



**TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
WIEN**

Vienna University of Technology

Diplomarbeit

Untersuchungen von mikrolegierten Stählen im 2. Duktilitätsminimum

ausgeführt zum Zwecke der Erlangung des akademischen Grades eines

Diplom-Ingenieurs

unter der Leitung von

Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. Ernst Kozeschnik

(E330 Institut für Werkstoffwissenschaften, Lehrstuhl für Werkstofftechnik)

Dipl.-Ing. Martin Lückl

(E330 Institut für Werkstoffwissenschaften, Bereich Werkstofftechnik)

eingereicht an der Technischen Universität Wien

Fakultät für Maschinenwesen und Betriebswissenschaften

von

Johannes Wucher

0826784 (066 482)

Hahngasse 22/10

1090 Wien

Wien, im Juli 2014

Johannes Wucher



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
WIEN
Vienna University of Technology

Ich habe zur Kenntnis genommen, dass ich zur Drucklegung meiner Arbeit unter der Bezeichnung

Diplomarbeit

nur mit Bewilligung der Prüfungskommission berechtigt bin.

Ich erkläre weiters Eides statt, dass ich meine Diplomarbeit nach den anerkannten Grundsätzen für wissenschaftliche Abhandlungen selbstständig ausgeführt habe und alle verwendeten Hilfsmittel, insbesondere die zugrunde gelegte Literatur, genannt habe.

Weiters erkläre ich, dass ich dieses Diplomarbeitsthema bisher weder im In- noch Ausland (einer Beurteilerin/einem Beurteiler zur Begutachtung) in irgendeiner Form als Prüfungsarbeit vorgelegt habe und dass diese Arbeit mit der vom Begutachter beurteilten Arbeit übereinstimmt.

Wien, im Juli 2014

Johannes Wucher

Danksagung

Mein Dank gilt Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. Ernst Kozeschnik für das Angebot und fachliche Unterstützung dieser Diplomarbeit sowie die sehr lehrreiche und interessante Zeit auf dem Institut. In besonderem Maße bedanken möchte ich mich bei Dipl.-Ing. Martin Lückl für die wirklich hervorragende und sehr kompetente Betreuung der Arbeit und die spannenden Einblicke in sein Forschungsgebiet. Dipl.-Ing. Tomasz Wojcik danke ich für die elektronenmikroskopischen Untersuchungen der Proben ebenso wie Dipl.-Ing. Simon Großeiber und Edith Asiemo für die unterhaltsamen Diskussionen und die fachliche Hilfestellung im Labor. Mein persönlicher Dank gebührt meiner Julia, die mir während des gesamten Studiums stets in jeder Hinsicht und mit großer Hingabe zur Seite gestanden ist und so diesen Lebensabschnitt zu einer grandiosen, unvergesslichen Zeit gemacht hat.

Abschließend möchte ich mich an dieser Stelle bei all jenen bedanken, die mich über die Jahre meines Studiums, sowohl fachlich als auch persönlich unterstützt und begleitet haben. Deren Beitrag hat nicht nur zum Gelingen dieser Arbeit, sondern des ganzen Studiums beigetragen.

Kurzfassung

Der Stranggussprozess stellt heute das bei weitem wichtigste Verfahren zum Vergießen von Stahl weltweit dar. Probleme mit Rissbildung in Stahlgussbrammen hängen ursächlich mit dem Duktilitätsverlust des Stahls im Temperaturbereich von 600-1200 °C während der Abkühlphase des Prozesses zusammen.

Die Warmverformbarkeit zweier aluminiumberuhigter, mikrolegierter Stähle im zweiten Duktilitätsminimum wurde mittels Heißzugversuchen untersucht. Die dabei auftretenden Versprödungsmechanismen sind einerseits das Auftreten dünner, verformungsinduziert gebildeter Ferritsäume an den Austenitkorngrenzen, andererseits die von den vorhandenen Legierungselementen abhängige Bildung von Ausscheidungen im Gefüge. Die untersuchten Stähle haben eine ähnliche chemische Zusammensetzung, unterscheiden sich aber in ihrem Titan- und Mangangehalt.

Diese Arbeit konzentrierte sich speziell auf die Entstehung und die Auswirkungen der Ausscheidungen Aluminiumnitrid und Mangansulfid bei unterschiedlichen Abkühlraten. Die Auswertung der mit zwei verschiedenen Temperaturprogrammen durchgeführten Heißzugversuche lieferte durch die Bestimmung der Brucheinschnürung den Duktilitätsverlauf als Funktion der Temperatur. Licht- und transmissionselektronenmikroskopische Untersuchungen der Proben gaben Aufschluss über das Gefüge und die vorhandenen Ausscheidungen. Die Ergebnisse zeigten eine sehr starke Abhängigkeit der Duktilität von der thermischen Vorgeschichte, was beim titanarmen Stahl je nach Abkühlkurve zu teils erheblichen Duktilitätseinbußen führte. Als Hauptursache der Versprödung konnten im Gefüge verteilte Aluminiumnitride ausgemacht werden, die gehäuft bei Temperaturen mit geringer Duktilität auftraten. Den ebenfalls vorhandenen Mangansulfiden hingegen konnten keine duktilitätsmindernden Eigenschaften nachgewiesen werden. Der titanreiche Stahl zeigte sehr gute Duktilität bei allen Versuchstemperaturen, was auf die positiven Effekte der stickstoffbindenden Wirkung des Titans und die Feinkörnigkeit des Gefüges zurückgeführt wurde. Die Versprödung durch Aluminiumnitrid konnte bei diesem Stahl durch die Titanzugaben wirksam unterbunden werden.

Abstract

Today, continuous casting is by far the most important method worldwide for producing steel. Problems with crack formation in the steel slabs are a result of the ductility loss in the temperature range of 600-1200 °C during the cooling process.

The hot workability of two aluminium-killed, micro-alloyed steels was investigated by using hot tensile tests. The main embrittling mechanisms are thin, deformation-induced ferrite layers at the austenite grain boundaries and the formation of precipitates within the structure, depending on the alloying elements. The examined steels have a similar chemical composition, but significantly differ in the amount of titanium and manganese additions.

This study especially focused on the formation and the effects of the precipitates aluminium nitride and manganese sulfide at different cooling rates. Hot tensile tests were carried out using two temperature programs and showed the development of ductility at the test temperatures by evaluating the reduction of area of the samples. Optical and transmission electron microscopy was used to examine the surface structure and the existing precipitates. The results showed a very strong dependence of ductility on the thermal history, which resulted in a considerable ductility loss of the low titanium steel depending on the cooling rate. Increased amounts of aluminium nitride were found in areas of low ductility and were therefore identified as the main cause of embrittlement. The detected manganese sulfides, however, haven't proven to have any embrittling influence. The high titanium steel showed very good ductility at all test temperatures due to both the beneficial effects of the ability of titanium to remove nitrogen and its fine grain size. Embrittlement caused by aluminium nitride was prevented successfully by titanium additions in this steel.

Inhaltsverzeichnis

1	Aufgabenstellung	1
2	Stand der Technik	2
2.1	Das Stranggussverfahren	2
2.1.1	Beschreibung des Verfahrens	3
2.1.2	Entstehung von Rissen beim Stranggießen	4
2.2	Die Duktilität von Stählen	5
2.2.1	Das Duktilitätsminimum I.....	6
2.2.2	Das Duktilitätsminimum II.....	6
2.3	Einflussgrößen auf die Duktilität mikrolegierter Stähle.....	9
2.3.1	Abkühlgeschwindigkeit.....	9
2.3.2	Ausscheidungsbildung	11
2.3.3	Verformung und Verformungsgeschwindigkeit.....	16
3	Experimentelle Durchführung	18
3.1	Überblick	18
3.2	Material.....	18
3.2.1	Chemische Zusammensetzung der Stähle	19
3.2.2	Probenentnahme	19
3.2.3	Probengeometrie.....	20
3.3	Dilatometrie	20
3.3.1	Beschreibung des Verfahrens.....	20
3.3.2	Versuchsdurchführung	21
3.4	Heißzugversuche	23
3.4.1	Beschreibung des thermomechanischen Simulators	23
3.4.2	Temperaturmessung durch Thermolemente	24
3.4.3	Versuchsparameter	25
3.4.4	Durchführung des Zugversuchs	28
3.4.5	Auswertung der Heißzugversuche	29
3.5	Metallographische Untersuchungen	30
3.5.1	Lichtmikroskopie	30
3.5.2	Transmissionselektronenmikroskopie.....	31

4	Ergebnisse	33
4.1	Dilatometrie	33
4.2	Duktilitätsverlauf	34
4.2.1	Duktilitätsentwicklung von Stahl 1	34
4.2.2	Duktilitätsentwicklung von Stahl 2	36
4.3	Lichtmikroskopie	38
4.3.1	Mild Cooling von Stahl 1	38
4.3.2	Rapid Cooling von Stahl 1	40
4.3.3	Mild Cooling von Stahl 2	43
4.3.4	Rapid Cooling von Stahl 2	44
4.4	Transmissionselektronenmikroskopie	46
4.4.1	Ergebnisse der Elektronenmikroskopie	47
4.4.2	Beugungsbild von Aluminiumnitrid	50
5	Diskussion	51
5.1	Diskussion der Ergebnisse von Stahl 1	52
5.2	Diskussion der Ergebnisse von Stahl 2	54
6	Zusammenfassung und Schlussfolgerungen	56
7	Literaturverzeichnis	57

1 Aufgabenstellung

Diese Arbeit befasst sich mit der Charakterisierung des Duktilitätsminimums II von zwei mikrolegierten Stählen, die im Rundstrang vergossen wurden. Der Fokus liegt dabei auf der experimentellen Durchführung der dafür notwendigen Untersuchungen.

Diese sind:

- I. Recherche aller relevanten Erkenntnisse hinsichtlich der bekannten Versprödungsmechanismen mikrolegierter Stähle
- II. Experimentelle Bestimmung des Warmumformverhaltens der Stähle mittels Heißzugversuchen und darstellen der Duktilitätsverläufe.
- III. Lichtmikroskopische Untersuchung der getesteten Proben.
- IV. Elektronenmikroskopische Untersuchung repräsentativer Probengefüge zur Bestimmung des Ausscheidungszustandes.

Das Ziel dieser Arbeit ist die Erforschung des Duktilitätsverhaltens der Stähle als Funktion der Abkühlraten und der Temperatur sowie die Bestimmung der Ursachen für beobachteten Resultate, insbesondere mit Blick auf die vorhandenen Ausscheidungen.

2 Stand der Technik

Stahl ist ein schon seit dem ersten Jahrtausend vor Christus bekannter und bis in die heutige Zeit beherrschender Werkstoff, dessen Bedeutung aufgrund seiner vielfältigen Anwendungsmöglichkeiten und seiner herausragenden Eigenschaften nach wie vor ungebrochen ist. Insbesondere der rasante wirtschaftliche Aufstieg der Schwellenländer, allen voran China, Indien und Brasilien, führt zu einer stetig steigenden Nachfrage nach Rohstoffen und Stahlprodukten weltweit.

So wurden im Jahr 2012 weltweit rund 1,545 Milliarden Tonnen Stahl produziert, was mehr als einer Verdoppelung der Weltstahlproduktion gegenüber dem Jahr 1996 entspricht. Allein China produziert mit 716 Millionen Tonnen nahezu die Hälfte der globalen Stahlmenge und ist somit der größte Stahlerzeuger der Erde [1].

2.1 Das Stranggussverfahren

Das Vergießen von Stahl erfolgt über zwei Verfahren: Den Kokillenguss und den Strangguss. Der diskontinuierliche Kokillenguss war wegen der besseren technischen Beherrschbarkeit des Prozesses bis weit in das 20. Jahrhundert das wichtigste Verfahren zum Vergießen von Stahl, wurde aber aufgrund der zahlreichen Vorteile eines kontinuierlichen Verfahrens vom Strangguss abgelöst. Weltweit werden heute ca. 93% des produzierten Stahls im Strang vergossen.

Bereits seit einigen Jahrzehnten und bis in die Gegenwart beschäftigt sich eine große Anzahl an Forschungsarbeiten mit dem Duktilitätsverhalten stranggegossener Stähle im Temperaturbereich von 600–1200 °C und deren Einflussgrößen. Das große wissenschaftliche Interesse spiegelt auch die hohe Relevanz bei der technischen Umsetzung prozesssicherer Stranggussanlagen zur Erzeugung von Stahlprodukten in gleichmäßig hoher Qualität wieder. Die Mechanismen der Rissbildung und die schädlichen Einflüsse, die zu ihrer Entstehung beitragen sowie Maßnahmen zu deren Vermeidung, sind daher vielfach erforscht und dokumentiert, wenngleich auch immer wieder widersprüchliche Aussagen in der Literatur anzutreffen sind.

2.1.1 Beschreibung des Verfahrens

Moderne Stranggussanlagen gibt es in vielerlei Ausführungen, die am weitesten verbreitete ist die Kreisbogenanlage, welche in Abbildung 1 in schematischer Darstellung illustriert ist:

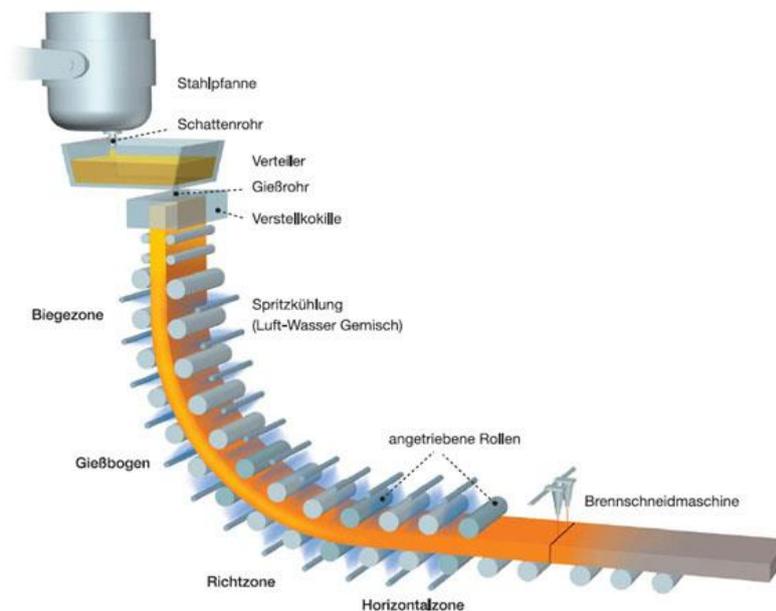


Abbildung 1: Darstellung einer Kreisbogenstranggussanlage [2]

Der flüssige Stahl wird über einen Verteiler in die wassergekühlte Kokille geleitet, die eine sinusförmige Vertikalbewegungen macht und in der die Randschicht des Materials zu einer dünnen, festen Hülle bei noch flüssigem Inneren erstarrt.

Der Bereich des Wärmeentzugs des Strangs in der Kokille unter Ausbildung einer erstarrten, stützenden Schale ist die Primärkühlzone der Anlage. Der Strang wird dann nach der Kokille über viele Stützrollen in einem großen Kreisbogen in die Horizontale geführt, während zwischen den Stützrollen angeordnete Wasserdüsen für weiteren Wärmeentzug sorgen und zu einem fortschreitenden Erstarren der Randschale führen. Am Ende des Kreisbogens wird der Strang geradegerichtet und das nun durcherstarrte Material wird schließlich mit einer Brennschneideanlage zugeschnitten. Der Bereich des erzwungenen Wärmeentzugs durch Wasserdüsen nach der Kokille wird als Sekundärkühlzone bezeichnet, wo dem Strang in etwa 50-60% der insgesamt abzuführenden Wärme entzogen wird. Daran anschließend ist die Tertiärkühlzone, wo der schon durcherstarrte Strang nicht mehr zwangsgekühlt wird, sondern nur noch durch freie Konvektion und Strahlung abkühlt. Nach dem Zuschneiden können die Brammen der weiteren Verarbeitung wie z.B. Warmwalzen zugeführt werden [3, 4].

2.1.2 Entstehung von Rissen beim Stranggießen

Beim Vergießen von Stahl im Strangguss können aufgrund des Prozessablaufs Probleme durch verschiedene Defekte im Strang auftreten. So ist eine Vielzahl an Rissen sowohl an der Oberfläche als auch im Inneren des Strangs dokumentiert. Dies ist in Abbildung 2 schematisch dargestellt.

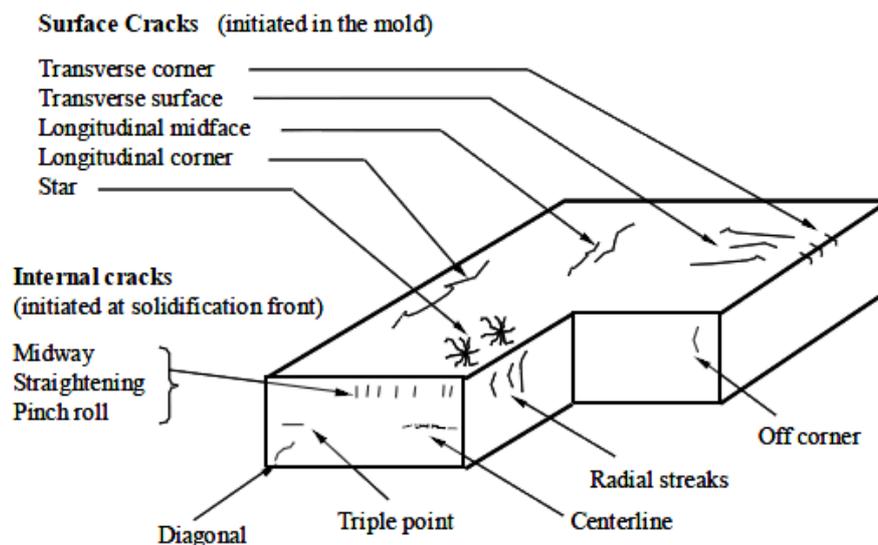


Abbildung 2: Schematische Darstellung von möglichen Materialfehlern im Strang [3]

Der Strang ist beim Durchlaufen der Sekundärkühlzone sowohl einer thermischen als auch einer mechanischen Belastung ausgesetzt. Die mechanischen Belastungen und die dadurch induzierten Spannungen resultieren aus der kreisförmigen Umlenkung des Stranges und aus dem Rückbiegen bei Erreichen der horizontalen Lage. Diese Spannungen wirken normalerweise in der Längsrichtung des Strangs und begünstigen somit das Entstehen von Querrissen an der Oberfläche. Gleichzeitig ist den mechanischen Belastungen auch eine thermische Belastung überlagert. So entstehen bei hohen Abkühlgeschwindigkeiten hohe Temperaturgradienten in der erstarrenden Strangoberfläche und resultieren in hohen thermischen Spannungen. Diese wirken vornehmlich in Querrichtung und fördern somit das Auftreten von Längsrissen [3]. Manche Risse haben ihren Ausgangspunkt bereits beim Erstarren in der Kokille, insbesondere die Querrisse beginnen sich schon dort zu formen und werden danach in ihrer Entstehung durch die beschriebenen Spannungen im Bereich der Kühl- und Richtzone begünstigt. Besonders problematisch sind die Belastungen des Strangs durch Biege- und Richtvorgänge, wenn sich dieser gerade in der Zone reduzierter Duktilität zwischen 700-900 °C befindet, da der Strang hier spröder ist und die Rissanfälligkeit somit steigt [5].

Die Rissneigung eines Materials korreliert somit stark mit dessen Zähigkeit. Als Maß für die Bestimmung der Zähigkeit dient die Brucheinschnürung („Reduction of Area“) [6].

2.2 Die Duktilität von Stählen

Allgemein ist die Duktilität von Stählen bei höheren Temperaturen sehr gut. Es zeigt sich jedoch, dass aber ebenfalls auch Temperaturbereiche existieren, in denen die Duktilität erheblich niedriger ist als anderen Bereichen oder die Duktilität gar nicht mehr gegeben ist. Diese Duktilitätsminima können bei der Verarbeitung von Stahl wie z.B. beim Strangguss große Probleme bereiten, da sie in Kombination mit Verformungen des Strangs und den daraus resultierenden Spannungen die Rissbildung begünstigen [5, 7].

In der Literatur finden sich verschiedene Bereiche reduzierter Duktilität, welche in Abbildung 3 dargestellt sind.

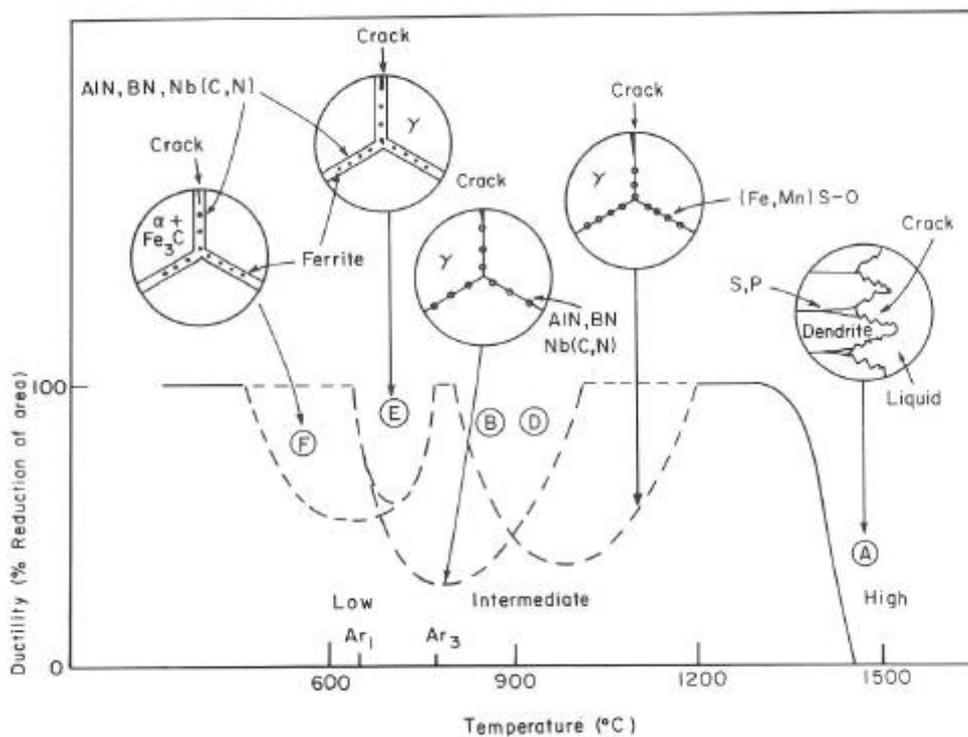


Abbildung 3: Schematische Darstellung von Temperaturzonen mit reduzierter Duktilität [5]

2.2.1 Das Duktilitätsminimum I

Das Duktilitätsminimum I findet sich in der Hochtemperaturzone und liegt typischerweise bei 20-50 °C unterhalb der Soliduslinie (Bereich A von Abbildung 3). Der Stahl ist hier extrem spröde und die ermittelten Bruchdehnungswerte liegen unter 1%. Diese geringe Duktilität wird durch starke Anreicherungen gewisser Elemente wie Schwefel, Phosphor oder Mangan in der interdendritischen Restschmelze verursacht, welche die lokal die Solidustemperatur erniedrigen sowie dem Vorhandensein wie z.B. Mangansulfid [5-7]. Der Temperaturbereich von der Hochtemperatursprödigkeit (Bereich A) bis zu 1200 °C ist gekennzeichnet durch dynamische Rekristallisation, sodass gute Duktilität hier sichergestellt ist und die Mikrolegierungselemente des Stahls hinsichtlich deren Beeinträchtigung der Verformungseigenschaften eine untergeordnete Rolle spielen [5, 8].

