech- und LCF-Belastung dar.

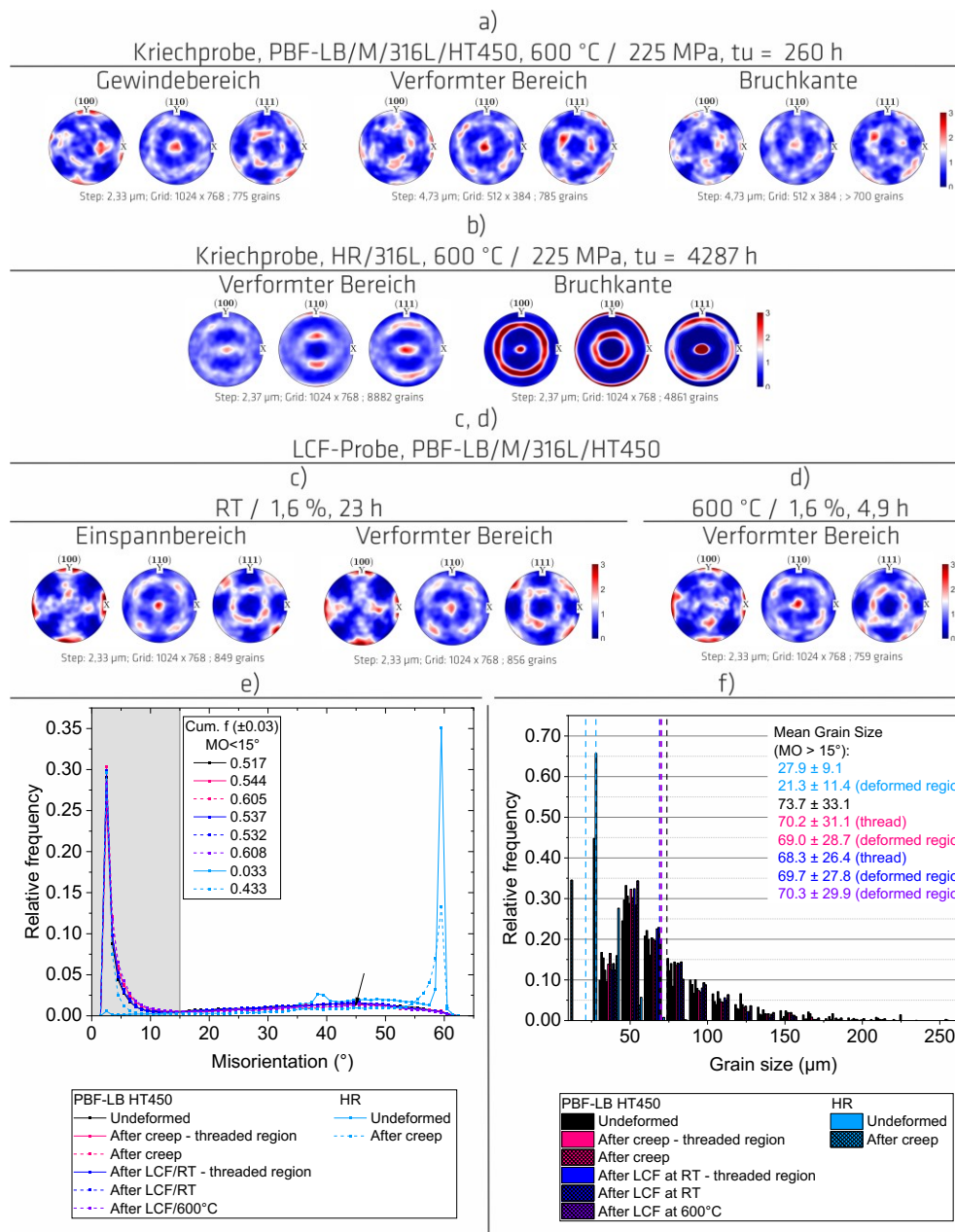


Abbildung 5-37. Entwicklung ausgewählter mikrostrukturellen Merkmale des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante und der HR/316L-Variante nach Kriech- und LCF-Belastung. a) bis d) Polfiguren zur Darstellung der Textur (REM-EBSD), e) und f) Korngrößen- und Missorientierungsverteilungen (REM-EBSD).

Die Entwicklung der Textur nach Kriechbelastung (HT450, HR/316L) bei 600 °C / 225 MPa wird in Abbildung 5-37a und b dargestellt. Auf der linken Seite von Abbildung 5-37a sind die Polfiguren des Gewindebereichs zu sehen, der unverformt ist und nahezu ausschließlich thermisch belastet wurde. Das mittlere Bild in Abbildung 5-37a und das linke Bild in Abbildung 5-37b zeigen die Polfiguren des verformten Bereichs (ca. 20 mm von der Bruchstelle entfernt). Die Bilder jeweils auf der rechten Seite von Abbildung 5-37a und b wurden in unmittelbarer Umgebung der Bruchkante aufgenommen. Generell lässt es sich für den HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante feststellen, dass es sowohl im Gewindebereich als auch in den verformten Bereichen keine wesentliche Änderung der Hauptmerkmale der Textur in Bezug auf den unverformten Ausgangszustand gibt (vgl. Abbildung 5-3c). Die charakteristische {110}-Texturkomponente in der Aufbaurichtung (z-Achse) sowie die {100}-Texturkomponenten in den Richtungen der Scanvektoren (x- und y-Achsen) sind weiterhin vorhanden. Ausschließlich

bei der Bruchkante ist eine leichte Abnahme der Intensität dieser beiden Texturkomponenten festzustellen. Im Gegensatz dazu ist bei der HR/316L-Variante eine Entwicklung der Textur in Richtung einer {001} und {111}-Fasertextur sichtbar, was ein bekanntes Verhalten unter Zugbelastung für kfz-Systeme ist und durch Gleitverformung dominiert wird [32, 155]. Dabei sind insgesamt sowohl im verformten Bereich als auch an der Bruchkante alle im Abschnitt 5.1.2 beschriebenen Texturkomponenten stärker ausgeprägt als im Ausgangszustand und es haben sich bei den nicht senkrecht zur Aufbaurichtung liegenden {001} und {111}-Texturkomponenten ringförmige Texturkomponenten konsolidiert, was bereits in der Literatur für diese Werkstoffklasse unter Zugbelastung berichtet wurde, siehe z. B. [233].

Nach LCF-Belastung wird die Entwicklung der Textur der PBF-LB/M/316L-Variante in Abbildung 5-37c bei RT / 1,6 % und in Abbildung 5-37d bei 600 °C / 1,6 % gezeigt. Im linken Teil der Abbildung 5-37c (RT) ist die Polfigur im Einspannbereich (außerhalb der eingespannten Stelle) dargestellt. Dieser Bereich ist deutlich weniger verformt als der Prüfbereich. Im rechten Teil der Abbildung 5-37c (RT) sowie in Abbildung 5-37d (600 °C) werden die Polfiguren im verformten Bereich (ca. 4 mm von der Bruchstelle entfernt) gezeigt. Hierbei lässt sich feststellen, dass nach LCF-Belastung sowohl im Einspannbereich als auch im verformten Bereich keine wesentliche Änderung der Hauptmerkmale der Textur in Bezug auf den unverformten Ausgangszustand gibt.

In Abbildung 5-37e werden die Missorientierungsverteilungen nach mechanischer Belastung zusammen mit den bereits in Abbildung 5-3a gezeigten Daten des Zustands davor dargestellt. Bei der PBF-LB/M/316L-Variante gibt es insgesamt weder nach Kriech- noch nach LCF-Belastung eine signifikante Änderung der Missorientierungsverteilung. Das gilt sowohl für den Gewindebereich nach Kriechbelastung als auch für den Einspannbereich nach LCF-Belastung. Das Maximum mit etwa 30 % Häufigkeit liegt nach wie vor in der Klasse 2° bis 3° und weiterhin befindet sich ein zweites lokales Maximum mit etwa 1,5 % Häufigkeit um die 45° MO (schwarzer Pfeil). Bei der HR/316L-Variante gibt es im Gegensatz zu der PBF-LB/M/316L-Variante nach Kriechbelastung eine ausgeprägte Änderung der Missorientierungsverteilung: Der Anteil an MOs < 15° ist größer geworden mit einem entsprechend kleineren Anteil an MOs > 15°. Das neue Maximum mit etwa 30 % relativer Häufigkeit liegt in der Klasse 2° bis 3° (anstatt 59° bis 60°) und stimmt mit der PBF-LB/M/316L-Variante überein. Der zu den Zwillingsgrenzen gehörende Peak in der Klasse 59° bis 60° ist nun der zweithöchste Peak und hat etwa 13 % relative Häufigkeit. Der vermutlich zu den hochwinkligen Korngrenzen gehörende Peak zwischen 38° und 40° ist nicht mehr zu sehen. In Bezug auf die kumulierte Häufigkeit bedeutet diese Änderung der Missorientierungsverteilung bei der HR/316L-Variante einen Anstieg des Anteils an MO < 15° sowie eine Abnahme des Anteils an MO > 15° um 40 %.

In Abbildung 5-37f werden die Korngrößenverteilungen dargestellt. Die Korngrößenverteilungen der Zustände vor mechanischer Belastung werden als Referenz gezeigt. Bei der PBF-LB/M/316L-Variante gibt es nach den verschiedenen mechanischen Beanspruchungen entfernt von der Bruchkante sowohl bei der Verteilung als auch bei dem Mittelwert der Korngröße keine signifikante Änderung. Bei der HR/316L-Variante gibt es eine Änderung sowohl hinsichtlich der Verteilung als auch des Mittelwerts der Korngröße. Eine Abnahme der relativen Häufigkeit an Körnern mit Korngrößen größer 25 µm mit einem entsprechenden Anstieg an Körnern mit Korngröße kleiner 10 µm ist festzustellen. Die mittlere Korngröße ist dementsprechend kleiner und beträgt nun 21,3 µm, was einer Korngrößenzahl G von 8,0 nach ISO 643 [222] entspricht und einen Anstieg von 1,0 in Bezug auf den Zustand vor Kriechbelastung (G = 7,0) darstellt. Unter Berücksichtigung der Streuung (siehe Abbildung 5-37f) ist diese Änderung des Mittelwerts dennoch eher wenig signifikant.

Die Entwicklung der Mikrostruktur wurde über die in Abbildung 5-37 dargestellten Ergebnisse hinaus bezüglich Ausscheidungen analysiert. Dabei wurden sowohl der Gewindebereich als auch der Bereich nahe der Bruchkante untersucht.

In Abbildung 5-38 wird repräsentativ das Ergebnis der Untersuchung der Umgebung einer Mikrorisspitze der untersuchten Kriechprobe der PBF-LB/M/316L-Variante gezeigt. Dabei zeigt Abbildung 5-38a die Lage der untersuchten Stelle innerhalb des Schliffes im Überblick und im Detail (siehe blaue Kästen und Pfeile) und Abbildung 5-38b zeigt die Elementkarten für vier ausgewählte Elemente. Anhand der Elementkarten ist eine Verarmung an Cr und Mo vor der Rissspitze (schwarze Bereiche) sowie die Bildung von Cr- und Mo-reichen Ausscheidungen im Submikrometerbereich (weiße Pfeile) an den Korngrenzen (HAGBs) zu erkennen. Die Ausscheidungen sind außerdem an Fe- und Ni-Gehalt verarmt (schwarze Bereiche in den entsprechenden Elementkarten). Im verformten Bereich (entfernt von der Bruchkante) und im Gewindebereich wurden sie ebenfalls nachgewiesen (Ergebnisse nicht gezeigt). Nach LCF-Belastung wurden die Verarmung an Cr und Mo und die Cr- und Mo-reichen Ausscheidungen nur bei der 600 °C / 1,6 % Probe nachgewiesen (Ergebnisse nicht gezeigt). Diese Ausscheidungen konnten anhand REM-EBSD-Messungen aufgrund ihrer geringen Größe nicht genau identifiziert werden. Auf der Grundlage eines Zeit-Temperatur-Umwandlungs-Diagramms (ZTU) vom konventionellen 316L [23], der Ergebnisse von Sasikala et al. [48] sowie der Ergebnissen der konventionellen Werkstoffvariante (siehe nächsten Absatz) könnte es sich bei diesen Ausscheidungen um Karbide vom Typ  $M_{23}C_6$  handeln. Schließlich wurden den in Abbildung 5-3e gezeigten kleinsten beobachteten Hohlräumen ähnliche Hohlräume an den Korngrenzen nach der Kriechbelastung beobachtet. Im rechten Bild von Abbildung 5-38a ist repräsentativ ein solcher Hohlraum zu erkennen. Generell kann man nicht ausschließen, dass die Ausscheidungen sich zum Teil mit den kleinsten Hohlräumen/Ausscheidungen von Abbildung 5-3e abdecken.

Bei der HR/316L-Variante wurden ebenfalls Ausscheidungen festgestellt. Diese Untersuchung erfolgte aber ausschließlich nach Kriechbelastung. Es wurden EBSD-Messungen (im verformten Bereich inkl. nahe der Bruchkante) und REM-EDX-Messungen (zzgl. Auch im Gewindebereich) durchgeführt. Die Ausscheidungen sind im Allgemeinen größer als bei der PBF-LB/M/316L-Variante und treten offenbar weniger häufig und nicht nur vermehrt entlang der Korngrenzen, sondern auch innerhalb der Körner auf. Mittels EBSD konnten sie als Karbide vom Typ  $M_{23}C_6$  und Sigma-Phase indiziert werden. Sigma-Phase wurde allerdings nur im Bereich der Bruchkante festgestellt. Die EBSD-Ergebnisse zeigen außerdem, dass diese Phasen sich an Stellen finden, wo auch Delta-Ferrit vorhanden ist, was darauf hindeutet, dass sie ein aus dem Delta-Ferrit umgewandeltes Produkt nach dem Kriechversuch sein könnten, was bereits in der Literatur berichtet wurde [48]. Abgesehen von diesen Ausscheidungen wurden an den Korngrenzen und im Gegensatz zur PBF-LB/M/316L-Variante weder Ausscheidungen im Submikrometerbereich noch Hohlräume festgestellt. Lediglich in einzelnen Messungen wurde eine Anreicherung von Mo an den Korngrenzen nachgewiesen (Ergebnisse nicht gezeigt).

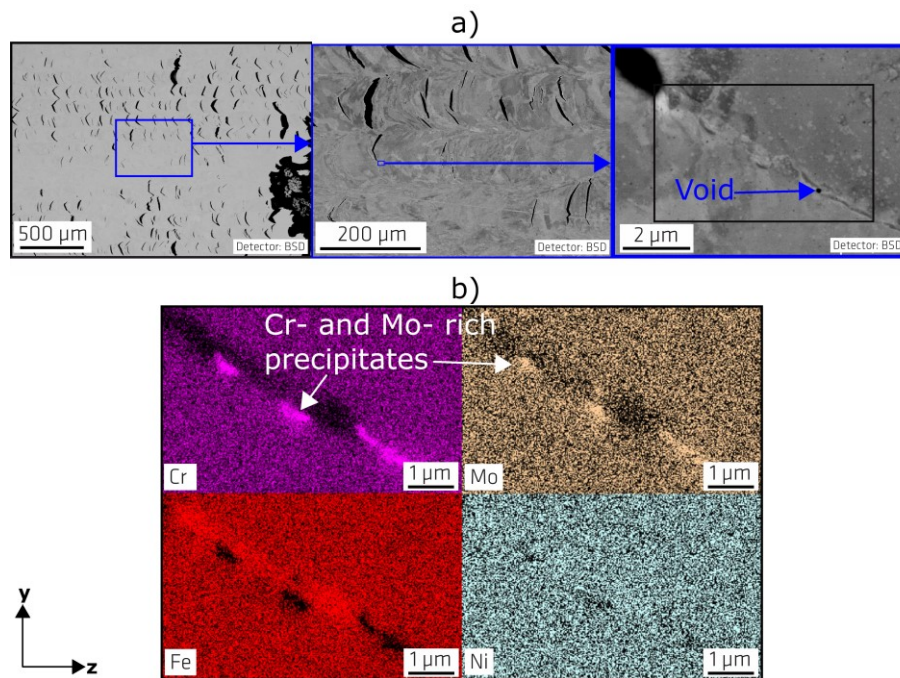


Abbildung 5-38. EDX-Analyse im Bruchbereich einer gebrochenen Kriechprobe des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante. Prüfparameter 600 °C / 225 MPa (gleiche Probe wie in Abbildung 5-32, Abbildung 5-33 und Abbildung 5-34 gezeigt). a) REM-RE-Bilder, die die Lage der analysierten Risspitze innerhalb des untersuchten Bereichs zeigen, b) Elementkarten für vier ausgewählte Elemente. Die Karten wurden von der Stelle erstellt, die im rechten Bild von Abbildung 12a mit einem schwarzen Kasten dargestellt ist. Reproduziert und modifiziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022).

Über die in Bezug auf Abbildung 5-37 und Abbildung 5-38 dargestellten Ergebnisse hinaus zeigen weitere post-mortem Untersuchungen, dass die Mikrosegregationen der gerichteten zellulären Struktur nach den Kriechversuchen vorhanden sind, siehe Abbildung 5-39. Diese sind weiterhin als Protrusionen über der gesamten Oberfläche der gebrochenen Kriechprobe zu sehen und sind nicht unbedingt ein Beweis für das Vorhandensein der Versetzungsstruktur (Abbildung 5-2).

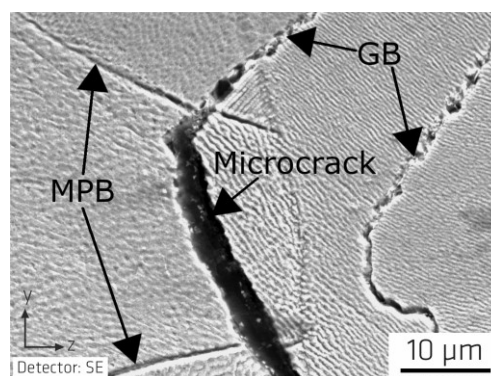


Abbildung 5-39. REM-SE-Bild im geätzten Zustand eines Bereichs in der Nähe eines Mikrorisses des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante. Kriechprobe, Prüfparameter 600 °C / 225 MPa. Die gerichtete Zellstruktur ist zu sehen. Teilweise gerissene Korngrenzen (GB) und Schmelzbadgrenzen (MPB) sind ebenfalls sichtbar. Reproduziert und modifiziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022).

### 5.9.1.2 Untersuchungen aus unterbrochenen Kriechversuchen

Abbildung 5-40 stellt ausgewählte BF-STEM-Aufnahmen der Mikrostruktur des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante (Abbildung 5-40a bis c) und der HR/316L-Variante (Abbildung 5-40d bis f)

nach Unterbrechung des Kriechversuchs (600 °C / 225 MPa) bei minimaler Kriechrate dar. Die entsprechenden Versuchsdauer bis zum Zeitpunkt der Unterbrechung waren 28,6 h (HT450) und 1340 h (HR/316L).

Abbildung 5-40a und b wurden mit ZA [001] aufgenommen und die Bildebene liegt senkrecht zur Längsachse der gerichteten Zellen. Dadurch eignen sie die Bilder zum Vergleich mit Abbildung 5-2b und c. Abbildung 5-40c weist eine [011] ZA auf und die Bildebene liegt parallel zur Längsachse der Versetzungszellen, was den Vergleich mit Abbildung 5-6a ermöglicht.

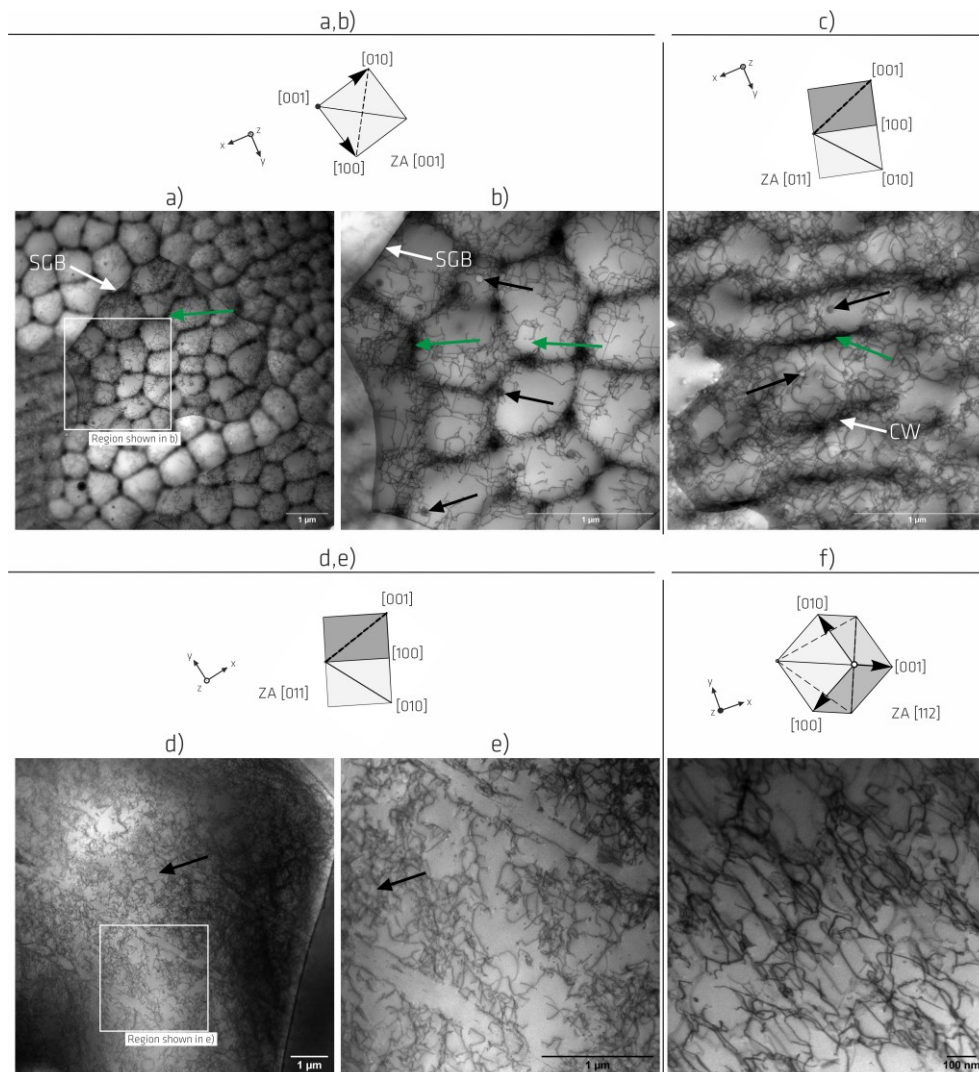


Abbildung 5-40. Ausgewählte BF-STEM-Aufnahmen der Mikrostruktur nach Unterbrechung des Kriechversuchs bei 600 °C / 225 MPa beim Erreichen der minimalen Kriechrate. a), b), c) HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante, d), e), f) HR/316L-Variante. SGB: Subkorngrenzen, schwarze Pfeile ohne Text: Partikel (HT450) bzw. Zellbildung (HR/316L), grüne Pfeile ohne Text: Bereiche der Zellwände (CW) mit höherer Versetzungsdichte.

Der markanteste Unterschied im Vergleich zum unverformten Ausgangszustand (Abbildung 5-2b und c und Abbildung 5-6a) ist die geringere Versetzungsdichte an den Zellwänden. Außerdem sind die Versetzungen an den Zellwänden nicht gleichmäßig verteilt. Es sind lokal Bereiche zu beobachten, die eine höhere Versetzungsdichte aufweisen. Diese Bereiche sind durch einen stärkeren Kontrast zu erkennen und hauptsächlich aber nicht nur an Tripelpunkten zu finden (siehe grüne Pfeile). Bei Abbildung 5-40c (mit ZA [011]) ist zudem zu erkennen, dass diese lokale Änderung der Versetzungsdichte nicht nur quer zur Längsachse der Zellstrukturen auftritt, sondern sich auch in Längsrichtung der gerichteten Zellen ausbreitet. Diese lokal geringere Versetzungsdichte an den Zellwänden wurde nachträglich auch im

Zustand vor der mechanischen Belastung beobachtet; dort aber viel weniger ausgeprägt (siehe Abbildung 5-6a). Ein weiterer Unterschied besteht darin, dass im Zellinneren die Versetzungsdichte qualitativ kleiner erscheint, insgesamt weniger Versetzungsknäulen zu sehen sind und die Versetzungen längere Wege zurücklegen, was daran erkennbar ist, dass die Versetzungslinien in Abbildung 5-40c klarer definiert und länger als in Abbildung 5-6c sind. Die Abnahme der Versetzungsdichte an den Zellwänden und die Auflösung der Versetzungsknäulen bewirken, qualitativ betrachtet, eine insgesamt niedrigere Versetzungsdichte, was an dem starkem Kontrast und heller erscheinendem Zellinneren in Abbildung 5-40a zu erkennen ist.

Die weiteren charakteristischen Merkmale der Mikrostruktur auf dieser Skala sind offenbar unverändert. Der Mittelwert der Zellgröße hat im Vergleich zum Ausgangszustand (Abbildung 5-2) leicht zugenommen:  $701 \pm 518$  nm vs.  $662 \pm 370$  nm. Die Streuung ist aber groß und er bleibt weiterhin unter  $1 \mu\text{m}$ , daher wird die Änderung als nicht signifikativ bewertet. Insgesamt wurden bei der Auswertung 33 Zellen berücksichtigt (Zellen des mittleren Subkorns in Abbildung 5-40a). Die Subkorn Grenzen sind weiterhin als schmale und klar definierte Grenzen zwischen Regionen unterschiedlicher Helligkeiten (unterschiedliche Subkörner) zu erkennen. Die Zellwanddicke liegt weiterhin unter  $100$  nm. Die lokalen Mikroseggregationen von Cr und Mo an den Zellwänden sowie die ausgeschiedenen Nanopartikel (Si- und Mn- Oxide), welche sowohl im Zellinneren als auch an den Zellwänden zu finden sind, sind weiterhin vorhanden. Die lokalen Mikroseggregationen an den Zellwänden sind in diesem Fall aufgrund der lokal niedrigeren Versetzungsdichte besser sichtbar als in Abbildung 5-2c und Abbildung 5-6c.

Abbildung 5-40d bis f zeigen repräsentative Aufnahmen der HR/316L-Variante nach Kriechbelastung. Abbildung 5-40d und e haben  $ZA = [011]$  und sind dadurch mit Abbildung 5-40a und b vergleichbar. Abbildung 5-40f hat  $ZA = [112]$  und ist dadurch mit Abbildung 5-2e und f vergleichbar.

Bei der HR/316L-Variante ist die Versetzungsdichte nach Kriechbeanspruchung insgesamt deutlich höher als im Ausgangszustand, Abbildung 5-2e und f. Im Vergleich zu der derjenigen PBF-LB/M/316L-Variante vor und nach der Kriechbeanspruchung (Abbildung 5-2b und c und Abbildung 5-40a bis c) ist sie insgesamt qualitativ betrachtet ähnlich. Die Versetzungen sind aber homogener verteilt. Dennoch scheinen die Versetzungen (i) dazu zu neigen, sich in Zellen anzuordnen, und (ii) eine gewisse Zeiligkeit mit Bereichen mit weniger Versetzungen zu bilden (siehe schwarze Pfeile in Abbildung 5-40d und e). Außerdem befinden sich die Versetzungen nicht mehr auf Reihen entlang einiger wenigen Gleitebenen lokalisiert und Partialversetzungen sind nicht mehr so deutlich sichtbar wie in Abbildung 5-2e und f.

Schließlich konnten die in Abbildung 5-38 dargestellten Cr- und Mo-reichen Ausscheidungen in dem unterbrochenen Zustand bei der PBF-LB/M/316L-Variante weder im Gewindebereich noch im verformten Bereich schlüssig nachgewiesen werden (Ergebnisse nicht gezeigt). Kleinste Hohlräume (Abbildung 5-3e) konnten in dem unterbrochenen Zustand auch nicht festgestellt werden. Generell kann man aber nicht ausschließen, wie bereits im vorigen Abschnitt erwähnt, dass die in Abbildung 5-38 gezeigten Ausscheidungen sich zum Teil mit den kleinsten Hohlräumen/Ausscheidungen von Abbildung 5-3e abdecken. Bei der HR/316L-Variante konnten mittels EBSD ähnlich wie im gebrochenen Zustand nach Kriechbeanspruchung sowohl im Gewindebereich als auch im verformten Bereich Karbide vom Typ  $M_{23}C_6$  an Stellen indiziert werden, wo auch Delta-Ferrit vorhanden ist. Sigma-Phase wurde nicht festgestellt.

## 5.9.2 PBF-LB/M/316L/HT900-Werkstoffzustand

### 5.9.2.1 Post-Mortem Untersuchungen

Die Entwicklung der Textur anhand von Polfiguren (Abbildung 5-41a), der Korngrößen- (Abbildung 5-41b) und der Missorientierungsverteilung (Abbildung 5-41c) nach Kriechbelastung bei  $600 \text{ °C} / 225 \text{ MPa}$  für den HT900-Zustand wird in Abbildung 5-41 zusammengefasst dargestellt.



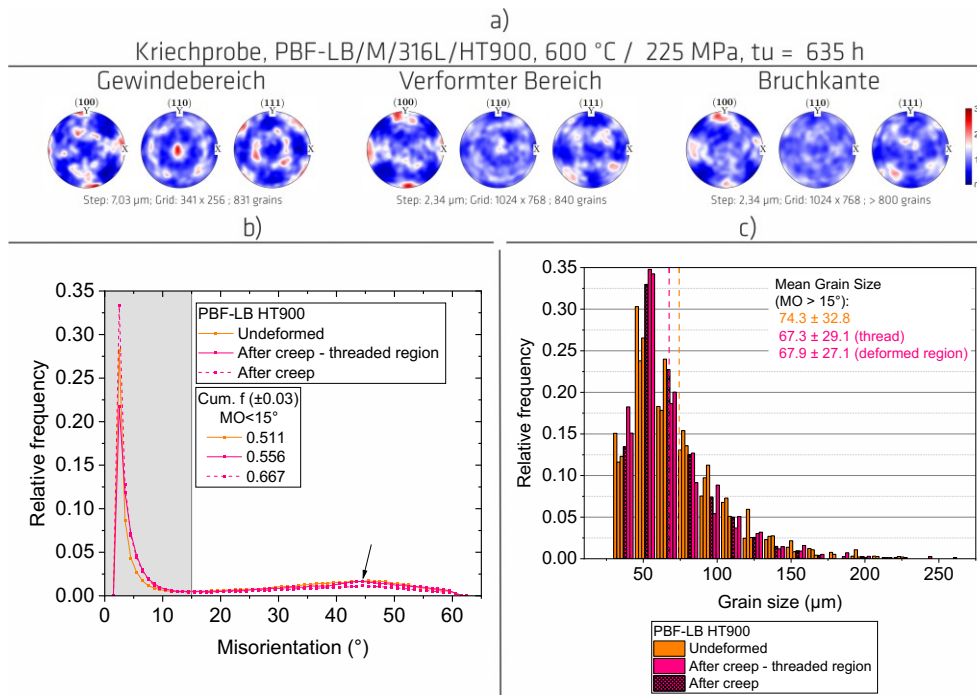


Abbildung 5-41. Entwicklung ausgewählter mikrostruktureller Merkmale des HT900-Zustands nach Kriechbelastung. a) Polfiguren zur Darstellung der Textur (REM-EBSD), b) Missorientierungs- und c) Korngrößenverteilungen (REM-EBSD).

In Abbildung 5-41a (links) ist die Textur im Gewindebereich, in der Mitte im verformten Bereich (ca. 20 mm von der Bruchkante entfernt) und auf der rechten Seite im Bereich der Bruchkante dargestellt. Im Gewindebereich lässt sich keine wesentliche Änderung der Hauptmerkmale der Textur in Bezug auf den Zustand vor der Kriechbelastung feststellen (siehe Abbildung 5-4c). Weiterhin sind die charakteristische  $\{110\}$ -Texturkomponente in der Aufbaurichtung (z-Achse) sowie die  $\{100\}$ -Texturkomponente in den Richtungen der Scanvektoren (x- und y-Achsen) vorhanden. Im Gegensatz dazu ist sowohl im verformten Bereich als auch im Bereich der Bruchkante eine Abnahme der Intensität der  $\{110\}$ -Texturkomponente in der Aufbaurichtung (z-Achse) zu erkennen. Nahe der Bruchkante ist sie sogar fast komplett verschwunden. Die  $\{100\}$ -Texturkomponente in den Richtungen der Scanvektoren (x- und y-Achsen) bleibt im verformten Bereich nahezu unverändert und nimmt nahe der Bruchkante etwa einen Intensitätspunkt ab.

In Abbildung 5-41b werden die Missorientierungsverteilungen und in Abbildung 5-41c die Korngrößenverteilungen dargestellt. Zum Vergleich sind die bereits in Abbildung 5-4d und e gezeigten Daten des Zustands vor mechanischer Belastung gezeigt (in orange). Bei sowohl dem Erscheinungsbild der Missorientierungsverteilung (Abbildung 5-41b) als auch der Verteilung und dem Mittelwert der Korngröße (Abbildung 5-41c) gibt es insgesamt keine signifikante Änderung. Bei der Missorientierungsverteilung liegt das Maximum nach wie vor in der Klasse 2° bis 3° und ein zweites lokales Maximum mit etwa 1,5 % Häufigkeit befindet sich um die 45° MO (schwarzer Pfeil). Weiterhin liegen etwa 50 % der Missorientierungswinkel unter 15°.

Über die Ergebnisse in Abbildung 5-41 hinaus und wie in dem Fall der Probe des HT450-Zustands wurden in allen untersuchten Bereichen (Gewindebereich, verformter Bereich, Bruchkante) Cr- und Mo-reichen Ausscheidungen im Submikrometerbereich nachgewiesen (Ergebnisse nicht gezeigt).

### 5.9.2.2 Untersuchungen aus unterbrochenen Versuchen

Abbildung 5-42 stellt ausgewählte BF-STEM-Aufnahmen der Mikrostruktur nach Unterbrechung des Kriechversuchs bei der minimalen Kriechrate dar. Die Versuchsdauer war 23,3 h. Alle Abbildungen haben  $ZA = [011]$  und die Bildebene liegt diagonal zur Längsachse der ursprünglichen gerichteten Zellen, was den Vergleich mit Abbildung 5-6c ermöglicht.

In diesem Fall ist kein sehr ausgeprägter Unterschied im Vergleich zum Zustand vor der mechanischen Beanspruchung (Abbildung 5-6b und c) zu erkennen. Die Zellwände (CW), wenn erkennbar (siehe schwarze Pfeile), sind weiterhin im Vergleich zum HT450-Zustand (Abbildung 5-2b und c, und Abbildung 5-6a) insgesamt weniger ausgeprägt schmal weniger diffus und weniger kontinuierlich und bestehen offenbar nicht mehr aus Versetzungsknäulen, sondern aus eher irregulären Versetzungsnetzwerken. Die Subkorn Grenzen (SGBs) sind weiterhin als eher schmal und klar definierte Grenzen und einzelne Subkörner durch Helligkeitsunterschiede zu erkennen. In Abbildung 5-42c sind sie (SGB) als reguläre Anordnungen Versetzungen gleicher Art zu erkennen. Die lokalen Mikrosegregationen von Cr und Mo an den Zellwänden sind nicht vorhanden. Partikel (siehe Pfeile ohne Text), weiterhin Si- und Mn- Oxide (mit EDX punktuellen Messungen bestätigt), sind weiterhin offenbar häufiger und auch an Zellwänden zu finden. Ferner ist eine Wechselwirkung der Versetzungen mit den Partikeln an mehreren Stellen festzustellen.

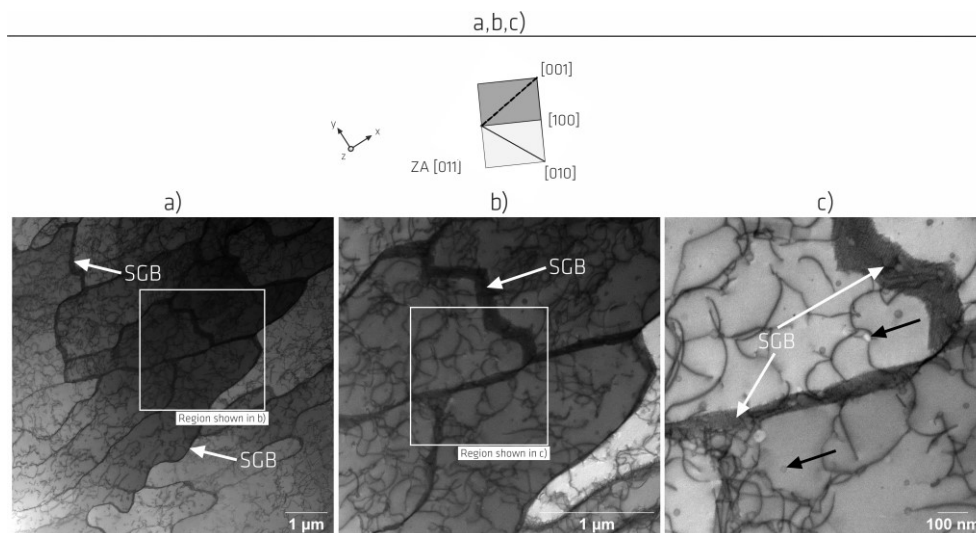


Abbildung 5-42. Ausgewählte BF-STEM-Aufnahmen der Mikrostruktur nach Unterbrechung des Kriechversuchs bei  $600\text{ °C} / 225\text{ MPa}$  beim Erreichen der minimalen Kriechrate bei dem HT900-Zustand. SGB: Subkorn Grenzen, Pfeile ohne Text: Partikel.

Die in Abbildung 5-4f (Zustand vor Kriechbeanspruchung) dargestellten Cr- und Mo-reichen Ausscheidungen konnten in dem unterbrochenen Zustand nur im Gewindebereich nachgewiesen werden (Ergebnisse nicht gezeigt). Da sie aber sowohl im Gewindebereich als auch im Zustand vor der Kriechbeanspruchung vorhanden sind, ist ihr Vorhandensein im verformten Bereich nicht auszuschließen. Schließlich ist hervorzuheben, dass das Aussehen der Cr- und Mo-reichen Ausscheidungen in beiden untersuchten PBF-LB/M/316L-Zuständen sowohl vor als auch nach Kriechbelastung unterschiedlich ist (vgl. Abbildung 5-3d, Abbildung 5-38 mit Abbildung 5-4f). An dem HT900-Zustand treten sie eher isoliert und, obwohl dennoch an Korngrenzen, nicht tendenziell nebeneinander entlang dieser auf.

## 6 Diskussion

In diesem Kapitel werden die im Kapitel 5 präsentierten Ergebnisse diskutiert. Abschnitt 6.1 befasst sich mit der Homogenitätsprüfung der PBF-LB/M/316L-Rohlinge. Abschnitt 6.2 enthält eine allgemeine Diskussion der Ergebnisse der Ausgangsmikrostruktur und des mechanischen Verhaltens. Letzteres mit Fokus auf die ermittelten Kennwerte und den Vergleich mit der aktuellen Literatur, ohne in Detail auf die Schädigungs- und Verformungsmechanismen einzugehen, welche im Abschnitt 6.3 für die LCF- und Kriechversuche diskutiert werden. Schließlich wird im Abschnitt 6.4 der Einfluss der HT900-Wärmebehandlung auf die Mikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften des zuvor bei 450°C wärmebehandelten Zustands mit Fokus auf das Kriechverhalten behandelt.

### 6.1 Homogenitätsprüfung der PBF-LB/M/316L/HT450-Rohlinge

Dieser Abschnitt befasst sich mit der Homogenitätsprüfung der aufgebauten Rohlinge im HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante innerhalb der durchgeführten Baujobs.

Der Begriff Homogenität bezieht sich auf die erreichte Prozessqualität in Bezug auf die Reproduzierbarkeit der Mikrostruktur und die Eigenschaften (i) entlang der Bauhöhe, (ii) zwischen einzelnen Positionen auf einer Bauplatte und (iii) sowie zwischen Baujobs (siehe Abbildung 4-1). Änderungen in der Mikrostruktur und den mechanischen Eigenschaften sind in diesen drei Fällen bekanntlich nicht auszuschließen [189, 225, 234].

Während in dieser Arbeit die lokale Variation der Eigenschaften über die Bauhöhe (i) so gut wie möglich durch die Herstellung von nicht-endkonturnahen Rohlingen mit gleicher Geometrie (Turm bzw. Wand) berücksichtigt wurde (siehe Abschnitt 4.1) und für die PBF-LB/M/316L-Variante anhand Härteuntersuchungen nachgewiesen wurde (siehe Abschnitt 5.2), kann andererseits eine Variation aufgrund unterschiedlicher Positionen innerhalb einer Bauplatte (ii) und unterschiedlicher Baujobs (iii) weniger gut ausgeschlossen werden. Eine weitere Analyse zur Homogenitätsprüfung ist deshalb erforderlich. Es wird davon ausgegangen, dass die Homogenität über die Höhe nach der HT900-Wärmebehandlung erhalten bleibt.

Die weitere Analyse erfolgt durch die Auswertung einer ausgewählten Anzahl von Ergebnissen, welche die Abdeckung dieser zwei Fälle durch die Lage der ursprünglichen Rohlinge, aus denen Probekörper bzw. metallographische Probenstücke hergestellt wurden, sicherstellt. Dabei werden Härtemessungen (siehe Abschnitt 5.2) und Untersuchungen der Mikrostruktur (siehe Abschnitt 5.1), sowie Ergebnisse aus Zugversuchen (siehe Abschnitt 5.3) und Wiederholungsversuchen (Zug-, LCF-, und Kriechversuche; siehe Abschnitte 5.3, 5.5 und 5.6) in Betracht gezogen. Ein ähnlicher Ansatz zur Homogenitätsprüfung wurde bereits bei anderem Material und AM-Fertigungsprozess (Ti-6Al-4V, DED-L) im Rahmen des Forschungsprojekts, in dem diese Arbeit stattfand, verwendet, siehe [101].

Tabelle 6-1 stellt die zuvor erwähnten Ergebnisse in Verbindung mit der Lage der ursprünglichen Rohlinge (Position / Baujob, siehe Abbildung 4-1) zusammen, aus denen die entsprechenden Probekörper stammen. Aus Platzgründen werden in der Tabelle nur Ergebnisse aus Türmen gezeigt. Dennoch gelten die Ergebnisse auch für Wände. Es wird zwischen nachgewiesener und angenommener Homogenität unterschieden (siehe Fußnote in Tabelle 6-1). Die nachgewiesene Homogenität bezieht sich auf Fälle, bei denen Versuche gleicher Art vorhanden sind. Die angenommene Homogenität basiert einerseits auf dem bekannten Zusammenhang der mechanischen Eigenschaften einschließlich der Härte mit dem Gefüge, auch für PBF-LB/M/316L [59], und andererseits auf der bekannten positiven Korrelation zwischen Härte und Festigkeit, welche bereits für mehrere Legierungen einschließlich Stähle berichtet wurde [235-239]. Diese tabellarische Darstellung stellt den Nachweis der Homogenitätsprüfung hinsichtlich einzelner Positionen auf einer Bauplatte (ii) sowie zwischen Baujobs (iii) für die HT450- und HT900-Zustände dar. Das Ergebnis deutet darauf hin, dass die verwendete Fertigungsstrategie dafür



wird im Abschnitt 6.2.3 das Kriechverhalten behandelt. Die Diskussion des mechanischen Verhaltens ist auf die ermittelten Kennwerte und den Vergleich mit aktuellen Literaturdaten fokussiert, ohne in Detail auf die Schädigungs- und Verformungsmechanismen (Abschnitt 6.3) zu gehen. Bei dem Zugversuchsverhalten, welches nicht im Fokus dieser Arbeit liegt, wird im Abschnitt 6.2.1 kurz auf die Verfestigungs- und Verformungsmechanismen eingegangen. Für das LCF- und Kriechverhalten werden diese im Abschnitt 6.3 ausführlicher behandelt.

Vorab eine allgemeine Bemerkung: Es ist bekannt, dass erhöhte Temperaturen die Zellstruktur destabilisieren und auflösen können (siehe Abschnitt 2.4.1), wodurch sich die mechanischen Eigenschaften (Zug, LCF, Kriechen) ändern können. Dieses Phänomen kann sowohl während einer Wärmebehandlung als auch während der Aufheizphase vor Beginn der Versuchsdurchführung bei erhöhten Temperaturen auftreten. In dieser Arbeit hat die HT450-Wärmebehandlung (450 °C / 4 h) auf allen Längenskalen der Mikrostruktur des Werkstoffzustands des As-Built-Zustands keine wesentlichen Änderungen verursacht. Die Zellstruktur ist stabil geblieben. Die mechanischen Versuche bei erhöhter Temperatur wurden bei 400 °C, 600 °C und 650 °C durchgeführt. Bei den Zug- und Kriechversuchen dauerte das Aufheizen etwa 2,5 Stunden und die Proben wurden vor der Versuchsdurchführung etwa 1,5 Stunden bei Prüftemperatur gehalten. Bei den LCF-Versuchen dauerte es 5 min bis 10 min und die Haltezeit betrug etwa 20 min. Aus der Literaturübersicht (siehe Abschnitt 2.4) ist bekannt, dass die Zellstruktur bei Wärmebehandlungstemperaturen um die 800 °C an Stabilität verliert und dass für eine vollständige Auflösung der Zellstruktur entweder höhere Temperaturen oder längere Zeit als beispielsweise 1 h bei 800 °C erforderlich sind. Es ist daher vernünftig anzunehmen, dass die Zellstruktur zu Beginn nicht nur der Warmzugversuche, sondern auch der LCF- und Kriechversuche vorhanden bleibt und dass sie bei den geprüften Temperaturen immer noch eine Rolle bei der Verfestigung der Legierung spielt.

### 6.2.1 Mikrostruktur, Härte und Zugversuchsverhalten

In Übereinstimmung mit der Literatur (siehe Abschnitt 2.2 und Abbildung 2-1) unterscheidet sich die Mikrostruktur der untersuchten PBF-LB/M/316L-Variante erheblich von derjenigen der (konventionell hergestellten) HR/316L-Variante. Die PBF-LB/M/316L-Mikrostruktur ist komplex und hierarchisch aufgebaut und ihre charakteristischen Merkmale erstrecken sich über mehrere Längenskalen. Die in dieser Studie beobachtete hierarchische Mikrostruktur (Korn-, Subkorn- und Zellenlängenskalen von grob etwa 100 µm, 10 µm bzw. 1 µm) und die damit verbundenen Merkmale (siehe Abschnitt 5.1) stimmen mit der Literatur überein (siehe Abschnitt 2.2). Die für den Herstellungsprozess typische(n) Kornmorphologie, Groß- und Kleinwinkelkorngrenzen, Schmelzbadgrenzen, kristallografische Textur, Ausscheidungen im Submikrometer-/Nanomaßstab und Zellstruktur sind vorhanden.

