



**Korrelation zwischen Ultra High Cycle Fatigue
Ergebnissen und
Reinheitsgraduntersuchungen mittels
automatisiertem REM/EDX-Verfahren zur
Bewertung schmelzmetallurgischer
Verfahrensvarianten bei der
Edelstahlerzeugung**

Masterarbeit

eingereicht von

Christian Illmaier, BSc

am Lehrstuhl für Metallurgie an der Montanuniversität Leoben
zur Erlangung des akademischen Grades

Diplomingenieur

in der Studienrichtung Metallurgie





Herrn Christian ILLMAIER wird vom Lehrstuhl für Metallurgie folgendes
Masterarbeitsthema S661 gestellt:

**Korrelation zwischen Ultra High Cycle Fatigue Ergebnissen
und Reinheitsgraduntersuchungen mittels automatisiertem
REM/EDX-Verfahren zur Bewertung schmelz-
metallurgischer Verfahrensvarianten bei der
Edelstahlerzeugung**

Inhalte:

Generelles Ziel dieser Arbeit ist die Gegenüberstellung unterschiedlicher Herstellvarianten der Edelstahlerzeugung hinsichtlich des Reinheitsgrades unter Nutzung verschiedener moderner Verfahren zur Reinheitsgrad-Beurteilung. Dabei liegt der Fokus vor allem auf Ermüdungstests im Ultra High Cycle Fatigue-Regime und der automatisierten REM/EDX-Analyse. Statistische Datenanalysen sind ebenfalls ein Schwerpunkt dieser Arbeit, wobei Grundlagen der zur Anwendung kommenden Auswerteroutinen bereits in einer Doktorarbeit an der Universität Karlstad erarbeitet wurden.

- Literaturstudium (analytische und statistische Methoden der Reinheitsgradbestimmung)
- Analyse der Ergebnisse aus den UHCF-Tests
- Auswertung der REM-EDX-Untersuchungen
- Korrelation zw. statischen und dynamischen Werkstoffeigenschaften und Reinheitsgrad-Untersuchungen, Statistische Interpretation
- Zusammenfassung und Diskussion der Ergebnisse

Industriepartner:  **BÖHLER**
EDELSTAHL

Leoben, im Juli 2009

Ao. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Christian Bernhard

Kurzfassung

Auf Grund des großen Aufwands der mit Durchführung von Ultra high cycle fatigue-Versuchen verbunden ist, wird nach Möglichkeiten gesucht um diese durch raschere Auswerteverfahren zu ersetzen. Deshalb wurde im Rahmen der Arbeit eine statistische Auswertemethode verwendet, um die Vorhersage der Verteilung großer nichtmetallischer Einschlüsse (NME) aus einer REM/EDX-Auswertung zu ermöglichen.

Bei den untersuchten Stählen handelt es sich um Werkzeugstähle der Fa. Böhler Edelstahl GmbH & Co KG. Die Werkstoffe wurden mit unterschiedlichen Produktionsrouten hergestellt. Dabei wurden konventionell abgegossene, Druck-Elektro-Schlacke umgeschmolzene und im Vakuum-Lichtbogenofen umgeschmolzene Warmarbeitsstähle, sowie ein pulvermetallurgisch hergestellter Kaltarbeitsstahl miteinander verglichen.

Bei der statistischen Auswertung der Rasterelektronenmikroskop-Ergebnisse wurde die Verteilung der detektierten NME in eine dreidimensionale Verteilung transformiert. Die gefundenen nichtmetallischen Einschlüsse, welche im Lastwechselfersuch zum Bruch der Probe führten, dienen zur Abschätzung der Parameter einer Extremwertverteilung. Diese Verteilung wird ebenso in 3D überführt, damit die Korrelation zwischen der REM/EDX-Analyse und dem Ergebnis des UHCF-Tests bestimmt werden kann.

Die Größenverteilung der Einschlüsse ermittelt aus den REM/EDX-Ergebnissen lässt Aussagen über die Tendenz von großen nichtmetallischen Einschlüssen hochreiner Stähle zu, wobei die Herstellroute und das damit verbundene Größenspektrum der Einschlüsse einen wesentlichen Einfluss auf die Korrelation haben.

Abstract

Due to the large effort associated with the implementation of UHCF experiments, the development of alternative methods is very important. Therefore, in the present master thesis, a statistical evaluation method is used to predict the distribution of large non-metallic inclusions based on SEM/EDX results.

The investigated steel grades are tool steels from Böhler Edelstahl GmbH & Co KG. The materials were manufactured by different production routes. Hot work tool steels, conventionally poured off, pressure electroslag and vacuum remelted, as well as a powder metallurgical produced cold work tool steel grades were compared to each other.

In the statistical analysis of the SEM results, the 2D-distribution distribution of the detected inclusions was transformed into a three-dimensional distribution. The failure inducing defects, found on the fracture surface of giga-cycle fatigue testing, were used to estimate the parameters for an extreme value distribution. This distribution is also transformed into 3D in order to determine the correlation between SEM/EDX-and UHCF tests results.

Based on SEM results it is possible to determine the size distribution of non-metallic inclusions of high-purity steels. A significant influence of the production route and the consequent size spectrum of the inclusion on the correlation are observed.

Danksagung

Als erstes möchte ich meinem Betreuer von seitens der Böhler Edelstahl GmbH & Co KG, Hr. Dipl.-Ing. Dr. Ingo Siller für seine kontinuierliche Unterstützung und Anregungen bei der Fertigstellung dieser Arbeit bedanken.

Des Weiteren gilt ein besonderer Dank Fr. Dipl.-Ing. Susanne Michelic sowie Hr. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. Christian Bernhard, welche von seitens des Lehrstuhls für Metallurgie, für die Betreuung dieser Arbeit verantwortlich waren.

Schließlich möchte ich mich aber vor allem auch bei meiner gesamten Familie, für deren Unterstützung und deren Beistand während der Zeit des Studiums an der Montanuniversität, bedanken.

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Bachelorarbeit selbstständig und ohne fremde Hilfe verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und die den verwendeten Quellen wörtlich und inhaltlich entnommenen Stellen als solche erkenntlich gemacht habe.

.....
Christian Illmaier, BSc

Inhaltsverzeichnis

Akronyme	IV
Abbildungsverzeichnis	V
Tabellenverzeichnis	XI
1 Einleitung	1
2 Theoretischer Teil	2
2.1 Untersuchte Werkstoffe.....	2
2.1.1 Warmarbeitsstahl.....	2
2.1.2 Kaltarbeitsstahl.....	4
2.2 Einflüsse von nichtmetallischen Einschlüssen auf die mechanische Eigenschaften von Stählen.....	6
2.2.1 Einfluss auf Ermüdungseigenschaften.....	7
2.2.2 Einfluss auf das Bruchverhalten	8
2.3 Reinheitsgradbestimmung von Stählen	9
2.3.1 Einleitung.....	9
2.3.2 Bildreihentafeln	10
2.3.3 OES-PDA (Optical Emission Spectrometry with Pulse Discrimination Analysis)	12
2.3.4 REM/EDX	13
2.3.5 Extraktion.....	14
2.3.6 Ermüdungstests	14
2.3.7 Vergleich der einzelnen Methoden zur Reinheitsgradbestimmung	15
2.4 Statistik	16

2.4.1	Vergleich der Methode nach Murakami (Extremwertverteilung) und der allgemeinen Pareto-Verteilung (Grenzwertmethode)	17
2.4.1.1	Vorhersage des maximalen NME in einem großen Stahlvolumen durch die Methode nach Murakami [25]	18
2.4.1.2	Vorhersage des maximalen NME in einem großen Stahlvolumen mit Hilfe der allgemeinen Extremwertverteilung	20
2.4.1.3	Vorhersage des maximalen NME in einem großen Stahlvolumen mit Hilfe der Pareto-Verteilung (Grenzwertmethode).....	21
2.4.1.4	Gegenüberstellung der Ergebnisse ermittelt durch die Methode nach Murakami, Pareto- bzw. allgemeinen Extremwert-Verteilung	23
2.4.2	Vorhersage des maximalen NME in einem großen Stahlvolumen mit Hilfe der Pareto-Verteilung unter der Bedingung $\xi=0$	25
2.4.3	Vergleich der Vorhersagemethoden basierend auf der Paretoverteilung (Grenzwertmethode) bzw. der Log-Normal-Verteilung	28
2.4.3.1	Vorhersage des maximalen NME in einem großen Stahlvolumen mit Hilfe der Log-Normal-Verteilung	28
2.4.3.2	Gegenüberstellung der Ergebnisse ermittelt durch die Log-Normal- und Pareto-Verteilung	29
2.4.4	Methode zur Vorhersage der maximalen Einschlussgröße in Stahl nach Beretta basierend auf der Extremwerttheorie [31]	30
2.4.4.1	Vorhersage des maximalen NME in einem großen Stahlvolumen durch eine Kombination aus Murakami [25] und Beretta [31].....	31
2.5	Diskussion der Pareto- und der Extremwertverteilung	35
3	Praktischer Teil.....	36
3.1	Verwendete Werkstoffe und Herstellung	36
3.2	Probennahme, Bezeichnung und Prozessparameter	37
3.3	Reinheitsgraduntersuchung mittels automatisiertem REM/EDX	39
3.4	Ermüdungsversuche	41
3.5	Statistische Auswertung	44
3.5.1	Einleitung	44
3.5.2	REM/EDX-Analyse	45
3.5.3	Ermüdungsversuche	50
4	Auswertung der Ergebnisse	54
4.1	Reinheitsgraduntersuchung mittels REM/EDX	54
4.1.1	Bezogene Einschlussflächen	54
4.1.2	Anzahl der Einschlüsse pro Klasse und Häufigkeitsverteilungen	57
4.1.3	Chemische Zusammensetzung großer nichtmetallischer Einschlüsse	63
4.1.4	Verteilung nichtmetallischer Einschlüsse auf der Probenfläche	66

4.2	Ermüdungsversuche im UHCF-Bereich.....	69
4.2.1	Rissinitiierende Einschlüsse an der Bruchoberfläche.....	69
4.2.2	Ergebnisse bzw. Auswertungen der Ermüdungsversuche.....	71
4.3	Statistische Auswertung.....	72
4.3.1	Korrelation zwischen REM/EDX-Analyse und GCF-Test.....	72
4.3.2	Korrelation zwischen den Rankingvariablen (S_{GCF} , S_{SEM}) und den mechanischen Eigenschaften.....	77
5	Diskussion der Ergebnisse.....	79
5.1	Reinheitsgraduntersuchung mittels REM/EDX.....	79
5.2	Ermüdungsversuche im UHCF-Bereich.....	81
5.3	Statistische Auswertung.....	81
6	Zusammenfassung.....	84
	Literaturverzeichnis.....	86
A	RHG-Untersuchung mittels REM/EDX.....	1
A.1	Häufigkeitsverteilung.....	1
A.2	Häufigkeitsverteilung mit Klasseneinteilung.....	3
A.3	Ternäre Systeme.....	7
A.4	Einschlussverteilung auf der Probenfläche.....	15
B	Statistische Auswertung der REM/EDX- Analyse und UHCF-Tests.....	1
B.1	Dreidimensionale Verteilungen.....	1

Akronyme

ASTM	American Society for Testing and Materials
BEG	Böhler Edelstahl GmbH & Co KG
DESU	Druck-Elektro-Schlacke-Umschmelzverfahren
DIN	Deutsches Institut für Normung
EDX	Energiedispersive Röntgenanalyse
ESU	Elektro-Schlacke-Umschmelzverfahren
ET	Einsatztemperatur
GCF	Giga Cycle Fatigue
NME	Nichtmetallischer Einschluss
OES-PDA	Optical Emission Spectrometry with Pulse Discrimination Analysis
PSEM	Particle-Scanning Electron Microscope
REM	Rasterelektronenmikroskop
RHG	Reinheitsgrad
UHCF	Ultra High Cycle Fatigue
VLBO	Vakuum-Lichtbogenofen

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1: Schädlichkeit verschiedener Einschlüsse im Wälzlagerstahl 100Cr6 [8]......	8
Abbildung 2-2: Allgemeine Häufigkeitsverteilung (theoretisch= strichliert, gemessen=durchgehend) der detektierten nichtmetallischen Einschlüsse [12]......	10
Abbildung 2-3: Darstellung der Beziehungen zwischen den einzelnen statistischen Auswerteverfahren [25].	17
Abbildung 2-4: Probennahme am gewalzten Rundstab [5]......	18
Abbildung 2-5: Darstellung der Gumbel-Verteilung und Abschätzung des maximalen nichtmetallischen Einschlusses z_V [5].	19
Abbildung 2-6: Bestimmung des kritischen Grenzwertes u [5].	22
Abbildung 2-7: Vergleich der vorhergesagten maximalen Einschlussgrößen (anm. engl.: inclusion size) in Abhängigkeit der logarithmisch skalierten Stahlmasse (anm. engl.: Weight of steel) ermittelt durch die Gumbel-Verteilung (Anm. engl.: SEV), die Pareto-Verteilung (Anm. engl.: GPD) und die allgemeine Extremwertverteilung (Anm. engl.: GEV): 40 Proben mit einer Fläche S_0 von je 200 mm ² (A+B) [5].	24
Abbildung 2-8: Vergleich der vorhergesagten maximalen Einschlussgrößen und den Maximum-Likelihood-Konfidenzintervallen abgeschätzt durch die Gumbel- und Pareto-Methoden für 40 Probenflächen (mit $S_0=100$ mm ²) [24]......	24
Abbildung 2-9: Einschlussgrößen und Konfidenzintervalle des maximalen nichtmetallischen Einschlusses vorhergesagt durch: (a) die Gumbel bzw. exponentielle Pareto-Verteilung	

(Anm. engl.: EXPGPD) (b) die Pareto-Verteilung mit abgeschätztem Formparameter ξ (Anm. engl.: varying ξ) bzw. konstantem ξ ($=-0,1$) [24]..... 26

Abbildung 2-10: Einfluss der Anzahl der untersuchten Probenflächen (Anm. engl. Number of sample areas) auf die Vorhersage der maximalen Einschlussgröße (Anm. engl. Estimated inclusion size) in einer Stahlmasse von 100 Tonnen durch die Gumbel-Verteilung [24]. 27

Abbildung 2-11: Einfluss der Anzahl der untersuchten Probenflächen (Anm. engl. Number of sample areas) auf die Vorhersage der maximalen Einschlussgröße (Anm. engl. Estimated inclusion size) in einer Stahlmasse von 100 Tonnen durch die Pareto-Verteilung [24]..... 27

Abbildung 2-12: Vergleich der vorhergesagten charakteristischen maximalen Einschlussgrößen (anm. engl.: inclusion size) in Abhängigkeit der logarithmisch skalierten Stahlmasse (anm. engl.: $\text{Log}_{10}(\text{Weight of steel})$) ermittelt durch die Pareto-Verteilung und die Log-Normalverteilung (Anm. engl.: Log-normal) der Stahlproben A + B [27]..... 30

Abbildung 2-13: Darstellung der Extremwert-Verteilung (Gumbel) für verschiedene Auswerteverfahren (Lichtmikroskop= S_0 bzw. Lastwechselversuch= fracture origin) für Stahlprobe A (linke Seite) und Stahlprobe B (rechte Seite) [31]..... 32

Abbildung 2-14: Darstellung der Extremwert-Verteilung (Gumbel) der gefunden Einschlüsse für verschiedene Auswerteverfahren (Lichtmikroskop= S_0 bzw. Lastwechselversuch= fracture origin) und untersuchten Schliffflächen transformiert in die Referenzfläche $S_{ref} = 0,384 \text{ mm}^2$ 33

Abbildung 2-15: Darstellung der Extremwert-Verteilung der gefunden Einschlüsse im Vergleich zur statistischen Auswertemethode nach Beretta [31]. 34

Abbildung 3-1: Herstellung verschiedener Warmarbeitsstähle bei Böhler Edelstahl GmbH & Co KG [35]. 37

Abbildung 3-2: Pulvermetallurgische Herstellungsablauf des Kaltarbeitsstahles W5 bei Böhler Edelstahl GmbH & Co KG [4]. 37

Abbildung 3-3: Spannungs-Zeitverlauf mit eingetragenen Parametern zur Beschreibung der Lastwechselversuche mit konstanter Spannungsamplitude [36]. 42

Abbildung 3-4 (a): Ermüdungsversuchsapparatur sowie Spannungs- und Verschiebungsverlauf (linke Abbildung); **(b)** Plan einer typischen Probengeometrie (rechte Abbildung)..... 42

Abbildung 3-5: Anwendung der Staircase-Methode für 22 Proben im Lastwechselversuch. 43

Abbildung 3-6: Statistische Auswertung hinsichtlich des Zusammenhangs zwischen REM/EDX- Analyse und Ermüdungsversuch.	45
Abbildung 3-7: Zweidimensionale Verteilung ermittelt aus den REM/EDX-Daten.	46
Abbildung 3-8: Annäherung der Fitkurve/Extrapolationsfunktion an die zweidimensionale REM/EDX-Verteilung.	47
Abbildung 3-9: Schnittdarstellung eines mit Kugeln gefüllten Quaders.	48
Abbildung 3-10: Schnittdarstellung einer mit Kugeln durch mehrere parallele Platten [40].	49
Abbildung 3-11: Dreidimensionale Verteilung zur Ermittlung der Korrelation mit den GCF-Ergebnissen.	49
Abbildung 3-12: Die drei Verschiedenen Erscheinungsformen der kumulativen Extremwert-Verteilung. $\sigma=30$, $\mu=50$ und ξ im Diagramm angegeben.	51
Abbildung 3-13: Korrelation zwischen REM/EDX- und GCF-Versuch-Ergebnissen mittels Ranking Variable.	53
Abbildung 4-1: Mittelwerte sämtlicher Chargen für die bezogenen Einschlussflächen der einzelnen Produktionsrouten.	55
Abbildung 4-2: Bezogene Einschlussflächen der einzelnen Produktionsrouten.	56
Abbildung 4-3: Bezogene Einschlussflächen der einzelnen Chargen.	56
Abbildung 4-4: Anzahl der gefundenen Einschlüsse pro Typ der einzelnen Chargen des W1.	58
Abbildung 4-5: Anzahl der gefundenen Einschlüsse pro Typ der einzelnen Chargen des W2.	59
Abbildung 4-6: Anzahl der gefundenen Einschlüsse pro Typ der einzelnen Chargen des W3.	60
Abbildung 4-7: Anzahl der gefundenen Einschlüsse pro Typ der einzelnen Chargen des W4.	61
Abbildung 4-8: Anzahl der gefundenen Einschlüsse pro Typ der einzelnen Chargen des W5.	62
Abbildung 4-9: Vergleich der Größenverteilungen der einzelnen Werkstoffe (außer W5)...	63
Abbildung 4-10: Ternäres System Mg-Al ₂ O ₃ -CaO-MgO +S: (a) W1 (b) W2 (c) W3 (d) W4.	64
Abbildung 4-11: Ternäres System CaO-MnS-CaS: (a) W1 (b) W2 (c) W3 (d) W4.....	65

Abbildung 4-12(a): X-Y-Verteilung und Einschlussgröße (ECD) des W1 Charge B	
(b): Charge E.....	66
Abbildung 4-13: Mittlere und maximale Einschlussgröße ($\sqrt{\text{Fläche}}$) W1.....	67
Abbildung 4-14: X-Y-Verteilung und Einschlussgröße (ECD) des W2 Charge L.....	67
Abbildung 4-15: Mittlere und maximale Einschlussgröße ($\sqrt{\text{Fläche}}$) W2 (a.) W3 (b.).....	68
Abbildung 4-16: X-Y-Verteilung und Einschlussgröße (ECD) des W4 Charge M.....	68
Abbildung 4-17(a): Mittlere und maximale Einschlussgröße ($\sqrt{\text{Fläche}}$) W1 (b): W5.....	69
Abbildung 4-18: Bruchauslösender nichtmetallischer Einschluss im Falle des Werkstoffs W1 B.....	70
Abbildung 4-19: Bruchauslösender nichtmetallischer Einschluss im Falle des Werkstoffs W4 M.....	70
Abbildung 4-20: Ertragbare Spannungsamplitude der einzelnen Chargen im UHCF-Versuch.....	71
Abbildung 4-21: Korrelation des Längen/Breiten-Verhältnisses der NME gefunden auf der Bruchoberfläche und der ertragbaren Spannungsamplitude.....	72
Abbildung 4-22: Dreidimensionale Verteilung der REM/EDX und GCF-Auswertung des W1.....	73
Abbildung 4-23: Dreidimensionale Verteilung der REM/EDX und GCF-Auswertung des W2.....	74
Abbildung 4-24: Dreidimensionale Verteilung der REM/EDX und GCF-Auswertung des W3.....	74
Abbildung 4-25: Dreidimensionale Verteilung der REM/EDX und GCF-Auswertung des W4.....	75
Abbildung 4-26: Dreidimensionale Verteilung der REM/EDX und GCF-Auswertung des W5.....	75
Abbildung 4-27(a): Korrelation zwischen Rankingvariable der GCF-Auswertung (b): der REM/EDX-Auswertung und der ertragbaren Spannungsamplitude im GCF-Versuch.....	76
Abbildung 4-28: Korrelation zwischen den Rankingvariablen der einzelnen Werkstoffe.....	76
Abbildung 4-29: Korrelation zwischen den Rankingvariablen S_{GCF} (links) und S_{SEM} (rechts) mit der Brucheinschnürung.....	77

Abbildung 4-30: Korrelation zwischen den Rankingvariablen S_{GCF} (links) und S_{SEM} (rechts) mit der Kerbschlagbiegearbeit.	78
Abbildung 4-31: Korrelation zwischen den Rankingvariablen S_{GCF} (links) und S_{SEM} (rechts) mit der Schlagbiegearbeit.....	78
Abbildung 5-1: Maximale und mittlere Einschussgröße der einzelnen Prozessrouten.....	80
Abbildung 5-2: Korrelation zwischen den Rankingvariablen S_{GCF} und S_{SEM}	83
Abbildung A-1 (a): Vergleich der Größenverteilungen der einzelnen Chargen des Werkstoffes W1 (b): W2.....	1
Abbildung A-2(a): Vergleich der Größenverteilungen der einzelnen Chargen des Werkstoffes W3 (b): W4.....	2
Abbildung A-3: Vergleich der Größenverteilungen der einzelnen Chargen des Werkstoffes W5.....	2
Abbildung A-4: Häufigkeitsverteilungen nach Größenklassen der einzelnen Chargen des Werkstoffes W1.....	3
Abbildung A-5: Häufigkeitsverteilungen nach Größenklassen der einzelnen Chargen des Werkstoffes W2.....	4
Abbildung A-6: Häufigkeitsverteilungen nach Größenklassen der einzelnen Chargen des Werkstoffes W3.....	5
Abbildung A-7: Häufigkeitsverteilungen nach Größenklassen der einzelnen Chargen des Werkstoffes W4.....	6
Abbildung A-8: Häufigkeitsverteilungen nach Größenklassen der einzelnen Chargen des Werkstoffes W5.....	7
Abbildung A-9: Ternäre Systeme Al_2O_3 -CaO-MgO +S der einzelnen Chargen des W1.....	8
Abbildung A-10: Ternäre Systeme Al_2O_3 -CaO-MgO +S der einzelnen Chargen des W2.....	9
Abbildung A-11: Ternäre Systeme Al_2O_3 -CaO-MgO +S der einzelnen Chargen des W3....	10
Abbildung A-12: Ternäre Systeme Al_2O_3 -CaO-MgO +S der einzelnen Chargen des W4....	11
Abbildung A-13: Ternäre Systeme CaO-MnS-CaS der einzelnen Chargen des W1.....	12
Abbildung A-14: Ternäre Systeme CaO-MnS-CaS der einzelnen Chargen des W2.....	12
Abbildung A-15: Ternäre Systeme CaO-MnS-CaS der einzelnen Chargen des W3.....	13
Abbildung A-16: Ternäre Systeme CaO-MnS-CaS der einzelnen Chargen des W4.....	14

Abbildung A-17: X-Y-Verteilung und Einschlussgröße (ECD) des W1..... 15

Abbildung A-18: X-Y-Verteilung und Einschlussgröße (ECD) des W2..... 16

Abbildung A-19: X-Y-Verteilung und Einschlussgröße (ECD) des W3..... 17

Abbildung A-20: X-Y-Verteilung und Einschlussgröße (ECD) des W4..... 18

Abbildung A-21: X-Y-Verteilung und Einschlussgröße (ECD) des W5 AA..... 18

Abbildung B-22: Dreidimensionale Verteilung der REM/EDX und GCF-Auswertung des W1..... 1

Tabellenverzeichnis

Tabelle I: Chemische Zusammensetzung des Warmarbeitsstahles X38 CrMoV 5-1 [2].....	3
Tabelle II: Physikalische und mechanische Eigenschaften des X38 CrMoV 5-1 [2].....	4
Tabelle III: Chemische Zusammensetzung des Kaltarbeitsstahles X100CrMoV5 [4].....	5
Tabelle IV: Physikalische und mechanische Eigenschaften des X100CrMoV5 [4].....	6
Tabelle V: Vergleich der einzelnen Auswertemethoden [6].....	15
Tabelle VI: Produktionsrouten der untersuchten Werkzeugstähle.	36
Tabelle VII: Probenbezeichnungen und Prozessparameter der untersuchten Werkstoffe (Endgeometrie= Walzabmessung).....	38
Tabelle VIII: Probenbezeichnungen und Prozessparameter der untersuchten Werkstoffe (Endgeometrie= geschmiedet).....	39
Tabelle IX: Messeinstellungen der REM/EDX-Untersuchungen bei der BEG.....	40
Tabelle X: Klasseneinteilung der nichtmetallischen Einschlüsse nach BEG.	41
Tabelle XI: Zweidimensionale Fitfunktionen.	47
Tabelle XII: Anzahl der NME pro Charge pro mm ² des Werkstoffes W1.....	57
Tabelle XIII: Anzahl der NME pro Charge pro mm ² des Werkstoffes W2.....	58
Tabelle XIV: Anzahl der NME pro Charge pro mm ² des Werkstoffes W3.....	59
Tabelle XV: Anzahl der NME pro Charge pro mm ² des Werkstoffes W4.....	60
Tabelle XVI: Härtewerte der einzelnen Werkstoffe in HRC.....	81

1 Einleitung

Die Vorhersage des größten nichtmetallischen Einschlusses in einem großen Volumen Stahl, ausgehend von Daten ermittelt an verhältnismäßig sehr kleinen Proben, stellt eine Schlüsselfrage für Stahlerzeuger und -nutzer dar. Auf Grund des großen Aufwands der mit Durchführung von Ultra high cycle fatigue Versuchen (UHCF) zum Auffinden dieser maximalen nichtmetallischen Einschlüsse (NME) verbunden ist, wird nach Möglichkeiten gesucht um diese durch raschere Auswerteverfahren zu ersetzen. Ein möglicher Ansatz ist dabei der Einsatz von statistischen Auswertemethoden, basierend z.B. auf der allgemeinen Extremwerttheorie. Damit allein durch die Daten ermittelt in einer REM/EDX-Analyse eines metallischen Schliffes eine Aussage über die Verteilung großer Einschlusspartikel getroffen werden kann. Deshalb wird im Rahmen dieser Masterarbeit ein an der Universität Karlstad entwickeltes Auswerteschema verwendet, um die Verteilung maximaler Einschlüsse vorhersagen zu können.

Ein weiterer Aspekt welcher behandelt wird, ist der Unterschied einzelner Herstellvarianten bei der Produktion von Warmarbeitsstählen bzw. eines Kaltarbeitsstahles hinsichtlich deren Reinheitsgradunterschiede.

Im theoretischen Teil wird der Einfluss nichtmetallischer Einschlüsse auf die Ermüdungseigenschaften erörtert. Weiters werden unterschiedliche Verfahren, deren Vorteile und Nachteile bezüglich der Reinheitsgraduntersuchung beschrieben und diskutiert. Anschließend wird auf verschiedene statistische Auswertemethoden zur Vorhersage maximaler NME im Stahl eingegangen.

Im praktischen Teil werden Versuchsanordnungen und Parameter beschrieben und anschließend die Ergebnisse dargestellt und diskutiert.

2 Theoretischer Teil

Im theoretischen Teil dieser Masterarbeit werden die untersuchten Werkstoffe sowie der Einfluss von nichtmetallischen Einschlüssen auf mechanische Kennwerte beschrieben. Des Weiteren erfolgen Vergleiche unterschiedlicher Methoden zur Reinheitsgradbestimmung und statistische Auswertemöglichkeiten zur Vorhersage großer/maximaler auftretender NME in definierten Stahlvolumina.

2.1 Untersuchte Werkstoffe

Bei den betrachteten Werkstoffen handelt es sich um mehrere Warmarbeitsstähle und einen Kaltarbeitsstahl. Grundsätzliche Eigenschaften und die Legierungslage, als auch typische Anwendungsgebiete werden im folgenden Abschnitt erläutert.

2.1.1 Warmarbeitsstahl

Warmarbeitsstähle zählen zur Kategorie der Werkzeugstähle und kommen vor allem für die spanlose Formgebung von Werkstoffen zum Einsatz. Die Verarbeitungs- und Werkstücktemperaturen liegen bei 400 bis 1200°C. Werkzeuge aus Warmarbeitsstahl weisen eine dauerhafte Oberflächentemperatur von über 200°C auf. Die Einsatzkontaktzeiten reichen von Sekundenbruchteilen beim Gesenkschmieden bis zu Minuten beim Strangpressen und Sintern [1].

Die Cr-Mo-V legierten Stähle zeichnen sich durch hohe Zähigkeit, sehr gute Warmfestigkeitseigenschaften, besonders gute Lufthärtbarkeit und erhöhte Temperaturwechselbeständigkeit aus. Letztere ermöglicht eine Wasserkühlung des Werkzeugs im Einsatz [1,2].

▪ **Legierungskonzept**

Die chemische Zusammensetzung eines Warmarbeitsstahles (X38 CrMoV 5-1), welcher auch im Rahmen dieser Arbeit behandelt wird, ist in **Tabelle I** angeführt.

Tabelle I: Chemische Zusammensetzung des Warmarbeitsstahles X38 CrMoV 5-1 [2].

Norm	Werkstoffnummer	C [%]	Si [%]	Mn [%]	Cr [%]	Mo [%]	V [%]
X38 CrMoV 5-1	1.2343	0,38	1,10	0,40	5,00	1,30	0,40

▪ **Mechanische und physikalische Eigenschaften**

Die Beanspruchung von Werkzeugen für die Warmumformung richtet sich nach der Art des zu verarbeitenden Werkstoffes und der verlangten Arbeitsweise. Alle Warmarbeitsstähle sollen die Forderung nach hoher Anlassbeständigkeit erfüllen. Zusätzlich sind ausreichende Warmfestigkeit und ein hoher Verschleißwiderstand notwendig. Der Großteil der Warmformungsprozesse erfordert des Weiteren gute Warmzähigkeit und möglichst hohe Temperaturwechselbeständigkeit. Letztere Eigenschaft ist von der Wärmeleitfähigkeit stark abhängig, da Brandrisse in der unzureichenden Wärmeabfuhr und den damit verbundenen Wärmespannungen ihre Ursache haben [1].

Chrom, Molybdän, Vanadin und Wolfram ergeben in aufeinander abgestimmten Verhältnissen vor allem die geforderte Anlassbeständigkeit und gute Warmfestigkeit. Sie fördern darüber hinaus auch die Warmverschleißhärte durch die Bildung von Karbiden. Der erhöhte Siliziumgehalt verbessert die Dauerfestigkeit bei wechselbeanspruchten Warmarbeitsstählen und steigert somit ihre Einsatzdauer [1].

Der X38 CrMoV 5-1 zeigt durch seine Zusammensetzung und die geeignete Wärmebehandlung, die in **Tabelle II** aufgelisteten physikalischen und mechanischen Eigenschaften.

Tabelle II: Physikalische und mechanische Eigenschaften des X38 CrMoV 5-1 [2].

Physikalische Eigenschaften	ET= 500 °C	Mechanische Eigenschaften	ET= 500 °C
Elastizitätsmodul [kN/mm ²]	176	Härte nach dem Weichglühen [HB]	205
Dichte [kg/dm ³]	7,64	Härte nach dem Härten [HRC]	52-56 50-54
Spez. elektr. Widerstand [Ohm·mm ² /m]	0,86	Härte nach dem Anlassen bei (600 °C) [HRC]	48
Spezifische Wärme [J/(kg·K)]	550	Zugfestigkeit [N/mm ²]	1100
Wärmeleitfähigkeit [W/(m·K)]	29,5	0,2% Dehngrenze [N/mm ²]	900
Wärmeausdehnung zw. 20 °C und 500 °C [(10 ⁻⁶ m)/(m·K)]	12,9	ET ... Einsatztemperatur	

Einsatzgebiete von Warmarbeitsstählen

Die Anwendungsgebiete der Warmarbeitsstähle reichen von Gesenkschmieden, über das Warmfließpressen bis hin zum Druckgießen von Nichteisenmetalllegierungen [1].

Der X38 CrMoV 5-1 findet seinen Einsatz vornehmlich in hochbeanspruchten Werkzeugen, die zur Fertigung von Schrauben, Muttern, Nieten und Bolzen dienen. Sie werden auch als Pressdorne, Pressmatrizen und Blockaufnehmer für das Metallrohr- und Strangpressen von Leichtmetalllegierungen verwendet [2].

2.1.2 Kaltarbeitsstahl

Neben Schnell- und Warmarbeitsstählen stellen die Kaltarbeitsstähle die dritte große Gruppe der Werkzeugstähle. Wie der Name schon ausdrückt, werden die Kaltarbeitsstähle bei Raum- und leicht erhöhten Temperaturen (bis 250 °C) zur Formgebung von Werkstoffen eingesetzt. Aus den Kaltarbeitsstählen werden z.B. Hochleistungsschneidwerkzeuge hergestellt [1].

Zu den wichtigsten Eigenschaftsmerkmalen zählen Schneidhaltigkeit, Verschleißbeständigkeit und Maßhaltigkeit. Durch die legierungsbedingte Karbidstruktur (insbesondere bei ledeburitischen Kaltarbeitsstählen) ist das Zähigkeitsverhalten niedriger und führt bei Biege- und Scherbeanspruchungen zu Werkzeugbrüchen oder Schneidausbrüchen. Zur Erhöhung der Duktilität und Verbesserung der Ermüdungseigenschaften des Werkzeugs, wird unter anderem die pulvermetallurgische Herstellung (fein verteilte Karbide) angewandt [1].

Legierungskonzept

Die chemische Zusammensetzung eines legierten Kaltarbeitsstahles ist in **Tabelle III** angeführt.

Tabelle III: Chemische Zusammensetzung des Kaltarbeitsstahles X100CrMoV5 [4].

Norm	Werkstoffnummer	C [%]	Si [%]	Mn [%]	Cr [%]	Mo [%]	V [%]
X100CrMoV5-1	1.2363	1,00	0,30	0,55	5,20	1,10	0,25

Mechanische und physikalische Eigenschaften

Zur Erreichung einer hohen Verschleißbeständigkeit werden höchste noch handhabbare Karbidgehalte eingestellt. Hierzu werden karbidbildende Elemente wie Chrom, Molybdän, Vanadium und Wolfram legiert [1].

Dem entgegen steht die Forderung nach einer hohen Zähigkeit, welche besonders bei Werkzeugen mit hohen Zugspannungen an der Oberfläche während des Einsatzes eine entscheidende Rolle spielt. Als Beispiele sind hierfür das Kaltumformen oder Stanzen mit dünnen Werkzeugdicken zu nennen [3].

Eine hohe Druckbeständigkeit ist erforderlich, um bei hohen mechanischen Druckbeanspruchungen ein plastisches Verformen des Werkzeugs zu verhindern. Eine plastische Verformung würde zu einer veränderten Form des Werkstückes führen und damit die Standzeit deutlich herabsetzen. Als typische Beispiele sind hier Gewindewalzen und Prägen zu nennen [3].

Der W5 zeigt durch seine Zusammensetzung und die geeignete Wärmebehandlung, die in **Tabelle IV** aufgelisteten physikalischen und mechanischen Eigenschaften.

Tabelle IV: Physikalische und mechanische Eigenschaften des X100CrMoV5 [4].

Physikalische Eigenschaften	ET= RT	Mechanische Eigenschaften	ET= RT
Elastizitätsmodul [kN/mm ²]	190,0	Härte nach dem Weichglühen [HB]	240
Dichte [kg/dm ³]	7,7	Härte nach dem Anlassen zwischen 550 und 550 °C [HRC]	57-58
Spez. elektr. Widerstand [Ohm·mm ² /m]	0,52	Wärmeleitfähigkeit [W/(m·K)]	26,0
Spezifische Wärme [J/(kg·K)]	460	Wärmeausdehnung zw. 20 °C und 500 °C [(10 ⁻⁶ m)/(m·K)]	11,7

Einsatzgebiete von Kaltarbeitsstählen

Kaltarbeitsstähle werden grundsätzlich dort eingesetzt, wo Arbeitstemperaturen von 250 °C nicht überschritten werden. Derartige Hauptanwendungsprozesse sind folgend zusammengefasst [4]:

- Schneiden (Stempel und Matrizen)
- Stanzen (Normal- und Feinstanzen)
- Kaltumformen (Fließpressen, Gewindewalzen, Tiefziehen, Prägen)
- Messer (Kaltscheren, Furniermesser)
- Kaltwalzen, Profilwalzen

Bei höheren Kobalt- und Wolframgehalten können Kaltarbeitsstähle zum Teil auch für Halbwarmumformoperationen im unteren Temperaturbereich eingesetzt werden.

2.2 Einflüsse von nichtmetallischen Einschlüssen auf die mechanische Eigenschaften von Stählen

Nichtmetallische Einschlüsse haben einen großen Einfluss auf die Eigenschaften von Stählen, obwohl der Gehalt an Einschlüssen durch moderne Technologien deutlich reduziert wird. Üblicherweise stellen harte Oxide die schädlichsten Einschlüsse dar, denn vor allem sie sind für Ermüdungsbrüche verantwortlich [5].

Der Einfluss von NME auf die mechanischen Eigenschaften eines Werkstoffes ist im Allgemeinen abhängig von folgenden Parametern [6]:

- Chemischer Zusammensetzung
- Größe
- Anzahl
- Dichte
- Abstand zur Oberfläche und
- Morphologie
- Verteilung

2.2.1 Einfluss auf Ermüdungseigenschaften

Laut Atkinson *et al* [6] sind die Ermüdungseigenschaften beeinflusst durch die Größe der nichtmetallischen Einschlüsse. D.h. das Ermüdungslimit wird durch die steigende Einschlussgröße herabgesetzt. Überdies sind Einschlusspartikel in Oberflächennähe, durch ungünstigere vorliegende Spannungszustände gefährlicher als jene im Inneren des Werkstoffes.

Folglich Huchtemann [7] und Hatto [8] wird anhand der Erscheinungsformen von Oxiden, Sulfiden und Titankarbonitriden deutlich, dass zwischen unkritischen und weniger kritischen verformbaren NME (Sulfide und Silikate) sowie kritischeren nicht bzw. nur gering verformbaren Einschlüssen (globulare Ca-Aluminate ($\text{CaO}\cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3$)) oder eckigen scharfkantigen NME ($\text{Ti}(\text{C}, \text{N})$) unterschieden werden muss.

Unter der Beachtung von Kriterien wie Größe, Härte, Scharfkantigkeit, thermische und elastische Kennwerte und Verformbarkeit im Vergleich zur umgebenden Matrix können nichtmetallische Einschlüsse nach ihrem Gefährdungspotential eingestuft werden. **Abbildung 2-1** zeigt in Abhängigkeit der Einschlussgröße die Schädlichkeitseinstufung von NME. Diese Klassifikation basiert auf einer Vielzahl von Schadensanalysen aus Biegewechselversuchen am Wälzlagerstahl 100Cr6. Die gefährlichsten Einschlüsse sind insbesondere aufgrund geringer thermischer Kontraktion unverformbare globulare Ca-Aluminate ($\text{CaO}\cdot 2\text{Al}_2\text{O}_3$), harter Korund Al_2O_3 oder Spinell $\text{MgO}\cdot\text{Al}_2\text{O}_3$ sowie scharfkantige Titankarbonitride $\text{Ti}(\text{C}, \text{N})$, wobei die Schädlichkeit mit der Einschlussgröße zunimmt [7,8].

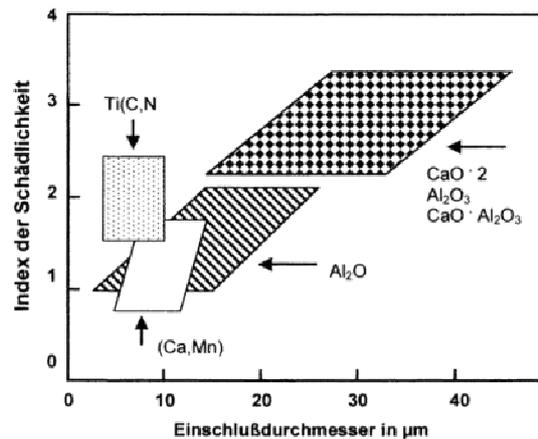


Abbildung 2-1: Schädlichkeit verschiedener Einschlüsse im Wälzlagerstahl 100Cr6 [8].

Spannungsspitzen an der Grenzfläche zwischen Einschluss und Matrix sind die Ausgangspunkte für Ermüdungsriß-Initialisierung. Diese entstehen durch die Überlagerung von betriebsbedingten Spannungen und Eigenspannungen im Werkstoff. Die Eigenspannungen existieren durch den unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von NME und Matrix, während der Erstarrung. Durch das Abkühlen des Stahls entstehen bei Einschlüssen mit einer niedrigeren Wärmekontraktion (v.a. Ca-Aluminate, Spinelle, Silikate und Nitride) als der umgebenden Matrix Druck- und Zugeigenspannungen. Mit zunehmender Größe des NME steigen die Eigenspannungen und somit auch die Wahrscheinlichkeit für eine Rissinitialisierung [6,8].