2.2.2 Das Duktilitätsminimum II

Der Bereich sehr guter Duktilität nach dem Duktilitätsminimum I wird gefolgt von einer sich von 1200 °C bis ca. 600 °C erstreckenden Zone mit wiederum schlechterer Duktilität, welche in der Literatur als das Duktilitätsminimum II bezeichnet wird (Bereiche F, E, D, B in Abbildung 3). Dieses wiederum kann in verschiedene, sich überschneidende Bereiche eingeteilt werden, in denen sich unterschiedliche Wirkmechanismen entfalten. Da diese Mechanismen oftmals gleichzeitig auftreten, vereinigen sich die einzelnen Minima meist zu einem Bereich niedriger Duktilität. Die schlechte Duktilität im Temperaturbereich von 1200-600 °C ist begründet durch das Vorhandensein von Ausscheidungen, abhängig von der Zusammensetzung des Stahls. So scheiden sich Sulfide wie Eisen- und Mangansulfid (FeS bzw. MnS) bei schon bei höheren Temperaturen (1000-1200 °C) aus, Nitride, Karbide sowie Karbonitride wie Aluminiumnitrid, Titanitrid oder Niobkarbonitrid (AlN, TiN, Nb(C,N)) bei etwas niedrigeren Temperaturen (700-1000 °C) an den Austenitkorn Grenzen aus, wo sie das Korngrenzengleiten erschweren und so die Duktilität verringern [6].

Einen Überblick über die Mechanismen, die Einfluss auf den Duktilitätsverlauf nehmen, zeigt Abbildung 4:

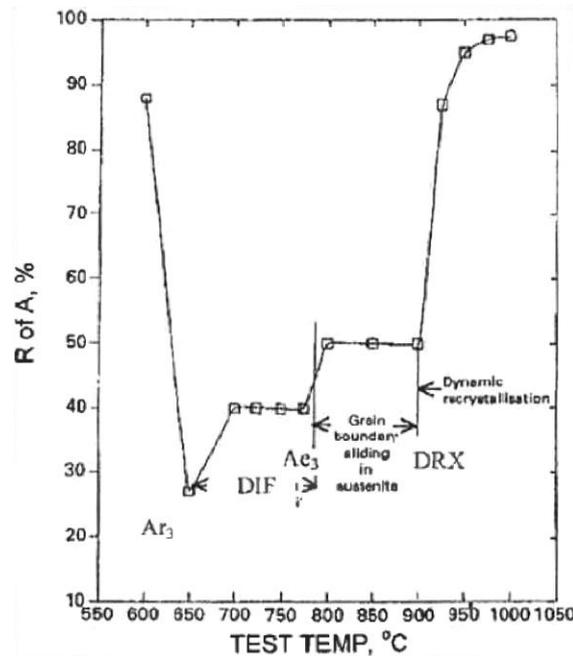


Abbildung 4: Duktilitätsverlauf für einen Stahl mit 0,4% Kohlenstoff und niedriger Dehnrates von $3 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ [9]
(DIF: deformation induced ferrite; DRX: dynamic recrystallisation)

Im Temperaturbereich direkt unterhalb von A_{r3} bis hinauf zu A_{e3} kommt es bei schon geringen Verformungen (1-2%) zur Ausbildung eines dünnen, allotriomorphen Ferritfilms an den Austenitkorngrenzen, der in der Literatur als „verformungsinduzierter Ferrit“ bezeichnet wird. Da Ferrit in diesem Temperaturbereich weicher ist als Austenit und die Austenitmatrix überdies zusätzlich eine durch Ausscheidungen verursachte Festigkeitssteigerung [5] aufweisen kann, wird ein erheblicher Teil der Verformung von diesen Ferritsäumen aufgenommen. An den vorhandenen Ausscheidungen in diesem Ferritfilmen entstehen nun Mikroporen, die sich dann zu größeren Poren verbinden können, welche schließlich die Ursache für verminderte Duktilität und in Folge für intergranulares Versagen des Materials sind [5, 7-10]. Crowther [7] beschreibt dieses Verhalten des Werkstoffs als duktil, wenn man es auf mikroskopischer Ebene betrachtet, aber als spröde, wenn man das Versagen als Ganzes betrachtet.

Der in diesem Bereich wirkende Mechanismus wird in Abbildung 5 hervorgehoben:

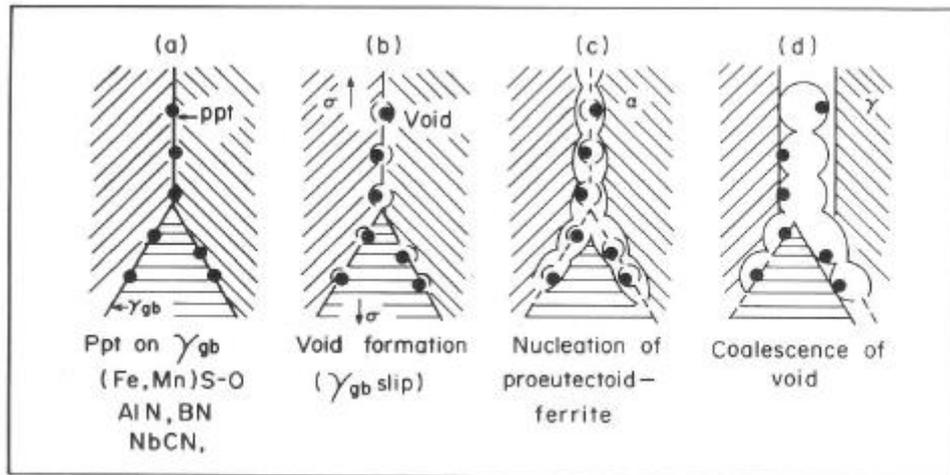


Abbildung 5: Mechanismus zur Versprödung in der Niedrigtemperaturzone oder im Zwei-Phasengebiet [5]

Bei noch niedrigeren Temperaturen, nämlich deutlich unterhalb von A_{r3} , bilden sich durch die γ/α -Umwandlung ausreichende Mengen an Ferrit, sodass aufgrund dessen ausgezeichneter Duktilität eine signifikante Erholung der Duktilität beobachtet und sichergestellt werden kann. Für eine vollständige Erholung der Duktilität wird eine notwendige Umwandlung von Austenit in Ferrit von 50% angegeben [7].

Zusammenfassend ist also das Duktilitätsminimum II auf zwei wesentliche Ursachen zurückzuführen: Einerseits auf die Bildung verschiedener Ausscheidungen, vor allem an den Korngrenzen am oberen Temperaturende des Trogs (Bereich B und D in Abbildung 3) und andererseits auf das Entstehen proeutektoider Ferritsäume an den Austenitkorngrenzen bei Temperaturen unterhalb von A_{r3} (Bereich E in Abbildung 3).

2.3 Einflussgrößen auf die Duktilität mikrolegierter Stähle

Die Duktilität eines Stahls hängt von vielen, miteinander in Wechselwirkung stehenden Faktoren ab. Im Folgenden wird ein Überblick über die wichtigsten Einflussgrößen gegeben.

2.3.1 Abkühlgeschwindigkeit

Die Kühlzonen einer Stranggussanlage sind einerseits die Primärkühlzone in der wassergekühlten Kokille, die zur Ausbildung einer erstarrten, stabilen Randschale bei noch flüssigem Stranginneren führt und die Sekundärkühlzone, wo die weitere Auskühlung des Strangs und die Durcherstarrung durch zwischen den Führungsrollen angeordneten Wasserdüsen bei gleichzeitiger Umlenkung des Strangs in die horizontale Lage stattfindet. Typische Abkühlgeschwindigkeiten beim Stranggießen sind $300\text{ °C}/\text{min}^{-1}$ in der Primärkühlzone und $150\text{ °C}/\text{min}^{-1}$ in der Sekundärkühlzone [6]. Durch die wechselnde Anordnung der Stützrollen und der Wasserdüsen nach der Kokille wirken auf den Strang verschiedene Wärmeübertragungsmechanismen wie in Abbildung 6 dargestellt. Dies sind Kühlung durch Rollenkontakt, Wärmeübergang durch Abstrahlung und Konvektion, Kühlung durch Sprühnebel und der Wärmeübergang über das sich sammelnde Spritzwasser [3].

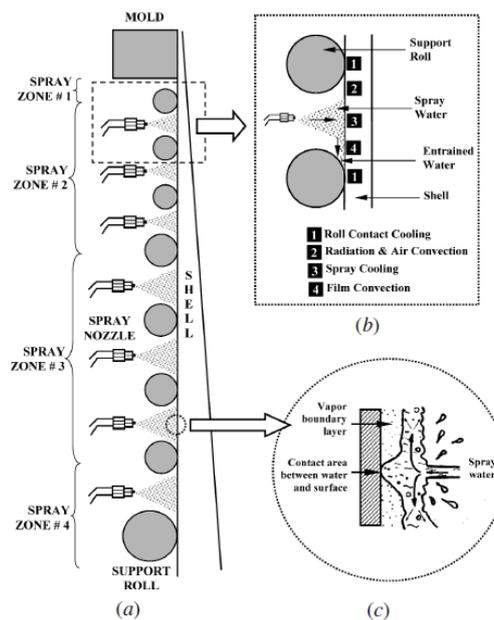


Abbildung 6: Kühlmechanismen der Sekundärkühlzone [3]

Durch diese unregelmäßige Kühlung und der folgenden Wiedererwärmung der Oberfläche durch den heißen Kern, kommt es zu einer oszillierenden Temperatur an der Strangoberfläche, die einen deutlichen Einfluss auf das Ausscheidungsverhalten des Materials hat, indem die Ausscheidungsbildung begünstigt wird und sowohl eine Vertiefung als auch eine Verbreiterung des Duktilitätsminimums beobachtet werden kann. Die Temperaturamplitude der Strangoberfläche kann dabei zwischen 100–300 °C betragen [6, 8].

Eine hohe Abkühlgeschwindigkeit kann die Ausscheidungsbildung hemmen oder ganz unterdrücken, eine nachfolgende Verformung bei konstanter Temperatur kann jedoch die Entstehung fein verteilter Partikel an den Austenitkorgrenzen hervorrufen (verformungsinduzierte Ausscheidungsbildung) [6]. Bei langsamer Abkühlung können sich, abhängig von der chemischen Zusammensetzung und den vorhandenen Legierungselementen, schon bei hohen Temperaturen Ausscheidungen bilden, die im Gegensatz zur verformungsinduzierten Ausscheidungsbildung ausreichend Zeit für Wachstum und Vergrößerung haben und daher in ihrer duktilitätsmindernden Wirkung deutlich abgeschwächt werden (vgl. Abbildung 7) [6, 9].

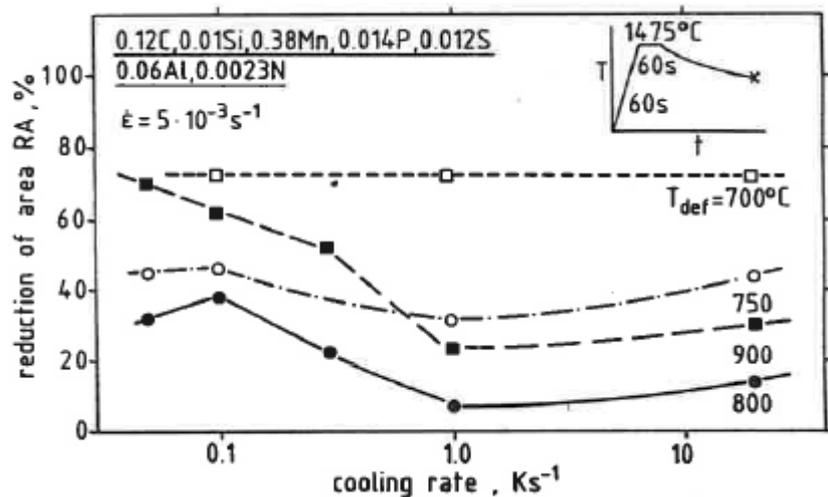


Abbildung 7: Einfluss der Kühlrate auf die Duktilität [6]

2.3.2 Ausscheidungsbildung

Das Ausscheidungsverhalten eines Werkstoffs ist einer der Haupteinflussfaktoren für verringerte Duktilität bei bestimmten Temperaturen, weshalb dieser Thematik in der Forschung größtes Augenmerk geschenkt wird. Ausscheidungen sind Cluster von Atomen, die sich in Kristallstruktur und chemischer Zusammensetzung von der umgebenden Matrix unterscheiden. Sie kommen abhängig von den Legierungselementen des betrachteten Werkstoffs in verschiedenen Formen, insbesondere als Nitride, Sulfide, Karbide und Oxide vor und werden als Folge abnehmender Löslichkeit einer Komponente mit fallender Temperatur gebildet. Ausschlaggebend für deren Einfluss auf die Duktilität ist vor allem deren Größe und Verteilung. Es wird in der Literatur vielfach darauf hingewiesen, dass Sekundärphasenpartikel umso schädlicher sind, je kleiner und zahlreicher sie ausgeschieden werden, je geringer deren Abstände zueinander und je mehr sie an den Korngrenzen zu finden sind. Eine geringe Anzahl grober Partikel hingegen vermindert die Duktilität nicht [5-7, 9, 11-13]. Wie bereits erläutert, spielt die thermische Vorgeschichte eines Werkstoffs eine entscheidende Rolle hinsichtlich der Bildung von Ausscheidungen.

Im Folgenden werden nun wichtige Ausscheidungen angeführt und deren Einfluss auf die Duktilität besprochen.

2.3.2.1 Aluminiumnitrid

Aluminium ist hinsichtlich seiner versprödenden Wirkung unzweifelhaft eines der wirksamsten Elemente und daher im Fokus zahlreicher Untersuchungen. Gleichzeitig stellt Aluminium das Mittel der Wahl zur Herstellung von vollberuhigt vergossenen Feinkornstählen dar und wirkt sich überdies positiv auf Überhitzungsunempfindlichkeit, Streckgrenze, Kerbschlagzähigkeit, Alterungsbeständigkeit und Schweißbarkeit aus. In modernen Stranggussanlagen werden ausschließlich beruhigte Stähle verarbeitet [14].

Aluminium besitzt aber eine hohe Affinität zu Stickstoff und verbindet sich daher zu Aluminiumnitrid (AlN), wenn das Löslichkeitsprodukt $\text{Al}[\%] \times \text{N}[\%]$ dieser Verbindung überschritten ist. Es ist erwiesen, dass AlN die Duktilität von Stahl sehr deutlich negativ beeinflusst [5-7, 9, 11-13].

Hannerz [11] berichtet von einer Verbreiterung des Minimums und einer Verschiebung der rechten Flanke hin zu höheren Temperaturen durch den Einfluss von AlN.

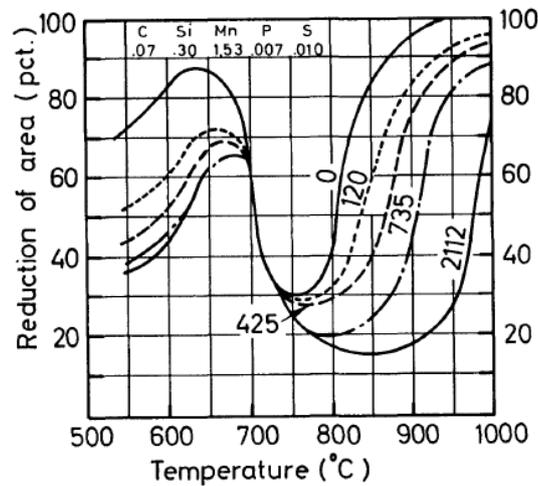


Abbildung 8: Einfluss von [Al] x [N] auf die Duktilität [11]

Die spezielle Schädlichkeit von Aluminium in Verbindung mit Stickstoff ist begründet in der Art der Ausscheidung. AlN wird vornehmlich entlang der γ -Phasengrenzen in sehr feinen Partikeln ausgeschieden, welche sowohl die Mobilität dieser γ -Phasengrenzen einschränken als auch zur Entstehung von Mikroporen an den Korngrenzen bei Verformung beitragen [5-7, 9, 11, 12]. Die Ausscheidung der AlN erfolgt bei kontinuierlicher Abkühlung in Austenit relativ langsam und in feiner Form, in Ferrit aber wesentlich schneller [5, 6, 15]. Der mittlere Durchmesser beträgt rund 100 nm [5, 15].

Bei sehr hoher Abkühlgeschwindigkeit kann hingegen die Bildung von AlN vorerst zwar unterdrückt werden, eine durch die nachfolgende Verformung dann hervorgerufene Ausscheidungsbildung zeigt jedoch die Verteilung feiner Partikel an den Austenitkorngrenzen [6, 9]. Diese feinen Ausscheidungen erwiesen sich außerdem als sehr effektiv bei der Ausbildung eines feinkörnigen austenitischen Gefüges.

Wie in Tabelle 1 dargestellt, besitzt AlN auch eine eher geringe Löslichkeit in Austenit.

Tabelle 1: Löslichkeit von verschiedenen Nitriden in Austenit [5]

Verbindung	Löslichkeit [wt%]			
VN	$\log_{10} [V][N]$	=	$-8300/T$ (°K) + 3,46	Hohe Löslichkeit  Geringe Löslichkeit
NbN	$\log_{10} [Nb][N]$	=	$-8500/T$ (°K) + 2,80	
AlN	$\log_{10} [Al][N]$	=	$-6770/T$ (°K) + 1,03	
TiN	$\log_{10} [Ti][N]$	=	-7,0 @ 1100 °C	
ZrN				

Dies führt dazu, dass die Partikel an den Korngrenzen das Wachstum der Austenitkörner beim Wiedererwärmen wirksam verhindern und die Rekristallisation verzögern (Pinning-Effekt). Somit sorgt derselbe Mechanismus sowohl für wünschenswerte Kornverfeinerung, als auch für verringerte Duktilität im mittleren Temperaturbereich [5-7, 9, 15].

2.3.2.2 Titanitrid

Zum Einfluss von Titan in mikrolegierten Stählen gibt es teilweise unterschiedliche Auffassungen. Thomas et al [5] berichten von eindeutig positiven Eigenschaften von Titan, da dieses Element imstande ist, die Versprödung durch Stickstoff bzw. durch Nitride zu verringern. Titan hat ähnlich wie Aluminium eine hohe Affinität zu Stickstoff und verbindet sich daher mit den in Lösung befindlichen Stickstoffatomen zu Titanitrid (TiN) [9]. Mintz und Arrowsmith [16] berichten daher von einer Abschwächung der schädlichen Wirkung von AlN. Dies hängt mit der geringen Löslichkeit von Titan in Austenit und der Bildung von TiN bereits bei höheren Temperaturen (vgl. Tabelle 1) zusammen. Dadurch wird der im Austenit gelöste Stickstoff gebunden und steht somit bei niedrigeren Temperaturen nicht mehr oder nur in geringeren Mengen zur Bildung von AlN zur Verfügung [5, 6] und führt somit zu einer deutlichen Verbesserung der Duktilität (vgl. Abbildung 9 und Abbildung 10).