Die Kornmorphologie korreliert mit der Scan-Strategie (vgl. Abbildung 4-1, Abbildung 5-1). Die Orientierung der Korngrenzen in Bezug auf die Aufbaurichtung variiert mit dem durch die Lage der Schmelzbadgrenzen (MPB) bedingten regelmäßigen Abstand. Die Lage der MPBs hängt wiederum mit den Verläufen der Scanvektoren und somit mit der Scanstrategie zusammen. Tatsächlich fällt der unterste Bereich der Schmelzbadgrenzen mit der Lage des Laserscans zusammen, wie in [16] grafisch hervorgehoben wird (siehe Abbildung 2-1b). Insgesamt wurde eine morphologische Periodizität mit einer charakteristischen Länge von etwa der Größe des Schraffurabstandes  $h$  ( $= 120 \mu\text{m}$ ) in den in der Ebene senkrecht zur Aufbaurichtung liegenden Richtungen erreicht. Diese Periodizität ist auch in den Schnittebenen parallel zur Baurichtung am Auftreten von parallelen Säulen aus gestapelten Körnern (kolumnaren Bereichen) und den dazwischen liegenden interkolumnaren Bereichen zu erkennen, die eher länglichen Körner bzw. Kornbereiche enthalten. In Übereinstimmung mit der Literatur [78] sind in dieser Studie kleine Missorientierungen bevorzugt in diesen interkolumnaren Bereichen zu finden (siehe Abbildung 5-3d), welche wiederum mit den mittleren Bereichen der ursprünglichen Schmelzbadgrenzen zusammenfallen. Die erhaltene kristallografische Textur, die durch eine  $\{011\}$ -Texturkomponente in der Aufbaurichtung und  $\{001\}$ -Texturkomponenten in Richtung der Scan-Vektoren gekennzeichnet ist, wurde in Literatur bisher oft für eine 90°-Laserscan-Rotationsstrategie berichtet [87]. Die Zellstruktur

mit ihrer charakteristischen hohen Versetzungsdichte und der Mikrosegregation von Cr und Mo an den Zellwänden ist typisch für kfz AM-Metalle [56, 62, 135, 152, 240]. Die in dem untersuchten Material beobachtete Zellgröße (Abbildung 5-2) und das nahezu versetzungsfreie Zellinnere stimmen gut mit den in der Literatur angegebenen Werten überein [32, 56, 135, 178]. Bei den Nanopartikeln handelt es sich wahrscheinlich um metastabile amorphe  $\text{MnSiO}_3$  Rhodonite-artige Nanopartikel [56, 70, 77-79]. Die Porosität liegt deutlich unter 0,01 %. Diese geringe Porosität ermöglicht die Isolierung und ein besseres Verständnis der Auswirkungen anderer typischer Aspekte der Mikrostruktur auf die mechanische Eigenschaften.

Insgesamt können zweidimensionale Aufnahmen und darin enthaltene einzelne Regionen eines Korns aufgrund der unkonventionellen Kornmorphologie der Körner je nach Schnittlage sehr unterschiedlich aussehen. Diese Komplexität der Kornmorphologie, welche wiederum mit der Auswahl des kritischen Missorientierungswertes zusammenhängt, verursacht einerseits bei den (2D) Korngrößenanalysen oft hohe Streuungen bei Korngrößenangaben [14, 56, 159, 163, 241], wie es bei den Ergebnissen dieser Arbeit auch der Fall ist, und andererseits unterschiedliche Ansätze zur Beschreibung der Kornmorphologie. Nicht selten wird z. B. von bimodalen Kornstrukturen gesprochen [163, 242-244]. Eine vollständige Beschreibung der Kornmorphologie würde eine 3D Analyse/Charakterisierung erfordern. Diese Herausforderung bei der Charakterisierung von AM-Mikrostrukturen wurde von der AM-Community bereits erkannt und es werden bereits Anstrengungen zur Standardisierung, z. B. der Korngrößenbeschreibung, unternommen [245].

Der ermittelte Härtewert von  $205 \pm 9$  HV1 für die PBF-LB/M/316L-Variante (siehe Abbildung 5-8) fällt in dem unteren Bereich der bis dato in der Literatur berichteten Werte (siehe Abschnitt 2.3.1) ohne Differenzierung der Scan-Strategie. Die bei Raumtemperatur ermittelten Festigkeits- und Verformungskennwerte stimmen auch gut mit den bislang berichteten Werten in Literatur überein (siehe Abschnitt 2.3.1). Die Mittelwerte der 0,2 % Dehngrenze und Zugfestigkeit des As-Built-Zustands (505 MPa bzw. 618 MPa) und des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante (500 MPa bzw. 620 MPa) befinden sich eher in dem unteren Bereich und die Bruchdehnung (70 % bzw. 62 %) eher in dem oberen Bereich der bislang berichteten Werte. Auch in Übereinstimmung mit der Literatur [103, 129, 141] ist das Spannungs-Dehnungs-Verhalten der As-Built- und HT450-Zustände nach dem Fließen nahezu ideal plastisch und die 0,2 % Dehngrenze etwa doppelt so groß wie bei der HR/316L-Variante.

Die Abhängigkeit der Kennwerte aus den Zugversuchen mit steigender Prüftemperatur passt ebenfalls zu den bis dato vorhandenen Literatur-Erkenntnissen (siehe Abschnitt 2.3.1 und Abbildung 5-10a). Der Trend bei der 0,2 % Dehngrenze ist ähnlich zu den Ergebnissen in [32, 79] und der bei Raumtemperatur bestehende Unterschied zu den Literaturwerten bleibt über den gesamten Temperaturbereich annähernd konstant. Der Trend bei der Zugfestigkeit ist ab 200 °C ebenfalls vergleichbar zum Trend in [32, 79], was mit ähnlichen Verfestigungsquotienten (siehe Abbildung 5-9) bei den höheren Prüftemperaturen zusammenhängt. Dies gilt auch für die Bruchdehnung (Kreise in Abbildung 5-10); vor allem im Vergleich zu Dryepondt et al. [32] bis 600 °C. Ansonsten stimmen die Verformungskennwerte generell weniger gut mit der Literatur überein als die Festigkeitskennwerte. Dies könnte zum einen aus der bekannten Abhängigkeit der mechanischen Eigenschaften von den Prozessparametern und der Mikrostruktur (siehe Abschnitt 2.3.1) resultieren, zum anderen aus der Tatsache, dass in der Literatur nicht immer klar ist, um welchen Kennwert es sich genau handelt (z. B. Bruchdehnung vs. gesamte Extensometer-Dehnung beim Bruch).

Das gezackte Fließen wurde in der Literatur für diesen Werkstoff ebenfalls bei 600 °C [32, 140] und 500 °C [79] beobachtet und bei Letzterem auf dynamische Reckalterung (DSA) zurückgeführt. Wenn es durch DSA verursacht wird, wird das gezackte Verhalten als Portevin-LeChatelier-Effekt bezeichnet. Das DSA-Phänomen, oder dynamische Reckalterung, ist ein allgemeines Phänomen in Metallen und

wird in mehreren Quellen beschrieben. Es diffundieren die gelösten Atome, wie Kohlenstoff und Stickstoff, schneller als die Versetzungen und bilden Wolken von Zwischengitteratomen, die sie einschließen. Daher nimmt die für die Bewegung von Versetzungen notwendige Belastung zu. Wenn die Versetzungen von den gelösten Atomen losgerissen werden, sinkt die Belastung. Dieser Prozess wiederholt sich ständig, wodurch die Zacken entstehen. Stickstoff spielt bei diesem Phänomen eine wichtigere Rolle als Kohlenstoff, da er eine höhere Löslichkeit und einen höheren Diffusionskoeffizienten aufweist [246].

Der Zusammenhang zwischen der charakteristischen Mikrostruktur, die aus dem PBF-LB/M-Fertigungsprozess resultiert, und den Zugversuchseigenschaften bei Raumtemperatur (deutlich höhere Dehngrenze im Vergleich zur konventionell hergestellten 316L-Variante und hohe Verformungskennwerte bei Abwesenheit hoher Porosität bei Raumtemperatur) ist bekannt (siehe Abschnitt 2.3.1) [56, 135]. Außerdem ist bekannt, dass die beobachtete Festigkeit von PBF-LB/M/316L eine Kombination aus mehreren Verfestigungsmechanismen ist, wobei die Zellstruktur und die damit verbundenen Versetzungen eine entscheidende Rolle spielen [56, 65, 135]. Details dazu wurden im Abschnitt 2.3.1 zusammengefasst. In der in dieser Arbeit untersuchten PBF-LB/M/316L-Variante, spielt über die im Abschnitt 2.3.1 erwähnten zur Verfestigung beitragenden mikrostrukturellen Merkmale hinaus die Textur ebenfalls eine Rolle. In einer verwandten Publikation [190] wurde nämlich nachgewiesen, dass diese die Richtungsabhängigkeit des Zugversuchsverhaltens inkl. dem Verfestigungsverhalten beeinflusst. Schließlich wird die von Chen et al. [68] hervorgehobene Rolle des Stickstoffs als möglicher Faktor für die Verfestigung als vernachlässigbar angesehen, da der Unterschied im Stickstoffgehalt um eine Größenordnung geringer ist als der dort genannte Unterschied (0,032 % in der vorliegenden Arbeit vs. 1,2 % in der Studie von Chen et al.).

Hinsichtlich der Warmzugversuchseigenschaften wird, wie bereits erwähnt, davon ausgegangen, dass die Zellstruktur zu Beginn der Warmzugversuche erhalten bleibt und weiterhin eine Rolle bei der Verfestigung der Legierung spielt. Es wird daher angenommen, dass die Abnahme der 0,2 % Dehngrenze und die immer noch höhere 0,2 % Dehngrenze im Vergleich zur HR/316L-Variante bei jeder Prüftemperatur zumindest teilweise auf –angenommen kleine– Veränderungen in der Zellstruktur zurückzuführen sind. Tatsächlich ist die prozentuale Abnahme der 0,2 % Dehngrenze (Raumtemperatur vs. erhöhte Temperatur) bei der HR/316L-Variante (ohne Zellstruktur) im Durchschnitt 1,5x höher als bei der PBF-LB/M/316L-Variante (siehe Tabelle D1 im Anhang D). Ein weiterer Faktor könnte der Rückgang der für die Versetzungsbewegung benötigten Energie mit dem Anstieg der Temperatur und die damit verbundene Abschwächung des Pinning-Effekts zwischen Versetzungen innerhalb der Zellwände sein, wie in [85] hervorgehoben wird. Bei den Verformungskennwerten könnte die Ursache der temperaturabhängigen Abnahme (i) eine Reduzierung der Zwillings-Aktivität sowie (ii) eine Temperatur-Abhängigkeit der Entwicklung der Textur, wie von Dryepondt et al. [32] berichtet, sein (siehe Abschnitt 2.3.1), und die unterschiedliche Tendenz von 600 °C auf 650 °C könnte mit der geringeren Ausprägung des DSA-Effekts bei 650 °C (siehe Abbildung 5-9a) zusammenhängen.

An dieser Stelle lässt sich generell behaupten, dass die höhere Dehngrenze (sowohl bei Raum- als auch bei Hochtemperatur) erlaubt, höhere Lasten aufzubringen, ohne das Material plastisch zu verformen, was für die LCF und das Kriechverhalten von Vorteil sein kann.

### 6.2.2 Low-Cycle-Fatigue

Wie anhand Abbildung 5-13 gezeigt, weist die PBF-LB/M/316L-Variante bei den kleinsten Dehnungsschwingbreiten kürzere Lebensdauer als die HR/316L-Variante auf. Bei Raumtemperatur ist das vermutlich auf die vermehrte Erscheinung von Gleitbändern und damit verbundene mehrfache Rissinitiierung und bei 600 °C auf die interkristalline und vermutlich durch Oxidationsprozesse unterstützte Rissbildung (siehe Abbildung 5-30b) zurückzuführen.

Abbildung 6-1 zeigt die Ergebnisse der LCF-Lebensdauer aus dieser Arbeit im Vergleich zu ausgewählten neusten Literaturergebnissen bis dato bei Raumtemperatur [14] und 550 °C [16]. Die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit stimmen gut mit den in Abbildung 6-1 gezeigten Werten aus der Literatur überein, welche bei Raumtemperatur (Daten aus [14]) wiederum mit weiteren (nicht gezeigten) Literaturergebnissen übereinstimmen [104, 160, 162, 247]. Bei Raumtemperatur sind die Lebensdauer (schwarze Quadrate) tendenziell geringfügig länger als die von Pelegatti et al. (lila Quadrate) [14] und bei 600 °C (schwarze Sterne) sind sie (für Dehnungsschwingbreiten < 1,2 %) etwas kürzer als die von Chen et al. (zyanfarbige Sterne) [16], welche bei 550 °C bestimmt wurden. Das anhand der Wechselverformungskurven beobachtete zyklische Wechselverformungsverhalten (siehe Abbildung 5-15) stimmt sowohl bei der PBF-LB/M/316L-Variante als auch bei der HR/316L-Variante gut mit den Ergebnissen von Pelegatti et al. (Raumtemperatur) [14] und Chen et al. (550 °C) [16] überein. Es gibt aber einen Unterschied von etwa 50 MPa in den zyklischen Spannungen, welche bei den zitierten Studien größer sind. Dieser Unterschied ist von Beginn an vorhanden, setzt sich (bei Raum- und Hochtemperatur) über die gesamte Lebensdauer fort und lässt sich ebenfalls anhand der unterschiedlichen Ermüdungskennwerte (cf. [14, 16, 45], Tabelle E2 im Anhang E) und bei Raumtemperatur auch beim Vergleichen der monotonischen und ZSD-Kurven [14, 45] erkennen. Da dieser Unterschied aber bei beiden Werkstoffvarianten (HT450 und HR/316L) besteht, sind die niedrigeren zyklischen Spannungen in dieser Arbeit vermutlich vorwiegend auf Unterschiede in den Versuchsparametern zurückzuführen: bei Raumtemperatur (cf. [14, 45]) vermutlich die niedrigere Dehnrate in der vorliegenden Arbeit und bei Hochtemperatur die zu erwartende höhere Dehngrenze bei 550 °C in [16].

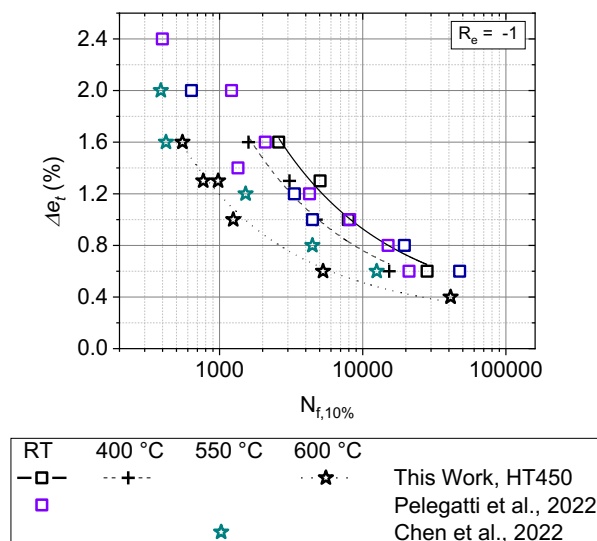


Abbildung 6-1. Vergleich der LCF-Lebensdauer,  $N_{f,10\%}$ , des PBF-LB/HT450-Werkstoffzustandes mit Literaturwerten.

Schließlich ist eine vergleichende Diskussion der Dehnungs-Wöhler-Diagramme anhand der Übergangslbensdauer ( $N_T$ -Werte der C-M-B-Auswertung in Abbildung 5-17a und b) mit Daten aus der Literatur interessant. Denn generell sind die  $N_T$ -Werte der PBF-LB/M/316L-Variante größer als die in der Literatur [14, 16] berichteten Werte (ca. 2x so groß bei Raum- und mehr als 3x so groß bei Hochtemperatur). Das heißt, bei der in der vorliegenden Arbeit untersuchten PBF-LB/M/316L-Variante bestimmt die plastische Komponente der Verformung die Lebensdauer über einen größeren Bereich, als bei den in der Literatur untersuchten Werkstoffen. Der Grund dafür könnte die in den zitierten Studien höheren Dehngrenzen bei monotoner Belastung und die zyklischen Spannungen sein. Außerdem könnte die zyklische Dehngrenze von Bedeutung sein, welche bei Pelegatti et al. [14] größer als in der vorliegenden Studie ist. Bei einer niedrigeren Dehngrenze (diese Studie) erfährt das Material mehr plastische Verformung bei der selben Dehnungsamplitude. Daher scheint es sinnvoll zu



argumentieren, dass der plastische Anteil der Dehnungsamplitude, welcher in dieser Studie aufgrund der geringeren Dehngrenze größer als bei den zitierten Studien ist, eine wichtigere Rolle bei der Lebensdauer spielt, wie die  $N_T$ -Werte andeuten. Die höheren Dehngrenzen bei den zitierten Studien könnten auf (i) eine kleinere Schichtdicke (30  $\mu\text{m}$  [16] bzw. 25  $\mu\text{m}$  [14] vs. 50  $\mu\text{m}$  in der vorliegenden Studie), (ii) die senkrecht zur Aufbaurichtung liegende Belastungsrichtung bei Chen et al. [16] und (iii) die von Pelegatti et al. [14] verwendete „Island“ Scan-Strategie zurückzuführen sein, welche beispielsweise auch bei PBF-LB/M/316L in [65] eine höhere Dehngrenze als in der vorliegenden Studie liefert. Eine höhere 0,2 % Dehngrenze bei kleinerer Schichtdicke (Ergebnisse nicht gezeigt) und horizontalen Proben (siehe [190]) wurde für das untersuchte Material im Rahmen des Projekts AGILS nachgewiesen.

### 6.2.3 Kriechen

Die Bruchzeiten aus Abbildung 5-20 werden in Abbildung 6-2 mit denen verschiedener Autoren für die PBF-LB/M/316L-Variante und die HR/316L-Variante verglichen. Die Warmdehngrenzen (siehe Abbildung 5-10a und Tabelle F1 im Anhang F) sind als horizontale Linien dargestellt. Aufgrund der höheren Warmdehngrenzen der PBF-LB/M/316L-Variante im Vergleich zur HR/316L-Variante wird deutlich, dass die HR/316L-Variante in den Kriechversuchen oberhalb und die PBF-LB/M/316L-Variante unterhalb ihrer jeweiligen Warmdehngrenze belastet wurden (siehe horizontale Linien in Abbildung 6-2; schwarz: HT450 und blau: HR/16L). Die Anwendung von Prüfspannungen oberhalb der Warmdehngrenze (HR/316L) ist aus praktischer Sicht fragwürdig, da kriechkritische Bauteile in der Regel möglichst wenig plastisch verformt werden sollten. Die gewählten Prüfspannungen sind jedoch in der Literatur gebräuchlich, führen zu vernünftigen Bruchzeiten und ermöglichen einen Vergleich mit den verfügbaren Literaturdaten zur Kriechlebensdauer.

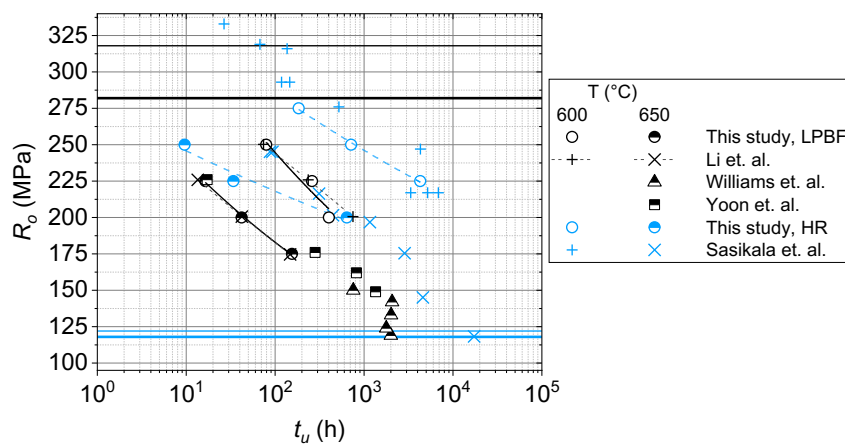


Abbildung 6-2. Bruchzeiten (Kriechversuche) im Vergleich zu Literaturdaten. Reproduziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022).

Bezüglich der Bruchzeiten stimmen die Ergebnisse der HR/316L-Variante sehr gut mit den Ergebnissen von konventionell hergestelltem 316LN mit 0,086 % N von Sasikala et al. [48] überein (blaue Kreuze und x), wenn man den leicht unterschiedlichen Stickstoffgehalt berücksichtigt. An dieser Stelle sei noch einmal erwähnt, dass für konventionell hergestellten nichtrostenden Stahl 316L berichtet wurde, dass die Kohlenstoff- und Stickstoffgehalte das LCF- und Kriechverhalten beeinflussen, siehe Abschnitte 2.3.2 und 2.3.3. Bei der PBF-LB/M/316L-Variante stimmen ebenfalls sehr gut die Bruchzeiten der vorliegenden Studie mit den vorhandenen Literaturwerten überein, insbesondere mit den von Li et al. [178] berichteten Bruchzeiten (gestrichelte Linien, schwarze Kreuze, schwarze Pluszeichen). Außerdem scheinen die Daten der vorliegenden Studie der Tendenz der Bruchzeiten der bei niedrigeren Prüfspannungen untersuchten vertikalen Proben aus der Studie von Williams et al. [119] (schwarze halbgefüllte Dreiecke) und Yoon et al. [179] (schwarze halbgefüllte Quadrate) zu folgen, trotz z. B. der unterschiedlichen Spannungszustände in den gekerbten Prüfkörpern aus der Studie von Williams et al. [119].

Die kürzeren Bruchzeiten und die kürzere Dauer der einzelnen Kriechphasen, insbesondere von der primären Kriechphase, können einen Nachteil der PBF-LB/M/316L-Variante gegenüber der HR/316L-Variante darstellen. Die kürzere Dauer der einzelnen Kriechphasen und die geringere Kriechduktilität sind auf unterschiedliche Kriechmechanismen zurückzuführen. Im Abschnitt 6.3 werden die Verformungs- und Schädigungsmechanismen diskutiert.

Die minimale Kriechrate,  $\dot{\epsilon}_s$ , ist ein wichtiger Auslegungsparameter. Informationen wie die Spannung, die eine bestimmte minimale Kriechrate erzeugt, werden in der Regel aus Versuchsdaten ermittelt. Daher wird im Folgenden die Abhängigkeit der minimalen Kriechrate von der Prüfspannung analysiert. Die Kriechrate hängt von der Prüfspannung und der Prüftemperatur ab. Es ist bekannt, dass im mittleren Spannungsbereich (wie hier untersucht) die Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechrate einem Potenzgesetz, Gleichung 6-1, mit angemessener Genauigkeit folgt [246].

$$\dot{\epsilon}_s(\sigma) = C \cdot (R)^n \quad 6-1$$

Aus Gleichung 6-1 kann in einer logarithmischen Darstellung der minimalen Kriechrate in Abhängigkeit von der Prüfspannung für eine konstante Prüftemperatur ein linearer Zusammenhang angepasst werden, Gleichung 6-2.

$$\log \dot{\epsilon}_s = \log A + n \log R \quad 6-2$$

Die Steigung dieser Geraden stellt den Spannungsexponenten,  $n$ , dar und definiert die Abhängigkeit der minimalen Kriechrate von der Prüfspannung bei einer bestimmten Prüftemperatur. Die Werte für  $n$  werden hier zwar für den Literaturvergleich ermittelt, aber nicht weiter im Hinblick auf die Kriechmechanismen interpretiert. Eine ausführliche Diskussion über den Kriechverformungsmechanismus erfolgt im Abschnitt 6.3.1.2.

Die Spannungsexponenten, die unter Verwendung der Prüfspannung  $R_o$  anstelle der tatsächlich auftretende Prüfspannung  $R$  in Gleichungen 6-1 und 6-2,  $n_o$ , berechnet wurden, sind in Abbildung 6-3 dargestellt. Die Berechnung mit  $R_o$  ermöglicht einen Vergleich mit Literaturdaten. Da die Kriechversuche in dieser Studie jedoch unter konstanter Kraft durchgeführt wurden, nimmt die Spannung mit zunehmender Prüfdauer und gesamter Extensometer-Dehnung zu, während sich der Querschnitt des Prüfkörpers verringert. Das bedeutet, dass zu dem Zeitpunkt, an dem die minimale Kriechrate erreicht wird, die tatsächlich auftretende Prüfspannung höher ist. Letzteres ist insbesondere bei der HR/316L-Variante der Fall, welche eine stärkere Querschnittsreduzierung als die PBF-LB/M/316L-Variante erfährt, wie die Werte der Zeitbrucheinschnürung,  $Z_u$ , in Tabelle F1 im Anhang F zeigen. Die tatsächlichen Spannungen bei minimaler Kriechrate,  $R$ , können aber für jeden Versuch berechnet werden und mit Hilfe von  $R$  kann man die Spannungsexponenten,  $n$ , neu berechnen. Details zur Berechnung von  $R$  und den einzelnen Werten für  $n$  und  $R$  finden sich in [102]. Wie erwartet unterscheiden sich die Spannungsexponenten der PBF-LB/M/316L-Variante aufgrund der geringeren Querschnittsreduzierung nicht signifikant. Bei der HR/316L-Variante sind die  $n$ -Werte im Durchschnitt 10 % niedriger als der  $n_o$ -Wert. Die tatsächlichen Spannungen bei minimaler Kriechrate bei der HR/316L-Variante sind im Durchschnitt 20 MPa höher als die angelegten Prüfspannungen, während bei der PBF-LB/M/316L-Variante  $R_o$  und  $R$  fast gleich sind. Zusammenfassend lässt sich sagen, dass eine Korrektur der angelegten Prüfspannungen die vergleichende Analyse des Kriechverhaltens zwischen den beiden untersuchten Werkstoffvarianten trotz der Querschnittsreduzierung der HR/316L-Variante nicht beeinträchtigt.

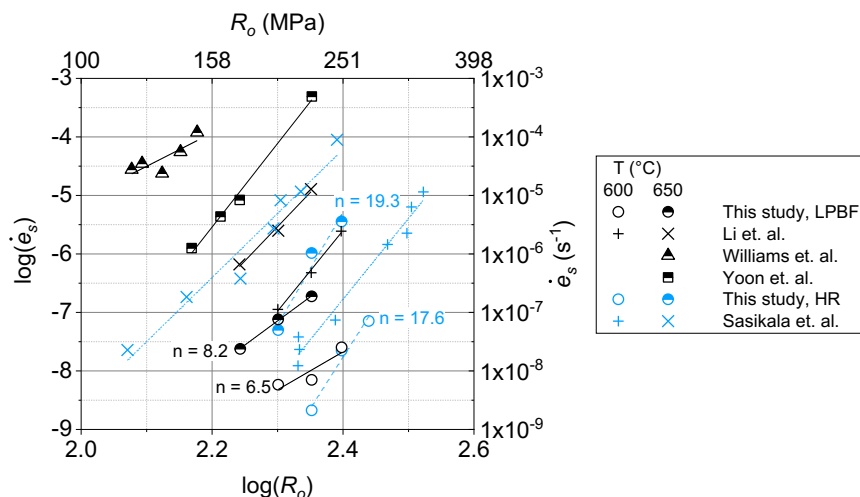


Abbildung 6-3. Minimale Kriechrate in Abhängigkeit von der Prüfspannung. HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante (schwarz) vs. HR/316L-Variante (blau). Literaturdaten sind zum Vergleich gezeigt. Die Spannungsexponenten wurden mit  $R_o$  berechnet (siehe Gl. 6-1 und 6-2). Reproduziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022).

Die Abhängigkeit der minimalen Kriechrate von der Prüfspannung ist in Abbildung 6-3 für beide geprüfte Werkstoffe und Temperaturen zusammen mit Literaturdaten dargestellt. Abbildung 6-3 zeigt, dass die PBF-LB/M/316L-Variante (schwarze offene und halbgefüllte Kreise) kleinere Spannungsexponenten (6,5 bzw. 8,2; schwarze offene und halbgefüllte Kreise) im Vergleich zur HR/316L-Variante (17,6 bzw. 19,3; blaue offene und halbgefüllte Kreise) aufweist. Die Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechrate ist bei der PBF-LB/M/316L-Variante schwächer ausgeprägt. Außerdem zeigt Abbildung 6-3, dass bei jeder Prüftemperatur die minimalen Kriechraten beider Werkstoffvarianten für die gleichen Prüfspannungen ähnlich sein können, z. B. bei 600 °C / 250 MPa und 650 °C / 200 MPa. Darüber hinaus zeigt Abbildung 6-3, dass eine Erhöhung der Prüftemperatur die Spannungsexponenten für beide Werkstoffvarianten leicht erhöht. Beim Vergleich mit Literaturdaten sind die Spannungsexponenten der PBF-LB/M/316L-Variante tendenziell kleiner als die Vergleichsdaten mit Ausnahme von Williams et al. [119]. Außerdem sind die minimalen Kriechraten der PBF-LB/M/316L-Variante mindestens eine Größenordnung niedriger als diejenigen in den Literaturdaten. Bei der HR/316L-Variante sind sie ebenfalls um fast eine Größenordnung niedriger; die Spannungsexponenten jedoch höher.

Wilshire und Willis [248] wiesen darauf hin, dass Änderungen in der Mikrostruktur (z. B. aufgrund einer partiellen Lösungsglühlung) zu einer großen Streuung der Ergebnisse führen können. Sie gaben  $n = 8$  für  $T = 575$  °C an, sowohl für eine lösungsgeglühte konventionell hergestellte 316-Variante als auch für denselben Werkstoff, der aber bei Raumtemperatur vorgespannt wurde. Es ist daher zu erwarten, dass in der vorliegenden Studie die Unterschiede in der Mikrostruktur teilweise die Unterschiede in den Spannungsexponenten, auch im Vergleich zu den Literaturdaten, erklären können. In der Studie von Sasikala et al. [48] wurde beispielsweise das Material (konventionell hergestellte Werkstoffvariante) im lösungsgeglühten Zustand geprüft, enthielt Delta-Ferrit in einer austenitischen Matrix und hatte eine gleichachsige Kornstruktur mit einer mittleren Korngröße von 88  $\mu\text{m}$  (gegenüber 30  $\mu\text{m}$  in dieser Arbeit). Die von Li et al. [178] und Yoon et al. [179] berichteten Zellgrößen in PBF-LB/M/316L sind denen der vorliegenden Studie ähnlich. Im Gegensatz dazu unterscheidet sich die säulenförmige Kornmorphologie, die zwischen ihren Studien und der Studie von Williams et al. [119] ähnlich ist, von der Kornmorphologie in der vorliegenden Studie. So weist die Kornmorphologie in [119, 178, 179] nicht die in Abbildung 5-1 sichtbare schachbrettartige Kornmorphologie auf und die Form der Körner scheint eher der des interkolumnaren Bereichs zu entsprechen. Über Unterschiede in der Mikrostruktur hinaus könnte auch der unterschiedliche Stickstoffgehalt eine Rolle spielen. Mathew et al. [51] haben nämlich

gezeigt, dass eine Erhöhung des Stickstoffgehalts zu kleineren Spannungsexponenten führt. Der unterschiedliche Stickstoffgehalt könnte teilweise die höheren Spannungsexponenten der Ergebnisse der HR/316L-Variante der vorliegenden Studie (0,045 % N) im Vergleich zu Sasikala et al. [48] (0,086 Gew.- % N) und den kleineren Spannungsexponenten der PBF-LB/M/316L-Variante dieser Studie (0,077 Gew.- % N) im Vergleich zu den Daten von Li et al. [178] (0,067 % N) und zu den Daten der HR/316L-Variante erklären.

### 6.3 Analyse des Verformungs- und Schädigungsverhaltens

Dieser Abschnitt stellt eine weiterführende Diskussion der Ergebnisse aus den LCF- und Kriechversuchen dar. Der Fokus liegt hierbei auf dem Einfluss der Mikrostruktur auf das mechanische Verhalten. Die Ergebnisse der Entwicklung der Mikrostruktur unter Belastung (Abschnitt 5.9) werden entsprechend nicht getrennt, sondern in Zusammenhang mit dem Verformungs- bzw. Schädigungsverhalten diskutiert. Der Abschnitt ist in zwei Teile untergliedert: Abschnitt 6.3.1 beschäftigt sich mit der Diskussion des Verformungsverhaltens und Abschnitt 6.3.2 mit der des Schädigungsverhaltens. Dabei wird jeweils zunächst auf das LCF- und anschließend auf das Kriechverhalten eingegangen. Das Verhalten im Zugversuch wird ausschließlich an ausgewählten Stellen in Zusammenhang mit den Letzten behandelt. Der Fokus liegt auf den Ergebnissen der As-Built und HT450-Zustände. Der Effekt der HT900-Wärmebehandlung (HT900-Zustand) wird im Abschnitt 6.4 behandelt. Verformungs- und Schädigungsmechanismen sind nicht unmittelbar trennbar. Dennoch wurde diese Trennung angestrebt, um die Diskussion und generell das gesamte Verständnis des mechanischen Verhaltens zu erleichtern. An manchen Stellen werden trotzdem Bezüge auf den jeweiligen anderen Abschnitt hergestellt.

Davor wird aber in Bezug Gleichung 6-3 die Stapelfehlerenergie (SFE) adressiert und abgeschätzt, denn sie stellt eine Materialeigenschaft dar, welche sowohl das Verformungs- als auch das Schädigungsverhalten bei LCF- und Kriechbelastung in allgemeiner Hinsicht betreffen kann. Die SFE steht im Zusammenhang mit der chemischen Zusammensetzung und dem Einfluss der Zwischengitteratome (insbesondere C und N) auf das Ausscheidungsverhalten und kann durch aufwändige TEM-Untersuchungen quantitativ bestimmt werden. In dieser Arbeit wird sie zu Vergleichszwecken auf der Grundlage der chemischen Zusammensetzung mit Hilfe der von Schramm et al. [249] für austenitische Stähle vorgeschlagenen Gleichung 6-3 abgeschätzt. Diese Gleichung berücksichtigt den Gehalt an Verunreinigungen und Zwischengitteratomen, wie z. B. C, N, Si, P, S, Co, sowie an Ni, Cr, Mn und Mo. Der Einfluss der Zwischengitteratome wird durch die negative Konstante am Anfang der Gleichung dargestellt [249].

$$SFE = -53 + 6,2 \text{ wt. \% Ni} + 0,7 \text{ wt. \% Cr} + 3,2 \text{ wt. \% Mn} + 9,3 \text{ wt. \% Mo} \text{ [mJ/m}^2\text{]} \quad 6-3$$

Basierend auf Gl. 6-3 ist die abgeschätzte SFE der HR/316L-Variante (44,4 mJ/m<sup>2</sup>) niedriger als die der PBF-LB/M/316L-Variante (62,9 mJ/m<sup>2</sup>). Dies stimmt gut mit dem Vorhandensein von mehr Partialversetzungen bei der HR/316L-Variante als bei der PBF-LB/M/316L-Variante im Ausgangszustand überein (Abbildung 5-2).

#### 6.3.1 Verformungsverhalten

In diesem Abschnitt wird das Verformungsverhalten diskutiert (LCF im Abschnitt 6.3.1.1 und Kriechen im Abschnitt 6.3.1.2). Davor wird aber in Bezug auf Abbildung 6-4 die prozentuale Verteilung der Missorientierungen und deren Entwicklung (siehe Abbildung 5-3a und Abbildung 5-4d) in den PBF-LB/M/316L-Varianten (HT450, HT900) und der HR/316L-Variante adressiert, da sie das Verformungsverhalten in allgemeiner Hinsicht betreffen kann, denn Missorientierungen stellen ein Hindernis für die Versetzungsbewegung innerhalb des Kristalls dar. Die PBF-LB/M/316L-Variante weist deutlich mehr MOs <15° auf als die HR/316L-Variante (siehe Abbildung 5-3a). Diese Tatsache stellt einer der prägnantesten Unterschiede der beiden Mikrostrukturen dar. Die Entwicklung der Anteile an Missorientierungsverteilung kann als ein Hinweis auf Verzerrungen des Gitters interpretiert werden [250-253], was sich generell durch plastische Verformung bemerkbar machen kann. Deshalb ist eine genauere Betrachtung

der Entwicklung der kumulierten Häufigkeit der korrelativen Missorientierungen zwischen  $2^\circ$  und  $15^\circ$  nach mechanischer Belastung wert und wird im nächsten Absatz allgemein vorgestellt und in den Abschnitten 6.3.1.1 und 6.3.1.2 einzeln weiter diskutiert. Im Abschnitt 5.1.1 wurde außerdem erwähnt, dass Missorientierungen zwischen  $2^\circ$  und  $15^\circ$  den LAGBs entsprechen und wie im Abschnitt 2.3.1 erwähnt sind LAGBs einer der Hauptbeitragende für die Verfestigung dieser Legierung [16, 76] und ihre Annihilation wurde als eine der Ursachen für das Entfestigungsverhalten während der LCF-Belastung bei  $550^\circ\text{C}$  angenommen [16].

Abbildung 6-4 zeigt die Entwicklung der kumulierten Häufigkeit der korrelativen Missorientierungen für die untersuchten Zustände (HT450, HT900) der PBF-LB/M/316L-Variante sowie für die HR/316L-Variante. Die einzelnen Verteilungen und Werte der kumulierten Häufigkeit vor und nach der mechanischen Belastung wurden bereits in den jeweiligen Abschnitten im Ergebniskapitel (Kapitel 5) dargestellt (siehe *cum. f* in Abbildung 5-3a, Abbildung 5-4d, Abbildung 5-37e, und Abbildung 5-41b). Die kumulierte Häufigkeit stellt die Summe der Häufigkeiten der Missorientierungs-Klassen bis  $15^\circ$  dar (Winkel-Grenze für die Unterscheidung zwischen LAGBs und HAGBs). Beispielsweise bedeutet eine kumulierte Häufigkeit von 0,3, dass 30 % aller Missorientierungen kleiner als  $15^\circ$  und 70 % größer als  $15^\circ$  sind. Bei den Zuständen vor mechanischer Belastung entspricht die kumulierte Häufigkeit im Wesentlichen dem Anteil an LAGBs. Nach mechanischer Belastung schließt dieser Wert auch Missorientierungen ein, welche durch Verzerrungen des Gitters und Verformungsmechanismen entstehen können. Bei der HR/316L-Variante (blaue Symbole, unten) ist eine deutliche Zunahme des Anteils an MO-Werten zwischen  $2^\circ$  und  $15^\circ$  nach Kriechbelastung bei  $600^\circ\text{C}$  / 225 MPa festzustellen, und diese Zunahme geht mit der Veränderung der Textur, der Formänderung der Körner (Abbildung 5-35) und den im Vergleich zum HT450-Zustand höheren Werten der Kriechdehnung (siehe Tabelle F1 im Anhang F) einher. Die Änderungen beim HT450-Zustand (schwarze Symbole) sind weniger ausgeprägt als bei der HR/316L-Variante. Außerdem sind die Ergebnisse bei den PBF-LB/M/316L-Zuständen generell empfindlicher gegenüber der genauen räumlichen Lage des Schlicfs. Trotz bestmöglicher Durchführung der Messungen konnte eine geringe präparationsbedingte Streuung nicht vermieden werden (siehe z. B. Datenreihe „HT450“).

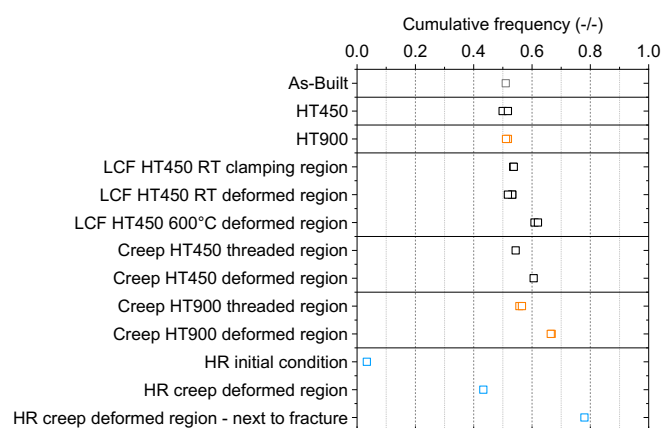


Abbildung 6-4. Entwicklung der kumulierten Häufigkeit der korrelativen Missorientierungswerte zwischen  $2^\circ$  und  $15^\circ$  im Vergleich. Beim Einspannbereich (*clamping region*) wurde eine Region vermessen, die nicht unter (Druck-)Spannung stand.

### 6.3.1.1 LCF

Die im Vergleich zur HR/316L-Variante höhere maximale Spannung der PBF-LB/M/316L-Variante (HT450-Zustand) am Beginn der LCF-Belastung (siehe Abbildung 5-15) hängt unmittelbar mit der höheren 0,2 % Dehngrenze (etwa 2x so groß wie bei der HR/316L-Variante, siehe Abbildung 5-9, Abbildung 5-10 und Tabelle D1 im Anhang D) und dem unterschiedlichen Verfestigungsverhalten zusammen.

Dass bei der PBF-LB/M/316L-Variante über den größten Teil der Lebensdauer die zyklischen Spannungen höher als bei der HR/316L-Variante sind, ist vorteilhaft aus der Anwendungsperspektive, wie von [16] angedeutet. Es bedeutet nämlich, dass in einem zyklisch belasteten Bauteil bei einer gegebenen auftretenden Spannungsamplitude weniger Dehnung bzw. Verformung entwickelt wird. Das Material lässt sich also unter zyklischer Belastung schwieriger verformen, was beispielsweise bei Baugruppen mit engen Konstruktionstoleranzen von Vorteil ist. Dieser Unterschied in den zyklischen Spannungen bzw. Vorteil wird mit ansteigender Prüftemperatur durch die kombinierte Wirkung von der ausgeprägten Anfangsverfestigung der HR/316L-Variante und der Entfestigung der PBF-LB/M/316L-Variante geringer. Außerdem ändern sich die zyklischen Spannungen mit steigender Prüftemperatur von 400 °C auf 600 °C nur wenig, was in Übereinstimmung mit der Arbeit von Prasad et al. [47] auf einem Verfestigungseffekt infolge von DSA liegen kann.

Dass die Anfangsverfestigung in der Regel mit zunehmender Dehnungsschwingbreite ansteigt, unterstützt die Hypothese von Chen et al. [16], dass sie mit der größeren plastischen Verformung korreliert, die bei höheren Dehnungsschwingbreiten zunimmt. Der Grad der Entfestigung kann (Abbildung 5-15d) mit den anhand der Hystereseschleifen ermittelten Kennwerten zusammenhängen. Eine physikalische/mikrostrukturelle Erklärung wird in kommenden Absätzen diskutiert. Die Abhängigkeit dieser Kennwerte ( $\Delta e_p$  und  $W_p$ ) von  $\Delta e_t$  bei halber Lebensdauer und von der Prüftemperatur wurde anhand Abbildung 5-14d (Abschnitt 5.5.2) dargestellt. Obwohl eine positive Korrelation der Entfestigung mit z. B.  $\Delta e_p$  sinnvoll ist und bereits in der Literatur für andere Werkstoffe berichtet wurde, beispielsweise in [227], korrelieren  $\Delta e_p$  bzw.  $W_p$  nicht unmittelbar mit dem Grad der Entfestigung. Vielmehr muss der Grad der Entfestigung, wenn z. B. für Modellierungszwecke interessant, in diesem Fall als eine Funktion von  $\Delta e_p$  und  $W_p$ , und möglicherweise auch von den zyklischen E-Modulen betrachtet werden. Die einzelnen Werte für  $\Delta e_p$ ,  $W_p$  und die zyklischen E-Module sind in Tabelle F1 im Anhang F zu finden.

Das Wechselverformungsverhalten des HT450-Zustands ist durch eine Anfangsverfestigung gefolgt von einer kontinuierlichen Entfestigung charakterisiert, welche bis zum Auftreten der zum Versagen führenden Entfestigung stattfindet. Eine mikrostrukturelle Erklärung für das beobachtete Wechselverformungsverhalten beider untersuchten Werkstoffvarianten (siehe Abbildung 5-15 und Abbildung 5-16) beispielsweise anhand von unterbrochenen Versuchen und TEM-Untersuchungen lag außerhalb des Rahmens dieser Arbeit. Dennoch werden in den nächsten Absätzen Hypothesen dazu anhand der Ergebnisse des mechanischen Verhaltens sowie der Literatur aufgestellt und diskutiert, was eine Ergänzung zu den bis dato bestehenden Bemühungen darstellt, das Wechselverformungsverhalten zu erklären (siehe Abschnitt 2.3.2) [16, 36, 104, 163, 166, 167, 174, 175] und die Hinweise für weiterführende Studien legt.

Bei der HR/316L-Variante stimmt das beobachtete Wechselverformungsverhalten mit den Ergebnissen aus der Literatur [37, 39] sehr gut überein. Daher wird angenommen, dass die in 2.1 zusammengefassten bisherigen Erkenntnisse bezüglich der mikrostrukturellen Erklärung in diesem Fall auch gelten (siehe 2.1). Bei der PBF-LB/M/316L-Variante stimmt das beobachtete Wechselverformungsverhalten ebenfalls mit der vorhandenen Literatur sowohl bei Raum- als auch bei Hochtemperatur überein [16, 104].

Pelegatti et al. [14] haben an As-Built-Proben und Yu et al. [159] an sowohl As-Built als auch spannungsarm geglühten Proben (600 °C / 4 h) aus PBF-LB/M/316L-Varianten eine ähnliche Entwicklung der Mittelspannung bei Raumtemperatur wie in dieser Studie (Abbildung 5-16) beobachtet. In der Arbeit von Pelegatti et al [14] wurde sie auf Rückspannungen zurückgeführt, die durch Eigenspannungen vom Typ II und III aufgrund von Versetzungsanhäufungen an Korngrenzen und Zellwänden verursacht werden [110]. In der Arbeit von Yu et al. [159] hingegen wurde er auf den Einfluss von hohen makroskopischen Eigenspannungen vom Typ I zurückgeführt, die in ihrer Arbeit durch die Wärmebehandlung

nicht relaxiert sind, wie es von den Autoren experimentell bewiesen wurde. Die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit deuten eher auf Zustimmung der Hypothese von Pelegatti et al. hin, also eine Korrelation der Mittelspannung mit Eigenspannungen vom Typ II und III, denn die Anfangswerte der Mittelspannung in Abbildung 5-16 korrelieren weder bei der PBF-LB/M/316L-Variante noch bei der HR/316L-Variante mit den gemessenen Werten der Oberflächen-Eigenspannungen (HR/316L-Variante etwa -400 MPa, PBF-LB/M/316L-Variante etwa -20 MPa), welche aufgrund der verwendeten Technik Eigenspannungen des Typs I und II zu erwarten sind [254, 255].

Die Anfangsverfestigung bei PBF-LB/M/316L wurde in [16] auf die große plastische Verformung bei höherer Dehnungsamplitude und bei HR/316L in [37] auf die dadurch verursachte Erhöhung der Gesamtversetzungsdichte zurückgeführt. Die Ergebnisse dieser Studie deuten auch darauf hin (siehe Abbildung 5-14d und Abbildung 5-15d).

Wie im Abschnitt 2.3.2 erwähnt, wurde von Chen et al. [16] das Entfestigungsverhalten der PBF-LB/M/316L-Variante auf folgende Aspekte der mikrostrukturellen Entwicklung zurückgeführt: (i) Vergrößerung der Zellstruktur, (ii) Texturentwicklung, (iii) Abnahme der geometrisch notwendigen Versetzungen (GND, engl. *Geometrically Necessary Dislocation*) und (iv) Abnahme der Anzahl der Kleinwinkelkornengrenzen.