Zusätzlich sind auch exogene Einschlüsse besonders schädlich für die Ermüdungseigenschaften, durch ihre erhebliche Größe einerseits und der ungleichförmigen Oberfläche andererseits [6].

2.2.2 Einfluss auf das Bruchverhalten

Nichtmetallische Einschlüsse in einer Stahlmatrix beeinflussen die mechanischen Eigenschaften nach Simpson *et al* [10] durch 3 wesentliche Mechanismen:

- (1) Sie stellen bevorzugte Orte für eine Rissinitialisierung dar
- (2) Sie stellen eine Pfad für die Rissausbreitung dar
- (3) Sie verringern die Querschnittsfläche der mit Spannung beaufschlagten Stahlmatrix

Zu Folge Pacyna [11] ist der Einfluss von nichtmetallischen Einschlüssen im Bezug auf die Zähigkeit von Warmarbeitsstählen abhängig von der Einschlussverteilung und der Härte des

Stahls. Eine gleichmäßige Verteilung wird als harmlos für die Bruchzähigkeit betrachtet. Bei hohen Härtegraden wirken NME, durch ihre Wechselwirkung mit kleinen Bereichen plastischer Dehnung, sogar als natürliche Hindernisse gegen das Risswachstum. Bei niedrigen Härtegraden, bedingt durch Anlassen bei höheren Temperaturen, nimmt der Einfluss der NME im Hinblick auf die Rissbildung durch große auftretende Karbide (aus dem Martensit ausgeschieden) ab. Mikro-Hohlräume gebildet um diese Karbide, welche rascher zusammenwachsen, im Vergleich zu Hohlräumen gebildet um Einschlüsse, bestimmen somit die Rissausbreitung und die Bruchzähigkeit.

2.3 Reinheitsgradbestimmung von Stählen

Es existieren derzeit einige verschiedene Methoden zur Bestimmung des Reinheitsgrades von Stählen. In diesem Abschnitt werden einige der am häufigsten angewandten Verfahren und die jeweiligen Probleme bzw. Vor- und Nachteile beschrieben.

2.3.1 Einleitung

Als Resultat der ständigen Entwicklungen im Bereich der Sekundärmetallurgie, wird der Reinheitsgrad (RHG) von Stählen kontinuierlich verbessert. Deshalb wird die Bestimmung von NME zunehmend erschwert. Zu Folge *Angeli* [12], werden nichtmetallische Einschlüsse in vier Größenklassen unterteilt:

- Makroeinschlüsse ($> 100 \mu\text{m}$)
- Mesoeinschlüsse ($> 30 \mu\text{m}$ und $< 100\mu\text{m}$)
- Mikroinschlüsse ($> 1 \mu\text{m}$ und $< 30 \mu\text{m}$)
- Submikroinschlüsse ($< 1 \mu\text{m}$)

Zur Beschreibung des Reinheitsgrades von Stählen wird unter anderem eine Verteilungskurve der Einschlüsse bestimmt (**Abbildung 2-2**). Der Makroreinheitsgrad hat dabei in den letzten Jahren qualitativ ein sehr hohes Niveau erreicht. Deshalb treten statistische Probleme bei der Ermittlung der Verteilung dieser großen Einschlüsse auf, weil sie ungleichmäßig verteilt mit einer geringen Häufigkeit in der Stahlmatrix vorliegen [12].

Mikroinschlüsse im Gegensatz dazu treten sehr häufig auf. Ihre Bestimmung kann quantitativ durchgeführt werden. Ebenso ist bedingt durch die große Anzahl eine repräsentative statistische Auswertung möglich. Umgekehrt liegen Probleme in der Detektion von Einschlüssen in der submikroskopischen Größenklasse vor (siehe gemessene

Verteilung **Abbildung 2-2**). Bei Durchmessern kleiner $1\ \mu\text{m}$ wird zum Teil das Auflösungs-limit unterschritten [12].

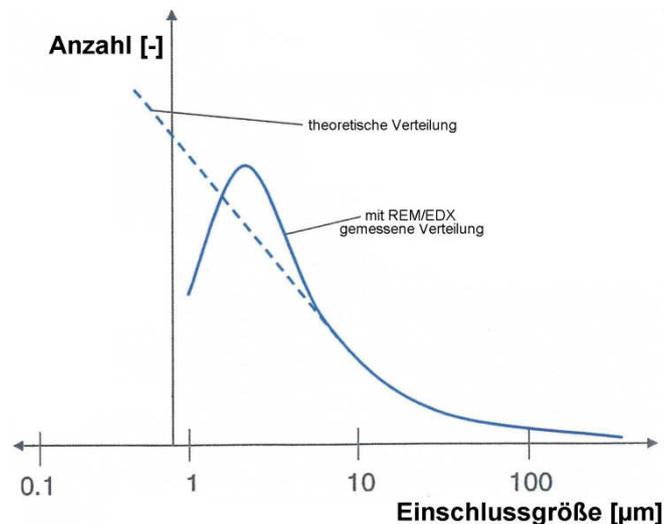


Abbildung 2-2: Allgemeine Häufigkeitsverteilung (theoretisch= strichliert, gemessen=durchgehend) der detektierten nichtmetallischen Einschlüsse [12].

2.3.2 Bildreihentafeln

Diese Methoden stellen die traditionellen Verfahren zur Beurteilung des Einschlussgehalts von Stählen dar. Sie dienen zur Detektion von nichtmetallischen Einschlüssen in Form von Oxiden und Sulfiden. Dabei werden die am Lichtmikroskop gefundenen NME mit Bildreihentafeln verglichen.

Obwohl Reinheitsgradbestimmung mittels Bildreihentafeln sehr rasch und einfach durchgeführt werden kann, ist dabei nachteilig, dass Karbide und Nitride nicht berücksichtigt werden. Außerdem sind weniger Informationen über die tatsächliche Größe und Morphologie der NME, im Gegensatz zu Bildanalysesystemen, bekannt [12]. Es werden nun die drei am häufigsten eingesetzten Methoden beschrieben.

▪ DIN 50 602

Diese Norm unterscheidet zwischen den folgenden 4 Klassen [13]:

- SS: Sulfidische Einschlüsse in Strichform (Mangansulfid)
- OA: Oxidische Einschlüsse in aufgelöster Form (Tonerdetyp)
- OS: Oxidische Einschlüsse in Strichform (Silikattyp)
- OG: Oxidische Einschlüsse in globularer Form

Für die Bestimmung des Reinheitsgrades existieren zwei verschiedene Verfahren. Bei beiden werden dabei die am Schliff mit Hilfe des Lichtmikroskops gefundenen Einschlüsse mit den Abbildungen der Bildreihentafel verglichen. In Folge einer Übereinstimmung werden der Typ und die dazugehörige Nummer (Berücksichtigung der Einschlussgröße) der jeweiligen Bildreihentafel notiert [13].

Zum einen erfolgt die Auswertung nach Methode M, wobei ausschließlich die maximale Einschlussgröße der verschiedenen Typen pro Sichtfenster detektiert wird. Und zum anderen Methode K, wo durch die Aufsummierung aller Einschlüsse mit einer Gewichtung der verschiedenen Einschlusstypen ein Summenwert K ermittelt wird [13].

▪ **ASTM E 45**

Generell ist diese Norm der DIN 50 602 sehr ähnlich. Die Norm kennt drei Richtreihen die mit "Plate I", "Plate II" und "Plate III" gekennzeichnet sind. Die Bildtafel zu Plate I ist in 4 Spaltengruppen zu den folgenden Einschlusstypen eingeteilt [14]:

- A: Sulfide
- B: Oxiden (aufgelöste Form)
- C: Oxide (Strichform)
- D: Oxide (globulare Form)

Jede dieser Gruppen ist noch einmal in dünne und in dicke Einschlüsse unterteilt. Desweiteren findet sich eine Klassifizierung in 5 Zeilen statt. Die Zeilen kennzeichnen die Länge (bei den Typen B und C) bzw. die Häufigkeit (bei den Typen A und D) der Einschlüsse. Im Gegensatz zu Plate I wird bei Plate II nur zwischen Gruppe B und C unterschieden. Plate III wird bei hochreinen Stählen (Vakuum erschmolzen) angewandt. Sie entspricht Plate I im Bezug auf die Gruppeneinteilung, jedoch erfolgt die Klassifizierung in 5 Zeilen mit zusätzlichen Halbschritten [14].

Ähnlich zur DIN 50 602 existieren mehrere verschiedene Verfahren zur Bestimmung des Reinheitsgrades. Das gebräuchlichste Prüfverfahren nach ASTM E 45 ist die Methode A. Für die Bewertung nach diesem Verfahren wird die "Plate I" eingesetzt. Dabei wird zu jedem Einschlusstyp die maximal im Schliff vorzufindende Größe ermittelt [14].

▪ **EN 10247**

DIN EN 10247 basiert auf den gleichen metallographischen Untersuchungsverfahren wie bisher angewandte Normen (siehe DIN 50 602 und ASTM E 45). Die unter dem Mikroskop beobachteten Einschlüsse werden ebenso mit Richtreihenbildern der Norm verglichen. Sie wurde für automatisierte Auswertung entwickelt [15].

Die in der DIN EN 10247 definierten Richtreihenbilder sind über mathematische Beziehungen voneinander abhängig und stellen jeweils die oberen Grenzen der Klassen dar. Die Bilder der Richtreihen bauen auf der Form und Anordnung der Einschlüsse auf. Dabei wird zwischen vier Arten α , β , γ , δ der Einschlüsse unterschieden. Die Morphologie und Größe (Länge, Breite und Fläche) der NME dient zur Klassifizierung [15].

Die Auswertung erfolgt hinsichtlich 3 verschiedener Möglichkeiten. Alle beziehen sich getrennt auf jede Einschlussart [15]:

- Ermittlung des größten Einschlusses
- Ermittlung des Messfeldes mit den meisten Einschlüssen oder
- Ermittlung der mittleren Einschlussgehalte

2.3.3 OES-PDA (Optical Emission Spectrometry with Pulse Discrimination Analysis)

Die optische Emissionsspektralanalyse mit Pulse Discrimination Analysis (OES-PDA) stellt derzeit die schnellste Methode zur Charakterisierung von nichtmetallischen Einschlüssen dar. In weniger als 10 Minuten kann eine wesentlich größere Fläche verglichen mit der REM/EDX-Analyse untersucht werden. NME und Inhomogenitäten kleiner als 12 μm werden dabei detektiert. Moderne Geräte sind in der Lage beinahe alle Elemente des Periodensystems innerhalb weniger Minuten zu identifizieren. Jedoch kann OES-PDA keine morphologischen Daten über die Einschlüsse liefern [16].

Die Eindringtiefe der OES-PDA mit ca. 1 μm ist vergleichsweise gering. Daher ist die optische Emissionsspektralanalyse vor allem für Defekte an der Materialoberfläche geeignet. Die resultierende Einschlussverteilung ist jedoch deutlich aussagekräftiger als bei anderen Methoden, bedingt durch die beträchtliche Menge an analysierten NME. Durch die Funken-Dispersion, ist eine exakte Bestimmung der Position von nichtmetallischen Einschlüssen nicht möglich. Die Position kann lediglich mit einer Genauigkeit von $\pm 3 \text{ mm}$ ermittelt werden. Des Weiteren liefert die OES-PDA keine Daten über die Morphologie der Einschlüsse [16].

▪ Messprinzip

Die OES-PDA basiert auf dem Prinzip der optischen Emissionsspektralanalyse. Dabei senden die auf nichtmetallische Einschlüsse in der Probe treffenden Funken Intensitätssignale aus. Ein Spektrometer detektiert die Lichtquanten, welche charakteristische Wellenlängen für spezifische Elemente besitzen. NME geben ein stärkeres Signal

als die umgebende Matrix ab und liefern dadurch ein Intensitätsschaubild. Strahlungsintensität ist dabei proportional zur Konzentration der Elemente [16,17].

2.3.4 REM/EDX

▪ Rasterelektronenmikroskop (REM)

Die stetigen Anforderungen an den mikroskopischen Reinheitsgrad von Stählen haben es notwendig gemacht, dass neben der lichtmikroskopischen Untersuchung diverse neue Verfahren Anwendung finden. Eine dieser Methoden ist die Analyse mit dem Rasterelektronenmikroskop (REM) in Verbindung mit einer energiedispersiven Röntgenmikroskopie (EDX).

Die REM-Auswertung basiert auf der Abrastrung einer Probe mittels feingebündelten Elektronenstrahls. Dieser Elektronenstrahl wird in einer Elektronenquelle erzeugt (Kathode). Durch ein zwischen Quelle und Anode liegendes elektrisches Feld, werden die Elektronen beschleunigt. Der auf die Probe auftreffende Elektronenstrahl löst auf dieser eine Reihe von Signalen aus, die durch geeignete Detektoren registriert und verstärkt werden [18].

Mittels eines Rastergenerators und elektromagnetischen Ablenkspulen wird der Strahl in einem rechteckigen Feld zeilenförmig über die Probenfläche geführt, wobei der Schreiberstrahl in der Bildröhre synchron dazu geführt wird. Dadurch wird eine eindeutige Zuweisung der Punkte zwischen dem abgerasterten Probenbereich und dem Blickfeld am Bildschirm erreicht [18].

▪ Elektronendispersive Röntgenmikroanalyse (EDX)

Ein Elektronenstrahl trifft die Oberfläche der leitenden Probe und führt dazu, dass Röntgenstrahlen von dem Auftreffpunkt emittiert werden. Die Energie dieser Röntgenstrahlen hängt vom getroffenen Material ab. Sie lässt sich zu analytischen Zwecken nutzen, da sie durch die Messung ihrer Energie die Ordnungszahl der ionisierten Atome bestimmen lässt. Je höher die Konzentration des bestimmten Elements in der Probe ist, desto höher ist auch die Intensität seiner charakteristischen Röntgenstrahlung. Die abgegebenen Röntgenlinien unterschiedlicher Energie und Intensität entsprechen somit der Zusammensetzung des untersuchten Materials [18].

▪ Durchführung der Analyse

Bei der Einschlussanalyse wird eine vordefinierte Fläche einer Schliifprobe Bildfeld für Bildfeld automatisch abgerastert. Aufgrund des Materialkontrastes im Rückstreuелеktronenmikroskop werden nichtmetallische Einschlüsse von der Stahlmatrix unterschieden. Ändert

sich bei der Abrasterung der Grauwert signifikant, so wird diese Stelle im Bild nach Position und Dimension vermessen und mithilfe des EDX-Systems die Elementzusammensetzung bestimmt. Auf diese Weise wird die gesamte Fläche abgerastert und die Daten aller Partikel werden nach, Größe, Form Zusammensetzung und Position gespeichert. Für die Auswertung werden alle Einschlüsse von mindestens 1 μm Größe herangezogen. Außerdem können Fehlmessungen durch das REM anhand der nachgeschalteten EDX-Analyse ausgeschieden werden, wenn die Zusammensetzung des vermeintlichen Einschlusses der Matrix entspricht [19,20].

Mithilfe einer Auswerterroutine werden die gefundenen Partikel entsprechend ihrer Elementzusammensetzung nach exakt definierten Einschlussklassen kategorisiert, sowie Anzahl, Form, Fläche und durchschnittliche Einschlusszusammensetzung je Typ ermittelt. Weiters werden Größenverteilung, die örtliche Verteilung der Einschlüsse auf der Probe sowie die chemische Zusammensetzung der Einschlüsse in Diagrammen graphisch dargestellt [19,20].

2.3.5 Extraktion

Die Metallmatrix kann in speziellen Medien chemisch bzw. elektrochemisch aufgelöst werden. Nach dem Auflösen des Stahls werden die unlöslichen nichtmetallischen Einschlüsse abgetrennt. Durch den zusätzlichen Einsatz von REM und Röntgendiffraktometer können deren Morphologie, Größenverteilung sowie Struktur ermittelt werden. Der Gehalt an Einschlüsse kann berechnet werden [6].

Der große Vorteil dieses Verfahrens liegt im großen Probenvolumen das untersucht werden kann als auch der umfangreichen Information hinsichtlich Anzahl und chemischer Zusammensetzung der NME. Nachteilig ist hingegen der große Zeitaufwand [6].

Ein weiteres Problem ist zum einen, dass durchs Lösemittel auch Teile der Matrix angegriffen und dadurch teilweise Übergangsmetalle gelöst werden. Und zum anderen, dass bei der Anwendung von Salzsäure Sulfide ebenfalls in Lösung gehen und sie dadurch nicht detektiert werden können [6,21]

2.3.6 Ermüdungstests

Die Anwendung von Ermüdungstests stellt eine sehr effektive Methode zur Detektion von NME dar. Dabei begünstigen eine niedrige Spannungsamplitude und eine hohe Lastwechselanzahl die Initialisierung von Rissen an großen Einschlüssen [22,23]

D.h. mit Hilfe von Ermüdungstests lassen sich große nichtmetallische Einschlüsse finden. Der Nachteil liegt jedoch darin, dass sich nur ein nichtmetallischer Einschluss im mit Spannung beanspruchten Volumen finden lässt.

Zur genauen Beschreibung der Geräteanordnung bzw. Funktionsweise und den Leistungsmerkmalen wird auf Kapitel 3 verwiesen.

2.3.7 Vergleich der einzelnen Methoden zur Reinheitsgradbestimmung

In **Tabelle V** sind die einzelnen Analyseverfahren zur Reinheitsgradbestimmung sowie die diversen Vor- und Nachteile angeführt. Dabei ist anzumerken, dass die einzelnen Daten, bis auf die Ermüdungsversuche, aus Literaturstelle [6] entnommen wurden. D.h. diese Werte basieren auf der Recherche von Atkinson. Andere Ergebnisse und Ansichten sind in dieser Tabelle nicht angeführt. Die Informationen im Bezug auf die Ermüdungsversuche stammen vom Autor dieser Masterarbeit.

Es ist zu erkennen, dass keine Methode sämtliche Vorteile beinhaltet. Nur die Kombination mehrerer Verfahren ermöglicht eine rasche und kostengünstige Reinheitsgraduntersuchung im Bezug auf den Mikro- und Makroreinheitsgrad.

Tabelle V: Vergleich der einzelnen Auswertemethoden [6].

	Bildreihentafel	OES-PDA	REM/EDX	Extraktion	Ermüdungsversuche
Morphologie	ja	-	ja	ja	-
Größenverteilung	ja	~	ja	ja	-
chemische Zusammensetzung	-	-	ja	ja	-
detektierbare Einschlussgröße [µm]	> 2	> 30-40	> 1	> 2	> 20-50
analysiertes Probenvolumen	mittel	klein	klein	sehr groß	sehr groß
Aufwand Probenvorbereitung	groß	gering	groß	gering	sehr groß
Analysedauer	~ 1 h	< 10 min	1-5 h	- 2 Wochen	~12 h

2.4 Statistik

Die Vorhersage des maximalen NMEs in einem großen Volumen Stahl, ausgehend von Daten ermittelt an verhältnismäßig sehr kleinen Proben, stellt eine Kernfragefrage für Stahlerzeuger und -nutzer dar.

Eine Möglichkeit ist die Annäherung einer Log-Normalverteilung an die gemessene Einschlussgrößenverteilung. Jedoch muss hierbei ein sehr großer Bereich an unterschiedlichen Partikelgrößen gemessen werden, inklusive den Einschlüssen kleiner 3 μm . Dadurch ist ein Lichtmikroskop nicht ausreichend, sondern der Einsatz eines Rasterelektronenmikroskops erforderlich. Zusätzlich beruht die Extrapolation auf der Annahme, dass die größten NME, das obere Ende der Verteilung, normalverteilt sind. D.h. wenn das Volumen an Stahl steigt, steigt auch die maximale Einschlussgröße. Jedoch stimmt die Existenz eines oberen Grenzwerts mehr mit den praktischen Erkenntnissen der Stahlerzeuger überein [24].

Diese oben genannten Probleme können durch die Verwendung von Vorhersagemethoden basierend auf der Extremwerttheorie bzw. Grenzwertmethoden vermieden werden. Einerseits durch die Messung des jeweils größten Einschlusses (Extremwertverteilung) und andererseits durch die Messung von Einschlüssen größer eines bestimmten Grenzwerts (Pareto-Verteilung), auf der untersuchten Probenfläche. Außerdem sind diese Methoden weniger stark von Annahmen über das obere Ende der Verteilung abhängig [5].

Einleitung in die verschiedenen Vorhersage-Methoden

Die charakteristische Größe des größten nichtmetallischen Einschlusses in einem großen Stahlvolumen kann durch Extremwertverteilungen (Allgemeine Extremwertverteilung) bzw. Grenzwertmethoden (Pareto-Verteilung) abgeschätzt werden. Im Falle der Extremwertverteilungen werden ausschließlich der größte detektierte NME pro Probenfläche zur Auswertung herangezogen. Die Pareto-Verteilung hingegen verwendet sämtliche Einschlüsse größer einem bestimmten Grenzwert [5].

In **Abbildung 2-3** sind die Vorhersagemethoden basierend auf der Extremwerttheorie und der Grenzwertverteilung zusammengefasst dargestellt.

Eine weitere Möglichkeit ist die Abschätzung durch eine Log-Normal-Verteilung. Diese ist jedoch in **Abbildung 2-3** nicht enthalten.

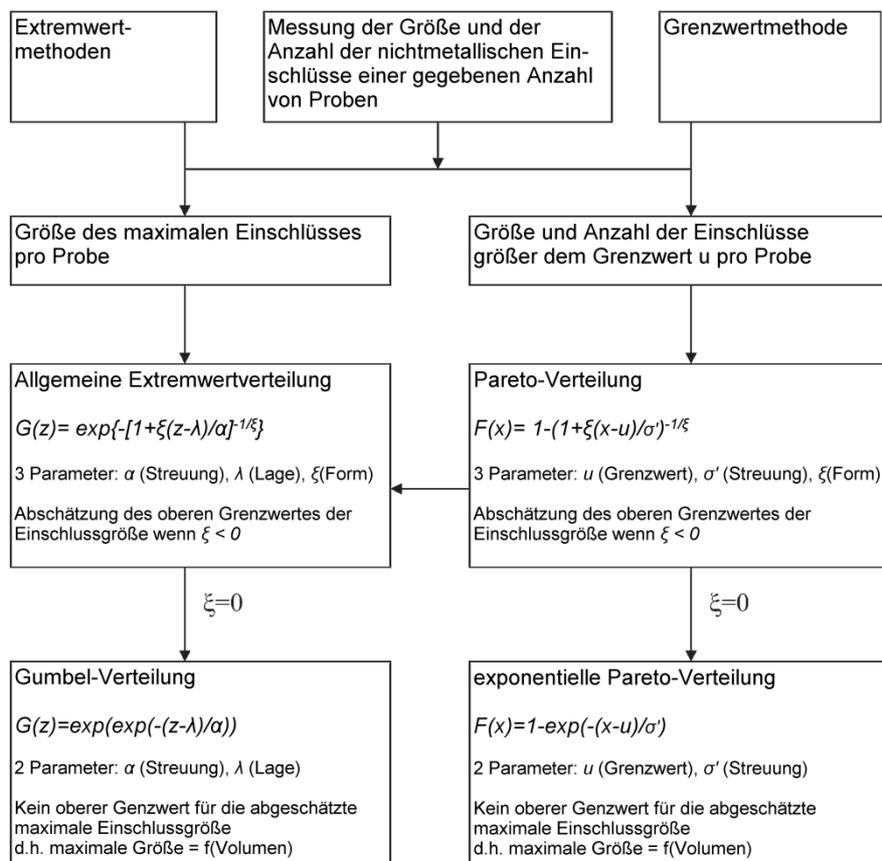


Abbildung 2-3: Darstellung der Beziehungen zwischen den einzelnen statistischen Auswerteverfahren [25].

Nachfolgend werden in jedem Abschnitt mehrere verschiedene Auswertemethoden beschrieben und anhand von Ergebnissen miteinander im Anschluss verglichen.

2.4.1 Vergleich der Methode nach Murakami (Extremwertverteilung) und der allgemeinen Pareto-Verteilung (Grenzwertmethode)

Im Kommenden werden nun diese beiden unterschiedlichen Verfahren zur Vorhersage der maximalen Einschlussgröße beschrieben, sowie anhand eines Beispiels miteinander verglichen. Hinsichtlich der Auswertung des maximalen Einschlusses auf der Probenfläche durch die Extremwerttheorie wird im speziellen die Methode nach Murakami [25] angewendet.

Experimentelle Untersuchung

Die Parameter des Versuchs wurden aus der Veröffentlichung von Shi et al [5] entnommen. Das Probenmaterial stammt aus einem gewalzten Rundstab mit einem Durchmesser von

40 mm. 40 Proben mit einer Länge von 20 mm und einer Dicke sowie Breite von 10 mm wurden im halben Radius des Rundstabs entnommen (**Abbildung 2-4**). Die polierte Probenoberfläche wurde in zwei gleich große Bereiche (A und B) mit jeweils 100 mm² Fläche unterteilt. Die Messung der Einschlüsse wurde mit Hilfe eines Lichtmikroskops durchgeführt, wobei NME, größer 3 µm Durchmesser, detektiert wurden. Der größte Einschluss pro Fläche (A, B und A+B) dient für die Extremwertanalyse nach Murakami [25], die Einschlüsse ab einem Grenzwert von 3 µm werden für die Analyse durch die Pareto-Verteilung herangezogen [5].

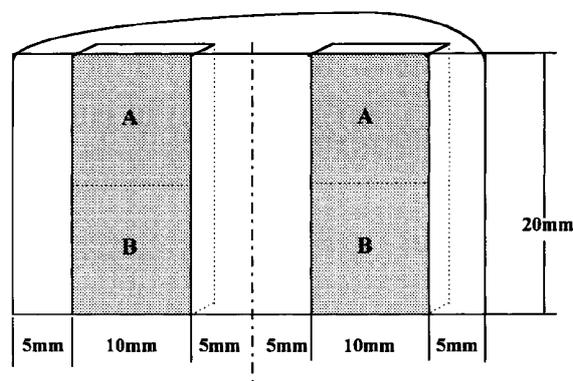


Abbildung 2-4: Probennahme am gewalzten Rundstab [5].

Die erhaltenen Daten von den Flächen A und B wurden getrennt bzw. gemeinsam (Fläche $A+B = 200 \text{ mm}^2$) in mehreren verschiedenen Kombinationen ausgewertet. Die aufbereitete Probenfläche, welche für die statistische Auswertung herangezogen wurde, beträgt daher 8000 mm² [5].

2.4.1.1 Vorhersage des maximalen NME in einem großen Stahlvolumen durch die Methode nach Murakami [25]

Shi *et al* [5] verwenden die Auswertemethode nach Murakami [25] für die oben genannte Probenanordnung. Die Ergebnisse im Vergleich zur Pareto-Verteilung werden anschließend dargestellt.

Das Grundprinzip der Extremwerttheorie ist, dass wenn eine große Anzahl an gesammelten Datenpunkten einer bestimmten Grundverteilung gehorcht, z.B. Normal-, Exponential- oder auch Log-Normalverteilung, die einzelnen Maxima ebenfalls einer Verteilung folgen, die sich aber von der Grundverteilung unterscheidet. Die durch Murakami [25] verwendete Verteilungsfunktion für diese maximalen Werte ist die Gumbel-Verteilung (auch Extremal-I-Verteilung):

$$G(z) = \exp\left(-\exp\left(-\frac{z-\lambda}{\alpha}\right)\right) \quad (1)$$

$G(z)$ ist die Wahrscheinlichkeit, dass der größte Einschluss kleiner als z ist, α und λ sind der Streuungs- und der Lageparameter.

Bei der Methode nach Murakami [25], wird eine Standardprobenfläche S_0 (mm²) definiert. Die Fläche des größten Einschlusses auf S_0 wird bestimmt und danach der äquivalente Durchmesser z ($=(\text{area}_{\max})^{1/2}$) durch die Bildung der Quadratwurzel aus der NME-Fläche ermittelt. Aus N Probenflächen S_0 wird dadurch jeweils die maximale Einschlussgröße ermittelt. Die Berechnung der kumulativen Verteilungsfunktion $G(z_{(i)})$ des i -ten größten NME mit der Größe $z_{(i)}$ erfolgt durch Gleichung 2:

$$G(z_{(i)}) = i/(N+1) = \exp\left(-\exp\left(-\frac{z_{(i)}-\lambda}{\alpha}\right)\right) \quad (2)$$

Dabei stellt $z_{(i)}$ den i -ten Eintrag in der nach der Größe aufsteigend geordneten $(\text{area}_{\max})^{1/2}$ -Reihe dar. Wenn nun die Verteilung von Gleichung 1 korrekt ist und die Einschlussgröße $z_{(i)}$ (Anm. engl.: Square root of area) gegen $-\ln(-\ln(i/(N+1)))$ (entspricht $-\ln(-\ln(\text{der kumulativen Verteilungsfunktion}))$) aufgetragen wird, ergibt sich näherungsweise eine Gerade (siehe **Abbildung 2-5**) mit der Steigung $1/\alpha$ und dem Ordinatenabschnitt $-\lambda/\alpha$, d.h. die maximale NME-Größe $((\text{area}_{\max})^{1/2})$ ergibt sich aus [5]:

$$(\text{area}_{\max})^{1/2} = \alpha \cdot y + \lambda. \quad (3)$$

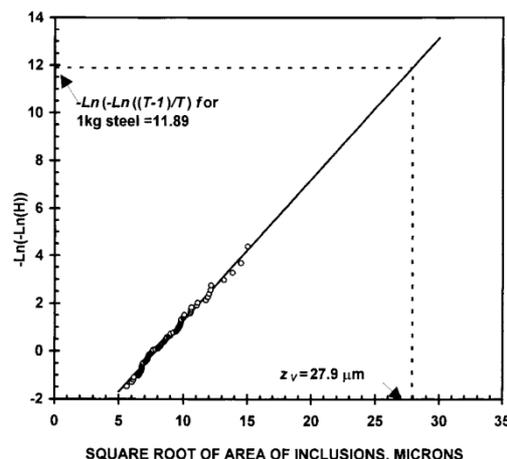


Abbildung 2-5: Darstellung der Gumbel-Verteilung und Abschätzung des maximalen nichtmetallischen Einschlusses z_v [5].

Für die Abschätzung der Verteilung von nichtmetallischen Einschlüssen in einem großen Stahlvolumen V , wird der Parameter T definiert als

$$T = V/V_0, \quad (4)$$

wobei V_0 das untersuchte Probenvolumen einer einzelnen Probe darstellt [5]. Die Ermittlung des Probenvolumens ergibt sich nach Murakami [25] aus

$$V_0 = h \cdot S_0. \quad (5)$$

Die Höhe h stellt den Mittelwert aller äquivalenten Durchmesser $z(i)=(area_{max,i})^{1/2}$ dar, von Einschluss $i=1$ bis N :

$$h = \frac{\sum(area_{max,i})^{1/2}}{N} \quad (6)$$

Daher kann die charakteristische Größe des sich in einem Stahlvolumen V befindlichen maximalen Einschusses z_V (**Abbildung 2-5**), durch das Lösen von Gleichung $G(z_V)=1-1/T$, gleichgesetzt mit Formel 1, berechnet werden 7.

$$\frac{z_V - \lambda}{\alpha} = -\ln \left(-\ln \left(\frac{T-1}{T} \right) \right) \quad (7)$$

Wenn die Anzahl der untersuchten Probenflächen N und die Standard Testfläche S_0 vor der Messung ermittelt werden, dann bestimmen die beiden Parameter α und λ der Gumbel-Verteilungsfunktion die Vorhersage [27].

Abschätzung der Parameter α und λ für die Gumbel-Verteilung

Die Werte von α und λ können mittels der Maximum-Likelihood-Methode für die maximal gefundenen Einschüsse auf N Probenflächen, z_1, \dots, z_N abgeschätzt werden. Die Likelihoodfunktion L ist durch das Produkt der Wahrscheinlichkeitsdichtefunktionen gegeben, korrespondierend zu Gleichung 1:

$$L = \prod_{i=1}^N \frac{1}{\alpha} \exp \left\{ - \left[\frac{z_i - \lambda}{\alpha} + \exp \left(\frac{-(z_i - \lambda)}{\alpha} \right) \right] \right\} \quad (8)$$

Die Bestimmung von α und λ welche die Likelihoodfunktion maximieren, geschieht numerisch [28].

2.4.1.2 Vorhersage des maximalen NME in einem großen Stahlvolumen mit Hilfe der allgemeinen Extremwertverteilung

Eine weitere Vorhersagemethode, basierend auf den maximalen Einschüssen (wie Murakami [25]), mit einem eventuellen oberen Grenzwert (wie bei der Pareto-Verteilung,

siehe nächster Abschnitt) stellt die allgemeine Extremwert-Verteilung dar. Die Verteilungsfunktion lautet:

$$K(x) = \exp \left\{ - \left[1 + \frac{\xi(x - \lambda)}{\alpha} \right]^{-1/\xi} \right\} \quad (9)$$

Im Falle von $\xi=0$, reduziert sich Gleichung 9 zur Gumbel-Verteilung 1. Die charakteristische Größe des maximalen Einschlusses im großen Stahlvolumen kann durch die allgemeine Extremwertverteilung ebenso vorhergesagt werden. Basierend auf Verteilung 9 unter Verwendung der selben Daten wie Murakami [25] (maximaler NME pro Probe):

$$x_V = \xi - \frac{\alpha}{\xi} \left\{ 1 - \ln \left(1 - \frac{1}{T} \right)^{-\xi} \right\} \quad (10)$$

Bezüglich Parameter T wird von dieser Stelle auf die Gumbel-Verteilung verwiesen. Die Werte für λ , α und ξ werden ebenfalls analog nach Murakami [25] durch die Maximum Likelihood-Methode berechnet.

2.4.1.3 Vorhersage des maximalen NME in einem großen Stahlvolumen mit Hilfe der Pareto-Verteilung (Grenzwertmethode)

Die Pareto-Verteilung wird für die Modellierung von Daten mit Werten über einem kritischen Grenzwert verwendet. Dabei stellt u die Grenzwertgröße dar und x ist die Größe $((area_{max})^{1/2})$ der NME größer als der u . Die Wahrscheinlichkeit $F(x)$, dass ein Einschluss kleiner gleich x ist und mindestens die Größe des Grenzwerts u erreicht, wird durch die Pareto-Verteilung mit der folgenden Verteilungsfunktion angenähert [29]:

$$F(x) = 1 - \left(1 + \frac{\xi(x - u)}{\sigma'} \right)^{-1/\xi} \quad (11)$$

Dabei steht σ' für den Streuungs- und ξ ($-\infty < \xi < \infty$) für den Formparameter. Der Bereich von $x-u$ ist $0 < x-u < \infty$ wenn gilt $\xi \geq 0$ und $0 < x-u < \sigma'/\xi$ wenn gilt, dass $\xi < 0$ [29].

Die charakteristische Größe des maximalen Einschlusses x_V in einem großen Volumen V kann bestimmt werden durch folgende Gleichung:

$$x_V = u - \frac{\sigma'}{\xi} \left\{ 1 - [N_V(u)V]^\xi \right\} \quad (12)$$

$N_V(u)$ bedeutet die erwartete Anzahl an Überschreitungen des Grenzwerts u im Einheitsvolumen, welches wie folgt bestimmt wird. Die detektierten nichtmetallischen Einschlüsse werden mehreren Größenklassen zugeordnet. Die Anzahl der Einschlüsse pro Einheitsvolumen $N_V(i)$ in Größenklasse i werden mit Hilfe von Gleichung 13 berechnet [29]:

$$N_V = N_A(i) \cdot \bar{D}_i. \quad (13)$$

$N_A(i)$ ist die Anzahl der Einschlussquerschnitte pro Fläche in Größenklasse i und \bar{D}_i der Mittelwert sämtlicher Einschlussgrößen in der jeweiligen Klasse i . Die Verwendung dieser Näherung ist zulässig, wenn der Grenzwert u wesentlich größer gegenüber dem Modalwert der Verteilung ist. Die Anzahl an Einschlüssen, pro Einheitsvolumen, größer als die kritische Größe $N_V(u)$ wird abgeschätzt durch die Summation aller $N_V(i)$ mit NME größer u . Wenn gilt, dass $\xi < 0$, $[NV(u)V]^{\xi} \ll 1$ bei sehr großem Volumen V , vereinfacht sich Gleichung 12 zu folgendem Ausdruck:

$$x_V = u - \frac{\sigma'}{\xi} \quad (14)$$

Der Wert für $u - \sigma'/\xi$ ist das obere Limit für sich im Stahl befindliche Einschlüsse, d.h. die charakteristische Größe [29].

Abschätzung der Parameter u , σ' und ξ für die Pareto-Verteilung

Die benötigten Daten für die Pareto-Verteilung sind jene Einschlüsse größer dem kritischen Schwellen- bzw. Grenzwert u . Der Wert für u wird bestimmt durch das Auftragen der mittleren Überschreitung der Einschlussgröße (Anm. engl.: Mean excess) über den Grenzwert u gegen die zugehörigen Grenzwerte u (Anm. engl.: Threshold) (siehe **Abbildung 2-6**). Der x-Wert für u , wo die Linie beginnt linear fortzuschreiten, gibt den statistisch aussagekräftigsten Schwellenwert, den kritischen Grenzwert u . Die Steigung (Anm. engl.: Slope) der geraden Linie kann durch $\xi/(1-\xi)$, der Ordinatenabschnitt (Anm. engl.: Intercept) mit $\sigma'/(1-\xi)$ bestimmt werden [5].

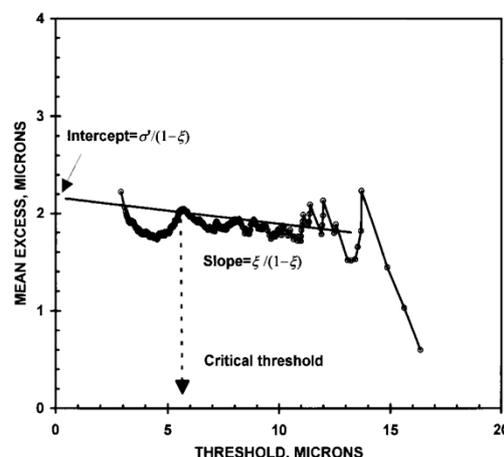


Abbildung 2-6: Bestimmung des kritischen Grenzwertes u [5].

Nach der Ermittlung des Grenzwertes, können σ' und ξ bestimmt werden. Hierzu wird wie bei der Murakami-Methode [25], das Maximum-Likelihood-Schätzverfahren angewandt. Die Parameter σ' und ξ werden für den gewählten kritischen Grenzwert u und den NME, x_1, \dots, x_k , größer u abgeschätzt. Die Likelihood-Funktion 15 ist dabei gegeben durch das Produkt der Wahrscheinlichkeitsdichtefunktionen korrespondierend zu Gleichung 11:

$$L = \prod_{i=1}^k \frac{1}{\sigma'} \left(1 + \frac{\xi(x_i - u)}{\sigma'} \right)^{-(1/\xi)-1} \quad (15)$$

Numerisch werden die Werte der beiden Parameter ermittelt so dass die Likelihood-Funktion maximiert wird [5].

2.4.1.4 Gegenüberstellung der Ergebnisse ermittelt durch die Methode nach Murakami, Pareto- bzw. allgemeinen Extremwert-Verteilung

In **Abbildung 2-7** ist der Logarithmus der Stahlmasse gegen die Einschlussgröße aufgetragen. Es sind die Ergebnisse der Gumbel- und der Pareto-Verteilung dargestellt. Des Weiteren sind die abgeschätzten Resultate der allgemeinen Extremwert-Verteilung eingezeichnet. Deutlich erkennbar ist, dass für kleine Stahlmassen die Ergebnisse der drei unterschiedlichen Methoden nur geringfügig voneinander abweichen. Für die Murakami [25] Methode steigt die maximal auftretende NME-Größe näherungsweise linear mit dem Logarithmus der extrapolierten Masse. D.h. es stellt sich kein oberer Grenzwert für die maximale Einschlussgröße ein. Im Gegensatz dazu, ergibt sich für die Pareto-Verteilung, bedingt durch den negativen Form-Parameter ξ , eine obere Grenze für im Stahl auftretende Einschlüsse. Mit steigender Masse steigt die maximale NME-Größe nicht mit an sondern strebt gegen einen Grenzwert. Dieses Ergebnis stimmt mit den praktischen Erfahrungen von Stahlproduzenten überein. Die Vorhersage mittels allgemeiner Extremwert-Verteilung (Gleichung 10), stimmt mit dem Resultat der Pareto-Verteilung überein. Eine Obergrenze für Einschlussgrößen stellt sich ebenfalls ein (negatives ξ) [5].

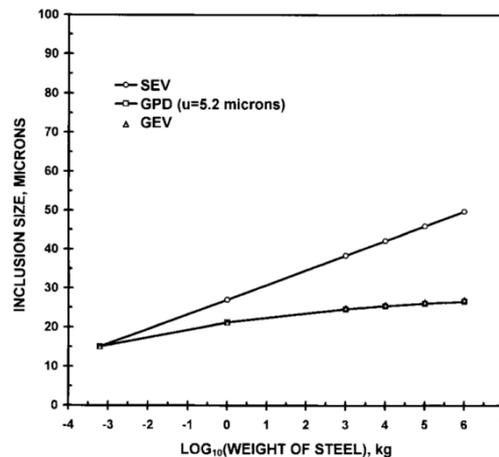


Abbildung 2-7: Vergleich der vorhergesagten maximalen Einschlussgrößen (anm. engl.: inclusion size) in Abhängigkeit der logarithmisch skalierten Stahlmasse (anm. engl.: Weight of steel) ermittelt durch die Gumbel-Verteilung (Anm. engl.: SEV), die Pareto-Verteilung (Anm. engl.: GPD) und die allgemeine Extremwertverteilung (Anm. engl.: GEV): 40 Proben mit einer Fläche S_0 von je 200 mm² (A+B) [5].