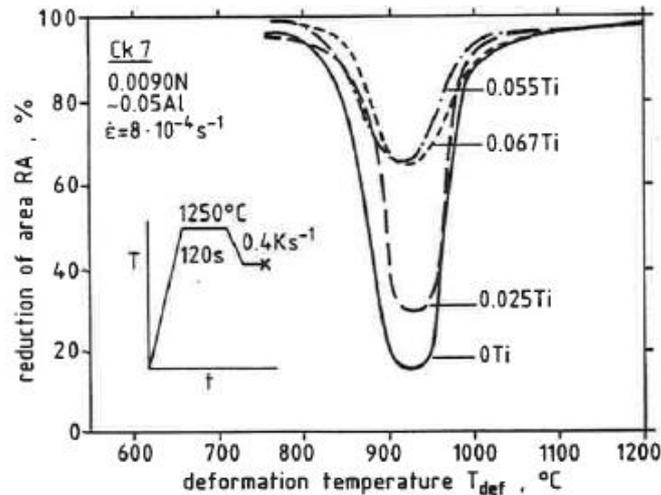


Abbildung 9: Einfluss von Titan auf einen aluminiumberuhigten, niobfreien Stahl [6]

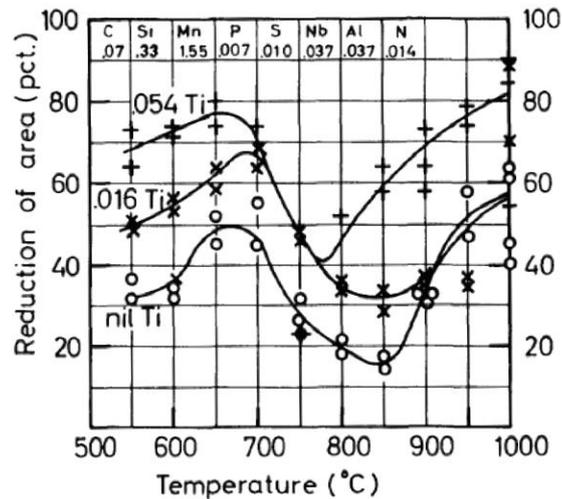


Abbildung 10: Einfluss von Titan auf die Duktilität eines aluminiumberuhigten, niobhaltigen Stahls [11]

TiN scheidet sich im Gegensatz zu AlN nicht fein verteilt an den Korngrenzen aus, sondern bildet größere Partikel und ist in der gesamten Matrix zu finden [5]. Allerdings scheint sich die günstige Wirkung von Titan nur einzustellen, wenn es im stöchiometrischen Verhältnis dazulegiert wird. Überstöchiometrische Zugaben fördern wahrscheinlich die Bildung von Titankarbid und haben einen ungünstigen Einfluss [6, 11]. Andere Autoren wiederum fanden die schlechteste Duktilität titanlegierter Stähle gerade beim stöchiometrischen Verhältnis von Ti/N und stellten erst bei höheren Ti/N-Verhältnis eine Verbesserung der Duktilität fest [17]. Kommt es außerdem aufgrund der Temperaturführung zur Bildung von großen Mengen an feinem Titankarbid (TiC), so vermindert dies die Duktilität [7].

Ausscheidungen von TiN an den Korngrenzen nehmen ähnlich wie AlN Einfluss auf die Austenitkorngröße, indem sie durch den bereits beschriebenen Pinning-Effekt das Kornwachstum verhindern und die Ausbildung von feinem Gefüge begünstigen [5, 7].

2.3.2.3 Mangansulfid

Mangan ist ein wirksames Desoxidationsmittel und deshalb in vielen Stählen vorhanden. Dieses Element bewirkt viele positive Eigenschaften in Stählen: Es bindet Schwefel zu Mangansulfid (MnS) ab und verringert so die schädliche Wirkung von Eisensulfid (FeS), wodurch die Rotbruchgefahr reduziert wird. Schwefel ist bekanntermaßen ein in bis auf Automatenstähle unerwünschtes und schädliches Begleitelement (vgl. Abbildung 11), da es Seigerungen und Rotbrüchigkeit stark begünstigt. Gleichzeitig erhöht Mangan die Härbarkeit bzw. die Durchhärbarkeit und führt zu einer Verbesserung der Zugfestigkeit, Streckgrenze und Kerbschlagzähigkeit [18].

MnS scheidet sich im Gegensatz zu AlN leichter in Austenit aus, wächst schneller und bildet daher meist sehr viel größere Partikel. Dies macht sie wesentlich weniger effektiv hinsichtlich des Pinning-Effekts als Nitridausscheidungen, die sich oft in feiner Form ausscheiden und führt daher zu einer Verbesserung der Duktilität. Hohe Schwefelgehalte im Stahl werden als eindeutig versprödet angesehen, berichtet werden sowohl die Vertiefung als auch die Verbreiterung des Duktilitätsminimums [5, 13, 19, 20]. Oftmals wird die Versprödungsanfälligkeit eines Stahls durch Schwefel in Wechselwirkung mit Mangan über deren Verhältnis zueinander angegeben. Hohe Mn/S-Verhältnisse (>20) führen dabei zu einer Verbesserung der Duktilität, da sie die Bildung von unschädlichen MnS innerhalb der Austenitkörner begünstigen. Zu geringe Werte hingegen erhöhen die Rissanfälligkeit [5, 21], da der Schwefel nicht ausreichend abgebunden wird, an die Austenitkorngrenzen segregiert und dort versprödet wirkt. Allerdings scheint eine gewisse Versprödung durch Mangansulfid durch höhere Dehnraten begünstigt zu werden, da weniger Zeit für Wachstum und Vergrößerung der Partikel zur Verfügung steht und sie dann in feinerer Form vorhanden sind [6, 19].

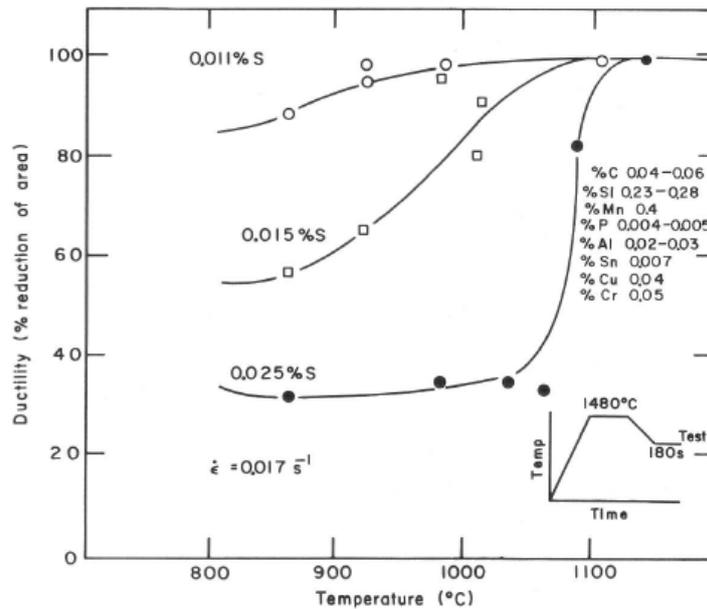


Abbildung 11: Auswirkungen von Schwefel in Stahl mit geringem Kohlenstoffgehalt [5]

2.3.3 Verformung und Verformungsgeschwindigkeit

Die Verformung und Verformungsgeschwindigkeit spielen in Bezug auf das Duktilitätsverhalten ebenfalls eine wichtige Rolle. Sie haben erwiesenermaßen Auswirkungen auf die Ausscheidungsbildung und auch die Bildung von verformungsinduziertem Ferrit wird durch die Gesamtdehnung beeinflusst [6, 9]. Hinsichtlich des Ausscheidungsverhaltens in Zusammenhang mit der Verformungsgeschwindigkeit unterscheiden sich Stickstoff- und Schwefelversprödung: Die Herabsetzung der Duktilität durch Nitride und Karbonitride wird durch langsame Verformung ($< 10^{-3} \text{ s}^{-1}$) begünstigt, die durch Sulfide verursachte hingegen durch hohe Verformungsgeschwindigkeiten [6, 9].

Die Bildung von verformungsinduziertem Ferrit wird durch starke Verformung begünstigt. Die beim Stranggießen auftretenden Verformungen liegen allerdings nur im Bereich von 1-2%, die jedoch zur Erholung der Duktilität notwendigen Volumensanteile an Ferrit im Gefüge liegen bei ca. 45% [8, 9] und entstehen erst bei hohen Verformungen von ca. 40%, sodass der Einfluss verformungsinduzierter Bildung ausreichender Mengen an Ferrit für duktilen Gefüge unwahrscheinlich ist.

Abbildung 12 zeigt den Einfluss verschiedener Dehnraten auf die Verformbarkeit zweier Stahlproben.

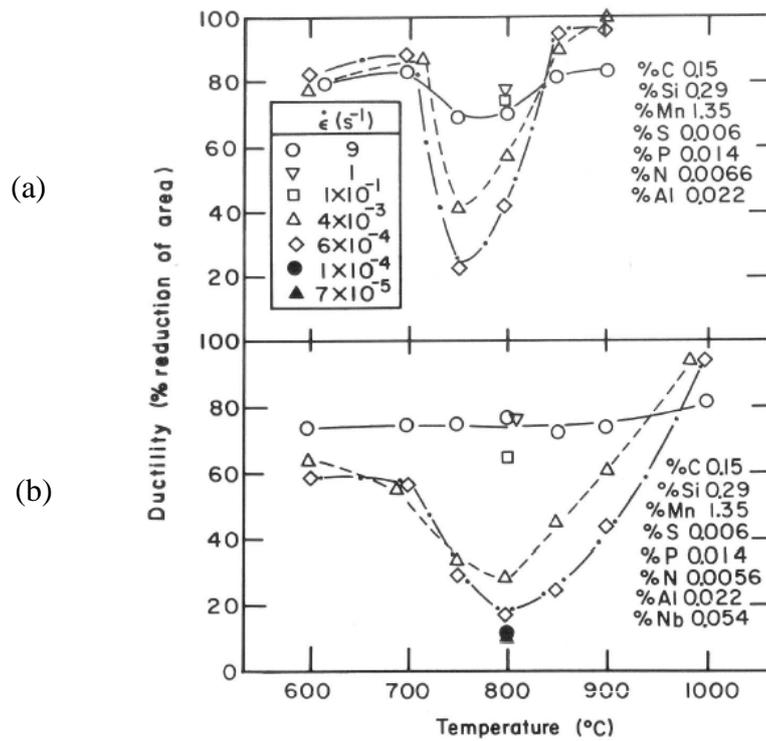


Abbildung 12: Abhängigkeit der Duktilität von der Dehnrates [5], (a) Si-Mn-Stahl mit niedrigem Kohlenstoffgehalt, (b) Nb-haltiger Stahl

3 Experimentelle Durchführung

3.1 Überblick

Der experimentelle Teil dieser Arbeit umfasst Untersuchungen an zwei verschiedenen Chargen stranggegossener Stähle. Dies beinhaltet die Ermittlung der Duktilitätswerte über der Temperatur und die anschließende Betrachtung des Gefüges um Aussagen über die Ursachen der Duktilitätsentwicklung treffen zu können.

Der Ablauf der Experimente wurde wie folgt durchgeführt:

- Dilatometerversuch
- Heißzugversuche auf der thermomechanischen Zugprüfmaschine Gleeble 1500
- Bestimmen der Probeneinschnürung (Reduction of Area)
- Einbettung der Proben in eine Epoxidharz-Matrix
- Schleifen, Polieren und Ätzen der Proben
- Lichtmikroskopie zur Beurteilung des Gefüges
- Replica-Präparation und Untersuchung am Transmissionselektronenmikroskop

3.2 Material

Bei den Materialproben handelt es sich um mikrolegierte Stähle aus der Stranggussanlage der voestalpine Stahl Donawitz, welche als Rundstrang vergossen werden.

Mikrolegierte Stähle werden mit zwischen 0,01 und 0,1 Massenprozent Aluminium, Niob, Vanadium und/oder Titan legiert, um durch die Bildung von Ausscheidungen und durch Kornfeinung eine Festigkeitssteigerung herbeizuführen. Charakteristisch ist, dass die genannten Elemente im Vergleich zu anderen Legierungselementen bereits in geringsten Mengen ihre volle Wirkung entfalten.

3.2.1 Chemische Zusammensetzung der Stähle

Die chemische Zusammensetzung der Proben wurde direkt nach der Entnahme vor Ort analysiert. Die Chargenbezeichnungen erfolgt als Stahl 1 und Stahl 2. Alle Angaben zur Zusammensetzung sind in Gewichtsprozenten und in Tabelle 2 und Tabelle 3 dargestellt.

Tabelle 2: Chemische Zusammensetzung von Stahl 1 [wt%]

C	Mn	Al	Ti	Cr	S	Cu	N	Nb
0,104	0,432	0,0457	0,0009	0,032	0,0092	0,025	0,0044	0,0009

Tabelle 3: Chemische Zusammensetzung von Stahl 2 [wt%]

C	Mn	Al	Ti	Cr	S	Cu	N	Nb
0,118	0,963	0,0413	0,0360	0,027	0,0081	0,024	0,0046	0,0003

Die zwei Chargen haben bezüglich der meisten Elemente eine ähnliche chemische Zusammensetzung, unterscheiden sich aber signifikant hinsichtlich ihres Mangan- und Titangehalts.

3.2.2 Probenentnahme

Da die durch die mangelnde Duktilität verursachten Risse in der Stahlgussbramme im Bereich der Oberfläche auftreten, erfolgte auch die Probenentnahme beider Chargen aus dem oberflächennahen Bereich des Strangs und parallel zur Gießrichtung. Zudem treten im Randbereich wesentlich weniger Seigerungen auf als im Kern des Strangs, weshalb so die gleichmäßige chemische Zusammensetzung der Proben einer Charge gewährleistet werden kann. Nach der Entnahme der Stahlproben aus dem Rundstrang wurden diese auf eine Vorabmessung von 15 mm Durchmesser geschmiedet und anschließend spanend bearbeitet.

3.2.3 Probengeometrie

Die verwendeten Proben sind CNC gedrehte Rundproben gemäß Abbildung 13. Die Rundproben besitzen zur Realisierung der Einspannung und zur Übertragung der Zugkräfte beidseitig ein Außengewinde und werden dann zur Mitte hin auf den Bruchquerschnitt verjüngt. Die gewünschte Bruchstelle der Proben ist genau mittig, weshalb die Anbringung der Thermoelemente dort erfolgt. Der Probenquerschnitt im Bruchbereich hat einen Durchmesser von 8 mm und eine Länge von 16,5 mm.

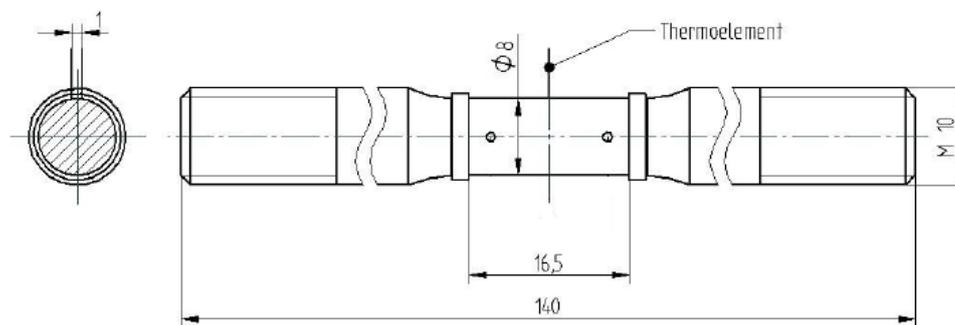


Abbildung 13: Geometrie der Zugproben

3.3 Dilatometrie

3.3.1 Beschreibung des Verfahrens

Ein Dilatometer dient zur Bestimmung der Längenänderung eines Materials in Abhängigkeit von der Temperatur und der Zeit. Damit eignet sich dieses Verfahren zur Analyse der Kinetik von Phasenumwandlungen innerhalb eines Materials. Da die Festphasen-Umwandlung von Stahl im Bereich Austenit-Ferrit infolge der höheren Packungsdichte des Austenits mit einer Volumensänderung einhergeht, können über die daraus resultierende Längenänderung des Prüflings Rückschlüsse auf die Zeitpunkte der Phasenumwandlung gezogen werden.

Die Probe befindet sich zwecks Abschirmung der Atmosphäre in einem evakuierten Probenraum, wo sie zwischen einem Gegenhalter und einer Schubstange aus Aluminiumoxid geklemmt ist. Über eine induktive Heizspule wird die Probe einem Temperaturprogramm unterzogen und deren Längenänderung dabei über die Schubstange direkt auf einen Wegaufnehmer übertragen. Dabei wird simultan der zeitliche Verlauf der Temperatur- und Längenänderung erfasst und gespeichert. Die ermittelten Parameter können anschließend als

Schaubilder dargestellt werden und die Gefügeumwandlungspunkte durch eine einfache geometrische Konstruktion bestimmt werden. Umwandlungsfreie Bereiche sind immer gekennzeichnet durch einen linearen Verlauf der Kurve. Im Bereich der Phasenumwandlung kommt es aber im Schaubild der Temperatur über der Längenänderung zu einem Knick im Kurvenverlauf. Diese Knick bzw. Wendepunkte markieren den Beginn oder das Ende der Phasenumwandlung. Die geometrische Ermittlung dieser Punkte ist beispielhaft in Abbildung 14 dargestellt.

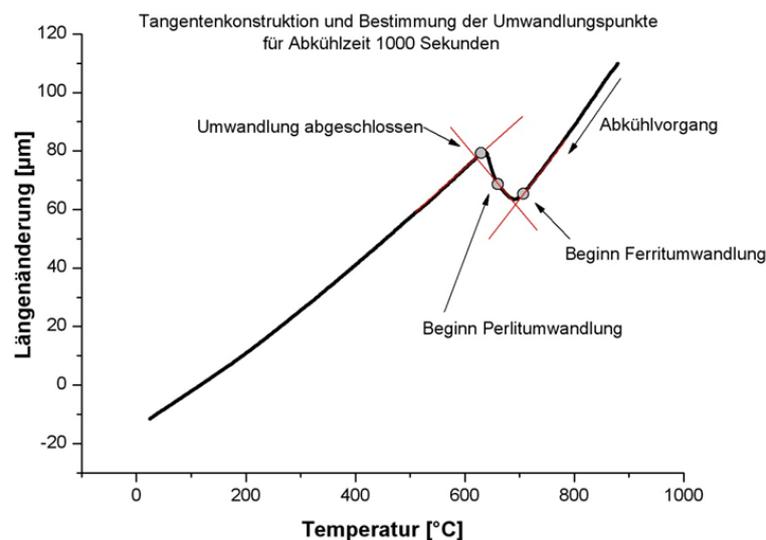


Abbildung 14: Konstruktion der Umwandlungspunkte [22]

Die Dilatometerversuche dieser Arbeit wurden auf dem Gerät *DIL805A/D* der Fa. Bähr durchgeführt. Dieses kann sowohl als Abschreckdilatometer als auch als Umformdilatometer betrieben werden und dient zur Ermittlung von Umformparametern und zur Erstellung von ZTU und ZTA-Schaubildern. Die ermittelten relevanten Parameter der gegenständlichen Versuche sind die Zeit, die Temperatur und die Längenänderung [22].

3.3.2 Versuchsdurchführung

An der zylindrischen Rundprobe mit den Abmessungen $d = 4 \text{ mm}$ und $l = 10 \text{ mm}$ werden Thermoelemente des Typs S (Pt10Rh/Pt für einen Temperaturbereich von 0 °C bis ca. 1600 °C) durch Punktschweißen angebracht. Die Probe wird dann in der Messkammer zwischen den Quarzstäben eingespannt und anschließend mithilfe einer Vakuumpumpe evakuiert. Mit Steuersoftware des Dilatometers wird der erforderliche Zeit-Temperatur-Verlauf erstellt, welcher in Abbildung 15 dargestellt ist.

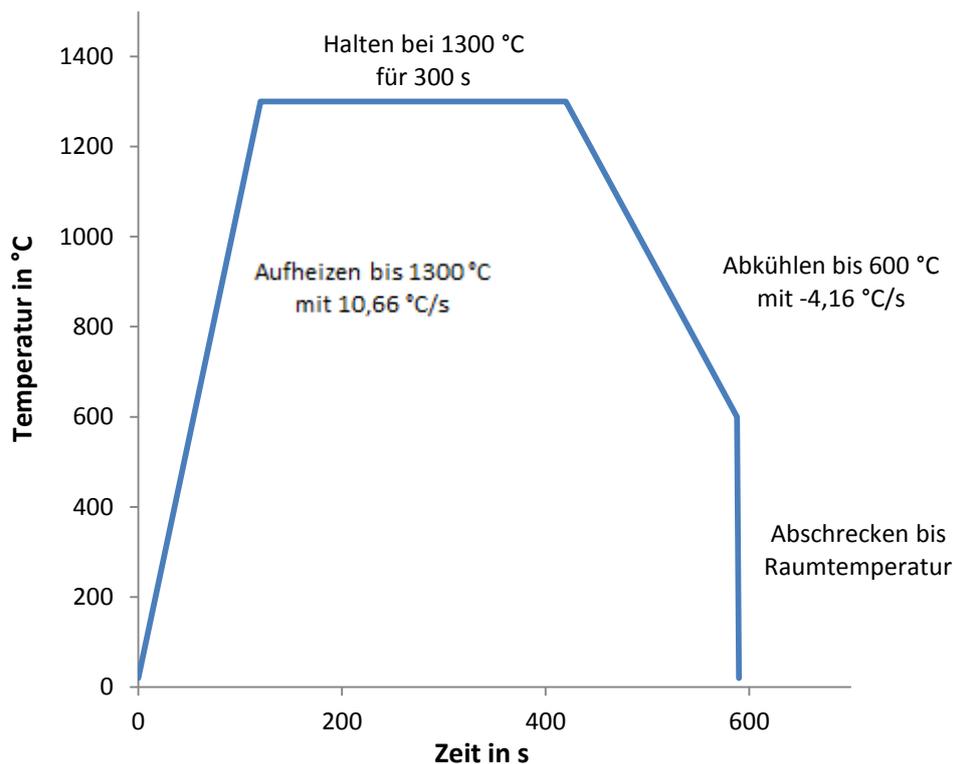


Abbildung 15: Temperatur-Zeit-Verlauf des Dilatometerversuchs

Der Verlauf zeigt eine rasche Erwärmung auf die Austenitisierungstemperatur von 1300 °C, Halten für 300 s bei dieser Temperatur und anschließendes Abkühlen mit einer definierten Kühlrate von 4,16 °C/s bis 600 °C. Innerhalb des Abkühlbereichs wird die γ/α -Umwandlung der Probe erwartet, wobei die Abkühlrate exakt jener eines für die Heißzugversuche verwendeten Temperaturprogrammes (Rapid Cooling) entspricht, welches in den folgenden Kapiteln genauer vorgestellt wird. Das Abkühlen bzw. das Abschrecken erfolgt mit dem Schutzgas Helium, da es aufgrund der höheren spezifischen Wärmekapazität höhere Abkühlraten erlaubt als beispielsweise Stickstoff. Während des Versuchs werden sämtliche Messdaten diskret erfasst und gespeichert und können über die Auswertesoftware aufbereitet werden.