Punkt (iv) kann zum Teil auf Grundlage der Abbildung 6-4 diskutiert werden. Bei Raumtemperatur ist die Entwicklung der kumulierten Häufigkeit der MO-Werte (Einspannbereich (*clamping region*) vs. verformter Bereich) nicht signifikant. Bei 600 °C / 1,6 % steigt sie dagegen um etwa 0,1 an. Dieses Ergebnis widerspricht auf den ersten Blick dem Ergebnis von Chen et al. bzw. steht dem Punkt (iv) entgegen. Dennoch ist eine Korrelation zwischen der Multiplikation von LAGBs mit einer Entfestigung eher nicht plausibel. Außerdem muss berücksichtigt werden, dass die Anfangsverfestigung tatsächlich bei 600 °C / 1,6 % am größten ist (siehe Abbildung 5-15d), was auch eine Ursache für die erhöhte kumulierte Häufigkeit der MO-Werte sein kann. Punkt (iv) kann also, in Abwesenheit von belastbaren experimentellen Nachweisen, als eine mögliche Ursache für die Entfestigung vor allem bei Hochtemperatur-Ermüdung nicht ausgeschlossen werden. Weiterführende Untersuchungen (TEM, EBSD) sind notwendig, um die Ursache der Steigerung der MO-Werte und den Zusammenhang mit dem Verformungsmechanismus zu klären.

Bezüglich Punkt (ii) wurde in der vorliegenden Studie keine Veränderung der Textur beobachtet (siehe Abbildung 5-3, Abbildung 5-37), was an unterschiedlichen Ausgangstexturen und Probenlage zwischen dieser und der Studie von Chen et al. [16] liegen kann (die Textur-Entwicklung war dort von {111} parallel zur Lastrichtung zu {001} parallel zur Lastrichtung). Ein Effekt der Texturentwicklung auf die Entfestigung wird in dieser Studie deshalb ausgeschlossen. Bezüglich der Punkte (i) und (iii) gibt es in der vorliegenden Studie keine experimentellen Ergebnisse weder über eine Abnahme der GNDs (iii) noch über eine Vergrößerung der gerichteten Zellen (i). Hierfür wären spezielle aufwendige EBSD- und TEM-Untersuchungen notwendig, die im Rahmen dieser Arbeit nicht durchgeführt werden konnten. Über Punkt (i) wird aber trotzdem in einem späteren Absatz diskutiert. Zuerst wird aber im Folgenden über den Versetzungsgleitcharakter und die Verformungsmechanismen der Ermüdung diskutiert.

Der Versetzungsgleitcharakter kann ebenfalls eine Rolle bei den Wechselverformungsmechanismen spielen. Bei Metallen und Legierungen unterscheidet man zwischen planarem und welligen Versetzungsgleitcharakter. Bei Ermüdungsbeanspruchung können je nach Versetzungsgleitcharakter unterschiedliche Versetzungsanordnungen entstehen. Die zwei Extreme sind planare bzw. wellige Versetzungsanordnungen [176, 177]. Bei Werkstoffen mit planarem Versetzungsgleitcharakter bzw. bei planarem Gleiten sind die Versetzungen in Platten parallel zur primären Gleitebene angeordnet [39] und Gleitbänder stellen dabei ein typisches Merkmal. Bei Werkstoffen mit welligem Versetzungsgleitcharakter bzw. bei welligem Gleiten ist die wellige Versetzungsanordnung eine Folge des Quergleitens von

Versetzungen [177]. In 316L ähnelt die wellige Versetzungsanordnung einer zellulären Versetzungsstruktur mit versetzungsreichen Adern und versetzungsarmen Regionen aufgrund der gleichzeitigen Wirkung von zwei oder mehreren Gleitsystemen [37, 39]. Die Versetzungsanordnung der gerichteten Zellstruktur der PBF-LB/M/316L-Variante ähnelt also einer welligen Versetzungsanordnung, die charakteristisch für welliges Gleiten ist.

Die Ergebnisse dieser Studie deuten darauf hin, dass bei Raumtemperatur, wo Gleitbänder festgestellt wurden, das planare Gleiten der Hauptverformungsmechanismus darstellt. Die Zellstruktur mit ihrer welligen Versetzungsanordnung könnte als eine Art Sättigungszustand agieren, wodurch das wellige Gleiten unterdrückt bzw. das planare Gleiten gefördert wird und damit das Auftreten von Gleitbändern (bei Raumtemperatur und 400 °C) erklären kann. Wenn das planare Gleiten der Hauptverformungsmechanismus ist, könnte es zusammen mit der Zellstruktur aufgrund ihrer welligen Versetzungsanordnung die Ursache der Entfestigung der PBF-LB/M/316L-Variante (Hauptphase während der Verformung) darstellen. Dass der Entfestigungsgrad mit zunehmender Dehnungsschwingbreite geringer wird (Abbildung 5-15d), wobei auch weniger Gleitbänder und dadurch verursachte Nebenrisse festgestellt wurden, unterstützt die zuvor dargestellten Hypothese.

Mit steigender Prüftemperatur wird hier davon ausgegangen, dass der bei Raumtemperatur bestehende eher planare Gleitcharakter sich zu einem eher welligen Gleitcharakter entwickelt, obwohl die Zellstruktur noch vorhanden ist, wie Untersuchungen an der bei 600 °C / 1,6 % geprüften Probe (Ergebnisse nicht gezeigt) gezeigt haben. Das verringerte Auftreten von Gleitbändern bei 600 °C, der geringer werdende Entfestigungsgrad mit zunehmender Prüftemperatur (Abb. 5-15d) und eine Masing-Analyse [176, 177] (Ergebnisse nicht gezeigt) unterstützen diese Hypothese. Hong et al. [43] haben eine konventionell hergestellte kaltgezogene 316L-Variante untersucht. Diese wies eine durch das Kaltziehen verursachte gleichmäßig verteilte und teilweise verknäulte Versetzungssubstruktur auf, welche derjenigen der in dieser Studie untersuchten PBF-LB/M/316L-Variante sowohl hinsichtlich der Versetzungsdichte als auch der Versetzungsanordnung ähnelt. In ihrer Studie haben sie das Entfestigungsverhalten auf dynamische Erholung zurückgeführt. Dies deutet darauf hin, dass bei der in dieser Studie untersuchten PBF-LB/M/316L-Variante ebenfalls dynamische Erholung stattfindet. Die durch erhöhte Temperaturen verursachten thermisch aktivierten Mechanismen der Verformung wie z. B. Quergleiten von Schraubenversetzungen und Klettern von Stufenversetzungen werden auch als ein Verformungsmechanismus vermutet. Diese helfen Hindernisse für die Versetzungsbewegung zu überwinden, wodurch das Versetzungsklettern verstärkt wird [43, 256] und das verringerte Auftreten von Gleitbändern sowie den eher welligen Gleitcharakter erklären kann.

Die Stapelfehlerenergie (SFE) und der N-Gehalt beeinflussen den Gleitcharakter. Eine geringere SFE begünstigt das planare Gleiten [177]. Ein erhöhter N-Gehalt fördert es ebenfalls, da er einerseits die SFE senkt und andererseits durch seine interstitielle Natur das Quergleiten von Versetzungen hemmt [177]. Bei der PBF-LB/M/316L-Variante konkurrieren diese zwei Einflüsse, da sie einen höheren N-Gehalt bei einer gleichzeitig höheren SFE im Vergleich zur HR/316L-Variante hat (0,077 vs. 0,045 Gew.-% bzw. 62,9  $\text{mJ}/\text{m}^2$  vs. 44,4  $\text{mJ}/\text{m}^2$ ). Bei Hochtemperatur und über den N-Gehalt und die SFE hinaus könnte auch das Auftreten von DSA den Gleitcharakter von 316L beeinflussen. Einige Autoren [44, 47, 177] haben in diesem Sinne die erhöhte Neigung zu planarem Gleiten darauf zurückgeführt. Dies ist plausibel, da DSA die Mobilität der Zwischengitteratome fördert, was wiederum das Quergleiten der Versetzungen im Zusammenhang mit dem welligen Gleitcharakter lokal hemmen könnte. Bei Raumtemperatur könnte also die interstitielle Natur von N zusätzlich zur Zellstruktur trotz einer höheren SFE eine weitere Ursache für das planare Gleiten sein. Bei Hochtemperatur scheinen die in den vorangegangenen Absätzen genannten Mechanismen der Hochtemperaturverformung den das planare Gleiten fördernden Effekt vom N-Gehalt und DSA zu übertreffen.



Der experimentelle Beweis von Chen et al. [16] darüber, dass die Vergrößerung der gerichteten Zellen eine Rolle spielt (i), welcher in ihrer Studie durch die Berücksichtigung der Hall-Petch-Beziehung verstärkt wird, ist umstritten. Denn es ist nicht klar, ob die Zellen immer bei derselben Orientierung vermessen wurden. Außerdem sind die Unterschiede zwischen den gemessenen Zellgrößen nach verschiedenen Dehnungsamplituden im Vergleich zu den dargestellten Streubändern gering. In der vorliegenden Studie schneiden die Gleitbänder, welche hauptsächlich bei Raumtemperatur festgestellt wurden, die Wände der Zellstruktur durch (detaillierte Ergebnisse nicht gezeigt, aber in Abbildung 5-28e sichtbar). Dies steht im Gegensatz zu einem Hall-Petch-Verhalten, da es darauf hindeutet, dass sich die Versetzungen auf diesen Ebenen transzellulär bewegen können, ohne von Zellwänden behindert zu werden, was den Abstand zwischen potenziellen Hindernissen unwichtig macht.

Bei den höheren Prüftemperaturen wurde in dieser Studie kein experimenteller Nachweis erbracht, der gegen eine Hall-Petch-Beziehung in Verbindung mit der Zellgröße spricht. Eine solche Korrelation kann deshalb nicht ausgeschlossen werden. Ein Grund dafür ist, dass die Zellstruktur im gebrochenen Zustand bei der bei 600 °C / 1,6 % untersuchten Probe im REM beobachtet wurde (Ergebnisse nicht gezeigt). Ein weiterer möglicher Grund betrifft den Verformungsmechanismus, welcher die angenommene dynamische Erholung und thermisch aktivierte Mechanismen der Wechselverformung betrifft. In kaltverformten Werkstoffen kann dynamische Erholung in den folgenden Fällen auftreten [17, 43, 46]: (i) wenn die Versetzungsannihilation größer als die Versetzungserzeugung ist, was zu einer Nettoabnahme der Versetzungsdichte führt und (ii) wenn eine Umordnung der zuvor gebildeten Versetzungsstruktur mit steigender Zyklenzahl stattfindet, was zu einer Zunahme des mittleren freien Weges der Versetzungen führt. Punkt (ii) unterstützt die Hypothese von Chen et al. [16], dass die Vergrößerung der gerichteten Zellen eine Rolle spielt. Darüber hinaus führen nach Polak [39, 256] die thermisch aktivierten Mechanismen bei erhöhter Temperatur (wie z. B. Quergleiten und Klettern) in kfz-Metallen, welche dazu neigen, nach zyklischer Beanspruchung bei Raumtemperatur wellige Versetzungsstrukturen zu entwickeln [177], zu der Entwicklung einer einfacheren Versetzungsstruktur mit größerem durchschnittlichen Abstand der versetzungsreichen Wände bzw. mit größeren Zellen.

Schließlich betreffen andere Verformungsmechanismen, über die in der Literatur berichtet wurde, Stapelfehler und Nanozwillinge [167]. Diese wurden bisher jedoch nur bei Raumtemperatur in kraftgeregelten Versuchen und bei Spannungsamplituden nachgewiesen, welche Dehnungsschwingbreiten im Bereich zwischen 0,4 % und 0,6 % verursachten und deshalb eher dem unteren Bereich der  $\Delta e_t$ -Werte dieser Studie entsprechen. Dabei hat die gerichtete Zellstruktur keine großen Veränderungen gesehen und sowohl Stapelfehler als auch Nanozwillinge haben die Zellwände überwunden. Von diesen beiden Mechanismen könnte vor allem die Bildung von Nanozwillingen, welche in [167] gegen Ende der Ermüdungslebensdauer beobachtet wurde, auch bei der in dieser Studie untersuchten PBF-LB/M/316L-Variante relevant sein. Denn in der zitierten Studie, bei denen die Versuche kraft geregelt und mit einer Prüfspannung unterhalb der 0,2 % Dehngrenze erfolgten, war die plastische Verformung gegen Ende der Ermüdungslebensdauer beträchtlich und die Verformungsbedingungen waren daher mit denen in der vorliegenden Studie annähernd vergleichbar. Weitere Untersuchungen sind notwendig, um dies zu klären.

Generell sind die Einzelheiten des Zusammenhangs Mikrostruktur-Wechselverformungsverhalten noch nicht vollständig geklärt. Weitere Untersuchungen auf kleinerer Skala und in unterbrochenen Zuständen sind notwendig, um ein besseres Verständnis des temperaturabhängigen Verformungsmechanismus und den Zusammenhang mit der Mikrostruktur aufzubauen. Dafür könnten sowohl einstufige LCF als auch IST Versuche (engl. *Incremental Step Test*) in Frage kommen. IST-Versuche stellen betriebsnahe Bedingungen dar, da dabei eine Belastung mit variabler Amplitude vorhanden ist.

### 6.3.1.2 Kriechen

Der geringere plastische Anteil der gesamten Anfangs-Extensometer-Dehnung (HT450 vs. HR/316L, siehe Abbildung 5-18) korreliert mit der bei den Prüftemperaturen der Kriechversuche (600 °C und 650 °C) etwa >2x höheren 0,2 % Dehngrenze (siehe Abbildung 5-10). Die höhere Warmdehngrenze der PBF-LB/M316L-Variante erlaubt es, höhere Lasten als bei der HR/316L-Variante aufzubringen, ohne dass sie plastisch verformt wird (ähnlich wie bei den zyklischen Spannungen der LCF-Versuche).

Im Abschnitt 6.2.3 wurde erläutert, dass der Spannungsexponent,  $n$ , die Abhängigkeit der minimalen Kriechrate von der Prüfspannung bei einer bestimmten Prüftemperatur definiert. Bei einfachen Modellwerkstoffen (z. B. reinen Metallen) kann  $n$  im Sinne des stationären Kriechansatzes interpretiert werden, der auf der physikalischen Auffassung beruht, dass ein Verfestigungsprozess (z. B. Zunahme der Versetzungsdichte) durch einen thermischen Erholungsprozess (z. B. klettergesteuerte Versetzungsannihilation) ausgeglichen wird, was zu einer dynamisch stationären Mikrostruktur (z. B. mit konstanter Versetzungsdichte) führt [53]. Ein Spannungsexponent von 3 bis 5 ist für Modellwerkstoffe (z. B. reine Metalle, binäre Legierungen) mit diffusionsgesteuerten Erholungs-Kriechprozessen verbunden [257, 258]. Bei technischen Legierungen können die Exponenten jedoch deutlich höher sein. Außerdem liefert, wie in [257] erwähnt, die Bestimmung von  $n$  in begrenzten Spannungs- und Temperaturbereichen nicht genügend Informationen, um die Kriechprozesse genau zu bestimmen. In diesen Fällen hat  $n$  per se wenig physikalische Bedeutung und kann nicht zur Unterscheidung zwischen den Mechanismen verwendet werden. Daher ist eine Interpretation der Exponenten in Bezug auf den Verformungsmechanismus ohne eine detaillierte Mikrostrukturuntersuchung möglicherweise nicht sinnvoll und die Werte für  $n$  (Abbildung 6-3) wurden daher nur für den Literaturvergleich ermittelt (siehe Abschnitt 6.2.3) und werden nicht weiter im Hinblick auf den Kriechverformungsmechanismen interpretiert.

Der Mechanismus der Kriechverformung wird in dieser Arbeit zunächst als der Mechanismus behandelt, der in erster Linie die Anfangsbelastung und die primäre Kriechphase bestimmt. Danach wird auch die Verformung im Zusammenhang mit der tertiären Kriechphase diskutiert. Es wird davon ausgegangen, dass der Verformungsmechanismus der sekundären Kriechphase teilweise durch konkurrierende Verfestigungs- und Erholungsmechanismen bestimmt wird und es ist nicht ausgeschlossen, dass die tertiäre Kriechphase und die damit verbundenen Schädigungsmechanismen bereits dort beginnen.

Die relative Lage der Prüfspannungen in Bezug auf die Warmdehngrenzen beider Werkstoffvarianten (siehe Abbildung 6-2) erklärt die geringere gesamte Anfangs-Extensometer-Dehnung,  $e_{ti}$ , und ihre geringere Spannungsabhängigkeit (siehe Abbildung 5-18a) sowie die überwiegend elastische Anfangsreaktion bei der PBF-LB/M/316L-Variante (siehe Abbildung 5-18b). Dieses Ergebnis stimmt gut mit einer Beobachtung von Wilshire und Willis [248] überein, wonach eine Vorverformung von Kriechprüfkörpern des Werkstoffs 316H bei Raumtemperatur die gesamte Anfangs-Extensometer-Dehnung beim Kriechen bei 575 °C auf fast Null reduziert hat. Sie fanden auch heraus, dass die gesamte Anfangs-Extensometer-Dehnung unabhängig von der Prüfspannung wird, wenn die Vorverformung hoch genug ist, um die plastische Anfangs-Extensometer-Dehnung zu eliminieren. Die geringe Temperaturabhängigkeit von  $e_{ti}$  in beiden Materialien (siehe Abbildung 5-18a) kann durch ähnliche von der Temperatur unabhängige elastische Reaktionen verursacht werden, die in der Tat vorhanden sind und bei Auftragung in einem Diagramm der Dehnung beim Aufbringen der Last bis zum Erreichen der Prüfspannung,  $R_o$ , deutlich werden (nicht gezeigt).

Die Dauer (Abbildung 5-21a und Abbildung 5-21b) der primären Kriechphase sowie die damit einhergehende Kriechdehnung (Abbildung 5-19c und Abbildung 5-22) können durch verschiedene Faktoren beeinflusst werden. In den folgenden Abschnitten werden sie systematisch diskutiert. Die mit der Zellstruktur verbundene Versetzungssubstruktur wird als einer dieser Faktoren angesehen [48, 178], da sie einem mikrostrukturellen Zustand ähnelt, der sich während des versetzungsdominierten Kriechens in

einphasigen kristallinen Werkstoffen während der primären Kriechphase bildet und sich bei der sekundären Kriechphase voll entwickelt [259]. Daher ist es vernünftig zu argumentieren, dass die PBF-LB/M/316L-Variante nur kurze Zeit und wenig Dehnung benötigt, um die typische Mikrostruktur, im Sinne einer Versetzungssubstruktur, nach dem Ende einer primären Kriechphase zu bilden. Außerdem entspricht diese Substruktur dem mikrostrukturellen Zustand eines kaltverformten Metalls (Versetzungsdichten in der Größenordnung von  $10^{14}$  bis  $10^{16} \text{ m}^{-2}$  wurden für PBF-LB/M/316L berichtet [62, 65]). Dieser Zustand kann die Verfestigungskapazität des Werkstoffs einschränken und somit eine kürzere primäre Kriechphase und eine geringere primäre Kriechdehnung verursachen. Andere Autoren gehen davon aus, dass entweder die Subkörner zusammen mit der hohen Versetzungsdichte im 316L-Schweißgut [48] oder die Versetzungszellstruktur der PBF-LB/M/316L-Variante [178] die Verfestigungskapazität des Werkstoffs begrenzen und daher dafür verantwortlich sind, dass die minimale Kriechrate schneller und bei geringeren Dehnungen erreicht wird.

Andererseits ist die HR/316L-Variante durch eine geringe Versetzungsdichte im Ausgangszustand gekennzeichnet (Abbildung 5-2). Daher hat sie eine höhere Verfestigungskapazität als die PBF-LB/M/316L-Variante. Wenn die Prüfspannung aufgebracht wird, nimmt die Versetzungsdichte allmählich zu. In der primären Kriechphase werden mehr Versetzungen erzeugt als durch Erholung entfernt werden. Die zunehmende Versetzungsdichte führt zu einem engmaschigeren Versetzungsnetz und damit zu einer stärkeren gegenseitigen Beeinflussung der Versetzungsbewegungen. Am Ende der primären Kriechphase stellt sich ein Gleichgewicht zwischen Versetzungserzeugung und Erholung ein. Bis zu diesem Zeitpunkt werden jedoch im Vergleich zur PBF-LB/M/316L-Variante deutlich höhere Kriechdehnungswerte erreicht (Abbildung 5-22) und mehr Zeit benötigt.

Aus den in den vorigen Absätzen genannten Gründen, einschließlich der unterstützenden Literaturdaten und, da die mit der Zellstruktur verbundene Versetzungssubstruktur ein mikrostrukturelles Merkmal ist, das sich zwischen den beiden untersuchten Werkstoffvarianten erheblich unterscheidet, wird sie als der Hauptfaktor angesehen, der den Kriechverformungsmechanismus während der primären Kriechphase bestimmt. Die Ähnlichkeit der minimalen Kriechraten bei einigen Spannungsniveaus in Abbildung 6-3, z. B. bei  $600 \text{ °C} / 250 \text{ MPa}$  und  $650 \text{ °C} / 200 \text{ MPa}$ , deutet darauf hin, dass in beiden untersuchten Werkstoffvarianten eine ähnliche Versetzungssubstruktur erreicht wird, unter der Annahme, dass sich in der HR/316L-Variante eine Substruktur einstellt, wie von Takeuchi et al. beschrieben wurde [259]. Die kleineren Spannungsexponenten (geringere Spannungsabhängigkeit der minimalen Kriechrate) der PBF-LB/M/316L-Variante im Vergleich zur HR/316L-Variante stützen die Hypothese, dass die Versetzungssubstruktur den Hauptbeitrag zur minimalen Kriechrate und damit zur Kriechfestigkeit der PBF-LB/M/316L-Variante leistet. Eine weitere Bestätigung dieser Hypothese auf der Grundlage der Ergebnisse der unterbrochenen Versuche und der damit verbundenen TEM-Untersuchungen (siehe Abschnitte 5.9.1 und 5.9.2) wird im Abschnitt 6.4 vorgestellt.

Abgesehen von der Versetzungssubstruktur wurden in der Literatur weitere Faktoren identifiziert, die den Kriechverformungsmechanismus in der konventionell hergestellten 316L(N)-Variante beeinflussen können. Diese Faktoren hängen in erster Linie mit der Chemie und den Phasen des Materials zusammen und decken sich größtenteils mit den für das LCF-Verhalten genannten Faktoren. Dazu gehören die Stapelfehlerenergie (SFE), der N- und C-Gehalt und das Vorhandensein von Delta-Ferrit. In dieser Arbeit haben beide Materialien nahezu den gleichen C-Gehalt (siehe Tabelle 4-1), und die PBF-LB/M/316L-Variante weist kein Delta-Ferrit auf. Daher wird davon ausgegangen, dass sie für die Unterschiede im Kriechverformungsverhalten nicht verantwortlich sind. Die Anwesenheit von Stickstoff kann die Dauer der primären und sekundären Kriechphasen verlängern. Dabei können bereits geringe Unterschiede von ca. 0,04 % eine Rolle spielen (für Details siehe z. B. [48-51, 260-262]). In dieser Studie weist die PBF-LB/M/316L-Variante mit 0,077 Gew.-% N einen höheren N-Gehalt auf als die HR/316L-Variante mit 0,045 % N, und dennoch sind die primären und sekundären Kriechphasen kürzer. Diese

Beobachtung deutet darauf hin, dass Stickstoff in dieser Studie keine wesentliche Rolle bei der Bestimmung des unterschiedlichen Kriechverformungsverhaltens spielt.

Es wird allgemein angenommen, dass die SFE ein wichtiger Parameter ist, der das Hochtemperatur-Verformungsverhalten (Kriechen) von metallischen Werkstoffen beeinflusst. Sherby und Burke [263] beschreiben diese Korrelation auf qualitative Weise. Bei kleineren SFE-Werten, vergrößert sich der Abstand zwischen Teilversetzungen, da es einfacher ist, den Stapelfehler zwischen den Teilversetzungen zu erzeugen. Die weit ausgedehnten Versetzungen haben dann Schwierigkeiten zu klettern, denn die Teilversetzungen müssen sich erst verbinden, bevor ein Klettern möglich wird. Je weiter die Teilversetzungen voneinander entfernt sind, desto schwieriger ist der Erholungsprozess, so dass sich die Kriechrate proportional dazu verringert. Die erhöhte Schwierigkeit des Erholungsprozesses führt potenziell zu einer längeren Dauer der primären und sekundären Kriechphasen [263]. Diese Interpretationen sind jedoch mit Vorsicht zu genießen, da bei höheren Temperaturen, bei denen das Kriechen auftritt, der scheinbare Wert der SFE ansteigt und eine Korrelation zwischen der Hochtemperatur-Kriechrate und der bei Raumtemperatur ermittelten SFE von Legierungen fraglich ist, siehe [257].

Die geringere SFE der HR/316L-Variante kann also möglicherweise eine weitere Ursache für die längere Dauer der primären und sekundären Kriechphasen sein. Umgekehrt kann die höhere SFE der PBF-LB/M/316L-Variante, zusätzlich zu der zellulären Struktur, als mögliche sekundäre Ursache für die kürzeren primären und sekundären Kriechphasen im Vergleich zur HR/316L-Variante angesehen werden, vorausgesetzt, dass die SFE der HR/316L-Variante bei den Prüftemperaturen niedriger bleibt als die der PBF-LB/M/316L-Variante.

Bisher hat sich die Diskussion auf die Kriechverformung fokussiert, die während des primären und sekundären Kriechens stattfindet, sowie auf die dazu gehörigen Verformungsvorgänge, welche die minimale Kriechrate sowie die Dauer dieser Stadien und die darin entwickelte Kriechdehnung bestimmen. Kriechverformung findet aber auch während der tertiären Phase statt, wobei die generelle Annahme ist, dass sie sich hauptsächlich durch Schädigungsphänomene entwickelt [264], was anhand der bisher dargestellten Ergebnisse (siehe Abschnitt 6.3.2.2) der Fall zu sein scheint. Im Folgenden werden mögliche Einflussfaktoren auf die Kriechdehnung in dieser Kriechphase diskutiert.

Die Entwicklung der Textur (vgl. Abbildung 5-3, Abbildung 5-37) hängt mit der Kriechduktilität zusammen. Bei der HR/316L-Variante korreliert die höhere Kriechdehnung gut mit einer ausgeprägteren Entwicklung der Textur. Die Kriechverformung verursacht eine Umordnung der Kornorientierung, welche wiederum eine Entwicklung der Textur als Folge hat. Bei der PBF-LB/M/316L-Variante hingegen änderten sich die Hauptkomponenten der Textur nicht. Die Umordnung der Kornorientierung ist für die Kriechverformung in diesem Fall weniger relevant. Eine experimentelle Korrelation zwischen größeren Dehnungen und einer stärkeren Texturentwicklung wurde für PBF-LB/M/316L in der Arbeit von Dryepondt et al. [32] festgestellt. Allerdings führten die Autoren keine Kriechversuche, sondern Zugversuche bei Raum- und Hochtemperatur durch. Dabei wiesen alle verformten Proben eine starke {001} und {111}-Fasertextur auf; ein bekanntes Verhalten für Kfz-Systeme unter Zugbeanspruchung, das durch Verformung durch Gleiten dominiert wird [32, 155] und welche auch bei der in dieser Studie untersuchten HR/316L-Variante beobachtet wurde (siehe Abbildung 5-37b).

Die Entwicklung der kumulierten Häufigkeit der korrelativen Missorientierungen, welche exemplarisch unter Kriechbelastung bei 600 °C / 225 MPa post-mortem untersucht wurde (siehe Abbildung 6-4), könnte auch mit dem Verformungsverhalten zusammenhängen. Im unverformten Gewindebereich ist eine leichte Zunahme der kumulierten Häufigkeit der korrelativen Missorientierungen festzustellen, welche aber noch im Bereich der Streuung liegt. Im verformten Bereich steigt sie um über 0,1 an und somit ähnlich zu dem Fall LCF bei 600 °C / 1,6 % und zur HR/316L-Variante nach Kriechbelastung. Die Zunahme des Anteils der kumulierten Häufigkeit der korrelativen Missorientierungen korreliert mit den entwickelten Kriechdehnungen und über die Gitterverzerrung aufgrund plastischer Verformung hinaus

könnte sie auf eine Zunahme des Anteils an LAGBs hindeuten, was bisher in der Literatur nicht berichtet wurde.

Außerdem könnten die duktilen und spröden Merkmale auf der Bruchfläche Hinweise darauf liefern, dass sich die verschiedenen Bereiche der Mikrostruktur wie in einem Verbundwerkstoff unterschiedlich stark verformen. Dies ist plausibel, da die lokalen Erstarrungsbedingungen des PBF-LB-Prozesses eine lokale Variation der relativen Ausrichtung der gerichteten Zellen und damit möglicherweise eine lokale Verteilung der Gleitsysteme (und damit des Schmid-Faktors) relativ zur Belastungsrichtung bewirken. Das eher duktil aussehende Bruchbild in den interkolumnaren Bereichen (Abbildung 5-33) könnte also darauf hindeuten, dass sich in diesen Bereichen während des Kriechversuchs mehr Verformung entwickelt (Abbildung 5-32 und Abbildung 5-33). Nach dieser Hypothese würden sich die interkolumnaren Bereiche verformen, wenn sich die Mikrorisse in den kolumnaren Bereichen zu öffnen beginnen, um die Verformung auszugleichen, die überwiegend durch die Rissöffnung verursacht wird.

Dieser Hypothese wurde nachgegangen, indem ausgewählte EBSD-Messungen vor und nach Belastung sowohl im Kopf als auch im verformten Bereich der Kriechprobe durchgeführt und verglichen wurden. Es wurden die Schmid-Faktorenkarten (Ergebnisse nicht gezeigt), und die KAM-Winkel-Karten (engl. *Kernel Average Misorientation*) mit einem Kernel von  $3 \times 3$  ausgewertet. Eine KAM-Winkelkarte zeigt für jeden Punkt den Mittelwert der Missorientierungswinkel, die aus den Missorientierungen zwischen dem gegebenen Kartenpunkt und der benachbarten Punkte berechnet werden [250]. Sie stellt eine häufig verwendete Art der Visualisierung der korrelierten Missorientierung mittels EBSD dar, was eine Möglichkeit zur Charakterisierung der lokalen Verformung in kristallinen Materialien darstellt.

Jede der Messstellen hatte Missorientierungen, die für die Textur des Materials repräsentativ waren ( $\{110\}$  in Last-/Aufbaurichtung und  $\{001\}$  in Richtung der Scanvektoren;  $\{001\}$  überwiegend in den interkolumnaren Bereichen). In dem verformten Bereich wurden ein bis zwei Messungen mit unterschiedlicher Orientierung durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen lassen sich wie folgt zusammenfassen: (i) der Schmid-Faktor ist gleichmäßig zwischen kolumnaren und interkolumnaren Bereichen verteilt und (ii) die KAM-Winkel-Werte sind nicht lokalisiert, was auf einen vergleichbaren Beitrag zur Gesamtverformung zwischen interkolumnaren und kolumnaren Bereichen hindeutet. Punkt (ii) impliziert, dass die duktilen Merkmale, die auf der Bruchfläche zu sehen sind, zwar mit der lokalen Ausrichtung der Zellstruktur korrelieren, aber nicht unbedingt mit einer stärkeren Verformung in diesen Regionen einhergehen.

Abbildung 6-5 zeigt ausgewählte Ergebnisse dieser Studie. Dabei handelt es sich um KAM-Winkelkarten des Ausgangszustands (Abbildung 6-5a) und aus zwei unterschiedlichen Bereichen des metallographischen Schliffes der untersuchten gebrochenen Kriechprobe (Prüfparameter  $600\text{ °C} / 225\text{ MPa}$ ): Gewindebereich (Abbildung 6-5b) und Bereich in unmittelbarer Nähe der Bruchkante (Abbildung 6-5c). Nach dem Kriechversuch sind die KAM-Winkel-Werte im Gewindebereich, der nahezu ausschließlich thermisch belastet wird, qualitativ betrachtet insgesamt geringer als im Ausgangszustand (die KAM-Winkelkarte erscheint insgesamt blauer), was vermutlich auf Erholungsprozesse zurückzuführen ist. Hingegen sind die KAM-Winkel-Werte im Bereich nah der Bruchkante insgesamt höher, was auf der durch das Kriechen verursachten Verformung liegt. Außerdem kann man in Abbildung 6-5 erkennen, dass nach der Kriechverformung die KAM-Winkel-Werte homogen verteilt sind, was wie oben unter Punkt (ii) erwähnt auf einen ähnlichen Beitrag zur Gesamtverformung der interkolumnaren (IR) und kolumnaren Bereichen hindeutet. Die Ergebnisse der EBSD-Messungen deuten damit auf eine eher homogen verteilte Verformung hin, was im Gegensatz zu der ursprünglichen Hypothese eines Verbundwerkstoff-ähnlichen Verhaltens steht. Die Ursache der unterschiedlich aussehenden Bruchbilder (kolumnare vs. interkolumnare Bereiche) scheint also nicht mit dem Verformungsverhalten zusammenzuhängen und wird im Abschnitt 6.3.2.2 in Zusammenhang mit dem Schädigungsverhalten weiter diskutiert.

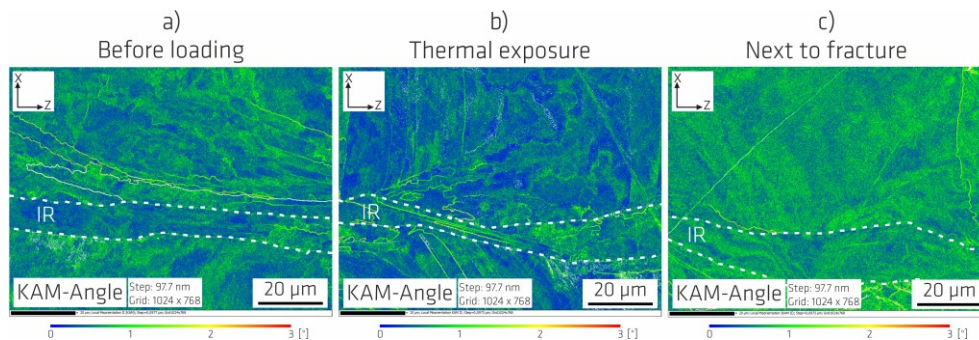


Abbildung 6-5. KAM-Winkelkarten zur Untersuchung des Verformungsverhalten beim Kriechen bei 600 °C / 225 MPa des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante (100 µm<sup>2</sup> x 75 µm<sup>2</sup>, 97,7 nm Pixelgröße). a) Ausgangszustand, b) Gewindebereich, c) Bereich in unmittelbarer Nähe des Bruchs. Z (horizontal liegend) entspricht der Last- und Aufbauichtung. IR: interkolumnarer Bereich.

### 6.3.2 Schädigungsverhalten

#### 6.3.2.1 LCF

Das Versagensbild unter LCF-Belastung wurde im Abschnitt 5.8.2 ausführlich charakterisiert. Im Gegensatz zur vorhandenen Literatur spielen Gasporosität, Bindefehler [14, 16] oder nichtleitende Ausscheidungen [104] keine entscheidende Rolle bei Rissinitiierung und -ausbreitung. Darüber hinaus ist bei der PBF-LB/M/316L-Variante das Versagensbild meist durch Bruchflächen mit ausgeprägter Topografie gekennzeichnet. Mehrfache Rissinitiierung und stufenartige Übergangsbereiche (TZs) wurden außerdem oft festgestellt. Die Rissbildung erfolgt bei beiden Materialvarianten bei allen Prüftemperaturen überwiegend auf der Probenoberfläche. Dies passiert bei Raumtemperatur überwiegend an Gleitbändern (häufiger bei der PBF-LB/M/316L-Variante als bei der HR/316L-Variante) oder mit ansteigender Prüftemperatur an den Korngrenzen (interkristalline Schädigung). Bei 600 °C spielen die Cr-, Mo- Verarmung an HAGBs und Oxidationsprozesse eine Rolle. Die Rissausbreitung ist bei beiden Werkstoffvarianten und allen Prüftemperaturen überwiegend transkristallin. Bei der PBF-LB/M/316L-Variante bei 600 °C gibt es aber auch Bereiche interkristalliner Rissausbreitung, insbesondere bei den niedrigsten Dehnungsschwingbreiten. In Übereinstimmung mit der Literatur [14, 16] sind die Übergangslbensdauer,  $N_T$ , bei der PBF-LB/M/316L-Variante kürzer im Vergleich zur HR/316L-Variante (siehe Abbildung 5-17a und b), was mit der höheren Dehngrenze und der geringeren Duktilität (siehe Abbildung 5-10) korreliert, wie von Chen et al. hervorgehoben wurde [16]. Die Hauptschädigungsmechanismen (mehrfache Rissbildung an Gleitbändern bei Raumtemperatur und interkristalline Rissbildung bei erhöhten Temperaturen) könnten daher in erster Linie mit der elastischen Komponente der Verformung zusammenhängen.

Im Folgenden wird zunächst der Zusammenhang zwischen ausgewählten Versagensmerkmalen und der Mikrostruktur diskutiert. Danach wird auf den Versagensablauf hinsichtlich der Mechanismen der Rissbildung und -ausbreitung eingegangen.

Insgesamt scheint das Versagensbild der PBF-LB/M/316L-Variante in ausgewählten Aspekten stark mit der hierarchischen Natur der Mikrostruktur zusammenzuhängen. Dies betrifft (i) die feinen bahnartigen Merkmale, feine stufenartige Streifen und Waben auf der Bruchfläche (siehe Abbildung 5-29, Abbildung 5-29f und Abbildung 5-29c), (ii) die Rissausbreitung, (iii) die stufenartigen Übergangsbereiche (TZs), (iv) die Querrisse und (v) das Auftreten mehrfacher Rissinitiierung.

Die feinen bahnartigen Merkmale, die neben Schwingstreifen in der Nähe von Rissinitiierungsstellen festzustellen sind (siehe Abbildung 5-29a, schwarze Pfeile) entstehen vermutlich aus der Wechselwirkung des Risses mit der gerichteten Zellstruktur, indem die Schwingstreifen in Richtung des Risswachstums unabhängig von der lokalen Orientierung der länglichen Zellen verlaufen. Die feinen stu-

fenartigen Streifen (siehe Abbildung 5-29f), welche sich bei der Rissausbreitung bilden und nicht unbedingt Schwingstreifen oder auffällige große Streifen [231] darstellen, sowie die sehr feinen Waben (Abbildung 5-29c) stehen vermutlich ebenfalls im Zusammenhang mit der gerichteten Zellstruktur. Wenn sich der Riss ausbreitet, interagiert er mit der gerichteten Zellstruktur. Die länglichen Zellen sind lokal unterschiedlich ausgerichtet. Wenn die Rissfront parallel zur Längsachse der gerichteten Zellen verläuft, bilden sich feine Streifen (allerdings keine Schwingstreifen) und, wenn sie senkrecht bzw. eher senkrecht dazu verläuft, bilden sich feine Waben. Weitere dedizierte fraktografische und metallographische Untersuchungen könnten diese Hypothesen bestätigen, waren im Rahmen dieser Arbeit aber nicht möglich.

Die stufenartigen Übergangsbereiche (TZs) und die Querrisse wurden bereits in der Literatur beobachtet (siehe Abschnitt 2.3.2) und als „in mehreren Ebenen verlaufende Risse“ bezeichnet. In der Studie von Chen et al. [16] wurde die Bildung von TZs, an denen der vorliegenden Studie nach vermutlich konkurrierend wachsende Risse zusammentreffen, mit der Kornmorphologie korreliert. Sie argumentierten, dass Risse bei ihrer Ausbreitung über die langgestreckten Körner klettern müssen. Die Tatsache, dass in der vorliegenden Studie diese Art der Rissausbreitung auch bei der HR/316L-Variante stattfindet, stellt diese Interpretation in Frage. Querrisse, welche an interkolumnaren Regionen und vor allem bei 600 °C festgestellt wurden, könnten entweder durch die lokale Orientierung der Gleitbänder bzw. der Korngrenzen oder durch die lokale Spannungskonzentration zwischen zwei vorhandenen Rissen an unterschiedlichen Positionen in Längsrichtung verursacht werden und ebenfalls zur Bildung von TZs beitragen. Diese Interpretation steht aktuellen Literaturberichten entgegen, wo sie auf Bindefehler, Poren oder Risse, die von Ebenen unterhalb der Bruchfläche ausgehen, zurückgeführt wurden [14, 16].

Die bei der PBF-LB/M/316L-Variante stattfindende mehrfache Rissinitiierung wurde bereits von anderen Autoren berichtet [14, 16, 104], und sowohl bei Raumtemperatur als auch bei Hochtemperatur hauptsächlich mit Porosität korreliert; bei Hochtemperatur aber auch mit Oxidationsprozessen. Der in dieser Arbeit untersuchte PBF-LB/M/316L-Werkstoff ist nahezu defektfrei (Porosität weniger als 0,01 %), was eine Bewertung der Mechanismen der Rissbildung ohne großen Einfluss von Porosität und Bindefehler ermöglicht. Die Rissbildung bei Raumtemperatur ist vorwiegend mit der Bildung von Gleitbändern, bei 600 °C mit interkristalliner Schädigung und bei 400 °C mit einer Mischung aus beiden Mechanismen verbunden und ihr Erscheinungsbild unterscheidet sich von dem der HR/316L-Variante, was auf eine Abhängigkeit von der Mikrostruktur und damit verbundenen Verformungsmechanismen (siehe Abschnitt 6.3.1.1) hindeutet. Bei der PBF-LB/M/316L-Variante können sich Gleitbänder vor allem bei Raumtemperatur und kleineren Dehnungsschwingbreiten offensichtlich einfacher bilden und sind im Probenvolumen eher homogen verteilt als bei der HR/316L-Variante. Mit ansteigender Prüftemperatur ist die Rissbildung an Korngrenzen relevanter und es entstehen weniger Gleitbänder. Da die Rissbildung an Korngrenzen bei 600 °C weniger oft als die Entstehung von und Rissbildung an Gleitbändern bei Raumtemperatur stattfindet ist die mehrfache Rissbildung bei 600 °C weniger ausgeprägt.

Der allgemeine Versagensablauf bei Ermüdungsbelastung wird z. B. in [265] erläutert und besteht im Allgemeinen aus (i) der Schädigung der Mikrostruktur in einer rissfreien Ermüdungsphase (Rissbildung), (ii) dem Stadium I bzw. Kurzrissausbreitung, bei dem eine exakte Trennung von Rissbildung und -ausbreitung eher nicht möglich ist und die Mikrostruktur einen großen Einfluss hat, (iii) dem Stadium II bzw. stabiler Langrissausbreitung und (iv) dem Versagen durch instabiles Risswachstum (Restbruch). Die durch die Versetzungsbewegung bestimmten Phänomene der Ver- oder Entfestigung finden oft während der Rissinitiierungs- und Kurzrissausbreitungsphasen (i bzw. ii) statt. Die Anteile der einzelnen Phasen an der Gesamtlebensdauer sind von der Bauteilgeometrie, Beanspruchungshöhe und Werkstoffzustand abhängig und es existiert in der Regel keine unmittelbare Korrelation mit dem Anteil der davon betroffenen Fläche an der Bruchfläche. Generell gilt aber, dass bei HCF der Rissbildungsvor-

gang einen Großteil der Gesamtlebensdauer einnimmt und bei LCF hingegen, wobei starke Plastifizierung auftritt, die Anrisse bereits nach wenigen Lastwechseln gebildet werden und die Lebensdauer dann durch die Rissausbreitungsphase bestimmt wird.

Der Stickstoffgehalt, die Stapelfehlerenergie (SFE), der E-Modul, und die Textur können die Rissbildung und -ausbreitung beeinflussen [47, 265]. Die Dehnungslokalisierung nimmt mit zunehmendem Stickstoffgehalt zu, was zu einer gleichzeitigen Zunahme der Dichte der Gleitbänder in Verbindung mit einer Abnahme des Abstands zwischen diesen führt [47]. Der höhere Stickstoffgehalt bei der PBF-LB/M/316L-Variante im Vergleich zur HR/316L-Variante (0,077 vs. 0,045 Gew.-%) könnte ein Grund für die einfachere Bildung von Gleitbändern bei der PBF-LB/M/316L-Variante gegenüber der HR/316L-Variante sein. Die höhere Stapelfehlerenergie (SFE) und der geringere E-Modul der PBF-LB/M/316L-Variante können die Rissbildung und Rissausbreitung begünstigen [265]. Der Effekt der Textur lässt sich anhand des theoretischen Schmid-Faktors der {111} (Gleit-)Ebene der kfz elementare Zellen einschätzen. Dabei kann die Textur der beiden Werkstoffvarianten berücksichtigt (siehe Polfiguren in Abbildung 5-3c) werden, indem man für die Bestimmung des Schmid-Faktors die Orientierung berücksichtigt, welche am häufigsten auf der Ebene senkrecht zur Aufbau- und Lastrichtung vorkommt. Also wird bei der HR/316L-Variante der Schmid-Faktor für  $\langle 001 \rangle$  Orientierungen und bei der PBF-LB/M/316L-Variante für die  $\langle 110 \rangle$  Orientierungen ermittelt. Daraus ergeben sich Schmid-Faktoren von ca. 0,47 für die HR/316L-Variante bzw. von ca. 0,43 für die PBF-LB/M/316L-Variante. Der Schmid-Faktor der PBF-LB/M/316L-Variante ist zwar geringer, dennoch ist die Textur insgesamt etwa doppelt so hoch, was für die einfachere Bildung von Gleitbänder spricht.

Der Gleitcharakter, welcher im Abschnitt 6.3.1.1 in Zusammenhang mit dem Verformungsverhalten behandelt wurde, kann ebenfalls die Anrissbildung und das Kurzrisswachstum beeinflussen [265]. Im Allgemeinen bleiben bei planarem Gleitcharakter die Versetzungen in der Gleitebene und die Anrisse breiten sich bevorzugt parallel zur Gleitebene aus. Bei welligem Gleitcharakter sind die Versetzungen nicht mehr streng an die Gleitebene gebunden und die Verformung kann daher homogener erfolgen, was die Bildung von zur Lastrichtung senkrechten Risse fördert. Die PBF-LB/M/316L-Variante hat bei Raumtemperatur einen eher planaren und bei 600 °C einen eher welligen Gleitcharakter (siehe Abschnitt 6.3.1.1). Dieser Wechsel des Gleitcharakters in Abhängigkeit von der Prüftemperatur stellt eine mögliche Erklärung für das reduzierte Auftreten von Gleitbändern bei Hochtemperatur dar. Daher erklärt sich zum Teil auch der entsprechend unterschiedliche Schädigungsmechanismus. Außerdem kann möglicherweise eine Porenbildung an Korngrenzen durch z. B. spannungskontrollierte Konzentration von Leerstellen oder Korngrenzengleiten stattfinden und zur Rissbildung beitragen, wodurch die Trennfestigkeit der Korngrenzen reduziert wird, siehe [265].