Abbildung 2-8 vergleicht die abgeschätzte Größe und das jeweilige 95 %- Konfidenzintervall der charakteristischen NME-Größe bestimmt durch die Gumbel (SEV)- und Pareto (GPD)-Verteilung für steigende Stahlvolumina. Es ist dabei erkennbar dass der lineare Anstieg des maximalen NME (Vorhersage durch Gumbel) ein wesentlich engeres Konfidenzintervall gegenüber der Pareto-Vorhersage aufweist. Der Grund dafür ist, dass bei der Gumbel-Verteilung der Form-Parameter $\xi=0$ gesetzt wird im Gegensatz zur Pareto-Methode wobei ξ abgeschätzt wird und dadurch Unsicherheiten (weites Konfidenzintervall) entstehen [24].

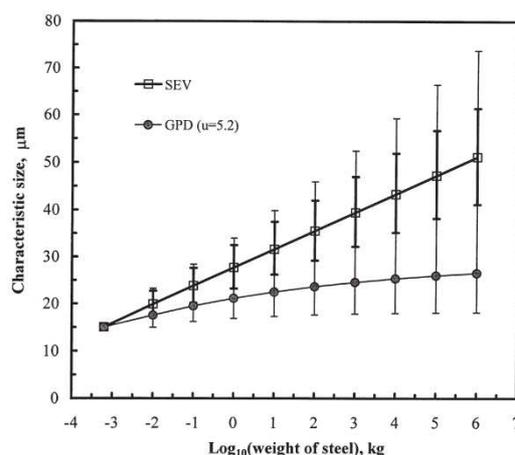


Abbildung 2-8: Vergleich der vorhergesagten maximalen Einschlussgrößen und den Maximum-Likelihood-Konfidenzintervallen abgeschätzt durch die Gumbel- und Pareto-Methoden für 40 Probenflächen (mit $S_0=100$ mm²) [24].

2.4.2 Vorhersage des maximalen NME in einem großen Stahlvolumen mit Hilfe der Pareto-Verteilung unter der Bedingung $\xi=0$

Durch den Ansatz, dass der Form-Parameter $\xi=0$, reduziert sich Gleichung 11 zur exponentiellen Pareto-Verteilung folgender Form [24]:

$$F(x) = 1 - \exp\left(-\frac{(x-u)}{\alpha}\right), \quad (x > u) \quad (16)$$

Anhand von **Abbildung 2-9(a)** wird Bestimmung des maximalen Einschlusses als Funktion des Stahlvolumens dargestellt. Des Weiteren sind die jeweiligen 95 %- Konfidenzintervalle eingezeichnet. Die Abschätzung wurde durch die Gumbel- und die exponentielle Pareto-Verteilung (Anm. engl.: EXPGPD) durchgeführt. Durch den Ansatz $\xi=0$ die Verteilung nach Pareto führt zum beinahe selben Ergebnis als die Gumbel-Verteilung. Beide Verteilungen prognostizieren mit zunehmenden Stahlvolumen eine linear ansteigende Größe des maximalen NME, jedoch treten infolge der Pareto-Methode kleinere Konfidenzintervalle auf [24].

Bei **Abbildung 2-9(b)** wurden die allgemeine Pareto-Verteilung mit abgeschätztem Formparameter (Anm. engl.: varying ξ) sowie mit konstantem ξ miteinander verglichen. Der Wert für ξ ($=-0,1$) wurde als Mittelwert einer Vielzahl vorheriger abgeschätzter Werte für ξ berechnet wobei die untere Grenze bei $-0,4$ bzw. die obere Grenze bei $-0,1$ liegt. Als Konsequenz des konstanten Wertes für den Formparameter resultiert ein sehr enges Konfidenzintervall v.a. im Vergleich zum abgeschätzten ξ [24].

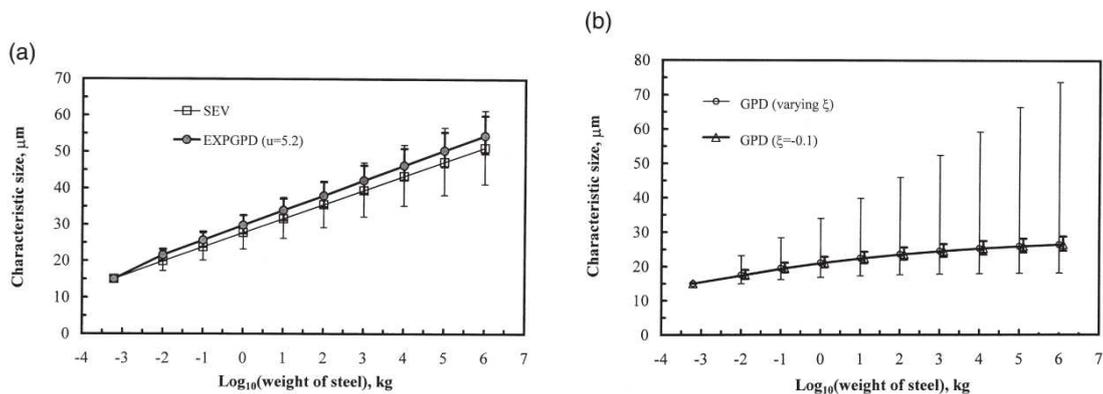


Abbildung 2-9: Einschussgrößen und Konfidenzintervalle des maximalen nichtmetallischen Einschusses vorhergesagt durch: (a) die Gumbel bzw. exponentielle Pareto-Verteilung (Anm. engl.: EXPGPD) (b) die Pareto-Verteilung mit abgeschätztem Formparameter ξ (Anm. engl.: varying ξ) bzw. konstantem ξ ($=-0,1$) [24].

Einfluss der Anzahl an untersuchten Proben auf die maximale Einschussgröße und den resultierenden Konfidenzintervallen

Die Auswirkungen der verwendeten Probenanzahl auf die Abschätzung der charakteristischen Größe des größten NMEs mittels Gumbel-Verteilung und den dazugehörigen ermittelten 95 %- Konfidenzintervallen durch die Maximum-Likelihood-Methode, wird in **Abbildung 2-10** dargestellt. Die 40 untersuchten Probenflächen ($\approx 100 \text{ mm}^2$) wurden in mehreren Variationen ausgewertet um den Einfluss der Probenfläche auf den maximalen Einschuss bzw. die Konfidenzintervalle zu ermitteln. D.h. Vorhersagen wurden gemacht mit 8 Gruppen zu je 5 Probenflächen, 4 zu je 10, 2 zu je 20 und eine Gruppe mit 40 Probenflächen. Im Anschluss wurde für jede Gruppe eine Vorhersage ermittelt. Zu erkennen ist, dass die Breite des Konfidenzintervalls erwartungsgemäß mit zunehmender Probenfläche bzw. Daten sinkt. Des Weiteren kann die Aussage getroffen werden, dass mindestens 15 Probenflächen erforderlich sind um eine zuverlässige Vorhersage zu garantieren [24].

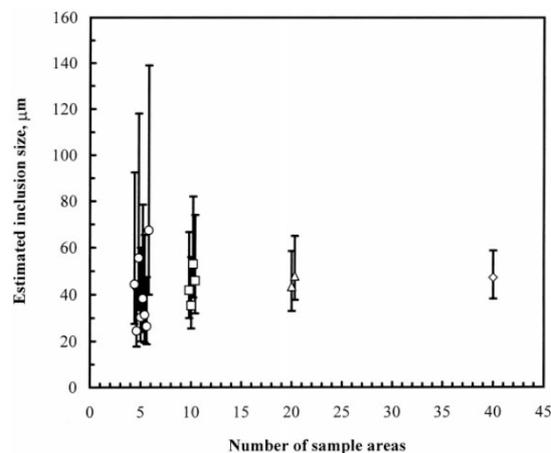


Abbildung 2-10: Einfluss der Anzahl der untersuchten Probenflächen (Anm. engl. Number of sample areas) auf die Vorhersage der maximalen Einschlussgröße (Anm. engl. Estimated inclusion size) in einer Stahlmasse von 100 Tonnen durch die Gumbel-Verteilung [24].

In **Abbildung 2-11** liegen dieselben Auswerteparameter (extrapolierte Probenmasse, Probenflächen pro Gruppe) vor als in der vorangegangenen **Abbildung 2-10**. Die Einschlussgrößen-Vorhersage wurde jedoch mit Hilfe der Pareto-Verteilung bestimmt. Mit steigender Probenfläche nimmt auch in diesem Fall die Breite des Konfidenz-Intervalls ab. Die Anzahl der detektierten NME über dem kritischen Grenzwert u ($=5,2 \mu\text{m}$) sind bei 20 Probenflächen pro Gruppe, 174 und 180 und bei 40 Probenflächen 354. Bei 10 Probenflächen pro Gruppe lagen zwischen 87 und 93 Einschlüsse über u . Daher lässt sich als Konsequenz von **Abbildung 2-11** ableiten, dass die Anwendung der Pareto-Methode bei weniger als hundert detektierten Einschlüssen, keine zuverlässiges Ergebnis liefert [24].

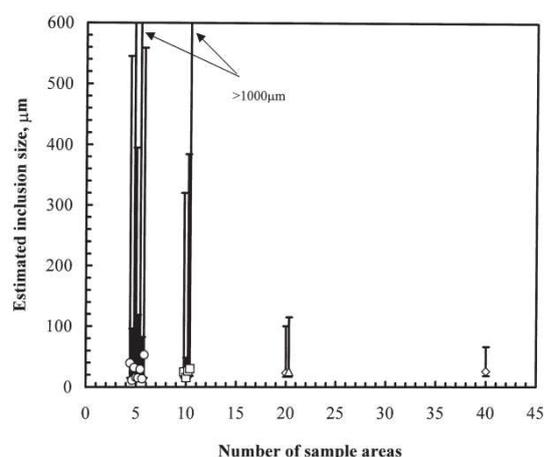


Abbildung 2-11: Einfluss der Anzahl der untersuchten Probenflächen (Anm. engl. Number of sample areas) auf die Vorhersage der maximalen Einschlussgröße (Anm. engl. Estimated inclusion size) in einer Stahlmasse von 100 Tonnen durch die Pareto-Verteilung [24].

2.4.3 Vergleich der Vorhersagemethoden basierend auf der Paretoverteilung (Grenzwertmethode) bzw. der Log-Normal-Verteilung

Im folgenden Abschnitt wird die statistische Auswertung durch die Annäherung einer Log-Normal-Verteilung an die Einschlussgrößenverteilung beschrieben. Anschließend werden diese Ergebnisse mit den Resultaten, ermittelt durch die Pareto-Verteilung (Methode und Vorgehensweise siehe Kapitel 2.4.1) verglichen und interpretiert.

Experimentelle Untersuchung

Bei den untersuchten Werkstoffen A und B handelt es sich um Stähle mit unterschiedlichen Reinheitsgraden, wobei Probe B einen deutlich höheren Reinheitsgrad aufweist. Die nicht-metallischen Einschlüsse beider Werkstoffe wurden anschließend mittels Rasterelektronenmikroskop in Kombination einer quantitativen Bildanalyse detektiert [27].

2.4.3.1 Vorhersage des maximalen NME in einem großen Stahlvolumen mit Hilfe der Log-Normal-Verteilung

Es wird dabei angenommen, dass die Einschlussgrößen im Stahl lognormalverteilt sind. Die Wahrscheinlichkeits-Dichtefunktion für NME mit der Größe x kann berechnet werden durch

$$f(y) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \exp\left\{-\frac{1}{2}\left(\frac{y-\mu}{\sigma}\right)^2\right\} \quad -\infty < y < \infty \quad (17)$$

wobei $y=\ln x$, σ und μ sind die Standardabweichung bzw. der Erwartungswert. Die kumulative Verteilungsfunktion $P(x)$ für nichtmetallische Einschlüsse kleiner x ist daher

$$P(x) = \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^y \exp\left\{-\frac{1}{2}\left(\frac{y-\mu}{\sigma}\right)^2\right\} dy. \quad (18)$$

Die Parameter σ und μ werden durch die gemessenen Ergebnisse der einzelnen Proben abgeschätzt. Bedingt dadurch, dass nur Einschlüsse ab einer bestimmten detektierbaren Größe x_0 gemessen werden können, ist die tatsächliche Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion der $\ln(\text{Durchmesser})$ der gemessenen Größen die abgeschnittene Dichtefunktion der Normalverteilung [27]:

$$f(y, x_0) = \frac{f(y)}{1 - P(x_0)}, \quad y > \ln(x_0) \quad (19)$$

Anschließend wird ein bestimmtes Stahlvolumen V betrachtet und die charakteristische Größe x_V des einmalig maximal auftretenden Einschlusses in diesem Volumen definiert. Weil N_V die mittlere Anzahl an Einschlüssen pro Einheitsvolumen darstellt und die Wahrscheinlichkeit für einen Einschluss größer als x zu sein $1-P(x)$ ist, folgt [27]:

$$N_V V(1 - P(x_V)) = 1 \quad (20)$$

Die Lösung für Gleichung (20) ist gegeben durch

$$x_V = \exp\{\mu + \sigma\phi^{-1}(1 - (N_V V)^{-1})\}. \quad (21)$$

Wobei Φ die Standard-Normalverteilungsfunktion darstellt. Die Konfidenzintervalle für x_V werden bestimmt durch die Maximum-Likelihood-Methode. Der Wert für N_V kann durch die Woodhead analysis [30], unter Verwendung der Ergebnisse der Bildanalyse ermittelt werden [27]:

$$N_V = \frac{N_V(x > 3 \mu m)}{P(x > 3 \mu m)} \quad (22)$$

$N_V(x > 3 \mu m)$ ist die Anzahl der Einschlüsse pro Einheitsvolumen größer als 3 μm , erhalten durch die Woodhead analysis und $P(x > 3 \mu m)$ die Wahrscheinlichkeit, dass NME größer als 3 μm sind d.h. $(1-P(3))$ [27].

2.4.3.2 Gegenüberstellung der Ergebnisse ermittelt durch die Log-Normal- und Pareto- Verteilung

In **Abbildung 2-12** sind der Logarithmus der Stahlmasse gegen die Einschlussgröße aufgetragen. Es sind die Resultate durch die Extrapolation der Log-Normalverteilungsfunktion und der Pareto-Verteilung dargestellt, für Stahl A und B.

Die Ergebnisse für die Pare-Verteilung wurden ermittelt durch den Mittelwert der Berechnungen für Grenzwerte u von 2,5 bis 5,0 μm (in Schritten von 0,2 μm). Die vorhergesagten maximalen Einschlussgrößen zeigen nur geringfügige Abweichungen bis zu einer Masse von 1 kg. Bei größeren Massen, existiert im Falle der Log-Normalverteilung, für beide Stähle A und B, ein beinahe linearer Zusammenhang zwischen der logarithmisch skalierten Stahlmasse und dem größtem Einschluss. D.h. umso größer das Stahlvolumen, desto größer der maximale NME. Im Gegensatz dazu, nähert sich die Verteilung nach Pareto an einen oberen Grenzwert an (negatives ξ). Unabhängig von der steigenden Masse steigt die Einschlussgröße nur bis zu einem bestimmten Grad mit an [27].

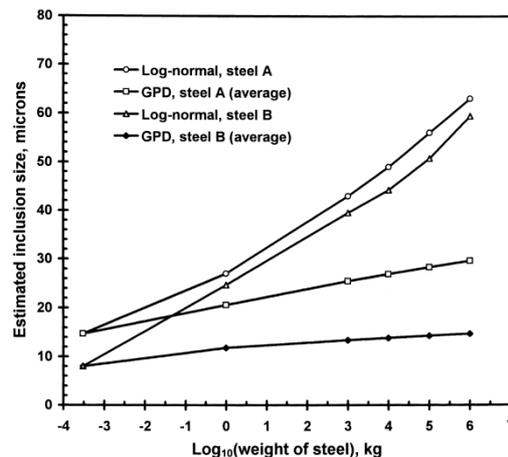


Abbildung 2-12: Vergleich der vorhergesagten charakteristischen maximalen Einschlussgrößen (anm. engl.: inclusion size) in Abhängigkeit der logarithmisch skalierten Stahlmasse (anm. engl.: $\text{Log}_{10}(\text{Weight of steel})$) ermittelt durch die Pareto-Verteilung und die Log-Normalverteilung (Anm. engl.: Log-normal) der Stahlproben A + B [27].

2.4.4 Methode zur Vorhersage der maximalen Einschlussgröße in Stahl nach Beretta basierend auf der Extremwerttheorie [31]

Eine weitere Auswertemethode, welche sich ebenfalls der Extremwertstatistik bedient, wird durch Beretta *et al* [31] beschrieben. Dabei wird im Besonderen die Problematik zur Berücksichtigung unterschiedlicher Einschlusstypen behandelt. Außerdem wird eine Variante zur Berechnung der optimalen Probenfläche angeführt, welche ausreicht um rissinitiiierende NME zu detektieren.

Experimentelle Untersuchung

Die Parameter der experimentellen Untersuchung dieser Veröffentlichung von Beretta [31] entnommen. Es wurden zwei Stahlproben (Baustahl, S45C) mit demselben Legierungselementgehalt untersucht. Lediglich die Produktionsjahre (Stahlprobe A=1985, Stahlprobe B=1996) weisen einen deutlichen Unterschied auf. Zum einen wurden Lastwechselfersuche durchgeführt bei denen große NME zum Probenbruch führten. Anschließend wurde die Geometrie dieser bruchauslösenden nichtmetallischen Einschlüsse vermessen sowie deren chemische Zusammensetzung (v.a. $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{CaO})_x$ -Partikel) bestimmt. Ebenfalls wurden lichtmikroskopische Auswertungen an Schlifflinien durchgeführt. Dabei wurde jeweils 2 Flächen $S_{0A,B} = 0,384 \text{ mm}^2$ und $S_{0A} = 66,37 \text{ mm}^2$ sowie $S_{0B} = 61,36 \text{ mm}^2$ pro Probe untersucht.

2.4.4.1 Vorhersage des maximalen NME in einem großen Stahlvolumen durch eine Kombination aus Murakami [25] und Beretta [31]

Die statistische Auswertung wurde nach der Methode von Murakami [25] durchgeführt (siehe Kapitel 2.4.1). **Abbildung 2-13** stellt die gefundene Einschlussgröße (Anm. engl.: defect size) gegen $-\ln(-\ln(\text{kumulativen Wahrscheinlichkeit } (=P)))$ dar. Dabei ist die Extremwertanalyse (Gumbel-Verteilung) der Daten ermittelt durch das Lichtmikroskop, ebenso wie jene der bruchauslösenden Einschlüsse (Anm. engl.: fracture origin) enthalten. Anhand Stahlprobe A (linke Abbildung) zeigt sich, dass die Steigung der 0,384 mm² Daten deutlich von der Steigung der beiden anderen Datensätze (66,37 mm² und NME auf Bruchfläche) abweicht. Des Weiteren werden durch die untersuchte Probenfläche S_{0A} und v.a. den Ergebnissen aus den Lastwechselversuchen deutlich größere maximale nichtmetallische Einschlüsse prognostiziert [31].

Im Gegensatz dazu liefern bei Stahlprobe B (rechte Abbildung) beide im Lichtmikroskop analysierten Probenflächen ($S_{0A,B}$ und S_{0B}) nur wenig voneinander abweichende Resultate. Die Steigungen weisen nur geringfügige Unterschiede auf. Der Grund ist der höhere Reinheitsgrad im Verhältnis zur früher produzierten Probe A. Anhand der Kurve, ermittelt durch die Lastwechselversuche ist zu erkennen, dass bei Probe B eine sehr ähnliche Verteilung im Hinblick auf große Einschlüsse vorliegt als beim „unreineren“ Stahl A. Jedoch lässt Stahlprobe A von einer untersuchten Probenfläche von 66,37 mm² deutlich besser auf die Lastwechselversuche schließen als im Vergleich dazu Probe B mit 61,36 mm² [31].

Bedingt dadurch, dass kleine Einschlüsse (< 15 µm) v.a. Sulfide mit zusätzlich Silizium und Kalium und große rissinitiierende Oxide, unterschiedliche Steigungen in den Extremwertstatistikdiagrammen ergaben, wurde zur Berücksichtigung von Beretta *et al* [31] eine statistische Auswertemethode entwickelt.

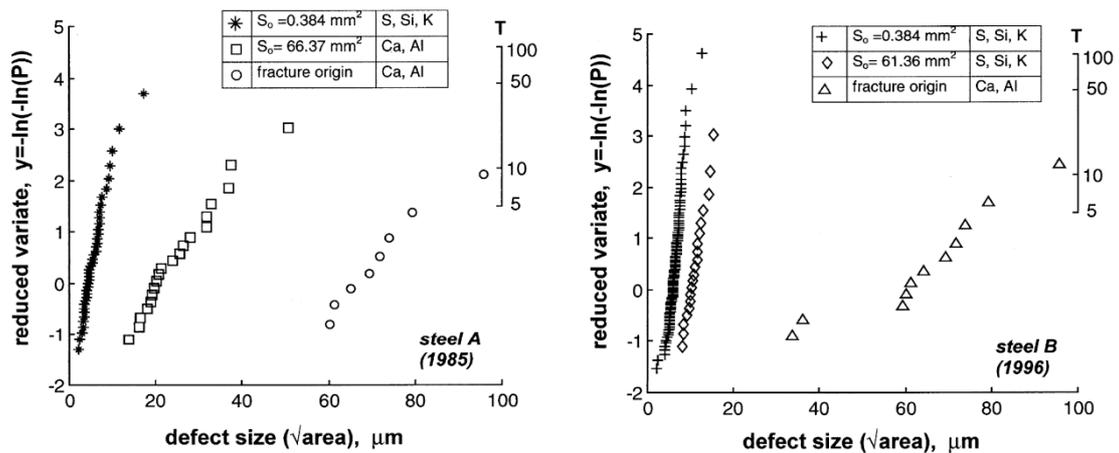


Abbildung 2-13: Darstellung der Extremwert-Verteilung (Gumbel) für verschiedene Auswerteverfahren (Lichtmikroskop= S_0 bzw. Lastwechselversuch= fracture origin) für Stahlprobe A (linke Seite) und Stahlprobe B (rechte Seite) [31].

Auswertemethode nach Beretta [31] zur Vorhersage von auftretenden maximalen Einschlüssen

Nach Beretta [31] wird Gleichung 23 für die gemeinsame Auswertung der NME, detektiert mit verschiedenen Verfahrensvarianten, verwendet. Wenn die kumulative Wahrscheinlichkeit F_Z einer gegebenen Population Z bekannt ist, dann wird die Verteilung der maximalen Werte der einzelnen Z_n , von einer Reihe an n individuellen Populationen, durch die kumulative Funktion (F_{Z_n}) beschrieben. Diese steht zur vorangegangenen Population im Verhältnis

$$F_{Z_n} = (F_Z)^n. \quad (23)$$

Es werden zwei unterschiedlich große Flächen (S_{01} und S_{02}) im Lichtmikroskop untersucht und die jeweils größten Einschlüsse notiert. Durch das Verhältnis n der beiden Flächen S_{02}/S_{01} , korrelieren die Maxima (NME) von S_{02} mit den größten Einschlüssen aller n Flächen der Größe S_{01} . Die gesammelten Daten (bzw. Verteilungen) auf n Flächen S_{01} , lassen sich nun durch einsetzen in Gleichung 24 auf die Fläche S_{02} transformieren [31]:

$$F_{S_{02}} = (F_{S_{01}})^n. \quad (24)$$

Daher ist es möglich die Einschlüsse, welche auf verschiedenen großen Probenflächen gefunden wurden, auf die Kontrollfläche $S_{ref}=0,384$ mm² zu transformieren und eine Gesamtverteilung der Einschlüsse darzustellen (**Abbildung 2-14**). Diese Wahrchein-

lichkeits-Darstellungen stimmen mit den experimentell ermittelten Ergebnissen überein und zeigen dass in beiden Stählen zwei verschiedene Verteilungen von Einschlüssen existieren: häufig auftretende kleine Einschlüsse (Sulfide mit teilweise oxidischem Anteil) sowie seltene große NME (Oxide) [31].

Dieser Umstand zeigt, dass die Vorhersage von extremen Defekten von Daten aus kleinen untersuchten Probenflächen für beide Stähle nicht korrekt ist. Jener Typ Einschluss welcher vornehmlich im Lichtmikroskop detektiert wurde, ist nicht für den Bruch in den Lastwechselversuchen verantwortlich. Demzufolge ist laut Beretta [31] die Ursache der Unterschätzung extremer NME nicht die geringe Anzahl an detektierten Einschlüssen auf einer kleinen untersuchten Fläche (laut Shi *et al* [27]). Sondern das Fehlen an Einschlusstypen auf den untersuchten Schliiffflächen, welche für die Brüche verantwortlich sind.

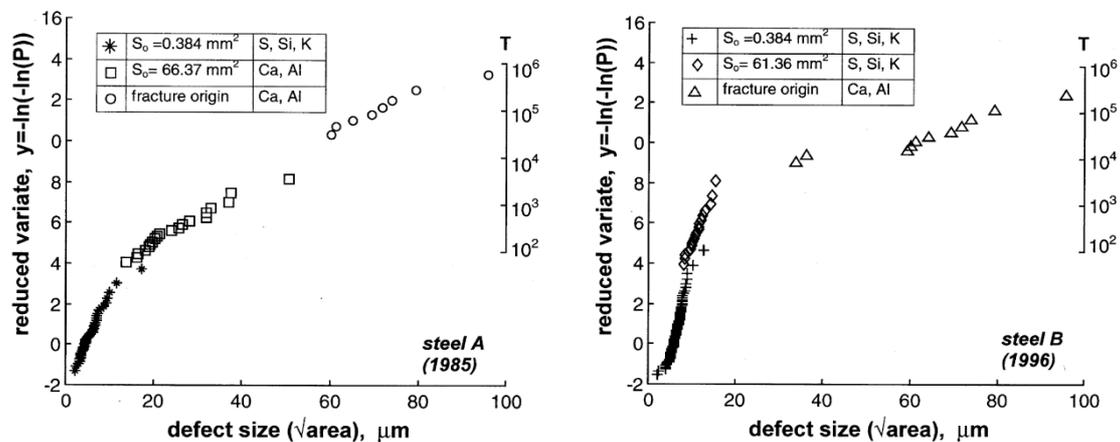


Abbildung 2-14: Darstellung der Extremwert-Verteilung (Gumbel) der gefundenen Einschlüsse für verschiedene Auswerteverfahren (Lichtmikroskop= S_0 bzw. Lastwechselversuch= fracture origin) und untersuchten Schliiffflächen transformiert in die Referenzfläche $S_{ref} = 0,384 \text{ mm}^2$

Im nachfolgenden wird das von Beretta [31] entwickelte statistische Modell beschrieben, welches die unterschiedliche Verteilung zweier Typen von nichtmetallischen Einschlüssen berücksichtigt und eine gemeinsame Verteilung berechnet.

Durch die Untersuchung der Schliifffläche S_{ref} wird eine große Anzahl an NME detektiert. Diese bestehen im Wesentlichen aus zwei verschiedenen Einschlussklassen, welche durch zwei Gumbel-Verteilungen (Murakami [25]) beschrieben werden. Die gemeinsame kumulative Wahrscheinlichkeitsfunktion der beiden Einschlusstypen $F_{mix}(y)$ ergibt sich aus folgender Beziehung:

$$F_{mix}(y) = (1 - \bar{P}) \cdot F_1(x, \lambda_1, \delta_1) + \bar{P} \cdot F_2(x, \lambda_2, \delta_2) \quad (25)$$

Dabei stellt in diesem Fall \bar{P} den Anteil an Partikeln des Typs $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{CaO})_x$ und F_1 ist die kumulative Verteilungsfunktion sulfidischer Einschlüsse (mit Silizium und Kalium) mit den Parametern λ_1 (Lage) und δ_1 (Streuung) (der Index 2 steht für die Defekte des Typs $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{CaO})_x$) [31].

Gleichermaßen ergibt sich die Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion aus

$$f_{mix}(x) = (1 - \bar{P}) \cdot f_1(x, \lambda_1, \delta_1) + \bar{P} \cdot f_2(x, \lambda_2, \delta_2). \quad (26)$$

f_1 und f_2 stehen hierbei für die Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion der Gumbel-Verteilung. Die Abschätzung der Parameter zur Berechnung von $f_{mix}(x)$ erfolgt durch den Einsatz des Maximum-Likelihood-Schätzverfahrens [31].

Die Ergebnisse der beschriebenen Methode angewandt für die beiden Stahlproben A und B werden in **Abbildung 2-15** dargestellt, ausgehend von der Referenzfläche $S_{ref} = 0,384 \text{ mm}^2$. Zusätzlich sind 95 %-Konfidenzintervalle eingetragen. Bei kleinen untersuchten Probenflächen stellen v.a. sulfidische Einschlüsse die extremen Partikel dar, bei einer größeren untersuchten Probenfläche, bzw. -volumen, werden die Maxima durch oxidische Einschlüsse repräsentiert. D.h. mit steigender untersuchter Probenfläche ändert sich der Typ des maximalen Einschlusses.

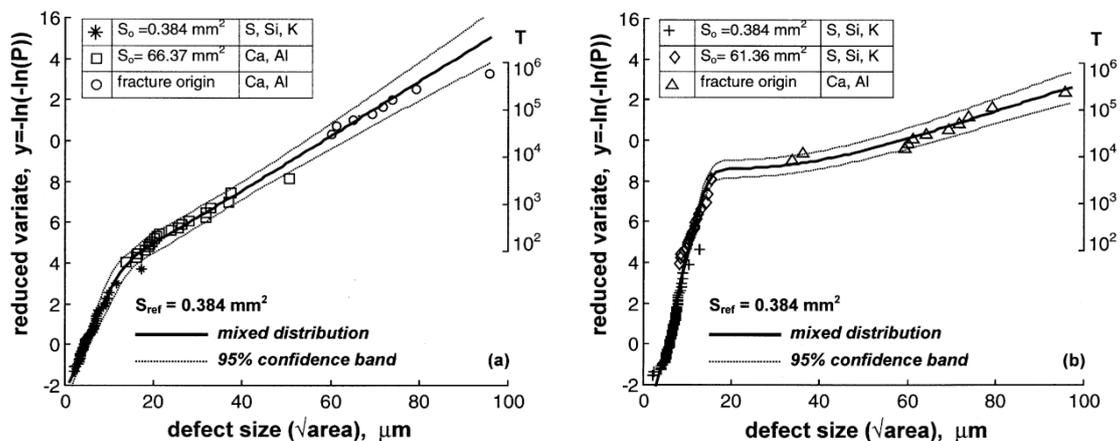


Abbildung 2-15: Darstellung der Extremwert-Verteilung der gefundenen Einschlüsse im Vergleich zur statistischen Auswertemethode nach Beretta [31].

Weiters kann durch Zuhilfenahme von Gleichung 25 die minimale (respektive optimale) Probenfläche ermittelt werden, welche mindestens untersucht werden muss, so dass die maximalen NME ausschließlich durch Partikeln des Typs $\text{Al}_2\text{O}_3(\text{CaO})_x$ repräsentiert werden. Im Falle des Stahls B mit dem deutlich höheren Reinheitsgrad liegt die minimale zu untersuchende Probenfläche mit $3000\text{-}5000 \text{ mm}^2$ im Verhältnis von rund 100:1 über der Fläche ($60\text{-}100 \text{ mm}^2$) des Stahls A [31].

2.5 Diskussion der Pareto- und der Extremwertverteilung

Einen großen Einfluss auf die geschätzte Größe sowie die dazugehörigen Konfidenzintervalle übt der Formparameter ξ aus. Wird er gleich 0 angesetzt, ergibt sich sowohl für die Extremwertverteilung (Gumbel-Verteilung) als auch für die Pareto-Verteilung (exponentiell) ein exponentieller Verlauf der abgeschätzten maximalen NME-Größe. Durch die Annahme eines festen Wertes für den Formparameter, ist ebenso eine hohe Präzision gewährleistet. Folgedessen erhält man sehr enge Konfidenzintervalle.

Dasselbe gilt, wenn ein fixer abgeschätzter negativer Wert für ξ angenommen werden kann. Die maximale Größe strebt dabei bei beiden Verteilungen (wenn $\xi =$ negativ) gegen einen oberen Grenzwert.

Grundsätzlich gilt, dass die Pareto-Verteilung, Ergebnisse mit einer höheren Genauigkeit und Präzision liefert als die Extremwertverteilung. Der Grund dafür ist, dass die Pareto-Verteilung bei derselben untersuchten Probenfläche eine wesentlich größere Anzahl an Datenpunkten für die statistische Auswertung heranzieht. Deshalb weist die exponentielle Pareto-Verteilung die höchste Präzision auf.

3 Praktischer Teil

3.1 Verwendete Werkstoffe und Herstellung

Im Rahmen dieser Arbeit wurden 4 verschiedene Warmarbeitsstähle und ein Kaltarbeitsstahl der Fa. Böhler Edelstahl GmbH & Co KG (BEG) untersucht. Dabei wurden jeweils unterschiedliche Produktionsrouten (**Tabelle VI**) angewandt. Bei den Warmarbeitsstählen liegt der Unterschied zwischen den einzelnen Güten neben geringfügigen Änderungen im Legierungskonzept (C, Si, Mn, usw.), vor allem im Herstellungsprozess. Die chemische Zusammensetzung der Warmarbeitsstähle beruht dabei auf Basis des im Literaturteil angeführten X38CrMoV5-1. Der pulvermetallurgisch (PM) hergestellte Kaltarbeitsstahl hingegen auf dem X100CrMoV5.

Tabelle VI: Produktionsrouten der untersuchten Werkzeugstähle.

Werkstoff	Produktionsroute
W1	konventionell
W2	DESU
W3	DESU
W4	VLBO
W5	PM

Die Werkstoffe (W1, W2, W3 sowie W4) werden nach der Erschmelzung im Elektrolichtbogenofen (ELBO) und der sekundärmetallurgischen Behandlung (Heizstand, Vakuumbehandlung) zu Blöcken (W1) bzw. Elektroden (W2-W4) vergossen (**Abbildung 3-1**). Der konventionell abgegossene W1 wird im Anschluss auf die entsprechende Dimension gewalzt. W2 und W3 werden durch das Druck-Elektroschlack-Umschmelzverfahren (DESU) weiterverarbeitet. Mit Hilfe des Vakuum-Lichtbogenofens werden die abgegossenen Elektroden des W4 umgeschmolzen. Die Güten W2 und W4 werden im Anschluss durch Schmieden auf die Endgeometrie gebracht. Hingegen wird W3 auf die Fertigabmessung gewalzt.

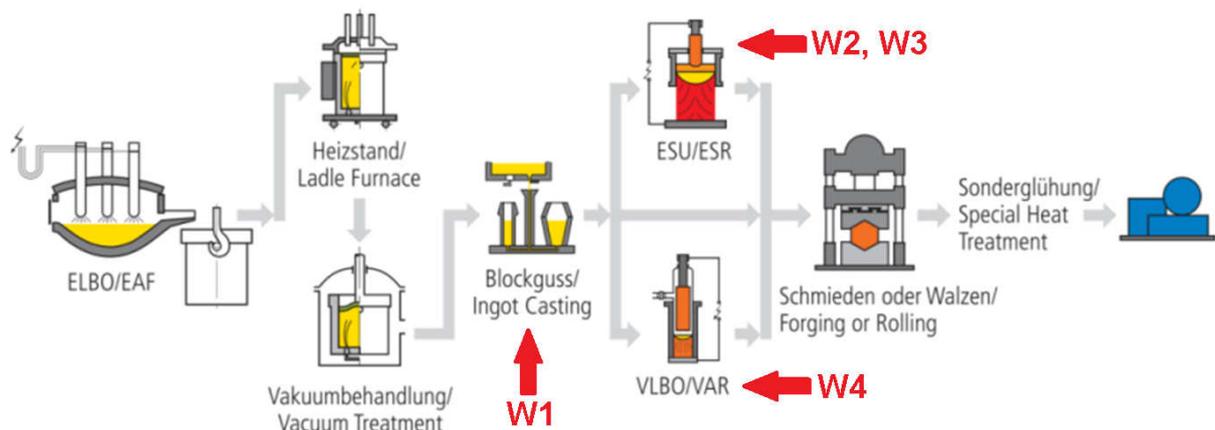


Abbildung 3-1: Herstellung verschiedener Warmarbeitsstähle bei Böhler Edelstahl GmbH & Co KG [35].

Die Herstellung des Kaltarbeitsstahles W5 erfolgt über die pulvermetallurgische Prozessroute (**Abbildung 3-2**). Zu Beginn steht die Erschmelzung im Induktionsofen. Im Anschluss wird die Schmelze aus dem Tundish heraus verdüst, wodurch Metallpulver entsteht. Dieses Pulver wird danach Heiß-Isostatisch gepresst. Im letzten Schritt erfolgt das Walzen des W5 auf die Endgeometrie.

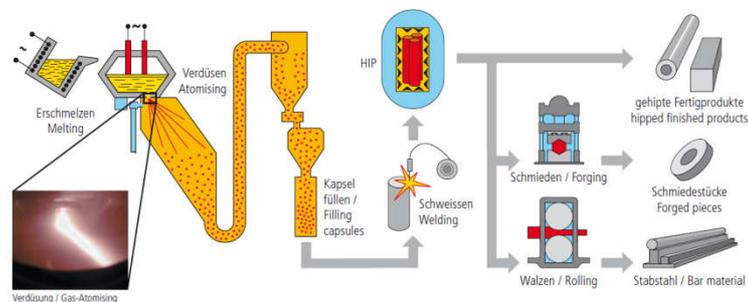


Abbildung 3-2: Pulvermetallurgische Herstellungsablauf des Kaltarbeitsstahles W5 bei Böhler Edelstahl GmbH & Co KG [4].

3.2 Probennahme, Bezeichnung und Prozessparameter

Von jeder Warmarbeitsstahlgüte wurden zwischen 3 und 5 verschiedene Chargen zur Untersuchung herangezogen. Beim W5 wurden 3 verschiedene Chargen untersucht. In **Tabelle VII** sind die einzelnen Werkstoffe aufgelistet, welche auf die Endabmessung hin gewalzt wurden. Die Probennummerierung gilt für jeweils eine Charge. Die Position der Probenentnahme ist ebenso angeführt. Diese erfolgte stets nach dem letzten Verformungsschritt und diente als Grundlage sowohl für die REM/EDX-Auswertungen als

auch Ermüdungsversuche. Des Weiteren ist der Verformungsgrad φ_{BEG} eingetragen, welcher von BEG als folgendes Verhältnis definiert ist:

$$\varphi_{BEG} = \frac{A_{Ausgang}}{A_{Ende}} \quad (27)$$

$A_{Ausgang}$ bedeutet den Ausgangsquerschnitt nach dem Abguss bzw. umschmelzen oder heißisostatisch pressen. A_{Ende} steht für die Querschnittsfläche nach dem Umformen (Walzen oder Schmieden).

Tabelle VII: Probenbezeichnungen und Prozessparameter der untersuchten Werkstoffe (Endgeometrie= Walzabmessung).

Werkstoff	Probenbezeichnung	Probenentnahmeposition	Verformungsgrad $\varphi_{Böhler}$
W1 (konventionell)	A	Boden	9,9
	B	Boden	9,2
	C	Boden	8,0
	D	Boden	10,6
	E	Boden	10,6
W3 (DESU)	T	Schopf	10,2
	U	Boden	10,2
	V	Boden	9,9
	W	Boden	9,9
W5 (PM)	Y	Boden	10,3
	Z	Boden	8,9
	AA	Boden	7,8

Tabellarisch sind dieselben Bezeichnungen und Parameter wie oben in **Tabelle VIII** zu finden. Es handelt sich dabei um geschmiedete Werkstoffe, welche im Allgemeinen einen geringeren Verformungsgrad φ_{BEG} aufweisen im Vergleich zu gewalzten Produkten.

Tabelle VIII: Probenbezeichnungen und Prozessparameter der untersuchten Werkstoffe (Endgeometrie= geschmiedet).

Werkstoff	Probenbezeichnung	Probenentnahmeposition	Verformungsgrad
W2 (DESU)	H	Boden	6,1
	K	Boden	6,1
	L	Boden	6,1
W4 (VLBO)	M	-	6,8
	N	-	6,8
	O	-	6,8
	P	-	6,8
	Q	-	6,8

Die grau hinterlegten Probenbezeichnungen (zusätzlich *fett*), kennzeichnen jene Chargen, bei denen Ermüdungsversuche durchgeführt wurden.

3.3 Reinheitsgraduntersuchung mittels automatisiertem REM/EDX

Die Grundlagen der REM/EDX- Analyse sind in Kapitel 2.3.4 näher erläutert. Es wurde jede Charge (A, B, C usw.) bei der BEG untersucht. Beim Rasterelektronenmikroskop handelt es sich um das Gerät JSM 6490 HV der Firma JEOL. Die EDX-Einheit INCA Pentafet 3x30mm² Si(Li) der Firma Oxford Instruments. Hinsichtlich wesentlicher Messparameter wird auf **Tabelle IX** hingewiesen.

Tabelle IX: Messeinstellungen der REM/EDX-Untersuchungen bei der BEG.

Strahlenergie [kV]:	15
Abstand zur Probe [mm]:	10
Detektor:	Rückstreuelektronen
Vergößerung:	200x
Auflösung:	2048x1596
detektierte NME-Größe [μm]:	> 0,9 μm
Detektionszeit pro Partikel [s]:	3

Dabei stellten rund 144 mm² die analysierte Probenfläche für W1 und W2, und ~160 mm² für W3 und W4 dar. Bei dem pulvermetallurgisch hergestellten W5, variierte die untersuchte Probenfläche zwischen 110 (Charge AA), 30 (Y) und 22 (Z) mm².