Der Zweck dieser Dilatometerversuche ist die genaue Bestimmung der Umwandlungstemperaturen der untersuchten Stahlsorten, um auf den Gefügestand während der durchgeführten Wärmebehandlung vor dem Heißzugversuch schließen zu können. Diese Information ist bei der Temperaturführung Rapid Cooling notwendig, die eine rasche Abkühlung von der Austenitisierungstemperatur auf eine Temperatur von 800 °C beinhaltet. Um eine γ/α -Umwandlung des Gefüges und die damit verbundene Beeinflussung der

Korngröße auszuschließen, muss der Werkstoff über den Verlauf dieser Temperaturführung ausschließlich austenitisch bleiben, was über den Dilatometerversuch nachzuweisen ist.

3.4 Heißzugversuche

Die Heißzugversuche wurden für beide Stahlchargen in gleicher Weise durchgeführt. Die verwendeten Apparaturen, deren Komponenten und der Ablauf der Versuche werden im Folgenden erläutert.

3.4.1 Beschreibung des thermomechanischen Simulators

Die Versuchsdurchführung erfolgte in der thermomechanischen Zug-Druckprüfmaschine Gleeble 1500. Dieser Simulator bietet die Möglichkeit einer rechnergesteuerten und daher genau definierbaren, geregelten Wärmebehandlung einer Probe vor und während der Prüfung.

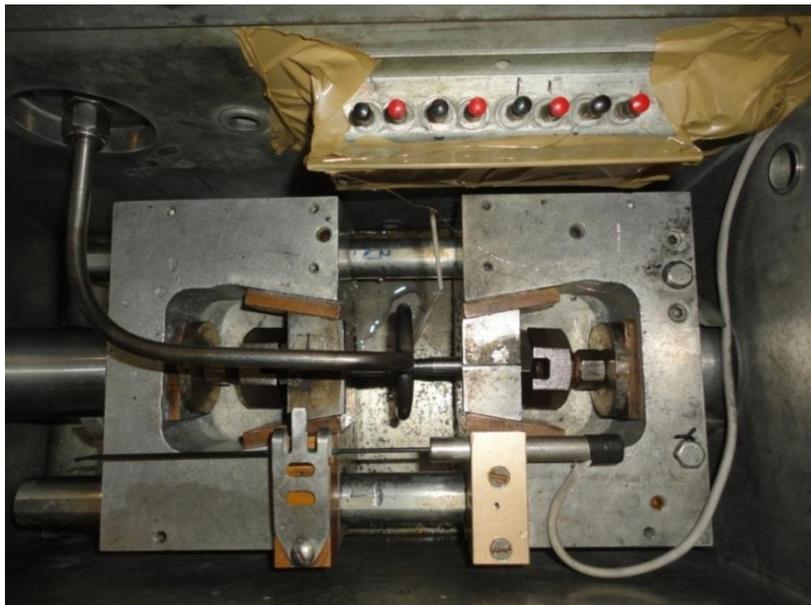


Abbildung 16: Versuchsaufbau eines Heißzugversuchs in der Probenkammer mit eingespannter Probe

Die Einspannung von Proben verschiedenen Querschnitts (rund, flach) erfolgt horizontal, wobei eine Seite der Spannvorrichtung starr, die andere mittels Hydraulikzylinder axial verschiebbar ist. Die Erwärmung der Probe erfolgt konduktiv mit elektrischem Strom. Die genaue Messung der Temperatur am Prüfquerschnitt liefern ebendort angeschweißte Thermoelemente, die dem Rechner die Ist-Werte der Temperatur am Prüfling zum Abgleich mit den Soll-Werten zurückgeben. Um die Probe gegen den Einfluss der Atmosphäre während

des Versuchsablaufs abzuschirmen, befindet sich die gesamte Vorrichtung in einer verschließbaren Kammer, welche mit einem inerten Schutzgas durchspült werden kann.

Die Konservierung des wärmebehandelten Gefüges zum Zeitpunkt des Bruchs der Probe wird durch Abschreckung der Probe nach deren Bruch gewährleistet. Dies geschieht mittels einer Ringdusche um die Bruchstelle, welche mit Luft und/oder Wasser betrieben werden kann.

Die Dehnung einer Probe bis zum Bruch wird durch einen Hydraulikzylinder ausgeführt, mit welchem sich Dehnraten von $0,0001 \text{ s}^{-1}$ bis 20 s^{-1} realisieren lassen und dessen Maximalkraft 50 kN beträgt. Die Messung der eingeleiteten Kraft erfolgt über eine Kraftmessdose.

Die Dehnraten werden über ein Wegmesssystem gemessen, das direkt an der Probeneinspannvorrichtung platziert wird und somit genaue Rückschlüsse über die tatsächliche Dehnraten im Probenquerschnitt zulässt.

3.4.2 Temperaturmessung durch Thermoelemente

Für die Einordnung der Versuchsergebnisse und deren Aussagekraft ist es wichtig, die Temperatur an der Bruchstelle genau zu kennen. Die hierfür verwendeten Thermoelemente sind zwei Drähte mit bekannter chemischer Zusammensetzung, die direkt an der zu erwartenden Bruchstelle der Probe im Abstand von ca. 1 mm zueinander angeschweißt werden und mittels Klemmen mit der Apparatur verbunden sind. Sie liefern permanent die Ist-Werte der Temperatur an der Probe als Referenz für die rechnergesteuerte Temperaturführung.

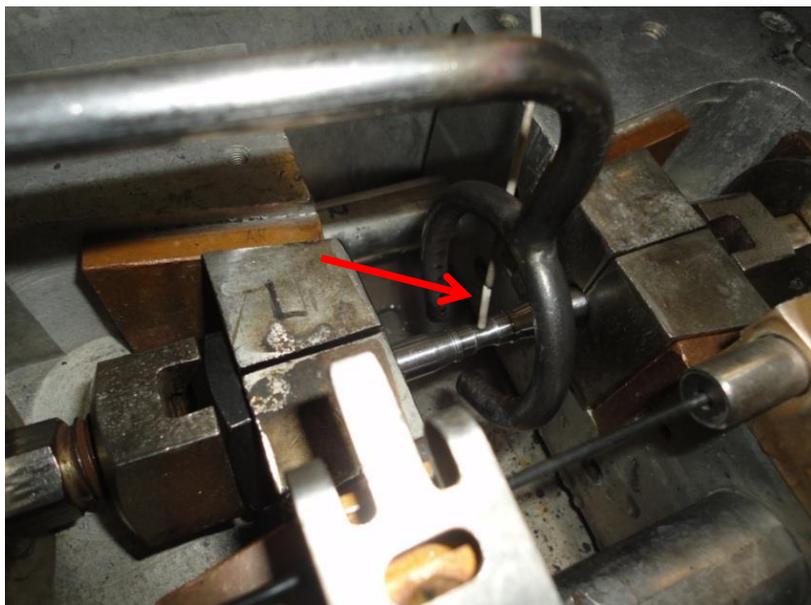


Abbildung 17: An der Zugprobe angeschweißte Thermoelemente mit isolierenden Keramikröhrchen

Für die richtige Auswahl der Thermoelemente spielt der Temperaturbereich des Versuchs eine wichtige Rolle. Die Maximaltemperatur der durchgeführten Temperaturprogramme beträgt 1300 °C, was eine Verwendung eines Thermoelementes Typ S (Pt/Pt-10%Rh) notwendig macht. Dieses Thermoelement gewährleistet eine zuverlässige Temperaturmessung auch bei höheren Temperaturen und war bei allen in dieser Arbeit durchgeführten Versuchen im Einsatz.

3.4.3 Versuchsparameter

3.4.3.1 Temperaturführung

Die für diese Arbeit vorgesehene Wärmebehandlung vor dem Zugversuch teilt sich in zwei Temperaturführungen, die sich maßgeblich durch ihren Abkühlverlauf unterscheiden. Am Beginn beider Temperaturkurven steht das Erwärmen der Probe und das Halten bei definierter Temperatur. Ausgehend von dieser Haltetemperatur wird die Probe nun unterschiedlich abgekühlt. Hierbei stellt das Mild Cooling qualitativ eine langsame Abkühlung mit konstanter Abkühlrate auf die Prüftemperatur dar. Das Rapid Cooling hingegen zeigt eine rasche Abkühlung zur Unterkühlung des Gefüges, dann ein Wiedererwärmen und darauf ein – ebenso wie beim Mild Cooling - gleichmäßig langsames Abkühlen auf die Prüftemperatur (vgl. Abbildung 18 und Abbildung 19).

Das starke Unterkühlen der Probe beim Rapid Cooling dient der Begünstigung der Ausscheidungsbildung durch die Mikrolegierungselemente im Gefüge, um nachfolgend deren Auswirkungen auf die Duktilität des Werkstoffs beurteilen zu können. Auch beim Mild Cooling wird eine Verschlechterung der Duktilität durch Ausscheidungsbildung erwartet. Da die Versuche bei sonst identischen Parametern durchgeführt werden, wird ein direkter Vergleich und eine Beurteilung des Ausscheidungsverhaltens der zwei durchgeführten Abkühlvarianten ermöglicht.

Den Temperaturverlauf des Mild Cooling zeigt Abbildung 18 schematisch für eine Prüftemperatur von 700 °C:

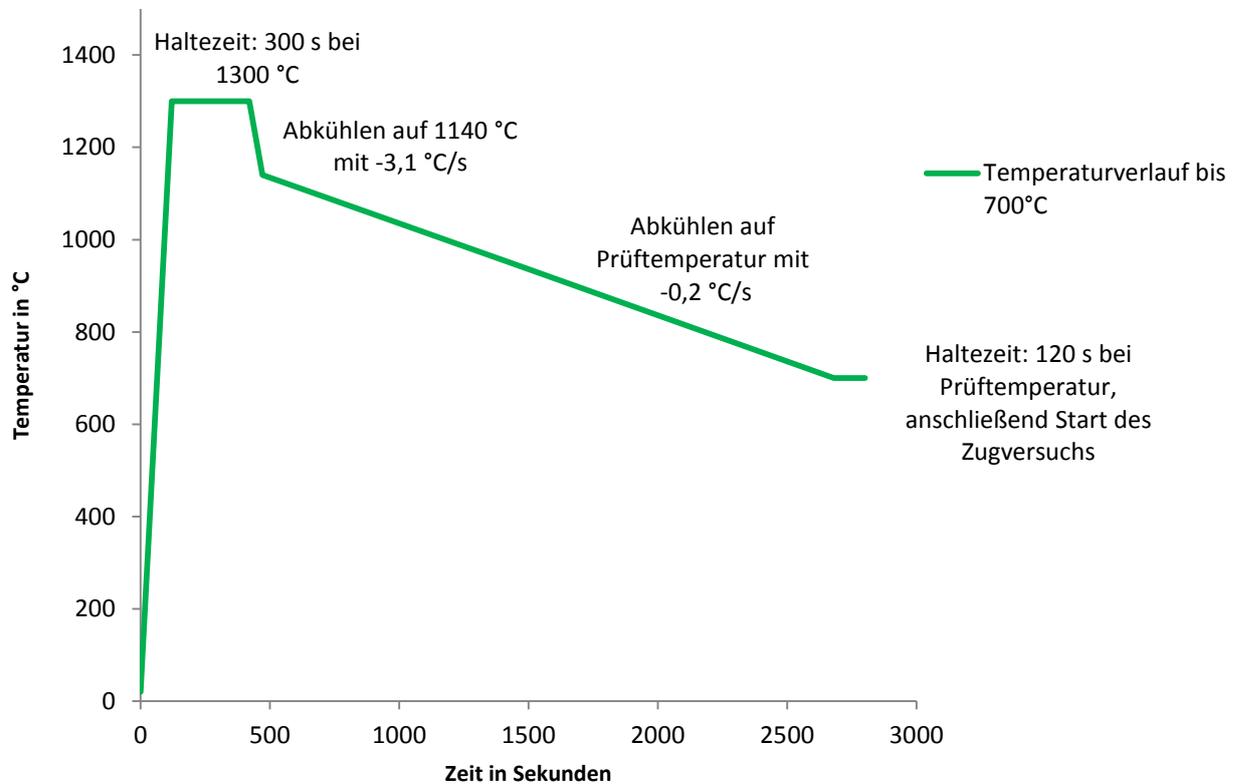


Abbildung 18: Temperaturführung Mild Cooling bei Prüftemperatur von 700 °C

Am Beginn beider Temperaturführungen steht ein rasches Erwärmen mit 11 °C/s und ein anschließendes 300 s dauerndes Lösungsglühen bei einer konstanten Temperatur von 1300 °C, um eine vollständige Austenitisierung des Werkstoffs und das Auflösen vorhandener Ausscheidungen zu gewährleisten. Dann wird die Probe, ausgehend von der Lösungsglühetemperatur von 1300 °C, zunächst mit konstanten 3,1 °C/s auf 1140 °C und dann langsam mit 0,2 °C/s auf die jeweilige Prüftemperatur abgekühlt. Bei Erreichen der Prüftemperatur folgt ein isothermes Halten der Probe für 120 s bei Prüftemperatur, ehe der ebenfalls isotherme Zugversuch gestartet und die Probe mit konstanter Dehnrates von $2,7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ bis zum Bruch gedehnt wird.

Beim Rapid Cooling wird die Probe von der Temperatur des Lösungsglühens rasch mit einer Abkühlrate von 4,2 °C/s bis 800 °C abgekühlt, dann wieder langsam mit 0,3 °C/s bis 1000 °C erwärmt und schließlich mit derselben Abkühlrate wie beim Mild Cooling (0,2 °C/s) auf die

Prüf­temperatur abgekühlt. Der Zugversuch startet dann ebenfalls nach einer Haltezeit von 120 s bei konstant gehaltener Prüf­temperatur.

Der beschriebene Temperaturverlauf des Rapid Cooling ist in Abbildung 19 dargestellt.

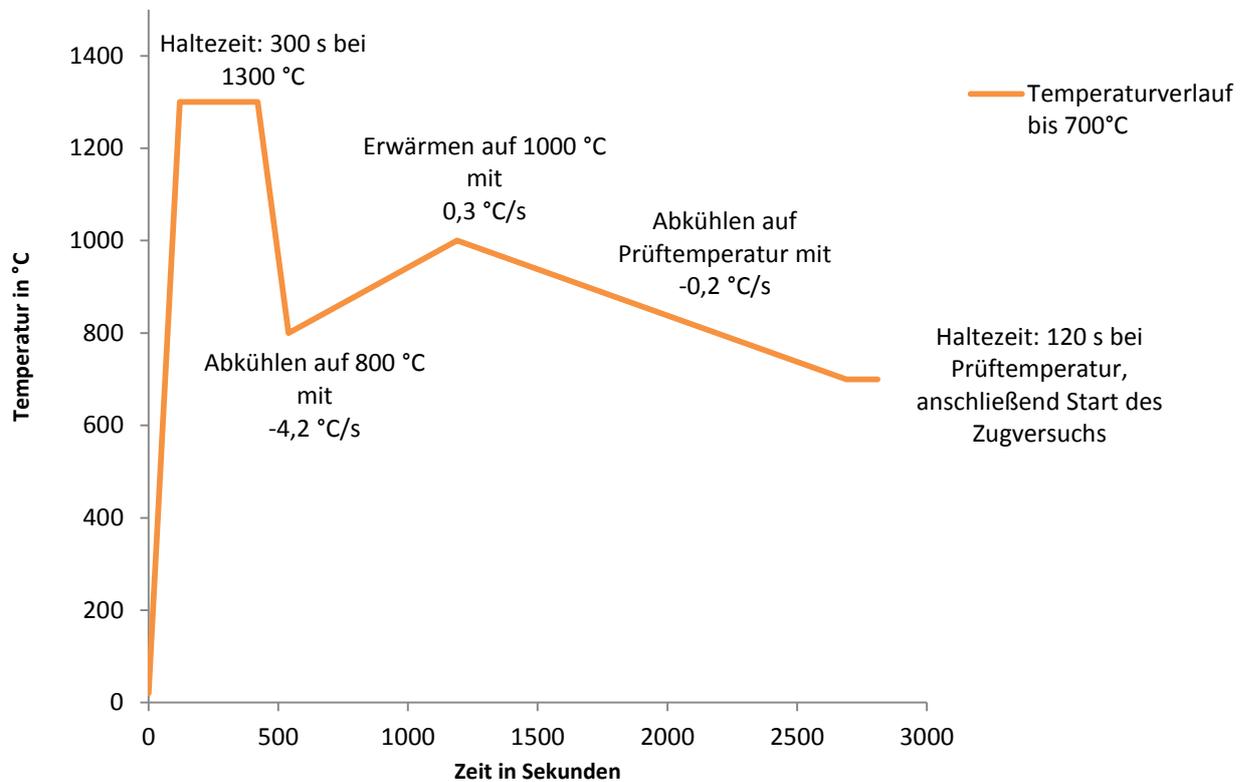


Abbildung 19: Temperaturführung Rapid Cooling bei Prüf­temperatur von 700 °C

Um den Zusammenhang zwischen der Duktilität und der Temperatur vollständig darstellen zu können, müssen die Prüf­temperaturen der durchzuführenden Zugversuche den gesamten Temperaturbereich verminderter Duktilität der Proben abdecken. Daher wurde der Prüf­temperaturbereich so gewählt, bis sowohl an der unteren als auch an der oberen Flanke des Kurvenverlaufs eine nahezu vollständige Erholung der Duktilität festgestellt wurde. Die niedrigste Prüf­temperatur wurde mit 650 °C festgelegt, welche mit einem Inkrement von 50 °C bis 1100 °C erhöht wurde.

3.4.3.2 Dehnrate

Die Dehnrate $\dot{\varphi}$ wurde im Gegensatz zur Temperatur nicht variiert und war bei allen Versuchen konstant. Der Wert wurde dabei auf $2,7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ festgesetzt. Dies entspricht einer in Heißzugversuchen üblichen Größenordnung.

Die relevanten Parameterwerte der Zugversuche sind in Tabelle 4 als Übersicht angeführt.

Tabelle 4: Parameterwerte der Heißzugversuche

Prüftemperaturbereich:	650–1100 °C
Temperaturinkrement:	50 °C
Dehnrate:	$2,7 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$
Kühlrate der Unterkühlung beim Rapid Cooling	-4,2 °C/s
Kühlrate beim Mild Cooling	-0,2 °C/s

3.4.4 Durchführung des Zugversuchs

Zur Versuchsdurchführung wird die Probe unter leichter Vorspannung (1-2 kN) in die Apparatur eingespannt und die Thermoelemente angeschlossen. Nach dem Verschließen der Apparatur wird zur Sicherstellung einer inerten Atmosphäre der gesamte Innenraum mit Argon 4.6 für 5-10 min durchspült. Anschließend wird die Probe den oben beschriebenen Temperaturprogrammen unterzogen und schließlich mit konstanter Dehnrate axial bis zum Bruch gezogen. Beim Bruch wird das Ziehen an der Probe sofort gestoppt und zeitgleich an der Bruchstelle mittels Ringdusche unter Verwendung von Wasser und Luft abgeschreckt. Das Abschrecken der Probe dient der Konservierung des Gefügestands bei der jeweiligen Prüftemperatur zum Zeitpunkt des Bruchs.

Hierbei muss besonderes Augenmerk auf den richtigen Moment der Abschreckung gelegt werden, da einerseits ein zu frühes Abschrecken der Probe vor deren vollständigen Bruch unter Umständen zur Ungültigkeit dieses Versuchs führen kann, da die Brucheinschnürung nicht vollständig ausgebildet werden konnte und der Prüfling im Nachhinein mechanisch getrennt werden muss. Andererseits bedeutet ein zu spätes Abschrecken der bereits gerissenen Probe ein durch unkontrollierte Abkühlung verändertes Gefüge gegenüber jenem, das beim exakten Bruchzeitpunkt vorhanden war, da mit der Trennung der Probenhälften kein elektrischer Strom mehr leitend durch den Prüfling hindurch geführt werden kann und dieser somit undefiniert abkühlt.

Die Phase des Bruchs der Probe mit nachfolgendem Abschrecken kann daher als erfolgskritisch hinsichtlich der Aussagekraft der Ergebnisse betrachtet werden und muss folglich mit großer Sorgfalt beobachtet werden. Des Weiteren kann in Einzelfällen die Brucheinschnürung an der Bruchstelle zu einer Beschädigung oder Ablösung der Thermoelemente führen, was zum Verlust der Temperaturreferenz und damit ebenfalls zu Verfälschungen der Ergebnisse führen kann. Eine Beurteilung der Gültigkeit muss im Einzelfall erfolgen.

3.4.5 Auswertung der Heißzugversuche

Die Ergebnisse der Heißzugversuche sind die Darstellung der Duktilität des Werkstoffs über der Temperatur. Als Maß für die Duktilität wurde die Brucheinschnürung (engl. reduction of area) herangezogen, die gemäß Formel (1) definiert ist.

$$RoA = \left[1 - \left(\frac{d_f}{d_0} \right)^2 \right] \times 100\% \quad (1)$$

mit d_0 Durchmesser der unverformten Probe
 d_f Durchmesser der verformten Probe

Die Durchmesser der Querschnitte wurden mit einem digitalen Messschieber ermittelt. Für den Wert d_f der verformten Probe wurde das arithmetische Mittel von drei gemessenen Durchmessern am Bruchquerschnitt herangezogen.

3.5 Metallographische Untersuchungen

Nach den Heißzugversuchen wurden an allen Proben metallografische Untersuchungen durchgeführt. Dabei wurde das Gefüge sowohl mittels Lichtmikroskopie als auch mittels Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) untersucht. Die erforderlichen Präparations-schritte und Untersuchungen wurden sowohl institutsintern als auch in Kooperation mit dem Institut für technische Physik durchgeführt.

3.5.1 Lichtmikroskopie

Das Zuschneiden der durch die Heißzugversuche verformten Proben erfolgte durch eine Präzisionstrennmaschine *Struers Accutom 5*. Anschließend wurden die Proben in eine Epoxidharzmatrix eingebettet (verwendetes Harz: *Araldite* ® *AY 103-1* / Härter *Ren* ® *HY 965*). Das Schleifen und Polieren der Proben wurde auf einem Schleif- und Polierautomaten *Struers Tegrapol 31* mit einem einheitlichen Schleif- und Polierablauf durchgeführt (vgl. Tabelle 5).