Die Rissausbreitung der PBF-LB/M/316L-Variante wurde anhand von metallographischen Schliffen weiter untersucht. Ausgewählte Ergebnisse dieser Studie sind in Abbildung 6-6 zu sehen. Abbildung 6-6a bis c zeigen Ergebnisse der bei Raumtemperatur und Abbildung 6-6d bis f der bei 600 °C geprüften und nachuntersuchten PBF-LB/M/316L-Proben. Beide Proben wurden bei 1,6 % Dehnungsschwingbreite geprüft. Es werden REM-RE-Abbildungen (a, d), Phasenkarten (b, e) und Kornverteilungskarten (c, f) dargestellt. Bei den REM-RE-Abbildungen sind Nebenrisse mit Verzweigungen (schwarz) zu erkennen. Bei der bei Raumtemperatur geprüften Probe liegt die untersuchte Region in der Messlänge und bei der bei 600 °C geprüften Probe an der Bruchfläche.



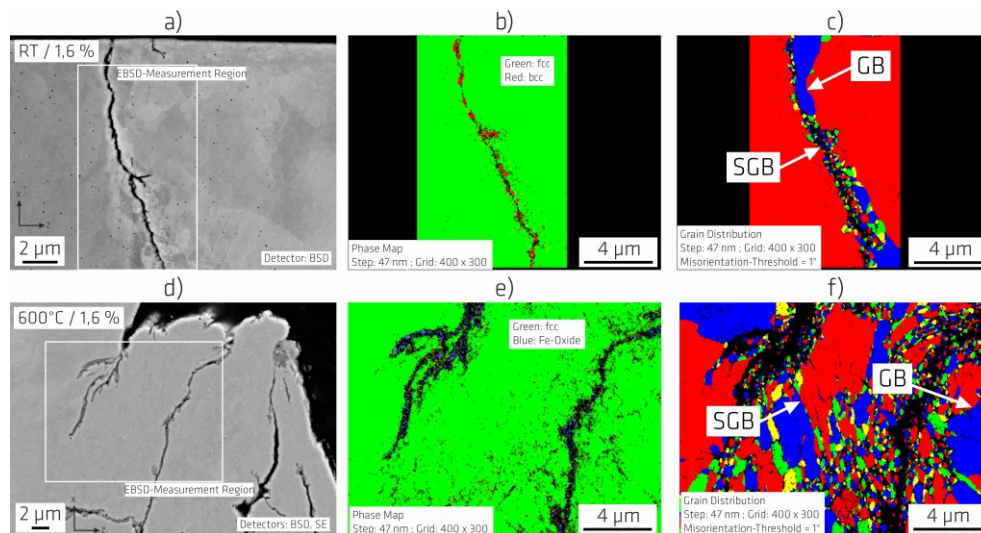


Abbildung 6-6. Rissausbreitung beim HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante. a), b) und c) Raumtemperatur. d), e), und f) 600 °C. a), d) REM-RE-Abbildungen, b), e) Phasenkarten. c), f) Kornverteilungskarten.

In den Phasenkarten (Abbildung 6-6b und e) konnten bei der bei Raumtemperatur geprüften Probe (Abbildung 6-6b) die krz-Kristallstruktur (rot) und bei der bei 600 °C geprüften Probe  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  Eisenoxid (blau) indiziert werden. Bei den roten krz-Stellen handelt es sich vermutlich um Martensit, welcher sich in Zusammenhang mit der Rissausbreitung durch die Spannungsüberhöhung an der Risspitze gebildet hat. Die verformungsinduzierte Bildung von Martensit ist bei der konventionell hergestellten 316L-Variante ein aus der Literatur bekanntes Phänomen [43]. Austenitische Stähle sind metastabil und ihre  $\gamma \rightarrow \alpha'$  Phasenumwandlung durch mechanische Verformung findet im Temperaturbereich  $M_s - M_d$  statt, wobei  $M_s$  die Martensitumwandlungstemperatur beim Abkühlen und  $M_d$  die maximale Temperatur ist, bei der die Umwandlung durch mechanische Belastung induziert werden kann (100 °C laut Baudry und Pineau für Fe-18Cr-6,5Ni-0,19C nichtrostenden Stahl [266]) [25, 43, 266, 267]. Es liegt die Vermutung nahe, dass die Bildung von verformungsinduziertem Martensit bei der PBF-LB/M/316L-Variante zu zwei konkurrierenden Effekten führt. Einerseits bewirkt sie eine lokale Versprödung an der Risspitze, wodurch die Rissausbreitung gefördert wird und andererseits eine Hemmung der Rissausbreitung durch ein Riss schließen, das durch eine aufgrund der Phasenumwandlung verursachte Volumenänderung zustande kommt. Dieses Ergebnis deckt sich mit dem Ergebnis von Ganesh et al. [268], die bei Rissfortschrittversuchen an PBF-LB/M/316L ebenfalls Martensit an der Risspitze festgestellt haben. Schließlich wurde in der vorliegenden Studie kein Martensit im Volumen festgestellt, sondern nur in der Nähe des Risses, was die Argumentation von Yu et al. [104] unterstützt, dass die Bildung von verformungsinduziertem Martensit aufgrund des Zusammensetzungsunterschieds und der Zellstruktur unterdrückt wird. Deshalb wird angenommen, dass ausschließlich die Rissausbreitung und nicht das Wechselverformungsverhalten von der Martensitbildung beeinflusst wird. Bei 600 °C stimmt der Nachweis von  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  Eisenoxid an der untersuchten Probe (Abbildung 6-6e) mit den Beobachtungen auf den Mantel- und Bruchflächen überein (siehe Abbildung 5-30b) und bestätigt, dass in Abwesenheit von Rissinitiierung an Defekten die Oxidation eine entscheidende Rolle bei der Rissausbreitung bei dieser Temperatur spielt. Wie in dem Fall bei Raumtemperatur bei der Martensitbildung bewirkt die Oxidation zwei konkurrierende Effekte. Diese sind in diesem Fall ein Riss schließeffekt aufgrund des zusätzlich entstehenden Materials und eine Begünstigung der Rissausbreitung durch Versprödung an der Risspitze.

Anhand der Kornverteilungskarten (engl. *Grain Maps*) in Abbildung 6-6c und f) wurde die Subkorn-Struktur untersucht. Abbildung 6-6c entspricht der Untersuchung der bei Raumtemperatur ge-

prüften Probe und Abbildung 6-6f der bei 600 °C geprüften Probe. Der Grenzwert für den Missorientierungswinkel beträgt 1°, so dass Subkorn Grenzen erfasst werden (siehe Abschnitt 5.1.1). Die Farbgebung dient nur zur getrennten Darstellung von Körnern und ist unabhängig von Phasen, Korngröße oder Orientierung. In beiden Fällen zeigt sich, dass es in der Nähe der Risspfade viele Subkorn Grenzen (SGB) gibt. Die Rissausbreitung korreliert also mit der Entstehung von Subkorn Grenzen und insgesamt scheinen sich während der Rissausbreitung sowohl bei Raumtemperatur als auch bei 600 °C zusätzliche Subkörner zu bilden. Soweit dem Autor bekannt ist, wurde über die Bildung von Subkörnern in Verbindung mit der Rissausbreitung bei LCF-Belastung an metallischen Werkstoffen bisher noch nicht berichtet. Nichtsdestotrotz gibt es Phänomene, welche mit einer ähnlichen Entwicklung der Mikrostruktur verbunden sind und Hinweise auf den zugrundeliegenden Mechanismus liefern können. In [269-271] wird über Mikrokristallisation (engl. *micro-recrystallization*) bei Hochtemperaturverformung von 316LN berichtet. Die Mikrokristallisation findet während der plastischen Verformung bei Zugbelastung bei hoher Temperatur statt und nimmt mit ansteigender Verformung, Prüftemperatur und Dehnrate zu. Dabei werden Subkörner durch Polygonisation von Versetzungen gebildet [270]. In [272, 273] wird über die Subkornbildung bei einem ferritischen Stahl bei Ermüdungsbelastung berichtet und als ein „aktiver Rissverhinderungsmechanismus“ bezeichnet. Die Mikrokristallisation bzw. Subkornbildung kann ebenfalls zwei konkurrierende Effekte bewirken. Auf der einen Seite fördert sie das Risswachstum, denn die plastische Zone an der Risspitze ist über mehrere Körner verteilt und homogenisiert daher zunehmend die Gleitverteilung. Auf der anderen Seite erzeugen die dadurch gebildeten Korn- und Subkorn Grenzen eine lokale Verstärkungswirkung, welche die treibende Kraft des Risswachstums zerstreut, was zum Bremsen des Risswachstums und zu Rissverzweigungen führt [269, 273]. Bei VHCF-Belastung (engl. *Very-High-Cycle-Fatigue*) bildet sich bekanntlich eine feinkörnige Zone in der Regel an Einschlüssen [274]. Die Bildung dieser Zone beginnt in der frühen Phase der Ermüdungslebensdauer [275] und nimmt den größten Teil der Gesamtlebensdauer ein. Zu den möglichen Bildungsmechanismen gehören Polygonisation an Einschlüssen, an denen viele feine Subkörner (LAGBs) mit unterschiedlichen Kristallorientierungen entstehen können [276] und kontinuierliche Kornfeinung (HAGBs) stattfinden kann [277].

### 6.3.2.2 Kriechen

Nach allgemeinem Verständnis bestimmt der Kriechschädigungsmechanismus die sekundären und tertiären Kriechphasen [278]. In der Tat können während des sekundären Kriechens bereits die Mechanismen auftreten, die zur Bildung von Schädigung führen und das Einsetzen des tertiären Kriechens verursachen. Das Einsetzen des tertiären Kriechens stellt den Beginn der Bedingungen dar, die zum Bruch führen, und ist ein Anzeichen dafür, dass sich langsam aber kontinuierlich Hohlräume oder Risse im Material bilden [279]. Die Mikrorisse, die vor allem in den kolumnaren Bereichen vorhanden sind, spielen eine wichtige Rolle für das meist interkristalline Versagen der PBF-LB/M/316L-Variante, wie aus den Bruchflächen und metallographischen Schlifften in Abbildung 5-32, Abbildung 5-33 und Abbildung 5-34 ersichtlich ist. Die duktilen Brucheigenschaften in den interkolumnaren Bereichen (siehe Abbildung 5-33) tragen in geringerem Maß dazu bei. Somit bestimmen die Mikrorisse vermutlich die Dauer des tertiären Kriechens (Abbildung 5-21c) und teilweise auch die geringere Duktilität dieser Legierung im Vergleich zur HR/316L-Variante (Abbildung 5-19a). Weitere Ergebnisse und Diskussionen zu dieser Hypothese beziehen sich auf das Verformungsverhalten und wurden daher im Abschnitt 6.3.1.2 ausführlich behandelt.

In den folgenden Absätzen werden zunächst die Art der Schädigung der beiden untersuchten Materialien und anschließend die verschiedenen Faktoren oder Mechanismen erörtert, die zur Bildung der Mikrorisse bei der PBF-LB/M/316L-Variante beitragen können.

Die Kriechschädigung des untersuchten HT450-Prüfkörpers ist durch die in Abbildung 5-32 und Abbildung 5-34 dargestellten interkristallinen Mikrorisse gekennzeichnet, die sich entlang der Korn Grenzen entwickeln. Der endgültige Bruch ist insgesamt hauptsächlich interkristallin. Diese Ergebnisse stehen

im Gegensatz zu den Ergebnissen von Williams et al. [119] und stimmen mit der Arbeit von Li et al. [178] überein, wenn man die unterschiedlichen Kornmorphologien außer Acht lässt. In der in der vorliegenden Studie untersuchten nahezu defektfreien PBF-LB/M/316L-Variante (Porosität unter 0,01 %) haben Gasporen keine Rolle für das Kriechschädigungsverhalten gespielt und nicht mit der Mikrorissbildung interagiert oder diese verstärkt. Weitere Details hierzu sind in [217] zu finden. Dies ermöglichte es, das Gefüge in Richtung des Kriechschädigungsverhaltens ohne Berücksichtigung von Porosität und Bundefehler zu bewerten. Die in Abbildung 5-32 und Abbildung 5-34 dargestellten XCT- und Lichtmikroskopie-Ergebnisse zeigen, dass die Mikrorisse bei dem PBF-LB/M/316L-Prüfkörper hauptsächlich an den Korngrenzen auftreten, die entweder 45° zur Belastungsrichtung, dem theoretischen Bereich maximaler Schubspannung, oder senkrecht dazu ausgerichtet sind. Dies unterscheidet sich geringfügig von den Ergebnissen von Williams et al. [119], wo Kriechschädigung an Korngrenzen beobachtet wurde, die sowohl senkrecht als auch nahezu parallel zur Aufbaurichtung orientiert waren. Im Gegensatz zum PBF-LB/M/316L-Prüfkörper ist der untersuchte HR/316L-Prüfkörper durch einen duktilen transkristallinen Bruch gekennzeichnet, der für Kriechversuche bei hohen Prüfspannungen nahe der Warmzugfestigkeit typisch ist [264], und der Bruch erfolgt mit deutlicher Einschnürung.

Die große Anzahl ungünstig orientierter Korngrenzen ist offensichtlich einer der Aspekte, die die interkristalline Kriechschädigung der PBF-LB/M/316L-Variante beschleunigen können, da die ungünstige Orientierung der Korngrenzen bekanntermaßen das Kriechschädigungsverhalten beeinträchtigt [53]. Wie aus Abbildung 5-1 und Abbildung 5-35 hervorgeht, weist jedoch auch die HR/316L-Variante einen großen Anteil an ungünstig orientierten Korngrenzen auf und hat dennoch eine deutlich geringere interkristalline Kriechschädigung. Unterschiedliche Kriechverformungs- und Kriechschädigungsmechanismen könnten zur Erklärung beitragen: Wie aus den Ergebnissen der Kriechversuche (siehe Tabelle F1 im Anhang F, Abbildung 5-18, Abbildung 5-22) ersichtlich ist, kann sich die HR/316L-Variante bei der Kriechbeanspruchung stärker verformen, da sie im Ausgangszustand über ein höheres Verfestigungsvermögen verfügt, wie im Abschnitt 6.3.1.2 erörtert wurde. Außerdem bilden sich im Gegensatz zur PBF-LB/M/316L-Variante keine Mikrorisse an den Korngrenzen (siehe Abbildung 5-35 vs. Abbildung 5-34), so dass sich die Körner vor dem Versagen stärker verformen können.

Zusätzlich zu den ungünstig orientierten Körnern könnte das Auftreten der Ausscheidungen, vermutlich Karbide vom Typ  $M_{23}C_6$ , und die damit verbundene Cr- und Mo-Verarmung, wie in Abbildung 5-38 (im Abschnitt 5.9.1.1) zu sehen ist, ein Prozess sein, der die Korngrenzen schwächt und somit ein weiterer auslösender und beschleunigender Faktor für die interkristalline Kriechschädigung ist. In der Tat gelten Korngrenzenausscheidungen als die bei weitem wichtigsten Rissbildungsstellen beim Kriechen von kriechfesten Legierungen [280]. Abgesehen vom Vorhandensein der Ausscheidungen an sich, können ihre verschiedenen Verteilungen das unterschiedliche Kriechschädigungsverhalten der beiden Werkstoffvarianten verursachen. So wurde berichtet, dass bei der Bildung von Karbiden in austenitischen nichtrostenden Stählen deren Dichte und der maximale Abstand zwischen ihnen eine Rolle für die verursachten Schäden spielen können [281]. In dieser Studie befanden sich die Ausscheidungen bei der PBF-LB/M/316L-Variante hauptsächlich an den Korngrenzen und waren im Allgemeinen viel kleiner und häufiger zu sehen als bei der HR/316L-Variante.

Die kleinen Hohlräume, die gelegentlich entlang der Korngrenzen im As-Built- und HT450-Zustand (siehe Abbildung 5-3d) und häufiger in den gebrochenen Prüfkörpern in der Nähe der Risspitzen und an den Korngrenzen (siehe Abbildung 5-38) beobachtet wurden, könnten ebenfalls eine Rolle bei der Rissbildung spielen. Bei diesen kleinen Hohlräumen kann es sich entweder um Gasporen (im Fall von Abbildung 5-3d) handeln, die als Rissinitiierungsstellen fungieren können, oder um runde Mikrorisse (r-Typ,  $r = \text{round}$ ) oder Hohlräume in verschiedenen Entstehungszuständen (im Fall von Abbildung 5-38). Die Bildung von Mikrorissen des r-Typs wird üblicherweise bei interkristallinen Kriechschädigung-

gen beobachtet [53, 282]. Diese Hohlräume können sich entweder durch die Ansammlung von Leerstellen unter einer effektiven Zugspannung oder durch eine Änderung der Bindungszustände im Material bilden [261, 283].

Neben Mikrorissen des *r*-Typs werden bei interkristalliner Kriechschädigung in der Regel auch Mikrorisse des *w*-Typs (*w* = *wedge*) beobachtet [53, 282] und ihre Entstehung könnte möglicherweise auch zur Bildung der bei der PBF-LB/M/316L-Variante beobachteten Mikrorisse beitragen. Die Relativbewegungen der Körner entlang ihrer Korngrenzen verursachen Spannungskonzentrationen an Korngrenzentrampelpunkten, Korngrenzstufen und Korngrenzpartikeln [53]. Wenn diese Spannungen im Kornvolumen nicht oder nur unvollständig abgebaut werden, kommt es an diesen Stellen zur Rissbildung.

Ein weiterer Aspekt, der zur Kriechschädigung beiträgt, sind die Versetzungssubstruktur und die mit der Zellstruktur verbundenen Mikroseggregationen (Abbildung 5-2), welche zumindest im Zustand der Unterbrechung bei der minimalen Kriechrate noch vorhanden sind (siehe Abbildung 5-40). Die post-mortem Untersuchungen in Abbildung 5-39 haben gezeigt, dass die Mikroseggregationen an den Zellgrenzen auch nach den Kriechversuchen vorhanden sind. Obwohl die Versetzungssubstruktur nach dem Kriechen in der vorliegenden Arbeit nicht untersucht wurde, ist ihre Existenz wahrscheinlich, da Li et al. [178] ihre Existenz nach Kriechversuchen bei 550 °C und 650 °C nachgewiesen haben. Die Versetzungsstruktur ähnelt einem quasi-vorverformten Zustand bei der PBF-LB/M/316L-Variante. Diesbezüglich wird in der Literatur [53] berichtet, dass eine Vorverformung bei Raumtemperatur die Bildung von Kriechschädigung begünstigt und der Anzahl an Hohlräumen erhöht. Die Mikroseggregation von Cr und Mo entlang der Zellwände kann den Ausscheidungsprozess an den Korngrenzen der PBF-LB/M/316L-Variante im Vergleich zur HR/316L-Variante möglicherweise beschleunigen, beispielsweise wenn sich eine hohe Konzentration von Zellwänden zufällig in der Nähe oder genau an einer Korngrenze befindet. Sollte die Zellstruktur tatsächlich ein Faktor sein, der zur Kriechschädigung beiträgt, könnten die sehr kleinen Waben auf den interkristallinen Bereichen der Bruchflächen der Korngrenzen (Abbildung 5-33) damit in Verbindung stehen. Detaillierte TEM- und REM-Untersuchungen sollten helfen, diese Hypothese in weiteren Studien zu klären.

Das Kriechverformungsverhalten kann sich auf das Kriechschädigungsverhalten auswirken. Eine unterschiedlich starke Kriechverformung in kolumnaren und interkolumnaren Bereichen könnte das Auftreten von Mikrorissen an den Korngrenzen in den beispielsweise weniger stark verformten kolumnaren Bereichen beschleunigen. Die im Abschnitt 6.3.1.2 dargestellten Ergebnisse aus weiterführenden EBSD-Untersuchungen deuten jedoch auf eine eher homogene Verformung hin. Wenn dies der Fall ist, könnte das Auftreten von Rissen eher rasch gegen Ende der Kriechversuche stattfinden, was bedeuten würde, dass sie nicht wesentlich zur Gesamtkriechdehnung beitragen. Diese letzte Hypothese steht im Einklang mit den Ergebnissen von Ulbricht et al. [217], bei denen beim selben Werkstoff dieser Arbeit nach einer Unterbrechung während der tertiären Kriechphase keine Mikrorisse festgestellt wurden. Weitere XCT-Untersuchungen sind notwendig, um den zeitlichen Verlauf der Entwicklung der Mikrorisse zu erklären.

Schließlich scheint die Ursache der unterschiedlich aussehenden Bruchbilder (kolumnare vs. interkolumnare Bereiche) nicht mit dem Verformungsverhalten zusammenzuhängen und bei ähnlicher Temperatur unabhängig von Verformungsmechanismus und Belastungsart zu sein. Die in Abbildung 5-30 dargestellten Ergebnisse des bei 600 °C / 0,4 % durchgeführten LCF-Versuchs unterstützen dies, da die Bruchfläche in Abbildung 5-30c und d neben den Merkmalen des Ermüdungsversagens auch Bereiche enthält, die dem Kriechversagen in Abbildung 5-33 ähneln. Daher liegt die Vermutung nahe, dass dieses Versagensbild unabhängig von der Belastungsart und dem entsprechenden Verformungsmechanismus durch die Temperatur und die Dauer der Prüfung, die lokale Ausrichtung der Zellstruktur, den Einfluss der Bildung von Ausscheidungen und der damit verbundenen Cr- und Mo-Verarmung an den Korngrenzen hervorgerufen werden könnte.

## 6.4 Effekt der Wärmebehandlung bei 900 °C/1 h

### 6.4.1 Mikrostruktur und Zugversuchsverhalten bei Raumtemperatur

Aus mikrostruktureller Sicht ist die wichtigste Auswirkung der Wärmebehandlung bei 900 °C / 1 h (HT900-Wärmebehandlung) diejenige auf die Zellstruktur (Abbildung 5-2, Abbildung 5-6). Es gab keine signifikanten Veränderungen in der Textur oder Kornmorphologie. Die HT900-Wärmebehandlung hat eindeutig zu einem Stabilitätsverlust, aber nicht zu einer vollständigen Auflösung der Zellstruktur geführt (siehe Abbildung 5-5). Der Stabilitätsverlust war evident bei der Veränderung der Versetzungsstruktur und der Auflösung der Mikroseggregationen an den Zellwänden. Die Versetzungsdichte scheint dadurch auch abgenommen zu haben. Dieses Ergebnis stimmt im Allgemeinen mit den Erkenntnissen aus der Literatur überein [65, 69, 97, 181] (siehe auch Abbildung 2-2). Die beobachtete Auflösung der Mikroseggregationen und die Teilauflösung der Schmelzbadgrenzen bestätigt die Argumentation von Ronneberg et al. [83], die darauf hingewiesen haben, dass sich beide in einem ähnlichen Temperaturbereich der Wärmebehandlung auflösen, was als plausibel erachtet wird, da es sich um chemische Seigerungen handelt. Die Cr-, Mo-reichen Ausscheidungen an den HAGBs in Abbildung 5-4f ähneln den Ergebnissen von Dryepondt et al. nach 800 °C / 5 h Glühung [32] und aufgrund der EDX-Ergebnisse (siehe Abbildung 5-4) könnte es sich um  $\sigma$ - oder  $\chi$ -Phase handeln, siehe Tabelle 2-1, was mit den Ergebnissen von Yin et al. [70] übereinstimmen würde. Die Bildung der  $\sigma$ - bzw.  $\chi$ -Phase könnte mit dem Verschwinden der im HT450-Zustand beobachteten kleinen Hohlräume/Cr-reichen Ausscheidungen zusammenhängen (siehe Abbildung 5-3e). Als Grund für den 86 % Abbau der Eigenspannungen wird in Übereinstimmung mit Sprengel et al. [115] der Stabilitätsverlust der gerichteten Zellstruktur vermutet.

Mit der Veränderung der Mikrostruktur haben sich auch die Zugversuchskennwerte und die Härte verändert. Abbildung 5-11d stellt einen Vergleich zu aktuellen Literaturwerten dar. Dabei wurden Wärmebehandlungstemperaturen zwischen 800 °C und 1050 °C berücksichtigt. Bei der 0,2 % Dehngrenze besteht eine gute Übereinstimmung mit den Literaturwerten [97, 135]. Bei der Zugfestigkeit wurden keine Vergleichswerte gefunden. Bei der Bruchdehnung (nicht im Diagramm gezeigt) stimmt der Mittelwert dieser Arbeit (67 %) mit ausgewählten Literaturwerten [32, 79] überein. Die Abnahme der Härte nach der HT900-Wärmebehandlung stimmt ebenfalls mit aktuellen Literaturerkenntnissen überein (siehe Abschnitt 2.4.2).

Die 0,2 % Dehngrenze ist im Vergleich zum HT450-Zustand um 23 % geringer, blieb aber immer noch 1,5x höher als beim HR-Zustand. Die Zugfestigkeit hat um etwa 4 % und die Härte um etwa 7 % abgenommen. Da die Zellstruktur den Hauptbeitrag zur Festigkeit von PBF-LB/M/316L leistet (siehe Abschnitte 2.3.1 und 2.4.2), kann davon ausgegangen werden, dass die Abnahmen der 0,2 % Dehngrenze und der Härte vor allem auf deren Veränderung zurückzuführen sind. Das vermehrte Auftreten von Partikeln hat aber parallel auch einen festigkeitssteigernden Effekt.

Die Abnahme der Zugfestigkeit könnte auch mit der höheren gleichmäßigen Dehnung zusammenhängen, wie in [65] diskutiert. Der Verfestigungsquotient (siehe Abbildung 5-11b) ist gestiegen, nicht aber genug, um die gleiche Zugfestigkeit wie vor der HT900-Wärmebehandlung oder bei der HR/316L-Variante zu erreichen. Die langsamere Entwicklung der Verfestigungsrate,  $dR/de$ , gegen Null spiegelt sich in einer höheren gesamten Extensometer-Dehnung bei Höchstkraft,  $A_{gt}$ , im Vergleich zum HT450-Zustand wider und bestätigt, dass das nahezu ideale plastische Verhalten der As-Built und HT450-Zustände nicht mit der Porosität [284], die durch die Wärmebehandlung nicht beeinflusst wird, sondern mit mikrostrukturellen Vorgängen zusammenhängt. Diese mikrostrukturellen Vorgänge sind bekannt und wurden in [56] berichtet. Dabei spielen Versetzungsgleiten, Verformungszwillinge und die gerichtete Zellstruktur, welche maßgeblich durch die HT900-Wärmebehandlung verändert wurde, die ent-

scheidende Rolle. Voisin et al. [65] haben darüber hinaus argumentiert, dass die Änderungen der Verfestigungsrate mit (i) niedrigeren Versetzungskeimbildungsraten, wahrscheinlich aufgrund der bereits vorhandenen hohen Versetzungsdichte und (ii) Eigenspannungen zusammenhängen.

Die Bruchdehnung und Brucheinschnürung wurden in Übereinstimmung mit der Mehrheit der Literaturergebnisse trotz der Änderungen auf das Verfestigungsverhalten kaum von der HT900-Wärmebehandlung beeinflusst. Dass aber  $A_{gt}$  zugenommen hat, deutet auf ein beschleunigtes Versagensverhalten im Vergleich zum HT450-Zustand hin. Dabei könnten die Cr-, Mo-reiche Ausscheidungen an den HAGBs (vermutlich  $\sigma$ - oder  $\chi$ -Phase) in Abbildung 5-4f eine Rolle spielen.

#### 6.4.2 Kriechverhalten

Zusätzlich zum Effekt auf die Mikrostruktur, die Härte und das Verhalten im Zugversuch bei Raumtemperatur wurde in der vorliegenden Studie der Effekt der HT900-Wärmebehandlung auf das Kriechverhalten bei 600 °C / 225 MPa untersucht (siehe 5.6.3). Zusammengefasst hat die HT900-Wärmebehandlung längere sekundäre und tertiäre Kriechstadien und eine geringfügig kürzere primäre Kriechphase bewirkt.  $t_1$  und  $t_2$  sind weiterhin deutlich kleiner im Vergleich zu  $t_3$  geblieben (Abbildung 5-21) und die Kriechdehnung,  $e_f$ , hat sich signifikant erhöht, wobei die Kriechdehnung bei minimaler Kriechrate,  $e_f$  bei  $\dot{e}_s$ , nahezu unverändert geblieben ist (siehe Abbildung 5-22 und Abbildung 5-23a) und der Hauptbeitrag zur Änderung der Kriechdehnung aus der tertiären Kriechphase,  $e_{f,3}$ , kommt. Die minimale Kriechrate hat um ca. Faktor 1,4 und die Bruchzeit um ca. Faktor 2,5 zugenommen. Aus der Perspektive der Anwendbarkeit ist die nahezu unveränderte Kriechdehnung bei minimaler Kriechrate bei vergleichbarer minimaler Kriechrate vorteilhaft, denn kriechkritische Bauteile sollten in der Regel möglichst wenig plastisch verformt werden. Die längeren sekundären und tertiären Kriechstadien sowie die erhöhte Kriechdehnung in der tertiären Kriechphase können vorteilhaft sein, weil sie die Wahrscheinlichkeit eines plötzlichen Bauteilversagens verringern und dadurch längere Instandhaltungsintervalle geplant werden können.

Die Bruchzeiten des HT450-Zustands dieser Studie sind im Vergleich zum Ausgangszustand in [178] ähnlich (Abbildung 6-2). Die minimale Kriechrate (Abbildung 6-3) sowie die Kriechdehnung sind geringer. Dieselben Autoren haben den Effekt der Wärmebehandlung bei 550 °C / 275 MPa auf das Kriechverhalten von PBF-LB/M/316L untersucht [69] und bis dato ist diese die einzige Studie, die zu dem Thema veröffentlicht wurde. Wegen der unterschiedlichen Prüfparameter ist ein direkter Vergleich der Kennwerte nach der Wärmebehandlung aus der Studie von Li et al. [69] mit denen aus dieser Studie nicht möglich. Stattdessen wird im Folgenden ein Vergleich der Änderung dieser Kennwerte dargestellt. Dafür werden die Daten von Li et al. [69] aus Wärmebehandlungen bei 900 °C / 1h und 1050 °C / 1h berücksichtigt. In der zitierten Studie und im Gegensatz zu der vorliegenden Studie, bei der die HT900-Wärmebehandlung an dem HT450-Zustand erfolgte, wurden die Wärmebehandlungen an dem As-Built-Zustand durchgeführt. Bei 1050 °C war in der zitierten Studie die gerichtete Zellstruktur komplett aufgelöst.

Die vergleichende Auswertung hinsichtlich der Kriechdehnung und der Bruchzeit mit den Literaturdaten wird anhand Abbildung 6-7 durchgeführt. Dabei werden in Abbildung 6-7a bis d die Bruchzeit,  $t_u$ , die Dauer der einzelnen Kriechstadien,  $t_1, t_2, t_3$ , die Kriechdehnung,  $e_f$ , die bei den einzelnen Kriechstadien entwickelten Dehnungen,  $e_{f,1}, e_{f,2}, e_{f,3}$ , und die Kennwerte bis zum Einsetzen des tertiären Kriechens,  $t_1 + t_2$  bzw.  $e_{f,1} + e_{f,2}$ , berücksichtigt. Sowohl die absolute (Abbildung 6-7a und c) als auch die relative (Abbildung 6-7b und d) Änderung dieser Kennwerte werden dargestellt. Bei den relativen Werten wird jeweils auf die Kennwerte des Zustands vor der interessierenden Wärmebehandlung normiert. Die 1,0 Werte der y-Achse entsprechen entweder Raumtemperatur bei den Daten von Li et al. [69] (900 °C- und 1050 °C-Wärmebehandlungen an As-Built-Zustand) oder 450 °C bei denen der vorliegenden Studie, in der die HT900-Wärmebehandlung an dem HT450-

Zustand durchgeführt wurde. In Abbildung 6-7e und f wird für jede untersuchte Werkstoffvariante und Kombination von Prüfparametern die prozentuale Verteilung der Komponenten der Dauer der Kriechphasen sowie der darin entwickelten Dehnungen in Bezug auf  $t_u$  (Abbildung 6-7e) bzw.  $e_f$ . (Abbildung 6-7f) dargestellt.

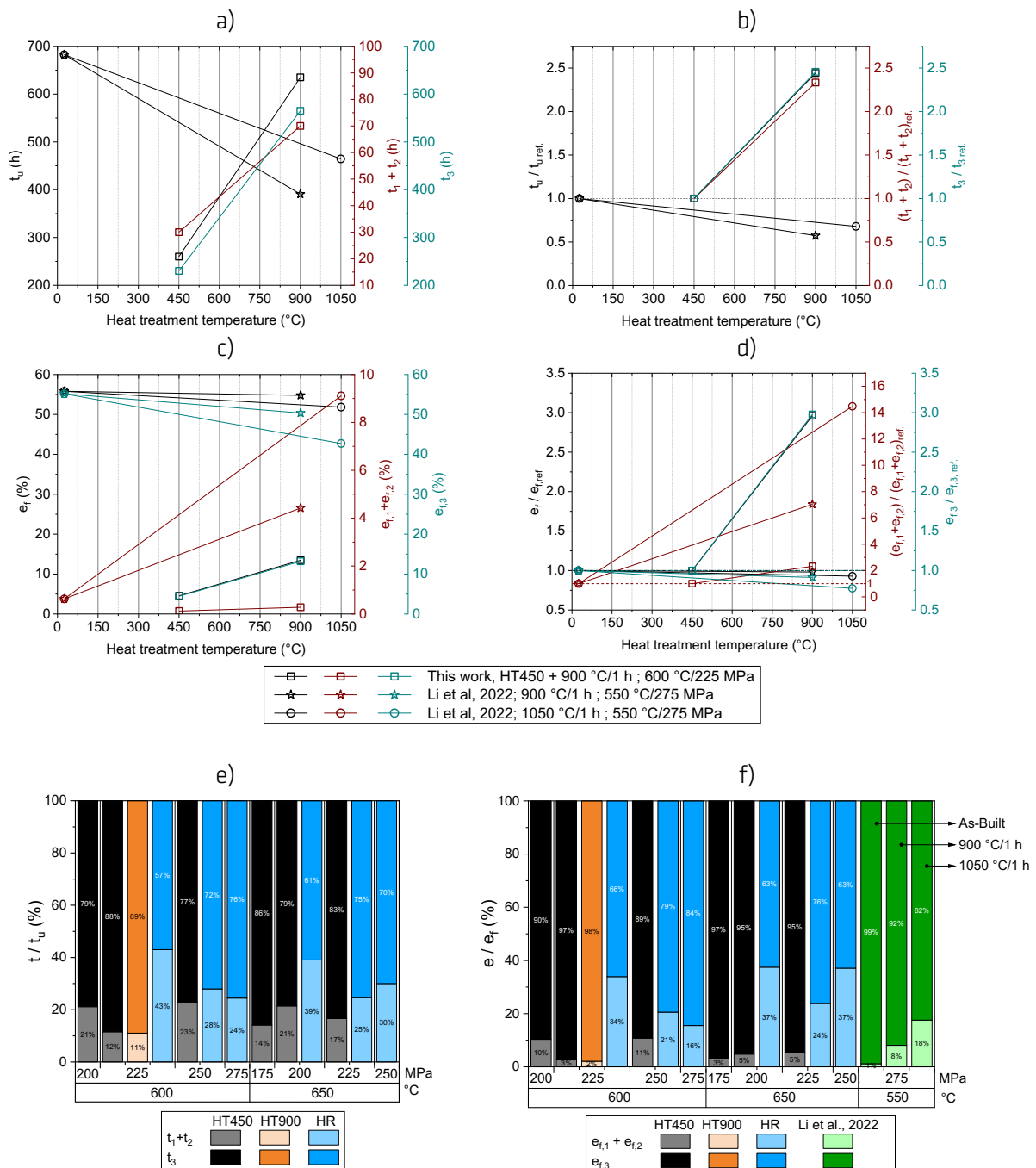


Abbildung 6-7. Entwicklung der a), b) Bruchzeiten und Dauer der entsprechenden Kriechstadien sowie der c), d) Kriechdehnung und deren Anteile an den entsprechenden Kriechstadien nach der HT900-Wärmebehandlung. In b) und d) werden die Diagramme in normalisierten Koordinaten dargestellt. e), f) Prozentuale Verteilung der Komponenten der Dauer der Kriechphasen sowie der darin entwickelten Dehnungen für beide Zustände (HT450; HT900) der PBF-LB/M/316L-Variante und die HR/316L-Variante in Bezug auf e)  $t_u$  bzw. f)  $e_f$ . In f) wurden die Ergebnisse aus Li et al. [69] mit einbezogen.

Während in [69] (Kreise und Sterne) beide Wärmebehandlungen zu einer Abnahme der Kriechbruchzeit um ca. Faktor 0,5 (Abbildung 6-7a und b) geführt haben, bewirkt die HT900-

Wärmebehandlung in der vorliegenden Studie (Rechtecke) eine Zunahme um ca. Faktor 2,5. Darüber hinaus ist ersichtlich, dass in dieser Studie relativ gesehen  $t_3$  und  $t_1 + t_2$  in ähnlichem Maß zum Anstieg von  $t_u$  (schwarz) beitragen, wobei der Anstieg von  $t_3$  (zyanfarbig) leicht höher ist. Bei Li et al. [69] liegen dazu keine Vergleichsdaten vor. Die Kriechdehnung,  $e_f$  (siehe Abbildung 6-7c und d), nimmt bei der vorliegenden Arbeit (Rechtecke) nach der HT900-Wärmebehandlung um ca. Faktor 3 zu (schwarze Linie in Abbildung 6-7b, rechts, linke Achse) und diese Zunahme ist hauptsächlich auf den Anstieg (um ca. Faktor 3) von  $e_{f,3}$  zurückzuführen.  $e_{f,1} + e_{f,2}$  ist ebenfalls um etwa Faktor 2 gestiegen, hat sich aber absolut vergleichsweise wenig verändert. Im Gegensatz dazu besteht in der Arbeit von Li et al. [69] (Kreise und Sterne) nach den betrachteten Wärmebehandlungen trotz des > 7-fachen Anstiegs von  $e_{f,1} + e_{f,2}$  (dunkelrot, Abbildung 6-7d) eine leichte Abnahme von  $e_f$  (schwarz). Diese ist aber weiterhin primär auf die Abnahme von  $e_{f,3}$  zurückzuführen. Bei beiden Arbeiten ist also  $e_{f,3}$  der Hauptfaktor für die Veränderung von  $e_f$ , aber die Änderung geschieht in entgegengesetzter Richtung. In Zusammenhang mit den zuvor erwähnten Änderungen der Kriechdehnungen macht Abbildung 6-7e sichtbar, dass in der vorliegenden Studie und im wesentlichen Unterschied zu den Ergebnissen der zitierten Studie [69] die Wärmebehandlung das Einsetzen des tertiären Kriechens bezüglich der entwickelten Kriechdehnung nicht verzögert. Der prozentuale Anteil von  $e_{f,1} + e_{f,2}$  (Abbildung 6-7f) bleibt nach der HT900-Wärmebehandlung nahezu konstant. In dieser Studie gilt das zusätzlich für die verbliebene Zeit, denn auch der Anteil von  $t_1 + t_2$  bleibt nach der HT900-Wärmebehandlung nahezu konstant (Abbildung 6-7e).

Das unterschiedliche Werkstoffverhalten im Vergleich zu Li et al. [69] und in Bezug auf Abbildung 6-7 könnte an folgenden Punkten liegen: (i) unterschiedliche Prüfparameter, (ii) eine empfindlichere Kriechduktilität des in der vorliegenden Arbeit untersuchten PBF-L/M/316L-Werkstoffs gegenüber der in der tertiären Kriechphase stattfindenden Verformungsmechanismen, (iii) ein stabilerer mikrostruktureller Ausgangszustand des in der vorliegenden Studie untersuchten PBF-LB/M/316L-Werkstoffs, z. B. aufgrund unterschiedlicher Prozessparameter und (iv) der Eigenspannungsabbau.

Bisher wurde in diesem Abschnitt das Werkstoffverhalten in Bezug auf Abbildung 6-7 diskutiert. Nun wird weiter auf die im Abschnitt 6.3.1.2 aufgestellte Hypothese eingegangen, dass die Zellstruktur das Hauptmerkmal ist, welches die primäre Kriechphase in Bezug auf die minimale Kriechrate, Dauer und entwickelte Kriechverformung definiert. Zu diesem Zweck werden im Folgenden die Ergebnisse der unterbrochenen Kriechversuche und der Zugversuche an Miniatur-Proben einschließlich derjenigen im HT900-Zustand, welche in den Abschnitten 5.7, 5.9.1.2 und 5.9.2.2 vorgestellt wurden, und den Zusammenhang der erreichten Werte der minimalen Kriechrate mit der Mikrostruktur ausgewertet.

Die relative Anordnung der 0,2 % Dehngrenzen in Abbildung 5-25c (Zugversuche an Miniatur-Proben) stimmt mit den Unterschieden in den Versetzungsdichten vor dem Kriechversuch überein (HT450 > HT900 > HR, vgl. Abbildung 5-2b und e, und Abbildung 5-6a bis e), was einen weiteren Nachweis der Bedeutung der Zellstruktur bei der Verfestigung im Zugversuch darstellt. Darüber hinaus stimmen die in den Abschnitten 5.9.1.2 und 5.9.2.2 bei dem HT450-Zustand und der HR/316L-Variante qualitativ eingeschätzten Änderungen der Versetzungsdichte (Zustand vor und nach Unterbrechung) mit der Entwicklung der 0,2 % Dehngrenzen nach der Unterbrechung des Kriechversuchs in Abbildung 5-25c (Zugversuche an Miniatur-Proben) überein. Außerdem stimmt die relative Anordnung der 0,2 % Dehngrenzen im Zustand nach der Unterbrechung des Kriechversuchs mit derjenigen der minimalen Kriechrate und diese wiederum mit der relativen Anordnung der Versetzungsdichte in diesem Zustand überein (siehe Abschnitte 5.9.1.2 und 5.9.2.2), insbesondere beim Vergleich HR vs. PBF-LB (und weniger beim Vergleich zwischen den PBF-LB-Zuständen).

Die HR/316L-Variante, welche nach der Unterbrechung des Kriechversuchs qualitativ betrachtet die höchste Versetzungsdichte aufweist (vgl. Abbildung 5-40d mit Abbildung 5-40a und Abbildung 5-42a),



weist auch die kleinste minimale Kriechrate auf (siehe Abbildung 5-23b). Bei den PBF-LB/M/316L-Zuständen ist der qualitative Vergleich der Versetzungsdichte etwas schwieriger (vgl. Abbildung 5-40a und Abbildung 5-42a). Dass bei dem HT900-Zustand die Zellstruktur teilweise aufgelöst ist und die lokalen Mikroseggregationen an den Zellwänden nicht mehr festzustellen sind, weist aber auf einen weniger verfestigten Zustand hin.

Die minimale Kriechrate nimmt bei der PBF-LB/M/316L-Variante nach der Wärmebehandlung bei 900 °C / 1 h in der vorliegenden und der zitierten Studie zu. In der vorliegenden Studie ist die Zunahme aber mit Faktor 1,4 viel geringer ausgeprägt als in der zitierten Studie [69], bei der sie um ca. Faktor 6 (Wärmebehandlung bei 900 °C) bzw. Faktor 5 (Wärmebehandlung bei 1050 °C) ansteigt. Außerdem ist die Veränderung der minimalen Kriechrate nach der HT900-Wärmebehandlung (HT450- vs. HT900-Zustand) im Vergleich zu dem Unterschied beider PBF-LB/M/316L-Zustände zur minimalen Kriechrate der HR/316L-Variante (Faktor 3 Unterschied, siehe Abbildung 5-23) viel weniger signifikant.

Nach Li et al. [69] sind Änderungen der minimalen Kriechrate auf Änderungen von Versetzungszellen und Subkörnern zurückzuführen. Diese können beispielweise Änderungen in Zell-/Subkorngröße und Zellwanddicke umfassen, wodurch unterschiedliche Verfestigungsmechanismen in unterschiedlichem Maß hervorgerufen werden können. In der vorliegenden Studie hat die HT900-Wärmebehandlung eine Teilauflösung der Versetzungssubstruktur und die Auflösung der Mikroseggregationen an den Zellwänden verursacht. Die Versetzungsdichte scheint dadurch auch abgenommen zu haben. Die kumulierte Häufigkeit der Missorientierungen hat sich nicht signifikant geändert. Im Vergleich zu der HR/316L-Variante haben beide PBF-LB/M/316L-Zustände vor dem Kriechversuch eine höhere Versetzungsdichte und mehr Anteil an LAGBs. Außerdem sind im HT900- im Vergleich zum HT450-Zustand qualitativ mehr Partikel festzustellen. Eine höhere Versetzungsdichte (HT450 > HT900 > HR) beschränkt die Verfestigungskapazität des Werkstoffs und führt dadurch zu höheren minimalen Kriechraten. Die Reihenfolge der erzielten minimalen Kriechraten (HT900 > HT450 > HR) wird dadurch teilweise erklärt. Dass der HT900-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante eine höhere minimale Kriechrate als der HT450-Zustand hat, könnte an dem vermehrten Aufkommen von Partikeln sowie an der Abwesenheit der Mikroseggregationen an den Zellwänden im HT900-Zustand liegen. Die Partikel könnten durch ihre in Abbildung 5-42 festgestellte Wechselwirkung mit den Versetzungen die Versetzungsbewegung so gestört haben, dass sie die Bildung einer dichteren Versetzungsstruktur erschwert und somit zu einer geringeren minimalen Kriechrate geführt haben. Die Abwesenheit von Mikroseggregationen an den Zellwänden beim HT900-Zustand, welche beim HT450-Zustand vermutlich einen zusätzlichen festigkeitssteigernden Effekt durch die Verankerung von Versetzungen an den Zellwänden gehabt hat, könnte ebenfalls die höhere minimale Kriechrate des HT900-Zustands erklären.

Insgesamt stützen die Korrelation von 0,2 % Dehngrenzen, minimaler Kriechrate und Versetzungsdichte sowie die Analyse der Zusammenhänge zwischen Mikrostruktur und minimaler Kriechrate bei dem untersuchten Parametersatz (600 °C / 225 MPa) die Hypothese, dass die Zellstruktur und die damit verbundene Versetzungsanordnung das Hauptmerkmal ist, das die minimale Kriechrate bestimmt. Die Partikel und die Mikroseggregationen spielen aber offensichtlich auch eine Rolle. Dabei ist aber zu beachten, dass da diese Studie bei einem bestimmten Parametersatz durchgeführt wurde, sich die Einzelheiten der dargestellten Auswertung bezüglich der relativen Anordnung der 0,2 % Dehngrenzen und Versetzungsdichten nur schwer verallgemeinern lassen. Die allgemeineren Aussagen bezüglich der Rolle der Zellstruktur für das Kriechverhalten sind aber gültig. Um ein besseres Verständnis der Rolle der Änderungen der Mikrostruktur auf das Kriechverhalten aufzubauen, sind weitere Kriechversuche nach unterschiedlichen Wärmebehandlungen und Prüfparametern und z. B. REM-EBSD, TEM und XCT-Untersuchungen notwendig.