Folgende wesentliche Einschlusstypen wurden durch das Rasterelektronenmikroskop berücksichtigt:

- Oxide
- Sulfide
- Oxisulfide
- Karbide
- Nitride

Zur weiteren statistischen Auswertung wurden jedoch nur die ersten drei genannten Klassen herangezogen. Die einzelnen Unterklassen der Einschlüsse sind in **Tabelle X** angeführt. Bei den einzelnen Typen handelt es sich nicht um stöchiometrisch exakt detektierte NME. Sondern es liegen geringfügige Toleranzen vor, in denen sich die chemische Zusammensetzung (z.B. S-Gehalt) bewegen darf um trotzdem noch als z.B. Aluminiumoxid erkannt zu werden. Weiters liegt der Unterschied zwischen den beiden Unterklassen AlSiCaO und SiAlCaO darin, dass erst genannte mehr Al-Oxid im Vergleich zur zweiten besitzt.

Tabelle X: Klasseneinteilung der nichtmetallischen Einschlüsse nach BEG.

Oxide	Sulfide	Oxisulfide	
		Sulfide mit O	Oxide mit S
AlO	CaS	MnSO	Al ₂ O ₃ S
CaO	MnS	CaSO	AlMgOS
MgO	CaMnS	CaMnSO	AlMgCaOS
SiO			
AlMgO			
AlCaO			
SiMgO			
AlMnO			
AlSiCaO			
SiAlCaO			
CaAlSiO			
AlMgCaO			
CaAlMgO			
AlMgSiO			
CaAlO			
MgAlCaO			

3.4 Ermüdungsversuche

Die Lastwechselversuche wurden an der Universität Karlstad (Schweden) im Rahmen strategischer Projekte zwischen der Böhler Edelstahl GmbH & Co KG und der Uddeholm Tooling AB durchgeführt.

▪ Lastwechselzyklus

Das Ziel von Ermüdungsversuchen ist zu ermitteln, welche Spannungsamplitude der Werkstoff eine bestimmte Anzahl an Lastwechsel, ohne zu Versagen standhält. Ein Lastwechsel ist charakterisiert durch das Spannungsverhältnis $R = \text{minimale Spannung } (\sigma_{min}) / \text{maximaler Spannung } (\sigma_{max})$; und die Spannungsamplitude $\sigma_a = (\sigma_{max} - \sigma_{min}) / 2$. Weitere Parameter zur Beschreibung eines Lastwechselzyklus sind die Mittelspannung $\sigma_m = (\sigma_{max} + \sigma_{min}) / 2$ und die Spannungsschwingbreite $\Delta\sigma = \sigma_{max} - \sigma_{min}$ (**Abbildung 3-3**).

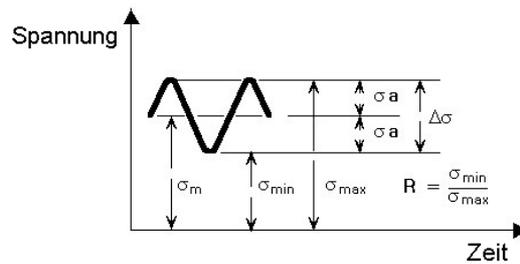


Abbildung 3-3: Spannungs-Zeitverlauf mit eingetragenen Parametern zur Beschreibung der Lastwechselversuche mit konstanter Spannungsamplitude [36].

▪ **Versuchsapparatur und -durchführung**

Ein Frequenzumformer (Ultraschallgenerator) wandelt ein 50 bis 60 Hz Spannungssignal in ein sinusförmiges elektrisches 20 kHz Ultraschallsignal. Der dadurch angeregte piezoelektrischer Wandler (Konverter), angeregt durch den Ultraschallgenerator, transformiert das elektrische Signal in longitudinale Ultraschallwellen und mechanische Vibrationen derselben Frequenz. Eine Sonotrode verstärkt anschließend die vom Konverter kommende Vibration damit die erforderliche Spannungsamplitude in der Probenmitte erreicht wird. Die eingespannte Probe, die Sonotrode und der Wandler bilden ein mechanisches Resonanzsystem mit 4 Spannungsknoten (*Spannung= 0*) und 3 Verschiebungsknoten (*Verschiebung= 0*) bei einer Eigenfrequenz von 20 kHz. Wie in **Abbildung 3-4 (a)** dargestellt befindet sich die maximale Spannung in der Probenmitte (= Verschiebungsknotenpunkt). Die größten Verschiebungen werden an den Probenenden (Spannungsknoten) erreicht.

Die Spannungsamplitude ist computergesteuert und der Test wird abgebrochen, wenn die Resonanzfrequenz von 20 kHz eine Abweichung von $\pm 0,5$ kHz aufweist. Der Versuch wird grundsätzlich bei Raumtemperatur durchgeführt. Mittels Druckluft erfolgt die Kühlung der Probe während des Versuchs. Dadurch steigt die Probentemperatur auf rund 60-70 °C.

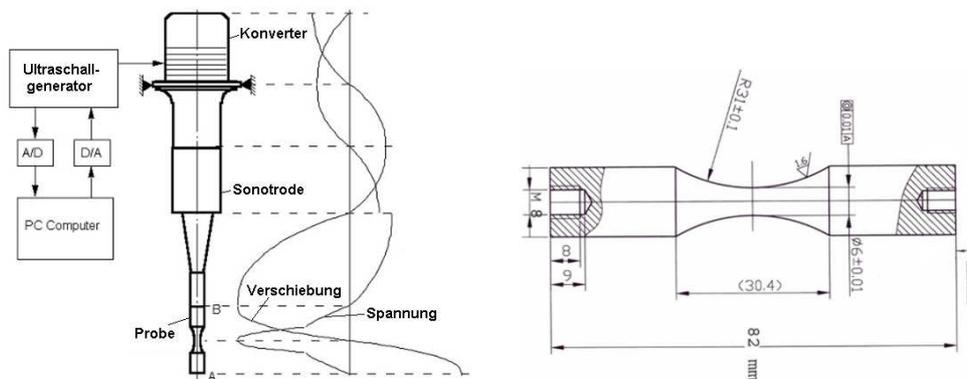


Abbildung 3-4 (a): Ermüdungsversuchsapparatur sowie Spannungs- und Verschiebungsverlauf (linke Abbildung); **(b)** Plan einer typischen Probengeometrie (rechte Abbildung).

Pro Charge (A, B, C usw.) wurden 20 bis 25 Proben auf deren Ermüdungseigenschaften (ertragbare Spannungsamplitude) für eine Lebensdauer von 10^9 Lastwechseln (UHCF bzw. GCF) (Spannungsverhältnis $R=0,1$), mit Hilfe der Stufentest-Methode [37] getestet. D.h. wenn eine Probe vor dem Erreichen von 10^9 Zyklen brach, wurde die Spannungsamplitude für die darauffolgende Probe um einen vordefinierten Schritt ([MPa]) herabgesetzt (**Abbildung 3-5**). Für den Fall, dass die Probe nicht bricht und durchläuft (d.h. größer 10^9 Lastwechsel), wurde die Belastung für die nächste Probe um den gleichen Schritt wie zuvor nach oben korrigiert. Bei allen gescheiterten Versuchen, wurde die Bruchfläche mittels REM untersucht, und die chemische Zusammensetzung sowie geometrischen Abmessungen des rissinitialisierenden Einschlusses detektiert.

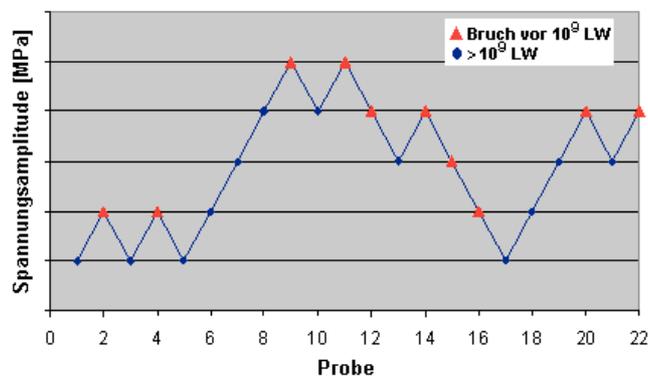


Abbildung 3-5: Anwendung der Staircase-Methode für 22 Proben im Lastwechselversuch.

Als Vorbereitung wurden die Proben gefräst und wärmebehandelt, zur Erzielung der gewünschten Härte. Im Anschluss daran ausgeschliffen und poliert, um die erforderliche Geometrie in **Abbildung 3-4 (b)** dargestellt, herzustellen. Ein weiterer Grund für den Poliervorgang stellen Oberflächenrauheiten dar. Diese Kerben verursachen im Versuchsbetrieb ungewollte Spannungsspitzen und können dadurch zu vorzeitigem Versagen führen. Die Probengeometrie (sog. „Hourglass“-Geometrie) führt dazu, dass ein Volumen von rund 300 mm^3 in der Mitte des Versuchskörpers mit 95% der maximalen Spannung beaufschlagt wird. Dieses Volumen wurde mit Hilfe der Finite-Elemente-Simulation Abaqus im Rahmen einer noch laufenden Dissertation (V. Kazymyrovych) an der Universität in Karlstad bestimmt.

Die Proben wurden senkrecht zur Verformungsrichtung entnommen. Dadurch kommt die größtmögliche Kerbwirkung der längsgestreckten Einschlüsse zu tragen und die ungünstigsten Bedingungen für Ermüdungseigenschaften.

3.5 Statistische Auswertung

Bei den durchgeführten Ermüdungstests führen nur sehr große Einschlussagglomerate, im mit Spannung beanspruchten Volumen (rund 300 mm³), zum Bruch der Probe. Dadurch ist es möglich in diesem Stahlvolumen große Einschlusspartikel zu detektieren.

Auf Grund des jedoch enormen zeitlichen und finanziellen Aufwandes, welcher in Verbindung mit Ermüdungstests steht, ist man im Zuge der Stahlherstellung bemüht kostengünstigere und zeitoptimierte Lösungen zu finden. Daher wurde im Rahmen dieser Masterarbeit eine statistische Auswertemethode verwendet, damit man bereits aus den Ergebnissen erzielt mittels REM/EDX- oder Lichtmikroskop-Untersuchungen eine Aussage über die Verteilung großer Einschlüsse treffen kann.

Die statistischen Grundlagen für die angewandten Auswerteroutinen wurden im Rahmen der Doktorarbeit von J. Ekengren an der Universität Karlstad erarbeitet. Im Rahmen dieser Masterarbeit wurde während eines Aufenthalts in Karlstad gemeinsam ein MATLAB-Programm-Code entwickelt, welcher die statistische Auswertung der REM/EDX- und Ermüdungsversuchs-Ergebnisse ermöglicht. In weiterer Folge wurden die erzielten Ergebnisse hinsichtlich der Korrelation zwischen statistisch ermittelter REM/EDX und statistischer GCF (Giga Cycle Fatigue)-Verteilung analysiert.

3.5.1 Einleitung

Die Bestimmung der Korrelation zwischen Daten ermittelt durch REM/EDX und GCF-Versuch wird in **Abbildung 3-6** überblicksmäßig erklärt.

Schematische Durchführung der Korrelation zwischen statistischer REM/ EDX- und UHCF-Auswertungen

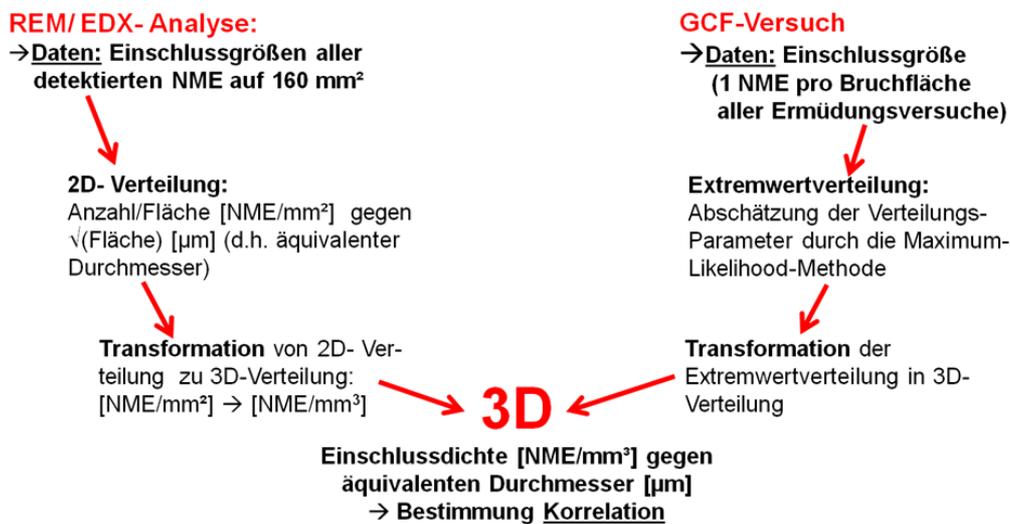


Abbildung 3-6: Statistische Auswertung hinsichtlich des Zusammenhangs zwischen REM/EDX-Analyse und Ermüdungsversuch.

3.5.2 REM/EDX-Analyse

▪ Gemessene Verteilung

Die Ermittlung der gemessenen Verteilung erfordert die Berechnung des äquivalenten Durchmessers. In dieser Arbeit wird der äquivalente Durchmesser als die Seitenlänge eines Quadrats definiert. Die Berechnung erfolgt durch das Bestimmen der Fläche des detektierten NMEs (Länge·Breite). Der äquivalente Durchmesser wird bestimmt durch anschließendes Ziehen der Quadratwurzel eben dieser Fläche.

Für die Verteilung wurden oxidische und sulfidische Partikel sowie Oxisulfide berücksichtigt. Der Grund für die Nicht- Berücksichtigung von Karbiden und Nitriden liegt darin, dass überwiegend oxidische und sulfidische nichtmetallische Einschlüsse bruchauslösend im GCF-Versuch wirkten.

Zur Bestimmung der Verteilung (**Abbildung 3-7**) wird die Gesamtanzahl aller detektierten Einschlüsse ermittelt. Die einzelnen NME werden nach deren Einschlussgröße aufsteigend sortiert. Danach wird die Anzahl dividiert durch die untersuchte Probenfläche gegen die NME-Größen aufgetragen. Die Anzahl nimmt, beginnend von der Gesamtanzahl für den darauffolgenden Größeneintrag der Partikel um 1 ab bis eine Dichte von $1/\text{Probenfläche}$ [NME/mm²] erreicht ist. Damit keinerlei Information verloren geht, erfolgte hierbei keine Einteilung nach Klassen.

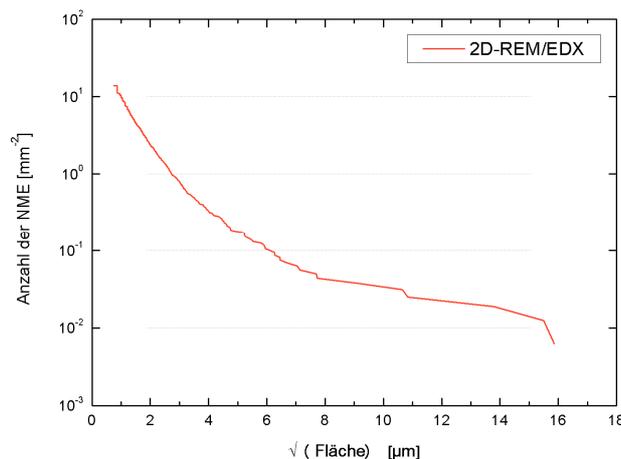


Abbildung 3-7: Zweidimensionale Verteilung ermittelt aus den REM/EDX-Daten.

▪ Extrapolierte Verteilung

Der erste Schritt zur Bestimmung eines Zusammenhangs zwischen den Ergebnissen der REM/EDX-Auswertung und den Ermüdungsversuchen, ist die Abschätzung der Verteilung großer NME ausgehend von Daten ermittelt im Rasterelektronenmikroskop. Es wird dabei versucht, auf Basis der gemessenen Verteilung, durch die Annäherung einer Funktion, große NME vorherzusagen. In Kapitel 3.5.3 wird die Methode beschrieben, bei der die gesammelten Daten der GCF-Versuche als Eingangsparameter dienen. Die Ergebnisdarstellung sowie Diskussion der Korrelation erfolgt daraufhin in den Kapiteln 4 und 5.

Als erster Schritt erfolgt die Annäherung einer Funktion an die gemessene Verteilung. Dabei stehen mehrere verschiedene mathematische Funktionen zur Auswahl (**Tabelle XI**). Bei den Fitfunktionen (2) und (4), werden jeweils zwei Teilfunktionen (x von 0 bis Wert a, sowie von Wert a bis b) an die Kurve angenähert. Zur Bestimmung, welche die beste Fitfunktion der gemessenen Verteilung darstellt, wird die Summe der Differenzen aus 25 y-Werten der gemessenen (y_{gem}) und der jeweils angenäherten Verteilung (y_{fit}), bei konstanten, gleichbleibenden x-Werten, gebildet:

$$\text{Summe Differenzen} = \sum_{i=1}^{25} \sqrt{(y_{gem,i} - y_{fit,i})^2} \quad (28)$$

Tabelle XI: Zweidimensionale Fitfunktionen.

2D- Fitfunktion (1)	$(x)^{1/2}$
2D- Fitfunktion (2)	$(x_{0 \rightarrow a})^{1/2} + (x_{0 \rightarrow b})^{1/2}$
2D- Fitfunktion (3)	$(x)^{1/3}$
2D- Fitfunktion (4)	$(x_{0 \rightarrow a})^{1/3} + (x_{0 \rightarrow b})^{1/3}$
2D- Fitfunktion (5)	$\log(x)$

Die Funktion, welche die minimale Summe erzielt, wird als Fitkurve ausgewählt und dient zur Extrapolation der gemessenen Verteilung zu großen Einschlussgrößen.

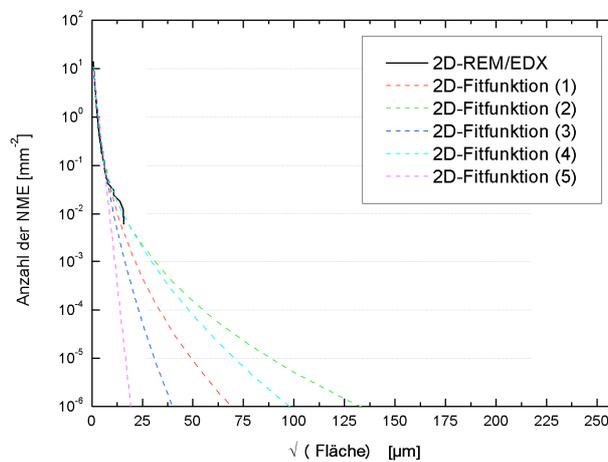


Abbildung 3-8: Annäherung der Fitkurve/Extrapolationsfunktion an die zweidimensionale REM/EDX-Verteilung.

Weil diese extrapolierte Verteilung zweidimensional ist (Anzahl NME-Querschnitte/Fläche) muss diese in eine dreidimensionale Verteilung (Anzahl NME-Kugeln/Volumen) überführt werden. Der Grund liegt darin, dass die aus dem GCF-Versuch bestimmte Extremwertverteilung ebenfalls in 3D transformiert wird. Eine zusätzliche Überführung der Extremwertverteilung in 2D würde zu einer weiteren Fehlerquelle führen. Deshalb treffen sich die beiden Verteilungen im dreidimensionalen Raum, d.h. Anzahl der Einschlüsse pro mm^3 aufgetragen gegen die Einschlussgröße.

▪ Transformation 2D-zu 3D-Verteilung

Die Umwandlung der angenäherten extrapolierten Verteilung zu einer dreidimensionalen Verteilung ist in diesem Abschnitt beschrieben:

Zu Beginn wird der Größenbereich nichtmetallischer Einschlüsse von 1 bis 250 μm definiert und in 25 Größenklassen geteilt. Hierbei wird das Kriterium nach Campell [38] angewandt. Die Durchmesser zweier benachbarter Größenklassen stehen im Verhältnis von $10^{-0,1}$ ($=0,7943$ sog. Saltykov-Skalierungs-Faktor [39]) zueinander. D.h. Größenklasse 1 beinhaltet NME mit einem äquivalenten Durchmesser von 1 bis $1/10^{-0,1}$ ($=1,26$) μm . Klasse 25 beinhaltet Partikel von 199,5 bis 251,2 μm .

Zur Übertragung der Verteilung liegt folgendes Prinzip von Saltykov [39] als Grundlage vor. Man nimmt einen Quader, der durch Kugeln mit demselben Durchmesser gefüllt ist. Wird nun der Würfel parallel zu einer Seitenfläche durchgeschnitten, so ergibt sich ein Schnittmuster nach **Abbildung 3-9**. Je nach Lage der Kugel zur Schnittebene, werden die Kugeln entlang unterschiedlich großer Kreise geschnitten.

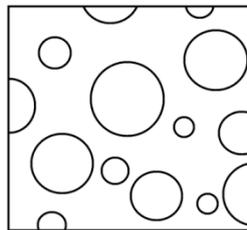


Abbildung 3-9: Schnittdarstellung eines mit Kugeln gefüllten Quaders.

Dasselbe gilt für – idealisiert als Kugeln betrachtete – nichtmetallische Einschlüsse im Stahl, die mit Hilfe eines Lichtmikroskops bzw. REM/EDX in einer Schnittebene untersucht werden. Beide Auswertemethoden sind nicht in der Lage genau zu bestimmen, ob es sich beim Querschnitt des detektierten Einschlusses um einen kleinen Teilquerschnitt des NMEs handelt, dessen äquivalenter Durchmesser z.B. nur ein Fünftel des Durchmessers des ganzen Einschlusspartikels darstellt. Oder ob der Einschluss ungefähr im Bereich seiner größten Ausdehnung bei der Präparation abgetragen wurde.

Daher ist es erforderlich zu bestimmen, mit welcher Wahrscheinlichkeit ein detektierter Kreisquerschnitt von einem Einschluss (Kugel) der einer bestimmten – gleich großen oder größeren – Größenklasse entstammt. Zu diesem Zweck wird die Wahrscheinlichkeit bestimmt, mit der ein Einschluss aus einer Klasse k , aus der nächstgrößeren Klasse $k+1$ entstammt. Die Berechnung der Wahrscheinlichkeit erfolgt mittels einer geometrischen Methode, dargestellt in **Abbildung 3-10**. Durch die geometrische Methode wird die Wahrscheinlichkeit berechnet, mit der ein gefundener Einschluss aus Größenklasse $k-1$ (mit Radius r_1 , um den Saltykov-Faktor kleiner als R ($r_1=10^{-0,1} \cdot R$)) aus der Größenklasse k entstammt. Ebenso die Wahrscheinlichkeit mit der ein detektierter NME-Querschnitt (mit r_2 , Größenklasse $k-2$) aus dem Einschluss mit Radius R herkommt.

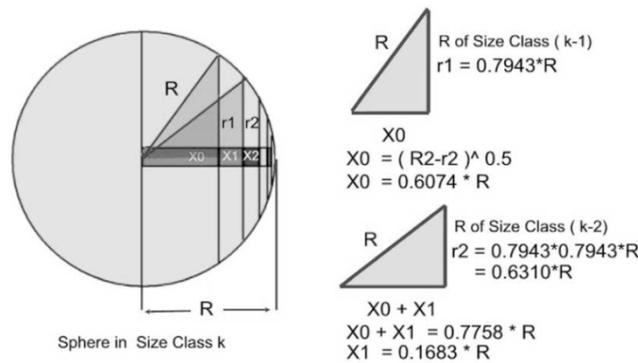


Abbildung 3-10: Schnittdarstellung einer mit Kugeln durch mehrere parallele Platten [40].

Dadurch kann für jede einzelne Größenklasse k , von 1 bis 25, die Anzahl $NA_{(k,k)}$ an Einschlussquerschnitten bestimmt werden, welche tatsächlich aus dieser Klasse k stammen. Für eine Detailbeschreibung der statistischen Methode wird auf Literaturstelle [40] verwiesen. Mithilfe Gleichung 29 lässt sich die Anzahl an Kugeln pro Klasse k ermitteln. $D_{(k)}$ ist der mittlere Durchmesser der Kugel in Klasse k . Somit sind die Anzahl der Querschnitte (Kreise) pro Größenklasse in Anzahl der Kugeln transformiert, d.h. die zweidimensionale Verteilung geht in eine Dreidimensionale über.

$$NV_{(k)} = \frac{1}{D_{(k)}} \cdot 1,646 \cdot NA_{(k,k)} \tag{29}$$

In **Abbildung 3-11** sind anhand Charge A die beiden extrapolierten Verteilungen (2D, 3D) im Vergleich dargestellt.

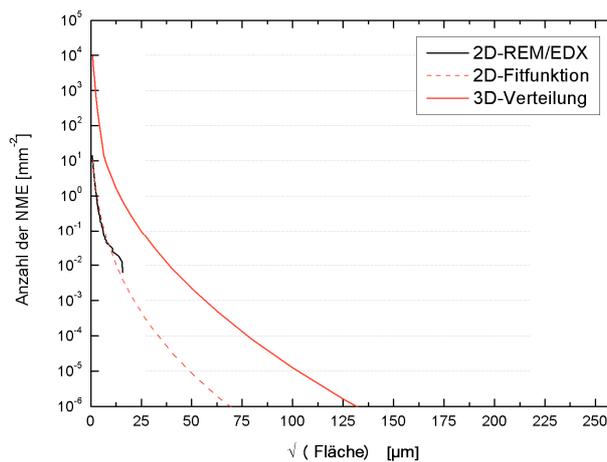


Abbildung 3-11: Dreidimensionale Verteilung zur Ermittlung der Korrelation mit den GCF-Ergebnissen.

3.5.3 Ermüdungsversuche

Die äquivalenten Durchmesser der einzelnen rissinitialisierenden Einschlüsse, welche an der Bruchoberfläche der GCF-Versuche detektiert werden, dienen als Eingangsdaten für die statistische Auswertemethode. Dieser ist in derselben Weise definiert, wie im Fall der mittels REM/EDX gefundenen NME. Er wird ermittelt durch das Ziehen der Quadratwurzel der angenäherten Einschlussfläche ($\text{Länge}_{\text{gemessen}} \cdot \text{Breite}_{\text{gemessen}}$) und stellt die Seitenlänge eines quadratischen NMEs dar.

▪ Extremwertverteilung

Um seltene Ereignisse in der Klimaforschung (Hochwasser, Trockenperioden) oder im Bereich der Risikomessung von Banken und Versicherungen vorherzusagen, scheitern übliche statistische Methoden bei der Beschreibung deren Verteilungen. Grund dafür ist, dass sich die herkömmliche Statistik mit „normalen“ Ereignissen beschäftigt. Die Extremwertstatistik ist hingegen eine mathematische Disziplin, die sich mit den Ausreißern in herkömmlichen Verteilungen, d.h. mit maximalen und minimalen Werten an den Enden, beschäftigt.

Ein weiteres Beispiel für extreme Werte von großem Interesse, stellt die Größe des maximalen nichtmetallischen Einschlusses in einem unter Spannung stehenden Stahlvolumen dar. In dieser Arbeit wird deshalb mit Hilfe der Extremwertstatistik die Verteilung großer NME bestimmt. Gleichung 30 zeigt die allgemeine Extremwertverteilung [41]:

$$G(z) = \exp \left\{ - \left[1 + \xi \left(\frac{z - \mu}{\sigma} \right) \right]^{-1/\xi} \right\} \quad (30)$$

Die im Zuge der GCF-Versuche detektierten Einschlüsse dienen dabei als Eingangsparameter z . $G(z)$ steht für die Wahrscheinlichkeit, dass der maximale Einschluss größer ist als z . σ und μ sind der Streuungs- und der Lageparameter. Eine besondere Bedeutung hinsichtlich des zu erwarteten maximalen Einschlusses, trägt der Formparameter ξ . Wenn gilt $\xi \rightarrow 0$, dann geht die allgemeine Extremwertverteilung in eine Gumbel-Verteilung $G_1(z)$ über [41]:

$$G_1(z) = \exp \left\{ - \exp \left[\frac{z - \mu}{\sigma} \right] \right\} \quad (31)$$

Das bedeutet, dass die Verteilung eine exponentielle Abnahme zeigt. Einen oberen Grenzwert für die abgeschätzte maximale NME-Größe erhält man bei $\xi < 0$. Für positive Werte von ξ besitzt die Verteilungsfunktion eine positive Steigung und somit würde bei zunehmenden Stahlvolumen auch das vorhergesagte Partikelvolumen steigen (**Abbildung 3-12**).

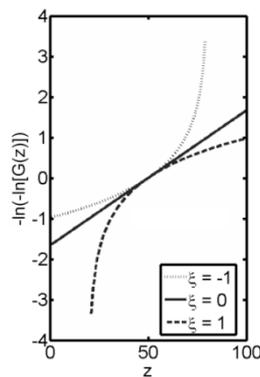


Abbildung 3-12: Die drei verschiedenen Erscheinungsformen der kumulativen Extremwert-Verteilung. $\sigma=30$, $\mu=50$ und ξ im Diagramm angegeben.

▪ **Abschätzung der Funktionsparameter σ , μ und ξ**

Wie bereits im vorangegangenen Kapitel beschrieben, dienen die äquivalenten Durchmesser aus den Ermüdungsversuchen als Eingabeparameter. Zur Bestimmung des Form-, Lage- und Streuungsparameters der Verteilung pro Werkstoff/Charge werden diese Durchmesser in die logarithmierte allgemeine Extremwertverteilung (entspricht der Likelihood-Funktion, siehe Gleichung 32) eingesetzt. Mithilfe des Maximum-Likelihood-Schätzverfahrens wird anschließend die Likelihood-Funktion l unter Veränderung von σ , μ und ξ maximiert [42].

$$l = -N \cdot \log \sigma - \left(\frac{1}{\xi} + 1\right) \cdot \sum_i \log \left(1 + \xi \frac{Y_i - \mu}{\sigma}\right) - \sum_i \left(1 + \xi \frac{Y_i - \mu}{\sigma}\right)^{-1/\xi} \quad (32)$$

Unter der Bedingung, dass der Term $1 + \xi \frac{Y_i - \mu}{\sigma} > 0$ für alle Indizes i . Dabei stellt Y_i die einzelnen gemessenen und berechneten äquivalenten Durchmesser dar, welche mit steigendem Index implementiert werden. Damit nun jedoch die Korrelation mit der bestimmten Verteilung aus den REM/EDX Daten hergestellt werden kann, muss man die gewonnene Verteilung in 3D überführen.

▪ **Transformation der Extremwertverteilung zu 3D**

Die folgende statistische Methode entstammt aus einer in Bälde erscheinenden Publikation von J. Ekengren, Universität Karlstad (Schweden).

Einschlüssen, die Ermüdungsbrüche im GCF-Versuch initialisieren, liefern eine Extremwert-Verteilung samt den Parametern σ , μ und ξ . Des Weiteren erhält man die kleinste gefundene NME-Größe u_0 . Das untersuchte Probenvolumen beträgt dabei $\sim 300 \text{ mm}^3$.

Die Dichte an großen Einschlüssen kann geschrieben werden als

$$N_V(z) = \zeta(u_0) \cdot \phi(z) \quad (33)$$

wobei

$$\zeta(u_0; \mu, \sigma, \xi) = \frac{(1 + \frac{\xi(u_0 - \mu)}{\sigma})^{-1/\xi}}{V} \quad (34)$$

die Auftrittsrate an Einschlüssen größer u_0 darstellt und

$$\phi(z; u_0, \mu, \sigma, \xi) = \left[1 + \xi \frac{z - u_0}{\sigma + \xi(u_0 - \mu)} \right]^{-1/\xi} \quad (35)$$

die Verteilung von Einschlussgrößen größer als u_0 .

Durch diese Umformung erhält man die Dichte (Anzahl der NME(Kugeln)/[mm³]) die gegen die steigende Einschlussgröße (äquivalenter Durchmesser [µm]) aufgetragen wird.

▪ Ranking Variable S_{GCF} , S_{SEM}

Die im Rahmen der Doktorarbeit von J. Ekegren definierte Ranking Variable, dient als Kenngröße zum einen für die Korrelation der REM/EDX- und GCF-Versuch-Verteilungen. Andererseits auch als Kenngröße, die mit mechanische Eigenschaften und grundsätzlichen Reinheitsgraduntersuchungen ausgewertet wird. Diesbezüglich wird auf Kapitel 4.3 verweisen. Die allgemeine Herleitung, Erklärungen und die Definition folgen im kommenden Abschnitt.

Das Risiko des Ermüdungsversagens ist im Prinzip dasselbe Risiko, wie mindestens einen Defekt zu finden, in Kombination mit kritischer lokaler Spannung und kritischer Defektgröße. Wenn man annimmt, dass nichtmetallische Einschlüsse zufällig im Stahl verteilt sind, dann kann für die Berechnung der Wahrscheinlichkeit, mindestens einen NME in einem Volumen zu finden, die Poisson-Verteilung angewandt werden.

Der Zusammenhang zwischen NME-Dichte pro mm³ N_V , Volumen V und der Wahrscheinlichkeit $f(n)$ eine bestimmte Anzahl an Defekten innerhalb dieses Volumens zu finden ist

$$f(n) = \exp(-\lambda) \cdot \lambda^n / n! \quad (36)$$

Mit $\lambda = N_V \cdot V$. Die Wahrscheinlichkeit mindestens N oder mehr Defekte zu finden ergibt sich aus

$$F(N) = \sum_n^\infty f(n) = \sum_n^\infty \exp(-\lambda) \cdot \lambda^n / n! . \quad (37)$$

Hinsichtlich der Ermüdungseigenschaften ist lediglich die Wahrscheinlichkeit einen Defekt zu finden von Bedeutung. Diese ergibt sich aus 1 weniger der Wahrscheinlichkeit keinen Defekt zu detektieren:

$$F(1) = 1 - f(n = 0) = 1 - \exp(-N_V V) . \quad (38)$$

Die Ranking Variablen S_{SEM} und S_{GCF} werden berechnet mithilfe der abgeschätzten Volums-Dichten. Und zwar bei jener Einschlussgröße, wo die Wahrscheinlichkeit einen NME zu finden 50 % beträgt (**Abbildung 3-13**). Die Schnittpunkte zwischen den dreidimensionalen Verteilungen und der resultierenden Volums-Dichte $N_V^* 2,3 \cdot 10^3$ [NME/mm³] ($= -\log(0,5)/300$) ergeben die Ranking Variablen.

D.h. S_{SEM} und S_{GCF} geben die Größe eines Defekts an, der bei jeder 2. Probe im Ermüdungsversuch zum Bruch führt (bei einem Prüfvolumen von 300 mm³). Je kleiner die Differenz der Ranking Variablen der beiden Prüfverfahren ist, desto besser korrelieren die Ergebnisse.

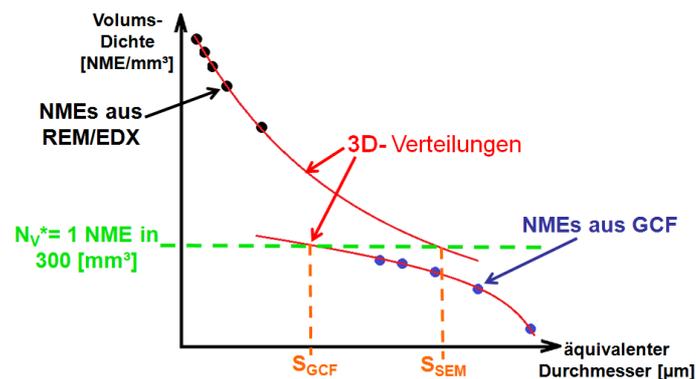


Abbildung 3-13: Korrelation zwischen REM/EDX- und GCF-Versuch-Ergebnissen mittels Ranking Variable.

4 Auswertung der Ergebnisse

In diesem Kapitel werden zu Beginn die RHG-Auswertungen der REM/EDX-Analyse dargestellt und anschließend die Ergebnisse der Lastwechselversuche. Die statistische Auswertung, sowohl der REM/EDX- als auch der Ermüdungs-Untersuchungen, stellt den letzten Punkt dar.

4.1 Reinheitsgraduntersuchung mittels REM/EDX

Die Daten der REM/EDX-Analysen wurden hinsichtlich mehrerer Gesichtspunkte ausgewertet. Zu Beginn werden die bezogenen Einschlussflächen der einzelnen Prozessrouten angeführt. Anschließend die ermittelten Häufigkeiten in den einzelnen definierten Einschlussklassen dargestellt.

4.1.1 Bezogene Einschlussflächen

Bei **Abbildung 4-1** ist der Mittelwert der bezogenen Einschlussflächen sämtlicher Chargen eines Werkstoffes aufgetragen. In dieser Darstellung wurden Oxide mit Schwefel unter dem Überbegriff Oxide sowie Sulfide mit Sauerstoff zu Sulfide zusammengefasst. Es lässt sich erkennen, dass der DESU umgeschmolzene W2 betreffend der mittleren bezogenen Einschlussdichte einen besseren Reinheitsgrad im Verhältnis zum konventionellen W1 aufweist. Etwas mehr Einschlussfläche zeigt der DESU umgeschmolzene W3, jedoch verschiebt sich die Verteilung hin zu einem niedrigeren Sulfidgehalt. Einen deutlich

verringerten Anteil an oxidischen Einschlüssen weist hingegen der im VLBO umgeschmolzene W4 auf. Dessen Sulfidgehalt liegt bei Werten des W3. Grundsätzlich sinkt die bezogene Einschlussfläche vom konventionell abgegossenen Werkstoff, über die DESU Routen, hin zum VLBO.

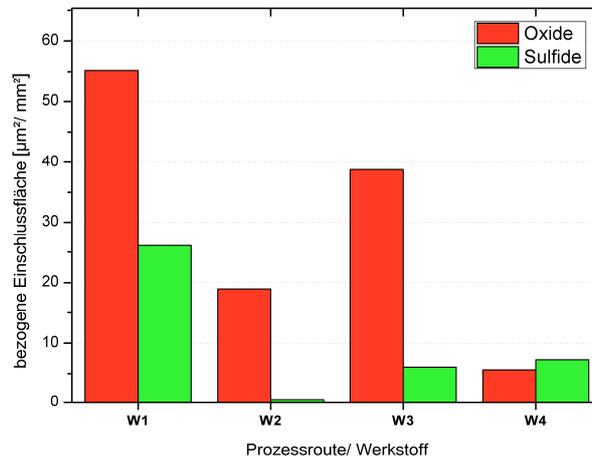


Abbildung 4-1: Mittelwerte sämtlicher Chargen für die bezogenen Einschlussflächen der einzelnen Produktionsrouten.

Abbildung 4-2 zeigt die Ergebnisse von **Abbildung 4-1** mit Unterscheidung von Oxiden und Oxiden mit Schwefel sowie Sulfiden und Sulfiden mit Sauerstoff und zusätzlich dem Werkstoff W5. Der W1 besitzt einen deutlich höheren Flächenanteil an NME mit Sauerstoff in Kombination mit S gegenüber den restlichen Werkstoffen. Ebenso liegen deutlich mehr reine Sulfide verglichen mit den anderen Güten vor. Der DESU umgeschmolzene W2 besitzt viel weniger sulfidische (mit O) bzw. oxidische Einschlussfläche mit Schwefel. Nicht so stark ausgeprägt ist diese Tendenz beim W3, aber dennoch verstärkt erkennbar im Vergleich zu W1. Der hohe Reinheitsgrad des W4 wird in dieser Darstellung noch deutlicher. Wobei hierbei der oxidische Anteil gegenüber dem sulfidischen kleiner ist. Der pulvermetallurgisch hergestellte W5 kann auf Grund seines Herstellprozesses hinsichtlich des Reinheitsgrades nicht direkt mit den schmelzmetallurgisch hergestellten Werkstoffen verglichen werden. Pulvermetallurgische Werkstoffe besitzen zwar eine hohe Anzahl an NME, deren Größe ist hingegen sehr gering im Vergleich zu schmelzmetallurgisch hergestellten Werkstoffen. W5 wird aber dennoch zur vollständigen Darstellung angeführt, wobei erkennbar ist, dass der überwiegende Anteil der nichtmetallischen Einschlüsse in Form von Sulfiden vorliegt.

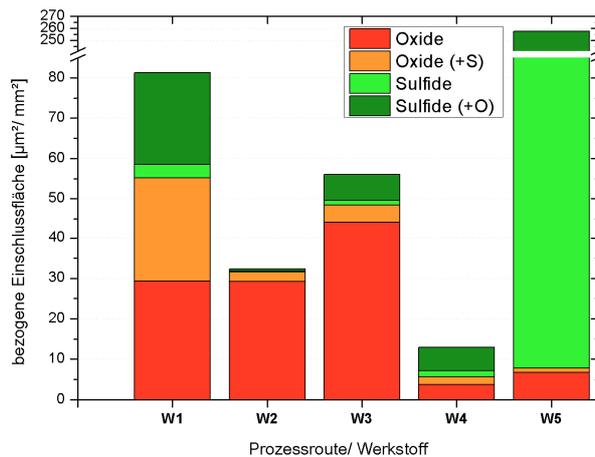


Abbildung 4-2: Bezogene Einschlussflächen der einzelnen Produktionsrouten.

Abbildung 4-3 veranschaulicht, dass die Werte (in **Abbildung 4-1** und **Abbildung 4-2**) für die über sämtliche Chargen eines Werkstoffes gemittelte bezogene Einschlussfläche durch einzelne abweichende Chargen stark beeinflusst werden. Im W1 konventionell abgegossen zeigt sich bei den Proben C und E eine sehr hohe mittlere Einschlussfläche. Besonders gleichmäßig sind die Ergebnisse im Vergleich dazu bei den DESU-Güten und dem im Vakuum umgeschmolzenen W4. Da die Chargen Y sowie Z (W5) höhere bezogene Einschlussflächen besitzen, senkt AA den Mittelwert nur unmerklich (**Abbildung 4-2**).