Tabelle 5: Schleif- und Polierablauf bei der Probenpräparation zur Lichtmikroskopie

	Unterlage	Suspension	Zeitdauer
1.	Piano 220		3 min
2.	Piano 600		5min
3.	Largo	9 µm	6min
4.	Dur	6 µm	5min
5.	Mol	3 µm	5min
6.	Nap	1 µm	6min

Zur Sichtbarmachung des Gefüges wurde die Oberfläche mit Nital (98% Ethanol mit 2% konzentrierte Salpetersäure) bei einer Einwirkzeit von 3-6 s angeätzt. Die Aufnahme der Gefügebilder erfolgte an *Zeiss Axiolab* Auflicht-Durchlichtmikroskop, das mit einer Digitalkamera ausgestattet war. Mit diesem Mikroskop sind Aufnahmen in 12,5-, 25-, 50-, 100-, 200- und 1000-facher Vergrößerung möglich. Die Aufnahme sämtlicher Bilder erfolgte im Hellfeld.

Der mit dem Lichtmikroskop betrachtete Bereich der Proben war die Bruchstelle selbst und deren nähere Umgebung (vgl. Abbildung 20). Zusätzlich wurde jede einzelne Probe zwecks

übersichtlicher Darstellung auch in 25-facher Vergrößerung als Ganzes aufgenommen (Panoramaaufnahme).

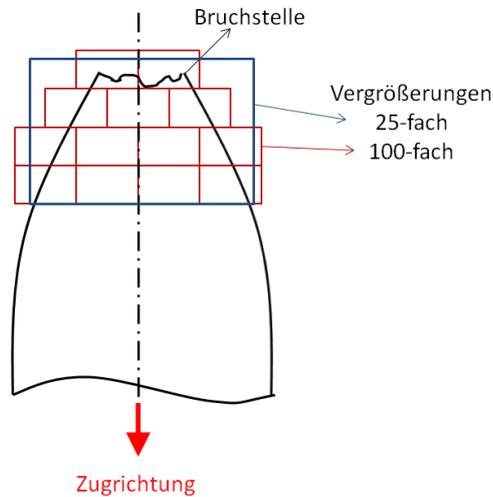


Abbildung 20: Relevante Bereiche für die Lichtmikroskopie der verformten Heißzugproben

3.5.2 Transmissionselektronenmikroskopie

3.5.2.1 Auflösung des Transmissionselektronenmikroskops

Zur genaueren Beurteilung des Gefüges der Proben wurden zusätzlich zu den Betrachtungen am Lichtmikroskop weitere Untersuchungen am Transmissionselektronenmikroskop (TEM) durchgeführt. Die erreichbare Auflösung eines Lichtmikroskops ist hauptsächlich durch die Wellenlänge des sichtbaren Lichts begrenzt und liegt bei etwa $0,3\ \mu\text{m}$. Bei modernen TEMs hingegen beträgt die maximale Auflösung $0,15$ bis $0,25\ \text{nm}$. Diese hohe Auflösung eignet sich zur Untersuchung der Proben auf sehr kleine Ausscheidungspartikel hin. Die Analyse durch die „Energiedispersive Röntgenanalyse“ (EDX, energy-dispersive X-ray analysis) am TEM ermöglicht außerdem die Bestimmung der Konzentration und Verteilung chemischer Elemente im Objekt und somit eine Aussage über die vorhandenen Arten von Ausscheidungen.

Die erforderliche Präparation der Proben unterscheidet sich wesentlich von der des Lichtmikroskops, da die Proben von Elektronen durchstrahlt werden und daher entsprechend sehr dünn sein müssen. Für diese Arbeit kam das Replica-Präparationsverfahren zur Anwendung.

3.5.2.2 Replica-Präparation

Die Proben werden - identisch wie bei der Präparation für das Lichtmikroskop - in eine Epoxidharz-Matrix eingebettet, geschliffen und auf 1 μm poliert. Die Reinigung der Oberfläche erfolgt im Ultraschallbad in Methanol und dient der Entfernung von Schleifrückständen. Danach wird die Oberfläche mit Nital geätzt, wodurch die Ferritmatrix durch die Säure angegriffen wird, die chemisch stabileren Ausscheidungen hingegen nicht und diese somit an der Probenoberfläche freigelegt werden. Auf diese Oberfläche wird zur Festlegung des Untersuchungsbereichs bei der Bruchstelle eine Blende aufgeklebt und mit dem *Agar SEM Carbon Coater* in dem durch die Blende festgelegten Bereich ein Kohlenstoff-Film aufgedampft. Die Schichtdicke beträgt ca. 40 nm bei einer Stromstärke durch die Kohlenstoffelektrode von ca. 70 A und 15-20 Aufdampf-Pulsen pro Sekunde. Das Tauchen der Probe in eine 5-prozentige Salpetersäurelösung bewirkt das Ablösen des Kohlenstofffilms samt den darauf befindlichen Ausscheidungen. Der nun in der Lösung schwimmende Kohlenstofffilm wird durch ein feines Kupfernetz eingefangen, welches gleichzeitig auch als Trägersystem für den Kohlenstoff dient. Der schematische Ablauf der Replica-Präparation ist in Abbildung 21 ersichtlich. Die Strukturinformation der Oberfläche, also beispielsweise über den Verlauf der Korngrenzen geht bei dieser Präparationsmethode allerdings verloren.

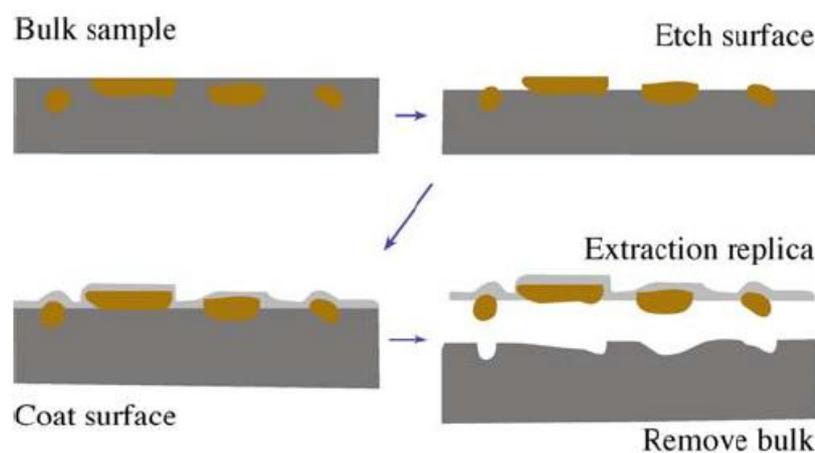


Abbildung 21: Replica-Präparation der Probenoberfläche [23]

4 Ergebnisse

4.1 Dilatometrie

Abbildung 22 und Abbildung 23 zeigen die Schaubilder der Temperatur und der Längenänderung über der Zeit des Dilatometerversuchs für beide Chargen. Die schwarze Linie zeigt den Temperaturverlauf (Skalierung auf der linken Ordinate), die rote Linie die dadurch verursachte Längenänderung der Proben (Skalierung auf der rechten Ordinate).

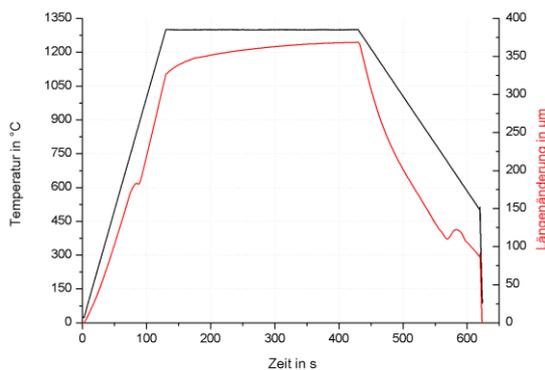


Abbildung 22: Temperatur- und Längenänderungsverlauf Stahl 1

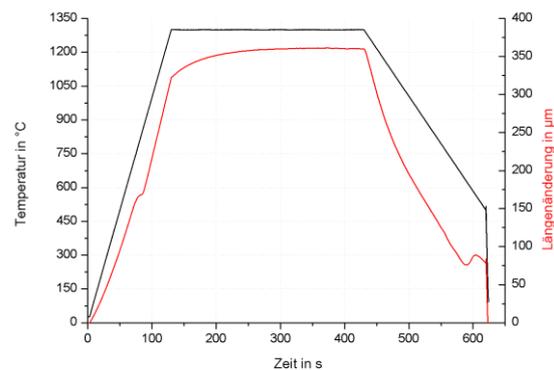


Abbildung 23: Temperatur- und Längenänderungsverlauf Stahl 2

Um Aufschluss über die tatsächliche Starttemperatur der Umwandlung von Austenit in Ferrit/Perlit zu erhalten, muss die Längenänderung in Abhängigkeit von der Temperatur dargestellt werden. Dies führt zu typischen Kurvenverläufen eines Dilatometerversuchs, aus denen dann die gewünschten Informationen gewonnen werden können. Die umwandlungsfreien Bereiche folgen einem nahezu linearen Verlauf, jedoch unterbrochen von zwei gut sichtbaren, nichtlinearen Abweichungen entlang der Kurve. Diese Abweichungen stellen die Bereiche der Phasenumwandlung beim Aufheizen bzw. Abkühlen dar.

Eine Vergrößerung und Auswertung des relevanten Abschnitts der Abkühlkurve liefert die Temperatur A_{F3} des Umwandlungsbeginns. Bei den Proben von Stahl 1 wandelt sich der Austenit bei einer Temperatur von ca. 725 °C in Ferrit und Perlit um, bei Stahl 2 geschieht dies etwas später bei ca. 662 °C (vgl. Abbildung 24 und Abbildung 25).

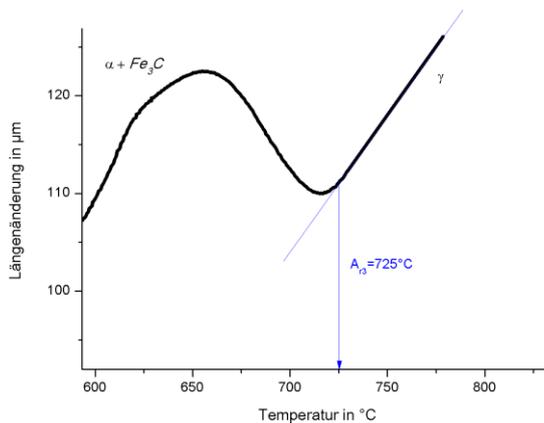


Abbildung 24: Ausschnitt der Abkühlkurve im Umwandlungsbereich von Stahl 1

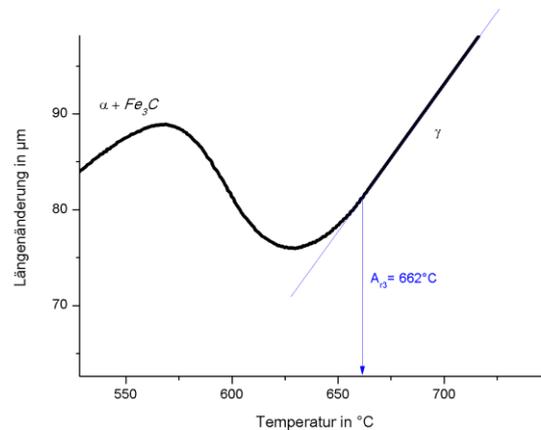


Abbildung 25: Ausschnitt der Abkühlkurve im Umwandlungsbereich von Stahl 2

4.2 Duktilitätsverlauf

Im folgenden Abschnitt werden die Duktilitätsverläufe beider Chargen im Bereich des Duktilitätsminimum II vorgestellt. Jede Charge mikrolegierten Stahls wurde mittels Heißzugversuchen den zwei unterschiedlichen Temperaturprogrammen Mild Cooling und Rapid Cooling unterzogen und getestet. Die Brucheinschnürung aller Probenbruchflächen wurde gemäß Formel (1) ermittelt und tabelliert. Die Darstellung der erhaltenen Werte erfolgt als Brucheinschnürung (RoA) über der Temperatur. Einzelne Versuche wurden zur Absicherung des Kurvenverlaufs dreifach durchgeführt, die erhaltenen Werte für die Brucheinschnürung wurden als arithmetischer Mittelwert zusammengefasst und in die Graphen übernommen.

4.2.1 Duktilitätsentwicklung von Stahl 1

Abbildung 26 zeigt den gemittelten Duktilitätsverlauf von Stahl 1, der über einen Temperaturbereich von 700-1100 °C untersucht wurde.

Beim Mild Cooling (Abbildung 26, grüne Kurve) ist deutlich erkennbar, dass es zu einem ausgeprägten, nahezu symmetrisch verlaufenden Duktilitätsminimum kommt, das die Form eines schmalen, jedoch nicht allzu tiefen Tals annimmt. Das Minimum selbst liegt bei einer Temperatur von 800 °C mit einem RoA-Wert von ca. 54%. Die Flanken des Kurvenverlaufs sind beidseitig sehr steil, weshalb es bereits bei Temperaturschritten von 50 °C um das Minimum zu einer deutlichen Erholung der Duktilität an der linken und rechten Flanke mit RoA-Werten von ca. 85% kommt. Das Gebiet schlechter Duktilität erstreckt sich daher lediglich auf ein sehr schmales Temperaturintervall von ca. 750 °C bis 850°C, in dem das

Material bis zu 50% seiner Zähigkeit verliert. Außerhalb dieser Zone wird sowohl im unteren als auch im oberen Temperaturbereich wieder exzellente Duktilität erreicht mit RoA-Werten über 90%.

Deutliche Abweichungen von diesem Verhalten zeigt das Material hingegen beim Rapid Cooling (vgl. Abbildung 26, blaue Kurve). So kommt es nun zur Ausbildung eines wesentlich breiteren und tieferen Trogs im Kurvenverlauf. Die linke Flanke der Kurve fällt wiederum bei 750 °C steil ab, weshalb es sehr rasch zu einem Einbruch der Duktilität in diesem Bereich kommt und hat ihr absolutes Minimum bei 850 °C mit nur mehr rund 25% Bruch-einschnürung. Mit zunehmender Temperatur steigt die Duktilität nur sehr langsam, es kommt zur Ausbildung einer Talsohle, die sich bis 950 °C erstreckt. Bei darüber hinausgehenden Temperaturen kann dann eine zunehmend raschere Erholung beobachtet werden, obgleich aber diese rechte Flanke aber ungleich langsamer steigt als beim Mild Cooling. Zu einer vollständigen Wiedererlangung der Duktilität kommt es erst ab Temperaturen von 1100 °C. Der Temperaturkorridor reduzierter bzw. äußerst schlechter Duktilität erstreckt sich beim Rapid Cooling somit von 750 °C bis 1050 °C, wo das Material bis zu 75% seiner Duktilität einbüßt.

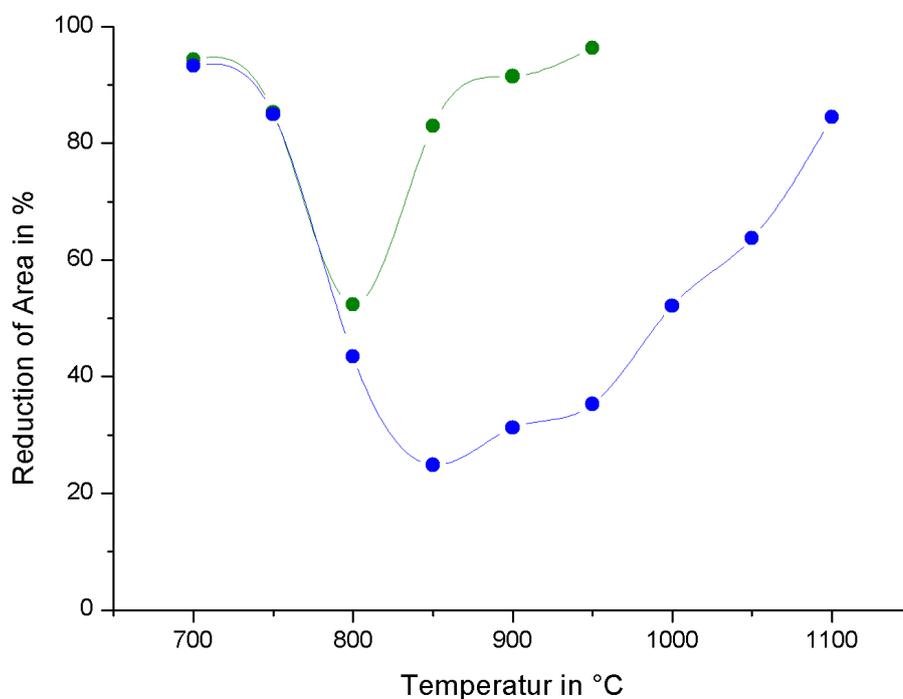


Abbildung 26: Duktilitätsverlauf Mild Cooling (grün) und Rapid Cooling (blau) von Stahl 1 (gemittelt)

Der direkte Vergleich beider Kurven zeigt, dass der Duktilitätsverfall an der linken Flanke bei beiden Temperaturprogrammen kongruent verläuft, sich dann aber beim Rapid Cooling über das Minimum des Mild Coolings hinaus fortsetzt mit der Bildung eines breiten Troges und der klaren Verschiebung des Minimums hin zu höheren Temperaturen.

4.2.2 Duktilitätsentwicklung von Stahl 2

In Abbildung 27 (grüne Kurve) ist der Duktilitätsverlauf des Mild Coolings von Stahl 2 dargestellt. Dieser zeigt eine durchwegs sehr hohe Duktilität mit RoA-Werten von mehr als 88% mit lediglich marginalen Schwankungen über den gesamten betrachteten Temperaturbereich von 650-1000 °C.

Diese Charge zeigt offenbar keine signifikant veränderliche Duktilität entlang der Temperaturachse und die Ausbildung eines charakteristischen Minimums konnte daher hier nicht beobachtet werden.

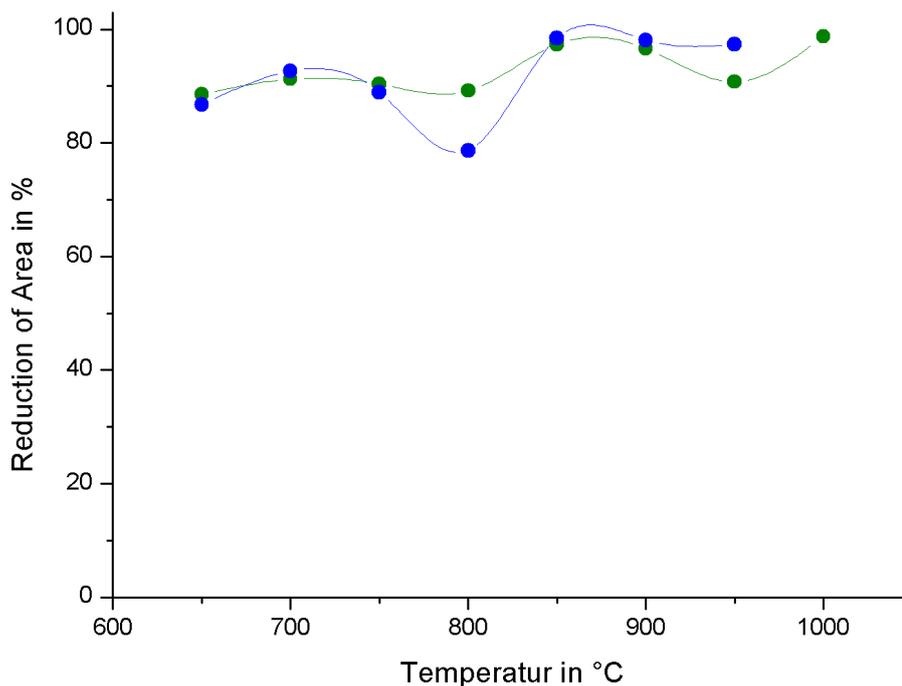


Abbildung 27: Duktilitätsverlauf Mild Cooling (grün) und Rapid Cooling (blau) von Stahl 2 (gemittelt)

Die Untersuchungen derselben Proben mit dem Rapid-Temperaturprofil lieferten einen Verlauf gemäß der blauen Kurve in Abbildung 27. Auch hier ist die sehr gute Duktilität des Materials über den nahezu ganzen Prüfbereich beobachtbar, allerdings mit der Ausprägung eines kleinen Minimums bei einer Temperatur von 800 °C mit rascher und vollständiger

Erholung der Duktilität bei höheren Temperaturen. Der Verlauf links der Flanke des Minimums liegt geringfügig niedriger als rechts der Flanke, wo die Proben fast vollständig duktil sind. Die Gegenüberstellung beider Kurven veranschaulicht wiederum die Charakteristika dieser Charge. Beide Kurven haben bei niederen Temperaturen eine fast kongruente Bahn, die unterbrochen wird von der etwas deutlicheren Ausformung der Duktilitätsabnahme beim Rapid Cooling bei 800 °C. Jedoch selbst in diesem Minimum fällt die Brucheinschnürung nicht unter 78%, weswegen von einem deutlichen Einbruch der Duktilität kann daher nicht gesprochen werden kann. Die Erholung des Gefüges erfolgt danach rasch und die Kurven nehmen bei höheren Temperaturen wieder sehr ähnliche Verläufe mit vollständiger Erholung der Duktilität.

Beide Stahlchargen zeigen also höchst unterschiedliches Verhalten in ihren Verformbarkeits-eigenschaften als Ergebnis der durchgeführten Temperaturführungen. Licht- und elektronenmikroskopische Untersuchungen der Proben sollen die Auswirkungen der Temperaturbehandlung auf das Probengefüge aufzeigen und werden in den nun folgenden Kapiteln vorgestellt.