Zum Abschluss dieses Abschnittes wird auch für den HT900-Zustand auf die gegen Ende vom Abschnitt 6.3.1.2 eingeführte Auswertung der Verteilung der Verformung (interkolumnare vs. kolumnare

Bereiche) eingegangen. Ausgewählte Ergebnisse aus dieser Studie sind in Abbildung 6-8 dargestellt. Dabei handelt es sich um KAM-Winkelkarten aus sowohl dem Ausgangszustand (Abbildung 6-8a) als auch drei unterschiedlichen Bereichen des metallographischen Schlifffes der untersuchten gebrochenen Kriechprobe (Prüfparameter 600 °C / 225 MPa): Gewindebereich (Abbildung 6-8b), verformter Bereich ohne ausgeprägte Einschnürung (Abbildung 6-8c) und Bereich in unmittelbarer Nähe der Bruchkante (Abbildung 6-8d).

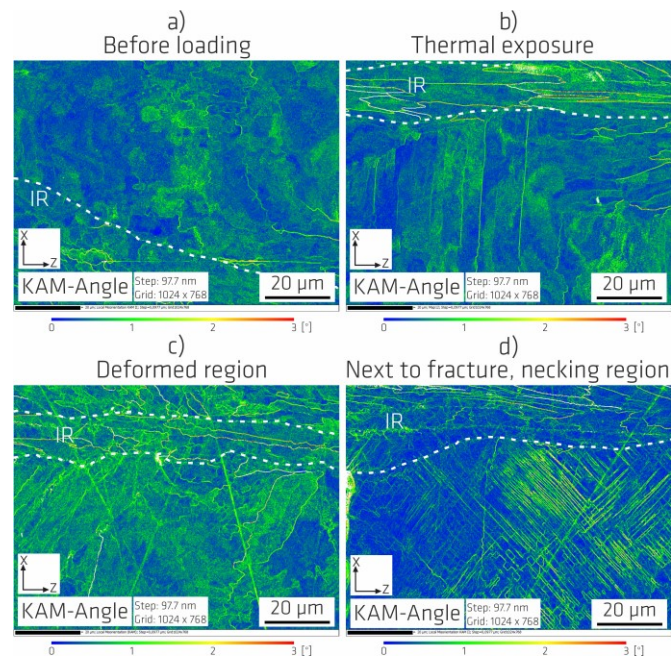


Abbildung 6-8. KAM-Winkelkarten zur Untersuchung des Verformungsverhalten beim Kriechen bei 600 °C / 225 MPa des HT900-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante (100 µm<sup>2</sup> x 75 µm<sup>2</sup>, 97,7 nm Pixelgröße). a) Ausgangszustand, b) Gewindebereich, c) verformter Bereich ohne ausgeprägte Einschnürung, d) Bereich in unmittelbarer Nähe der Bruchkante. Z (horizontal liegend) entspricht der Last- und Aufbaurichtung. IR: interkolumnarer Bereich.

Nach dem Kriechversuch sehen die KAM-Winkel-Werte im Gewindebereich, der nahezu ausschließlich thermisch belastet wird, im Gegensatz zu dem HT450-Zustand (siehe Abbildung 6-5b) qualitativ betrachtet insgesamt ähnlich wie im Ausgangszustand aus. Es finden anscheinend zusätzlich zu den durch die HT900-Wärmebehandlung verursachten Erholungsprozesse keine weiteren Erholungsprozesse statt. Im Gegensatz dazu sind im verformten Bereich die KAM-Winkel-Werte insgesamt höher (die KAM-Winkelkarte sieht insgesamt grüner aus), was auf die Kriechverformung zurückzuführen ist. Außerdem ist, wie in dem Fall des HT450-Zustands, in diesem verformten Bereich zu erkennen, dass die KAM-Winkel-Werte homogen zwischen kolumnaren und interkolumnaren (IR) Regionen verteilt sind, was weiterhin auf einen vergleichbaren Beitrag zur Gesamtverformung zwischen interkolumnaren und kolumnaren Bereichen hindeutet. Im Bereich nah der Bruchkante ist eine Aussage über den Ausmaß der KAM-Winkel-Werte schwieriger. Dennoch erwartet man, dass in diesem Bereich der Einschnürung die Verformung insgesamt am größten ist. In Zusammenhang damit wurde in dieser Region der Einschnürung tatsächlich im kolumnaren Bereich eine weitere Verformungsstruktur innerhalb der Körner festgestellt, in der die Verformung zu akkumulieren scheint. Diese Verformungsstruktur ist in der rechten Hälfte der Abbildung 6-8d deutlich als parallele Linien erkennbar, die sich scheinbar senkrecht zueinander kreuzen und 45° zur Belastungsrichtung ausgerichtet sind. Die 45°-Orientierung zur Belastungsrichtung lässt vermuten, dass sie das Produkt von Gleiten in Ebenen maximaler Scherspannung ist, was, wie Dryepont et al. betonen, ein typisches Verhalten von 316L wäre, welches eine mäßig niedrige SFE aufweist [32, 154]: Bei niedrigen Temperaturen kann eine gewisse Verformung durch Zwillingsbildung angenommen werden und mit steigender Temperatur

wird die Verformung durch Gleiten aufgrund thermischer Aktivierung günstiger. In den interkolumnaren Bereichen in diesem Bereich der Einschnürung nah der Bruchkante, wo keine solche Verformungsstruktur festgestellt wurde, kann die Verformung durch die typischen Versetzungsmechanismen der Hochtemperaturverformung wie z. B. Versetzungsklettern oder durch Korngrenzengleiten der eher parallel zur Lastichtung liegenden Korngrenzen erfolgen. Weitere aufwendige Untersuchungen mit TEM sind erforderlich, um die Art der beobachteten Merkmale und der Verformung zu bestimmen.

Zusammen mit den Verformungsmerkmalen in Abbildung 6-8 scheint die Entwicklung der Textur (siehe Abbildung 5-41) mit der Verformung des HT900-Zustands zusammenzuhängen. In diesem Zustand wurde eine höhere Kriechdehnung entwickelt als im HT450-Zustand (siehe Abbildung 5-23b). Außerdem zeigen weitere getrennte EBSD-Messungen im verformten Bereich aus interkolumnaren und kolumnaren Bereichen (Ergebnisse nicht gezeigt), dass die Entwicklung der Textur hauptsächlich in den kolumnaren Bereichen stattfindet. Im Fall des HT900-Zustands geht also die Verformung der kolumnaren Bereiche mit einer Umlagerung der Kornorientierung einher, wie es bei der HR/316L-Variante festgestellt und erwähnt wurde (siehe Abschnitt 6.3.1.2). Diese Entwicklung der Textur stimmt teilweise mit den Erkenntnissen von Dryepont et al. [32] für Warmzugverformung überein, bei denen sie vorgeschlagen haben, dass die dehnungsinduzierte Texturentwicklung auch eine Rolle bei der Erhöhung der Duktilität spielen könnte (siehe Abschnitt 2.3.1). In diesem Fall hat sich die Textur aber nicht in Richtung einer {001} und {111}-Fasertextur entwickelt; ein bekanntes Verhalten für kfz-Systeme unter Zugbelastung, das von Gleiten dominiert wird [32, 155]. Da die Zunahme von  $e_f$  (HT450 vs. HT900) primär auf die Zunahme (um ca. Faktor 3) von  $e_{f,3}$  zurückzuführen ist (siehe Abbildung 6-7), erscheint es plausibel, dass die Entwicklung der Textur und der in Abbildung 6-8d sichtbaren Verformungsmerkmale während dieser Phase stattfindet und eher wenig mit dem Verformungsverhalten in den primären und sekundären Kriechbereichen korreliert.

Bezüglich des Schädigungsverhaltens wurde die Bildung von Kriechschädigung in Form von Mikrorissen unterdrückt, was sich in einem geringeren Volumenanteil im Vergleich zum HT450-Zustand zeigt (vgl. Abbildung 5-32, Abbildung 5-36) und vermutlich darauf zurückzuführen ist, dass die Körner besser in der Lage waren, sich zu verformen und umzulagern, was sich in einer Entwicklung der Textur niederschlagen hat. Die verbesserte Verformungsfähigkeit ist höchstwahrscheinlich eine Folge der Veränderungen in der Zellstruktur. Die niedrigere Versetzungsdichte, welche dem Werkstoff mehr Verformungskapazität gibt, hat die Verformungsfähigkeit des Werkstoffs erhöhen und die Auflösung der Mikroseggregationen an den Zellwänden der Zellstruktur die zur Rissbildung führende Cr-, Mo-Verarmung verlangsamen können. Schließlich kann die Abwesenheit von den in Abbildung 5-3 festgestellten kleinen Hohlräumen im HT900-Zustand (siehe Abbildung 5-4) auch eine Rolle bei der Unterdrückung der Bildung von Kriechschädigung in Form von Mikrorissen gespielt haben.

## 7 Schlussfolgerungen und Ausblick

### 7.1 Schlussfolgerungen

In dieser Studie wurde eine gründliche Charakterisierung des mechanischen Verhaltens einer PBF-LB/M/316L-Variante im Vergleich zu einem konventionell hergestellten warmgewalzten nichtrostenden Stahl 316L durchgeführt. Die Ergebnisse leisten einen Beitrag zu den bisher nur spärlich vorhandenen Daten zur additiv gefertigten Variante, insbesondere im Hinblick auf das LCF- und das Kriechverhalten.

Die untersuchte PBF-LB/M/316L-Variante ist nahezu defektfrei (Porosität unter 0,01 %), was es ermöglichte, die Auswirkung anderer Aspekte einer typischen PBF-LB/M/316L-Mikrostruktur, z. B. die Zellstruktur oder die Kornmorphologie, auf das mechanische Verhalten zu untersuchen. Diese Arbeit hat die Mikrostruktur somit stärker in den Fokus genommen als die meisten bisher in der Literatur verfügbaren Studien.

Die Herstellung von Türmen und Wänden anstelle von endkonturnahen Rohlingen sowie die verwendeten Prozessparameter waren entscheidend, um die Homogenität innerhalb der Rohlinge und zwischen den gefertigten Baujobs zu erreichen.

Die mechanische Prüfkampagne umfasste Zugversuche zwischen Raumtemperatur und 650 °C, LCF-Versuche zwischen Raumtemperatur und 600 °C sowie Kriechversuche bei 600 °C und 650 °C. Aus jedem dieser Prüfverfahren wurden entsprechende Festigkeits- und Verformungskennwerte ermittelt. Darüber hinaus wurde mit Hilfe gezielter mikrostrukturellen Untersuchungen ein wichtiger Beitrag zum Verständnis des Zusammenhangs zwischen der Mikrostruktur inkl. ihrer Entwicklung während der Verformung und den mechanischen Eigenschaften in Bezug auf die Verformungs- und Schädigungsmechanismen geleistet.

Die Mehrheit der Untersuchungen wurden an dem sogenannten HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante durchgeführt. Dabei wurden die Rohlinge bei 450 °C für 4 h wärmebehandelt. Einige ausgewählte Zugversuche bei Raumtemperatur wurden am As-Built-Zustand durchgeführt. Der Zustand nach einer Wärmebehandlung bei 900 °C / 1 h, welche an bereits bei 450 °C / 4 h wärmebehandelten Rohlingen durchgeführt wurde, wurde anhand von Zugversuchen bei Raumtemperatur und Kriechversuchen bei 600 °C / 225 MPa untersucht.

Die wichtigsten Schlussfolgerungen dieser Studie werden im Folgenden zusammengefasst:

- Mikrostruktur

Die HT450-Wärmebehandlung hat auf keiner der untersuchten Längenskalen der Mikrostruktur des As-Built-Zustands wesentliche Änderungen verursacht. Die Zellstruktur blieb stabil. Der Abbau der Volumen-Eigenspannungen war gering (kleiner als 5 %). Die Probenfertigung hat einen stärkeren Eigenspannungsabbau als die Wärmebehandlung bewirkt (80 - 90 %).

In Übereinstimmung mit der Literatur unterscheidet sich die Mikrostruktur der untersuchten PBF-LB/M/316L-Variante erheblich von der (konventionell hergestellten) HR/316L-Variante. Die PBF-LB/M/316L-Mikrostruktur ist komplex und hierarchisch aufgebaut und ihre charakteristischen Merkmale erstrecken sich über mehrere Längenskalen. Die in dieser Studie beobachtete hierarchische Mikrostruktur (Korn-, Subkorn- und Zellenlängenskalen von grob etwa 100 µm, 10 µm bzw. 1 µm) und die damit verbundenen Merkmale stimmen mit der Literatur überein. Eine einzigartige Kornmorphologie, Groß- und Kleinwinkelkorngrenzen, Schmelzbadgrenzen, kristallografische Textur, Partikel im Submikrometer-/Nanomaßstab (hochwahrscheinlich metastabile amorphe MnSiO<sub>3</sub> Rhodonite-ähnliche Nanopartikel) und eine Zellstruktur sind vorhanden.

Die Zellstruktur weist eine hohe Versetzungsdichte und Mikroseggregation von Cr und Mo an den Zellwänden auf. Die Kornmorphologie korreliert mit der Scan-Strategie. Die erhaltene kristallografische Textur ist durch eine {011}-Texturkomponente in der Aufbauichtung und {001}-Texturkomponenten in Richtung der Scan-Vektoren gekennzeichnet. Die Kornmorphologie (HAGBs) weist ein charakteristisches Schachbrettmuster mit so genannten kolumnaren und interkolumnaren Bereichen auf. Dieses Muster hat eine Periodizität mit einer charakteristischen Länge von etwa der Größe des Schraffurabstandes  $h$  ( $= 120 \mu\text{m}$ ). In den kolumnaren Bereichen verlaufen die Korngrenzen eher senkrecht zur Aufbau-/Lastrichtung, während sie in den interkolumnaren Bereichen eher parallel zu diesen verlaufen.

Von allen Merkmalen der Mikrostruktur hat die Zellstruktur den größten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften und ist somit der Hauptfaktor, der zu dem unterschiedlichen mechanischen Verhalten im Vergleich zur HR/316L-Variante beiträgt.

Insgesamt stimmen die Mikrostruktur, die charakteristischen Kennwerte und das mechanische Verhalten weitgehend mit den bisher verfügbaren Literaturdaten überein. Der größte Unterschied wurde beim Kriechverhalten nach der Wärmebehandlung festgestellt, zu dem allerdings bisher nur sehr wenige Daten vorliegen. Im Folgenden wird auf die Details der einzelnen mechanischen Eigenschaften eingegangen.

- Zugversuchskennwerte

Im Vergleich zur HR/316L-Variante hat die PBF-LB/M/316L-Variante eine höhere 0,2 % Dehngrenze und ein anderes, ideal-plastisches Verfestigungsverhalten. Die 0,2 % Dehngrenze des HT450- sowie des As-Built-Zustands ist etwa doppelt so hoch wie die der HR/316L-Variante und dieser Trend setzt sich mit ansteigender Prüftemperatur fort. Die Zugfestigkeit ist im Gegensatz zur 0,2 % Dehngrenze bei allen Prüftemperaturen nahezu identisch. Die Bruchdehnung ist bei allen Prüftemperaturen bei der PBF-LB/M/316L-Variante geringer als bei der HR/316L-Variante. Das gilt auch für die Brucheinschnürung mit Ausnahme von  $400 \text{ }^\circ\text{C}$ , wo ähnliche Werte erreicht werden.

Bei Raumtemperatur weisen beide Werkstoffvarianten einen zähen Zug-Gewaltbruch mit Schublippen auf, bei den höheren Prüftemperaturen entsteht ein Scherbruch. Wabenbildung und Scherebenen runden das Versagensbild ab. Bei der PBF-LB-Variante ist auf der Bruchfläche bei den höheren Prüftemperaturen die schachbrettartige Kornmorphologie zu erahnen und auf der Mantelfläche sind Nebenrisse festzustellen. Bei  $> 600 \text{ }^\circ\text{C}$  sind die Korngrenzen aufgerissen und es hat ein interkristalliner Spaltbruch stattgefunden.

- LCF

Der HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante weist über den größten Teil der Ermüdungslebensdauer vor allem bei Raumtemperatur höhere zyklische Spannungen als die HR/316L-Variante auf. Diese höhere zyklische Festigkeit ist aus der Anwendungsperspektive von Vorteil, denn in einem zyklisch belasteten Bauteil wird bei einer gegebenen Spannungsamplitude weniger Dehnung bzw. Verformung entwickelt. Neben der höheren zyklischen Festigkeit weist der HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante ähnliche Ermüdungslebensdauer wie die HR/316L-Variante auf. Dabei nehmen bei allen Prüftemperaturen die Unterschiede mit abnehmender Dehnungsschwingbreite zu, so dass schließlich die Lebensdauer der PBF-LB/M/316L-Variante bei den kleinsten Dehnungsschwingbreiten ausgeprägt kürzer als diejenigen der HR/316L-Variante sind.

Das Versagensbild ist meist durch Bruchflächen mit ausgeprägter Topografie gekennzeichnet. Es wurden auch mehrfache Rissinitiierung und stufenartige Übergangsbereiche, feine bahnartige Merkmale an der Rissinitiierungsstelle, Schwingstreifen und vermutlich „auffällige große Streifen“, feine stufenartige Streifen überall auf der Bruchfläche, Waben und Querrisse festgestellt. Die Rissbildung erfolgte

bei allen Prüftemperaturen überwiegend auf der Probenoberfläche. Die Hauptschädigungsmechanismen sind bei Raumtemperatur mehrfache Rissbildung an Gleitbändern und bei erhöhten Temperaturen interkristalline Rissbildung. Bei 600 °C spielten die Cr-, Mo-Verarmung sowie Oxidationsprozesse eine Rolle. Bei 400 °C besteht eine Mischung von beiden Mechanismen. Die Übergangslbensdauer der PBF-LB/M/316L-Variante sind kürzer als die der HR/316L-Variante. Die Rissausbreitung ist überwiegend transkristallin. Bei 600 °C gibt es aber auch Bereiche interkristalliner Rissausbreitung, insbesondere bei den niedrigsten Dehnungsschwingbreiten. Weder die Schmelzbadgrenzen noch die Gasporosität haben einen signifikanten Einfluss auf den LCF-Schadensmechanismus. Insgesamt scheint das Versagensbild des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante in ausgewählten Aspekten stark mit der Wechselwirkung des Risses mit der gerichteten Zellstruktur zusammenzuhängen.

Das Wechselverformungsverhalten des HT450-Zustands ist durch eine Anfangsverfestigung gefolgt von einer kontinuierlichen Entfestigung charakterisiert, welche bis zum Auftreten der zum Versagen führenden Entfestigung stattfindet. Eine mikrostrukturelle Erklärung für das beobachtete Wechselverformungsverhalten wurde anhand der Ergebnisse des mechanischen Verhaltens sowie der Literatur diskutiert und Hypothesen dazu aufgestellt, wodurch Hinweise für weiterführende Studien gegeben werden.

Eine Abnahme der Anzahl der Kleinwinkelkorngrenzen als Grund für die Entfestigung kann in Abwesenheit von belastbaren experimentellen Nachweisen als eine mögliche Ursache für die Entfestigung vor allem bei Hochtemperatur-Ermüdung nicht ausgeschlossen werden. Ein Effekt der Texturentwicklung auf die Entfestigung kann hingegen ausgeschlossen werden. Die Vergrößerung der gerichteten Zellen und eine damit verbundene eine Hall-Petch-Beziehung in Verbindung mit der Zellgröße scheint bei Raumtemperatur keine Rolle zu spielen. Bei den höheren Prüftemperaturen wurde kein experimenteller Nachweis erbracht, der dagegenspricht.

Der Gleitcharakter und die damit zusammenhängende sich entwickelnde Versetzungsanordnung beeinflussen den Verformungsmechanismus der Ermüdung. Die Ergebnisse dieser Studie deuten darauf hin, dass bei Raumtemperatur das planare Gleiten, bei dem Gleitbänder ein typisches Merkmal sind, den Hauptverformungsmechanismus darstellt, und die Zellstruktur als eine Art Sättigungszustand agiert, wodurch das Auftreten von Gleitbändern erklärt werden könnte. Mit steigender Prüftemperatur entwickelt sich der planare Gleitcharakter in Richtung eines welligen Gleitcharakters und dynamische Erholung und thermisch aktivierte Mechanismen tragen zunehmend zur Verformung bei. Bei Raumtemperatur könnte die interstitielle Natur von N zusätzlich zur Zellstruktur trotz einer höheren Stapelfehlerenergie eine weitere Ursache für das planare Gleiten sein. Bei Hochtemperatur scheinen die thermisch aktivierten Mechanismen den das planare Gleiten fördernden Effekt vom N-Gehalt und der dynamischen Reckalterung zu übertreffen.

- Kriechen

Die höhere Warmdehngrenze der PBF-LB/M316L-Variante erlaubt es, höhere Lasten als bei der HR/316L-Variante aufzubringen, ohne dass plastische Verformung eintritt (ähnlich wie bei dem zyklischen Spannungs-Dehnungs-Verhalten bei den LCF-Versuchen).

Die Bruchzeiten und die Dauer jeder Kriechphase sind bei allen Kombinationen von Prüfparametern bei der PBF-LB/M/316L- kürzer als bei der HR/316L-Variante.

Der endgültige Bruch ist im Gegensatz zur HR/316-Variante hauptsächlich interkristallin. Die kolumnaren Bereiche weisen einen interkristallinen spröden Bruch auf, während die interkolumnaren Bereiche einen eher duktilen Bruch zeigen. Dieses Versagensbild scheint bei ähnlicher Prüftemperatur unabhängig von der Belastungsart zu sein, wie die Ergebnisse des bei 600 °C / 0,4 % durchgeführten LCF-Versuchs bestätigen.

Die interkristalline Kriechschädigung führt zur Rissbildung und anschließend zum Versagen. Sie wird vermutlich sowohl durch die Entstehung von Cr-, Mo- reichen Ausscheidungen an den Korngrenzen, die diese scheinbar schwächen, als auch durch die ungünstige Ausrichtung der Korngrenzen verursacht und beschleunigt. Abgesehen von diesen beiden Faktoren sind auch die Mikroseggregationen an den Zellwänden der Versetzungsstruktur ein Faktor, der eine Rolle bei der Auslösung oder Beschleunigung der interkristallinen Schädigung spielen könnte. Schließlich haben weder die Schmelzbadgrenzen noch die Gasporosität einen wesentlichen Einfluss auf den Kriechschädigungsmechanismus.

Bei der Kriechverformung ist die Spannungsabhängigkeit der PBF-LB/M/316L- im Vergleich zur HR/316L-Variante geringer und die Duktilität beim Kriechen kleiner, was die gesamte Anfangs-Extensometer-Dehnung und die Kriechdehnung betrifft. Die minimale Kriechrate wird bei allen geprüften Parameterkombinationen bei deutlich geringeren Kriechdehnungen (etwa eine Größenordnung niedriger) erreicht.

Die Zellstruktur wird als Hauptfaktor für die Unterschiede im Verformungsverhalten besonders während der ersten, aber auch während der zweiten Kriechphase angesehen, insbesondere weil sie die Festigungskapazität des Werkstoffs begrenzt. Die Rolle der Zellstruktur wurde sowohl anhand von Literaturerkenntnissen als auch von eigenen Untersuchungen anhand von bis zur minimalen Kriechrate geführten Kriechversuchen bei 600 °C / 225 MPa bestätigt. Vermutlich spielt auch die höhere Stapelfehlerenergie eine Rolle. Der Unterschied im Stickstoffgehalt ist nicht von Bedeutung.

Vor allem während der tertiären, aber auch während der sekundären Kriechphase kann neben der Zellstruktur die Zunahme des Anteils der kumulierten Häufigkeit der korrelativen Missorientierungen ein weiterer möglicher Einflussfaktor auf die Kriechdehnung darstellen. Die Hauptkomponenten der Textur haben sich nicht geändert, was bedeutet, dass die Umordnung der Kornorientierung für die Kriechverformung wenig relevant ist.

Der Zusammenhang zwischen Schädigung und Verformung in der tertiären Kriechphase ist noch unklar. Das eher duktile Versagen in den interkolumnaren Bereichen deutet darauf hin, dass sie die meiste Verformung tragen und dass die Kriechdehnung in den kolumnaren Bereichen durch die sich öffnenden Risse verursacht wird. Gezielte REM-EBSD- und XCT-Untersuchungen deuten jedoch stark darauf hin, dass sich das Material homogen bis zu einem sehr späten Stadium des tertiären Kriechens verformt, in dem dann die Risse auftreten. Weitere in-situ-XCT-Untersuchungen könnten zur Klärung dieser Frage beitragen.

- Effekt der Wärmebehandlung bei 900 °C / 1 h

Der Effekt der Wärmebehandlung bei 900 °C / 1 h, welche an bereits bei 450 °C / 4 h wärmebehandelten Rohlingen durchgeführt wurde, wurde hinsichtlich der Mikrostruktur, der Zugversuchskennwerte bei Raumtemperatur und des Kriechverhaltens bei 600 °C / 225 MPa untersucht.

Aus mikrostruktureller Sicht ist die wichtigste Auswirkung der HT900-Wärmebehandlung diejenige auf die Zellstruktur. Es gab keine signifikanten Veränderungen in der Textur oder Kornmorphologie. Die Wärmebehandlung hat eindeutig zu einem Stabilitätsverlust, aber nicht zu einer vollständigen Auflösung der Zellstruktur geführt. Der Stabilitätsverlust war evident bei der Veränderung der Versetzungsstruktur und der Auflösung der Mikroseggregationen an den Zellwänden. Die Versetzungsdichte scheint ebenfalls abgenommen zu haben. Die Eigenspannungen wurden in der Aufbaurichtung um 86 % reduziert.

Entsprechend der Veränderung der Mikrostruktur änderten sich auch die Zugversuchskennwerte und die Härte. Die 0,2 % Dehngrenze nahm im Vergleich zum HT450-Zustand um 23 % ab, blieb aber immer noch um den Faktor 1,5x höher als bei der HR/316L-Variante. Die Zugfestigkeit wurde um etwa 4 %

und die Härte um etwa 7 % reduziert. Die Bruchdehnung und Brucheinschnürung wurden kaum von der HT900-Wärmebehandlung beeinflusst.

Bezüglich des Kriechverhaltens hat die Wärmebehandlung längere sekundäre und tertiäre Kriechstadien und eine geringfügig kürzere primäre Kriechphase bewirkt. Die Kriechdehnung hat sich signifikant erhöht. Dabei ist die Kriechdehnung beim Erreichen der minimalen Kriechrate nahezu unverändert geblieben und die Zunahme in der Kriechdehnung der tertiären Kriechphase stellt den Hauptbeitrag für die Veränderung der Kriechdehnung dar. Die minimale Kriechrate nahm um Faktor 1,4 und die Bruchzeit um ca. Faktor 2,5 zu. Schließlich hat die HT900-Wärmebehandlung das Einsetzen des tertiären Kriechens sowohl bezüglich der entwickelten Kriechdehnung als auch der verbliebene Zeit nicht verzögert. Aus der Perspektive der Anwendbarkeit ist die nahezu unveränderte Kriechdehnung bei minimaler Kriechrate bei vergleichbarer minimaler Kriechrate vorteilhaft, denn kriechkritische Bauteile sollten in der Regel möglichst wenig plastisch verformt werden.

Hinsichtlich der Kriechverformung bestätigen die Auswertung des Zusammenhangs der erreichten Werte der minimalen Kriechrate mit der Mikrostruktur und die Ergebnisse aus TEM-Untersuchungen und Zugversuchen an Miniatur-Proben, welche nach bei der minimalen Kriechrate unterbrochenen Kriechversuchen in den beiden untersuchten PBF-LB/M/316L-Zuständen und der HR/316L-Variante durchgeführt wurden, dass die Zellstruktur und die damit verbundene Versetzungsanordnung das Hauptmerkmal ist, das die minimale Kriechrate bestimmt. Außerdem deutet diese Auswertung darauf hin, dass weitere Beiträge vermutlich aus dem vermehrten Aufkommen von Partikeln sowie aus der Auflösung der Mikroseggregationen an den Zellwänden kommen können.

Darüber hinaus deuten gezielte REM-Untersuchungen ebenso wie im Fall des HT450-Zustands stark auf einen vergleichbaren Beitrag zur Gesamtverformung zwischen interkolumnaren und kolumnaren Bereichen hin. Schließlich geht im Fall des HT900-Zustands die Verformung der kolumnaren Bereiche mit einer Umlagerung der Kornorientierung einher, die sich in einer Entwicklung der Textur in diesem Bereich bemerkbar macht, wie es auch bei der HR/316L-Variante festgestellt wurde.

Bezüglich der Kriechschädigung in Form von Mikrorissen hat die HT900-Wärmebehandlung deren Bildung unterdrückt, was sich in einem geringeren Volumenanteil von Mikrorissen im Vergleich zum HT450-Zustand zeigt. Die Körner können sich vermutlich besser verformen und umlagern, was sich in der Entwicklung der Textur niedergeschlagen hat. Dies deutet darauf hin, dass die verbesserte Verformungsfähigkeit eine Folge der Veränderungen in der Zellstruktur aufgrund der Wärmebehandlung ist. Die niedrigere Versetzungsdichte verleiht dem Werkstoff mehr Verformungskapazität und die Auflösung der Mikroseggregationen an den Zellwänden der Zellstruktur verlangsamt die Rissbildung.

## 7.2 Ausblick

Diese Studie legt den Grundstein für weitergehende Untersuchungen hinsichtlich des mechanischen Verhaltens von PBF-LB/M/316L und dem Zusammenhang mit der Mikrostruktur. Mögliche nächste Studien lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- Untersuchung des Effekts von weiteren Wärmebehandlungen auf die LCF- und Kriecheigenschaften zusammen mit begleitenden REM-EBSD, TEM und XCT-Untersuchungen an sowohl unterbrochenen als auch gebrochenen Zuständen, um ein besseres Verständnis der Rolle der Mikrostrukturmerkmale, wie z.B. Zellstruktur und Kornmorphologie, und ihrer Änderungen auf sowohl die Verformungs- als auch die Schädigungsmechanismen zu schaffen. Die Ergebnisse werden zur Auswahl einer optimalen Mikrostruktur für die jeweiligen Belastungsbedingungen beitragen.



- Untersuchung der Richtungsabhängigkeit der mechanischen Eigenschaften bei LCF- und Kriechbelastung und den zugrundeliegenden mikrostrukturellen Ursachen. Diese Untersuchungen sind insofern relevant, weil technische Komponenten oft mehrachsigen Spannungs- und Dehnungszuständen ausgesetzt sind.
- Durchführung weiterer Untersuchungen anhand von Versuchen, welche betriebsnahe Bedingungen darstellen. Diese betreffen zum Beispiel LCF-Relaxationsversuche, welche Ermüdungs- und Kriecheffekte kombinieren, und IST-Versuche, bei denen eine Belastung unter variabler Amplitude vorliegt.

## Literaturverzeichnis

- [1] J.O. Milewski, Additive Manufacturing of Metals: From fundamental technology to rocket nozzles, medical implants and custom jewelry, 2017.
- [2] F.B. M. Basso, I. Cronin, B. Schönfuß, M. Meboldt, D. Omidvarkarjan, R. Horstkotte, J. Loock, M. Schmitt, C. Seidel, An Additive Manufacturing Breakthrough: A How-to Guide for Scaling and Overcoming Key Challenges [White Paper], World Economic Forum in Collaboration with ETH Zürich and Fraunhofer, 2022.
- [3] G. Liu, X. Zhang, X. Chen, Y. He, L. Cheng, M. Huo, J. Yin, F. Hao, S. Chen, P. Wang, S. Yi, L. Wan, Z. Mao, Z. Chen, X. Wang, Z. Cao, J. Lu, Additive manufacturing of structural materials, *Materials Science and Engineering: R: Reports* (2021) 100596.
- [4] First installation of a 3D printed thimble plugging device in nuclear plant, 3Dnatives, 2020.
- [5] N. Hrabe, N. Barbosa, S. Daniewicz, N. Shamsaei, Findings from the NIST/ASTM workshop on mechanical behavior of additive manufacturing components, National Institute of Standards and Technology, Gaithersburg, MD, 2016.
- [6] T. DebRoy, H.L. Wei, J.S. Zuback, T. Mukherjee, J.W. Elmer, J.O. Milewski, A.M. Beese, A. Wilson-Heid, A. De, W. Zhang, Additive manufacturing of metallic components - Process, structure and properties, *Progress in Materials Science* 92 (2018) 112-224.
- [7] DIN EN ISO / ASTM 52900:2018-06, Additive manufacturing - General principles - Terminology, DIN Deutsches Institut für Normung e. V., 2018.
- [8] S.R. Narasimharaju, W. Zeng, T.L. See, Z. Zhu, P. Scott, X. Jiang, S. Lou, A comprehensive review on laser powder bed fusion of steels: Processing, microstructure, defects and control methods, mechanical properties, current challenges and future trends, *Journal of Manufacturing Processes* 75 (2022) 375-414.
- [9] S. Chowdhury, N. Yadaiah, C. Prakash, S. Ramakrishna, S. Dixit, L.R. Gupta, D. Buddhi, Laser powder bed fusion: a state-of-the-art review of the technology, materials, properties & defects, and numerical modelling, *Journal of Materials Research and Technology* 20 (2022) 2109-2172.
- [10] H.A. Richard, B. Schramm, T. Zipsner, Additive Fertigung von Bauteilen und Strukturen, Springer Vieweg 2017.
- [11] S.P. Singh, V. Jayaram, D. Srinivasan, P. Kumar, High throughput determination of creep behavior of additively manufactured AlSi10Mg alloy, *Additive Manufacturing* 58 (2022).
- [12] J. Nie, L. Wei, D.-I. Li, L. Zhao, Y. Jiang, Q. Li, High-throughput characterization of microstructure and corrosion behavior of additively manufactured SS316L-SS431 graded material, *Additive Manufacturing* 35 (2020) 101295.
- [13] A.K. Agrawal, G. Meric de Bellefon, D. Thoma, High-throughput experimentation for microstructural design in additively manufactured 316L stainless steel, *Materials Science and Engineering: A* 793 (2020) 139841.
- [14] M. Pelegatti, D. Benasciutti, F. De Bona, A. Lanzutti, M. Magnan, J. Srnc Novak, E. Salvati, F. Sordetti, M. Sortino, G. Totis, E. Vaglio, On the factors influencing the elastoplastic cyclic response and low cycle fatigue failure of AISI 316L steel produced by laser-powder bed fusion, *International Journal of Fatigue* 165 (2022) 107224.
- [15] Strategic Roadmap for Research & Development, ASTM Additive Manufacturing Center of Excellence, ASTM, 2020.
- [16] Y. Chen, X. Wang, J. shen, Y. Peng, Y. Jiang, X. Yang, S.B. Leen, J. Gong, Deformation mechanisms of selective laser melted 316L austenitic stainless steel in high temperature low cycle fatigue, *Materials Science and Engineering: A* 843 (2022) 143123.
- [17] S.-G. Hong, S.-B. Lee, Dynamic strain aging under tensile and LCF loading conditions, and their comparison in cold worked 316L stainless steel, *Journal of Nuclear Materials* 328(2) (2004) 232-242.
- [18] M. Dahlberg, D. Bremberg, Fatigue margins for austenitic stainless steels in ASME Boiler and pressure vessel code—a literature study, *Stral Sakerhets Myndigheten Swedish Radiation Safety Authority* (2012).
- [19] F.P. de Moraes, S.F. Alves, R.L. Plaut, A.F. Padilha, Degradation of microstructure and properties of an AISI 316L steel pipe after more than 100,000 hours usage at 640°C in a petrochemical industry, *Procedia Structural Integrity* 17 (2019) 131-137.

- [20] AD 2000-Merkblatt W 2:2020-01. Austenitic and austenitic-ferritic steels, Deutsches Institut für Normung e. V., Beuth Verlag Berlin, 2020-01.
- [21] R. Baldev, U. Kamachi Mudali, M. Vijayalakshmi, M.D. Mathew, A.K. Bhaduri, P. Chellapandi, S. Venugopal, C.S. Sundar, B.P.C. Rao, B. Venkatraman, Development of Stainless Steels in Nuclear Industry: With Emphasis on Sodium Cooled Fast Spectrum Reactors History, Technology and Foresight, *Advanced Materials Research* 794 (2013) 3-25.
- [22] A. Stanculescu, GIF R&D Outlook for Generation IV Nuclear Energy Systems: 2018 Update, 13th GIF-IAEA Interface Meeting Presentations, International Atomic Energy Agency (IAEA), 2019, p. v.
- [23] B. Weiss, R. Stickler, Phase instabilities during high temperature exposure of 316 austenitic stainless steel, *Metallurgical and Materials Transactions B* 3(4) (1972) 851-866.
- [24] A.F. Padilha, P.R. Rios, Decomposition of Austenite in Austenitic Stainless Steels, *ISIJ International* 42(4) (2002) 325-327.
- [25] P. Marshall, *Austenitic stainless steels: microstructure and mechanical properties*, (1984).
- [26] L.P. Karjalainen, T. Taulavuori, M. Sellman, A. Kyröläinen, Some Strengthening Methods for Austenitic Stainless Steels, *steel research international* 79(6) (2008) 404-412.
- [27] T.R. Smith, J.D. Sugar, C. San Marchi, J.M. Schoenung, Strengthening mechanisms in directed energy deposited austenitic stainless steel, *Acta Materialia* 164 (2019) 728-740.
- [28] R.B. Song, J.Y. Xiang, D.P. Hou, Characteristics of Mechanical Properties and Microstructure for 316L Austenitic Stainless Steel, *Journal of Iron and Steel Research International* 18(11) (2011) 53-59.
- [29] H. Chandler, *Heat treater's guide: practices and procedures for irons and steels*, ASM international 1994.
- [30] J. Douthett, *Heat Treating of Stainless Steels*, ASM International, ASM Handbook. 4 (1991) 769-792.
- [31] M.R. Daymond, P.J. Bouchard, Elastoplastic deformation of 316 stainless steel under tensile loading at elevated temperatures, *Metallurgical and Materials Transactions A* 37(6) (2006) 1863-1873.
- [32] S. Dryepondt, P. Nandwana, P. Fernandez-Zelaia, F. List, Microstructure and high temperature tensile properties of 316L fabricated by laser powder-bed fusion, *Additive Manufacturing* 37 (2021) 101723.
- [33] T.S. Byun, N. Hashimoto, K. Farrell, Temperature dependence of strain hardening and plastic instability behaviors in austenitic stainless steels, *Acta Materialia* 52(13) (2004) 3889-3899.
- [34] X. Wu, X. Pan, J.C. Mabon, M. Li, J.F. Stubbs, The role of deformation mechanisms in flow localization of 316L stainless steel, *Journal of Nuclear Materials* 356(1) (2006) 70-77.
- [35] M. Gerland, J. Mendez, P. Violan, B. Ait Saadi, Evolution of dislocation structures and cyclic behaviour of a 316L-type austenitic stainless steel cycled in vacuo at room temperature, *Materials Science and Engineering: A* 118 (1989) 83-95.
- [36] M. Gerland, R. Alain, B.A. Saadi, J. Mendez, Low cycle fatigue behaviour in vacuum of a 316L-type austenitic stainless steel between 20 and 600 degrees C .2. dislocation structure evolution and correlation with cyclic behaviour, *Materials Science and Engineering: A* 229(1-2) (1997) 68-86.
- [37] M.S. Pham, C. Solenthaler, K.G.F. Janssens, S.R. Holdsworth, Dislocation structure evolution and its effects on cyclic deformation response of AISI 316L stainless steel, *Materials Science and Engineering: A* 528(7) (2011) 3261-3269.
- [38] M.S. Pham, S.R. Holdsworth, K.G.F. Janssens, E. Mazza, Cyclic deformation response of AISI 316L at room temperature: Mechanical behaviour, microstructural evolution, physically-based evolutionary constitutive modelling, *International Journal of Plasticity* 47 (2013) 143-164.
- [39] J. Polák, K. Obrtlík, M. Hájek, Cyclic Plasticity in Type 316L Austenitic Stainless Steel, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 17(7) (1994) 773-782.
- [40] R. Alain, P. Violan, J. Mendez, Low cycle fatigue behavior in vacuum of a 316L type austenitic stainless steel between 20 and 600°C Part I: Fatigue resistance and cyclic behavior, *Materials Science and Engineering: A* 229(1) (1997) 87-94.
- [41] J. Nellessen, S. Sandlöbes, D. Raabe, Effects of strain amplitude, cycle number and orientation on low cycle fatigue microstructures in austenitic stainless steel studied by electron channelling contrast imaging, *Acta Materialia* 87 (2015) 86-99.
- [42] J. Man, K. Obrtlík, M. Petreñec, P. Beran, M. Smaga, A. Weidner, J. Dluhos, T. Kruml, H. Biermann, D. Eifler, J. Polak, Stability of austenitic 316L steel against martensite formation during cyclic

- straining, 11th International Conference on the Mechanical Behavior of Materials (Icm11) 10 (2011) 1279-1284.
- [43] S.G. Hong, S.B. Lee, T.S. Byun, Temperature effect on the low-cycle fatigue behavior of type 316L stainless steel: Cyclic non-stabilization and an invariable fatigue parameter, *Materials Science and Engineering: A* 457(1-2) (2007) 139-147.
- [44] G.V. Prasad Reddy, R. Sandhya, M.D. Mathew, S. Sankaran, The Effect of Nitrogen Alloying on the Low Cycle Fatigue and Creep-Fatigue Interaction Behavior of 316LN Stainless Steel, *Advanced Materials Research* 794 (2013) 441-448.
- [45] M. Pelegatti, A. Lanzutti, E. Salvati, J. Srnc Novak, F. De Bona, D. Benasciutti, Cyclic Plasticity and Low Cycle Fatigue of an AISI 316L Stainless Steel: Experimental Evaluation of Material Parameters for Durability Design, *Materials* 14(13) (2021) 3588.
- [46] S.G. Hong, S.B. Lee, The tensile and low-cycle fatigue behavior of cold worked 316L stainless steel: influence of dynamic strain aging, *International Journal of Fatigue* 26(8) (2004) 899-910.
- [47] G.V. Prasad Reddy, A. Nagesha, R. Sandhya, S. Sankaran, M.D. Mathew, K. Bhanu Sankara Rao, Thermomechanical and Isothermal Fatigue Behavior of 316LN Stainless Steel with Varying Nitrogen Content, *Metallurgical and Materials Transactions A* 46(2) (2015) 695-707.
- [48] G. Sasikala, M.D. Mathew, K.B.S. Rao, S.L. Mannan, Creep deformation and fracture behavior of types 316 and 316L(N) stainless steels and their weld metals, *Metallurgical and Materials Transactions A* 31(4) (2000) 1175-1185.
- [49] M.D. Mathew, G. Sasikala, K. Bhanu Sankara Rao, S.L. Mannan, Influence of carbon and nitrogen on the creep properties of type 316 stainless steel at 873 K, *Materials Science and Engineering: A* 148(2) (1991) 253-260.
- [50] M.D. Mathew, S. Iatha, G. Sasikala, S.L. Mannan, P. Rodriguez, Creep Properties of Three Heats of Type 316 Stainless Steel for Elevated Temperature Nuclear Applications, *Nuclear Technology* 81(1) (1988) 114-121.
- [51] M.D. Mathew, K. Laha, V. Ganesan, Improving creep strength of 316L stainless steel by alloying with nitrogen, *Materials Science and Engineering: A* 535 (2012) 76-83.
- [52] M. Rieth, A. Falkenstein, P. Graf, S. Heger, U. Jaentsch, M. Klimiankou, E. Materna-Morris, H. Zimmermann, Creep of the austenitic steel AISI 316 L(N) Experiments and models, Germany, 2004, p. 80.
- [53] M.E. Kassner, *Fundamentals of Creep in Metals and Alloys (Second Edition)*, Elsevier Amsterdam, 2008.
- [54] C. Amzallag, C. Belrami, J. Driver, C. Gorlier, P. Violan, A. International, A.S.f. Testing, Materials, Influence of Temperature and Environment on the Fatigue Mechanisms of Single-Crystal and Polycrystal 316L, ASTM International 1988.
- [55] D.G. Morris, D.R. Harries, Creep and rupture in Type 316 stainless steel at temperatures between 525 and 900°C Part I: Creep rate, *Metal science* 12(11) (1978) 525-531.
- [56] Y.M. Wang, T. Voisin, J.T. McKeown, J. Ye, N.P. Calta, Z. Li, Z. Zeng, Y. Zhang, W. Chen, T.T. Roehling, R.T. Ott, M.K. Santala, Philip J. Depond, M.J. Matthews, A.V. Hamza, T. Zhu, Additively manufactured hierarchical stainless steels with high strength and ductility, *Nature Materials* 17(1) (2018) 63-71.
- [57] Y.M. Arisoy, L.E. Ciales, T. Özel, B. Lane, S. Moylan, A. Donmez, Influence of scan strategy and process parameters on microstructure and its optimization in additively manufactured nickel alloy 625 via laser powder bed fusion, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 90(5) (2017) 1393-1417.
- [58] B. Attard, S. Cruchley, C. Beetz, M. Megahed, Y.L. Chiu, M.M. Attallah, Microstructural control during laser powder fusion to create graded microstructure Ni-superalloy components, *Additive Manufacturing* 36 (2020) 101432.
- [59] M. Laleh, E. Sadeghi, R.I. Revilla, Q. Chao, N. Haghdadi, A.E. Hughes, W. Xu, I. De Graeve, M. Qian, I. Gibson, M.Y. Tan, Heat treatment for metal additive manufacturing, *Progress in Materials Science* 133 (2023) 101051.
- [60] D. Kong, C. Dong, S. Wei, X. Ni, L. Zhang, R. Li, L. Wang, C. Man, X. Li, About metastable cellular structure in additively manufactured austenitic stainless steels, *Additive Manufacturing* 38 (2021) 101804.