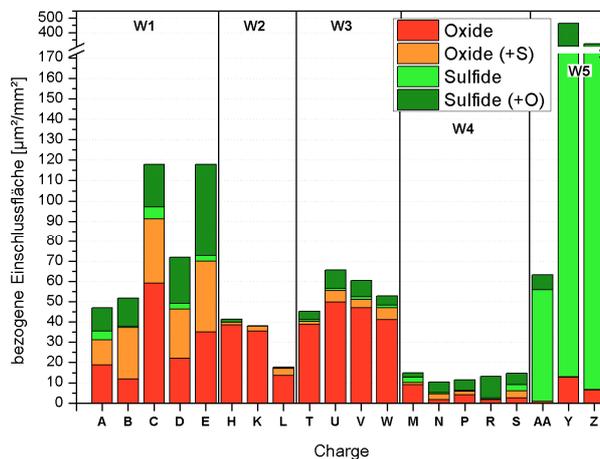


Abbildung 4-3: Bezogene Einschlussflächen der einzelnen Chargen.

Folglich lässt sich aus dieser Darstellung ableiten, dass Umschmelzprozesse die bezogene Flächendichte wesentlich senken (ins besondere VLBO) und v.a. auch die Homogenität deutlich erhöhen.

4.1.2 Anzahl der Einschlüsse pro Klasse und Häufigkeitsverteilungen

Die Anzahl der detektierten nichtmetallischen Einschlüsse/mm² je Einschlussklasse auf der untersuchten Probenfläche ist in **Abbildung 4-4** bis **Abbildung 4-8** zu finden. Jedes der Diagramme beinhaltet sämtliche Chargen einer Werkstoffgüte unterteilt in die einzelnen Einschlussklassen. Ebenfalls ist die Anzahl der Einschlüsse pro mm² pro Charge in **Tabelle XII** bis **Tabelle XV** aufgelistet.

Einen sehr guten Reinheitsgrad im Bezug auf die Anzahl der Einschlüsse weist Charge B auf (**Tabelle XII**). A, D und E liegen um rund die Hälfte darüber. Bei C wurden mehr als doppelt so viele Einschlüsse pro mm² gefunden. Obwohl bei E ungefähr dieselbe Anzahl gefunden wurde wie bei A und D, ist die bezogene Einschlussfläche beträchtlich höher (siehe **Abbildung 4-3**). Demzufolge befinden sich im Mittel größere Einschlüsse auf Probe E.

Tabelle XII: Anzahl der NME pro Charge pro mm² des Werkstoffes W1.

Charge	Anzahl [mm ²]
A	15,5
B	10,2
C	23,2
D	18,8
E	16,8

Grundsätzlich zeigt sich anhand von **Abbildung 4-4**, dass reine Oxide im W1 v.a. in Form von Al-Mg-Oxide vorliegen. Den Großteil der Einschlüsse stellen aber Oxide in Verbindung mit Schwefel bzw. Sulfide in Kombination mit Sauerstoff. MnS mit oder ohne Sauerstoff stellen bei keiner Charge einen wesentlichen Teil dar. Im Gegensatz dazu liegen CaS bzw CaS (+O) vermehrt vor. Eine besonders hohe Anzahl an Einschlüssen zeigen die Chargen C und E in mehreren Einschlussklassen.

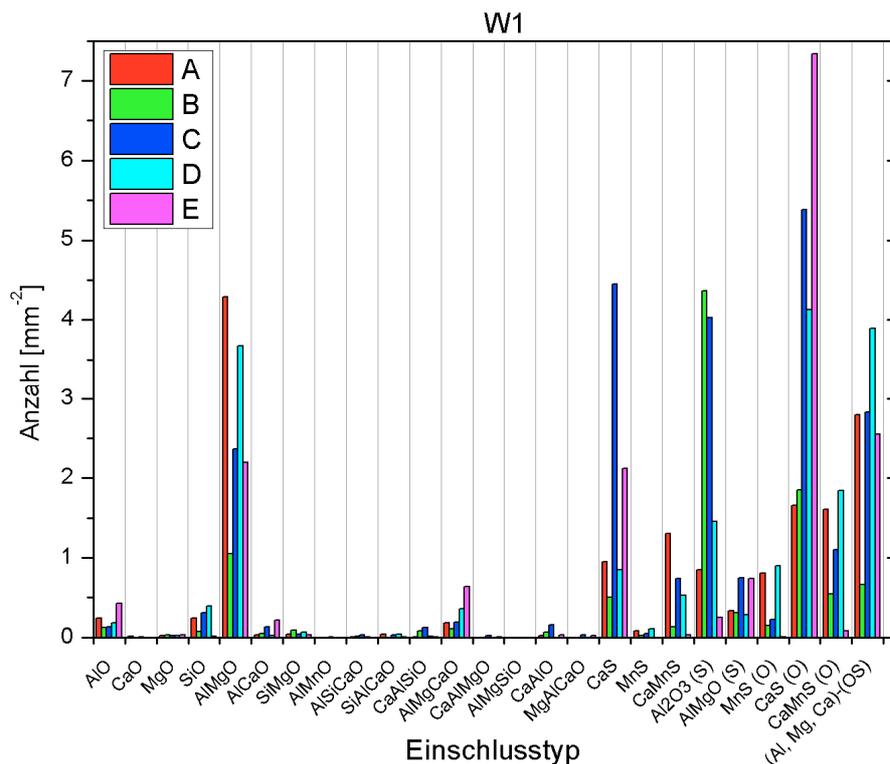


Abbildung 4-4: Anzahl der gefundenen Einschlüsse pro Typ der einzelnen Chargen des W1.

Eine wesentlich niedrigere Anzahl zeigt sich im Falle des W2 (**Tabelle XIII**). Diese Werte liegen deutlich unter jenen des konventionell abgegossenen W1. Eine besonders hohe Reinheit zeigen die beiden Proben K und L.

Tabelle XIII: Anzahl der NME pro Charge pro mm² des Werkstoffes W2.

Charge	Anzahl [mm ⁻²]
H	7,1
K	2,7
L	3,1

Abbildung 4-5 zeigt eine zum veränderte Verteilung der Einschlüsse hinsichtlich der einzelnen Klassen im Vergleich zum vorangegangenen W1. Oxidische Einschlüssen sind vor allem reine Magnesium-Aluminium-Spinelle. Lediglich Charge H zeigt einen erhöhten Anteil an Aluminiumoxid. Betreffend der Einschlüsse in Kombination mit Schwefel wurden generell eine wesentlich geringe Anzahl detektiert. Hierbei ist die sehr gute Entschwefelungswirkung der im DESU-Prozess aufgebrauchten Umschmelzschlacke zu erkennen.

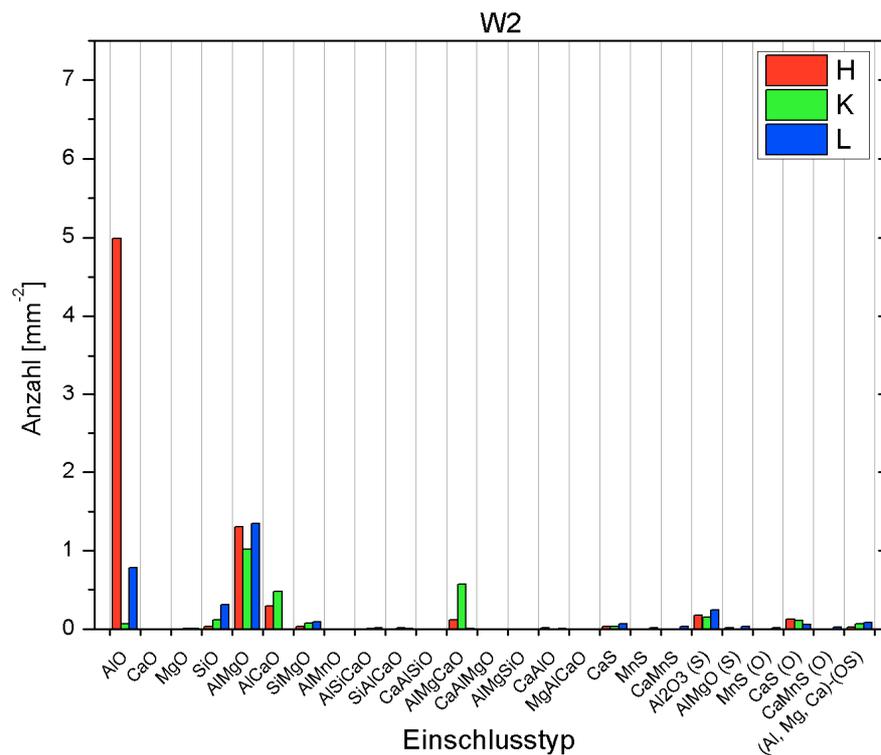


Abbildung 4-5: Anzahl der gefundenen Einschlüsse pro Typ der einzelnen Charges des W2.

Die Zahl der gesamten detektierten NME bei Werkstoff W3 liegen konstant niedrig, jedoch etwas höher verglichen mit W2 (**Tabelle XIV**).

Tabelle XIV: Anzahl der NME pro Charge pro mm² des Werkstoffes W3.

Charge	Anzahl [mm ²]
T	6,8
U	6,0
V	6,7
W	7,6

Eine ähnliche Verteilung wie bei W2 liegt bei W3 (**Abbildung 4-6**) vor: Relativ niedrige Gehalte an Sulfiden bzw. Einschlüssen die Schwefel enthalten. Dagegen sind eine große Anzahl an Al-Mg-Oxiden und eine kleinere an reinen Aluminiumoxiden vorhanden.

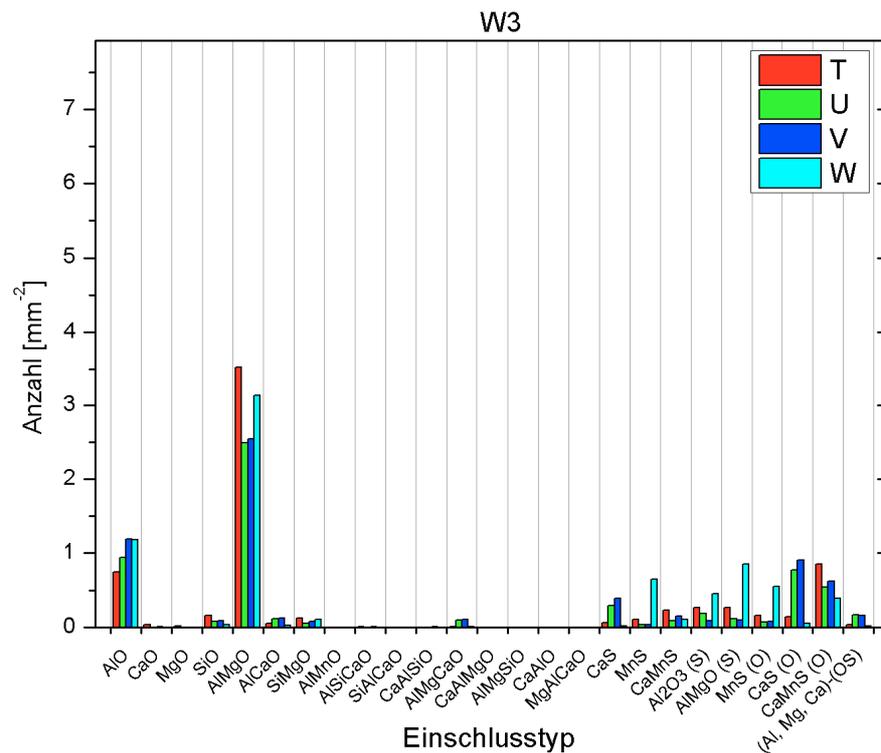


Abbildung 4-6: Anzahl der gefundenen Einschlüsse pro Typ der einzelnen Chargen des W3.

Eine starke durchschnittliche Verminderung der Anzahl von NME gegenüber den im vorangegangenen beschriebenen Güten liegt bei dem im Vakuum umgeschmolzenen W4 vor (**Tabelle XV**).

Tabelle XV: Anzahl der NME pro Charge pro mm² des Werkstoffes W4.

Charge	Anzahl [mm ⁻²]
M	3,5
N	2,0
P	1,9
R	1,7
S	3,9

Im Besonderen betrifft dieser Umstand dabei den oxidischen Reinheitsgrad. In **Abbildung 4-7** ist zu erkennen, dass im Großen und Ganzen lediglich MnS und MnS mit Sauerstoff vorliegen. Dabei zeigt sich deutlich die große Stärke des im Vakuum umgeschmolzenen Werkstoffes. V.a. der Sauerstoffanteil wird dabei stark reduziert. Die Entschwefelungswirkung hingegen ist im Vergleich zum DESU-Verfahren nicht so stark ausgeprägt, dadurch dass keine Schlackenmetallurgie möglich ist.

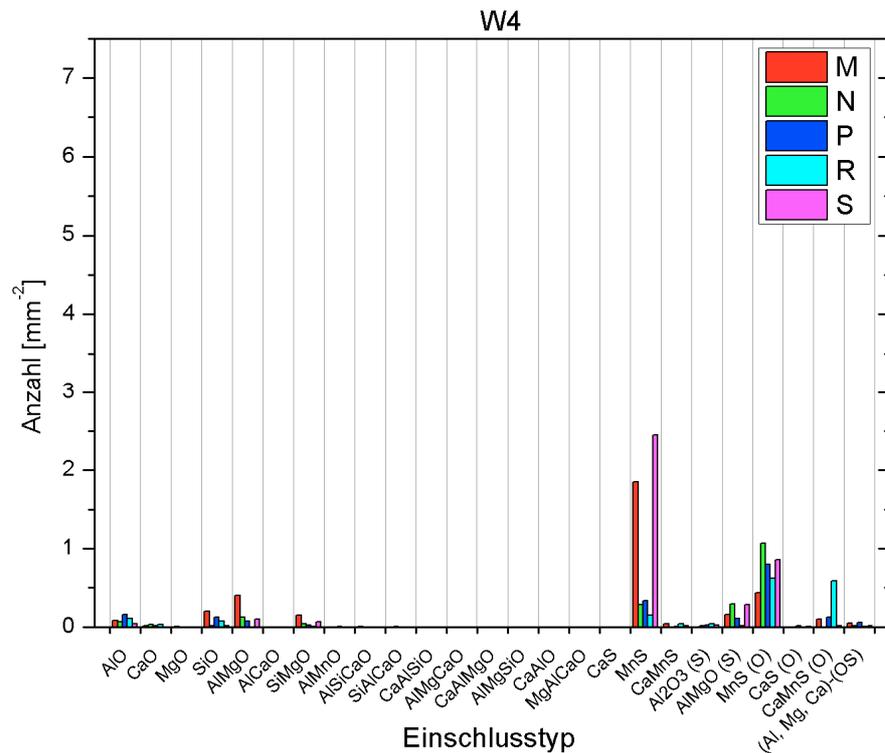


Abbildung 4-7: Anzahl der gefundenen Einschlüsse pro Typ der einzelnen Chargen des W4.

Wie Bereits zuvor erwähnt ist ein Vergleich zwischen dem pulvermetallurgisch hergestellten Werkstoff W5 und den schmelzmetallurgisch hergestellten W1-W4 hinsichtlich der Anzahl der Einschlüsse nicht zulässig. Deshalb wird an dieser Stelle nur die chemische Zusammensetzung der NME bewertet. Dabei ist zu erkennen, dass es sich beim Werkstoff W5 fast ausschließlich um den Einschlusstyp MnS bzw. MnS mit Sauerstoff handelt (**Abbildung 4-8**) und oxidische Einschlüsse kaum vorliegen.

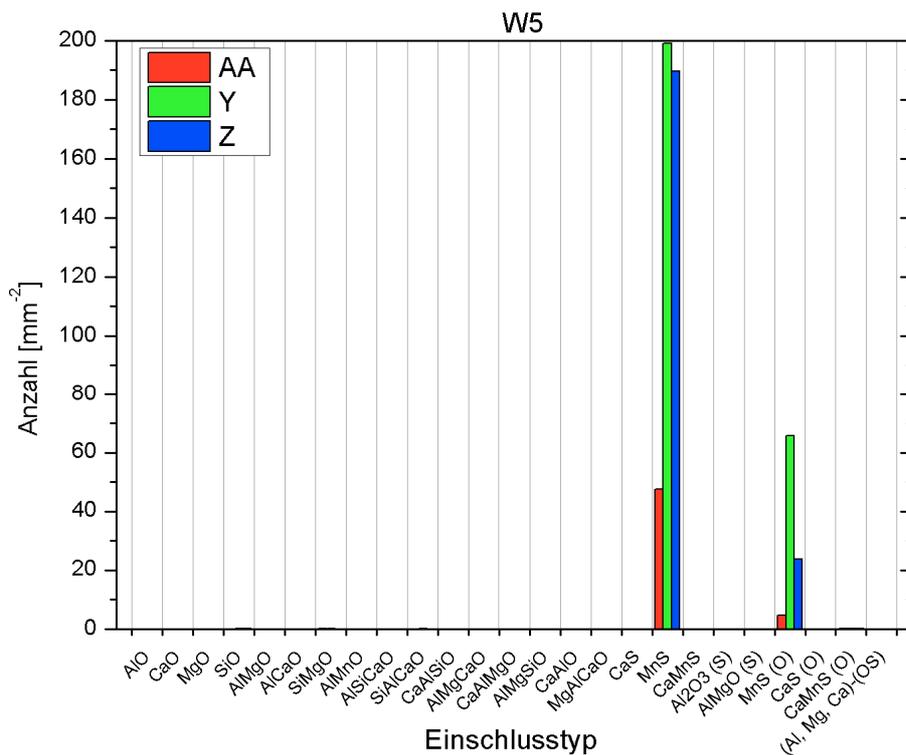


Abbildung 4-8: Anzahl der gefundenen Einschlüsse pro Typ der einzelnen Chargen des W5.

Nach der Beschreibung von Flächenanteil und Anzahl der NME, werden nun die ermittelten Größenverteilungen dargestellt (**Abbildung 4-9**). Dabei ist der äquivalente Durchmesser ($\sqrt{\text{Fläche}(\text{Quadrat})}$) gegen die über alle Chargen gemittelte Anzahl der Einschlüsse aufgetragen.

Der Vergleich der Größenverteilungen für den W1, W2 und W3 zeigt, dass sich die Unterschiede in der Anzahl der detektierten Einschlüsse hauptsächlich auf den Größenbereich von 1-3 μm beschränken. Bei Durchmessern größer 3 μm zeigt sich hingegen eine sehr ähnliche Verteilung. Die W4-Güten liegen sowohl hinsichtlich Häufigkeit als auch Größe bei sehr niedrigen Werten.

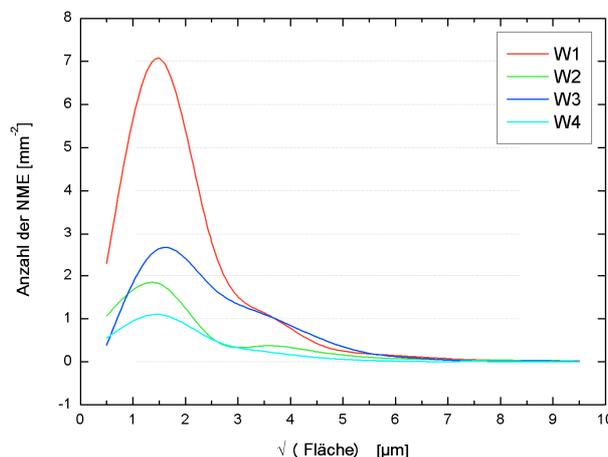


Abbildung 4-9: Vergleich der Größenverteilungen der einzelnen Werkstoffe (außer W5).

Hinsichtlich der Größenverteilungen der einzelnen Chargen wird auf **Abbildung A-1** bis **Abbildung A-3** im Anhangkapitel A.1 verwiesen. Die Auswirkungen der einzelnen Chargen (C, E) die bereits bei den zuvor analysierten Diagrammen diskutiert wurden sind auch im Bezug auf die Häufigkeitsverteilungen maßgeblich.

Zudem sind im Kapitel A.2 die Häufigkeitsverteilungen der jeweiligen Charge nach Klasseneinteilung dargestellt. In **Abbildung A-4** bis **Abbildung A-8** sind diese Verteilungen eingetragen. Die Breite einer Größenklasse beträgt dabei 1 μm .

4.1.3 Chemische Zusammensetzung großer nichtmetallischer Einschlüsse

Da im GCF-Versuch ausschließlich die größten nichtmetallischen Einschlüsse rissinitierend wirken, berücksichtigen die Dreistoffsysteme in **Abbildung 4-10** und **Abbildung 4-11** lediglich NME deren äquivalenter Durchmesser (Quadratwurzel aus der Fläche) größer 5 μm ist. Zusätzlich werden 3 Klassen definiert: 5 bis 10 μm , 10 bis 20 μm und Einschlüsse größer 20 μm .

Anhand von **Abbildung 4-10** sind die Dreistoffsysteme $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CaO-MgO} +\text{S}$ der Werkstoffe W1, W2, W3 und W4 dargestellt. Entlang den Achsen sind der $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CaO-}$ und MgO -Gehalt aufgetragen. Des Weiteren sind Oxisulfide eingetragen. D.h. Oxide in Kombination mit Schwefel (Sulfide). Der Al-, Mg- und Ca-Gehalt wurden der REM/EDX-Analyse entnommen. Darauf basierend wurden die stöchiometrischen Zusammensetzungen für CaO, MgO und Al_2O_3 berechnet. Als Oxide in Kombination mit S wurden jene NME deklariert, deren Schwefelgehalt eine definierte Grenze überschritt.

Es sind jeweils die Daten aller fünf Chargen enthalten. Grundsätzlich liegen sämtliche Einschlüsse im Bereich hoher Aluminiumoxidgehalte mit nur geringen Gehalten an Magnesium- und Kalziumoxid. In Darstellung (a) liegen im Vergleich zu (b) und (c) mehr Einschlüsse zwischen 5-10 μm vor. Zudem ist die Streuung beim W1 größer. Auch sind mehr NME > 20 μm zu erkennen. W2 weist dagegen deutlich weniger Einschlüsse im Gebiet zwischen 10 bis 20 μm auf, sowie keinen NME > 20 μm . Im Falle des W3 ist die Streuung noch geringer und es liegen bei 4 Chargen ebenso keine nichtmetallischen Einschlüsse mit einem äquivalenten Durchmesser von > 20 μm vor. Lediglich der Anteil an Oxisulfiden ist gegenüber W2 höher. Werkstoff W4 besitzt lediglich 9 NME größer 5 μm mit der Zusammensetzung von hauptsächlich Aluminiumoxid und etwas MgO.

Die Oxisulfide besitzen bei W1 zum Teil größere Mengen an CaO und streuen sehr stark in diese Richtung. W2, W3 und W4 enthalten deutlich weniger mit einer gleichmäßigeren Zusammensetzung.

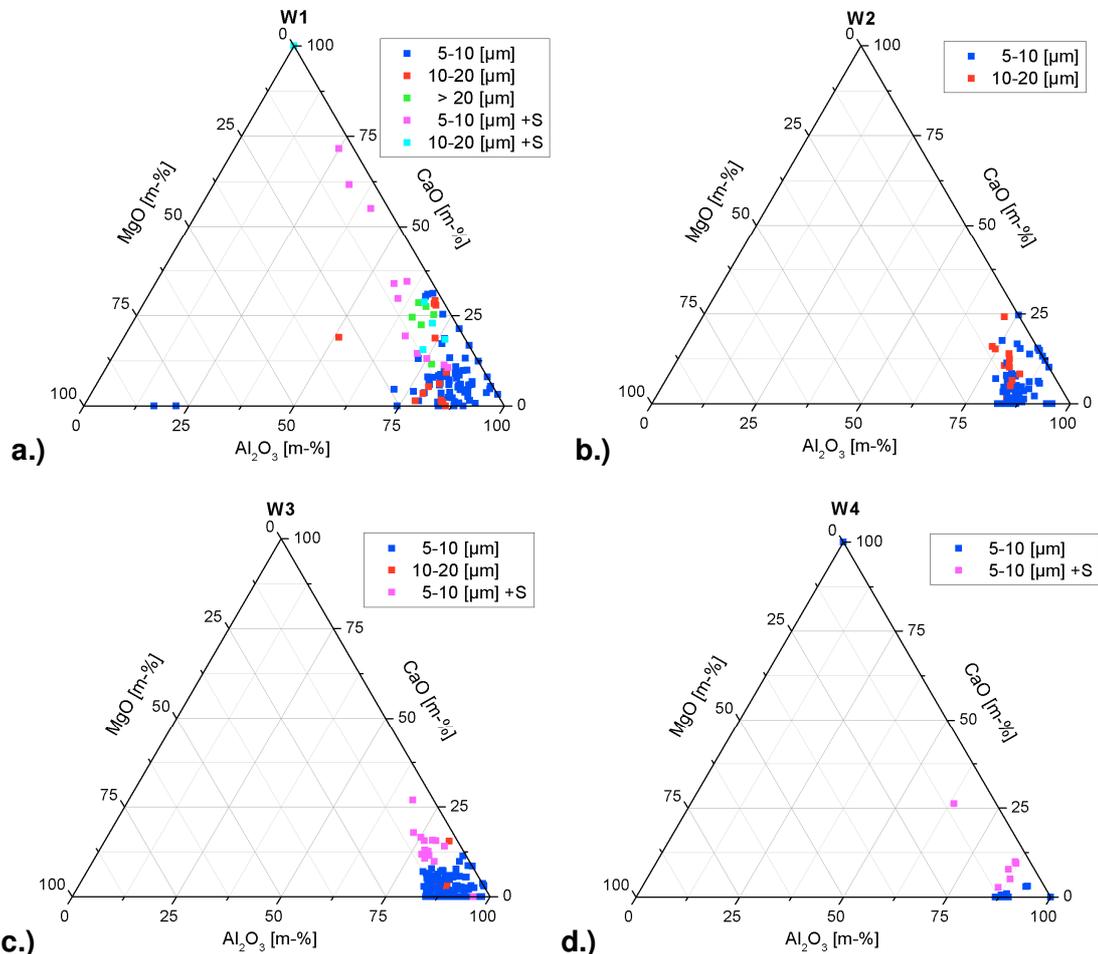


Abbildung 4-10: Ternäres System Mg-Al₂O₃-CaO-MgO +S: (a) W1 (b) W2 (c) W3 (d) W4.

Es zeigt sich, dass bei den DESU-umgeschmolzenen Werkstoffen der sulfidische Reinheitsgrad begünstigt, sowie die Größe der Einschlüsse herabgesetzt wird. Die Prozessroute über den VLBO führt zu einem weiteren Herabsetzen der Einschlüsse größer 5 μm.

Die **Abbildung 4-11** zeigt im ternären System CaO-MnS-CaS die Einschlüsse des Typs Sulfid, Oxid bzw. Oxisulfid. Hierzu werden entlang den Achsen der CaO, MnS- und CaS-Gehalte aufgetragen. Zur Berechnung der Zusammensetzung der NME wurde die chemische Analyse aus der REM/EDX-Auswertung herangezogen. Auf Grund der höheren Affinität des Ca zu O als zu S, wurde der gesamte Sauerstoff für die CaO-Verbindung zur Verfügung gestellt. Lediglich der dabei übriggebliebene Ca-Gehalt dient für die CaS-Verbindung.

W1 enthält im Wesentlichen zwei verschiedene Typen von Oxisulfiden. Zum einen Kalziumoxide mit Kalziumsulfid und zum anderen Agglomerate aus Kalziumoxid und Mangansulfid. Einen deutlich höheren Reinheitsgrad in diesem System zeigt sich anhand des W2. Lediglich ein CaO-Einschluss liegt hierbei vor. W3 und W4 hingegen zeigen ein paar MnS-CaO Agglomerate. Desweiteren liegen keine Verbindungen in Kombination mit CaS vor.

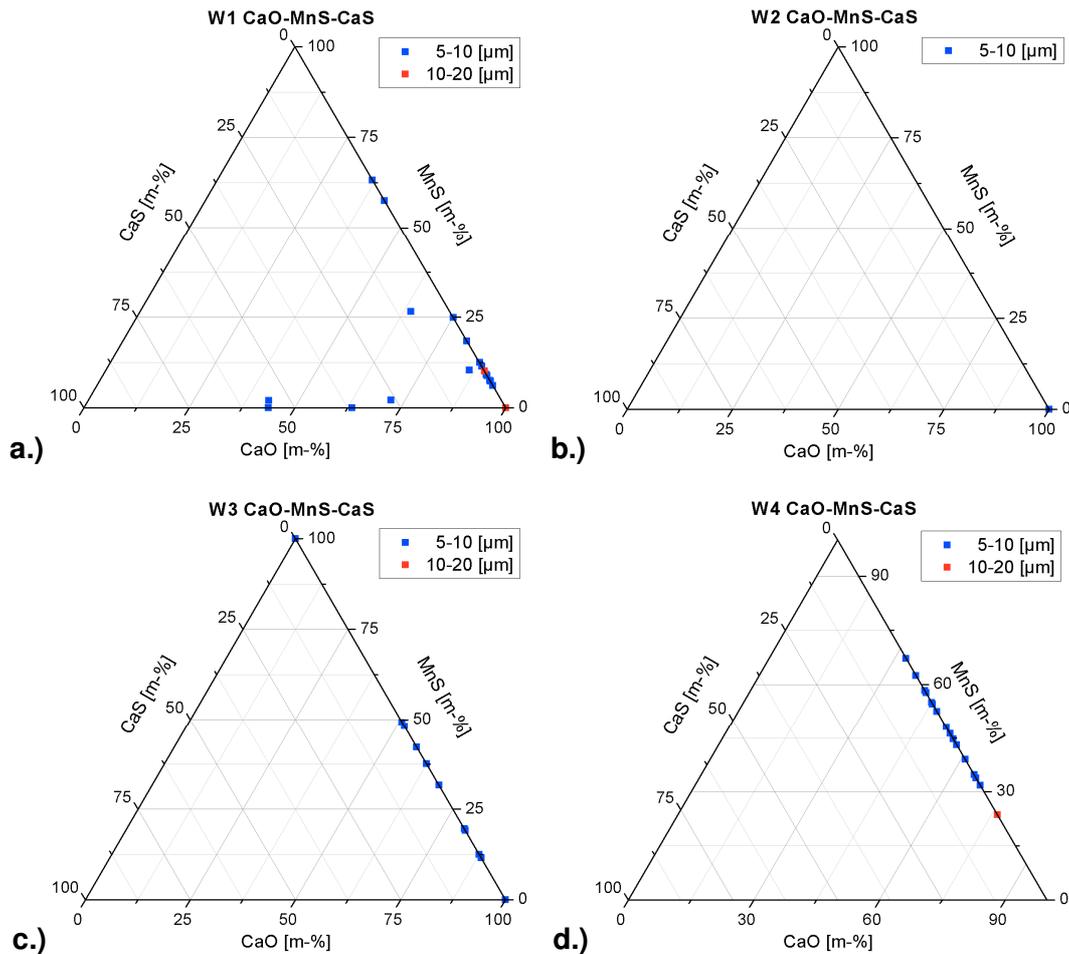


Abbildung 4-11: Ternäres System CaO-MnS-CaS: (a) W1 (b) W2 (c) W3 (d) W4.

Schlussfolgernd kann beobachtet werden, dass sich große nichtmetallische Einschlüsse im ternären System dort befinden wo auch generell eine hohe Anzahl (jeweilige Einschlussklasse) detektiert wurde (siehe **Abbildung 4-4** bis **Abbildung 4-8**).

Bezüglich der ternären Systeme der einzelnen Chargen wird auf den Anhang verwiesen (Kapitel A.3).

4.1.4 Verteilung nichtmetallischer Einschlüsse auf der Probenfläche

Im folgenden Kapitel werden die Verteilungen der nichtmetallischen Einschlüsse auf der Probenfläche dargestellt. Dazu wurden die aus der REM/EDX-Analyse gewonnenen x- und y-Koordinaten der einzelnen NME in einem Diagramm aufgetragen. Zusätzlich wurde der äquivalente Durchmesser des jeweiligen Einschlusses durch die Größe der eingetragenen Kreise berücksichtigt. Bisher wurde der äquivalente Durchmesser aus der Quadratwurzel der Fläche berechnet. In den Diagrammen der X-Y-Verteilung wird jedoch der Equivalent Circle Diameter (ECD) eingetragen. Es ist zu beachten, dass der ECD rund 1,13-mal größer als die Quadratwurzel der Fläche ist. Nicht alle Chargen der untersuchten Werkstoffe werden in diesem Kapitel angeführt, sondern zwei exemplarisch pro Werkstoff herausgenommen.

Des Weiteren erfolgt die Darstellung der mittleren und der maximalen Einschlussgröße pro Charge. Hinsichtlich der maximalen Größen wird zudem deren Einschlussklasse eingetragen.

In **Abbildung 4-12(a)** und **(b)** sind die beiden Chargen B und E einander gegenübergestellt. B besitzt einen wesentlich besseren Reinheitsgrad als E. Es liegen deutlich weniger nichtmetallische Einschlüsse sowohl betreffend kleiner (schwarze Kreise) als auch großer (rot, grün und blau) vor. Trotzdem findet sich bei beiden Werkstoffen eine sehr homogene Verteilung der Einschlüsse.

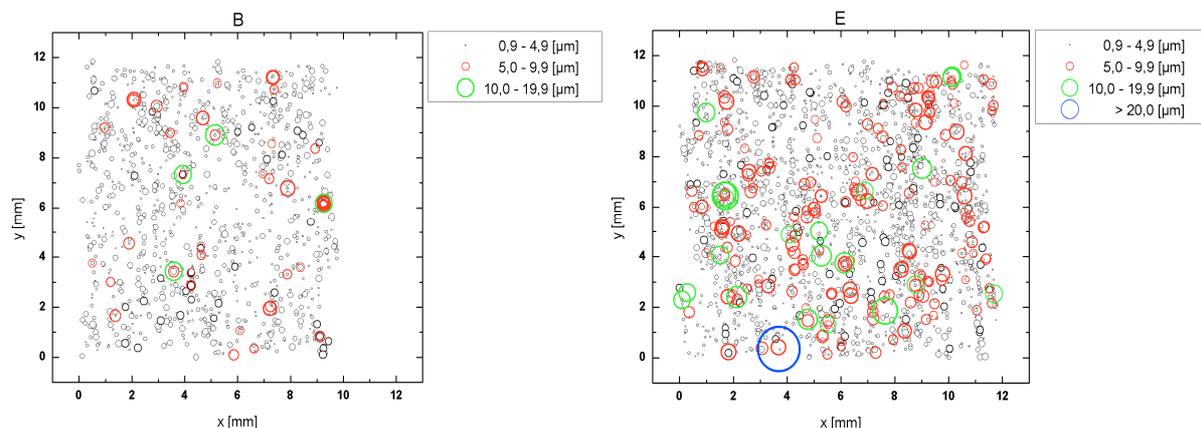


Abbildung 4-12(a): X-Y-Verteilung und Einschlussgröße (ECD) des W1 Charge B **(b):** Charge E.

Die mittlere NME-Größe zeigt nur sehr wenig Unterschiede (**Abbildung 4-13**). Im Bezug auf die maximal gefundenen Einschlussgrößen ergab die Auswertung bis auf Charge C ebenso nur kleinere Differenzen zueinander. Des Weiteren ist die Chemie der größten Einschlüsse ähnlich. Es handelt sich ausschließlich um Oxide. Bis auf Charge B (Silizium-, Magnesium-

Oxid), handelt es sich um Magnesium-Aluminium-Spinelle, zum Teil in Kombination mit Kalziumoxid.

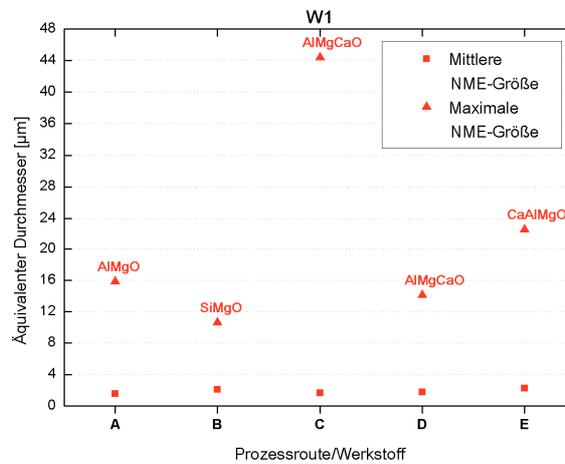


Abbildung 4-13: Mittlere und maximale Einschlussgröße ($\sqrt{\text{Fläche}}$) W1.

Die X-Y-Einschlussverteilung des Werkstoffes W2 ist in **Abbildung 4-14** exemplarisch anhand Charge L dargestellt. L zeigt sehr wenig Einschlüsse, auch wenig große, verglichen mit dem konventionellen W1, dennoch konnte ein NME > 20 µm detektiert werden. Auch ist die Verteilung auf der Probenfläche sehr gleichmäßig.

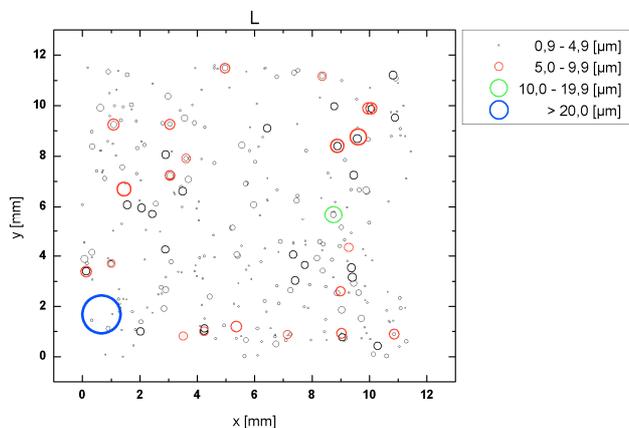


Abbildung 4-14: X-Y-Verteilung und Einschlussgröße (ECD) des W2 Charge L.

Wesentlich gleichmäßiger gestaltet sich die Verteilung der maximalen Einschlussgröße beim W2, verglichen mit dem konventionellen W1 (**Abbildung 4-15**). Die chemische Zusammensetzung dieser großen NME zeigt, dass v.a. Aluminiumoxid den Hauptbestandteil der größten Einschlüsse darstellt. Bei H und K aber auch MgO und CaO enthalten sind.

Ebenfalls nur kleine Unterschiede existieren zwischen den diversen Chargen beim W3 (**Abbildung 4-15**). Bei T und U ist hierbei Siliziumoxid mit Magnesiumoxid im maximalen Einschluss enthalten, bei den Chargen V und W Aluminium- und Magnesiumoxid.

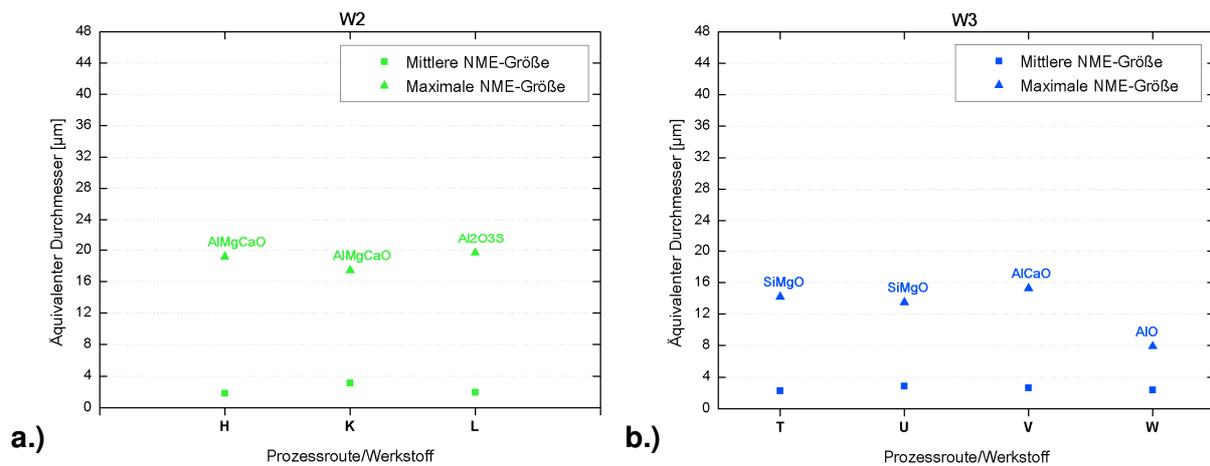


Abbildung 4-15: Mittlere und maximale Einschussgröße ($\sqrt{\text{Fläche}}$) W2 (a.) W3 (b.).

Ein großer Unterschied zu den vorangegangenen X-Y-Verteilungen ist im Bezug auf W4 P (**Abbildung 4-16**) zu erkennen. Weitaus weniger Einschlüsse auf der untersuchten Probenfläche, sowohl betreffend großer als auch kleiner NME. Zudem ist auch die Verteilung der Einschlüsse homogener.

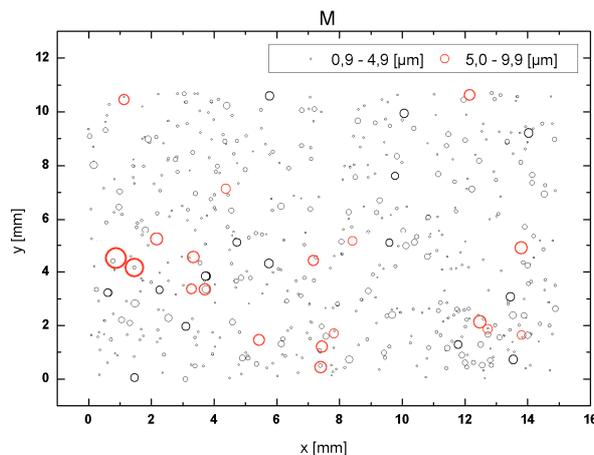


Abbildung 4-16: X-Y-Verteilung und Einschussgröße (ECD) des W4 Charge M.

Die maximal erreichte Einschussgröße im Bezug auf die Auswertungen des W4 beträgt rund 12 µm (**Abbildung 4-17(a)**). Der Streuung der einzelnen Maxima ist sehr gering. Bei 3 der 5 untersuchten Chargen sind reine Oxide die größten NME. Bei den anderen beiden handelt es sich um Sulfide mit oxidischem Anteil. In **Abbildung 4-17(b)** sind die größten Einschlüsse des W5 aufgetragen. Es handelt sich dabei ausschließlich um Oxide, v.a. Siliziumoxid zum Teil in Kombination mit MgO.