4.3 Lichtmikroskopie

Die Aufnahmen der Probengefüge wurden auf dem Lichtmikroskop im Hellfeld bei 12,5-, 25-, 50-, 100, 200-facher Vergrößerungen durchgeführt. Eine Panoramaaufnahme bei 25-facher Vergrößerung ermöglicht die Darstellung einer gesamten Probe auf einen Blick.

4.3.1 Mild Cooling von Stahl 1

In Abbildung 28(a) ist die Panoramaaufnahme einer Probe bei einer Prüftemperatur von 800 °C dargestellt. Dies ist die Talsohle des Duktilitätsverlaufs des Mild Coolings von Stahl 1 und entspricht somit dem Gefüge mit der geringsten Duktilität bei diesem Temperaturprofil (vgl. Abbildung 26).

Der Bruchbereich der Probe weist größtenteils grobkörniges austenitisches Gefüge auf, wo zwischen den Austenitkörnern auch Ferrit sichtbar wird, der die Körner umsäumt. Der Anteil an Austenit nimmt mit zunehmendem Abstand von der Bruchfläche stetig ab, bis schließlich nur mehr ferritisch-perlitisches Gefüge vorhanden ist. Dies deshalb, da die gewünschte Prüftemperatur von 800 °C nur am Anbringungsort der Thermolemente, also in der unmittelbaren Nähe der Bruchfläche sichergestellt ist und die Temperatur in gewisser Entfernung von dieser entsprechend abnimmt, worauf die γ/α -Umwandlung einsetzt. Die mittels Dilatometersversuch bestimmte γ/α -Umwandlungstemperatur dieser Charge beträgt 725 °C (vgl. Abbildung 24) und liegt somit nahe an der Prüftemperatur dieser Probe von 800 °C, was den hohen Anteil an Ferrit im Gefüge erklärt.

Abbildung 28 zeigt weitere Aufnahmen des Gefüges bei verschiedenen Vergrößerungen.

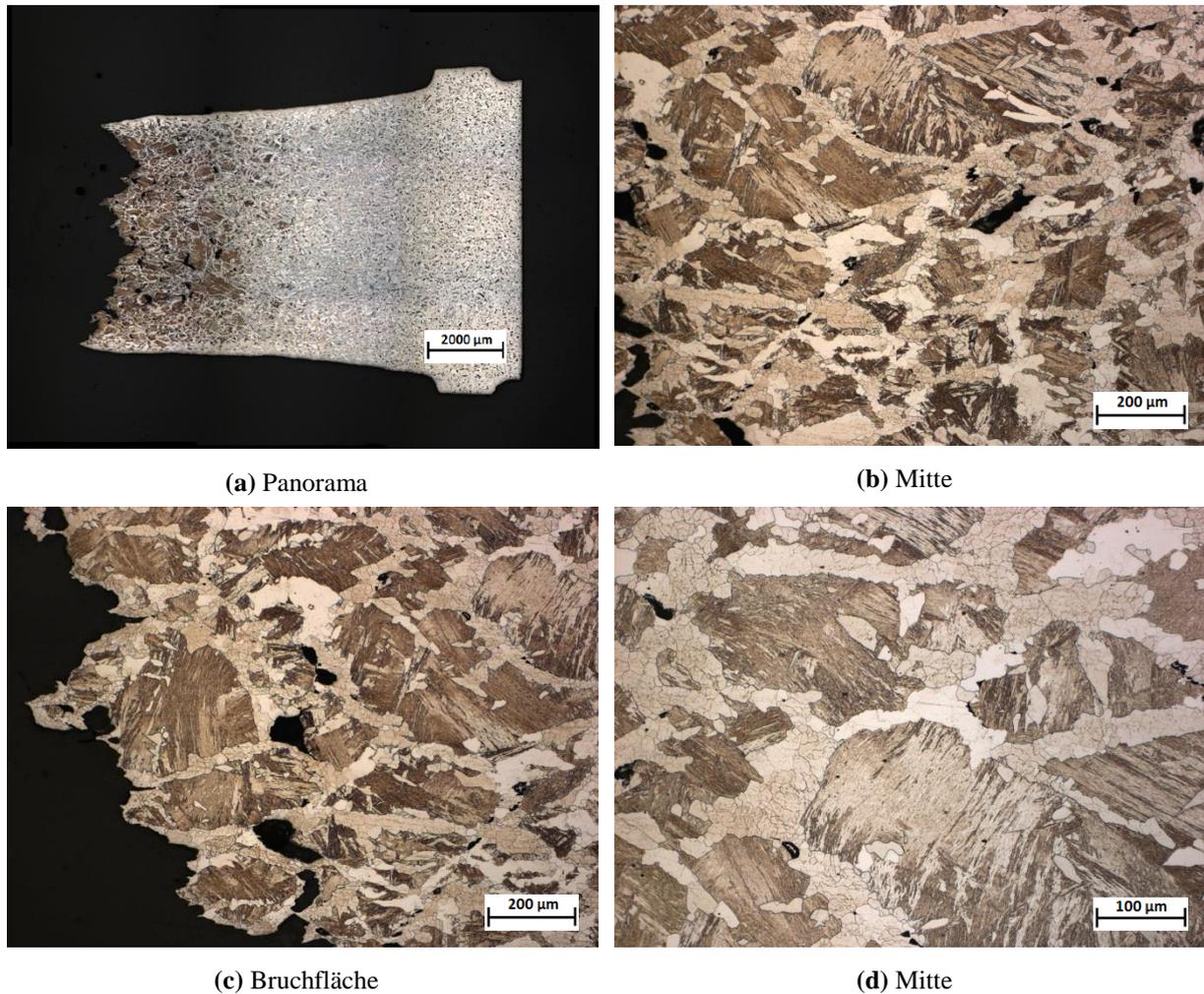
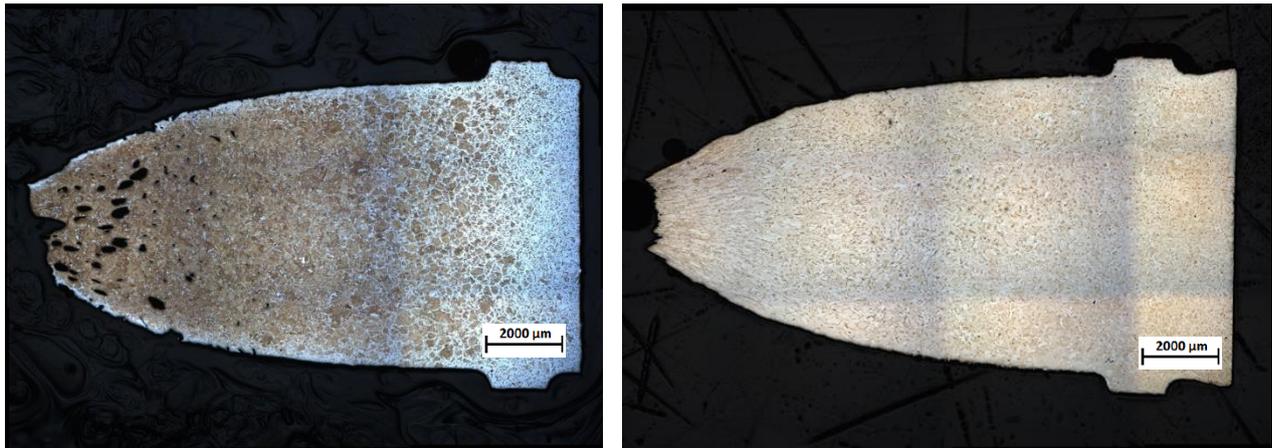


Abbildung 28: Mild Cooling 800 °C Stahl 1

Es ist erkennbar, dass es im Bereich der Bruchfläche vermehrt zu Porenbildung kommt (vgl. Abbildung 28(a), (b) und (c)). Dies geschieht ausschließlich in den Ferritsäumen um die Austenitkörner und ist im gesamten Gebiet mit austenitischen Phasenanteilen zu beobachten. Innerhalb der Austenitkörner findet keine Poren- oder Rissbildung statt.

Aufgrund des schmalen Minimums kommt es rasch zu einer Erholung der Duktilität des Gefüges. Abbildung 29 zeigt die Panoramaaufnahmen der an das Minimum bei 800 °C angrenzenden Versuche.



(a) Mild 900 °C Stahl1

(b) Mild 700 °C Stahl1

Abbildung 29: Übersichtsaufnahme der Proben nahe des Minimums von Stahl 1

Aufgrund der höheren Temperatur kommt es bei Abbildung 29(a) zur Ausbildung wesentlich größerer Mengen an Austenit. Im Bereich der Einschnürung liegt vollständig austenitisches Gefüge vor, die zuvor beobachteten Ferritsäume um die Austenitkörner sind in diesem Bereich nicht mehr vorhanden. Im Bereich der Einschnürung kommt es dennoch zur Schädigung des Materials durch starke Poren- und Rissbildung.

Im Bereich niedrigerer Temperatur stellt sich ebenfalls hohe Duktilität ein. Abbildung 29(b) zeigt die Übersichtsaufnahme des Versuchs bei 700 °C. Das Gefüge hat aufgrund der niedrigen Temperatur keine austenitischen Phasenanteile mehr und besteht fast vollständig aus Ferrit. Trotz starker Einschnürung kommt es im Material zu keinerlei Poren- oder Rissbildung mehr wie im Vergleich zur Probe bei 900 °C.

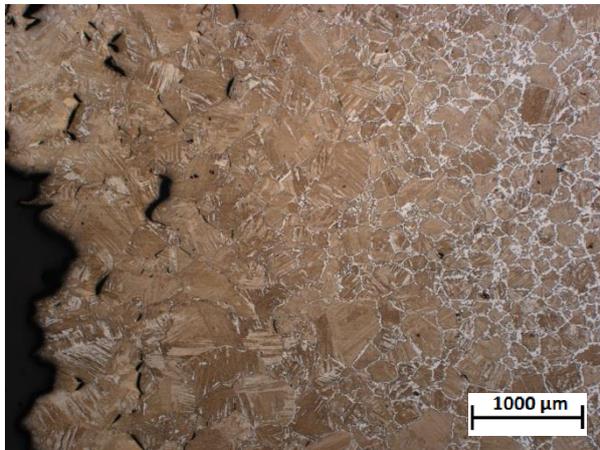
Die Ferritanteile im Gefüge sinken mit steigender Temperatur (vgl. Abbildung 31). Die Neigung zur Rissbildung ist in austenitischem Gefüge wesentlich größer als in ferritischem, welches poren- und rissfrei bleibt bei gleichzeitig sehr guter Duktilität.

4.3.2 Rapid Cooling von Stahl 1

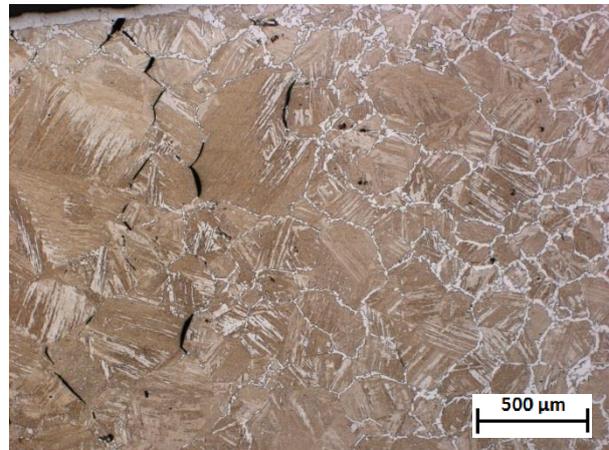
Beim Rapid Cooling tritt der schärfste Duktilitätseinbruch bei 850 °C auf (vgl. Abbildung 30 und Abbildung 31(c)). Da die Proben bei dieser Temperatur wiederholt außermittig gerissen sind bzw. sich mehrfach eingeschnürt haben, wurde die Probe mittig im Bereich der Bruchstelle mit einer Eindrehung versehen und der Querschnitt somit verjüngt ($d = 6.5 \text{ mm}$, $l = 10 \text{ mm}$ und Eckenradius $r = 2 \text{ mm}$), um ein Reißen dieser Stelle zu gewährleisten.

Abbildung 30(b), (c) und (d) zeigen deutlich den dünnen Ferritfilm, der sich an den Austenitkörnern gebildet hat. Auch die aufgrund der aufgeprägten Axialspannungen

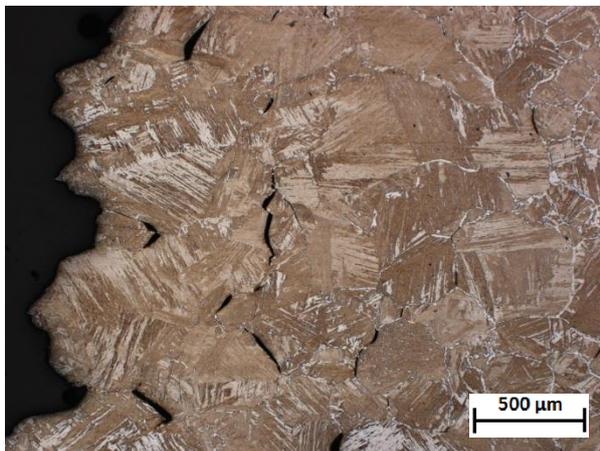
entstandenen Risse und deren Verlauf entlang der Korngrenzen sind in Abbildung 30(c) gut zu erkennen.



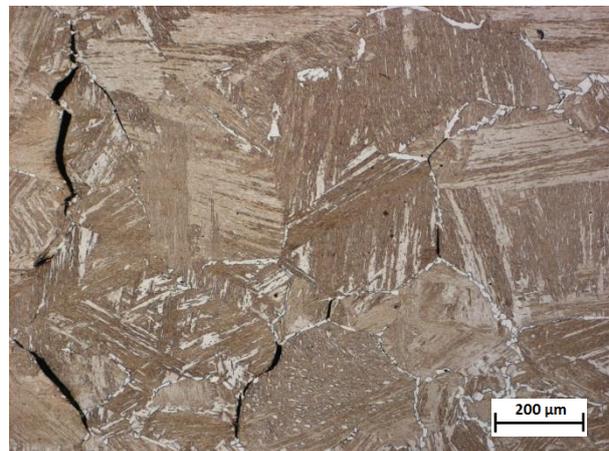
(a) Bruchfläche



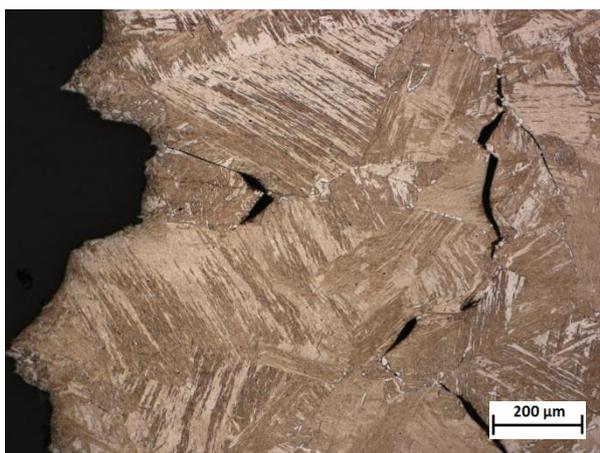
(b) Mitte



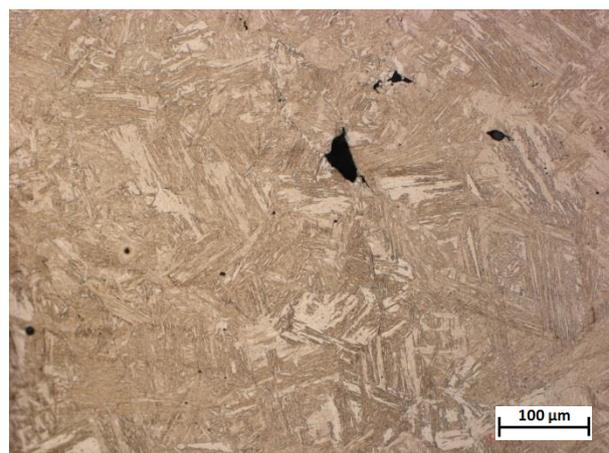
(c) Bruchfläche



(d) Mitte



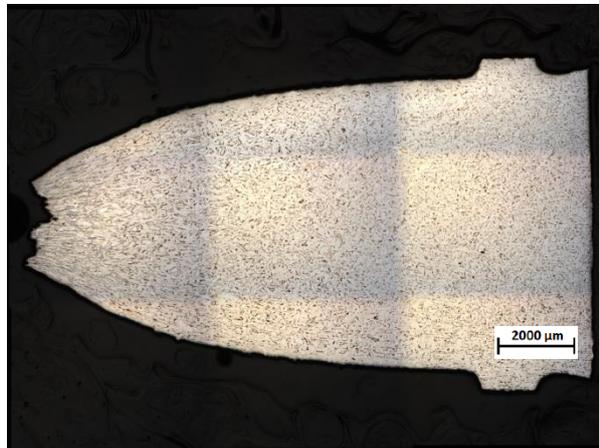
(e) Bruchfläche



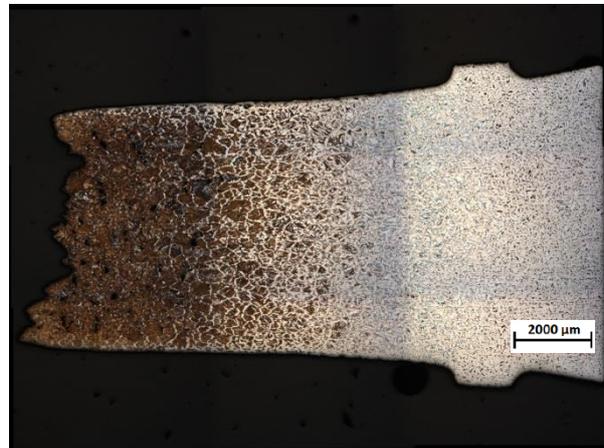
(f) Mitte

Abbildung 30: Rapid Cooling 850 °C Stahl 1

Der Verlauf des Duktilitätsverhaltens beim Rapid Cooling ist in Abbildung 31 überblicksmäßig in Form von Panoramaaufnahmen bei verschiedenen Temperaturen dargestellt.



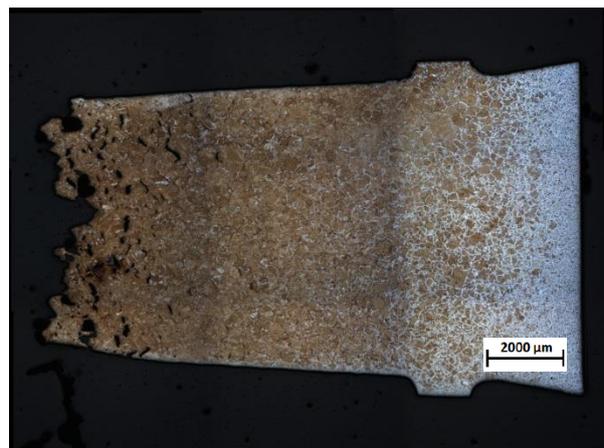
(a) Rapid 700 °C



(b) Rapid 800 °C



(c) Rapid 850 °C



(d) Rapid 950 °C



(e) Rapid 1000 °C



(f) Rapid 1100 °C

Abbildung 31: Duktilitätsverlauf Rapid Cooling 700 °C bis 1100 °C Stahl 1

4.3.3 Mild Cooling von Stahl 2

Der Stahl 2 ist allgemein gekennzeichnet durch relativ stabiles Duktilitätsverhalten bei beiden Temperaturbehandlungen entlang des betrachteten Temperaturbereichs. Beim Mild Cooling im Speziellen ist daher kein signifikanter Rückgang der Duktilität feststellbar (vgl. Abbildung 27). Allerdings musste bei 800 °C die Probe eingedreht werden, da auch hier außermittige oder mehrfache Einschnürung zu beobachten waren.

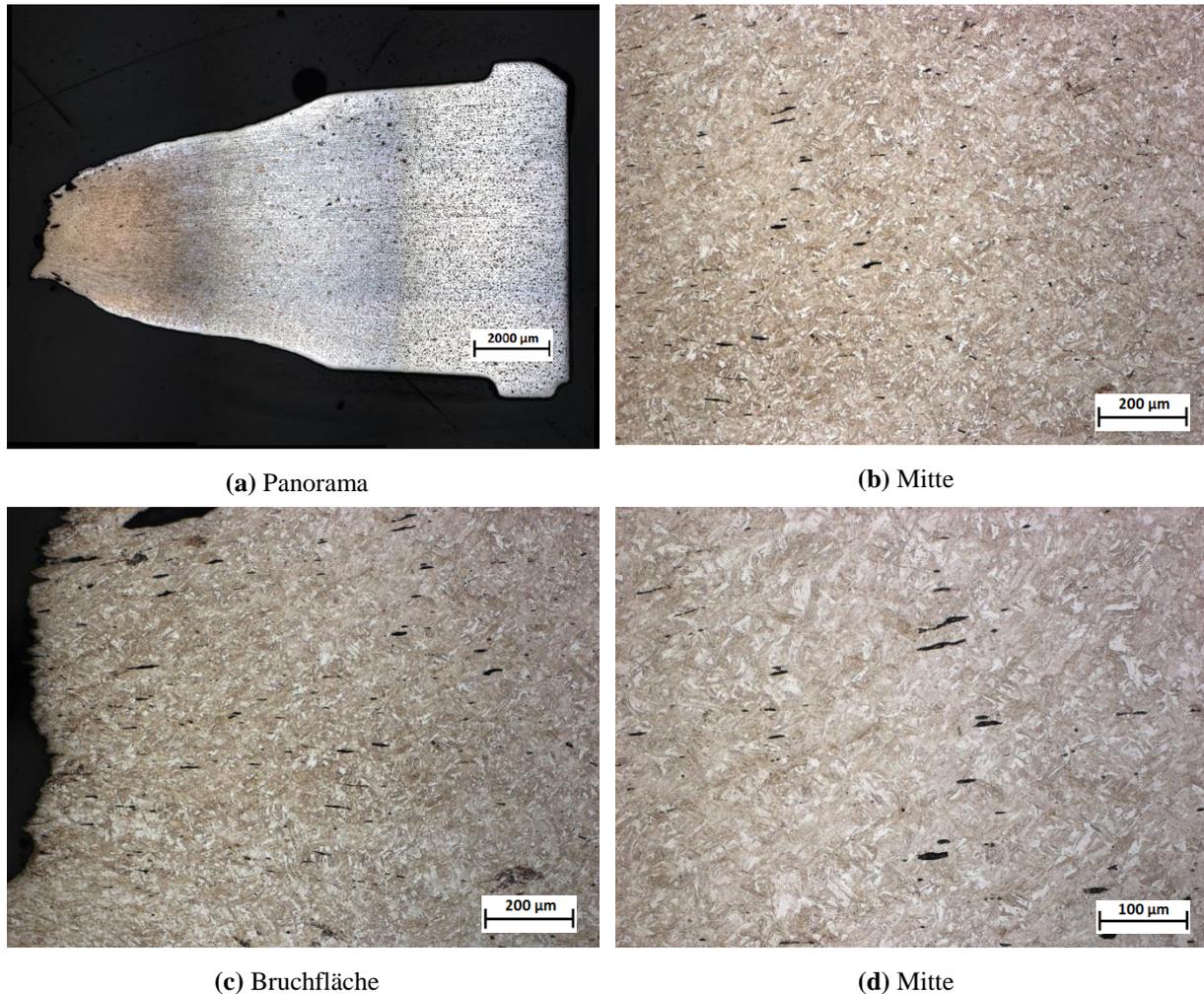


Abbildung 32: Mild Cooling 800 °C Stahl 2

Im Einschnürungsbereich findet sich feinkörniges austenitisches Gefüge mit leichter Porenbildung (vgl. Abbildung 32). Die Poren sind groß nahe der Oberfläche, aber klein und länglich im Inneren.