- [61] Y. Lee, M. Nordin, S.S. Babu, D.F. Farson, Effect of Fluid Convection on Dendrite Arm Spacing in Laser Deposition, *Metallurgical and Materials Transactions B* 45(4) (2014) 1520-1529.
- [62] K.M. Bertsch, G. Meric de Bellefon, B. Kuehl, D.J. Thoma, Origin of dislocation structures in an additively manufactured austenitic stainless steel 316L, *Acta Materialia* 199 (2020) 19-33.
- [63] S. Kou, *Welding metallurgy*, New Jersey, USA 431(446) (2003) 223-225.
- [64] D. Yang, Y. Yin, X. Kan, Y. Zhao, Z. Zhao, J. Sun, The mechanism of substructure formation and grain growth 316L stainless steel by selective laser melting, *Materials Research Express* 8(9) (2021) 096510.
- [65] T. Voisin, J.-B. Forien, A. Perron, S. Aubry, N. Bertin, A. Samanta, A. Baker, Y.M. Wang, New insights on cellular structures strengthening mechanisms and thermal stability of an austenitic stainless steel fabricated by laser powder-bed-fusion, *Acta Materialia* 203 (2021) 116476.
- [66] Y. Wang, C. Zhang, C. Yu, L. Xing, K. Li, J. Chen, J. Ma, W. Liu, Z. Shen, Construction of Cellular Substructure in Laser Powder Bed Fusion, *Metals* 9(11) (2019) 1231.
- [67] Z. Sun, X. Tan, S.B. Tor, C.K. Chua, Simultaneously enhanced strength and ductility for 3D-printed stainless steel 316L by selective laser melting, *NPG Asia Materials* 10(4) (2018) 127-136.
- [68] S. Chen, G. Ma, G. Wu, A. Godfrey, T. Huang, X. Huang, Strengthening mechanisms in selective laser melted 316L stainless steel, *Materials Science and Engineering: A* 832 (2022) 142434.
- [69] M.M. Li, W.Y. Chen, X. Zhang, Effect of heat treatment on creep behavior of 316 L stainless steel manufactured by laser powder bed fusion, *Journal of Nuclear Materials* 559 (2022).
- [70] H.S. Yin, M. Song, P. Deng, L. Li, B.C. Prorok, X.Y. Lou, Thermal stability and microstructural evolution of additively manufactured 316L stainless steel by laser powder bed fusion at 500-800 degrees C, *Additive Manufacturing* 41 (2021).
- [71] P. Krakhmalev, G. Fredriksson, K. Svensson, I. Yadroitsev, I. Yadroitsava, M. Thuvander, R. Peng, Microstructure, Solidification Texture, and Thermal Stability of 316 L Stainless Steel Manufactured by Laser Powder Bed Fusion, *Metals* 8(8) (2018) 643.
- [72] D. Wang, C.H. Song, Y.Q. Yang, Y.C. Bai, Investigation of crystal growth mechanism during selective laser melting and mechanical property characterization of 316L stainless steel parts, *Materials & Design* 100 (2016) 291-299.
- [73] Z. Li, B. He, Q. Guo, Strengthening and hardening mechanisms of additively manufactured stainless steels: The role of cell sizes, *Scripta Materialia* 177 (2020) 17-21.
- [74] D. Fisher, W. Kurz, *Fundamentals of Solidification*, *Fundamentals of Solidification* (1998) 1-316.
- [75] T. Pinomaa, M. Lindroos, M. Walbrühl, N. Provatas, A. Laukkanen, The significance of spatial length scales and solute segregation in strengthening rapid solidification microstructures of 316L stainless steel, *Acta Materialia* 184 (2020) 1-16.
- [76] L. Cui, S. Jiang, J. Xu, R.L. Peng, R.T. Mousavian, J. Moverare, Revealing relationships between microstructure and hardening nature of additively manufactured 316L stainless steel, *Materials & Design* 198 (2021) 109385.
- [77] F. Yan, W. Xiong, E. Faierson, G.B. Olson, Characterization of nano-scale oxides in austenitic stainless steel processed by powder bed fusion, *Scripta Materialia* 155 (2018) 104-108.
- [78] F.C. Pinto, L.S. Aota, I.R. Souza Filho, D. Raabe, H.R.Z. Sandim, Recrystallization in non-conventional microstructures of 316L stainless steel produced via laser powder-bed fusion: effect of particle coarsening kinetics, *Journal of Materials Science* 57(21) (2022) 9576-9598.
- [79] T.S. Byun, B.E. Garrison, M.R. McAlister, X. Chen, M.N. Gussev, T.G. Lach, A. Le Coq, K. Linton, C.B. Joslin, J.K. Carver, F.A. List, R.R. Dehoff, K.A. Terrani, Mechanical behavior of additively manufactured and wrought 316L stainless steels before and after neutron irradiation, *Journal of Nuclear Materials* 548 (2021).
- [80] P. Deng, M. Karadge, R.B. Rebak, V.K. Gupta, B.C. Prorok, X. Lou, The origin and formation of oxygen inclusions in austenitic stainless steels manufactured by laser powder bed fusion, *Additive Manufacturing* 35 (2020) 101334.
- [81] W.-S. Shin, B. Son, W. Song, H. Sohn, H. Jang, Y.-J. Kim, C. Park, Heat treatment effect on the microstructure, mechanical properties, and wear behaviors of stainless steel 316L prepared via selective laser melting, *Materials Science and Engineering: A* 806 (2021) 140805.

- [82] K. Sommer, L. Agudo Jácome, R. Hesse, D. Bettge, Revealing the nature of melt pool boundaries in additively manufactured stainless steel by nano-sized modulation, *Advanced Engineering Materials* 24(6) (2022) 2101699.
- [83] T. Ronneberg, C.M. Davies, P.A. Hooper, Revealing relationships between porosity, microstructure and mechanical properties of laser powder bed fusion 316L stainless steel through heat treatment, *Materials & Design* 189 (2020) 108481.
- [84] T. Kurzynowski, K. Gruber, W. Stopyra, B. Kuźnicka, E. Chlebus, Correlation between process parameters, microstructure and properties of 316 L stainless steel processed by selective laser melting, *Materials Science and Engineering: A* 718 (2018) 64-73.
- [85] Y. Zhong, L. Liu, S. Wikman, D. Cui, Z. Shen, Intragranular cellular segregation network structure strengthening 316L stainless steel prepared by selective laser melting, *Journal of Nuclear Materials* 470 (2016) 170-178.
- [86] L.S. Aota, P. Bajaj, K.D. Zilnyk, E.A. Jäggle, D. Ponge, H.R.Z. Sandim, D. Raabe, Recrystallization kinetics, mechanisms, and topology in alloys processed by laser powder-bed fusion: AISI 316L stainless steel as example, *Materialia* 20 (2021) 101236.
- [87] A. Leicht, C.H. Yu, V. Luzin, U. Klement, E. Hryha, Effect of scan rotation on the microstructure development and mechanical properties of 316L parts produced by laser powder bed fusion, *Materials Characterization* 163 (2020) 110309.
- [88] E. de Sonis, S. Dépinoy, P.-F. Giroux, H. Maskrot, L. Lemarquis, O. Hercher, F. Villaret, A.-F. Gourgues-Lorenzon, Dependency of recrystallization kinetics on the solidification microstructure of 316L stainless steel processed by laser powder bed fusion (LPBF), *Materials Characterization* 194 (2022) 112370.
- [89] D. Kong, X. Ni, C. Dong, L. Zhang, C. Man, J. Yao, K. Xiao, X. Li, Heat Treatment Effect on the Microstructure and Corrosion Behavior of 316L Stainless Steel Fabricated by Selective Laser Melting for Proton Exchange Membrane Fuel Cells, *Electrochimica Acta* 276 (2018) 293-303.
- [90] R.E. Napolitano, R.J. Schaefer, The convergence-fault mechanism for low-angle boundary formation in single-crystal castings, *Journal of Materials Science* 35(7) (2000) 1641-1659.
- [91] M. Newell, K. Devendra, P.A. Jennings, N. D'Souza, Role of dendrite branching and growth kinetics in the formation of low angle boundaries in Ni-base superalloys, *Materials Science and Engineering: A* 412(1) (2005) 307-315.
- [92] S. Gao, Z. Hu, M. Duchamp, P.S.S.R. Krishnan, S. Tekumalla, X. Song, M. Seita, Recrystallization-based grain boundary engineering of 316L stainless steel produced via selective laser melting, *Acta Materialia* 200 (2020) 366-377.
- [93] K. Saeidi, X. Gao, Y. Zhong, Z.J. Shen, Hardened austenite steel with columnar sub-grain structure formed by laser melting, *Materials Science and Engineering: A* 625 (2015) 221-229.
- [94] M. Moyle, C. Ledermueller, Z. Zou, S. Primig, N. Haghdadi, Multi-scale characterisation of microstructure and texture of 316L stainless steel manufactured by laser powder bed fusion, *Materials Characterization* 184 (2022) 111663.
- [95] K.A. Sofinowski, S. Raman, X. Wang, B. Gaskey, M. Seita, Layer-wise engineering of grain orientation (LEGO) in laser powder bed fusion of stainless steel 316L, *Additive Manufacturing* 38 (2021) 101809.
- [96] R.W. Fonda, D.J. Rowenhorst, Crystallographic Variability in Additive Manufacturing, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 1249(1) (2022) 012007.
- [97] D. Riabov, A. Leicht, J. Ahlström, E. Hryha, Investigation of the strengthening mechanism in 316L stainless steel produced with laser powder bed fusion, *Materials Science and Engineering: A* 822 (2021) 141699.
- [98] J. Wang, W.J. Wu, W. Jing, X. Tan, G.J. Bi, S.B. Tor, K.F. Leong, C.K. Chua, E. Liu, Improvement of densification and microstructure of ASTM A131 EH36 steel samples additively manufactured via selective laser melting with varying laser scanning speed and hatch spacing, *Materials Science and Engineering: A* 746 (2019) 300-313.
- [99] C. Li, Z.Y. Liu, X.Y. Fang, Y.B. Guo, Residual Stress in Metal Additive Manufacturing, *Procedia CIRP* 71 (2018) 348-353.
- [100] R.J. Williams, F. Vecchiato, J. Kelleher, M.R. Wenman, P.A. Hooper, C.M. Davies, Effects of heat treatment on residual stresses in the laser powder bed fusion of 316L stainless steel: Finite element

- predictions and neutron diffraction measurements, *Journal of Manufacturing Processes* 57 (2020) 641-653.
- [101] L.A. Ávila Calderón, B. Graf, B. Rehmer, T. Petrat, B. Skrotzki, M. Rethmeier, Characterization of Ti-6Al-4V Fabricated by Multilayer Laser Powder-Based Directed Energy Deposition, *Advanced Engineering Materials* 24(6) (2022) 2101333.
- [102] L.A. Ávila Calderón, B. Rehmer, S. Schriever, A. Ulbricht, L. Agudo Jácome, K. Sommer, G. Mohr, B. Skrotzki, A. Evans, Creep and creep damage behavior of stainless steel 316L manufactured by laser powder bed fusion, *Materials Science and Engineering: A* 830 (2022) 142223.
- [103] F.X. Wei, B.S. Cheng, P. Kumar, P. Wang, J.J. Lee, H.L. Seng, K.H. Cheong, K.B. Lau, C.C. Tan, A comparative study of additive manufactured and wrought SS316L: Pre-existing dislocations and grain boundary characteristics, *Materials Science and Engineering: A* 833 (2022).
- [104] C.H. Yu, A. Leicht, R.L. Peng, J. Moverare, Low cycle fatigue of additively manufactured thin-walled stainless steel 316L, *Materials Science and Engineering: A* 821 (2021).
- [105] Q. Dai, Z. Yuan, X. Chen, K. Chen, High-cycle fatigue behavior of high-nitrogen austenitic stainless steel, *Materials Science and Engineering: A* 517 (2009) 257-260.
- [106] M. Nani Babu, G. Sasikala, K. Sadananda, Effect of Nitrogen on the Fatigue Crack Growth Behavior of 316L Austenitic Stainless Steels, *Metallurgical and Materials Transactions A* 50(7) (2019) 3091-3105.
- [107] D.W. Kim, W.-S. Ryu, J.H. Hong, S.-K. Choi, Effect of nitrogen on high temperature low cycle fatigue behaviors in type 316L stainless steel, *Journal of Nuclear Materials* 254(2) (1998) 226-233.
- [108] V. Ganesan, M.D. Mathew, P. Parameswaran, K. Laha, Effect of nitrogen on evolution of dislocation substructure in 316LN SS during creep, *6th International Conference on Creep, Fatigue and Creep-Fatigue Interaction* 55 (2013) 36-40.
- [109] V. Ganesan, K. Laha, M.D. Mathew, Influence of Nitrogen Content on the Evolution of Creep Damage in 316 LN Stainless Steel, *Procedia Engineering* 86 (2014) 58-65.
- [110] W. Chen, T. Voisin, Y. Zhang, J.-B. Forien, C.M. Spadaccini, D.L. McDowell, T. Zhu, Y.M. Wang, Microscale residual stresses in additively manufactured stainless steel, *Nature Communications* 10(1) (2019) 4338.
- [111] W.-J. Lai, A. Ojha, Z. Li, C. Engler-Pinto, X. Su, Effect of residual stress on fatigue strength of 316L stainless steel produced by laser powder bed fusion process, *Progress in Additive Manufacturing* 6(3) (2021) 375-383.
- [112] M. Yakout, M.A. Elbestawi, S.C. Veldhuis, Density and mechanical properties in selective laser melting of Invar 36 and stainless steel 316L, *Journal of Materials Processing Technology* 266 (2019) 397-420.
- [113] P. Mercelis, J.P. Kruth, Residual stresses in selective laser sintering and selective laser melting, *Rapid Prototyping Journal* 12(5) (2006) 254-265.
- [114] S. Waqar, K. Guo, J. Sun, Evolution of residual stress behavior in selective laser melting (SLM) of 316L stainless steel through preheating and in-situ re-scanning techniques, *Optics & Laser Technology* 149 (2022) 107806.
- [115] M. Sprengel, A. Ulbricht, A. Evans, A. Kromm, K. Sommer, T. Werner, J. Kelleher, G. Bruno, T. Kannengiesser, Towards the Optimization of Post-Laser Powder Bed Fusion Stress-Relieve Treatments of Stainless Steel 316L, *Metallurgical and Materials Transactions A* 52(12) (2021) 5342-5356.
- [116] W.Z. Zhuang, G.R. Halford, Investigation of residual stress relaxation under cyclic load, *International Journal of Fatigue* 23 (2001) 31-37.
- [117] O.S. Zarog, A. Ali, B. Sahari, R. Zahari, Modelling of Residual Stress Relaxation: A Review, *Pertanika Journal of Science & Technology* 17 (2009) 211-8.
- [118] G.E. Totten, *Handbook of residual stress and deformation of steel*, ASM international 2002.
- [119] R.J. Williams, J. Al-Lami, P.A. Hooper, M.-S. Pham, C.M. Davies, Creep deformation and failure properties of 316 L stainless steel manufactured by laser powder bed fusion under multiaxial loading conditions, *Additive Manufacturing* (2020) 101706.
- [120] W.H. Kan, L.N.S. Chiu, C.V.S. Lim, Y. Zhu, Y. Tian, D. Jiang, A. Huang, A critical review on the effects of process-induced porosity on the mechanical properties of alloys fabricated by laser powder bed fusion, *Journal of Materials Science* 57(21) (2022) 9818-9865.

- [121] A. du Plessis, I. Yadroitsava, I. Yadroitsev, Effects of defects on mechanical properties in metal additive manufacturing: A review focusing on X-ray tomography insights, *Materials & Design* 187 (2020) 108385.
- [122] Y. Zhu, T. Peng, G. Jia, H. Zhang, S. Xu, H. Yang, Electrical energy consumption and mechanical properties of selective-laser-melting-produced 316L stainless steel samples using various processing parameters, *Journal of Cleaner Production* 208 (2019) 77-85.
- [123] M.S.I.N. Kamariah, W.S.W. Harun, N.Z. Khalil, F. Ahmad, M.H. Ismail, S. Sharif, Effect of heat treatment on mechanical properties and microstructure of selective laser melting 316L stainless steel, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 257(1) (2017) 012021.
- [124] A.M. Roach, B.C. White, A. Garland, B.H. Jared, J.D. Carroll, B.L. Boyce, Size-dependent stochastic tensile properties in additively manufactured 316L stainless steel, *Additive Manufacturing* 32 (2020) 101090.
- [125] L. Hitzler, J. Hirsch, B. Heine, M. Merkel, W. Hall, A. Öchsner, On the Anisotropic Mechanical Properties of Selective Laser-Melted Stainless Steel, *Materials* 10(10) (2017) 1136.
- [126] D.C. Kong, C.F. Dong, X.Q. Ni, L. Zhang, J.Z. Yao, C. Man, X.Q. Cheng, K. Xiao, X.G. Li, Mechanical properties and corrosion behavior of selective laser melted 316L stainless steel after different heat treatment processes, *Journal of Materials Science & Technology* 35(7) (2019) 1499-1507.
- [127] N. Chen, G. Ma, W. Zhu, A. Godfrey, Z. Shen, G. Wu, X. Huang, Enhancement of an additive-manufactured austenitic stainless steel by post-manufacture heat-treatment, *Materials Science and Engineering: A* 759 (2019) 65-69.
- [128] E. Tascioglu, Y. Karabulut, Y. Kaynak, Influence of heat treatment temperature on the microstructural, mechanical, and wear behavior of 316L stainless steel fabricated by laser powder bed additive manufacturing, *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 107(5) (2020) 1947-1956.
- [129] DIN EN 10028-7:2016 Flat products made of steels for pressure purposes - Part 7: Stainless steels; German version, Deutsches Institut für Normung e. V., Beuth Verlag, Berlin, 2016-10.
- [130] S. Tekumalla, B. Selvarajou, S. Raman, S.B. Gao, M. Seita, The role of the solidification structure on orientation-dependent hardness in stainless steel 316L produced by laser powder bed fusion, *Materials Science and Engineering: A* 833 (2022).
- [131] V.G. Smelov, A.V. Sotov, A.V. Agapovichev, T.M. Tomilina, Selective Laser Melting of Metal Powder Of Steel 316L, *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering* 142(1) (2016) 012071.
- [132] D. Gu, H. Chen, Selective laser melting of high strength and toughness stainless steel parts: The roles of laser hatch style and part placement strategy, *Materials Science and Engineering: A* 725 (2018) 419-427.
- [133] O.O. Salman, C. Gammer, A.K. Chaubey, J. Eckert, S. Scudino, Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of 316L steel synthesized by selective laser melting, *Materials Science and Engineering: A* 748 (2019) 205-212.
- [134] J. Kluczynski, L. Sniezek, K. Grzelak, J. Torzewski, I. Szachogluchowicz, M. Wachowski, The Influence of Process Parameters on the Low-Cycle Fatigue Properties of 316L Steel Parts Produced by Powder Bed Fusion, *Metallurgical and Materials Transactions A* (2022).
- [135] Y. Hong, C. Zhou, Y. Zheng, L. Zhang, J. Zheng, The cellular boundary with high density of dislocations governed the strengthening mechanism in selective laser melted 316L stainless steel, *Materials Science and Engineering: A* 799 (2021) 140279.
- [136] X.L. Wang, J.A. Muniz-Lerma, M.A. Shandiz, O. Sanchez-Mata, M. Brochu, Crystallographic-orientation-dependent tensile behaviours of stainless steel 316L fabricated by laser powder bed fusion, *Materials Science and Engineering: A* 766 (2019).
- [137] Y.-D. Im, K.-H. Kim, K.-H. Jung, Y.-K. Lee, K.-H. Song, Anisotropic Mechanical Behavior of Additive Manufactured AISI 316L Steel, *Metallurgical and Materials Transactions A* 50(4) (2019) 2014-2021.
- [138] C. Qiu, M.A. Kindi, A.S. Aladawi, I.A. Hatmi, A comprehensive study on microstructure and tensile behaviour of a selectively laser melted stainless steel, *Scientific Reports* 8(1) (2018) 7785.
- [139] S. Bahl, S. Mishra, K.U. Yazar, I.R. Kola, K. Chatterjee, S. Suwas, Non-equilibrium microstructure, crystallographic texture and morphological texture synergistically result in unusual mechanical properties of 3D printed 316L stainless steel, *Additive Manufacturing* 28 (2019) 65-77.



- [140] K. Akino, K. Takehi, Strengths and Microstructure of SUS316L Fabricated by Selective Laser Melting, *Journal of the Japan Institute of Metals and Materials* 80(12) (2016) 772-777.
- [141] Y.J. Yin, J.Q. Sun, J. Guo, X.F. Kan, D.C. Yang, Mechanism of high yield strength and yield ratio of 316 L stainless steel by additive manufacturing, *Materials Science and Engineering: A* 744 (2019) 773-777.
- [142] Y.J. Yin, J.Q. Sun, J. Guo, X.F. Kan, D.C. Yang, Mechanism of high yield strength and yield ratio of 316 L stainless steel by additive manufacturing, *Materials Science and Engineering: A* 744 (2019) 773-777.
- [143] H.-Z. Jiang, Z.-Y. Li, T. Feng, P.-Y. Wu, Q.-S. Chen, S.-K. Yao, J.-Y. Hou, Effect of Annealing Temperature and Strain Rate on Mechanical Property of a Selective Laser Melted 316L Stainless Steel, *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)* 35(5) (2022) 773-789.
- [144] E. Orowan, Fracture and strength of solids, *Reports on Progress in Physics* 12(1) (1949) 185.
- [145] H.J. Speidel, M.O. Speidel, Nickel and chromium-based high nitrogen alloys, *Materials and Manufacturing Processes* 19(1) (2004) 95-109.
- [146] T. Rashev, High nitrogen steels and metallurgy under pressure, *Transactions of the Indian Institute of Metals* 55(4) (2002) 201-211.
- [147] D. Hull, D.J. Bacon, *Introduction to dislocations*, Butterworth-Heinemann 2001.
- [148] J.P. Hirth, J. Lothe, T. Mura, *Theory of dislocations*, *Journal of Applied Mechanics* 50(2) (1983) 476-477.
- [149] P.B. Hirsch, A. Kelly, Stacking-fault strengthening, *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics* 12(119) (1965) 881-900.
- [150] M. Shamsujjoha, S.R. Agnew, J.M. Fitz-Gerald, W.R. Moore, T.A. Newman, High Strength and Ductility of Additively Manufactured 316L Stainless Steel Explained, *Metallurgical and Materials Transactions A* 49(7) (2018) 3011-3027.
- [151] M.S. Pham, B. Dovygytė, P.A. Hooper, Twinning induced plasticity in austenitic stainless steel 316L made by additive manufacturing, *Materials Science and Engineering: A* 704 (2017) 102-111.
- [152] P. Bajaj, A. Hariharan, A. Kini, P. Kürsteiner, D. Raabe, E.A. Jägle, Steels in additive manufacturing: A review of their microstructure and properties, *Materials Science and Engineering: A* 772 (2020) 138633.
- [153] K. Saeidi, M. Neikter, J. Olsen, Z.J. Shen, F. Akhtar, 316L stainless steel designed to withstand intermediate temperature, *Materials & Design* 135 (2017) 1-8.
- [154] D. Molnár, X. Sun, S. Lu, W. Li, G. Engberg, L. Vitos, Effect of temperature on the stacking fault energy and deformation behaviour in 316L austenitic stainless steel, *Materials Science and Engineering: A* 759 (2019) 490-497.
- [155] C.A. Bronkhorst, S. Kalidindi, L. Anand, Polycrystalline plasticity and the evolution of crystallographic texture in FCC metals, *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A: Physical and Engineering Sciences* 341(1662) (1992) 443-477.
- [156] S.N. Monteiro, F.M. Margem, V.S. Candido, A.B.-H.d.S. Figueiredo, High Temperature Plastic Instability and Dynamic Strain Aging in the Tensile Behavior of AISI 316 Stainless Steel, *Materials Research* 20 (2017).
- [157] B. Choudary, Influence of strain rate and temperature on tensile deformation and fracture behavior of type 316L (N) austenitic stainless steel, *Metallurgical and Materials Transactions A* 45 (2014) 303-316.
- [158] D.W. Kim, W.-S. Ryu, J.H. Hong, S.-K. Choi, Effect of nitrogen on the dynamic strain ageing behaviour of type 316L stainless steel, *Journal of Materials Science* 33 (1998) 675-679.
- [159] C.-H. Yu, A. Leicht, V. Luzin, M. Busi, E. Polatidis, M. Strobl, R. Peng, J. Moverare, Effect of Stress Relief Heat Treatment on Low Cycle Fatigue Behaviours of Lpbf Stainless Steel 316L, *SSRN Electronic Journal* (2022).
- [160] K.U. Garthe, K.P. Hoyer, L. Hagen, W. Tillmann, M. Schaper, Correlation between pre- and post-treatments of additively manufactured 316L parts and the resulting low cycle fatigue behavior, *Rapid Prototyping Journal* 28(5) (2022) 833-840.
- [161] J. Kluczynski, L. Sniezek, K. Grzelak, J. Torzewski, I. Szachogluchowicz, A. Ozieblo, K. Perkowski, M. Wachowski, M. Malek, The Influence of Heat Treatment on Low Cycle Fatigue Properties of Selectively Laser Melted 316L Steel, *Materials* 13(24) (2020).

- [162] W. Beard, R. Lancaster, J. Adams, D. Buller, Fatigue Performance of Additively Manufactured Stainless Steel 316L for Nuclear Applications, 2020.
- [163] L.Q. Cui, F.Q. Jiang, R.L. Peng, R.T. Mousavian, Z.Q. Yang, J. Moverare, Dependence of microstructures on fatigue performance of polycrystals: A comparative study of conventional and additively manufactured 316L stainless steel, *International Journal of Plasticity* 149 (2022).
- [164] P. Kumar, R. Jayaraj, J. Suryawanshi, U.R. Satwik, J. McKinnell, U. Ramamurty, Fatigue strength of additively manufactured 316L austenitic stainless steel, *Acta Materialia* 199 (2020) 225-239.
- [165] Y. Cao, Z. Mourni, J. Zhu, Y. Zhang, Y. You, W. Zhang, Comparative Investigation of the Fatigue Limit of Additive-Manufactured and Rolled 316 Steel Based on Self-Heating Approach, *Engineering Fracture Mechanics* 223 (2020) 106746.
- [166] L.Q. Cui, F.Q. Jiang, D.Y. Deng, T.Z. Xin, X.Y. Sun, R.T. Mousavian, R.L. Peng, Z.Q. Yang, J. Moverare, Cyclic response of additive manufactured 316L stainless steel: The role of cell structures, *Scripta Materialia* 205 (2021).
- [167] L.Q. Cui, D.Y. Deng, F.Q. Jiang, R.L. Peng, T.Z. Xin, R.T. Mousavian, Z.Q. Yang, J. Moverare, Superior low cycle fatigue property from cell structures in additively manufactured 316L stainless steel, *Journal of Materials Science & Technology* 111 (2022) 268-278.
- [168] C. Elangeswaran, A. Cutolo, G.K. Muralidharan, K. Vanmeensel, B. Van Hooreweder, Microstructural analysis and fatigue crack initiation modelling of additively manufactured 316L after different heat treatments, *Materials & Design* 194 (2020) 108962.
- [169] C. Elangeswaran, A. Cutolo, G.K. Muralidharan, C. de Formanoir, F. Berto, K. Vanmeensel, B. Van Hooreweder, Effect of post-treatments on the fatigue behaviour of 316L stainless steel manufactured by laser powder bed fusion, *International Journal of Fatigue* 123 (2019) 31-39.
- [170] B. Blinn, F. Krebs, M. Ley, R. Teutsch, T. Beck, Determination of the influence of a stress-relief heat treatment and additively manufactured surface on the fatigue behavior of selectively laser melted AISI 316L by using efficient short-time procedures, *International Journal of Fatigue* 131 (2020).
- [171] B. Blinn, M. Klein, C. Gläßner, M. Smaga, J.C. Aurich, T. Beck, An Investigation of the Microstructure and Fatigue Behavior of Additively Manufactured AISI 316L Stainless Steel with Regard to the Influence of Heat Treatment, *Metals* 8(4) (2018) 220.
- [172] H. Roirand, A. Hor, B. Malard, N. Saintier, Effect of Laser-Scan Strategy on Microstructure and Fatigue Properties of 316L Additively Manufactured Stainless Steel, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 46(1) (2023) 32-48.
- [173] J. Zhou, Z. Sun, P. Kanouté, D. Reintant, Experimental analysis and constitutive modelling of cyclic behaviour of 316L steels including hardening/softening and strain range memory effect in LCF regime, *International Journal of Plasticity* 107 (2018) 54-78.
- [174] J. Polák, V. Mazánová, M. Heczko, R. Petráš, I. Kuběna, L. Casalena, J. Man, The Role of Extrusions and Intrusions in Fatigue Crack Initiation, *Engineering Fracture Mechanics* 185 (2017) 46-60.
- [175] P. Spätig, M. Heczko, T. Kruml, H.P. Seifert, Influence of mean stress and light water reactor environment on fatigue life and dislocation microstructures of 316L austenitic steel, *Journal of Nuclear Materials* 509 (2018) 15-28.
- [176] M. Heilmaier, H.J. Maier, A. Jung, M. Nganbe, F.E.H. Müller, H.J. Christ, Cyclic stress-strain response of the ODS nickel-base, superalloy PM 1000 under variable amplitude loading at high temperatures, *Materials Science and Engineering: A* 281(1) (2000) 37-44.
- [177] H.-J. Christ, Cyclic stress-strain response of metals and alloys modelling on a microstructural basis, *Zeszyty Naukowe. Mechanika/Politechnika Opolska* (84) (2005) 53-72.
- [178] M. Li, X. Zhang, W.-Y. Chen, T.S. Byun, Creep behavior of 316 L stainless steel manufactured by laser powder bed fusion, *Journal of Nuclear Materials* 548 (2021) 152847.
- [179] K.B. Yoon, V.H. Dao, J.M. Yu, Effects of Build Direction on Tensile and Creep Properties of 316L Stainless Steel Produced by Selective Laser Melting, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* n/a(n/a) (2020).
- [180] J.M. Yu, V.H. Dao, K.B. Yoon, Investigation of creep behavior of 316L stainless steel produced by selective laser melting with various processing parameters, *Journal of Mechanical Science and Technology* (2020).

- [181] Q. Chao, S. Thomas, N. Birbilis, P. Cizek, P.D. Hodgson, D. Fabijanic, The effect of post-processing heat treatment on the microstructure, residual stress and mechanical properties of selective laser melted 316L stainless steel, *Materials Science and Engineering: A* 821 (2021) 141611.
- [182] P. Deng, H. Yin, M. Song, D. Li, Y. Zheng, B.C. Prorok, X. Lou, On the Thermal Stability of Dislocation Cellular Structures in Additively Manufactured Austenitic Stainless Steels: Roles of Heavy Element Segregation and Stacking Fault Energy, *JOM* 72(12) (2020) 4232-4243.
- [183] K. Saeidi, X. Gao, F. Lofaj, L. Kvetkova, Z.J. Shen, Transformation of austenite to duplex austenite-ferrite assembly in annealed stainless steel 316L consolidated by laser melting, *Journal of Alloys and Compounds* 633 (2015) 463-469.
- [184] J.D. Roehling, W.L. Smith, T.T. Roehling, B. Vrancken, G.M. Guss, J.T. McKeown, M.R. Hill, M.J. Matthews, Reducing residual stress by selective large-area diode surface heating during laser powder bed fusion additive manufacturing, *Additive Manufacturing* 28 (2019) 228-235.
- [185] A. Yadollahi, N. Shamsaei, S.M. Thompson, D.W. Seely, Effects of process time interval and heat treatment on the mechanical and microstructural properties of direct laser deposited 316L stainless steel, *Materials Science and Engineering: A* 644 (2015) 171-183.
- [186] J. Kluczyński, L. Śnieżek, K. Grzelak, A. Oziębło, K. Perkowski, J. Torzewski, I. Szachogłuchowicz, K. Gocman, M. Wachowski, B. Kania, Comparison of Different Heat Treatment Processes of Selective Laser Melted 316L Steel Based on Analysis of Mechanical Properties, *Materials* 13(17) (2020) 3805.
- [187] A. Riemer, S. Leuders, M. Thone, H.A. Richard, T. Troster, T. Niendorf, On the Fatigue Crack Growth Behavior in 316L Stainless Steel Manufactured by Selective Laser Melting, *Engineering Fracture Mechanics* 120 (2014) 15-25.
- [188] X. Chen, J. Li, X. Cheng, H. Wang, Z. Huang, Effect of heat treatment on microstructure, mechanical and corrosion properties of austenitic stainless steel 316L using arc additive manufacturing, *Materials Science and Engineering: A* 715 (2018) 307-314.
- [189] G. Mohr, N. Scheuschner, K. Hilgenberg, In situ heat accumulation by geometrical features obstructing heat flux and by reduced inter layer times in laser powder bed fusion of AISI 316L stainless steel, *Procedia CIRP* 94 (2020) 155-160.
- [190] A. Charmi, R. Falkenberg, L. Ávila, G. Mohr, K. Sommer, A. Ulbricht, M. Sprengel, R. Saliwan Neumann, B. Skrotzki, A. Evans, Mechanical anisotropy of additively manufactured stainless steel 316L: An experimental and numerical study, *Materials Science and Engineering: A* 799 (2021) 140154.
- [191] DIN 50125:2016-12 Testing of metallic materials - Tensile test pieces, Deutsches Institut für Normung e. V. (DIN), Beuth Verlag, Berlin, 2016.
- [192] DIN EN ISO 6892-1:2017-02 Metallic materials - Tensile testing Part 1: Methode of test at room temperature, Deutsches Institut für Normung e. V. (DIN), Beuth Verlag, Berlin, 2017.
- [193] DIN EN ISO 6892-2: 2018-09 Metallic materials - Tensile testing - Part 2: Methode of test at elevated temperature, Deutsches Institut für Normung e. V. (DIN), Beuth Verlag, Berlin, 2018.
- [194] W. Gabauer, The determination of uncertainties in tensile testing, *Manual of Codes of Practice for the Determination of Uncertainties in Mechanical Tests on Metallic Materials* (2000).
- [195] ASTM E1875-20, Standard Test Method for Dynamic Young's Modulus, Shear Modulus, and Poisson's Ratio by Sonic Resonance, ASTM International, West Conshohocken, PA, USA, 2020.
- [196] ISO 12106:2017: Metallic materials -- Fatigue testing -- Axial-strain-controlled method, International Organization for Standardization, Geneva, 2017.
- [197] DIN EN ISO 4287:2010-07, Geometrical Product Specifications (GPS) - Surface texture: Profile method - Terms, definitions and surface texture parameters, Beuth Verlag GmbH, Berlin, Germany, 2010., 2010.
- [198] ISO 23788:2012: Metallic materials - Verification of the alignment of fatigue testing machines, in: I.O.f. Standardization (Ed.) Switzerland, Beuth Verlag GmbH, 2012.
- [199] E. e.V., Guidelines on the Calibration of Thermocouples, EURAMET Calibration Guide No. 8, Braunschweig, Germany, 2020.
- [200] E. e.V., Guidelines on the Calibration of Temperature Indicators and Simulators by Electrical Simulation and Measurement, EURAMET Calibration Guide No. 11, Braunschweig, Germany, 2007.
- [201] M. Yakout, M.A. Elbestawi, S.C. Veldhuis, A study of thermal expansion coefficients and microstructure during selective laser melting of Invar 36 and stainless steel 316L, *Additive Manufacturing* 24 (2018) 405-418.

- [202] Material Datasheet 1.4404, 2006. (Accessed February 2020).
- [203] DIN EN ISO 204:2019-04: Metallische Werkstoffe - Einachsiger Zeitstandversuch unter Zugbeanspruchung - Prüfverfahren (ISO 204:2018); Deutsche Fassung EN ISO 204:2018, International Organization for Standardization, 2019.
- [204] DIN EN ISO 7500-2:2007-04: Metallische Werkstoffe - Prüfung von statischen einachsigen Prüfmaschinen - Teil 2: Zeitstandprüfmaschinen für Zugbeanspruchung - Prüfung der angewendeten Kraft (ISO 7500-2:2006); Deutsche Fassung EN ISO 7500-2:2006, International Organization for Standardization, 2007-4.
- [205] C.T.S. Rueden, J. & Hiner, M. C. et al., BMC Bioinformatics 18:529, PMID 29187165, "ImageJ2: ImageJ for the next generation of scientific image data", BMC Bioinformatics 18:529, PMID 29187165, 2017.
- [206] F. Bachmann, R. Hielscher, H. Schaeben, Texture analysis with MTEX-free and open source software toolbox, Solid State Phenomena, Trans Tech Publ, 2010, pp. 63-68.
- [207] W. Zhou, Z.L. Wang, Scanning microscopy for nanotechnology: techniques and applications, Springer Science & Business Media 2007.
- [208] ASTM E112-13 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2013.
- [209] ISO 13067:2020 Microbeam analysis - Electron backscatter diffraction - Measurement of average grain size, International Organization for Standardization, Geneva, 2020.
- [210] J. Darbon, A. Cunha, T.F. Chan, S. Osher, G.J. Jensen, Fast nonlocal filtering applied to electron cryomicroscopy, 2008 5th IEEE International Symposium on Biomedical Imaging: From Nano to Macro, 2008, pp. 1331-1334.
- [211] A.a.C. Buades, Bartomeu and Morel, Jean-Michel, Non-Local Means Denoising, Image Processing On Line 1 (2011) 208--212.
- [212] J. Schindelin, I. Arganda-Carreras, E. Frise, V. Kaynig, M. Longair, T. Pietzsch, S. Preibisch, C. Rueden, S. Saalfeld, B. Schmid, J.-Y. Tinevez, D.J. White, V. Hartenstein, K. Eliceiri, P. Tomancak, A. Cardona, Fiji: an open-source platform for biological-image analysis, Nature Methods 9(7) (2012) 676-682.
- [213] S. Berg, D. Kutra, T. Kroeger, C.N. Straehle, B.X. Kausler, C. Haubold, M. Schiegg, J. Ales, T. Beier, M. Rudy, K. Eren, J.I. Cervantes, B. Xu, F. Beuttenmueller, A. Wolny, C. Zhang, U. Koethe, F.A. Hamprecht, A. Kreshuk, ilastik: interactive machine learning for (bio)image analysis, Nature Methods 16(12) (2019) 1226-1232.
- [214] M.E. Fitzpatrick, A.T. Fry, P. Holdway, F. Kandil, J. Shackleton, L. Suominen, Determination of residual stresses by X-ray diffraction, (2005).
- [215] T. Poeste, R.C. Wimpory, R. Schneider, The New and Upgraded Neutron Instruments for Materials Science at HMI - Current Activities in Cooperation with Industry, Materials Science Forum 524-525 (2006) 223-228.
- [216] DIN EN ISO 6507-1: 2018-07 Metallic materials - Vickers hardness test - Part 1: Test method, Deutsches Institut für Normung e. V. (DIN), Beuth Verlag, Berlin, 2018.
- [217] A. Ulbricht, L.A. Ávila Calderón, K. Sommer, G. Mohr, A. Evans, B. Skrotzki, G. Bruno, Evolution of Creep Damage of 316L Produced by Laser Powder Bed Fusion, Advanced Engineering Materials 25(12) (2023) 2201581.
- [218] B. Rehmer, F. Bayram, L.A. Ávila Calderón, G. Mohr, B. Skrotzki, Elastic modulus data for additively and conventionally manufactured variants of Ti-6Al-4V, IN718 and AISI 316 L, Scientific Data 10(1) (2023) 474.
- [219] A. Ulbricht, Multi-scale correlation between defects and internal stresses in additively manufactured AISI316L structures  
Mehrskalige Korrelation zwischen Defekten und Spannungen in additiv gefertigten Strukturen aus Edelstahl 316L (1.4404), 2023.
- [220] P. Dolzhenko, M. Tikhonova, M. Odnobokova, R. Kaibyshev, A. Belyakov, On Grain Boundary Engineering for a 316L Austenitic Stainless Steel, Metals 12(12) (2022) 2185.
- [221] M.A. Tschopp, S.P. Coleman, D.L. McDowell, Symmetric and asymmetric tilt grain boundary structure and energy in Cu and Al (and transferability to other fcc metals), Integrating Materials and Manufacturing Innovation 4(1) (2015) 176-189.

- [222] DIN EN ISO 643:2013-05 Steel - Microphotographic determination of the apparent grain size, Deutsches Institut für Normung e. V. (DIN), Beuth Verlag, Berlin, 2013.
- [223] M. Mokhtari, P. Pommier, Y. Balcaen, J. Alexis, Laser Welding of AISI 316L Stainless Steel Produced by Additive Manufacturing or by Conventional Processes, *Journal of Manufacturing and Materials Processing* 5(4) (2021) 136.
- [224] Origin, Version Number (e.g. "Version 2020"). OriginLab Corporation, Northampton, MA, USA.
- [225] G. Mohr, S.J. Altenburg, K. Hilgenberg, Effects of inter layer time and build height on resulting properties of 316L stainless steel processed by laser powder bed fusion, *Additive Manufacturing* 32 (2020) 101080.
- [226] F. Kandil, The determination of uncertainties in low cycle fatigue testing, *Manual of Codes of Practice for the Determination of Uncertainties in Mechanical Tests on Metallic Materials* 1 (2000) 1-28.
- [227] M. Jürgens, Verhalten des hochwarmfesten Stahles P92 unter zyklischen thermo-mechanischen Bedingungen in lastflexiblen Dampfkraftwerken, Berlin, 2020, pp. 1-144.
- [228] H.J. Maier, T. Niendorf, R. Bürgel, *Handbuch Hochtemperatur-Werkstofftechnik : Grundlagen, Werkstoffbeanspruchungen, Hochtemperaturlegierungen und -beschichtungen*, 6., überarbeitete und erweiterte Auflage ed., Springer Vieweg, Wiesbaden, 2019.
- [229] C.A. Lewinsohn, *Mechanical Behavior of Materials* by Norman E. Dowling, Taylor & Francis 2000.
- [230] B. Skrotzki, J. Olbricht, H.-J. Kühn, High temperature mechanical testing of metals, *Handbook of Mechanics of Materials*, Springer Nature Singapore Pte Ltd. 2018, pp. 1-38.
- [231] Q.H. Le, B. Balzer, „Auffällige große Streifen“ im Schwingbruch, Treffen der AG Fraktographie im Gemeinschaftsausschuss Rasterelektronenmikroskopie in der Materialprüfung, Online meeting, 2021.
- [232] V.D. Ingenieure, VDI Richtlinie 3822: Schadensanalyse, Grundlagen, Begriffe, Ablauf einer Schadensanalyse, Dokumentation., 2008.
- [233] L.R. Chen, X.Z. Xiao, L. Yu, H.J. Chu, H.L. Duan, Texture evolution and mechanical behaviour of irradiated face-centred cubic metals, *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 474(2210) (2018) 20170604.
- [234] T. Mishurova, K. Artzt, J. Haubrich, G. Requena, G. Bruno, New aspects about the search for the most relevant parameters optimizing SLM materials, *Additive Manufacturing* 25 (2019) 325-334.
- [235] DIN EN ISO 18265:2014-02: Metallic materials - Conversion of hardness values, Deutsches Institut für Normung e. V. (DIN), Berlin, 2014.
- [236] O. J. M., L. B. G., C. S. W., L. S. W., C. G. S., L. J. W., Oxygen effects on the mechanical properties and lattice strain of Ti and Ti-6Al-4V, *Metals and Materials International* 17(5) (2011) 733-736.
- [237] A. D. J., G. F. J., Hardness, strength, and elongation correlations for some titanium-base alloys. Published online: 19 Jul 2013., *Metals Technology* 1(1) (1974) 483-489.
- [238] E. Pavlina, C. Van Tyne, Correlation of yield strength and tensile strength with hardness for steels, *Journal of Materials Engineering and Performance* 17 (2008) 888-893.
- [239] J.T. Busby, M.C. Hash, G.S. Was, The relationship between hardness and yield stress in irradiated austenitic and ferritic steels, *Journal of Nuclear Materials* 336(2-3) (2005) 267-278.
- [240] N. Haghdadi, M. Laleh, M. Moyle, S. Primig, Additive manufacturing of steels: a review of achievements and challenges, *Journal of Materials Science* 56(1) (2021) 64-107.
- [241] D. Santonocito, S. Fintová, V. Di Cocco, F. Iacoviello, G. Risitano, D. D'Andrea, Comparison on Mechanical Behavior and Microstructural Features Between Traditional and AM AISI 316L, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 46(2) (2023) 379-395.
- [242] D. Kong, C. Dong, X. Ni, Z. Liang, C. Man, X. Li, Hetero-deformation-induced stress in additively manufactured 316L stainless steel, *Materials Research Letters* 8(10) (2020) 390-397.
- [243] O. Zinovieva, V. Romanova, R. Balokhonov, Effects of scanning pattern on the grain structure and elastic properties of additively manufactured 316L austenitic stainless steel, *Materials Science and Engineering: A* 832 (2022) 142447.
- [244] O. Zinovieva, A. Zinoviev, V. Romanova, R. Balokhonov, Three-dimensional analysis of grain structure and texture of additively manufactured 316L austenitic stainless steel, *Additive Manufacturing* 36 (2020) 101521.

- [245] ASTM International - WK85120: New Test Method for Additive Manufacturing -- Measurement of grain size distribution in additively manufacture materials. 2023).
- [246] G.E. Dieter, D.J. Bacon, D. Bacon, Mechanical Metallurgy - SI Metric ed., McGraw-Hill 1988.
- [247] R. Shrestha, J. Simsiriwong, N. Shamsaei, Fatigue behavior of additive manufactured 316L stainless steel parts: Effects of layer orientation and surface roughness, Additive Manufacturing 28 (2019) 23-38.
- [248] B. Wilshire, M. Willis, Mechanisms of strain accumulation and damage development during creep of prestrained 316 stainless steels, Metallurgical and Materials Transactions A 35(2) (2004) 563-571.
- [249] R.E. Schramm, R.P. Reed, Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels, Metallurgical Transactions A 6(7) (1975) 1345.
- [250] G. Nolze, M. Jürgens, J. Olbricht, A. Winkelmann, Improving the precision of orientation measurements from technical materials via EBSD pattern matching, Acta Materialia 159 (2018) 408-415.
- [251] N. Harshavardhana, S.P.S.S. Sivam, G. Kumar, A.K. Saxena, A Comparative Study on Misorientations to Determine the Extent of Recrystallization in Pure ETP Copper, Physics of Metals and Metallography 122(13) (2021) 1279-1287.
- [252] D.N. Githinji, Characterisation of Plastic and Creep Strains from Lattice Orientation Measurements, Open University (United Kingdom) 2014.
- [253] R. Yoda, T. Yokomaku, N. Tsuji, Plastic deformation and creep damage evaluations of type 316 austenitic stainless steels by EBSD, Materials Characterization 61(10) (2010) 913-922.
- [254] E. Macherauch, Introduction to Residual Stress, Advances in surface treatments 4 (2014) 1-36.
- [255] N.S.M. Nasir, M.K.A.A. Razab, S. Mamat, M. Iqbal, Review on welding residual stress, stress 2(5) (2006) 8-10.
- [256] J. Polak, Cyclic plasticity and low cycle fatigue life of metals, Elsevier Amsterdam 1991.
- [257] J.-P. Poirier, Creep of Crystals: High-Temperature Deformation Processes in Metals, Ceramics and Minerals, Cambridge University Press, Cambridge, 1985.
- [258] J. Weertman, Dislocation climb theory of steady-state creep, Transactions of the American Society of Metals 61 (1968) 681-694.
- [259] S. Takeuchi, A.S. Argon, Steady-state creep of single-phase crystalline matter at high temperature, Journal of Materials Science 11(8) (1976) 1542-1566.
- [260] J.K.L. Lai, A review of precipitation behaviour in AISI type 316 stainless steel, Materials Science and Engineering 61(2) (1983) 101-109.
- [261] D. Morris, D. Harries, Creep and rupture in Type 316 stainless steel at temperatures between 525 and 900 C Part I: Creep rate, Metal science 12(11) (1978) 525-531.
- [262] R. Stoltz, J. Vander Sande, The effect of nitrogen on stacking fault energy of Fe-Ni-Cr-Mn steels, Metallurgical Transactions A 11(6) (1980) 1033-1037.
- [263] O.D. Sherby, P.M. Burke, Mechanical behavior of crystalline solids at elevated temperature, Progress in Materials Science 13 (1968) 323-390.
- [264] M.F. Ashby, C. Gandhi, D.M.R. Taplin, Overview No. 3 Fracture-mechanism maps and their construction for f.c.c. metals and alloys, Acta Metallurgica 27(5) (1979) 699-729.
- [265] H.-J. Christ, Ermüdungsverhalten metallischer Werkstoffe, Wiley-VCH 2009.
- [266] G. Baudry, A. Pineau, Influence of strain-induced martensitic transformation on the low-cycle fatigue behavior of a stainless steel, Materials Science and Engineering 28(2) (1977) 229-242.
- [267] F. Lecroisey, A. Pineau, Martensitic transformations induced by plastic deformation in the Fe-Ni-Cr-C system, Metallurgical and Materials Transactions B 3 (1972) 391-400.
- [268] P. Ganesh, R. Kaul, G. Sasikala, H. Kumar, S. Venugopal, P. Tiwari, S. Rai, R.C. Prasad, L.M. Kukreja, Fatigue Crack Propagation and Fracture Toughness of Laser Rapid Manufactured Structures of AISI 316L Stainless Steel, Metallography, Microstructure, and Analysis 3(1) (2014) 36-45.
- [269] F. Jia, Z. Yishuai, Mechanism of crack initiation and propagation of 316LN stainless steel during the high temperature tensile deformation, Materials Research Express (2020).
- [270] S. Wang, M. Zhang, H. Wu, B. Yang, Study on the dynamic recrystallization model and mechanism of nuclear grade 316LN austenitic stainless steel, Materials Characterization 118 (2016) 92-101.
- [271] M. Jin, B. Lu, X.-g. Liu, H. Guo, H.-p. Ji, B.-f. Guo, Static Recrystallization Behavior of 316LN Austenitic Stainless Steel, Journal of Iron and Steel Research International 20(11) (2013) 67-72.