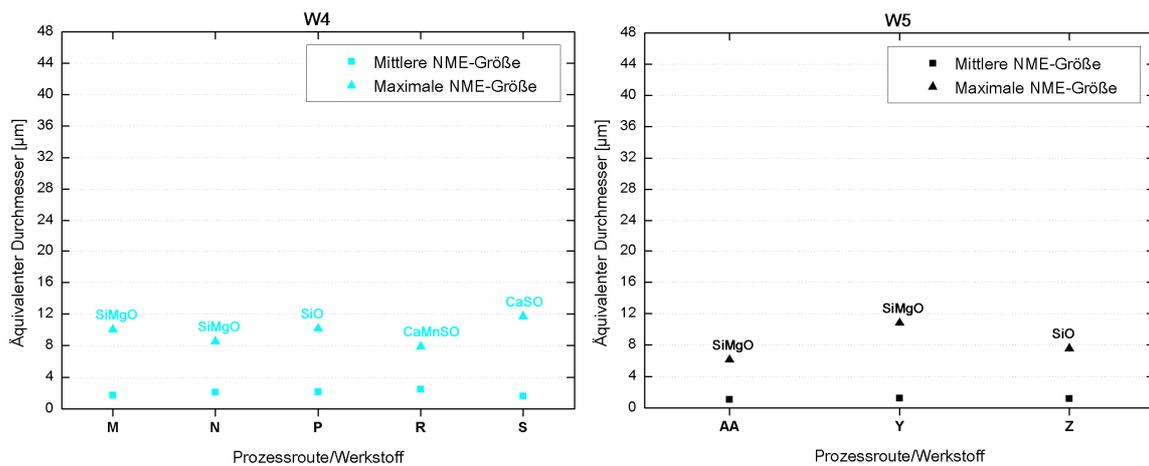


Abbildung 4-17(a): Mittlere und maximale Einschlussgröße ($\sqrt{\text{Fläche}}$) W1 (b): W5.

Bei sämtlichen untersuchten Werkstoffen liegt die mittlere Einschlussgröße im Bereich zwischen 1,5 und rund 2,5 µm. Die X-Y-Verteilungen der übrigen, hier nicht angeführten Chargen sind im Anhangkapitel A.4 angeführt.

4.2 Ermüdungsversuche im UHCF-Bereich

Bei der Betrachtung der Diagramme dieses Kapitels ist zu berücksichtigen, dass die Werkstoffe W1, W3 und W5 Walzabmessungen haben. Deren Verformungsgrad φ_{BEG} liegt um rund ein Drittel über dem Verformungsgrad der Walzabmessungen W2 und W4.

4.2.1 Rissinitiierende Einschlüsse an der Bruchoberfläche

Als Einleitung in diesem Kapitel, bevor die Darstellung die ermittelten Werte des GCF-Versuchs angeführt werden, sind zwei Abbildungen von bruchauslösenden nichtmetallischen Einschlüssen bzw. Einschlussagglomeraten dargestellt. Sie führten im Rahmen der Lastwechselversuche zum Anriss bzw. als Resultat zum Bruch der Probe. Dabei wird beispielhaft zum Einen ein Bild einer Probe des W1 Charge B gezeigt (**Abbildung 4-18**). Zum Anderen die Aufnahme eines rissauslösenden NMEs des W4 Charge M (**Abbildung 4-19**). Der Einschluss beim W1 besitzt eine Breite von rund 34 µm und eine Länge von ungefähr 264 µm. Aus der Quadratwurzel deren Produkts wird die teilweise verwendete äquivalente Größe bestimmt. Die chemische Untersuchung der Zusammensetzung dieses Agglomerats zeigte folgende Verbindungen: Al_2O_3 , SiO_2 , CaS und CaO. Deutlich erkennbar ist auch die starke Längsstreckung dieses Einschlusses (W1= Walzabmessung ($\varphi_{\text{BEG}}=\uparrow$))

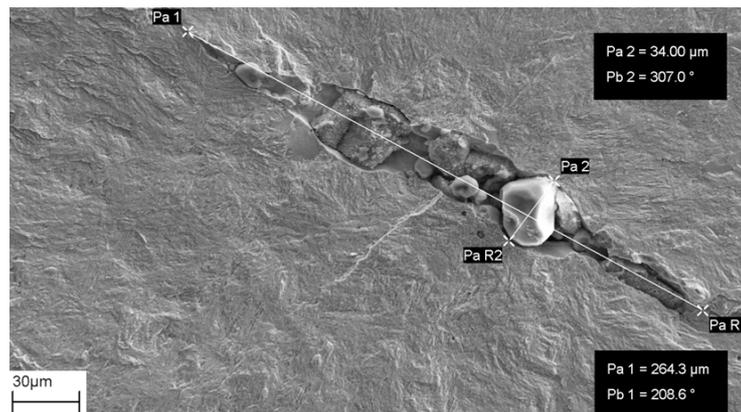


Abbildung 4-18: Bruchauslösender nichtmetallischer Einschluss im Falle des Werkstoffs W1 B.

Um rund den Faktor zehn kleinere Einschlussgrößen liegen beim vakuumumgeschmolzenen W4 vor. Als Beispiel dient hierbei die REM-Aufnahme eines Einschlusses gefunden auf der Bruchfläche einer Probe der Charge M. Mit der Breite von rund 19 µm und der Länge von circa 45 µm ist dieser NME, verglichen mit **Abbildung 4-18**, wesentlich kürzer. Die Breite ist hingegen nicht im selben Ausmaß reduziert. Es handelt sich um ein Einschlussagglomerat aus Aluminium- und Magnesiumoxid. Im Gegensatz zum W1 liegt in diesem Fall ein geschmiedeter Werkstoff vor ($\varphi_{\text{BEG}}=\downarrow$). D.h. die Längsstreckung ist geringer.

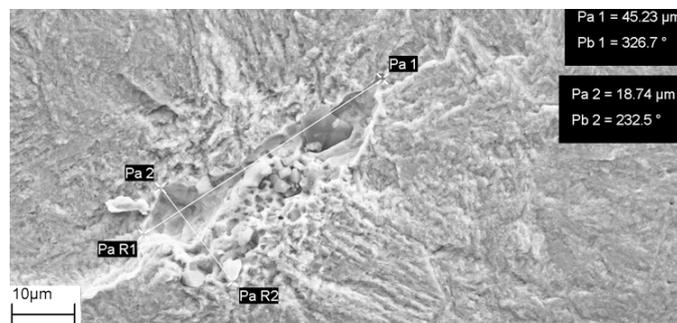


Abbildung 4-19: Bruchauslösender nichtmetallischer Einschluss im Falle des Werkstoffs W4 M.

Anhand dieser beiden Darstellungen wird die Problematik hinsichtlich der Vorhersage von großen nichtmetallischen Einschlüssen aus der REM/EDX-Analyse deutlich. Zum einen wurde kein NME mit dem Rasterelektronenmikroskop detektiert dessen Größe vergleichbar war. Zum Anderen setzen sich große Einschlüsse vor allem aus kleineren NME zusammen und bilden Agglomerate.

4.2.2 Ergebnisse bzw. Auswertungen der Ermüdungsversuche

Die in den UHCF-Tests ermittelten ertragbaren Spannungsamplituden sind in **Abbildung 4-20** aufgetragen. Diese Werte stellen dabei die Mittelwerte aus rund 25 Lastwechselversuchen je Charge dar. W1 zeigt zum Teil (B, D, E) höhere ertragbare Spannungsamplituden als W2. W2 besitzt dagegen im Vergleich eine deutlich geringere Streuung. Der Werkstoff W3 weist wesentlich höhere ertragbare Spannungsamplituden als die Güten W1 und W2 auf und liegt im Bereich des W4. Die W5 Charge Y besitzt Werte unter jenem Niveau des W3 und W4. Die höchste Spannungsamplitude im Ermüdungsversuch wurde durch Charge P des W4 erzielt.

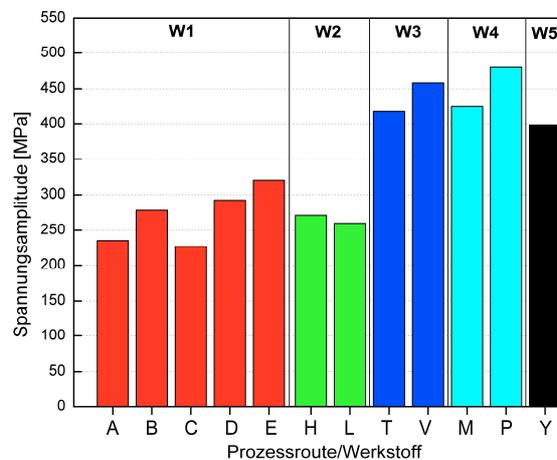


Abbildung 4-20: Ertragbare Spannungsamplitude der einzelnen Chargen im UHCF-Versuch.

Der Einfluss des Länge/Breite-Verhältnisses (\sim Verformungsgrades) der rissinitiiierenden NME auf die ertragbare Spannungsamplitude wird in **Abbildung 4-21** dargestellt. W1 erzielt bei erheblich größerem Verhältnis ungefähr dieselben Spannungsamplituden wie der W2, jedoch mit einer größeren Streubreite. Der W5 liegt auf dem Niveau des W1 bezüglich Verhältnis von Länge zu Breite, aber bei hohen Spannungsamplituden. W3 und W4 liefern nur geringfügige Unterschiede im Hinblick auf die ertragbare Spannungsamplitude. Das Verhältnis der bruchauslösenden nichtmetallischen Einschlüsse liegt aber beim W3 sichtlich höher.

Bedingt durch dieses Ergebnis kann ein direkter Zusammenhang zwischen ertragbarer Spannungsamplitude und Verformungsgrad nicht festgestellt werden. Jedoch liegen den einzelnen Werkstoffe unterschiedlichen Parametern (z.B. Härte) zu Grunde, welche im nachfolgenden Kapitel ausführlich diskutiert werden.

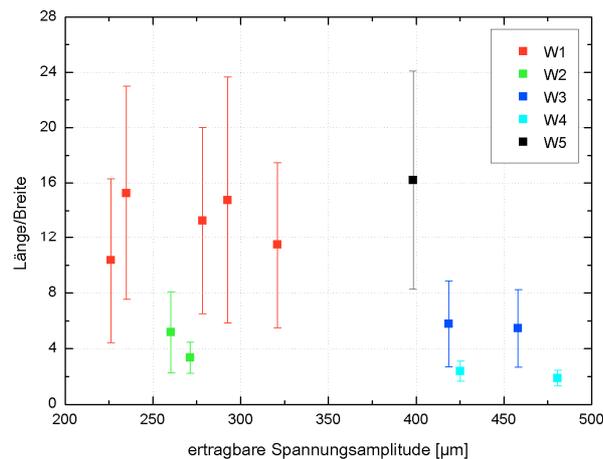


Abbildung 4-21: Korrelation des Längen/Breiten-Verhältnisses der NME gefunden auf der Bruchoberfläche und der ertragbaren Spannungsamplitude.

4.3 Statistische Auswertung

In diesem Kapitel folgen die Ergebnisse der statistischen Auswertung der REM/EDX- und GCF-Daten. Dabei sind anfangs jene Diagramme dargestellt, in denen die Daten der REM/EDX-Analyse und des GCF-Versuchs in dreidimensionalen Verteilungen vorliegen. Weiters werden in **Abbildung 4-27** und **Abbildung 4-28** der Zusammenhang zwischen der Rankingvariable und den Ermüdungseigenschaften bzw. den Rankingvariablen, der REM-Analyse und des GCF-Tests untereinander angeführt.

4.3.1 Korrelation zwischen REM/EDX-Analyse und GCF-Test

Dreidimensionale Verteilung bedeutet, dass die Anzahl der Einschlüsse in globularer Form (Kugeln) pro mm^3 gegen den äquivalenten Durchmesser ($\sqrt{\text{Fläche}}$) aufgetragen werden. In **Abbildung 4-22** sind zwei Chargen des Werkstoffs W1 abgebildet. Auf der linken Seite B, bei dem die REM-Verteilung wesentlich kleinere Einschlüsse voraussagt, als im GCF-Versuch gefunden wurden. Außerdem zeigt die Verteilung des Rasterelektronenmikroskops kein endliches Maximum, sondern bei einem unendlich großen Stahlvolumen würde ein unendlich großer nichtmetallischer Einschluss als Maximum vorliegen. Die Verteilung ermittelt aus den Daten des GCF-Versuchs hingegen, konvergiert gegen einen oberen Grenzwert. D.h. der größte in einem unendlich großen Stahlvolumen zu findende NME besitzt einen äquivalenten Durchmesser von rund $100 \mu\text{m}$. Die Differenz der beiden Rankingvariablen (= Einschlussgröße die in jedem zweiten Lastwechselversuch zum Bruch der Probe führt) ist ebenfalls sehr groß ($S_{SEM} \sim 25 \mu\text{m}$, $S_{GCF} \sim 75 \mu\text{m}$).

Charge E auf der rechten Seite zeigt hinsichtlich der REM/EDX-Verteilung dieselbe Form, jedoch mit einer flacheren Steigung. Die GCF-Verteilung konvergiert in diesem Fall ebenfalls nicht. Die Rankingvariablen im Gegensatz unterscheiden sich nur um rund 10 μm .

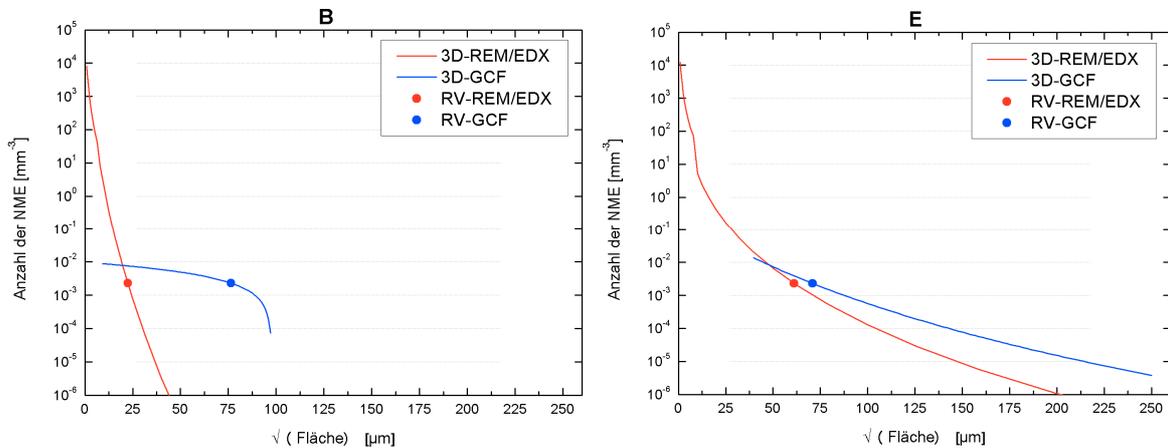


Abbildung 4-22: Dreidimensionale Verteilung der REM/EDX und GCF-Auswertung des W1.

Im Hinblick auf die Abbildungen der Verteilungen der Chargen A, C und D wird von dieser Stelle aus auf den Anhang B verwiesen (**Abbildung B-1**). Dabei strebt keine der REM-Verteilungen aller 3 untersuchten Proben gegen einen oberen Grenzwert. Im Falle der GCF-Verteilungen konvergieren A und C sehr wohl, D nicht. Die Differenz der Rankingvariablen hingegen ist bei A und C deutlich größer als bei Charge D, wo nur ein kleiner Unterschied besteht. Auch der Verlauf der Verteilungen (REM/EDX und GCF) ist in der Darstellung von D als ungefähr parallel anzunehmen.

Durch **Abbildung 4-23** werden die dreidimensionalen Verteilungen der Chargen H und L des Werkstoffs W3 gezeigt. In beiden Abbildungen konvergieren sowohl die REM/EDX- als auch die GCF-Verteilung nicht. Bei H liegt nur eine sehr geringe Differenz zwischen den einzelnen Rankingvariablen vor. Beide Verteilungen sagen dieselbe kritische Einschlussgröße voraus. Die einzelnen Verteilungen verlaufen jedoch nicht parallel. Im Unterschied dazu verlaufen die beiden Verteilungen bei L ungefähr parallel. Die Rankingvariablen weichen aber stark voneinander ab.

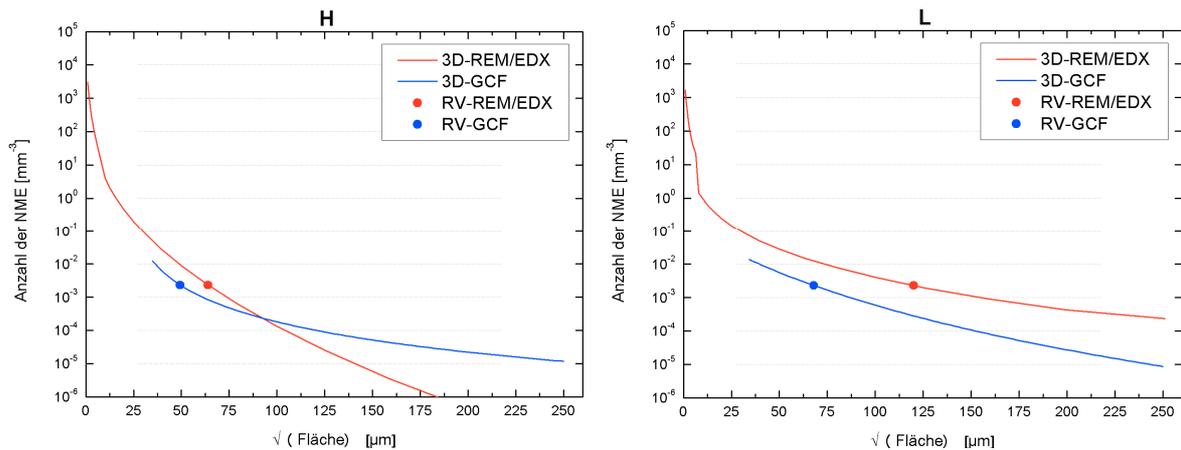


Abbildung 4-23: Dreidimensionale Verteilung der REM/EDX und GCF-Auswertung des W2.

Abbildung 4-24 stellt die Verteilungen zweier Chargen (T und V) des Werkstoffes W3 dar. Sowohl die GCF-Verteilung von T als auch von V konvergieren gegen den Grenzwert von rund 50 µm maximaler Einschlussgröße. Die ermittelten Verteilungen aus der REM-Analyse hingegen streben gegen keinen oberen Grenzwert. Die Differenzen der Rankingvariablen einerseits zwischen REM/EDX und GCF bzw. andererseits zwischen den Chargen untereinander sind ebenfalls in derselben Größenordnung.

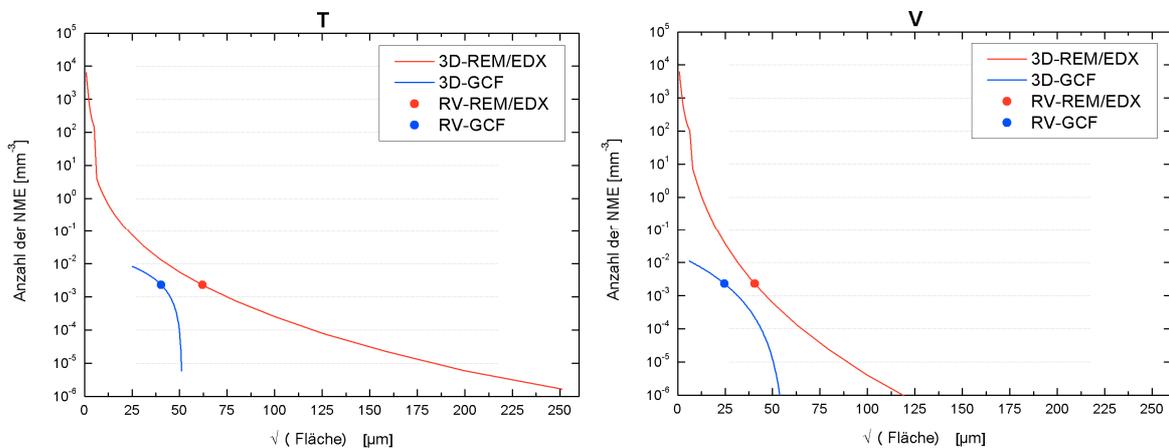


Abbildung 4-24: Dreidimensionale Verteilung der REM/EDX und GCF-Auswertung des W3.

Die Ergebnisse der statistischen Auswertung des Werkstoffes W4 zeigt **Abbildung 4-25**. Wie bei W3 streben bei M und P die GCF-Verteilungen gegen einen oberen Grenzwert von rund 25 (P) bis 30 µm (M). Die REM/EDX-Verteilungen liegen mit ihren Schätzungen jedoch etwas darüber und divergieren. Die Unterschiede zwischen der Rankingvariable aus GCF- und REM-Verteilung liegen in beiden Fällen bei rund 20 µm.

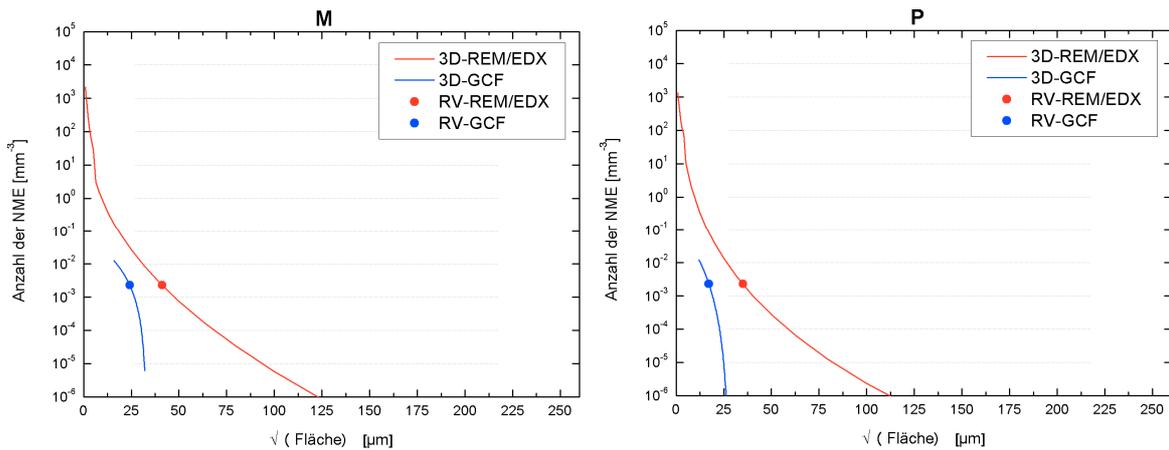


Abbildung 4-25: Dreidimensionale Verteilung der REM/EDX und GCF-Auswertung des W4.

Beim pulvermetallurgisch hergestellten W5 ist ein ähnlicher Verlauf wie bei W3 und W4 zu erkennen, sowohl bezüglich der GCF- und auch der REM-Verteilung.

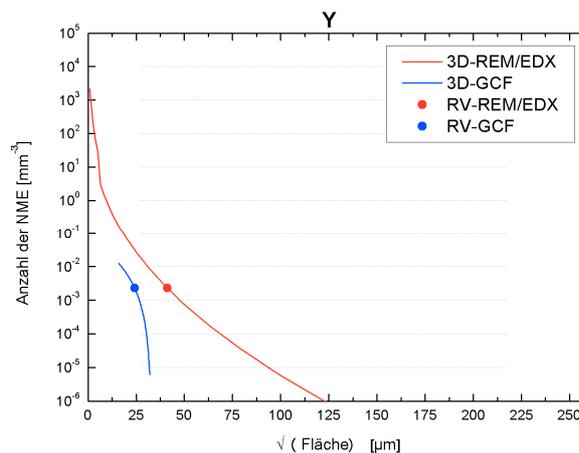


Abbildung 4-26: Dreidimensionale Verteilung der REM/EDX und GCF-Auswertung des W5.

Um einen Zusammenhang zwischen der Rankingvariable und den Ermüdungseigenschaften zu ermitteln, ist in **Abbildung 4-27(a)** die ertragbare Spannungsamplitude gegen die Rankingvariable, ermittelt aus der GCF-Verteilung und in **Abbildung 4-27(b)** gegen die Rankingvariable aus der dreidimensionalen REM/EDX-Verteilung aufgetragen. Mit steigender Größe der Rankingvariable S_{GCF} (links), sinkt grundsätzlich die ertragbare Spannungsamplitude. Die Werkstoffe W4, W3 und W5 zeigen hohe Spannungsamplituden bei niedrigen Werten für die Rankingvariablen. W2 weicht von diesem gedachten Verlauf etwas nach unten ab. W1 zeigt eine große Streuung der einzelnen Chargen.

Hinsichtlich der rechten Darstellung, geht ebenfalls eine abnehmende Spannungsamplitude mit steigender S_{SEM} einher. Im Falle der Güten W1 und W2, im Besonderen beim konvent-

ionell abgegossenen ist dieser Zusammenhang jedoch nur bedingt gegeben. Dabei tritt eine sehr große Streuung auf.

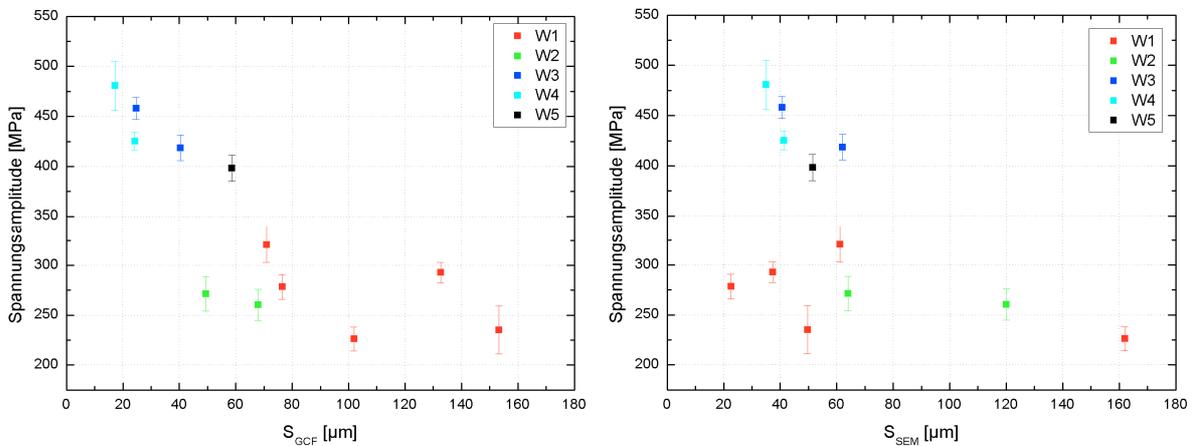


Abbildung 4-27(a): Korrelation zwischen Rankingvariable der GCF-Auswertung **(b):** der REM/EDX-Auswertung und der ertragbaren Spannungsamplitude im GCF-Versuch.

Anhand von **Abbildung 4-28** ist die mittlere Differenz zwischen den Rankingvariablen der GCF- und REM/EDX-Verteilung als Mittelwert aller Chargen eines Werkstoffs aufgetragen. Bei W1 wurden 5 Chargen untersucht, bei W2, W3 und W4 jeweils 2. Die Größte mittlere Differenz und Standardabweichung liefert W1. Danach sinken die Differenz als auch Standardabweichung stark ab. W2 weist zwar eine relativ große Standardabweichung im Verhältnis zu W3 und W4 auf, die mittlere Differenz liegt aber nur geringfügig höher. Die Standardabweichung fällt bei den beiden Werkstoffen W3 und W4 am kleinsten aus, v.a. bei W4. Der Kaltarbeitsstahl W5 wurde in dieser Darstellung nicht berücksichtigt, liegt hinsichtlich der mittleren Differenz auf dem des W3 bzw. W4.

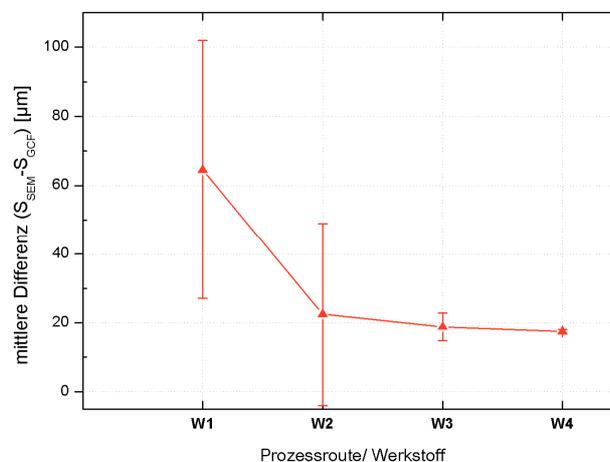


Abbildung 4-28: Korrelation zwischen den Rankingvariablen der einzelnen Werkstoffe.

4.3.2 Korrelation zwischen den Rankingvariablen (S_{GCF} , S_{SEM}) und den mechanischen Eigenschaften

In diesem Kapitel ist der Zusammenhang zwischen mehreren mechanischen Eigenschaften (Brucheinschnürung, Kerb- und Schlagbiegearbeit) mit Kennwerten der statistischen Auswertung dargestellt. Als statistische Kennwerte dienen dabei die Rankingvariablen der REM/EDX-Analyse und des GCF-Versuchs.

Zu Beginn werden die Rankingvariablen gegen die Brucheinschnürung aufgetragen. Es wurden nur die Werte der Brucheinschnürung jener Chargen eingetragen bei denen auch Ermüdungsversuche durchgeführt wurden. Das linke Diagramm (**Abbildung 4-29**) zeigt, dass mit Ausnahme des W3 die Brucheinschnürung mit steigender S_{GCF} sinkt. W3 weicht jedoch sehr deutlich von diesem Verlauf ab. Außerdem ist der Abfall des W1 gegenüber dem W2 nicht sehr stark.

Im rechten Diagramm (**Abbildung 4-29**) ist die S_{SEM} entlang der x-Achse aufgetragen. Es zeigt sich zwar ein deutlicher Unterschied im Hinblick auf die Brucheinschnürungswerte der einzelnen Werkstoffe jedoch keine Korrelation mit der kritischen Einschlussgröße. W4 besitzt die höchsten Werte, gefolgt vom W1 und W2. Die niedrigsten Werte erzielt W3.

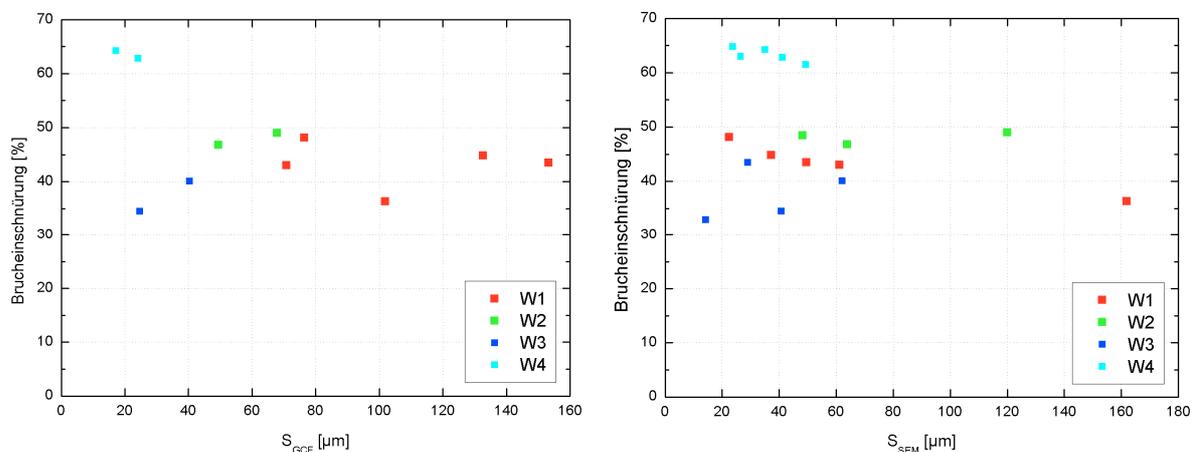


Abbildung 4-29: Korrelation zwischen den Rankingvariablen S_{GCF} (links) und S_{SEM} (rechts) mit der Brucheinschnürung.

Anhand **Abbildung 4-30** ist der Einfluss der Rankingvariablen auf die Kerbschlagbiegearbeit dargestellt. Der W4 besitzt grundsätzlich die höchste aufgenommene Energie im Kerbschlagbiegeversuch. W3 die niedrigste, W1 und W2 liegen nur ein wenig darüber auf ungefähr demselben Niveau zueinander (rechts). Mit steigender S_{GCF} (links) sinkt die Kerbschlagbiegearbeit nur geringfügig. W3 weist trotz kleinerer kritischer Größen im Vergleich zu den Werkstoffen W1 und W2 keine höheren Werte der Kerbschlagarbeit auf.

Wie im Falle der Bruchschnäuerung, ergibt sich auch hinsichtlich der Kerbschlagbiegearbeit kein Zusammenhang mit der S_{SEM} (rechts).

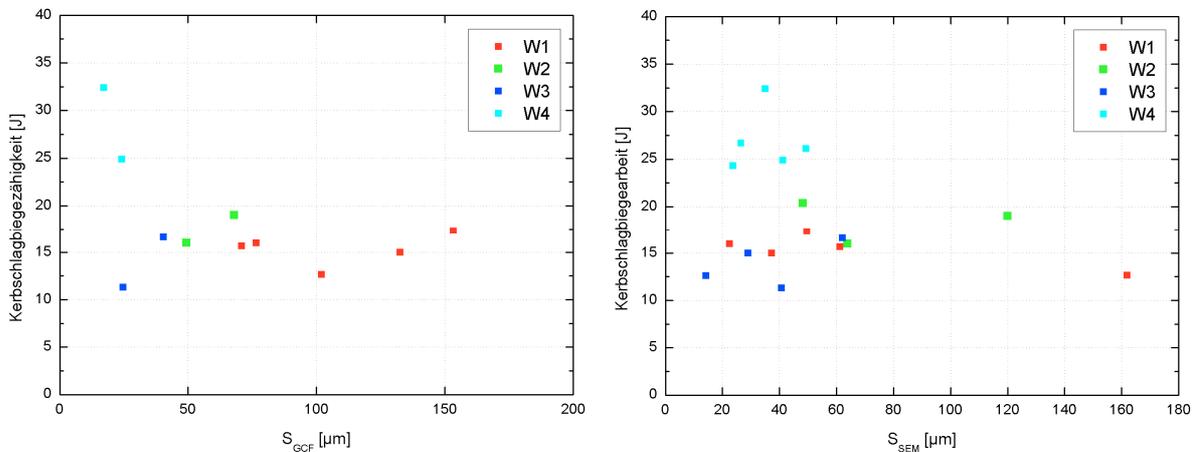


Abbildung 4-30: Korrelation zwischen den Rankingvariablen S_{GCF} (links) und S_{SEM} (rechts) mit der Kerbschlagbiegearbeit.

In **Abbildung 4-31** ist der Zusammenhang zwischen S_{GCF}/S_{SEM} und der Schlagbiegearbeit dargestellt. Generell besitzt W4 die höchsten Werte, gefolgt in abfallender Reihenfolge vom W3, sowie dem DESU umgeschmolzenen und dem konventionellen W1. Weitaus besser als bei den beiden zuvor untersuchten mechanische Kennwerten korrelieren die Rankingvariable des GCF-Versuchs und die Schlagbiegearbeit (links). Bei zunehmendem Wert der S_{GCF} sinkt die Schlagbiegearbeit im Mittel. D.h. eine gewisse Streuung ist gegeben.

Es besteht jedoch kein Einfluss der S_{SEM} auf die Schlagbiegearbeit.

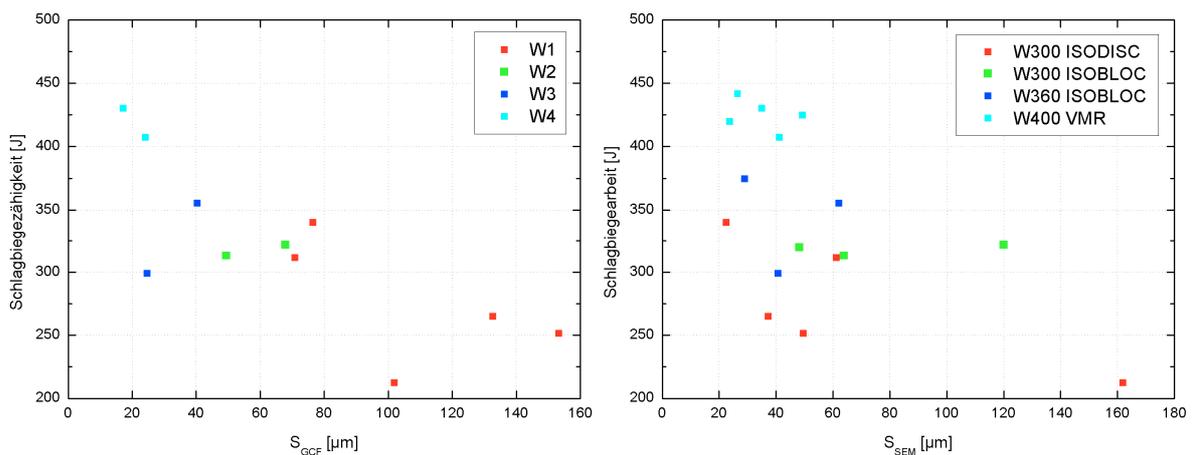


Abbildung 4-31: Korrelation zwischen den Rankingvariablen S_{GCF} (links) und S_{SEM} (rechts) mit der Schlagbiegearbeit.

5 Diskussion der Ergebnisse

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse diskutiert und kritische Schlussfolgerungen im Bezug auf die erhaltenen Resultate gezogen.

5.1 Reinheitsgraduntersuchung mittels REM/EDX

Im Zuge der Auswertung der REM/EDX-Analysen wurden zwei Gesichtspunkte betrachtet: Zum Einen der Vergleich der einzelnen Produktionsrouten zueinander und zum Anderen der Einfluss einzelner Chargen auf das mittlere Ergebnis einer Produktionsroute.

Grundsätzlich lässt sich aus den REM-Ergebnissen ableiten, dass der Reinheitsgrad bei DESU-umgeschmolzenem Material (W2, W3) besser ist als bei konventionell abgegossenen Werkstoff W1. Des Weiteren ist beim im Vakuum umgeschmolzenen W4 der Reinheitsgrad nochmals um eine Größenordnung verbessert. Der pulvermetallurgisch hergestellte Kaltarbeitsstahl W5 ist mit diesen Werkstoffen nur schwer vergleichbar, bedingt durch eine vollkommen andere Herstellroute.

Dieser Zusammenhang ergab sich sowohl im Bezug auf die bezogene Einschlussfläche, die Anzahl und die Größenverteilung der NME. Ebenfalls hinsichtlich der Homogenität (X-Y-Verteilung) und der maximalen Einschlussgröße (**Abbildung 5-1**).

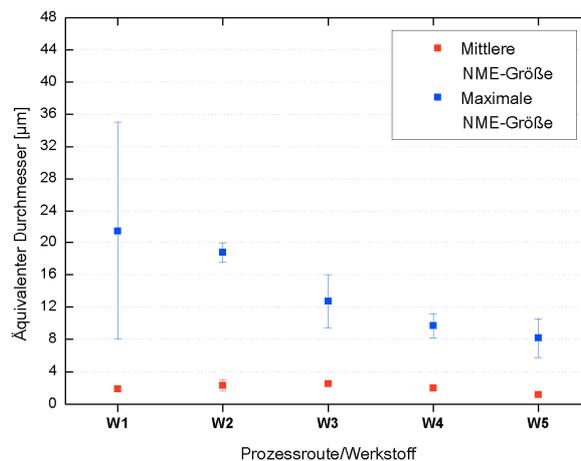


Abbildung 5-1: Maximale und mittlere Einschlussgröße der einzelnen Prozessrouten.

Der Umschmelzvorgang mittels DESU-Anlage senkte den Sulfidgehalt (W2, W3) gegenüber dem nichtumgeschmolzenen W1. Die Behandlung des W4 im Vakuum trug v.a. zu einer Verbesserung des oxidischen Reinheitsgrades bei.

Neben den verfahrensbedingten Einflüssen (konventionell abgegossen, DESU, VLBO) sind aber auch weitere wesentliche Parameter zu berücksichtigen. Es liegen Unterschiede zwischen den einzelnen Werkstoffen in

- Chemischer Zusammensetzung (z.B. Silizium)
- Schrottanforderung
- Legierungs-Elementanforderungen
- Blockformat
- Verformungsgrade

vor. Aus diesem Grund ist daher ein direkter Vergleich problematisch. W3 und W4 sind hinsichtlich des Siliziumgehaltes gegenüber den Güten W1 und W2 stark eingeschränkt. Ebenso weist der Aluminiumgehalt niedrigere Grenzgehalte auf. Ein weiterer Gesichtspunkt sind deren Anforderungen an die Schrott- sowie Legierungselementqualität die im Falle des W3 und W4 höher sind. Auch unterschiedliche Blockformate liegen bei den einzelnen Chargen zugrunde. Daneben bedingen unterschiedliche Verformungsgrade u.a. eine unterschiedliche Einschlussgröße (Längsstreckung der MnS).

5.2 Ermüdungsversuche im UHCF-Bereich

Die Ergebnisse der UHCF-Tests ergaben, dass mit steigendem Aufwand in der Herstellungsrouten konventionell → DESU → VLBO im Bezug auf die untersuchten Warmarbeitsstähle, die ertragbare Spannungsamplitude stieg.

Einen weiteren erheblichen Einflussfaktor, neben den im vorigen Kapitel angeführten, stellt die unterschiedliche Härte der einzelnen Werkstoffe dar. W3 liegt hinsichtlich der Spannungsamplitude beim W4. Dessen Härtewerte befinden sich aber rund 8 HRC über der Härte des VLBO-Werkstoffs. Auch liegt W3 deutlich über den Ergebnissen des W2 bedingt durch Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung.