4.3.4 Rapid Cooling von Stahl 2

Eine gewisse Beeinträchtigung der Duktilität beim Rapid Cooling ist bei 800 °C zu sehen (vgl. Abbildung 33 und Abbildung 34(c)).

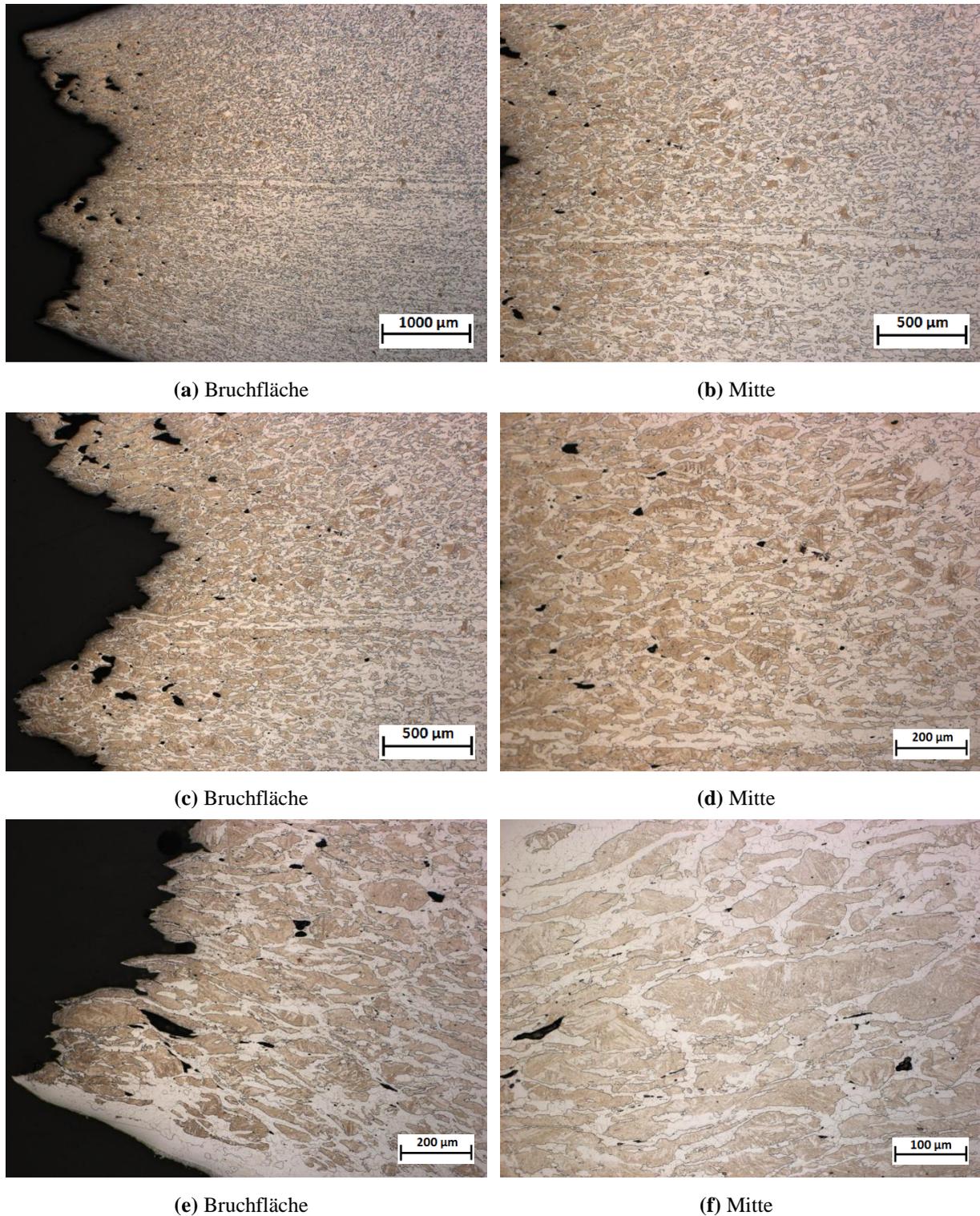


Abbildung 33: Rapid 800 °C Stahl 2

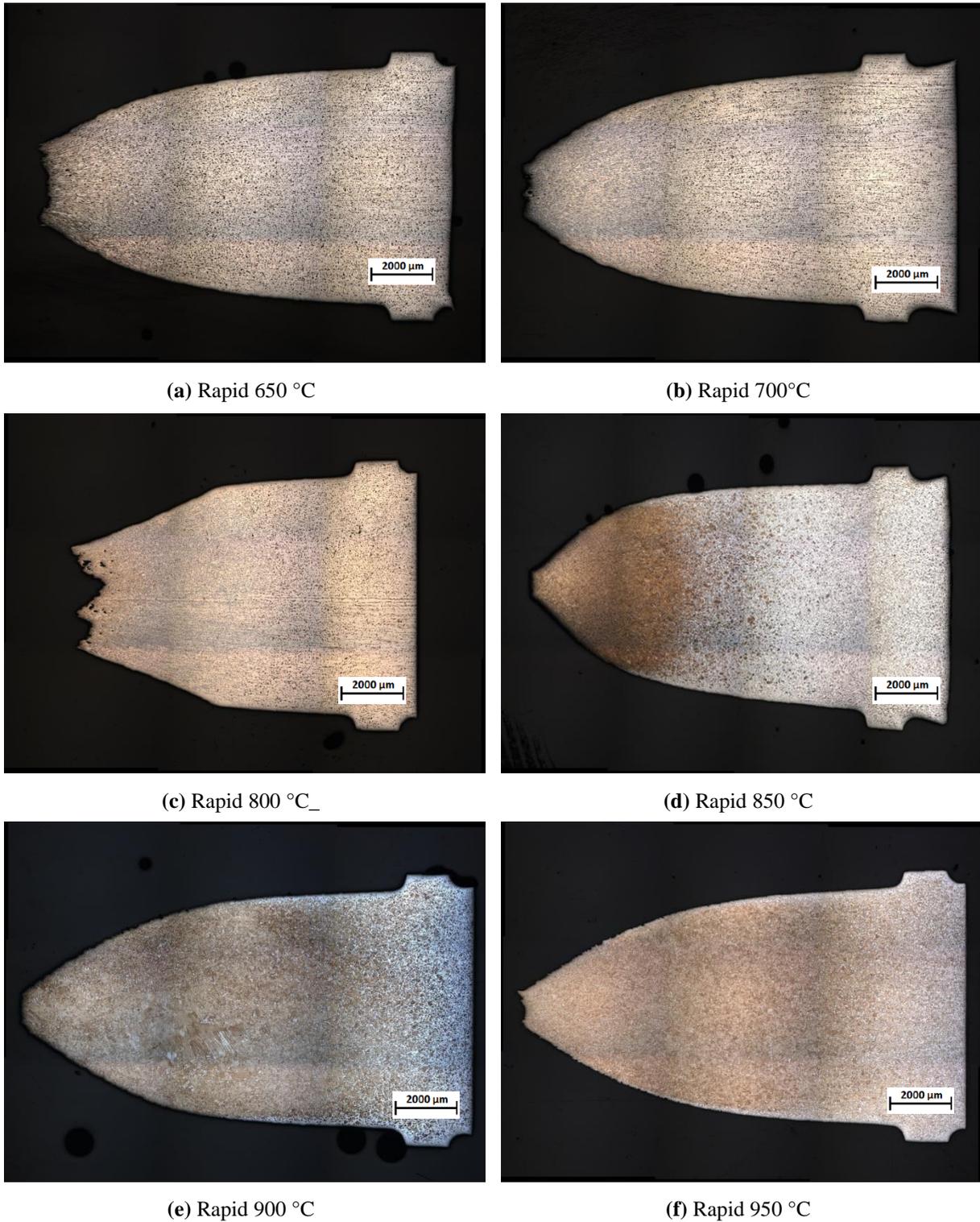


Abbildung 34: Duktilitätsverlauf Rapid Cooling 650 °C bis 950 °C Stahl 2

In Abbildung 33 ist das Gefüge des Minimums dargestellt. Im Bruchbereich dieses Minimums sowie auch aller anderen Proben findet sich sehr feinkörniger Austenit. Eine leichte Schädigung des Gefüges durch Poren und Risse ist nur bei 800 °C (Abbildung 33 und Abbildung 34(c)) beobachtbar, alle anderen zeigen beste Verformbarkeit ohne Poren- und

Rissbildung. Die Übersichtsaufnahmen in Abbildung 34 lassen überdies die gute Duktilität der Proben erkennen. Die Probe in Abbildung 34(c) wurde wiederum mit einer Eindrehung versehen, um mittiges Reißen sicherzustellen. Auffallend ist, dass Probleme mit außermittigem Reißen bei beiden Chargen immer im Bereich von 800 °C bis 850 °C zu finden sind und somit mit dem Duktilitätsminimum zusammenfallen.

4.4 Transmissionselektronenmikroskopie

Ausgewählte Proben wurden am Transmissionselektronenmikroskop untersucht, um Aufschluss über Art und Verteilung von Ausscheidungen im Probengefüge zu erhalten. Da laut den Literaturquellen hauptsächlich Ausscheidungen an den Korngrenzen für den Duktilitätseinbruch eines Materials und für die Ausbildung des Duktilitätsminimums II verantwortlich sind, wurden bei den untersuchten Proben speziell diese Minima elektronenmikroskopisch betrachtet. Es daher wurde nur Stahl 1 herangezogen, da nur hier für beide Temperaturverläufe ausgeprägte Minima nachweisbar sind. Stahl 2 zeigte gänzlich anderes Verhalten ohne signifikante Duktilitätsreduktion, wodurch man davon ausgehen kann, dass Versprödungsmechanismen durch Ausscheidungsbildung wenig bis keine Relevanz haben.

Laut Literaturrecherche werden Ausscheidungen unterschiedliche Eigenschaften hinsichtlich deren Einfluss auf die Duktilität des Gefüges zugeschrieben. MnS werden wegen ihrer schwefelbindenden Wirkung und ihrer Größe positiv gesehen, AlN aufgrund ihrer Feinheit, der Art und Verteilung ihrer Ausscheidung hingegen als deutlich negativ. Der untersuchte Stahl 1 enthält gewisse Anteile der Legierungselemente Mangan und Aluminium, weshalb von einer Bildung der besagten Ausscheidungen ausgegangen werden kann (vgl. Tabelle 2).

4.4.1 Ergebnisse der Elektronenmikroskopie

Am TEM wurden Proben von Stahl1 bei einer Temperatur von 800 °C und 950 °C jeweils für die Temperaturprogramme Mild und Rapid Cooling auf das Vorhandensein von Ausscheidungspartikeln untersucht, da diese laut Literaturquellen den Hauptversprödungsmechanismus im Duktilitätsminimum darstellen. Aus den Duktilitätsverläufen (vgl. Kapitel 4.2) ist ersichtlich, dass bei einer Temperatur von 800 °C bei beiden Temperaturprogrammen durchwegs schlechte Duktilität vorherrscht. Bei der höheren Temperatur von 950 °C erholt sich dann die Duktilität beim Mild Cooling mit Werten über 90% Brucheinschnürung wieder ausgezeichnet, bleibt jedoch beim Rapid Cooling aufgrund des breiteren Troges nach wie vor sehr schlecht mit Werten von nur 35%. In den TEM-Aufnahmen waren tatsächlich im Bereich verminderter Duktilität bei 800 °C bei beiden Temperaturverläufen unterschiedliche Ausscheidungen zu finden. Dabei handelte es sich sowohl um AlN als auch um MnS bzw. Mangan-Kupfersulfide ((Mn,Cu)S). Im Gegensatz dazu finden sich bei 950 °C in den Proben des Mild Coolings keine AlN mehr, sondern ausschließlich MnS und (Mn,Cu)S, da sich die Duktilität bei dieser Temperatur bereits vollständig erholt hat. Beim Rapid Cooling bei 950 °C mit sehr schlechter Duktilität hingegen kommt es wiederum zur Bildung von AlN und MnS im Gefüge.

Die Untersuchungsergebnisse am TEM zeigen daher, dass AlN gehäuft nur in den Bereichen verminderter Duktilität auftreten (Mild/Rapid 800 °C und Rapid 950 °C) und deren Bildung somit stark mit dem Vorhandensein eines Duktilitätseinbruchs korreliert. Der Bereich guter Duktilität hingegen (Mild 950 °C) zeigt keine Anwesenheit von AlN im Gefüge, sondern ausschließlich MnS. Die Ausscheidungen von AlN erfolgt in sehr feiner Form. Die Größe der Teilchen bewegt sich im Bereich von 100 nm, teilweise auch wesentlich kleiner.

Abbildung 35 zeigt eine Übersichtsaufnahme solch fein verteilter Ausscheidungspartikel (erscheinen in Weiß) in 20.000-facher Vergrößerung.

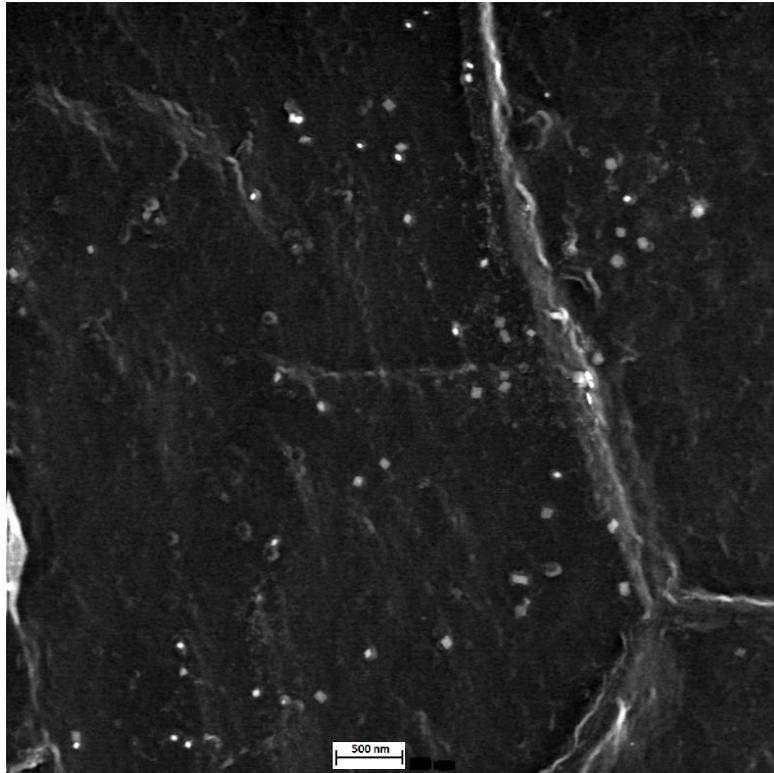


Abbildung 35: Stahl 1_Mild 800 °C_20.000-fach_Übersicht

In Abbildung 36 ist ein AlN-Teilchen mit dazugehörigem EDX-Spektrum in 320.000-facher Vergrößerung dargestellt. Aus dem Spektrum sind die im Partikel vorhandenen chemischen Elemente ersichtlich. Man erkennt hier deutlich die Anteile an Aluminium und Stickstoff sowie Kohlenstoff, Kupfer, Chrom und Vanadium. Die Elemente Kohlenstoff und Kupfer scheinen in den Spektren oftmals auf, da sie bei der Replica-Präparation (vgl. Kapitel 3.5.2, Abbildung 21) in Form des Kohlenstofffilms und des Kupfernetzes als Trägermaterial für die Ausscheidungen verwendet werden.

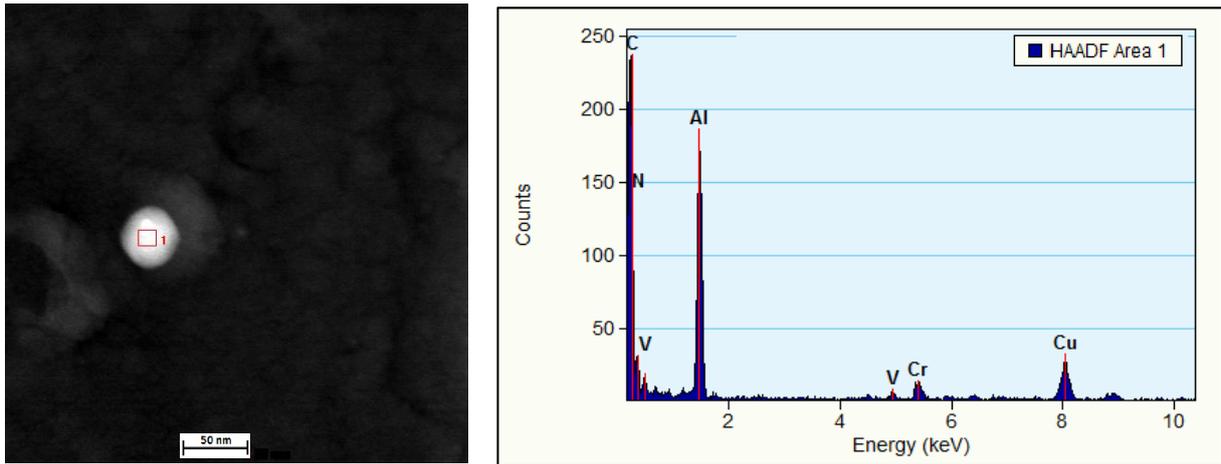


Abbildung 36: Stahl 1_Rapid 800°C_320.000-fach_AIN

Sulfide kommen unabhängig von der Duktilität in allen untersuchten Probengefügen vor. In Abbildung 37 ist ein (Mn,Cu)S-Teilchen mit dessen Spektrum dargestellt.

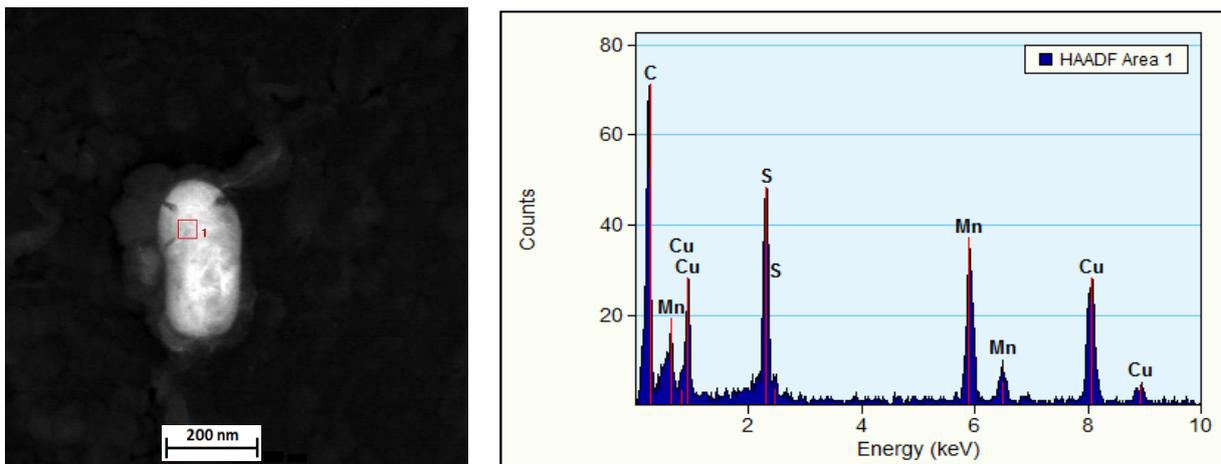


Abbildung 37: Stahl 1_Rapid 800°C_160.000-fach_(Mn,Cu)S

4.4.2 Beugungsbild von Aluminiumnitrid

Ein solches Spektrum lässt Aussagen über Art und Konzentration der vorhandenen Elemente zu, nicht aber über deren Kristallstruktur. Zur Verifizierung des Vorliegens einer AlN-Verbindung muss das Beugungsmuster dieses Teilchens analysiert werden, welches zusätzlich auch die kristalline Struktur der gefundenen Ausscheidung liefert.

Abbildung 38 zeigt ein solches repräsentatives Beugungsmuster einer AlN-Ausscheidung, welche bei einer Temperatur von 800 °C gefunden wurde. Die Auswertung dieses Musters bestätigt anhand der Miller-Indizes die hexagonale Kristallstruktur und liefert die eindeutige Identifikation des dargestellten Teilchens als AlN.