- [272] T. Fischer, B. Kuhn, D. Rieck, A. Schulz, R. Trieglaff, M.B. Wilms, Fatigue Cracking of Additively Manufactured Materials–Process and Material Perspectives, *Applied Sciences* 10(16) (2020) 5556.
- [273] B. Kuhn, M. Talik, T. Fischer, X. Fan, Y. Yamamoto, J. Lopez Barrilao, Science and Technology of High Performance Ferritic (HiperFer) Stainless Steels, *Metals* 10(4) (2020) 463.
- [274] Y.-D. Li, L.-L. Zhang, Y.-H. Fei, X.-Y. Liu, M.-X. Li, On the formation mechanisms of fine granular area (FGA) on the fracture surface for high strength steels in the VHCF regime, *International Journal of Fatigue* 82 (2016) 402-410.
- [275] Y.D. Li, W.M. Guo, N. Xu, X.F. Wu, J.B. Shi, H. Ma, Crack growth process in GBF area of SUJ2 bearing steel in very high cycle fatigue regime, *Materials Science and Technology* 29(12) (2013) 1463-1469.
- [276] K. Shiozawa, Y. Morii, S. Nishino, L. Lu, Subsurface crack initiation and propagation mechanism in high-strength steel in a very high cycle fatigue regime, *International Journal of Fatigue* 28(11) (2006) 1521-1532.
- [277] P. Grad, B. Reuscher, A. Brodyanski, M. Kopnarski, E. Kerscher, Mechanism of fatigue crack initiation and propagation in the very high cycle fatigue regime of high-strength steels, *Scripta Materialia* 67(10) (2012) 838-841.
- [278] H. Riedel, *Fracture at High Temperatures*, Springer Berlin Heidelberg 1987.
- [279] R.E. Smallman, A.H.W. Ngan, Chapter 15 - Creep, Fatigue and Fracture, in: R.E. Smallman, A.H.W. Ngan (Eds.), *Modern Physical Metallurgy (Eighth Edition)*, Butterworth-Heinemann, Oxford, 2014, pp. 571-616.
- [280] A.S. Argon, Intergranular cavitation in creeping alloys, *Scripta Metallurgica* 17(1) (1983) 5-12.
- [281] T.M. Devine, The mechanism of sensitization of austenitic stainless steel, *Corrosion Science* 30(2) (1990) 135-151.
- [282] C. Gandhi, M.F. Ashby, Overview no. 5: Fracture-mechanism maps for materials which cleave: F.C.C., B.C.C. and H.C.P. metals and ceramics, *Acta Metallurgica* 27(10) (1979) 1565-1602.
- [283] D.G. Morris, D.R. Harries, Wedge crack nucleation in Type 316 stainless steel, *Journal of Materials Science* 12(8) (1977) 1587-1597.
- [284] T.I. Zohdi, M. Kachanov, I. Sevostianov, On perfectly plastic flow in porous material, *International Journal of Plasticity* 18(12) (2002) 1649-1659.
- [285] ISO 12106:2003: *Metallic materials -- Fatigue testing -- Axial-strain-controlled method*, International Organization for Standardization, Geneva, 2003.
- [286] E. Haibach, *Betriebsfestigkeit*, Springer 2006.

## Abbildungsverzeichnis

- Abbildung 1-1. Schematische Darstellung des Laser-Pulverbettsschmelzens (PBF-LB/M). Reproduziert und modifiziert aus [10]. ..... 2
- Abbildung 1-2. Darstellung der Beziehung Fertigungsprozess ↔ Mikrostruktur ↔ Eigenschaften bei der additiven Fertigung metallischer Werkstoffe. Basiert auf der Arbeit von DebRoy et al. [6]. ..... 3
- Abbildung 2-1. Ergänzende Bilder zum besseren Verständnis der im Text dargestellten typischen mikrostrukturellen Merkmale des As-Built-Werkstoffzustands von PBF-LB/M/316L. a) Darstellung der hierarchischen Natur der PBF-LB/M/316L-Mikrostruktur, b) Bilder zu den gerichteten Zellen, dem Zellenwachstum und der Texturentwicklung, c) Gasporen und Bindefehler (in diesem Fall DED-L/M/Ti-6Al-4V), BD: Aufbaurichtung (engl. *Building Direction*). Abbildung a) wurde aus Wang et al. [56] mit Genehmigung von *Copyright © 2017, Springer Nature Limited* reproduziert und modifiziert. Abbildung b) wurde aus Bildern aus Chen et al. [16] (Genehmigung durch © 2022 Elsevier B.V. All rights reserved), Sun et al. [67] (lizensiert nach CC BY, *Copyright 2018, The Author(s)*), und Voisin et al. [65] (Genehmigung durch © 2020 Acta Materialia Inc. Published by Elsevier Ltd. All rights reserved) erstellt. Abbildung c) wurde reproduziert und modifiziert aus Ávila Calderón et al. [102] lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Wiley-VCH GmbH (2021). ..... 10
- Abbildung 2-2. Auswirkung der Wärmebehandlungstemperatur auf die PBF-LB/M/316L-Mikrostruktur. a) IPF-Karten und Polfiguren, b) Zellstruktur nach Wärmebehandlungen bei verschiedenen Temperaturen (i-iv), wobei HAADF-STEM-Abbildungen bei zwei Vergrößerungen an Proben gezeigt werden, die bei 600, 800, 1000 bzw. 1200 °C wärmebehandelt wurden. Die Abbildung wurde aus Bildern aus der Arbeit von Voisin et al. [65] entnommen mit Genehmigung durch © 2020 Acta Materialia Inc. Published by Elsevier Ltd. All rights reserved reproduziert. .... 20
- Abbildung 4-1. Exemplarische Darstellung der PBF-LB/M/316L-Rohlinge (Türme und Wände, Projekt AGIL). a) exemplarische Aufnahmen der verwendeten Rohlinge (oben) und Darstellung zur Scan-Strategie und Lage von Prüfkörpern innerhalb der Rohlinge, b) Schematische Darstellung und Aufnahme der Baujobs (links) für die Herstellung der vertikalen PBF-LB/M/316L-Rohlinge (Türme). Bei Abbildung a) wurden Abbildungen aus Charmi et al. [190], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022), reproduziert und modifiziert. .... 26
- Abbildung 5-1. Ausgangsmikrostruktur (LM) bei Raumtemperatur im geätzten Zustand. a) und b) PBF-LB/M/316L/HT450-Werkstoffzustand, c) und d) HR/316L-Werkstoffvariante. Die Koordinaten wurden im Abschnitt 4.1 erklärt. In allen Bildern entspricht z der Belastungsrichtung. Reproduziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022). 37
- Abbildung 5-2. Ausgangsmikrostruktur bei Raumtemperatur (BF-STEM). a), b) und c): PBF-LB/M/316L/HT450-Werkstoffzustand, d), e) und f): HR/316L-Werkstoffvariante. b) und e): Übersicht, c) und f): höhere Vergrößerung zeigt Detail von weißen Rechtecken in b) und e). Die Koordinaten wurden im Abschnitt 4.1 erklärt. Reproduziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022). .... 38
- Abbildung 5-3. Weitere mikrostrukturelle Merkmale der HR/316L-Variante und der As-Built und HT450-Zustände. a) Missorientierungsverteilungen (REM-EBSD), b) Korngrößenverteilungen (REM-EBSD), c) Polfiguren zur Darstellung der Textur (REM-EBSD), d) IPF-Karten (drei ersten Abbildungen) und Missorientierungskarte (ganz rechts, REM-EBSD), e) kleinste beobachtete Hohlräume (gelbe Pfeile, REM-RE). .... 39
- Abbildung 5-4. Mikrostruktur des HT900-Zustands. a) Lichtmikroskopische Aufnahme parallel zur Aufbaurichtung (z), b) IPF-Karten und c) Polfigur zur Darstellung der Textur (REM-EBSD), d) und e) Missorientierungs- und Korngrößenverteilungen (REM-EBSD), f) REM-RE-Aufnahme und Elementkarten (REM-EDX). GB: (Großwinkel-)korngrenze, MPB: Schmelzbadgrenze. .... 43
- Abbildung 5-5. Effekt der Wärmebehandlung auf die gerichtete Zellstruktur der drei untersuchten PBF-LB/M/316L-Werkstoffzustände anhand von REM-RE-Aufnahmen im geätzten Zustand. a) As-Built-, b) HT450-, c) HT900-Zustand. MPB: Schmelzbadgrenze. .... 44



- Abbildung 5-6. BF-STEM-Aufnahmen des a) bis c) HT450-Zustands, als Ergänzung zur Abbildung 5-2, und d) bis i) des HT900-Zustands. CW: Zellwand, SGB: Subkorngrenze, schwarze Pfeile zeigen (exemplarisch) Partikel und blaue Pfeile Versetzungsnetzwerke. ....45
- Abbildung 5-7. Ergebnisse der Untersuchung an den drei benachbarten Ebenen des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante. a) und b) parallel zur Aufbaurichtung, c) senkrecht dazu. Bei allen Diagrammen ist die Aufbaurichtung entlang z (in c) senkrecht zum Bildschirm). Die Mittelwerte inkl. erweiterte Messunsicherheit,  $UM$ , sind jeweils angegeben. .... 47
- Abbildung 5-8. a) Härte des HT450-Zustands, „o“ und „u“ stehen für obere und untere Reststücke, b) Vergleich der Härte aller untersuchten Werkstoffzustände. .... 48
- Abbildung 5-9. a) Spannungs-Dehnungs-Kurven der As-Built und HT450-Zustände, sowie der HR/316L-Variante bei Raum- und Hochtemperatur. Die Kurven sind bis zur Abnahme des Dehnungsaufnehmers dargestellt. Ausschließlich die bei 650 °C getestete HT450-Zugprobe ist vor Abnahme des Dehnungsaufnehmers gebrochen, b) Verfestigungsquotienten. In b) verbinden die durchgezogenen Linien die Mittelwerte der Verfestigungsquotienten bei jeder Prüftemperatur. ....49
- Abbildung 5-10. Kennwerte aus Zugversuchen der As-Built- und HT450-Zustände sowie der HR/316L-Variante. a) Temperaturabhängigkeit der 0,2 % Dehngrenze,  $R_{p0.2}$ , und Zugfestigkeit,  $R_m$ , (links), und der Bruchdehnung,  $A$ , und Brucheinschnürung,  $Z$ . (rechts); die Ergebnisse bei 600 °C und 650 °C sind aus Ávila Calderón et al. [102] wiedergegeben, b) Kennwerte bei Raumtemperatur. ....51
- Abbildung 5-11. Effekt der HT900-Wärmebehandlung auf die Zugeigenschaften. a) Spannungs-Dehnungs-Kurven, b) Verfestigungsquotienten, c) Festigkeits- und Verformungskennwerte bei Raumtemperatur, d) Vergleich zu Literaturwerten. Die Dauer der jeweiligen Wärmebehandlung ist in der Legende mit angegeben..... 52
- Abbildung 5-12. Temperaturabhängigkeit der dynamischen Elastizitäts- ( $E$ , Rechtecke) und Schubmoduli ( $G$ , Kreise) (a) sowie der Querkontraktionszahlen (b) für den HT450-Zustand (schwarz) und die HR/316L-Variante (hellblau). .... 53
- Abbildung 5-13. Dehnungs-Wöhler-Diagramm. Vergleich der Lebensdauer,  $N_f, 10\%$ , des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante gegenüber der HR/316L-Variante. Die Anpassungskurven wurden anhand der Coffin-Manson-Basquin-Gleichung ermittelt. Bei 600 °C werden auch Lebensdauer aus Wiederholungsversuchen gezeigt (bei  $\Delta\epsilon_t = 0,6\%$  und  $\Delta\epsilon_t = 1,3\%$ ). ....54
- Abbildung 5-14. a), b), c) Ausgewählte Hystereseschleifen von LCF-Versuchen bei mittlerer Lebensdauer für den HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante und die HR/316L-Variante für die Dehnungsschwingbreiten 0,6 % und 1,6 %. a) Raumtemperatur, b) 400 °C, c) 600 °C. In c) werden außerdem die Hystereseschleifen der Wiederholungsversuche (HR/316L / 0,6 %, HT450 / 1,3 % und HR/316L / 1,3 %) sowie des Versuchs bei 600 °C / 0,4 % gezeigt. d) Schwingbreite der plastischen Dehnung,  $\Delta\epsilon_p$ , und plastische Arbeit,  $W_p$ . .... 56
- Abbildung 5-15. Wechselverformungskurven. a) Raumtemperatur, b) 400 °C, c) 600 °C. Vergleich HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante gegenüber HR/316L-Variante. Bei 600 °C (c) werden auch die Wechselverformungskurven der Wiederholungsversuche (HR/316L / 0,6 %, HT450 / 1,3 %, und HR/316L/1,3 %) sowie des Versuchs HT450 / 0,4 % gezeigt. d) Grade der Anfangsverfestigung und der Entfestigung bei dem HT450-Zustand (relative Differenz)..... 58
- Abbildung 5-16. Entwicklung der Mittelspannung über die Zyklenzahl für den HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante und die HR/316L-Variante. a) Raumtemperatur, b) 400 °C, c) 600 °C..... 60
- Abbildung 5-17. Ergebnisse der Coffin-Manson-Basquin-Auswertung. a), b), c) HR/316L-Variante; c), e), f) HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante. g), h), i) Gegenüberstellung der monotonischen und zyklischen Spannungs-Dehnungs-Kurven für beide Werkstoffvarianten bei den drei Prüftemperaturen. a), d) und g) Raumtemperatur; b), e) und h) 400 °C; c), f) und i) 600 °C..... 61

- Abbildung 5-18. Vergleich der HT450- und HT900-Zustände mit der HR/316L-Variante. a) gesamte Anfangs-Extensometer-Dehnung, b) elastische und plastische Anteile als Funktion der Prüfspannung. Die Linien, die die Datenpunkte verbinden, stellen keine Anpassung dar. Die Pfeile deuten auf unterbrochene Wiederholungsversuche hin (siehe Abschnitt 5.6.4). Reproduziert und modifiziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022). ...63
- Abbildung 5-19. Vergleich des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante mit der HR/316L-Variante. a) Kriechdehnung vs. Zeit, b) Kriechrate vs. Zeit, c) Kriechrate vs. gesamte Extensometer-Dehnung. Reproduziert und angepasst aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022).....64
- Abbildung 5-20. Vergleich der HT450- und HT900-Zustände mit der HR/316L-Variante. Prüfspannung,  $R_o$ , vs. Bruchzeit,  $t_u$ . Reproduziert und modifiziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022)..... 65
- Abbildung 5-21. Vergleich der HT450- und HT900-Zustände mit der HR/316L-Variante. Dauer der Kriechphasen. a) Primäre, b) sekundäre und c) tertiäre Kriechphase ( $t_1$ ,  $t_2$  und  $t_3$ ) vs. Prüfspannung ( $R_o$ ). Die Pfeile deuten auf unterbrochene Wiederholungsversuche hin (siehe Abschnitt 5.6.4). Reproduziert und modifiziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022).....66
- Abbildung 5-22. Vergleich der HT450- und HT900-Zustände mit der HR/316L-Variante. Kriechdehnung bei minimaler Kriechrate,  $ef$  bei  $es$ , vs. Prüfspannung,  $R_o$ . Die Pfeile deuten auf unterbrochene Wiederholungsversuche hin (siehe Abschnitt 5.6.4). Reproduziert und modifiziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022)..... 67
- Abbildung 5-23. Effekt der HT900-Wärmebehandlung (orange Symbole) auf das Kriechverhalten des zuvor bei 450°C wärmebehandelten Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante (schwarze Symbole). Die Ergebnisse der HR/316L-Variante werden als Referenz gezeigt. Prüfparameter 600°C / 225 MPa. a)  $ef$  vs.  $t$ , b)  $ef$  vs.  $et$ . Beide Diagramme stellen die Datenpunkte der Versuche bis zum Bruch dar. ....68
- Abbildung 5-24. Kriechkurven der durchgeführten unterbrochenen Versuche (grüne Symbole) bei 600 °C / 225 MPa. Die Unterbrechung der Kriechversuche erfolgte beim Erreichen der minimalen Kriechrate. Als Referenz sind die Datenpunkte der Versuche bis zum Bruch bei gleichen Parametern gezeigt. a)  $ef$  vs.  $t$ , b)  $ef$  vs.  $et$ .....70
- Abbildung 5-25. Zugversuche an Miniatur-Proben. a) und b) Spannungs-Dehnungs-Kurven von Standard- und Miniatur-Proben im Vergleich. a) Darstellung bis 20 % Dehnung, b) Darstellung bis 0,8 % Dehnung, c) an Miniatur-Proben ermittelten Festigkeitskennwerte vor und nach Kriechbelastung, d) entsprechende S-D-Kurven.....71
- Abbildung 5-26. Versagen der Zugproben bei verschiedenen Temperaturen. a) HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante, b) HR/316L-Variante. .... 73
- Abbildung 5-27. LCF-Versagen des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante (Teil I). a) bis d) ausgewählte lichtmikroskopische Aufnahmen von Bruchflächen (a, b) und Mantelflächen (c, d), e) und f) REM-Aufnahmen der Mantelflächen nah der Bruchfläche. RF: Restbruch, SB: Gleitband, SC: Nebenriss, TZ: Übergangsbereich, GB: (Großwinkel-)Korngrenze. ....74
- Abbildung 5-28. LCF-Versagen des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante (Teil II). a) bis d) REM-Aufnahmen der Bruchflächen. c) und d) zeigen Rissinitiierungsstellen bei höherer Vergrößerung, e) und f) Längsschliffe der bei einer Dehnungsschwingbreite von 1,6 % geprüften Probe. SB: Gleitband, SC: Nebenriss, TZ: Übergangsbereich, GB: (Großwinkel-)Korngrenze, MPB: Schmelzbadgrenze, IR: interkolumnarer Bereich, blaue Pfeile: Rissinitiierungsstelle. ....75
- Abbildung 5-29. LCF-Versagen des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante (Teil III). Weiterführende Merkmale der Rissausbreitung anhand REM-Aufnahmen auf den Bruchflächen. a) Schwingstreifen (grünes Pfeil), b) und d) vermutlich „auffällige große Streifen“ [231] und Querrisse (in b) bei transkristalliner Rissausbreitung, e) vermutlich „auffällige große Streifen“ [231] nah des

- Restbruchs (RF), c) und f) Einfluss der gerichteten Zellstruktur auf die Rissausbreitung. SC: Nebenriss/Querriss, IR: interkolumnarer Bereich..... 76
- Abbildung 5-30. Versagensbild der bei 600 °C / 0,4 % geprüften LCF-Probe des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante. a) XCT-Ergebnisse, b) lichtmikroskopische Aufnahme der Mantelfläche, c) und d) REM-Aufnahmen der Bruchfläche des unteren Risses. Die Rissausbreitung ist sowohl inter- als auch transkristallin. In c) ist die Rissausbreitung nach der gestrichelten Linie insgesamt stärker transkristallin. d) wurde mittig auf der Bruchfläche aufgenommen. GB: (Großwinkel-)Korngrenze, IR: Interkolumnarer Bereich, SC: Querriss/Nebenriss, SB: Gleitband. .... 77
- Abbildung 5-31. LCF-Versagen der HR/316L-Variante. Lichtmikroskopische Aufnahmen ausgewählter Proben von Bruchflächen (a) und von Mantelflächen (b und c). d) und e) zeigen repräsentative REM-Aufnahmen von Rissinitiierungsstellen. f) Längsschliff von bei einer Dehnungsschwingbreite von 1,6 % geprüften Proben bei Raumtemperatur. SC: Nebenriss, SB: Gleitband, TZ: Übergangsbereich, RF: Restbruch, blaue Pfeile: Rissinitiierungsstellen..... 79
- Abbildung 5-32. Kriechversagen des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante bei 600 °C / 225 MPa. Visualisierung von Mikrorissen durch zerstörende (LM) und zerstörungsfreie (XCT) Charakterisierungstechniken. In allen Bildern entspricht die z-Koordinate der Aufbau- und Belastungsrichtung. a) Makroskopische Ansicht des Bruchbereichs, b) XCT-Scan des untersuchten Probekörpers, c) LM-Bilder der Bruchfläche (der für die untersuchte Schlieffebene verwendeter Schnitt ist schematisch dargestellt), d) LM-Bilder der Schlieffebene im ungeätzten Zustand: Übersicht (oben) und Detail (unten), e) Zweidimensionale XCT-Bilder derselben Schlieffebene (virtueller Schnitt): Übersicht (oben) und Detail (unten). Reproduziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022)..... 81
- Abbildung 5-33. Kriechversagen des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante bei 600 °C / 225 MPa. REM-SE-Aufnahmen, die Details der Bruchfläche zeigen. a) niedrig und b) hoher vergrößerte Aufnahme. Der Bruch ist interkristallin mit duktileren Anteilen in den interkolumnaren Regionen (schwarze Pfeile). Reproduziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022)..... 82
- Abbildung 5-34. Kriechversagen des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante bei 600 °C / 225 MPa. Lichtmikroskopie nach dem Ätzen, gleicher Prüfkörper wie in Abbildung 5-32. Das Koordinatensystem in a) ist für alle Bilder gleich. a) Übersichtsbild, b) und d) Detailansichten von Bereichen abseits der Bruchfläche, c) und e) Detailansichten aus der Nähe der Bruchfläche. Reproduziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022). .... 83
- Abbildung 5-35. Kriechversagen der HR/316L-Variante. Prüfparameter 600 °C / 225 MPa. Die z-Koordinate entspricht der Walz- und Belastungsrichtung. a) XCT-Rekonstruktion der untersuchten Kriechprobe. b), c) Repräsentative Detailansichten von Bereichen der Bruchregion (b) und davon entfernt (c). Reproduziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022)..... 84
- Abbildung 5-36. Kriechversagen des HT900-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante. Prüfparameter 600 °C / 225 MPa. Das Koordinatensystem in a) ist für alle Bilder der Abbildung gültig. a) XCT-Rekonstruktion zwei getrennter Stücke der gebrochenen Probe, b) Aufnahme vor dem Ätzen, c) bis f) Lichtmikroskopische Aufnahmen in niedrigerer (c, d) und höherer (e, f) Vergrößerung. d), f) Bereiche nah der Bruchfläche. c), e) Bereiche ca. 20 mm davon entfernt..... 85
- Abbildung 5-37. Entwicklung ausgewählter mikrostrukturellen Merkmale des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante und der HR/316L-Variante nach Kriech- und LCF-Belastung. a) bis d) Polfiguren zur Darstellung der Textur (REM-EBSD), e) und f) Korngrößen- und Missorientierungsverteilungen (REM-EBSD)..... 87
- Abbildung 5-38. EDX-Analyse im Bruchbereich einer gebrochenen Kriechprobe des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante. Prüfparameter 600 °C / 225 MPa (gleiche Probe wie in Abbildung 5-32,

Abbildung 5-33 und Abbildung 5-34 gezeigt). a) REM-RE-Bilder, die die Lage der analysierten Risspitze innerhalb des untersuchten Bereichs zeigen, b) Elementkarten für vier ausgewählte Elemente. Die Karten wurden von der Stelle erstellt, die im rechten Bild von Abbildung 12a mit einem schwarzen Kasten dargestellt ist. Reproduziert und modifiziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022). .....	90
Abbildung 5-39. REM-SE-Bild im geätzten Zustand eines Bereichs in der Nähe eines Mikrorisses des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante. Kriechprobe, Prüfparameter 600 °C / 225 MPa. Die gerichtete Zellstruktur ist zu sehen. Teilweise gerissene Korngrenzen (GB) und Schmelzbadgrenzen (MPB) sind ebenfalls sichtbar. Reproduziert und modifiziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022). .....	90
Abbildung 5-40. Ausgewählte BF-STEM-Aufnahmen der Mikrostruktur nach Unterbrechung des Kriechversuchs bei 600 °C / 225 MPa beim Erreichen der minimalen Kriechrate. a), b), c) HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante, d), e), f) HR/316L-Variante. SGB: Subkorngrenzen, schwarze Pfeile ohne Text: Partikel (HT450) bzw. Zellbildung (HR/316L), grüne Pfeile ohne Text: Bereiche der Zellwände (CW) mit höherer Versetzungsdichte. ....	91
Abbildung 5-41. Entwicklung ausgewählter mikrostruktureller Merkmale des HT900-Zustands nach Kriechbelastung. a) Polfiguren zur Darstellung der Textur (REM-EBSD), b) Missorientierungs- und c) Korngrößenverteilungen (REM-EBSD). .....	93
Abbildung 5-42. Ausgewählte BF-STEM-Aufnahmen der Mikrostruktur nach Unterbrechung des Kriechversuchs bei 600 °C / 225 MPa beim Erreichen der minimalen Kriechrate bei dem HT900-Zustand. SGB: Subkorngrenzen, Pfeile ohne Text: Partikel. ....	94
Abbildung 6-1. Vergleich der LCF-Lebensdauer, $N_f$ , 10%, des PBF-LB/HT450-Werkstoffzustandes mit Literaturwerten. ....	100
Abbildung 6-2. Bruchzeiten (Kriechversuche) im Vergleich zu Literaturdaten. Reproduziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022). .....	101
Abbildung 6-3. Minimale Kriechrate in Abhängigkeit von der Prüfspannung. HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante (schwarz) vs. HR/316L-Variante (blau). Literaturdaten sind zum Vergleich gezeigt. Die Spannungsexponenten wurden mit $R_0$ berechnet (siehe Gl. 6-1 und 6-2). Reproduziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022). .....	103
Abbildung 6-4. Entwicklung der kumulierten Häufigkeit der korrelativen Missorientierungswerte zwischen 2° und 15° im Vergleich. Beim Einspannbereich ( <i>clamping region</i> ) wurde eine Region vermessen, die nicht unter (Druck-)Spannung stand. ....	105
Abbildung 6-5. KAM-Winkelkarten zur Untersuchung des Verformungsverhalten beim Kriechen bei 600 °C / 225 MPa des HT450-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante (100 $\mu\text{m}^2$ x 75 $\mu\text{m}^2$ , 97,7 nm Pixelgröße). a) Ausgangszustand, b) Gewindebereich, c) Bereich in unmittelbarer Nähe des Bruchs. Z (horizontal liegend) entspricht der Last- und Aufbaurichtung. IR: interkolumnarer Bereich. ....	114
Abbildung 6-6. Rissausbreitung beim HT450-Zustand der PBF-LB/M/316L-Variante. a), b) und c) Raumtemperatur. d), e), und f) 600 °C. a), d) REM-RE-Abbildungen, b), e) Phasenkarten. c, f) Kornverteilungskarten. ....	117
Abbildung 6-7. Entwicklung der a), b) Bruchzeiten und Dauer der entsprechenden Kriechstadien sowie der c), d) Kriechdehnung und deren Anteile an den entsprechenden Kriechstadien nach der HT900-Wärmebehandlung. In b) und d) werden die Diagramme in normalisierten Koordinaten dargestellt. e), f) Prozentuale Verteilung der Komponenten der Dauer der Kriechphasen sowie der darin entwickelten Dehnungen für beide Zustände (HT450; HT900) der PBF-LB/M/316L-Variante und die HR/316L-Variante in Bezug auf e) $tu$ bzw. f) $ef$ . In f) wurden die Ergebnisse aus Li et al. [69] mit einbezogen. ....	123
Abbildung 6-8. KAM-Winkelkarten zur Untersuchung des Verformungsverhalten beim Kriechen bei 600 °C / 225 MPa des HT900-Zustands der PBF-LB/M/316L-Variante (100 $\mu\text{m}^2$ x 75 $\mu\text{m}^2$ , 97,7 nm	

Pixelgröße). a) Ausgangszustand, b) Gewindebereich, c) verformter Bereich ohne ausgeprägte Einschnürung, d) Bereich in unmittelbarer Nähe der Bruchkante. Z (horizontal liegend) entspricht der Last- und Aufbaurichtung. IR: interkolumnarer Bereich..... 126

---

## Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1. Zusammensetzung und Kristallstruktur der Phasen in 316L, gemäß [19, 23].....	5
Tabelle 4-1. Chemische Zusammensetzung in Gew.- % (nach chemischer Analyse), modifiziert aus [102].....	24
Tabelle 4-2. Prozessparameter PBF-LB/M/316L .....	25
Tabelle 6-1. Homogenitätsprüfung des PBF-LB/M/316L-Prozesses. P: Position und B: Baujob (siehe Abbildung 4-1). a.: Härte, b.: Mikrostruktur, c.: Zugversuch RT / DD1, d.: Zugversuch RT / MTS, e.: Kriechen 600 °C / 225 MPa, f.: LCF 600 °C / 1,3 %. .....	96

## Anhang

## A. Tabellen zum Stand der Kenntnisse

Tabelle A1. Zusammenfassung der Wärmebehandlungsstudien an PBF-LB/M/316L. Basierend und aufbauend auf der Arbeit von Voisin et al [65]. Die kritischen Temperaturen beziehen sich auf die Temperatur, bei der das entsprechende mikrostrukturelle Merkmal instabil wird.

Ref.	Year	Heat Treatments studied (°C / t)	Cells	Critical Temperature (°C)		
				LAGBs	HAGBs	Recrystallization
[69]	2022	650, 750, 800, 900, 1050 / 1 h each	750-900	-	1050	1050
[181]	2021	400 / 4h; 650, 800 / 2 h each; 1100 / 5min, 30min, 8h; 1400 / 10 min	650-800	1100	-	1100/>30min
[135]	2021	500, 900, 950, 1100 / 1 h each	1100	950-1100	1100	-
[97]	2021	400, 800, 1200 / 1 h each	800-1200	-	1200	1200
[79]	2021	650, 1050 / 1 h each	<1050	-	>1050	>1050
[32]	2021	500, 600, 800 / 5 h each	800	-	-	-
[81]	2021	1100 / 30 min	<1100	-	-	-
[83]	2020	700, 800, 900, 1040, 1200 / 1 h each	800-900	-	-	-
[182]	2020	950,1065,1150 / 2 h each; 950 / 30 min; 500,600,700 / up to 100 h	<950	-	-	1065
[128]	2020	600, 850, 1100 / 2 h each	850	-	-	1100
[65]	2021	400, 600, 800, 1000, 1200 / 1 h each	800	1100	> 800	1100-1200
[133]	2019	300, 600, 1000, 1100, 1400 / 6 h each	1000	-	-	-
[127]	2019	400, 450, 500, 550, 600, 700, 800 / 1 h each	>800	-	> 800	-
[126]	2019	1050, 1200 / 0,5, 1, 2 h each	< 1050	-	-	1050/1h-1200
[169]	2019	470 / 5 h	> 470	-	-	-
[89]	2018	650, 1050 / 30 min each	<1050	-	1050	1050
[133]	2018	1200 / 0,5, 1, 2 h each; 1200 / 12 h	still few cells at 1200 / 1h	-	-	1200
[71]	2018	450 to 1050 every 50 / 15 min each	900	-	-	-
[183]	2015	800,900,1100,1400 / 6 min each; 800, 900, 1100 / 1 h each	900	-	< 1100	-

## B. Zeichnungen zur Probenfertigung

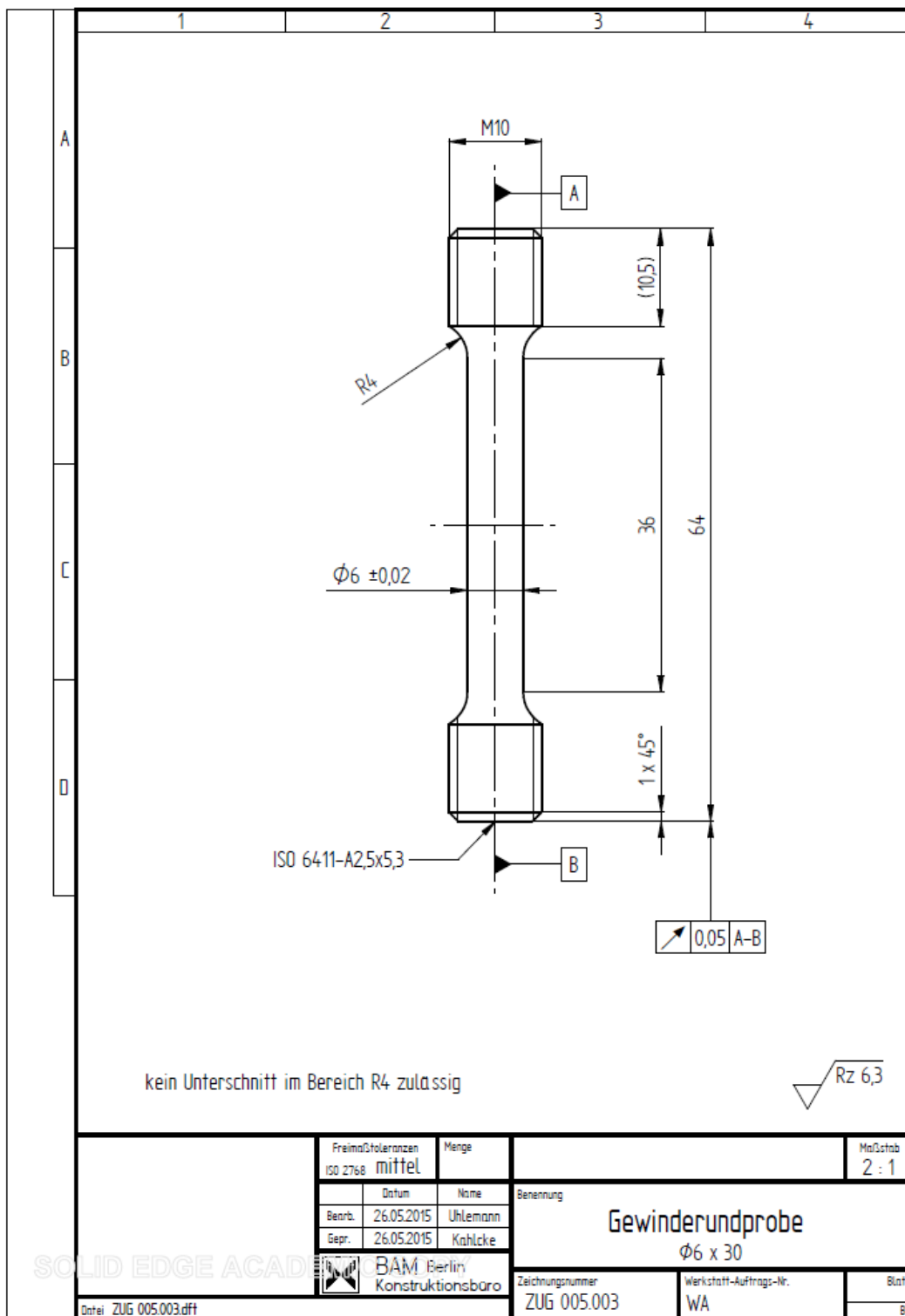


Abbildung B1. Technische Zeichnung Zugproben B 6 × 36 gemäß DIN 50125 [191].



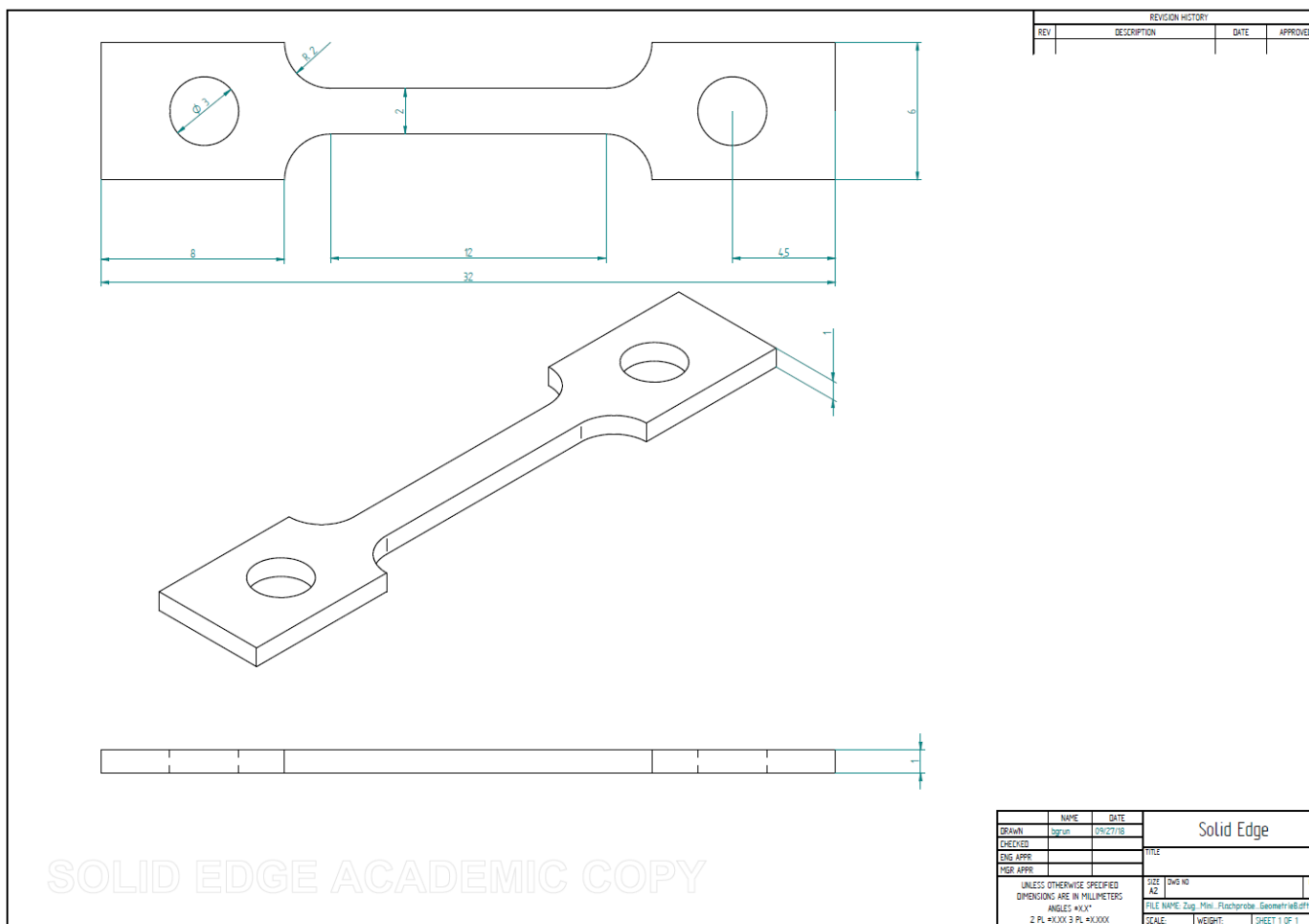


Abbildung B2. Technische Zeichnung kleiner Flachzugproben

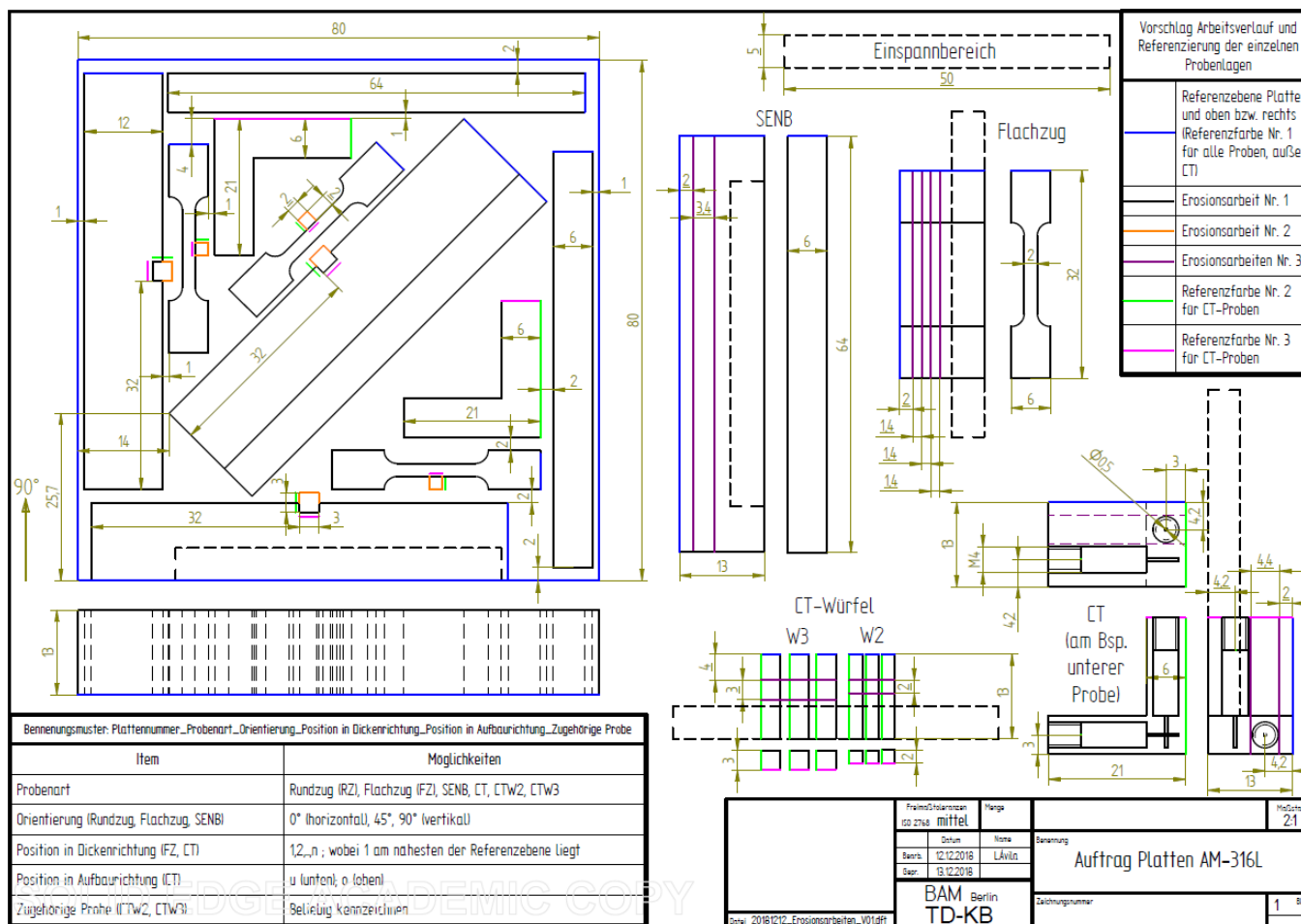


Abbildung B3. Technische Zeichnung Herstellung Proben aus PBF-LB/M/316L-Wänden.

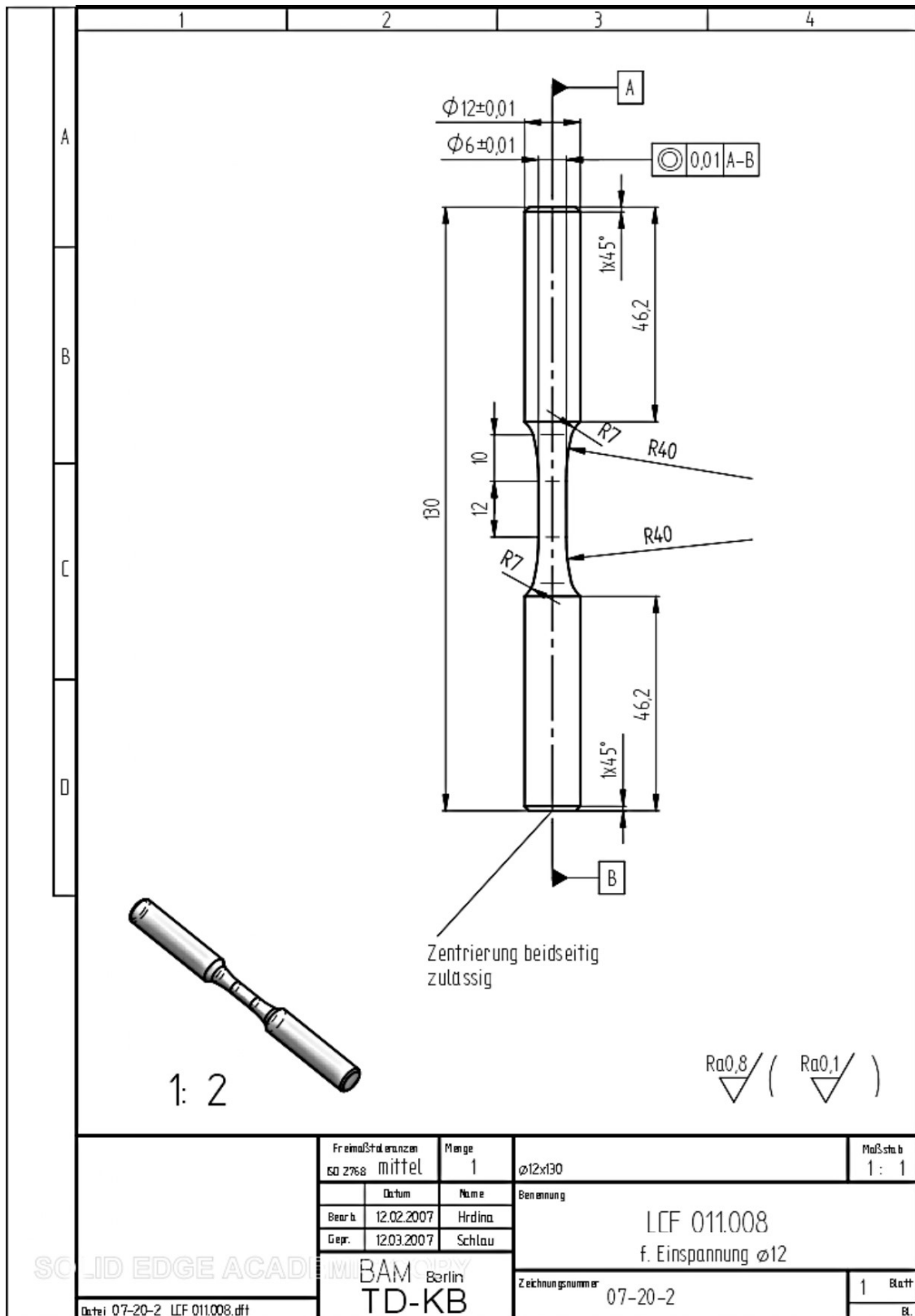


Abbildung B4. Technische Zeichnung LCF-Proben. Bei den Proben der PBF-LB/M/316L-Werkstoffvariante betrug die Gesamtlänge 110 mm anstatt 130 mm.