Tabelle XVI: Härtewerte der einzelnen Werkstoffe in HRC.

Werkstoff	W1, W2	W3	W4	W5
Härte [HRC]	48-48,5	56	48,5	62

Im Fall der Güten W1 und W2 liegt jedoch außer dem Umschmelzvorgang jener Unterschied vor, dass Werkstoff W1 (gewalzt) einen wesentlich höheren Verformungsgrad aufweist als W2, d.h. die nichtmetallischen Einschlüsse sind stärker längsgestreckt. Bei W3 und W5 sind die Proben ebenso einer Walzabmessung entnommen worden. W4 hingegen wurde geschmiedet. Auf Grund der unterschiedlichen Parameter und Einflüsse, die bereits im vorangegangenen Kapitel diskutiert wurden, kann aber keine direkte Aussage über den Einfluss des Verformungsgrades gemacht werden. Zu viele Nebenbedingungen lassen nur den allgemeinen Schluss zu, dass umgeschmolzene (DESU, VLBO) Werkstoffe durch höheren Reinheitsgrad und bessere Homogenität auch bessere Ermüdungseigenschaften zeigen.

5.3 Statistische Auswertung

Die Ergebnisse der bei dieser Masterarbeit durchgeführten statistischen Auswertung lassen die folgenden Schlussfolgerungen zu:

▪ Allgemeine Aussagen

Die Extremwertverteilung des Werkstoff W1 strebt bei den Chargen A bis C gegen einen oberen Grenzwert, D und E hingegen nicht. Im Besonderen bei Charge B (**Abbildung 4-22**) wird ein niedriger Grenzwert vorhergesagt. A und C sagen sehr hohe Grenzwerte voraus. Im Bezug zu den Reinheitsgradauswertungen korreliert dieses Ergebnis. B zeigt den höchsten Reinheitsgrad. Es kann dabei aber kein direkter Zusammenhang mit der ertragbaren Spannungsamplitude gezogen werden.

Ein ähnliches Bild zeigt sich anhand des DESU umgeschmolzenen W2 (**Abbildung 4-23**). Trotz höherer Reinheit und Homogenität im Vergleich zum konventionellen Material, ergab sich aus der Extremwertverteilung kein oberer Grenzwert.

Im Falle der hochreinen Güten W3 und W4 konvergiert die Extremwertverteilung, ermittelt aus dem GCF-Versuch bei allen untersuchten Proben gegen einen oberen Grenzwert, einer maximalen Einschlussgröße (**Abbildung 4-24** und **Abbildung 4-25**). Dieser Umstand korreliert ebenfalls mit den erzielten Reinheitsgraduntersuchungen. In diesem Fall aber auch mit den Ermüdungseigenschaften.

▪ Korrelation REM/EDX- und GCF-Versuch

Bezüglich der Korrelation zwischen der REM/EDX-Auswertung und dem GCF-Versuch ist nur bei den hochreinen Werkstoffen W3 und W4 eine tendenzielle Übereinstimmung der Rankingvariablen aus REM/EDX und GCF erkennbar.

Bei Güten mit niedrigeren Reinheitsgraden (W1 und W2) sind die Abweichungen zum Teil beträchtlich. Grund dafür sind Inhomogenitäten im Werkstoff. Dadurch müsste eine wesentlich größere Probenfläche untersucht werden. Daher empfiehlt es sich für weitere Auswertungen die Untersuchungen der Probenfläche mittels Lichtmikroskop durchzuführen, wobei ausschließlich NME ab einem bestimmten Grenzwert detektiert werden. Somit ist auch ein rascheres und kostengünstiges Auswerten gewährleistet.

Beim Vergleich der einzelnen Produktionsrouten untereinander ist ein Zusammenhang zwischen Rankingvariable der Ermüdungsversuche (S_{GCF}) und der ertragbaren Spannungsamplitude zu erkennen (**Abbildung 4-27(a)**). Lediglich W2 weicht etwas vom linearen Verlauf ab. Wobei der Verformungsgrad im Vergleich zum konventionell abgegossenen W1 niedriger ist. Deutlich erkennbar ist dennoch, dass obwohl W2 niedrigere Werte aufweist, die Streuung bzw. Homogenität der Ergebnisse deutlich besser verglichen mit dem konventionellem W1 abschneidet.

In **Abbildung 5-2** ist die Rankingvariable aus dem GCF-Versuch gegen die Rankingvariable aus der REM/EDX-Auswertung aufgetragen. Hinsichtlich der hochreinen W3 und W4 ergibt

sich ein linearer Anstieg. Lediglich die S_{SEM} -Werte liegen oberhalb der 1. Mediane und überschätzen etwas die kritische Einschlussgröße geringfügig. W5 zeigt ebenfalls einen Zusammenhang. Bei W1 hingegen ist bis auf Charge E, eine sehr große Streuung zu erkennen. Ebenfalls wird bei W2, die kritische NME-Größe deutlich überschätzt.

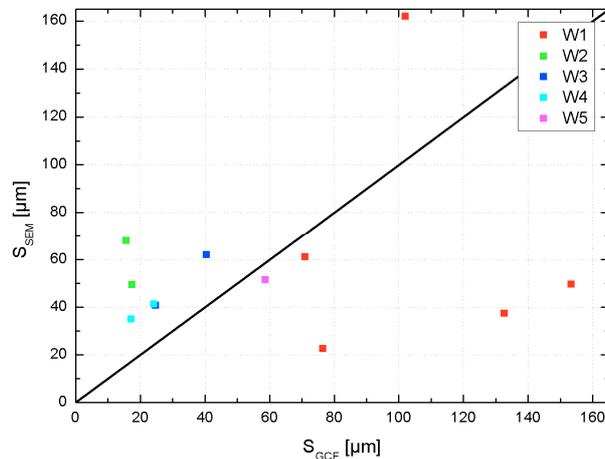


Abbildung 5-2: Korrelation zwischen den Rankingvariablen S_{GCF} und S_{SEM} .

Korrelation der mechanischen Eigenschaften mit der Rankingvariable

Generell ergibt sich im Bezug auf die mechanischen Eigenschaften, dass die Härte und das Gefüge einen wesentlich höheren Einfluss besitzen verglichen mit nichtmetallischen Einschlüssen.

Im Hinblick auf einen Zusammenhang zwischen den Rankingvariablen und den mechanischen Eigenschaften besteht daher keine Korrelation bezüglich der S_{SEM} . Hingegen sinken die einzelnen Werte für die Brucheinschnürung, Schlagbiege- und Kerbschlagbiegearbeit grundsätzlich mit steigender S_{GCF} . Bei der Brucheinschnürung und Schlagbiegearbeit entspricht der Werkstoff W3 jedoch nicht dem linearen Abfall, bei der Kerbschlagbiegearbeit schon. Deshalb ist auch hier ein direkter Zusammenhang auch nur bedingt gegeben. Oben genannte Einflüsse wirken sich wesentlich stärker aus als der Reinheitsgrad.

6 Zusammenfassung

Ziel dieser Masterarbeit war es, verschiedene Varianten zur Herstellung von Warmarbeitsstählen miteinander zu vergleichen. Einerseits im Hinblick auf Reinheitsgrad und andererseits auf deren Ermüdungseigenschaften im Ultra high cycle fatigue Bereich. Ein zweiter Fokus richtete sich auf die Vorhersage maximaler Einschlüsse in einem definierten Stahlvolumen ausgehend von der REM/EDX-Analyse. Hierzu wurde im Rahmen dieser Arbeit ein an der Universität Karlstad entwickeltes statistisches Auswerteschema verwendet.

Bei den untersuchten Werkzeugstählen handelt es sich um Warmarbeitsstähle (konventionell abgegossen, DESU, VLBO) und einen pulvermetallurgisch hergestellten Kaltarbeitsstahl. Unterschiede zwischen den einzelnen Werkstoffen liegen unter anderem in der chemischen Zusammensetzung, der Härte sowie dem Verformungsgrad.

Der Reinheitsgrad der untersuchten Materialien stieg beginnend vom konventionellen Werkstoff, über die DESU-Güten bis hin zum VLBO-umgeschmolzenen Werkstoff. Sowohl betreffend Anzahl, Größe als auch Verteilung der nichtmetallischen Einschlüsse konnten deutliche Unterschiede beobachtet werden. Der PM- Werkstoff wurde diesbezüglich gesondert betrachtet.

Hinsichtlich der miteinander verglichenen Ermüdungseigenschaften konnte festgestellt werden, dass die ertragbare Spannungsamplitude bis zu 10^9 Lastwechsel, mit steigendem Aufwand in der Prozessführung zunahm. D.h. DESU-umgeschmolzene Werkstoffe wiesen ein grundsätzlich höheres Niveau auf als konventionell abgegossene Chargen. Zudem zeigten der im Vakuum umgeschmolzene Werkstoff sowie der pulvermetallurgisch hergestellte Stahl die höchsten ertragbaren Spannungsamplituden.

Im Bezug auf die Korrelation zwischen den Ergebnissen der REM/EDX-Analyse und den Ermüdungsversuchen lässt sich folgende Aussage ableiten: Die ermittelten Größenverteilungen der nichtmetallischen Einschlüsse aus den REM/EDX-Ergebnissen zeigen Tendenzen für große NME in hochreinen Stählen. Dabei besitzen die Herstellroute und das damit verbundene Größenspektrum der Einschlüsse jedoch einen wesentlichen Einfluss auf die Korrelation. D.h. bei konventionell abgegossenen und DESU-Werkstoffen mit niedrigeren Anforderungen an Schrott und Legierungselemente, lag kein erkennbarer Zusammenhang vor. Hingegen konnte bei DESU-Material mit höheren Anforderungen an das Ausgangsmaterial (Schrott, Legierungselemente) sowie bei im Vakuum umgeschmolzenen Werkstoffen eine bessere Korrelation festgestellt werden.

Literaturverzeichnis

- [1] Buchmayr, B. und J. Mayerhofer: Werkstoffkunde der Stähle, Vorlesungsskriptum, Montanuniversität Leoben, 2009.
- [2] Böhler Edelstahl GmbH & Co KG: Böhler W300, Abgerufen am 24. Juli 2009, <http://www.boehler-edelstahl.com/files/W300DE.pdf>.
- [3] Lichtenegger, G., H. Schweiger, R. Breitler und H. Lenger: Werkzeugstahl als unentbehrlicher Werkstoff für die Herstellung von Komponenten für die Verkehrstechnik, BHM 143 (1998), 5,169-174.
- [4] Böhler Edelstahl GmbH & Co KG: Böhler K305, Abgerufen am 24. Juli 2009, <http://www.boehler-edelstahl.com/files/K305DE.pdf>.
- [5] Shi, G., H. V. Atkinson, C.M. Sellars and C.W. Anderson: Comparison of extreme value statistics methods for predicting maximum inclusion size in clean steels, Ironmaking and Steelmaking 26 (1999), 4, 239-246.
- [6] Atkinson, H.V. and G. Shi: Characterization of inclusions in clean steels: a review including the statistics of extremes methods. Progress in Material Science 48 (2003), 457-520.
- [7] Huchtemann, B.: Reinheitsgrad von Stählen, Einflussmöglichkeiten bei der Stahlerzeugung, Ermüdung hochharter Stähle, Weimar, Deutschland (2001), 45-68.
- [8] Hatto, J.: Metallurgie und Werkstofftechnik hochreiner Stähle, Stahl und Eisen 114 (1994), 11, 45-46.
- [9] Kiessling, R.: Non-metallic inclusions in steel, The Metals society, London, 1978.
- [10] Simpson, I.D., G. J. M. MacDonald, L. Dyer and J.K. MacDonald: The Effect of non-metallic inclusions on mechanical properties, Metals Forum 2 (1979), 108-117.

- [11]Pacyna, J.: Effect of Non-Metallic Inclusions on Fracture Toughness of Tool Steels, *Steel Research* 57 (1986) 11, 586-592.
- [12]Angeli, J.: Prüftechnik und Analytik zur Einschlussbestimmung, Nichtmetallische Einschlüsse in Stählen, ASMET Seminar, Leoben (2006).
- [13]Deutsches Institut für Normung (Ed.): DIN 50602, Mikroskopische Prüfung von Edelstählen auf nichtmetallische Einschlüsse mit Bildreihen, Beuth Verlag GmbH, Berlin (1985).
- [14]American Society for Testing and Materials (Ed.): Annual Book of ASTM Standards, Philadelphia (2002).
- [15]Moll, D.: Grundlagen der Reinheitsgradbestimmung nach der neuen DIN EN 10247:2007 „Metallographische Prüfung des Gehaltes nichtmetallischer Einschlüsse mit Bildreihen“, Sonderbände der praktischen Metallographie 40 Jena (2008).
- [16]Zhang, L. and B.G. Thomas: State of the art evaluation and control of steel cleanliness. *ISIJ International* 43 (2003), 3, 271-291.
- [17]Göransson, M. and P.G. Jönsson: Ideas for process control of inclusion characteristics during steelmaking, *ISIJ International*, 41 (2001), 42-46.
- [18]Golob, P.: Rasterelektronenmikroskopie & Elektronenstrahlmikroanalyse, Abgerufen am 22. Mai 2010, <http://www.felmi-zfe.tugraz.at/sem.html>.
- [19]Nuspl, M., W. Wegscheider, J. Angeli, W. Posch und M. Mayr: Qualitative and quantitative determination of micro-inclusions by automated SEM/EDX analysis, *Analytical and Bioanalytical Chemistry* 379 (2004), 640-645.
- [20]Nuspl, M., W. Posch, J. Angeli und W. Krieger: Einfluss der sekundärmetallurgischen Behandlung auf den Reinheitsgrad von Stahl, *BHM* 149 (2004), 11, 401-405.
- [21]Fernandes, M., N. Cheung und G. Amauri: Investigation of nonmetallic inclusions in continuously cast carbon steel by dissolution of the ferritic matrix, *Materials Characterization* 48 (2002) 255-261.
- [22]Randelius, M: Influence of microstructure on fatigue and ductility properties of tool steels, Dissertation, Stockholm: Royal Institute of Technology; 2008.
- [23]Marines, I., X. Bin, C. Bathias: An understanding of very high cycle fatigue of metals, *International Journal of Fatigue* 25 (2003) 1101-1107.
- [24]Anderson, C.W., G. Shi, H. V. Atkinson and C.M. Sellars: The precision of methods using the statistics of extremes for the estimation of the maximum size of inclusions in clean steels, *Acta Materialia* 48 (2000), 4235-4246.
- [25]Anderson, C.W., G. Shi, H. V. Atkinson, C.M. Sellars and J.R. Yates: Interrelationship between statistical methods for estimating the size of the maximum inclusion in clean steels, *Acta Materialia* 51 (2003) 2331-2343.

- [26]Murakami, Y., Metal Fatigue: Effects of small defects and non-metallic inclusions, Elsevier, Oxford, 2002.
- [27]Shi, G., H. V. Atkinson, C.M. Sellars and C.W. Anderson: Application of the Generalized Pareto Distribution to the estimation of the size of the maximum inclusion in clean steels, Acta Materialia 47 (1999), 5, 1455-1468.
- [28]Atkinson, H. V., G. Shi, C.M. Sellars and C.W. Anderson: Statistical prediction of inclusion sizes in clean steels, Materials Science and Technology 16 (2000), 1175-1180.
- [29]Shi, G., H. V. Atkinson, C.M. Sellars and C.W. Anderson: Maximum inclusion size in two clean steels Part1- Comparison of maximum size estimates by statistics of extremes and generalized Pareto distribution methods, Ironmaking and Steelmaking 27 (2000) 5, 355-360.
- [30]Swinden, D J. and J.H. Woodhead: Kinetics of the nucleation and growth of proeutectoid ferrite in some Fe-C-Cr alloys, Journal of Iron and Steel Institute 209 (1971), 11, 883-899.
- [31]Beretta, S and Y. Murakami: Largest-Extreme-Value Distribution Analysis of Multiple Inclusion Types in Determining Steel Cleanliness, Metallurgical and materials Transactions B 32B (2001), 517-523.
- [32]Böhler Edelstahl GmbH & Co KG: Böhler W3, Abgerufen am 24. Juli 2009, <http://www.boehler-edelstahl.com/files/W3DE.pdf>.
- [33]Böhler Edelstahl GmbH & Co KG: Böhler W4, Abgerufen am 24. Juli 2009, <http://www.boehler-edelstahl.com/files/W4DE.pdf>.
- [34]Böhler Edelstahl GmbH & Co KG: Böhler W5 MICROCLEAN, Abgerufen am 24. Juli 2009, <http://www.boehler-edelstahl.com/files/W5DE.pdf>.
- [35]Böhler Edelstahl GmbH & Co KG: Warmarbeitsstähle, Abgerufen am 23. März 2010, <http://www.boehler-edelstahl.com/files/BW015DE.pdf>.
- [36]ESDEP Course WG 12: Fatigue- Advanced Introduction to Fatigue, Abgerufen am 12. Juli 2010, <http://www.fgg.uni-lj.si/kmk/esdep/media/wg12/f0200004.jpg>.
- [37]Dixon W. J. and F. J. Massey: Introduction to Statistical Analysis, SIAM Review 1 (1959) 1, 75-77.
- [38]Campbell, H.A., H.C. Pitot, V.R. Potter and B.A. Laishes: Application of quantitative stereology for the evaluation of enzyme altered foci in rat liver, Cancer Research 42 (1982) 465-472.
- [39]Saltykov, S.A.: The determination of the size distribution of particles in an opaque material from a measurement of the size distribution of their sections, Second International Congress for Stereology, Chicago, Illinois, (1967)163-173.
- [40]Xu, Y., and H. C. Pitot: An improved stereologic method for three-dimensional estimation of particle size distribution from observations in two dimensions and its application, Computer Methods and Programs in Biomedicine 72 (2003) 1-20.

[41]Coles, S.: Introduction to statistical Modeling of Extreme Values, Springer Verlag, Berlin, 2001.

[42]Smith, R. L.: Extreme Value Theory, Abgerufen am 16. September 2009, <http://www.stat.unc.edu/faculty/rs/talks/AMS2009.pdf>.

A RHG-Untersuchung mittels REM/EDX

A.1 Häufigkeitsverteilung

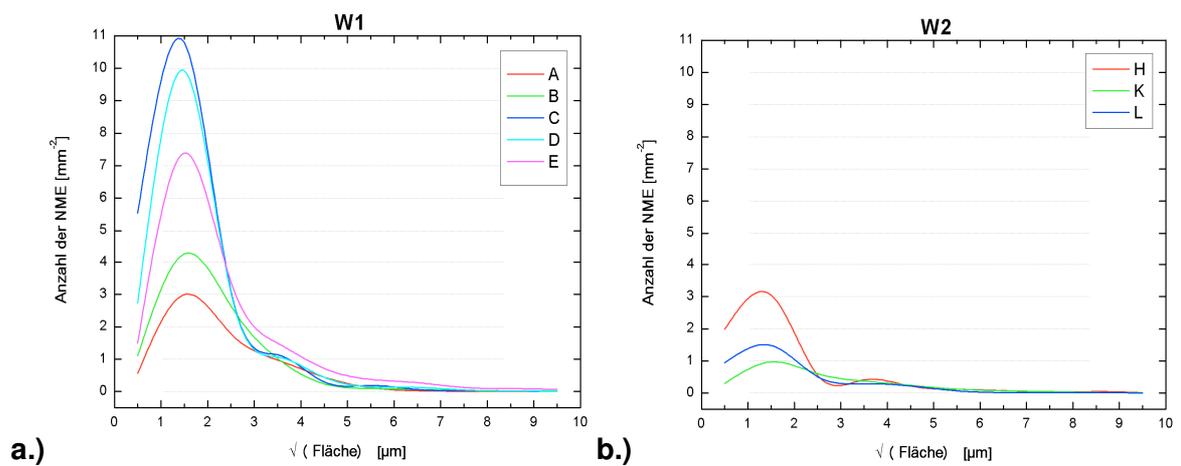


Abbildung A-1 (a): Vergleich der Größenverteilungen der einzelnen Chargen des Werkstoffes W1
(b): W2.

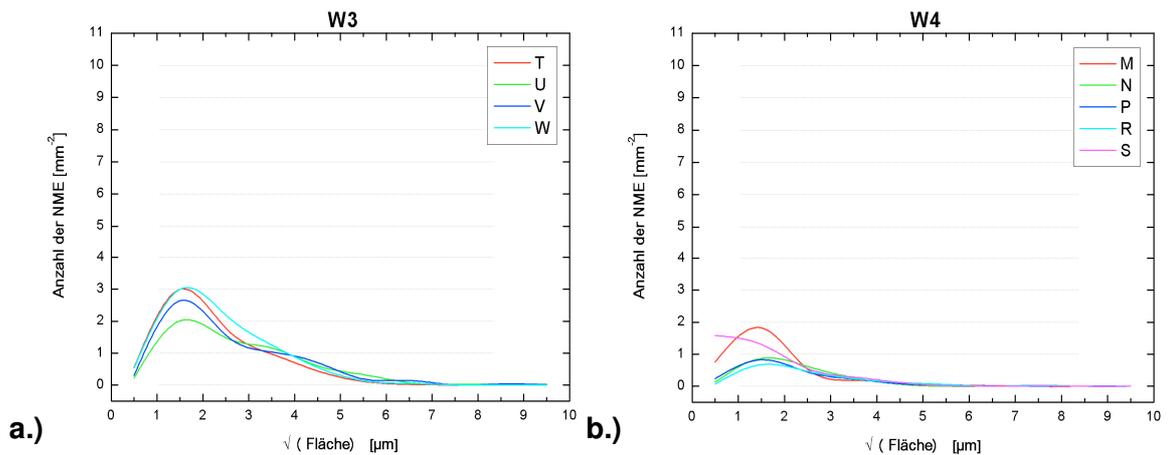


Abbildung A-2(a): Vergleich der Größenverteilungen der einzelnen Chargen des Werkstoffes W3
(b): W4.

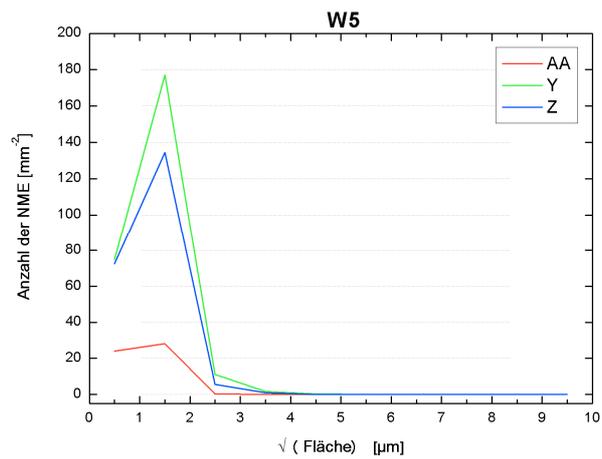


Abbildung A-3: Vergleich der Größenverteilungen der einzelnen Chargen des Werkstoffes W5.

A.2 Häufigkeitsverteilung mit Klasseneinteilung

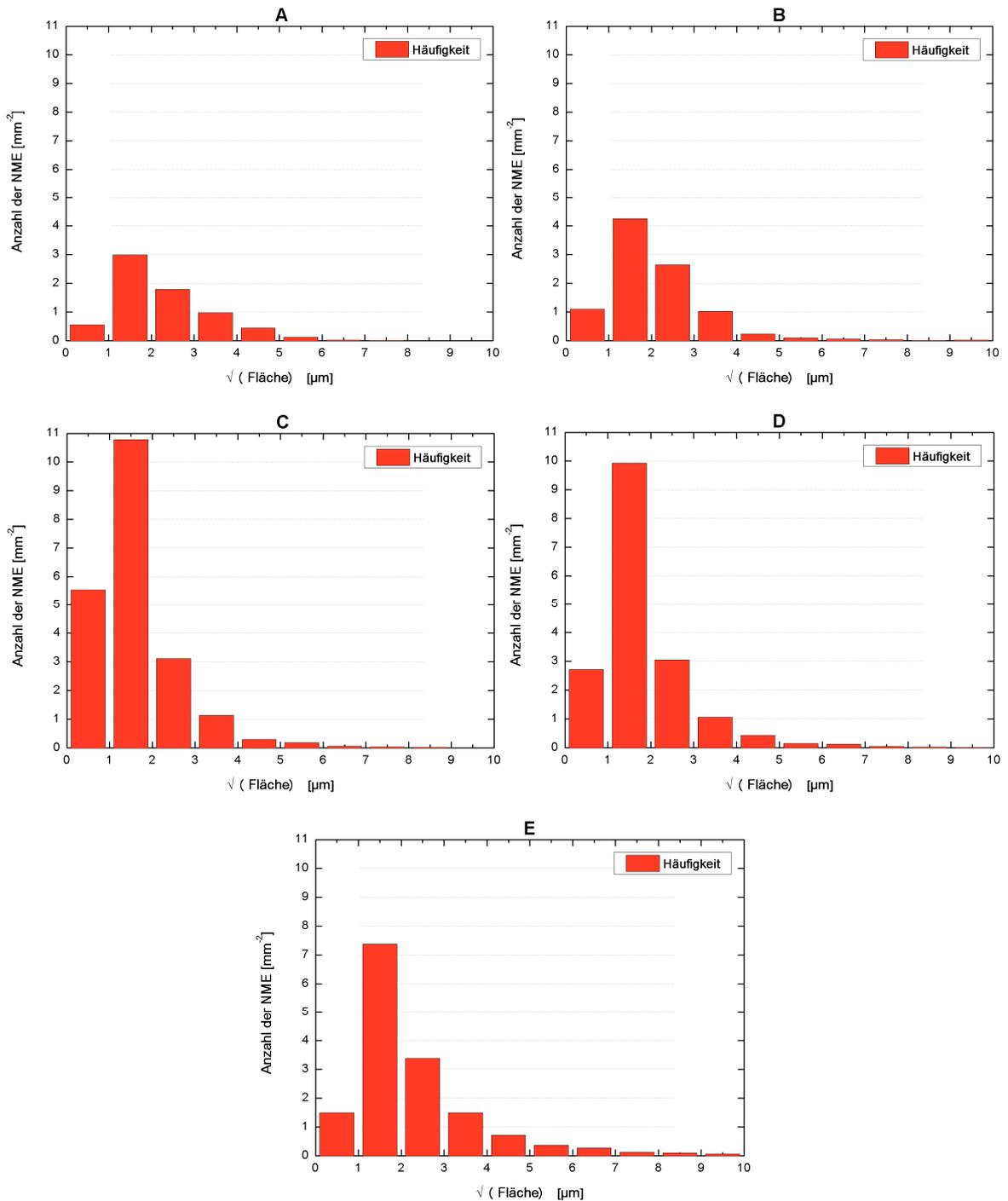


Abbildung A-4: Häufigkeitsverteilungen nach Größenklassen der einzelnen Chargen des Werkstoffes W1.

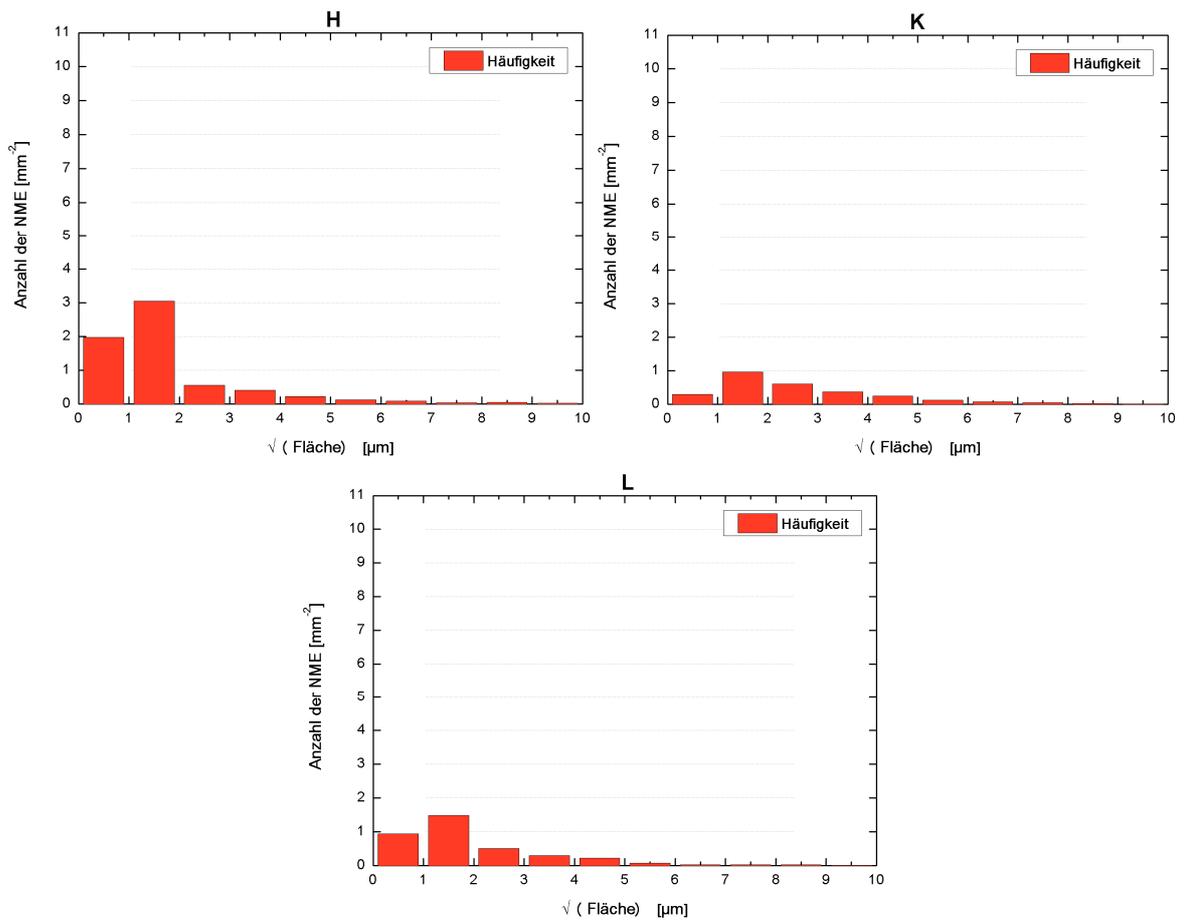


Abbildung A-5: Häufigkeitsverteilungen nach Größenklassen der einzelnen Chargen des Werkstoffes W2.

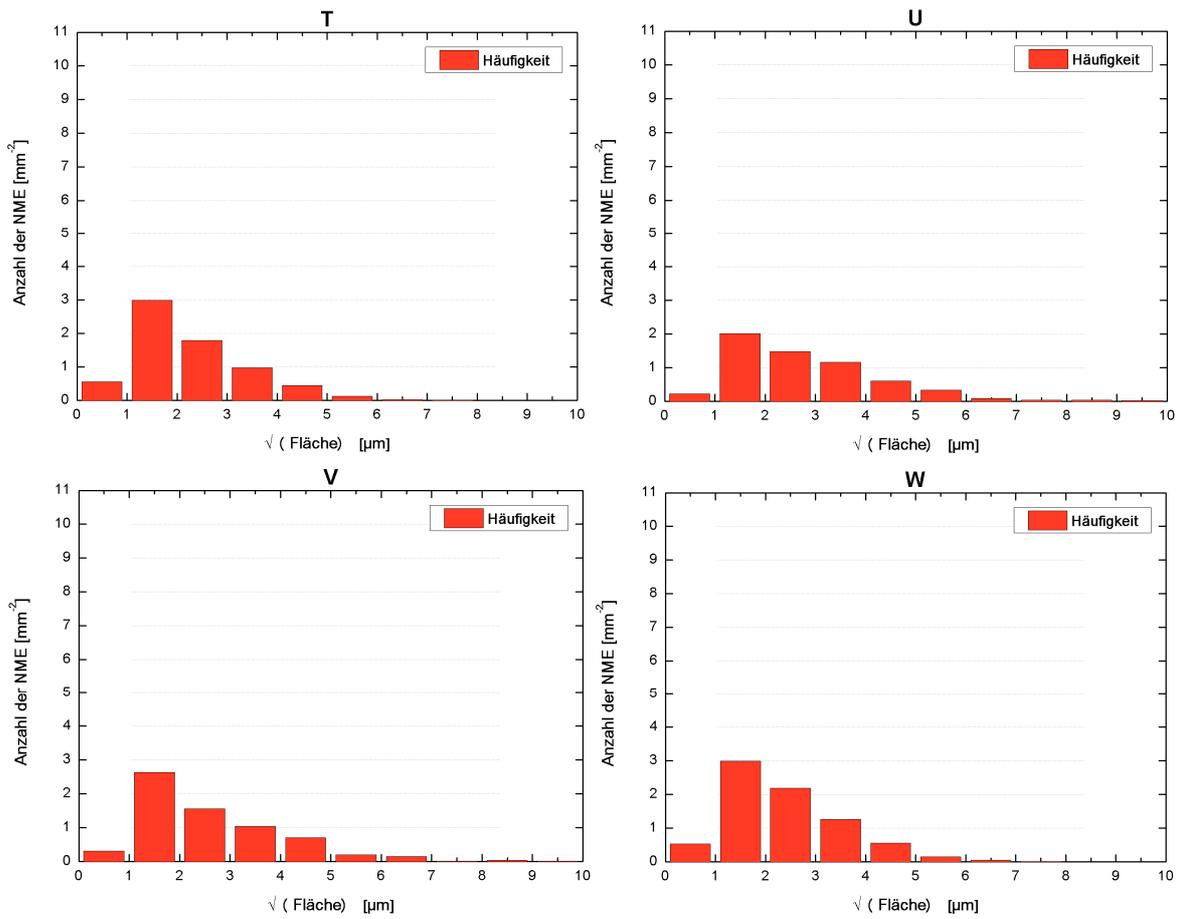


Abbildung A-6: Häufigkeitsverteilungen nach Größenklassen der einzelnen Chargen des Werkstoffes W3.

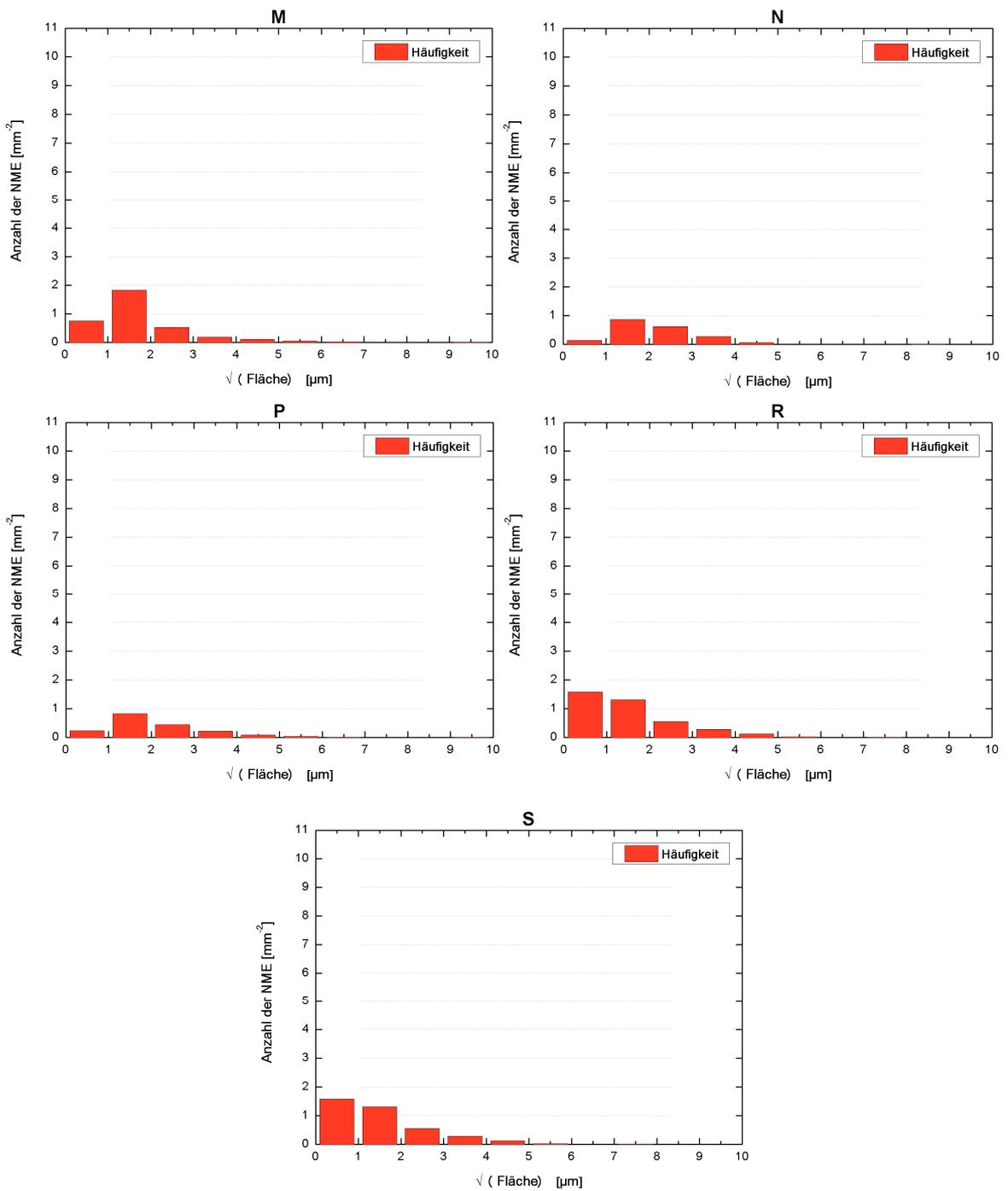


Abbildung A-7: Häufigkeitsverteilungen nach Größenklassen der einzelnen Chargen des Werkstoffes W4.

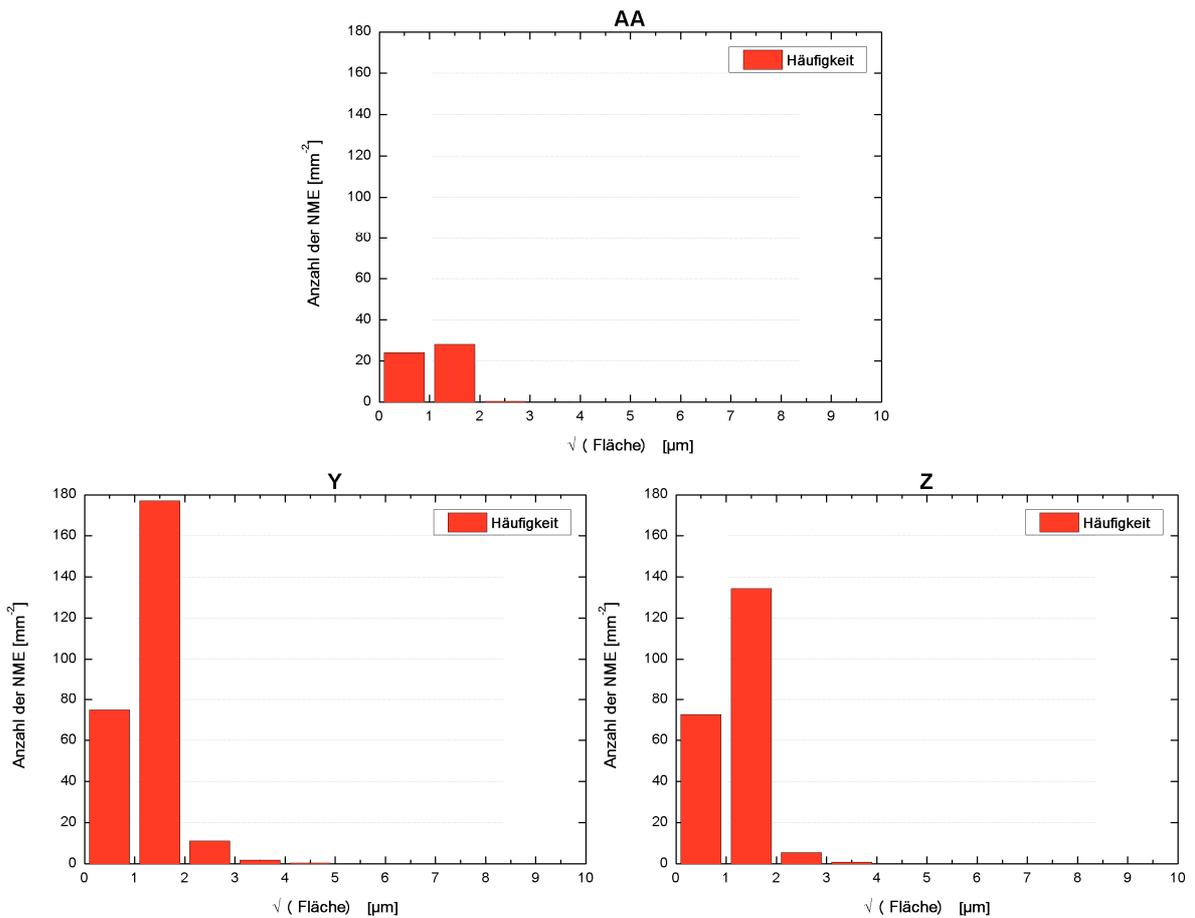
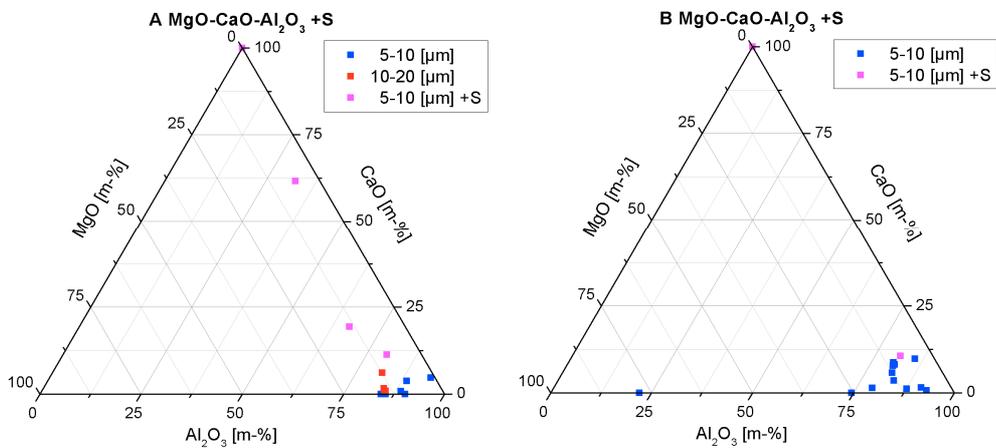


Abbildung A-8: Häufigkeitsverteilungen nach Größenklassen der einzelnen Chargen des Werkstoffes W5.