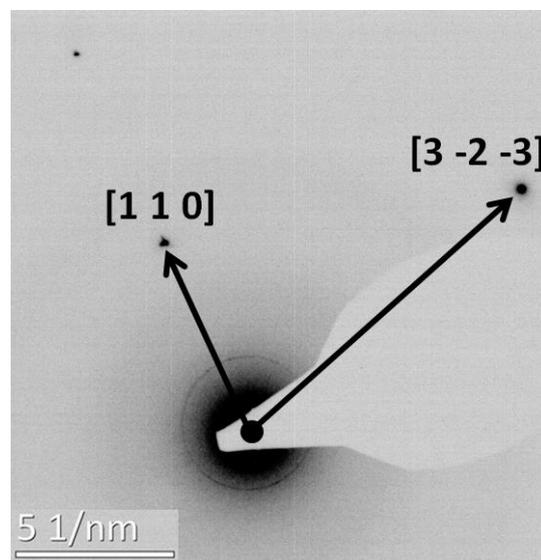


Abbildung 38: Beugungsmuster einer AlN-Ausscheidung

5 Diskussion

Das Duktilitätsverhalten zweier Chargen mikrolegierter Stähle und dessen Zusammenhang mit den beteiligten Ausscheidungen aufgrund der vorhandenen Legierungselemente wurde ermittelt. Am Beginn der Untersuchungen stand die Bestimmung der exakten A_{r3} -Umwandlungstemperaturen der Stähle, um deren Gefügestand während der Wärmebehandlung der Heißzugversuche zu bestimmen. Die beim Rapid Cooling durchgeführte schnelle Unterkühlung des Gefüges bis 800 °C (vgl. Abbildung 19) sollte zu keiner γ/α -Phasenumwandlung führen, um nicht das grobkörnige Stranggussgefüge in ein feinkörnigeres umzuwandeln und so bereits Einfluss auf die Duktilität des Materials zu nehmen. Die Dilatometerversuche lieferten A_{r3} -Umwandlungstemperaturen von 662 °C bzw. 725 °C (vgl. Abbildung 24 und Abbildung 25). Damit ist sichergestellt, dass das Gefüge im Bereich der Unterkühlung auch bis 800 °C im γ -Phasengebiet bleibt und eine Umkörnung des Werkstoffs somit ausgeschlossen. Die dann durchgeführten Heißzugversuche gaben Aufschluss über das Verformungsverhalten des Werkstoffs bei verschiedenen Prüftemperaturen. Es sei nochmals darauf hingewiesen, dass sich die Werkstoffe hinsichtlich ihrer Zusammensetzung (vgl. Tabelle 2 und Tabelle 3) hauptsächlich durch ihren Titan- und Mangangehalt unterscheiden, die in Stahl 2 deutlich höher sind. Alle anderen Legierungselemente sind mit nur geringfügiger Variabilität in denselben Anteilen enthalten. Beide Werkstoffe wurden jeweils zwei verschiedenen Temperaturprogrammen unterzogen (vgl. Abbildung 18 und Abbildung 19). Das Rapid Cooling-Programm beinhaltet ein rasches Abkühlen der Probe von der Lösungstemperatur von 1300 °C auf 800 °C mit einer Kühlrate von 4,2 °C/s mit nachfolgendem, langsamen Wiedererwärmen auf 1000 °C und anschließendem Abkühlen mit 0,2 °C/s auf die gewünschte Prüftemperatur. Schnelles Abkühlen eines Werkstoffs von der Lösungstemperatur kann die Bildung von AlN-Teilchen unterdrücken und die danach folgende Verformung diese dann erst induzieren. Die dafür mindestens notwendige Abkühlgeschwindigkeit wird mit > 4 °C/s angegeben. Ebenso wird die Ausscheidungsbildung von AlN beschleunigt, wenn nach dem Lösungsglühen sehr rasch abgekühlt und dann wiedererwärmt wird. Die hier beim Rapid Cooling durchgeführte Unterkühlung des Werkstoffs mit der beschriebenen Kühlrate sollte daher genau diesen Effekt erzielen. Nach der Keimbildung aus dem übersättigten Mischkristall durch die Unterkühlung und die dadurch erzeugten thermodynamischen Triebkräfte, soll die darauffolgende Erwärmung sowie die isotherme Verformung der Probe während des Zugversuchs das Wachstum feiner AlN-Ausscheidungen begünstigen. Da sich AlN bevorzugt an den

Korngrenzen bildet, wird deren Bewegung durch die ausgeschiedenen Partikel behindert und Rekristallisation des Gefüges verzögert, was zur Beeinträchtigung der Duktilität führt. Als Auswirkungen einer solchen Wärmebehandlung wird die Verbreiterung des Duktilitätsminimums zu höheren Temperaturen hin in der Literatur genannt [6, 8].

Beim Mild Cooling-Programm wird die Probe von 1300 °C zuerst mit 3,1 °C/s auf 1140 °C und dann mit einer Rate von 0,2 °C auf die Prüftemperatur abgekühlt. Bei dieser langsamen Abkühlung sollte die Nukleation der Ausscheidungen bei Unterschreiten der Löslichkeitsgrenze von AlN in der γ -Phase bereits während des Abkühlens vonstatten gehen. Aufgrund der langsamen Reduktion der Temperatur haben die Teilchen überdies Zeit für Diffusion und Wachstum und sollten daher beim Start des Zugversuchs in vergleichsweise grober Form vorliegen. Dies lässt eine deutlich verbesserte Duktilität der Gefüges gegenüber der schnellen Unterkühlung des Rapid Cooling vermuten.

5.1 Diskussion der Ergebnisse von Stahl 1

Tatsächlich zeigen die Ergebnisse von Stahl 1 eine gute Übereinstimmung mit den zuvor beschriebenen Effekten. Offenkundig sichtbar ist dies durch die sehr hohe Abhängigkeit der Duktilität von der thermischen Vorgeschichte des Materials. Es kommt bei beiden Temperaturprogrammen zwar zur Ausbildung prägnanter Duktilitätsminima, die Auswirkungen der unterschiedlichen Abkühlraten zeigen sich aber in der Tat sehr anschaulich (vgl. Abbildung 26). So verursacht die Unterkühlung des Werkstoffs einen Duktilitätsverfall mit erheblicher Verbreiterung des Troges gegenüber dem Mild Cooling samt Verschiebung des Minimums zu höheren Temperaturbereichen hin. Die daraufhin durchgeführten elektronenmikroskopischen Untersuchungen bestätigen in Einklang mit den Literaturquellen die Anwesenheit von AlN-Ausscheidungen im Gefüge. Der Nachweis solch feiner und daher duktilitätsmindernder AlN-Partikel konnte sowohl für Mild- als auch für Rapid Cooling bei 800 °C Versuchstemperatur geführt werden, bei der für beide Temperaturverläufe ähnliche Brucherscheinungen zu beobachten waren ($RoA \approx 50\%$) und die beim Mild Cooling sogar das Minimum des Kurvenverlaufs darstellt. Ebenso konnten MnS und (Mn,Cu)S in diesen beiden Proben nachgewiesen werden. Die Partikelgröße der AlN bewegt sich im Bereich von 100 nm, teilweise auch deutlich darunter. Unterschiede hinsichtlich der Größe der Ausscheidungen bei Mild und Rapid Cooling konnten bei einer Temperatur von 800 °C allerdings nicht festgestellt werden, da diese auch bei der langsamen Abkühlung des Mild Cooling in feiner Form vorlagen und keine nennenswerte Vergrößerung der Partikel beobachtet werden konnte. Bei den zusätzlich noch untersuchten Proben bei 950 °C

Versuchstemperatur waren beim Mild Cooling keine AlN-Ausscheidungen mehr detektierbar. Dies deckt sich aber mit dem Duktilitätsverhalten bei dieser Temperatur, da dieser Temperaturbereich bereits außerhalb des ermittelten Minimums liegt und die Duktilität wieder vollständig gegeben ist. Beim Rapid Cooling bei 950 °C befindet sich die Duktilität dagegen mitten im kritischen Bereich ($RoA < 40\%$) und auch hier konnten AlN-Ausscheidungen nachgewiesen werden. Ebenso waren bei 950 °C bei beiden Temperaturprogrammen MnS und (Mn,Cu)S in den Proben zu finden.

Die beschriebenen Resultate zeigen, dass ausschließlich im Bereich reduzierter Duktilität (Mild und Rapid 800 °C, Rapid 950 °C) AlN detektierbar sind. Die Probe sehr guter Duktilität (Mild 950 °C) dagegen liefert keinen Hinweis darauf. Die TEM-Untersuchungen lassen daher den Schluss zu, dass der beobachtete Duktilitätseinbruch eindeutig mit dem Vorhandensein von AlN-Ausscheidungen in den untersuchten Proben korreliert und diese Nitridversprödung daher auch als der Hauptversprödungsmechanismus des Gefüges gesehen werden kann. Die weitreichenden Konsequenzen der Gefügeunterkühlung auf die Duktilität im Vergleich zur kontinuierlich langsamen Abkühlung bestätigen die zuvor formulierten, theoretischen Auswirkungen. Mit hoher Wahrscheinlichkeit nukleieren bereits während der Unterkühlung Keime aus der übersättigten Matrix, die dann während des Wiedererwärmens ausreichend Zeit für Wachstum haben. Dieser Mechanismus führt so zu einer wesentlich stärkeren Ausscheidung von AlN in der Matrix als beim langsamen Abkühlen. Bei der kontinuierlichen Form der Abkühlung (Mild Cooling) tritt der Haupteffekt der AlN-Ausscheidungen bei 800 °C auf, da sich dort durch Unterschreiten der Löslichkeitsgrenze der Elemente die Ausscheidungen bilden können. Bei höheren Temperaturen findet dies in geringerem Maße oder aber gar nicht mehr statt, da sowohl Stickstoff als auch Aluminium gelöst bleiben. Bei niedrigeren Temperaturen hingegen sorgen ausreichend gebildete Mengen an Ferrit für die gute Duktilität.

Die genaue Kenntnis des Ausscheidungszustandes an allen wichtigen Punkten der angewandten Temperaturkurve sowie der mögliche Einfluss verformungsinduzierter Ausscheidungsbildung machen noch wesentlich umfangreichere elektronenmikroskopische Betrachtungen notwendig. Überdies muss angemerkt werden, dass die hier angewandte Replica-Präparation der Proben für die TEM-Untersuchungen keinerlei Rückschlüsse über die Lage der Ausscheidungspartikel im Gefüge zulässt, da die Strukturinformation der Probenoberfläche verloren geht. Die in der Literatur beschriebene bevorzugte Häufung der AlN an den γ -Korngrenzen kann daher nicht belegt werden. Alternative Präparationsmethoden, die eine diesbezügliche Aussage zuließen (z.B. elektrochemisches Dünnen),

wurden zwar durchgeführt, zeigten aber unter dem Mikroskop nicht den gewünschten Erfolg. Weiterführende Untersuchungen über die Ausscheidung von AlN an den Austenitkorgrenzen wären daher ebenfalls begrüßenswert.

Bemerkenswert ist, dass MnS offensichtlich im gesamten betrachteten Temperaturkorridor und unabhängig von der Duktilität im Gefüge vorkommt. Trotz der teils kleinen Ausscheidungen an MnS sind die durchschnittlichen Abmessungen der gefundenen Partikel aber dennoch größer als bei AlN. Da aufgrund der leichteren Ausscheidung von MnS in Austenit ein schnelleres Wachstum der Partikel und damit eine Verringerung einer etwaigen versprödenden Wirkung ermöglicht wird und überdies die schwefelbindende Wirkung von Mangan zur Geltung kommt, kann der positive Einfluss von MnS in Kongruenz mit der Literaturrecherche ebenfalls bestätigt werden.

Lichtmikroskopische Untersuchungen in Kapitel 4.3 bestätigen außerdem die Ausbildung dünner Ferritsäume um die Austenitkörner vor allem bei den Rapid Cooling-Versuchen (vgl. Rapid 850 °C, Abbildung 30). Die Rissbildung im Bereich der Bruchfläche findet hier tatsächlich in den feinen Ferritsfilmen um die Austenitkörner statt und untermauert die Erkenntnis, dass die aufgeprägten Axialspannungen zu einer Spannungskonzentration in den gegenüber Austenit weicheren Ferritsäumen führen, die in Zusammenspiel mit den dort vorhandenen Ausscheidungen zu Porenbildung und schließlich zu einem intergranularen Versagen des Werkstoffs führen kann. Allerdings kommt es bei einer gewissen Anzahl an Proben zu einer solch starken Porenbildung im Bruchflächenbereich, dass aus den Mikroskopiebildern die Ferritfilme nicht mehr als der Ausgangspunkt der Rissbildung erkennbar sind. Dennoch dürfte es sich auch bei großen Poren im Anfangsstadium um intergranulare Risse in den Ferritschichten gehandelt haben.

5.2 Diskussion der Ergebnisse von Stahl 2

Der Duktilitätsverlauf von Stahl 2 zeigt trotz identischer Temperaturführungen diametral anderes Verhalten als Stahl 1. Die RoA-Werte bleiben fast durchgehend über 80%, es zeigt sich somit ausgezeichnetes Verformungsverhalten im betrachteten Temperaturkorridor und die Ausprägung eines Minimums konnte hier nicht beobachtet werden (vgl. Abbildung 27). Hierfür scheint durch den gegenüber der anderen Charge um den Faktor 4 höheren Titangehalt ein ursächlicher Zusammenhang zu bestehen. Zahlreiche Autoren [5, 6, 16] weisen auf die duktilitätsfördernde Wirkung von Titan hin, da aufgrund seiner hohen Affinität zu Stickstoff und der geringeren Löslichkeit von TiN gegenüber AlN in Austenit die Schädigung des Gefüges durch AlN verringert werden kann. Da die Ausscheidung von TiN

bereits bei höheren Temperaturen erfolgt und der verfügbare Stickstoff somit durch Titan abgebunden wird, erschwert oder unterbindet es gar die Bildung von AlN. Die insgesamt homogenere Ausscheidung in der gesamten Matrix, nicht nur bevorzugt an den Korngrenzen und auch die aufgrund der frühen Ausscheidung größeren Partikel führen daher zu einer günstigen Wirkung durch TiN. Die lichtmikroskopischen Aufnahmen zeigen in der Tat ein gegenüber dem anderen Stahl durchwegs wesentlich feinkörnigeres Gefüge, was der Duktilität zuträglich ist und ebenfalls in Zusammenhang mit TiN stehen dürfte, indem nämlich das Kornwachstum des Austenits durch die vorhandenen Ausscheidungen an den Korngrenzen behindert wird, ohne allerdings die allzu versprödende Wirkung anderer Ausscheidungen zu zeigen. Den größten Effekt allerdings hat sicherlich die frühzeitige Abbindung des verfügbaren Stickstoffs durch das Titan im Gefüge, weshalb die Bildung von AlN wirksam verhindert wurde. Der höhere Mangangehalt dieses Materials führt allenfalls zur Bildung von mehr MnS, das gleichmäßiger und gröber ausgeschieden wird und nachweislich positiven Einfluss hat. Von elektronenmikroskopischen Untersuchungen der Gefüge dieser Charge wurde wegen der ohnehin ausgezeichneten Duktilität des Materials abgesehen, wäre aber in weiterer Folge zur intensiveren Erforschung der Auswirkung von Titanzugaben ebenfalls wünschenswert.

6 Zusammenfassung und Schlussfolgerungen

Die Warmverformbarkeit zweier mikrolegierter Stähle im Duktilitätsminimum II wurde untersucht. Folgende Schlussfolgerungen können gezogen werden:

Die Duktilität der Stähle hängt stark von der thermischen Vorbehandlung und ihrer chemischen Zusammensetzung ab. Eine rasche Unterkühlung, Wiedererwärmung und anschließende langsame Abkühlung zeigt beim Stahl mit niedrigem Titangehalt eine signifikante Weitung des Duktilitätsminimums und eine Verschiebung zu höheren Temperaturen hin. Verantwortlich dafür sind insbesondere versprödende AlN-Ausscheidungen im Gefüge, die wahrscheinlich gehäuft an den Korngrenzen auftreten. Dies behindert das Korngrenzgleiten und verzögert so die Rekristallisation des Werkstoffs. Ebenso kommt es durch verformungsinduziert gebildete Ferritsäume an den Austenitkorngrenzen bei gleichzeitiger Anwesenheit von AlN-Ausscheidungen im Ferrit zu interkristalliner Poren- und Rissbildung, da die mechanischen Spannungen hauptsächlich über die weichen Ferritsäume übertragen werden und ein Versagen des Werkstoffs entlang dieser Grenzen auslösen. Eine gleichmäßige Abkühlung ohne Unterkühlung des Werkstoffs mit niedrigem Titangehalt schlägt sich in einem merkbar geringeren Duktilitätseinbruch trotz der Anwesenheit von AlN-Ausscheidungen im Minimum nieder. Das unterschiedliche Verhalten bei unterschiedlichen Temperaturprogrammen dürfte auf die Anzahl, Größe und Verteilung der ausgeschiedenen Partikel in der Matrix zurückzuführen sein.

Die Untersuchung des Stahl mit höherem Titan- und Mangangehalt veranschaulicht die positive Wirkung dieser Elemente, da die Warmverformbarkeit über den betrachteten Temperaturbereich durchwegs sehr gut ist. Deutliche Verluste an Duktilität konnten hier nicht festgestellt werden. Dies wird der Bildung von gröberem und zugleich homogener ausgeschiedenem TiN zugeschrieben, welche die Nitridversprödung durch Aluminium effektiv eindämmt bzw. ganz eliminiert. Zugleich findet sich deutlich feinkörnigeres austenitisches Gefüge bei allen Prüftemperaturen als bei niedrigerem Titangehalt. Die Ausscheidung von MnS wird in beiden Stählen als positiv bewertet, da dadurch der Schwefel abgebunden wird und die Partikel in gröberer Form vorliegen.

7 Literaturverzeichnis

- [1] Internetquelle: <https://www.worldsteel.org/>; letzter Zugriff am: 13.04.2014
- [2] TU Wien Vorlesungsskriptum: "Werkstofftechnik der Stähle", LVA 308.863, SS 2013
- [3] J. Sengupta, B. G. Thomas and M. A. Wells: "The use of water cooling during the continuous casting of steel and aluminum alloys", Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 36, pp. 187-204, 2005.
- [4] K. Schwerdfeger: "Metallurgie des Stranggießens: Gießen und Erstarren von Stahl", Verlag Stahleisen mbH, 1992.
- [5] B. G. Thomas, J. K. Brimacombe and I. V. Samarasekera: "The formation of panel cracks in steel ingots, A state of the art review, Part I: Hot ductility of steel", Transactions of the Iron and Steel Society, vol. 7, pp. 7-20, 1986.
- [6] K. Schwerdfeger: "Rißanfälligkeit von Stählen beim Stranggießen und Warmumformen", Düsseldorf, Verlag Stahleisen mbH, 1994.
- [7] D. N. Crowther: "The effects of microalloying elements on cracking during continuous casting", pp. 99-131.
- [8] B. Mintz: "Influence of composition on the hot ductility of steels and to the problem of transverse cracking", ISIJ International, vol. 39, pp. 833-855, 1999.
- [9] B. Mintz and D. N. Crowther: "Hot ductility of steels and its relationship to the problem of transverse cracking in continuous casting", International Materials Reviews, vol. 55, pp. 168-196, 2010.
- [10] T. Kato, Y. Ito, M. Kawamoto, A. Yamanaka and T. Watanabe: "Prevention of slab surface transverse cracking by microstructure control", ISIJ International, vol. 43, pp. 1742-1750, 2003.
- [11] N. E. Hannerz: "Critical hot plasticity and transverse cracking in continuous slab casting with particular reference to composition", Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan, vol. 25, pp. 149-158, 1985.
- [12] Y. Maehara and Y. Ohmori: "The precipitation of AlN and NbC and the hot ductility of low carbon steels", Materials Science and Engineering, vol. 62, pp. 109-119, 1984.
- [13] Y. Maehara, K. Yasumoto, H. Tomono, T. Nagamichi and Y. Ohmori: "Surface cracking mechanism of continuously cast low carbon low alloy steel slabs", Materials Science and Technology, vol. 6, pp. 793-806, 1990.

- [14] M. Mayrhofer: "Untersuchungen zur Auflösungs- und Ausscheidungskinetik von Al-Nitrid in Al-beruhigtem Stahl", 120. Jahrgang, Heft 7, Linz, Berg- und Hüttenmännische Monatshefte, 1975, pp. 312-321.
- [15] T. Gladman: "Aluminium for grain size control", Heat Treatment of Metals, vol. 21, pp. 11-14, 1994.
- [16] B. Mintz and J. M. Arrowsmith: "Influence of microalloying additions on hot ductility of steels", AGARD Conference Proceedings, pp. 99-103, 1980.
- [17] R. Abushosha, O. Comineli and B. Mintz: "Influence of Ti on hot ductility of C-Mn-Al steels", Materials Science and Technology, vol. 15, pp. 278-286, 1999.
- [18] H. Schumann: "Metallographie", Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 13. Auflage, Leipzig, 1991
- [19] R. Abushosha, S. Ayyad and B. Mintz: "Influence of cooling rate and MnS inclusions on hot ductility of steels", Materials Science and Technology, vol. 14, pp. 227-235, 1998.
- [20] K. R. Carpenter, C. R. Killmore and R. Dippenaar: "Influence of Isothermal Treatment on MnS and Hot Ductility in Low Carbon, Low Mn Steels", Metallurgical and Materials Transactions B: Process Metallurgy and Materials Processing Science, pp. 1-9, 2013.
- [21] T. Kizu and T. Urabe: "Hot ductility of sulfur-containing low manganese mild steels at high strain rate", ISIJ International, vol. 49, pp. 1424-1431, 2009.
- [22] TU Wien Laborübungsskriptum: "Werkstoffprüfung 2", LVA 308.859, WS 2012/2013
- [23] D. B. Williams and C. B. Carter: "The Transmission electron microscope", in Transmission Electron Microscopy, Verlag: Springer, 2009, pp. 3-22.