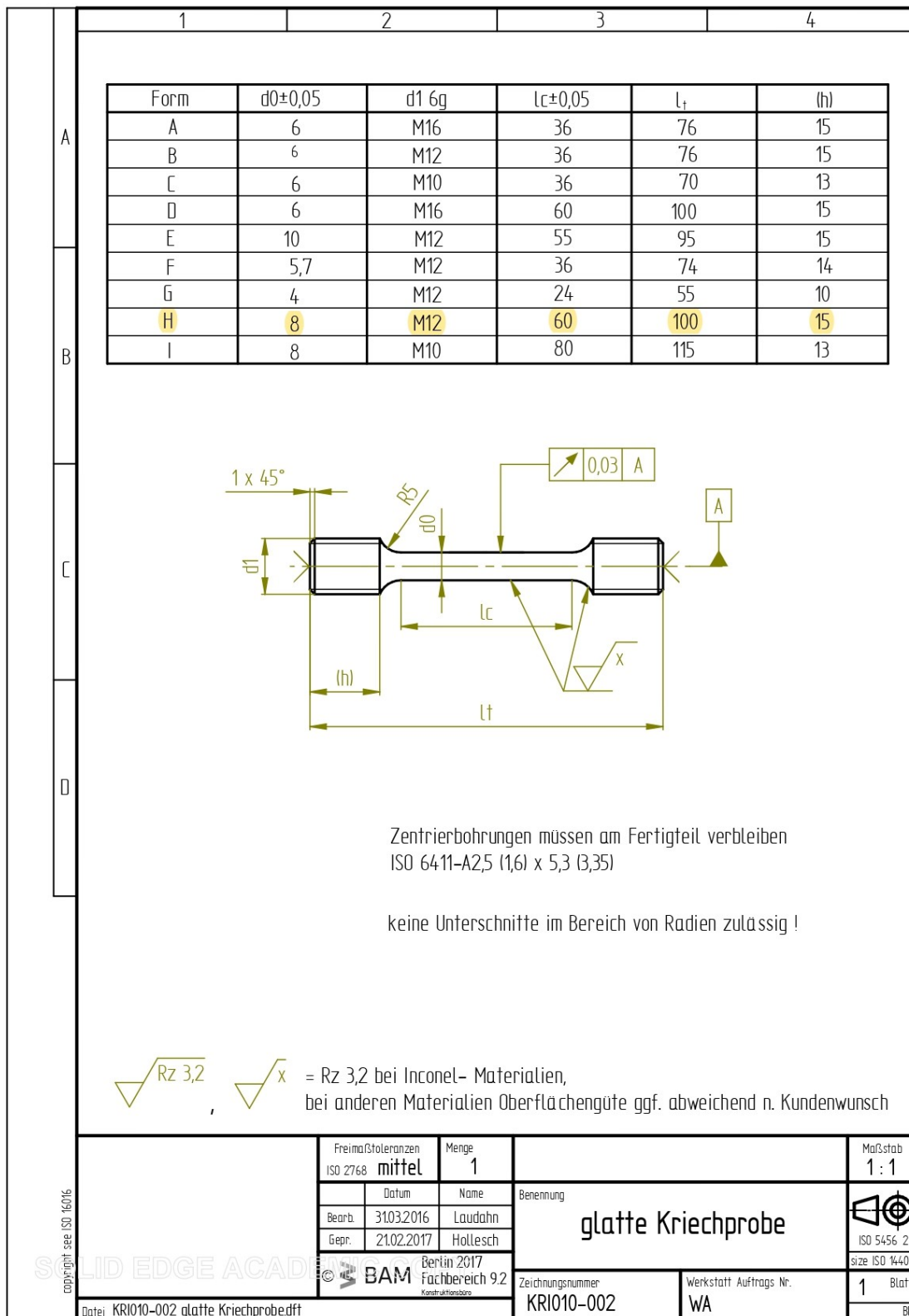


Abbildung B5. Technische Zeichnung Kriechproben (Form H).



Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung  
FB 5.2 „Experimentelle und modellbasierte Werkstoffmechanik“

Probengeometrie für die Bestimmung von E- und G-Modul mit dem Resonanzverfahren

Normen:	DIN EN 843-2 DIN EN 820-1	ASTM E 1875 ASTM C 1198 ASTM C 623
Probengeometrie:	<p>Stäbe mit rechteckigem Querschnitt</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <math>h = 3 \text{ mm}</math>    <math>b = 9 \text{ mm}</math>    <math>L = 100 \text{ mm}</math></li> </ul> <p>Stäbe mit kreisförmigem Querschnitt</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <math>d = 6 \text{ mm}</math>    <math>L = 100 \text{ mm}</math></li> </ul> <p>Planparallelität der Flächen ist besonders wichtig</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <math>\frac{h}{100}, \frac{b}{100}, \frac{L}{200}, \frac{d}{100}</math> nach DIN</li> <li>• <math>\pm 0,1\%</math> für alle Flächen nach ASTM E 1875</li> <li>• für <math>h</math> und <math>d</math> <math>\pm 0,005 \text{ mm}</math> für <math>b</math> und <math>L</math> <math>\pm 0,01 \text{ mm}</math> nach ASTM C 1198</li> </ul> <p>Masse der Proben</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <math>5 \text{ g} &lt; m &lt; 50 \text{ g}</math></li> </ul> <p>Andere Probengeometrien sind nach Absprache möglich.</p>	
Kalibrierprobe:	<p>Für alle Messungen bei hohen und tiefen Temperaturen ist für jeden Werkstoff eine Kalibrierung erforderlich. Die verwendete Kalibrierprobe muss die gleichen Abmessungen wie die zu prüfende Probe haben und mit 3 Sackbohrungen (<math>\varnothing 2 \text{ mm}</math>) für die Applizierung von Thermoelementen versehen sein. Die Bohrungen werden in der Mitte der Probe und jeweils 5 mm vom Probenrand entfernt ausgeführt. Tiefe der Bohrung ist ca. 2 mm, jedoch nicht tiefer als bis Probenmitte. Bei den Proben mit rechteckigem Querschnitt sind die Bohrungen auf der breiten Seite auszuführen.</p>	
Bemerkungen:	<p>Für Messungen bei hohen Temperaturen ist die Kenntnis des thermischen Ausdehnungskoeffizienten erforderlich. Dieser ist vom Auftraggeber zur Verfügung zu stellen.</p> <p>Die Proben dürfen nicht gefast werden.</p>	

Abbildung B6. Details zur Herstellung der E-Modul Proben.

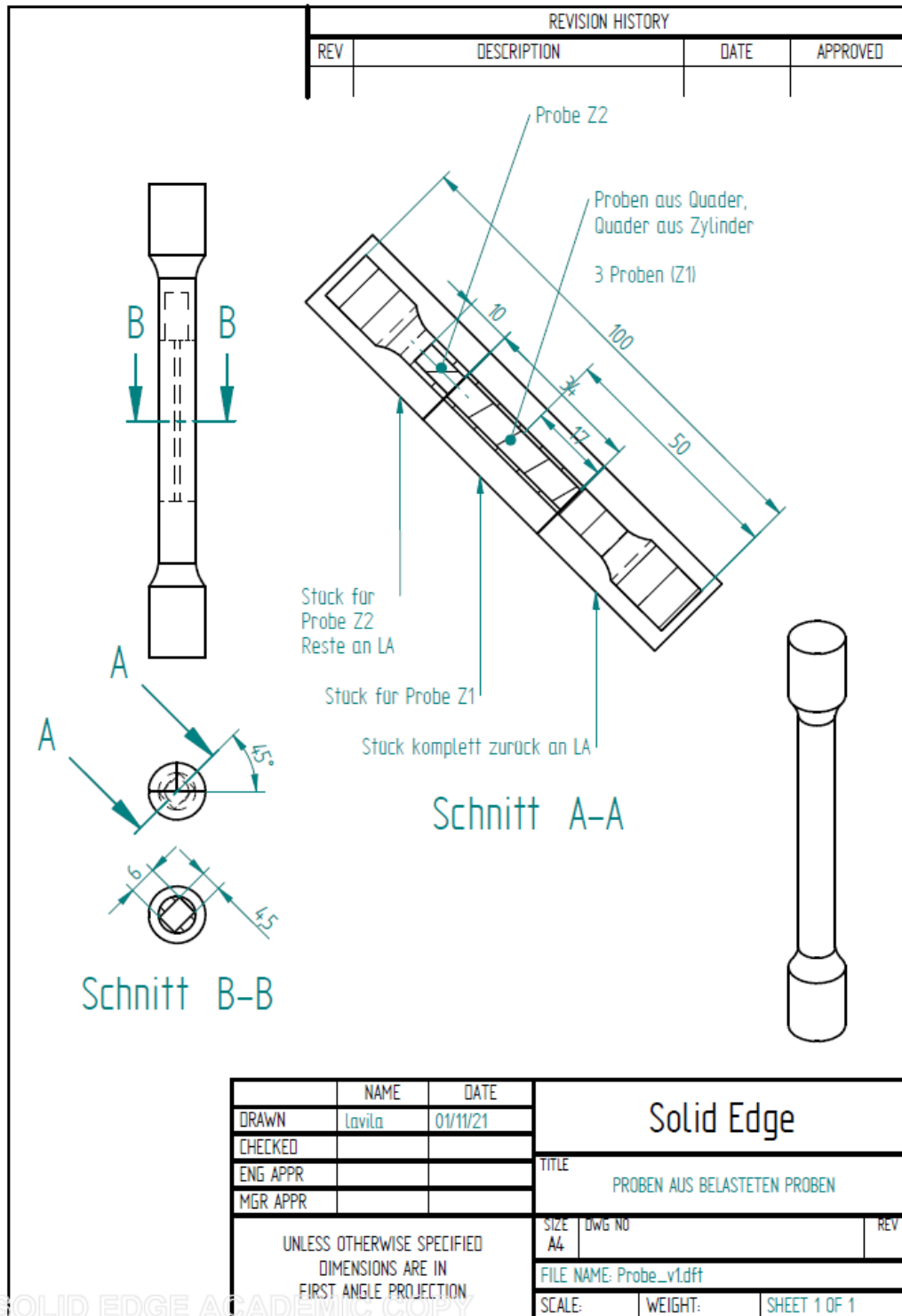


Abbildung B7. Technische Zeichnung Fertigung der kleinen Flachzugproben aus Kriechproben

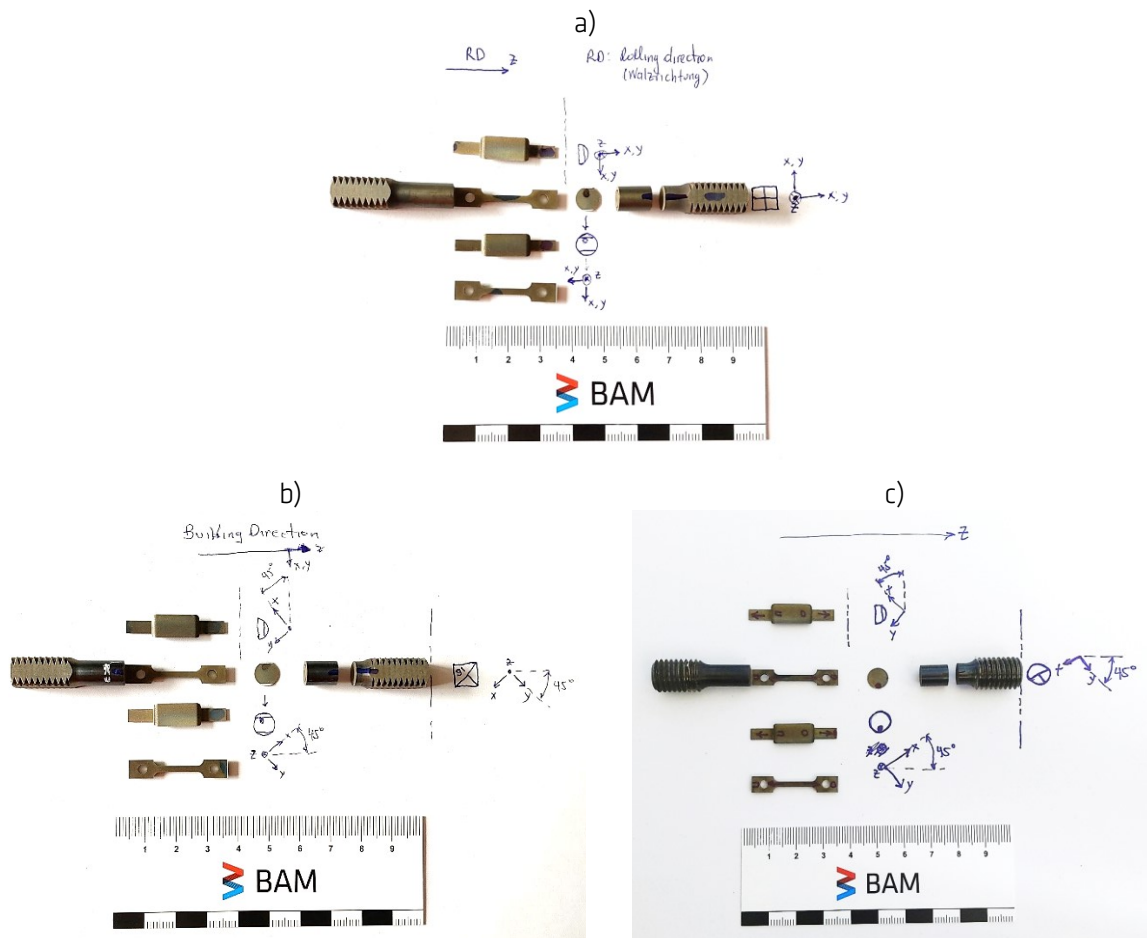


Abbildung B8. Herstellung der kleinen Flachzugproben und TEM-Lamellen aus den Kriechproben aus den unterbrochenen Kriechversuchen. a) HR/316L-Werkstoffvariante, b) PBF-LB/M/316L/HT450-Werkstoffzustand, c) PBF-LB/M/316L/HT900-Werkstoffzustand,

### C. Übersicht der durchgeführten Versuche und Untersuchungen

Tabelle C1. Übersicht der durchgeführten mechanischen Versuche. RT: Raumtemperatur, HT: Hochtemperatur, LCF: Low-Cycle-Fatigue, WV: Wiederholungsversuch, UV: Unterbrochener Versuch, RS-U: unteres Reststück, RS-O: oberes Reststück, FZP: Flachzugprobe. Bei allen Proben sind die Aufbau- und Belastungsrichtung vertikal. As-Built, HT450 und HT900 sind Zustände der PBF-LB/M/316L-Variante

Werkstoffvariante/ -zustand	Zugversuch RT <sup>a)</sup>	Zugversuch HT	LCF-Versuch	Kriechversuch	Härte	Elastische Eigenschaften	
As-Built	2X	-	-	-	1X RS-U	-	
HT450 (Turm)	2X 3X HBM-Ext.	3X 3X 1X 650 °C	400 °C 600 °C	4X 4X 6X 600 °C (inkl. 1X WV)	RT 400 °C 3X 650 °C	4X 600 °C (inkl. 1X UV) 1X RS-O, RS- U 5X RS-U	3 Proben aus einem Turm. RT bis 800 °C
HT450 (Turm, Nach Kriechbelastung)	3X Mini-FZP	-	-	-	-	-	
HT450 (Wand)	3X 3X Mini-FZP	-	-	-	-	-	
HT900 (Turm)	2X 3X Mini-FZP	-	-	2X 600 °C (inkl. 1X UV)	1X RS-U	-	
HT900 (Turm, Nach Kriechbelastung)	3X Mini-FZP	-	-	-	-	-	
HR/316L	3X 3X HBM Ext. 3X Mini-FZP	5X 3X 1X 650 °C	400 °C 600 °C	4X 4X 5X 600 °C (inkl. 1X WV)	RT 400 °C 3X 650 °C	4X 600 °C (inkl. 1X UV) 1X 3X 650 °C	Zwei Proben aus einem Block. RT bis 800 °C
HR/316L (Nach Kriechbelastung)	3X Mini-FZP	-	-	-	-	-	

<sup>a)</sup> Rundproben und MTS-Dehnungsaufnehmer (Ext.), es sei denn anders angegeben



Tabelle C2. Übersicht der Vor- und Nachuntersuchungen. LM: Lichtmikroskopie, REM: Rasterelektronenmikroskopie (inkl. EBSD), TEM: Transmissionselektronenmikroskopie, XCT: Mikro Computertomographie, OF-ES: Oberflächeneigenspannungen, NB-ES: Volumen-Eigenspannungen mittels Neutronenbeugung, Z: Zugprobe, LCF: LCF-Probe, K: Kriechprobe, UV: Unterbrochener Versuch. As-Built, HT450 und HT900 sind Zustände der PBF-LB/M/316L-Variante

Werkstoffvariante/-zustand	LM <sup>a), b)</sup>	REM <sup>a), b)</sup>	TEM	XCT	OF-ES	NB-ES
As-Built	x	x	x	-	-	-
HT450	x	x	x	x	x (Z, LCF, K)	x (Z, K)
HT450, Nach Kriechbelastung	x (inkl. UV)	x	x	x	-	-
HT450, Nach LCF-Belastung	x	x	-	-	-	-
HT900	x	x	x	x	-	x
HT900, Nach Kriechbelastung	x (inkl. UV)	x	x	x	-	-
HR/316L	x	x	x	-	-	-
HR/316L, Nach Kriechbelastung	x	x	x	x	-	-
HR/316L, Nach LCF-Belastung	x	x	-	x	-	-

<sup>a)</sup> polierter und geätzter Zustand

<sup>b)</sup> Schliff und Bruchfläche

## D. Tabellen zu den Zugversuchen und zur Bestimmung der Elastizitätskennwerte

Tabelle D1. Kennwerte aus den Zugversuchen an Standard-Proben (Türme/MTS-Dehnungsaufnehmer, wenn nicht anders angegeben); MW: Mittelwert.

		PBF-LB/316L/As-Built			PBF-LB/316L/HT450			PBF-LB/316L/HT900			HR/316L						
		Raumtemperatur															
Test piece	No.	1	2		1	2	--		1	2		1	2	--	--	--	
		MW			MW			MW			MW						
$R_{p0.2}$	MPa	505	505	505	500	500	--	500	387	389	388	242	264	--	--	--	253
$R_m$	MPa	621	614	618	620	619	--	620	596	597	597	608	615	--	--	--	612
$A$	%	70	71	70	64	60	--	62	64	70	67	80	83	--	--	--	82
$Z$	%	74	77	76	73	72	--	73	73	74	74	87	85	--	--	--	86
$m_E$	GPa	232	190	211	192	198	--	195	218	193	206	195	183	--	--	--	189
		HBM-Dehnungsaufnehmer						HBM-Dehnungsaufnehmer									
Test piece	No.				1	2	3					1	2	3	--	--	
		MW						MW									
$R_{p0.2}$	MPa				495	502	502	500				240	238	239	--	--	239
$R_m$	MPa				623	627	622	624				585	581	584	--	--	583
$A$	%				40	40	42	41				59	59	59	--	--	59
$Z$	%				73	72	74	73				84	84	84	--	--	84
$m_E$	GPa				181	188	192	187				196	196	195	--	--	196
		Wand															
Test piece	No.				1	2	3										
		MW															
$R_{p0.2}$	MPa				512	514	506	511									
$R_m$	MPa				619	620	611	617									
$A$	%				59	60	54	58									
$Z$	%				70	73	72	72									
$m_E$	GPa				208	194	181	194									



Tabelle D2. Kennwerte aus den Zugversuchen an Miniatur-Proben; MW: Mittelwert

		PBF-LB/316L/HT450				PBF-LB/316L/HT900				HR/316L			
		Turm Miniatur-Probe								Miniatur-Probe			
Test piece	No.	--	--	--	--	1	2	3		1	2	3	
		MW								MW			
$R_{p0.2}$	MPa	--	--	--	--	357	360	346	354	222	223	228	224
$R_m$	MPa	--	--	--	--	553	555	538	549	579	579	584	581
$m_E$	GPa	--	--	--	--	213	193	195	194	201	212	205	206
		Turm, Miniatur-Probe, nach Kriechbelastung											
Test piece	No.	1	2	3		1	2	3		1	2	3	
		MW				MW				MW			
$R_{p0.2}$	MPa	433	434	436	434	386	387	389	387	408	412	409	410
$R_m$	MPa	579	582	585	582	567	569	572	569	629	635	633	632
$m_E$	GPa	180	180	189	183	234	213	203	217	176	171	178	175
		Wand, Miniatur-Probe											
Test piece	No.	1	2	3		--	--	--					
		MW											
$R_{p0.2}$	MPa	451	450	458	453	--	--	--					
$R_m$	MPa	591	571	565	576	--	--	--					
$m_E$	GPa	125	168	145	146								

Tabelle D3. Elastizitätskennwerte (Resonanzmethode); MW: Mittelwert.

		PBF-LB/316L/HT450			HR/316L			
		Elastizitätsmodul, $E$						
T (°C)	No.	1	2		1	2	3	
		MW						MW
24		188	188	188	196	196	196	196
100		181	182	181	190	189	190	190
200		172	173	173	180	180	180	180
300		164	165	164	171	171	171	171
400		156	157	156	163	162	163	163
500		149	149	149	155	154	155	155
550		145	146	145	150	150	151	150
600		141	142	141	146	146	147	146
700		134	134	134	139	139	140	139
800		126	126	126	132	132	133	132
		Schubmodul, $G$						
T (°C)	No.	1	2		1	2	3	
		MW						MW
24		79	79	79	76	76	76	76
100		76	77	76	74	73	74	74
200		72	73	73	70	69	69	69
300		69	69	69	66	66	66	66
400		65	66	65	62	62	62	62
500		62	62	62	59	59	59	59
550		60	61	61	57	57	57	57
600		59	59	59	56	55	56	56
700		56	56	56	53	53	53	53
800			52	52	50	50	50	50
		Querkontraktionszahl, $\nu$						
T (°C)	No.	1	2		1	2	3	
		MW						MW
24		0,187	0,184	0,186	0,283	0,284	0,286	0,284
100		0,188	0,187	0,187	0,288	0,289	0,291	0,289
200		0,190	0,185	0,187	0,295	0,294	0,299	0,296
300		0,193	0,194	0,194	0,301	0,300	0,302	0,301
400		0,194	0,195	0,195	0,306	0,306	0,308	0,307
500		0,195	0,197	0,196	0,309	0,312	0,313	0,311
550		0,199	0,195	0,197	0,313	0,314	0,317	0,315
600		0,202	0,197	0,199	0,316	0,316	0,319	0,317
700		0,203	0,200	0,201	0,319	0,320	0,325	0,321
800			0,205	0,205	0,326	0,327	0,328	0,327

## E. Tabellen zu den LCF-Versuchen

Tabelle E1. Lebensdauer,  $N_f$  ( $= N_{f,10\%}$ ) und (bei halber Lebensdauer) Entlastungsmodul nach der maximalen als auch nach der minimalen Spannung,  $E_T$  bzw.  $E_C$ .  $\Delta e_t$  = Dehnungsschwingbreite,  $\Delta e_p$  = Schwingbreite der plastischen Dehnung,  $W_p$  = plastische Arbeit.

		PBF-LB/316L/HT450						HR/316L				
		Raumtemperatur										
$\Delta e_t$	%	0,4	0,6	1,0	1,3	1,0	1,6	0,6	0,6	1,0	1,3	1,6
$N_f$	No.	--	28185	7937	5036	--	2592	93147	--	8795	5783	2399
$E_T$	GPa	--	188	187	174	--	172	191	--	185	181	177
$E_C$	GPa	--	197	195	182	--	182	196	--	191	186	183
$\Delta e_p$	%	--	0,19	0,55	0,81	--	1,07	0,34	--	0,65	0,87	1,12
$W_p$	MJ/m <sup>3</sup>	--	1,12	3,60	5,37	--	7,73	1,21	--	3,06	4,87	7,02
		400 °C										
$\Delta e_t$	%	0,4	0,6	1,0	1,3	1	1,6	0,6	0,6	1,0	1,3	1,6
$N_f$	No.	--	15307	4735	3080	--	1592	29223	--	6110	3240	1838
$E_T$	GPa	--	165	156	159	--	163	163	--	157	155	144
$E_C$	GPa	--	167	161	164	--	171	168	--	162	156	147
$\Delta e_p$	%	--	0,23	0,57	0,85	--	1,12	0,31	--	0,65	0,89	1,15
$W_p$	MJ/m <sup>3</sup>	--	1,04	2,83	4,42	--	6,50	1,02	--	2,44	3,88	5,47
		600 °C										
$\Delta e_t$	%	0,4	0,6	1,0	1,3	1,3	1,6	0,6	0,6	1,0	1,3	1,6
$N_f$	No.	41106	5283	1247	770	977	551	27066	24811	2864	868	807
$E_T$	GPa	138	147	143	151	146	133	151	147	142	134	128
$E_C$	GPa	140	151	147	155	140	135	152	147	142	134	123
$\Delta e_p$	%	0,09	0,25	0,60	0,85	0,83	1,11	0,28	0,28	0,57	0,86	1,08
$W_p$	MJ/m <sup>3</sup>	0,30	1,02	2,84	4,74	4,40	5,86	0,94	0,97	2,52	4,03	5,44

Tabelle E2. Zyklische und monotonsche Spannungs-Dehnungs-Eigenschaften bei halber Lebensdauer (aus den zyklischen und monotonschen S-D-Kurven) und Ermüdungseigenschaften aus der C-M-B-Auswertung. Siehe Abbildung 5-17. RT = Raumtemperatur. Symbole nach ISO 12106 [196]. Für die entsprechende Bezeichnung siehe Symbolverzeichnis.

		PBF-LB/M/316L/HT450			HR/316L		
		RT	400 °C	600 °C	RT	400 °C	600 °C
$\sigma_Y$	MPa	514	358	287	260	138	121
$\sigma_{Y'}$	MPa	405	312	277	257	231	246
$n$	--	0,08535	0,08797	0,10146	0,05269	0,10128	0,11143
$n'$	--	0,07816	0,09445	0,17980	0,40569	0,24467	0,21700
$K$	MPa	874	619	539	361	259	243
$K'$	MPa	659	562	846	3203	1055	946
$\sigma_{f'}$	MPa	1309	950	756	2083	1450	906
$b$	--	-0,11452	-0,11060	-0,11279	-0,17667	-0,16484	-0,12167
$e_{f'}$	--	1,11132	0,89264	0,52747	0,10202	0,28422	0,07968
$c$	--	-0,62012	-0,62445	-0,65127	-0,34273	-0,47516	-0,37835
$N_T$	Zyklen	11203	8895	2627	399280	37782	11710
$\Delta e_{t,N_T}$	%	0,892	0,792	0,796	0	0,388	0,708

## F. Tabellen zu den Kriechversuchen

Tabelle F1. Ausgewählte Ergebnisse aus den Kriechversuchen des PBF-LB/M/316L/HT450-Werkstoffzustands und der HR/316L-Werkstoffvariante. Bei Wiederholungsversuchen werden zwei Werte angegeben. Reproduziert und modifiziert aus Ávila Calderón et al. [102], lizenziert nach CC BY 4.0, Copyright Elsevier (2022).

T	°C	PBF-LB						HR					
		600			650			600			650		
Test piece no,	-	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3
$R_o$	MPa	200	225	250	175	200	225	225	250	275	200	225	250
$t_u$	h	402	260	79,3	155	42	16,4	4287	716	184	640	33,9	9,6
$\dot{\epsilon}_s$	$\times 10^{-8}$ 1/s	0,58	0,7	2,5	2,4	7,6	19	0,21	2,2	7,1	5,0	100	360
$e_f$ bei $\dot{\epsilon}_s$		0,14	0,08 0,05	0,18	0,18	0,15	0,19	2,06 2,13	2,13	2,53	5,56	3,59	4,50
$e_{ti}$		0,19	0,17 0,18	0,30	0,18	0,18	0,22	4,43 4,38	5,81	7,22	3,25	4,47	6,07
$e_i$	%	0	0,01 0,01	0,03	0	0,01	0,02	4,16 4,15	5,55	7,02	3,03	4,21	5,78
$e_f$		2,40	4,55	2,22	9,18	6,63	4,90	8,40	14,3	18,5	18,7	19,9	15,6
$Z_u$		7,9	6,5	11	13	10	12	74	75	71	76	74	73



Tabelle F2. Elastische,  $e_e$ , und inelastische,  $e_i$ , Anteile der gesamten Anfangs-Extensometer-Dehnung,  $e_{ti}$ , der geprüften Werkstoffvarianten und -zuständen. Prüfparameter: 600 °C / 225 MPa.

	$e_{ti}^{a)}$	$e_{ti}^{b)}$	$e_e$	$e_e^{b)}$	$e_i$	$e_i^{b)}$
	%	%	%	%	%	%
HT450	0,17	0,18	0,16	0,17	0,01	0,01
HT900	0,41	0,41	0,17	0,16	0,24	0,25
HR	4,43	4,38	0,27	0,23	4,16	4,15

a) Werte aus Tabellen F1 und F2

b) Wiederholungsversuch/unterbrochener Versuch

Tabelle F3. Ausgewählte Ergebnisse aus den Kriechversuchen des HT900-Zustands der PBF-LB/M/316L-Werkstoffvariante (vgl. Tabelle F1). Prüfparameter: 600 °C / 225 MPa.

$R_o$	$t_u$	$\dot{\epsilon}_s$	$e_{ti}$	$e_f$	$Z_u$
MPa	h	$\times 10^{-8} 1/s$	%	%	%
225	635	0,98	0,41	13,5	22

Tabelle F4. Minimale Kriechrate der geprüften Werkstoffvarianten und -zuständen. Prüfparameter: 600 °C / 225 MPa.

	$\dot{\epsilon}_s$ $\times 10^{-8} 1/s$	
	Versuch bis zum Bruch	Unterbrochener Versuch
PBF-LB/M/316L/HT450	0,70	0,85
PBF-LB/M/316L/HT900	0,98	1,02
HR	0,21	0,22

Tabelle F5. Dauer der Kriechstadien der geprüften Werkstoffvarianten und -zuständen. Prüfparameter: 600 °C / 225 MPa.

	$t_1$	$t_1^{a)}$	$t_2$	$t_3$
	h	h	h	h
PBF-LB/M/316L/HT450	15	5	15	230
PBF-LB/M/316L/HT900	12	12	58	565
HR	800	900	1044	2443

a) Unterbrochener Versuch

Tabelle F6. Kriechdehnungen bei minimaler Kriechrate,  $e_f$  at  $\dot{\epsilon}_s$ , der geprüften Werkstoffvarianten und -zuständen. Prüfparameter: 600 °C / 225 MPa.

	$e_f$ bei $\dot{\epsilon}_s$	$e_f$ bei $\dot{\epsilon}_s^{a)}$
	%	%
PBF-LB/M/316L/HT450	0,08	0,05
PBF-LB/M/316L/HT900	0,07	0,08
HR	2,06	2,13

a) Unterbrochener Versuch

## G. LCF-Auswertung

### Coffin-Manson-Basquin Auswertung; Bestimmung der Ermüdungskoeffizienten und -exponenten

Im diesem Anhang wird die Coffin-Manson-Basquin Auswertung beschrieben. Anhand dieser Auswertung bekommt man einen Ausdruck heraus, der die Lebensdauer in Abhängigkeit von der Dehnungsamplitude darstellt. Diese Auswertung ist nur gültig nur für  $R_e = -1$ . In diesem Fall beträgt die Dehnungsamplitude die Hälfte der Dehnungsschwingbreite.

Abbildung G1 zeigt eine Hystereseschleife bei zyklischer Beanspruchung und die zugehörige Kenngrößen, die relevant für die C-M-B-Auswertung sind. In der vorliegenden Arbeit werden die Symbole nach ISO 12106-2017 [196] verwendet. Diese unterscheiden sich leicht von denen, die in Abbildung G1 verwendet werden:  $\varepsilon$  und  $\sigma$  anstatt  $e$  und  $S$  (Extensometer-Dehnung bzw. technische Spannung).

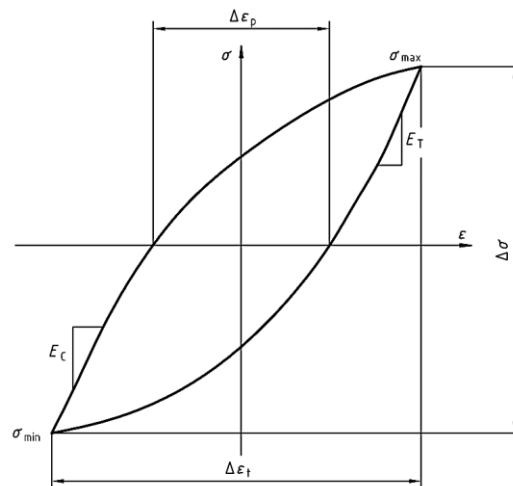


Abbildung G1. Hystereseschleife der Spannungen und Dehnungen bei zyklischer Beanspruchung und zugehörige Kenngrößen, reproduziert aus [285]. In der Darstellung wird  $\varepsilon$  und  $\sigma$  anstatt  $e$  und  $S$  (Symbole nach ISO 12106-2017 [196]) für die Extensometer-Dehnung bzw. die technische Spannung benutzt.

Eine Voraussetzung für die Coffin-Manson-Basquin Auswertung ist die Bestimmung von der gesamt plastischen Dehnung,  $\Delta e_p$ . Diese wird als die Differenz zwischen den Schnittpunkten der Geraden mit der x-Achse bei null Spannung berechnet. Der plastische Anteil der Dehnungsamplitude,  $e_{A,p}$ , wird nach Gleichung G-1, und der elastische Anteil,  $e_{A,e}$ , nach Gleichung G-2 bestimmt. Die Dehnungsamplitude,  $e_A$ , ergibt sich aus  $\Delta e_t/2$ .  $e_{A,e}$  und kann auch anhand Gleichung G-3 bestimmt werden. Die Spannungsamplitude,  $S_a$  in Gleichung G-3, lässt sich als Hälfte der Differenz zwischen der maximalen und der minimalen Spannung bei dem auszuwertenden Zyklus bestimmen. Für die Coffin-Manson-Auswertung wird in dieser Arbeit als  $E$  der jeweiligen Werkstoffvariante der Mittelwert der Steigungen des anfänglichen linearen Anteils der Spannungs-Dehnungs-Kurven bei der Erstbelastung aus allen Versuchen bei der jeweiligen Prüftemperatur verwendet.

$$e_{A,p} = \frac{\Delta e_p}{2} \quad \text{G-1}$$

$$e_{A,e} = e_{A,p} - e_A \quad \text{G-2}$$

$$e_{A,e} = \frac{S_a}{E} = \frac{\Delta S}{2E} \quad \text{G-3}$$

Die Basquin-Beziehung beschreibt den elastischen Anteil der Dehnungsamplitude, Gleichung G-4; die Coffin-Manson Beziehung den plastischen Anteil, Gleichung G-5.

$$e_{A,e} = \frac{\Delta e_e}{2} = \frac{S_a}{E} = \frac{\sigma_{f'}}{E} \cdot (2N_f)^b \quad \text{G-4}$$

$$e_{A,p} = \frac{\Delta e_p}{2} = e_{f'} \cdot (2N_f)^c \quad \text{G-5}$$

Die Beziehung zwischen der Dehnungsamplitude und der Lebensdauer auch als Morrow-Gesetz (engl. *Morrow Design Rule*) bekannt, ergibt sich aus der Summe der elastischen und plastischen Anteile (Basquin bzw. Coffin-Manson Beziehungen), Gleichung G-6.

$$e_A = \frac{\sigma_{f'}}{E} \cdot (2N_f)^b + e_{f'} \cdot (2N_f)^c \quad \text{G-6}$$

Durch Logarithmieren der einzelnen Anteile lassen sich zwei Geradengleichungen berechnen, Gleichungen G-7 und G-8.

$$\log e_{A,e} = \log \frac{\sigma_{f'}}{E} + b \cdot \log 2N_f \quad \text{G-7}$$

$$\log e_{A,p} = \log e_{f'} + c \cdot \log 2N_f \quad \text{G-8}$$

Die Geraden lassen sich durch ein Fitting der Paare  $(2N_f, e_{A,e})$  und  $(2N_f, e_{A,p})$  bestimmen.  $e_{A,e}$  und  $e_{A,p}$  werden nach den Gleichungen G-1 und G-2 und aus den Versuchsergebnissen bei der jeweiligen Hysteresekurve im stabilisierten Zyklus bzw. -in Abwesenheit eines solchen wie in dem Fall der vorliegenden Arbeit- bei halber Lebensdauer ermittelt.

Bei jeder der Geraden stellt die Steigung die Koeffizienten  $b$ , der Ermüdungs-Festigkeitsexponent, bzw.  $c$ , der Ermüdungs-Duktilitätsexponent, dar. Aus dem Schnitt mit der Y-Achse, bei  $2N_f = 1$ , lassen sich  $\sigma_{f'}$ , der Ermüdungs-Festigkeitskoeffizient, und  $e_{f'}$ , der Ermüdungs-Duktilitätskoeffizient, bestimmen.

Die Summe der zwei Geraden ergibt die Abhängigkeit der Dehnungsamplitude,  $e_A$ , von der Segmenten-Anzahl,  $2N_f$ , bzw. der Zyklen-Anzahl,  $N_f$ , Gleichung G-9. Graphisch lässt sich diese Summe aus der Summe aller einzelnen Punkte der vorher gefitteten Geraden darstellen (Abbildung 5-17a bis f). Das Dehnungs-Wöhler-Diagramm (Abbildung 5-13) zeigt die einzelnen Versuchspaare  $(N_f, e_A)$  und der nach Morrow gefitteten Gerade nach Korrektur der Mittelspannung.

$$\log e_A = \log \frac{\sigma_{f'}}{E} + b \cdot \log 2N_f + \log e_{f'} + c \cdot \log 2N_f \quad \text{G-9}$$

Nach Morrow kann bei der Basquin-Beziehung und dadurch bei dem Morrow-Gesetz der Effekt der Mittelspannung,  $\sigma_m$ , berücksichtigt werden, indem man bei dem elastischen Anteil der Verformung in Gleichung G-7 bzw. G-9 den Ermüdungs-Festigkeitskoeffizienten,  $\sigma_{f'}$ , durch  $\sigma_{f'} - S_m$  ersetzt.  $S_m$  wird aus dem Zyklus bei mittlerer Lebensdauer nach Gleichung G-10 berechnet. Eine positive Mittelspannung führt zu einer Verschiebung der Wöhlerlinie hin zu kürzeren Lebensdauern und kleineren Dehnungsamplituden, eine negative mittlere Spannung in die entgegengesetzte Richtung.

$$S_m = \frac{S_{max} + S_{min}}{2} \quad G-10$$

#### Bestimmung von $N_T$

Die Übergangslbensdauer (engl. *Transition Life*),  $N_T$ , ist die Lebensdauer, bei der die elastischen und plastischen Anteile der Dehnungsamplitude gleich sind, Gleichung G-11.

$$\text{Bei } N_T; \frac{\Delta e_e}{2} = \frac{\Delta e_p}{2} \quad G-11$$

Durch Einsetzen der Basquin- und Coffin-Manson-Beziehungen, Gleichungen G-4 Und G-5, in Gleichung G-11, mit  $N_F = N_T$ , ergibt sich den Ausdruck in Gleichung G-12 für  $N_T$ .

$$2 \cdot N_T = \left( \frac{\sigma_{f'}}{E \cdot e_{f'}} \right)^{\frac{1}{c-b}} \quad G-12$$

#### Bestimmung der zyklischen Kennwerte

Die zyklischen Kennwerte: der zyklische Verfestigungsexponent,  $n'$ , und der zyklische Verfestigungskoeffizient,  $K'$ , lassen sich die Auswertung der Hysteresekurve im stabilisierten Zyklus bzw. -in Abwesenheit eines solchen wie in dem Fall der vorliegenden Arbeit- bei halber Lebensdauer bestimmen. Diese Auswertung, so wie die Coffin-Manson-Basquin-Auswertung ist gültig nur für  $R_e = -1$ .

Im Allgemeinen werden aus den Hysteresekurven die einzelnen Punktpaare  $(e_{A,p}, \sigma_a)$  bestimmt. Diese einzelnen Punktpaare werden gefittet, um  $K'$ , und  $n'$  zu bestimmen, wie im folgenden Abschnitt erklärt.  $e_{A,p}$  wird wie beschrieben im Text bezüglich Gleichung G-1 berechnet.  $\sigma_a$  stellt die Spannungsamplitude dar und berechnet sich aus  $\Delta\sigma/2$ .

Die zyklische Spannungs-Dehnungs-Beziehung basiert, für den plastischen Anteil, auf einem Potenzgesetz, Ramberg-Osgood-Beziehung [286], Gleichung G-13. Durch Logarithmieren der Gleichung G-13 lässt sich eine Geradengleichung berechnen, welche an den Punktepaaren  $(\log e_{A,p}, \log \sigma_a)$  gefittet werden kann, Gleichung G-14. Die Steigung dieser Gerade stellt der zyklische Verfestigungsexponent,  $n'$ , dar. Aus dem Schnittpunkt mit der Y-Achse,  $\log K'$ , lässt sich der zyklische Verfestigungskoeffizient,  $K'$ , bestimmen. Alternativ können  $K'$  und  $n'$  auch direkt anhand von Gleichung G-13 durch Fitten eines Potenzgesetz der Form  $S_a = a \cdot e_{A,p}^b$ , mit  $a = K'$  und  $b = n'$  bestimmt werden.

$$S_a = K' \cdot (e_{A,p})^{n'} \quad G-13$$

$$\log S_a = \log K' + n' \cdot \log e_{A,p} \quad G-14$$

#### Zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurven und zyklische Streckgrenzen

Mit Hilfe der Gleichung G-14 und der Gleichung G-3 kann die zyklische Spannungs-Dehnungs-Kurve (ZSD-Kurve) bestimmt werden. Durch Auflösen der Gleichung G-13 nach  $e_{A,p}$  erhält man den Ausdruck in Gleichung G-15 für die plastische Dehnungsamplitude.

$$e_{A,p} = \frac{\Delta e_p}{2} = \left( \frac{S_a}{K'} \right)^{1/n'} \quad G-15$$

Durch Einsetzen der Gleichungen G-15 Und G-3 in Gleichung G-2 und Auflösen nach  $e_A$  ergibt sich der Ausdruck in Gleichung G-16, welche den Ausdruck für die Darstellung der gesamten ZSD-Kurve darstellt. Voraussetzung dafür ist jedoch, dass man zunächst  $E$ ,  $K'$ , und  $n'$  kennt.  $K'$  und  $n'$  werden anhand der Gleichung G-14 wie zuvor beschrieben berechnet. Als  $E$  der jeweiligen Werkstoffvariante wird der Mittelwert der Steigungen des anfänglichen linearen Anteils der Spannungs-Dehnungs-Kurven bei der Erstbelastung aller Versuche bei der jeweiligen Prüftemperatur verwendet.

$$e_A = \frac{S_a}{E} + \left(\frac{S_a}{K'}\right)^{1/n'} \quad \text{G-16}$$

Zwei Diagramme können erstellt werden. Ein Diagramm  $\sigma_a = f(e_{A,p})$ , Gleichung G-15, und ein Diagramm  $\sigma_a = f(e_A)$ , Gleichung G-16. Letztes stellt die ZSD-Kurve dar (gestrichelte Linien in Abbildung 5-17g bis i). Die erste Darstellung, Gleichung G-15 ist hilfreich, um die zyklischen Streckgrenzen für jeden Werkstoff und Temperatur, bei  $e_{A,p} = 0,2 \%$ , zu bestimmen.

#### Darstellung der monotonischen Spannungs-Dehnungs-Kurve

Um das zyklische mechanische Verhalten mit dem monotonischen zu vergleichen kann man auch die Diagramme  $\sigma_a = f(e_p)$  und  $\sigma_a = f(e_A)$  (durchgezogene Linien in Abbildung 5-17g bis i) für die monotone Belastungsart darstellen. Dafür werden die Datenpunkte der Anfangsbelastung bis zur maximalen Dehnung der Versuche mit höchster Dehnungsamplitude für jeden Werkstoff und Temperatur benutzt.

Für die Erstellung des Diagramms  $\sigma_a = f(e_p)$  werden zunächst die Koeffizienten der Ramberg-Osgood Gleichung für den monotonischen Fall der Belastung, Gleichung G-17, bestimmt. Dafür muss aber zunächst der plastische Anteil der Dehnung bei der Anfangsbelastung,  $e_p$ , bestimmt werden. Dies erfolgt nach Gleichung G-18 anhand der Datenpunkte der Anfangsbelastung bis zur maximal erreichten Dehnung,  $e_{max}$ , und die dazu gehörige Spannung,  $\sigma_{max}$ .  $m$  stellt die Steigung einer jeweils an dem elastischen Anteil der betrachteten Belastungskurve gefitteten Gerade dar.

$$e_p = \left(\frac{S_a}{K}\right)^n \quad \text{G-17}$$

$$e_p = e_{t,max} - \frac{S_{max}}{m} \quad \text{G-18}$$

## Eigene Veröffentlichungen

B. Rehmer, F. Bayram, L.A. Ávila Calderón, G. Mohr, B. Skrotzki, Elastic modulus data for additively and conventionally manufactured variants of Ti-6Al-4V, IN718 and AISI 316 L, *Scientific Data* 10(1) (2023) 474.

A. Ulbricht, L.A. Ávila Calderón, K. Sommer, G. Mohr, A. Evans, B. Skrotzki, G. Bruno, Evolution of Creep Damage of 316L Produced by Laser Powder Bed Fusion, *Advanced Engineering Materials* 25(12) (2023) 2201581.

L.A. Ávila Calderón, B. Graf, B. Rehmer, T. Petrat, B. Skrotzki, M. Rethmeier, Characterization of Ti-6Al-4V Fabricated by Multilayer Laser Powder-Based Directed Energy Deposition, *Advanced Engineering Materials* 24(6) (2022) 2101333.

L.A. Ávila Calderón, B. Rehmer, S. Schriever, A. Ulbricht, L. Agudo Jácome, K. Sommer, G. Mohr, B. Skrotzki, A. Evans, Creep and creep damage behavior of stainless steel 316L manufactured by laser powder bed fusion, *Materials Science and Engineering: A* 830 (2022) 142223.

T. Mishurova, K. Artzt, B. Rehmer, J. Haubrich, L. Ávila, F. Schoenstein, I. Serrano-Munoz, G. Requena, G. Bruno, Separation of the impact of residual stress and microstructure on the fatigue performance of LPBF Ti-6Al-4V at elevated temperature, *International Journal of Fatigue* 148 (2021) 106239.

A. Charmi, R. Falkenberg, L. Ávila, G. Mohr, K. Sommer, A. Ulbricht, M. Sprengel, R. Saliwan Neumann, B. Skrotzki, A. Evans, Mechanical anisotropy of additively manufactured stainless steel 316L: An experimental and numerical study, *Materials Science and Engineering: A* 799 (2021) 140154.