A.3 Ternäre Systeme



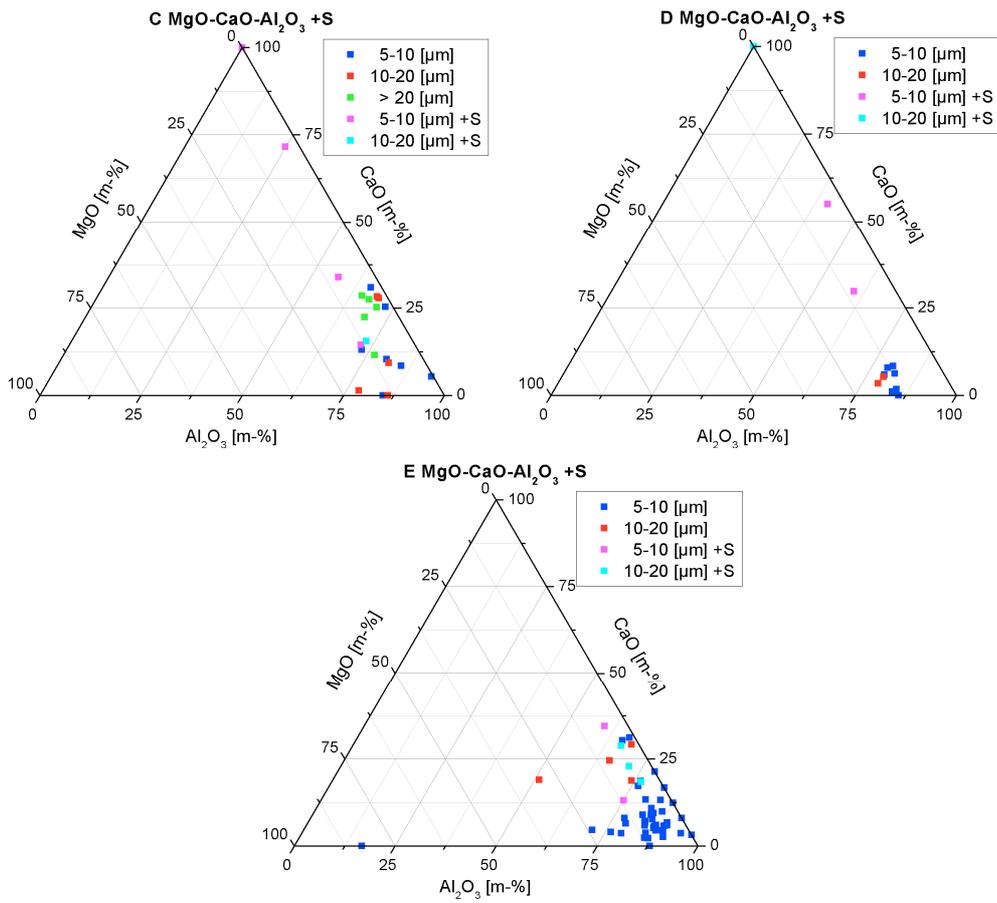


Abbildung A-9: Ternäre Systeme Al₂O₃-CaO-MgO +S der einzelnen Chargen des W1.

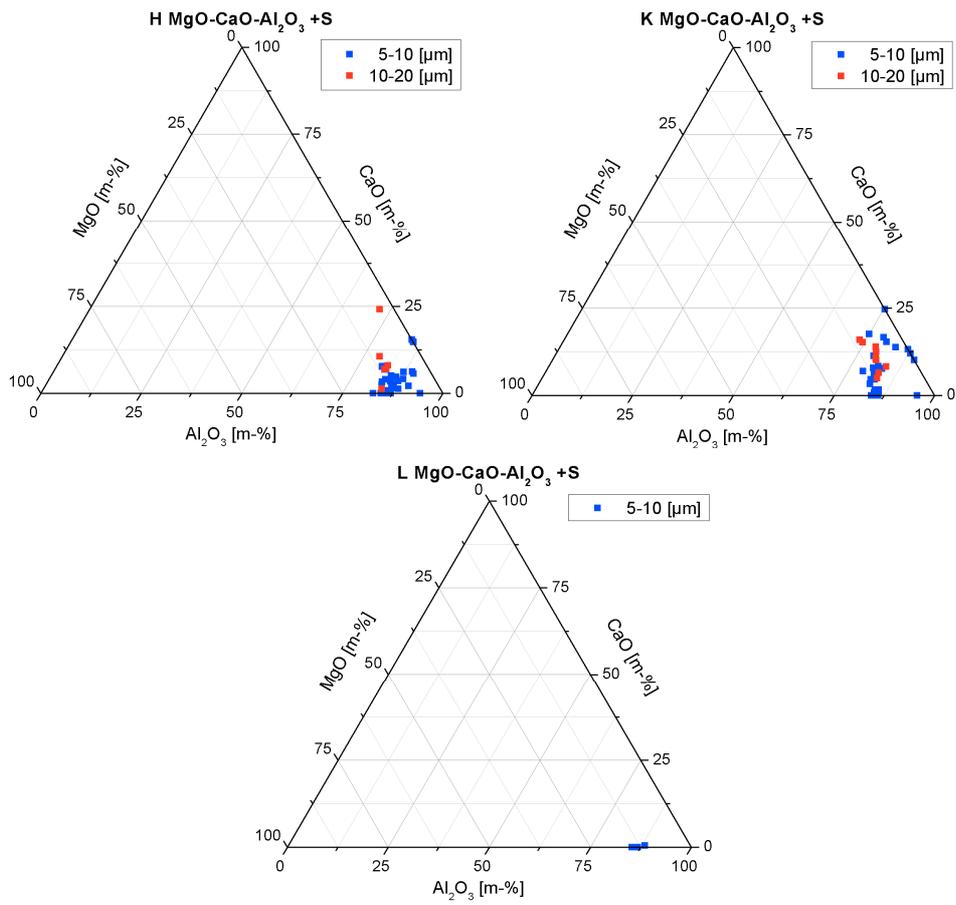


Abbildung A-10: Ternäre Systeme Al₂O₃-CaO-MgO +S der einzelnen Chargen des W2.

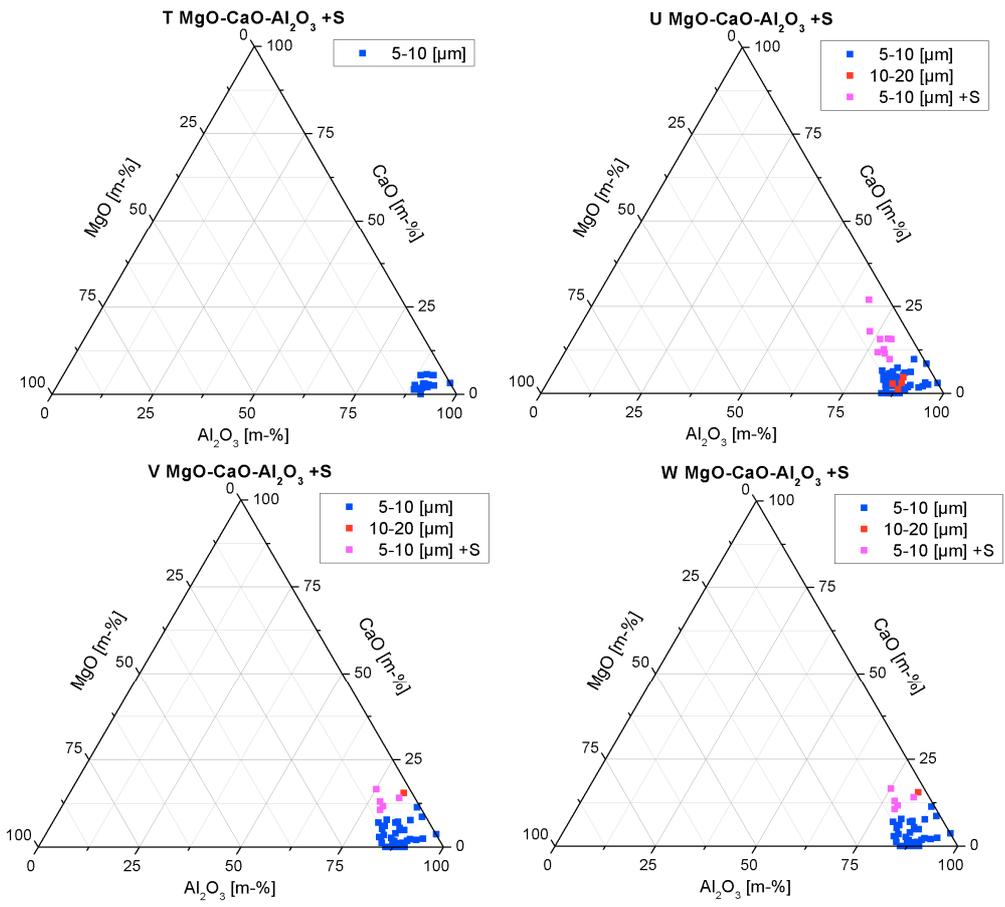


Abbildung A-11: Ternäre Systeme $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-CaO-MgO} + \text{S}$ der einzelnen Chargen des W3.

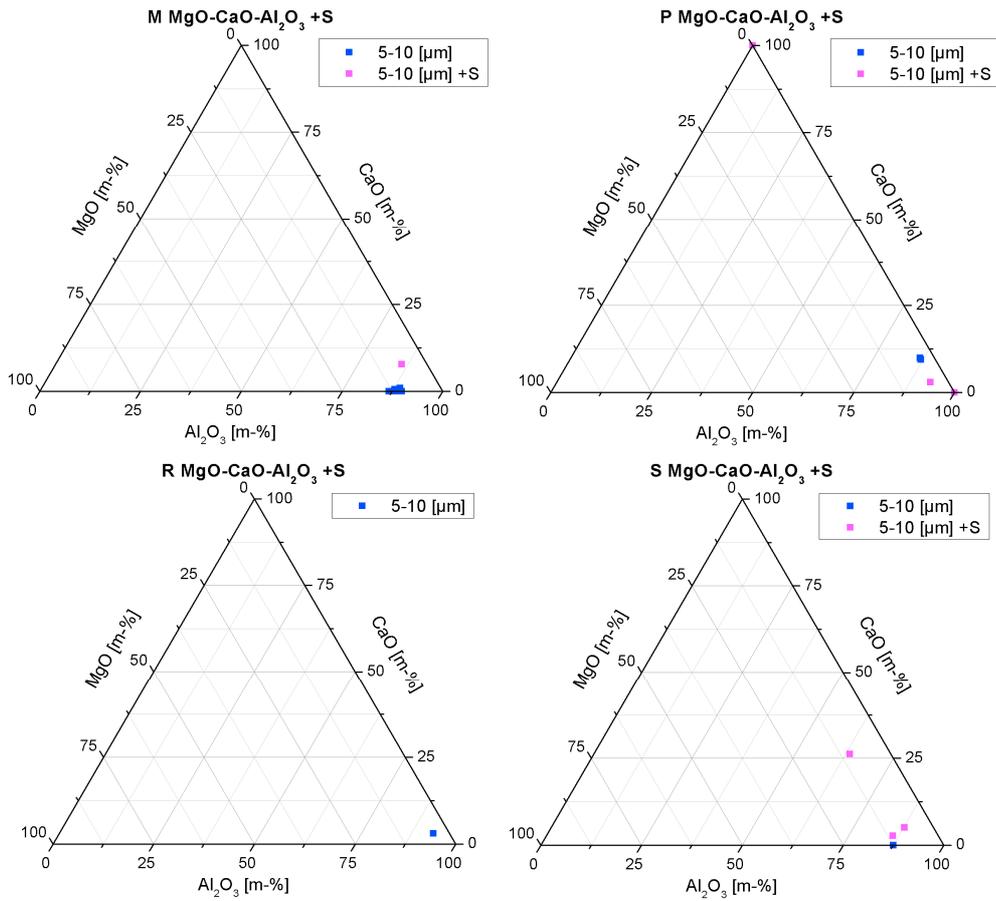
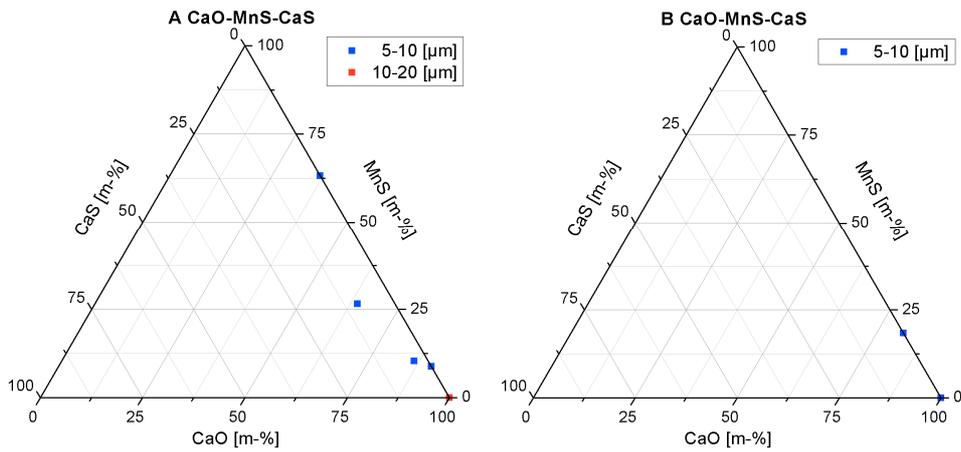


Abbildung A-12: Ternäre Systeme Al₂O₃-CaO-MgO +S der einzelnen Chargen des W4.



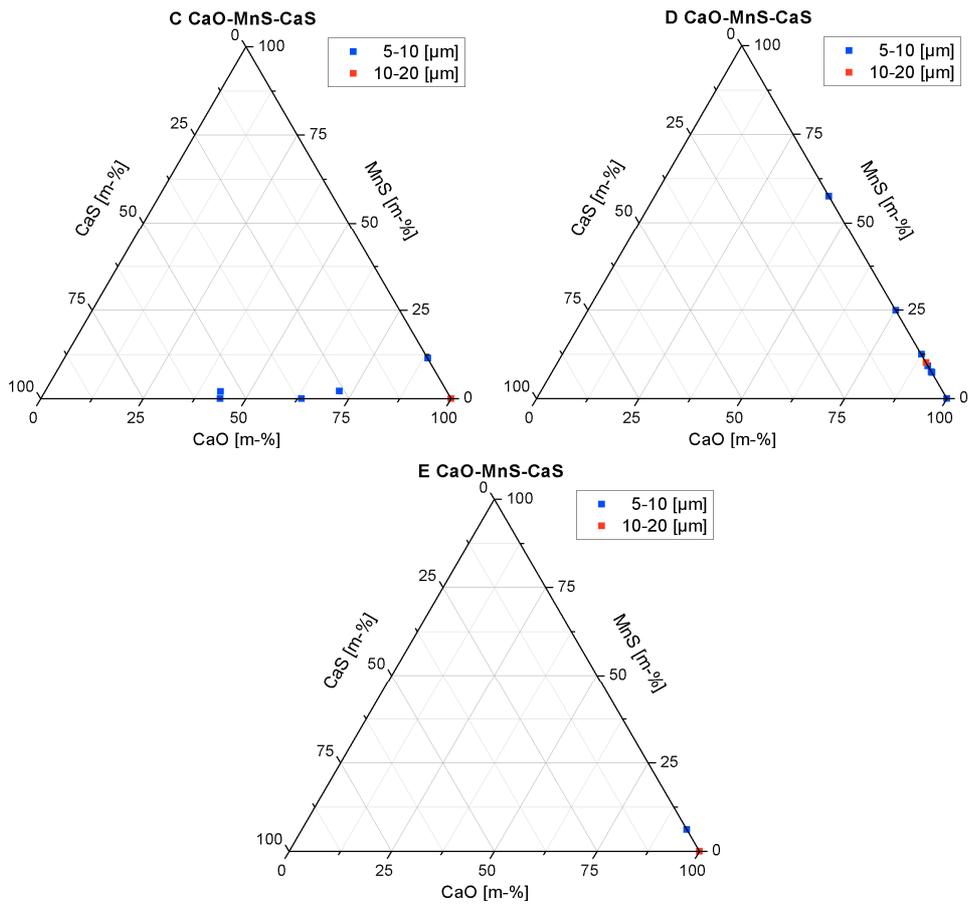


Abbildung A-13: Ternäre Systeme CaO-MnS-CaS der einzelnen Chargen des W1.

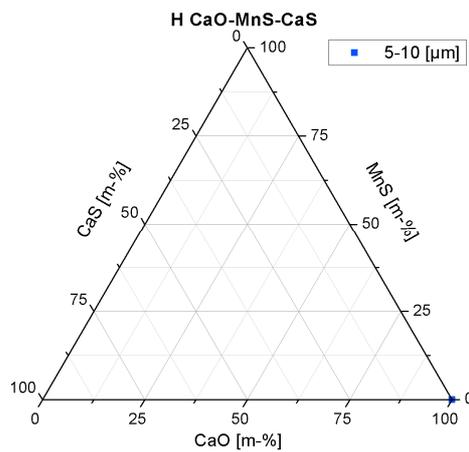


Abbildung A-14: Ternäre Systeme CaO-MnS-CaS der einzelnen Chargen des W2.

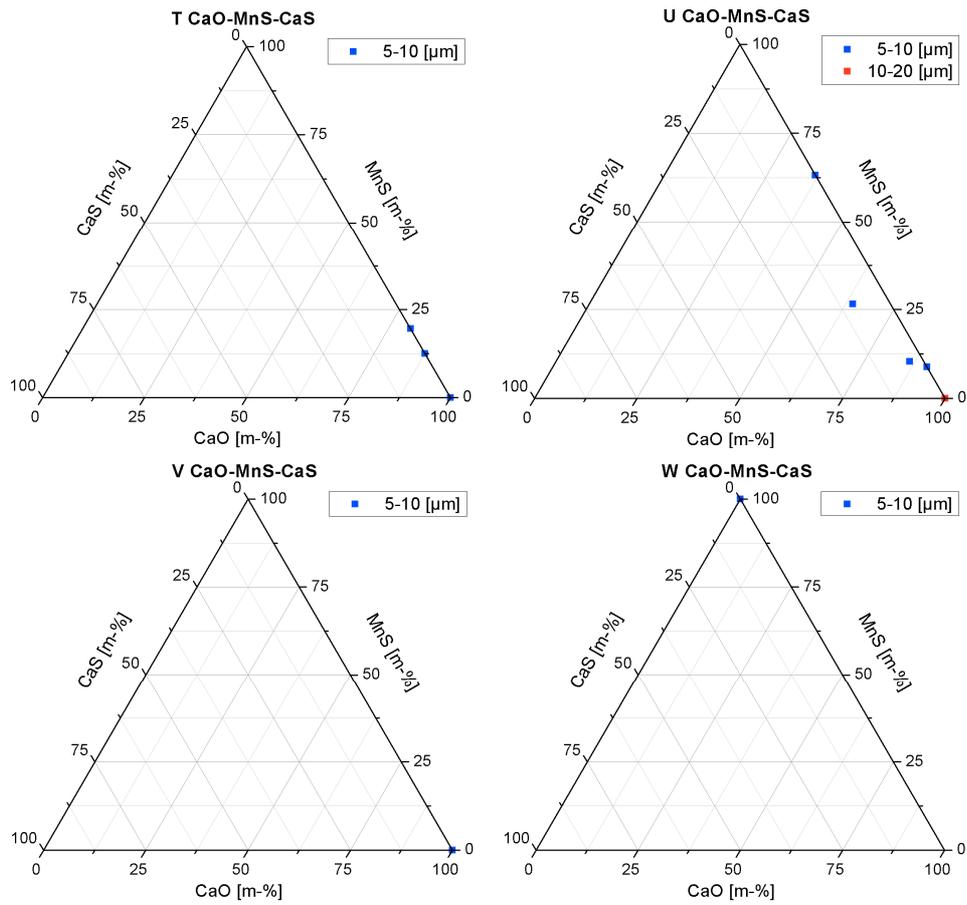


Abbildung A-15: Ternäre Systeme CaO-MnS-CaS der einzelnen Chargen des W3.

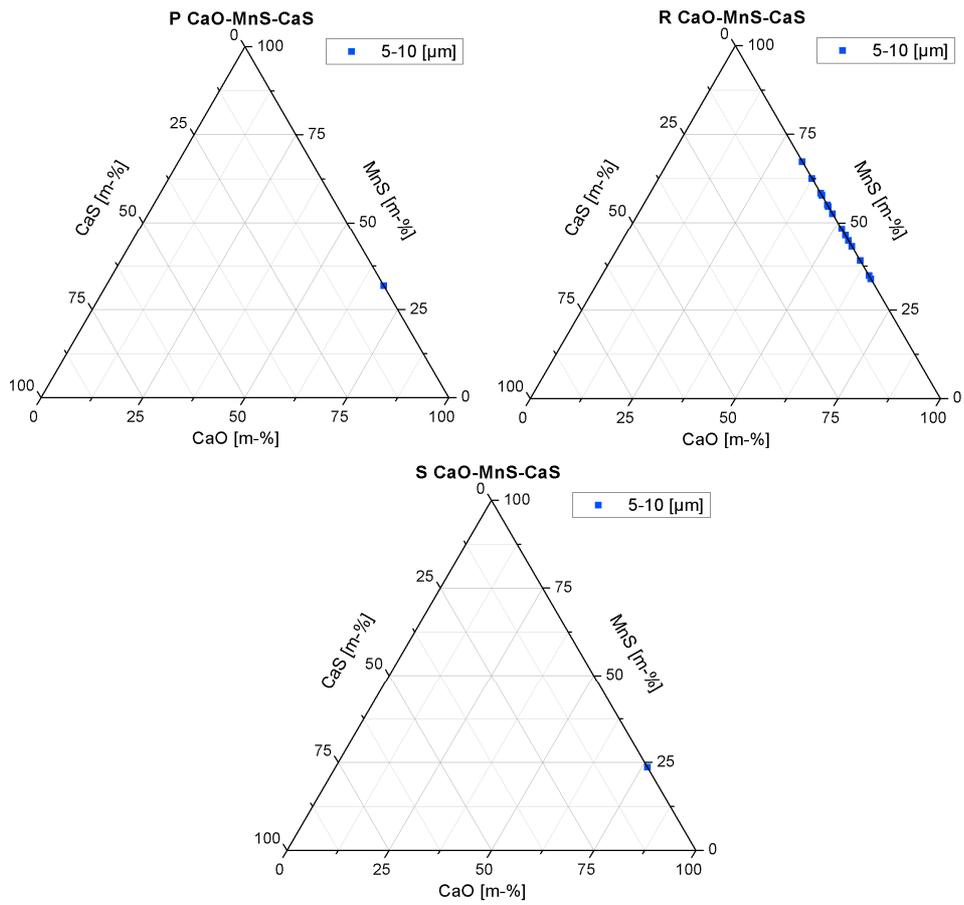


Abbildung A-16: Ternäre Systeme CaO-MnS-CaS der einzelnen Chargen des W4.

A.4 Einschlussverteilung auf der Probenfläche

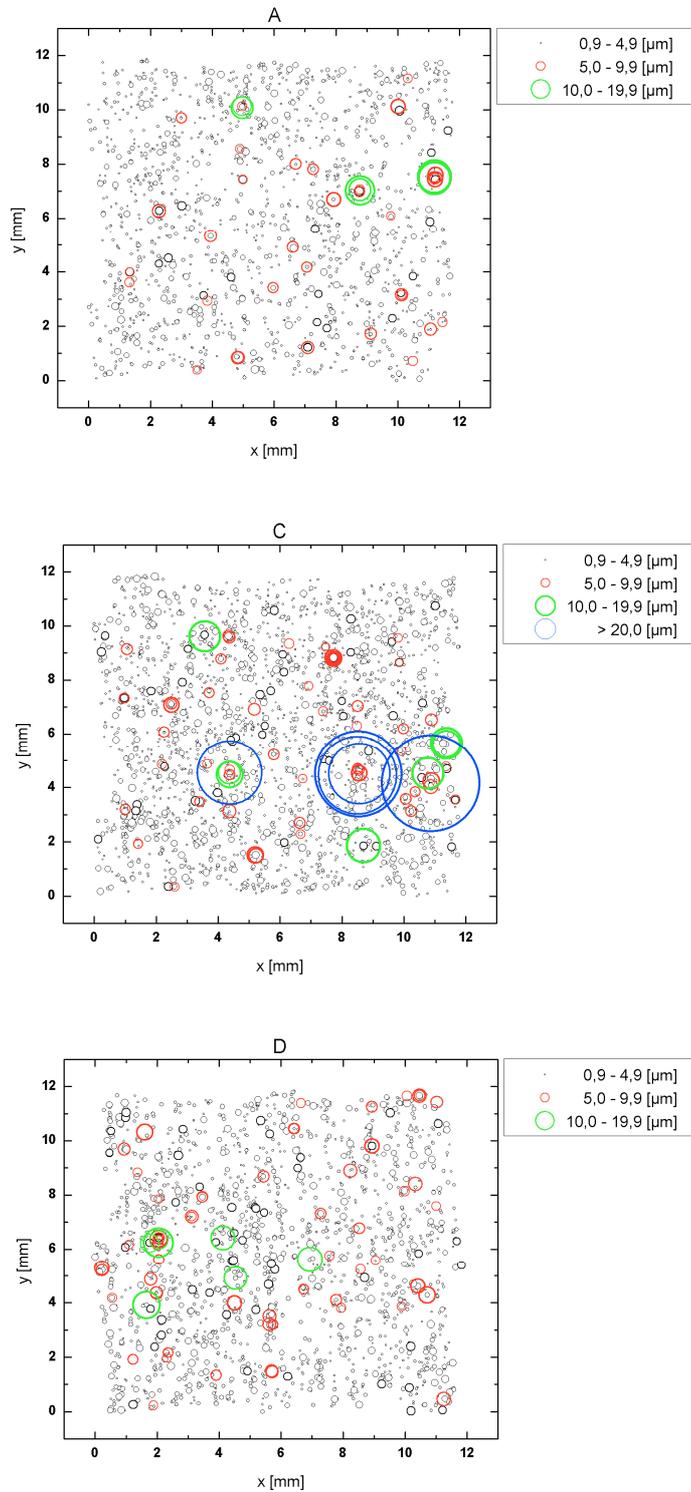


Abbildung A-17: X-Y-Verteilung und Einschlussgröße (ECD) des W1.

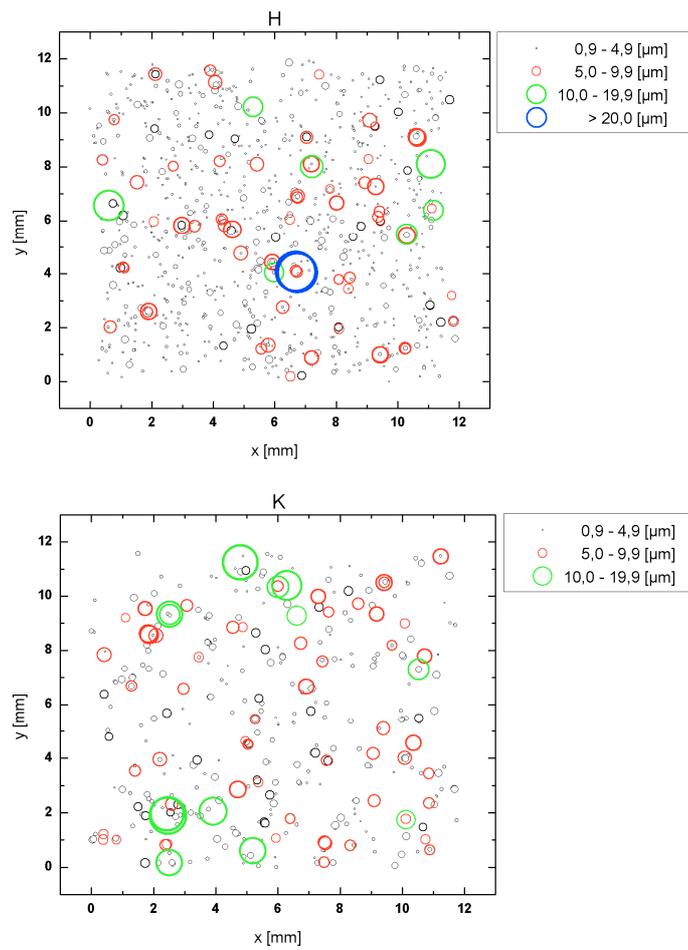


Abbildung A-18: X-Y-Verteilung und Einschlussgröße (ECD) des W2.

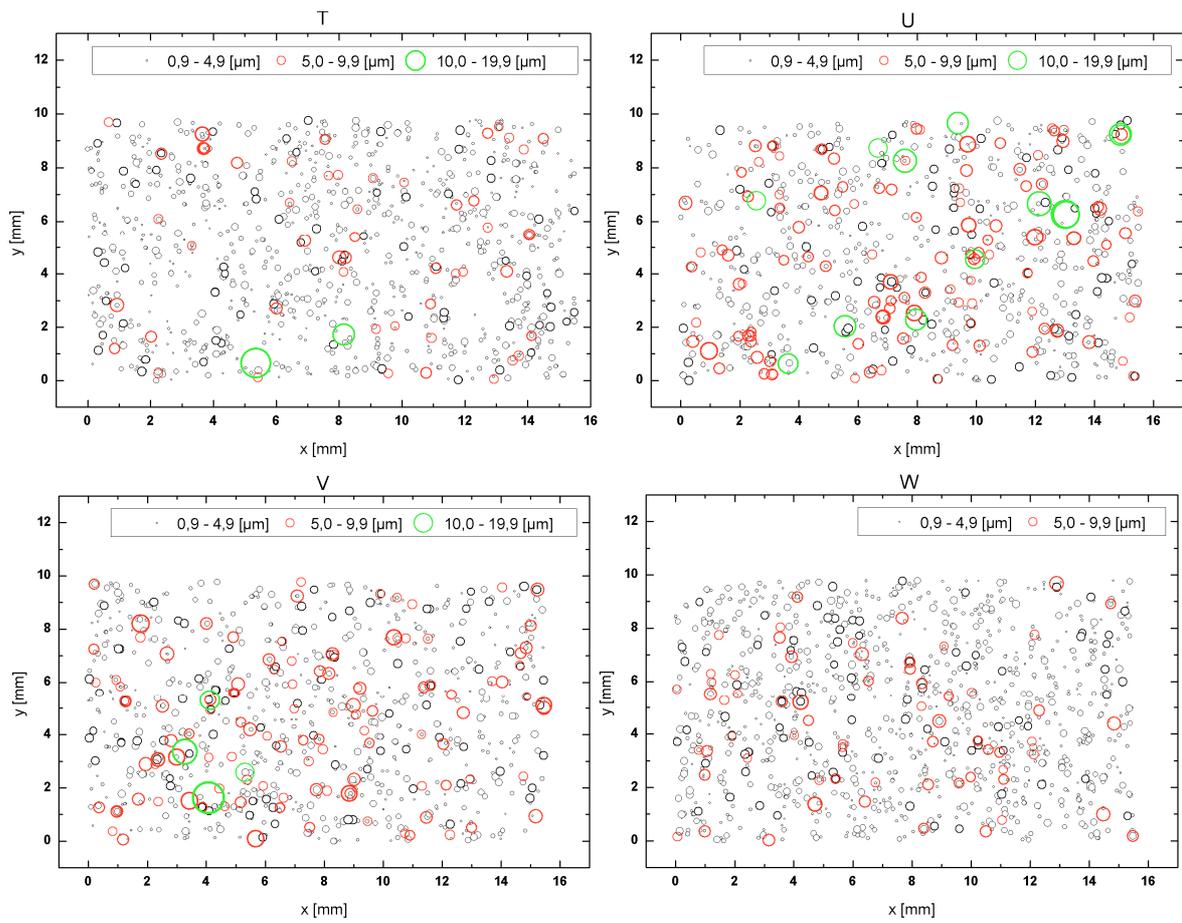


Abbildung A-19: X-Y-Verteilung und Einschlussgröße (ECD) des W3.

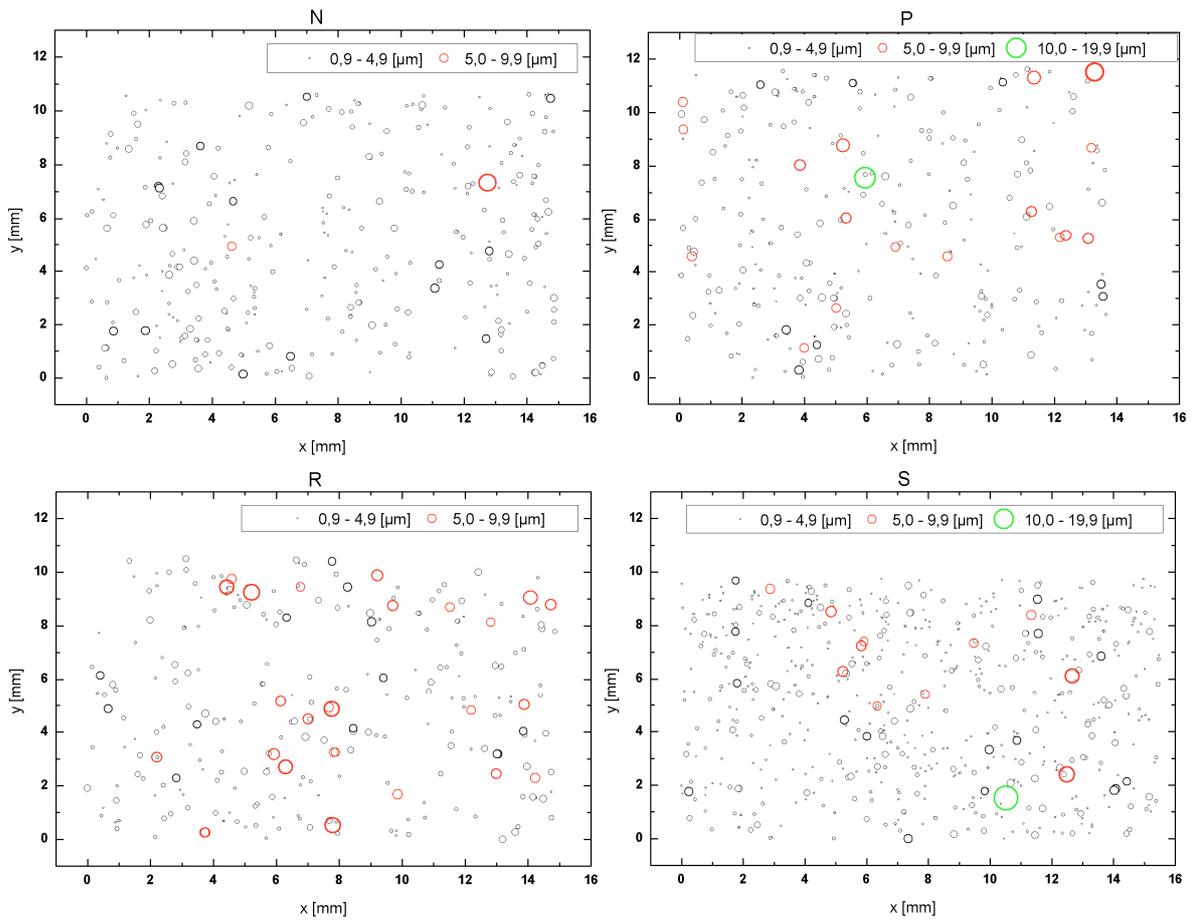


Abbildung A-20: X-Y-Verteilung und Einschlussgröße (ECD) des W4.

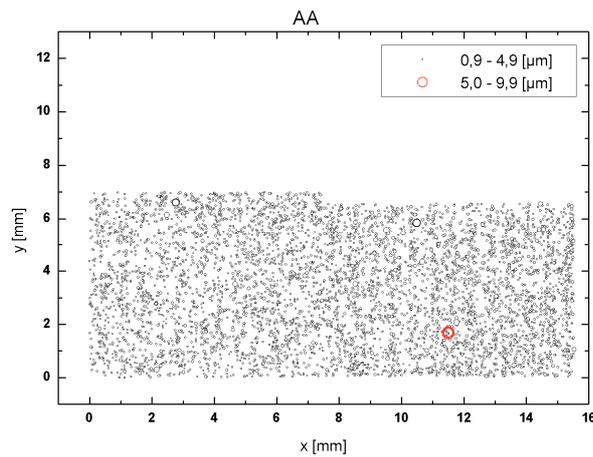


Abbildung A-21: X-Y-Verteilung und Einschlussgröße (ECD) des W5 AA.

B Statistische Auswertung der REM/EDX-Analyse und UHCF-Tests

B.1 Dreidimensionale Verteilungen

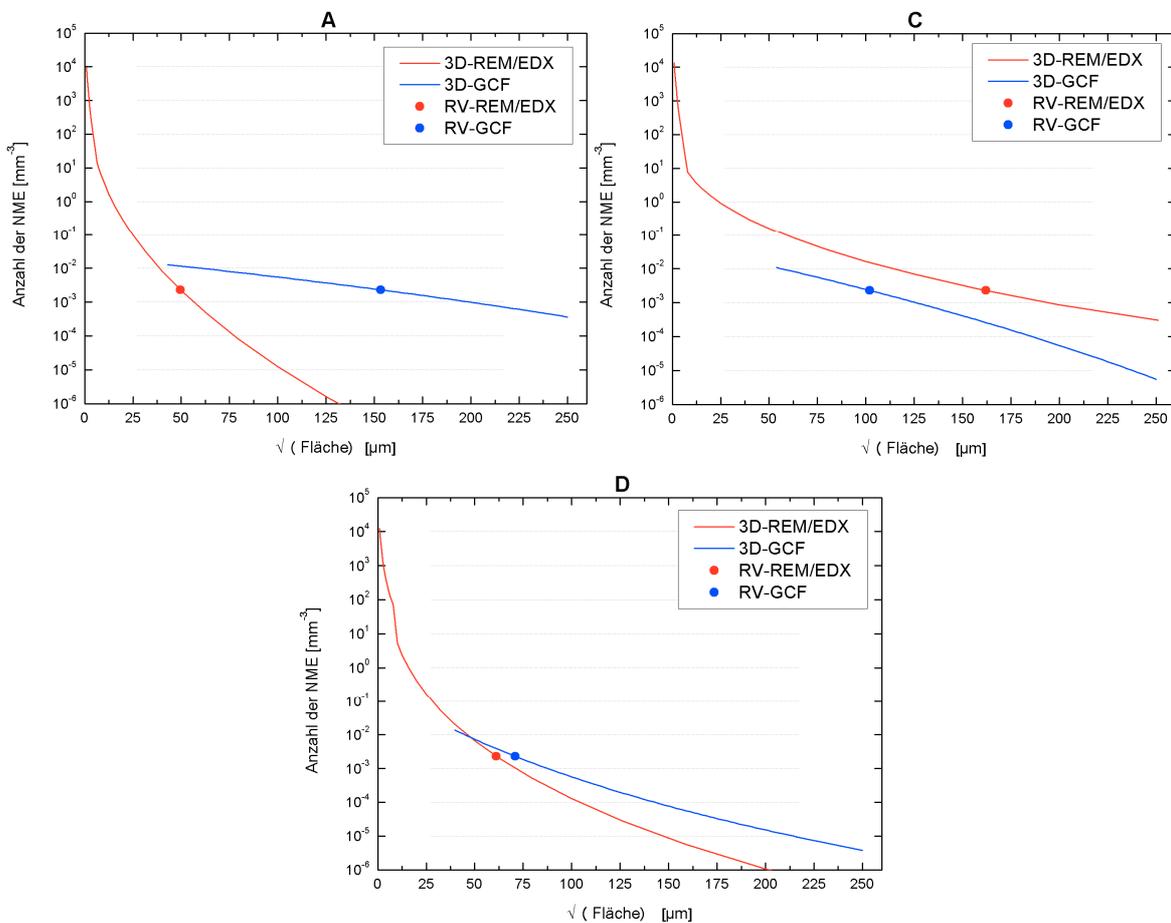


Abbildung B-1: Dreidimensionale Verteilung der REM/EDX und GCF-Auswertung des W1.

CHRISTIAN ILLMAIER

Fischergasse 14, · 8010 Graz



PERSÖNLICHE ANGABEN

Familienstand	ledig
Staatsangehörigkeit	Österreich
Geburtsdatum	25.12.1985
Geburtsort	Bruck an der Mur

AUSBILDUNG

1996–2001	BG/BRG Kapfenberg
2001–2004	BORG Kindberg
2005–2010	Studium Metallurgie an der Montanuniversität Leoben

BERUFLICHE TÄTIGKEITEN

06/2010-09/2010	Studentischer Mitarbeiter: Lehrstuhl für Metallurgie (15 Stunden/Woche)
02/2010-04/2010	Studentischer Mitarbeiter: Lehrstuhl für Umformtechnik (20 Stunden/Woche)
10/2008-07/2009	Werkvertrag: BÖHLER Edelstahl GmbH & Co KG (28 Stunden/Monat)
01/2008-07/2010	Werkvertrag: INTECO GmbH (35 Stunden/Monat)
2005-2008	Ferialpraktikum: VOEST Alpine Tubulars (Gesamtausmaß: 9 Monate)