

Montanuniversität Leoben

Neue Herstelltechnologie von Q&P-Stählen



Die vorliegende Arbeit wurde am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben in Kooperation mit der Firma Ebner Industrieofenbau verfasst.

Leoben, Juni 2018

Eidesstattliche Erklärung:

Ich erkläre an Eides statt, dass die vorliegende Arbeit von mir selbständig und nur unter Verwendung der angeführten Literatur erstellt wurde.

Juni 2018, Leoben

Michael Göbl

Kurzfassung:

Der Einsatz hochfester Stahlgüten ist in der Automobilindustrie nicht mehr wegzudenken. Neben der Senkung des Kraftstoffverbrauchs spielt die Personensicherheit eine entscheidende Rolle für die aktuellen Entwicklungen in diesem Sektor. Mit der dritten Generation der *Advanced High Strength Steels (AHSS)* wird aktuell an hochfesten Stahlgüten mit guter Formbarkeit geforscht. Dies wird durch ein Gefüge aus Martensit oder Bainit und Restaustenit erreicht. In dieser Masterarbeit wurde die Durchführbarkeit von *Quenching and Partitioning (Q&P)*-Wärmebehandlungen auf einer kontinuierlichen Glühanlage (*HyCAL*), welche gasförmigen Wasserstoff als Abschreckmedium einsetzt, untersucht. Hierfür wurden auf einem Simulator zwei unterschiedliche Legierungen verschiedenen *Q&P*-Wärmebehandlungen unterzogen und anschließend die mechanischen Eigenschaften charakterisiert. Des Weiteren wurde der Restaustenitgehalt mittels Röntgendiffraktometrie bestimmt. Die Auswertung der Zugversuchsdaten zeigte, dass bei beiden Legierungen erhöhte Dehnungswerte bei hohen Festigkeiten erreicht werden konnten. Dadurch konnte gezeigt werden, dass die *HyCAL*-Anlage sehr gut für *Q&P*-Wärmebehandlungen geeignet ist.

Abstract:

The application of high strength steel is essential for the automotive industry. Besides the decrease of fuel consumption, the safety of occupants is determining for the current research in this field. The aim of the third generation of advanced high strength steels (*AHSS*) is to improve the ductility of high strength steels containing a microstructure of martensite or bainite and retained austenite. This master thesis examined the viability of quenching and partitioning (*Q&P*) heat treatments on a continuous annealing facility (*HyCAL*), which uses hydrogen gas for quenching. Therefore, two typical *AHSS* alloys were heat treated on a simulator. The mechanical properties of the material were characterised and the retained austenite fraction was measured via X-ray diffraction. Results from tensile testing showed that both alloys achieved high elongations in combination with high strengths. The achieved mechanical properties show that the *HyCAL* facility is suitable for *Q&P* heat treatments.

Danksagung:

An dieser Stelle möchte ich mich herzlich bei allen bedanken, die mich während der Anfertigung dieser Masterarbeit unterstützt haben.

Vorrangig möchte ich mich bei Prof. Dr. Ronald Schnitzer bedanken, welcher mir diese Masterarbeit ermöglicht hat.

Ein besonderer Dank gilt meiner Betreuerin Dipl.-Ing. Sandra Ebner, die mich während der Masterarbeit mit viel Geduld und wertvollen Ratschlägen immer weiter Richtung erfolgreicher Fertigstellung der Arbeit geleitet hat.

Ebenfalls bedanken möchte ich mich bei Dr. Christina Hofer, welche ebenfalls immer mit Rat und Tat zur Seite stand.

Bedanken möchte ich mich auch bei den Firmenpartnern Ebner Industrieofenbau. Für die gute Betreuung während meines Praktikums möchte ich mich bei Dipl.-Ing. Peter Seemann, Dipl.-Ing. Matthias Brenninger und Harald Humer bedanken.

Ein großes Dank gilt meiner Freundin Iris. Sie begleitete mich von Anfang an durch mein Studium und unterstützte mich immer mit positiver Energie und einem offenen Ohr für alle meine Probleme.

Mein allergrößter Dank gilt meinen Eltern, Susanna und Hannes, welche mich schon mein ganzes Leben unterstützen und mich immer in all meinen Vorhaben bestärken und motivieren. Das Studium wäre ohne ihre großzügige finanzielle und moralische Unterstützung nicht möglich gewesen. Auch meine Schwester Elisabeth fand in schwierigen Zeiten immer die richtigen Worte um mich positiv zu stimmen.

Vielen Dank!

Inhaltsverzeichnis

Abkürzungsverzeichnis und verwendete Symbole	V
1 Einleitung	1
2 Theoretische Grundlagen	3
2.1 <i>Advanced High Strength Steels</i>	3
2.2 <i>Q&P</i> -Prozess	4
2.2.1 Grundlagen der Wärmebehandlung	5
2.2.2 Einfluss der Prozessparameter auf das Gefüge	7
2.2.3 Einfluss der Prozessparameter auf die mechanischen Eigenschaften	9
2.2.4 Konkurrierende Mechanismen	10
2.3 Restaustenit	11
2.3.1 Restaustenitstabilität	11
2.3.2 Bestimmung des Phasenanteils mittels Röntgenbeugung	12
2.3.3 Auswertemethoden	14
2.4 Herstelltechnologie von <i>AHSS</i>	15
3 Experimentelles	17
3.1 Material	17
3.2 Wärmebehandlung	17
3.2.1 Aufbau der Versuchsanlage	17
3.2.2 Prozessparameter	19
3.3 Mikrostrukturuntersuchung und mechanische Charakterisierung	20
3.3.1 Härteprüfung	20
3.3.2 Zugversuch	21
3.3.3 Röntgendiffraktometrie	21
3.3.4 Dilatometrie	23
3.3.5 Rasterelektronenmikroskopie	23
4 Ergebnisse	25
4.1 Gleichmäßigkeit der Wärmebehandlung	25
4.2 Mechanische Kennwerte	27
4.2.1 Einfluss der Quenchingtemperatur	29
4.2.2 Einfluss der Partitioningparameter	30
4.3 Mikrostrukturuntersuchung	31

4.4	Restaustenit	33
4.4.1	Vergleich der Auswertemethoden	33
4.4.2	Einfluss des Restaustenitgehaltes	34
4.4.3	Koistinen-Marburger-Modell	35
4.5	Dilatometermessungen	36
5	Diskussion	39
6	Zusammenfassung	42
	Literaturverzeichnis	VII
	Anhang	XII

Abkürzungsverzeichnis und verwendete Symbole

α'	Martensit
α'_{prim}	primärer Martensit
α'_{sek}	sekundärer Martensit
γ	Austenit
γ_{prim}	primärer Austenit
γ_{final}	gesamter Austenit
θ	Beugungswinkel
λ	Wellenlänge
μ_m	Absorptionskoeffizient
φ	wahre Dehnung
AHSS	Advanced High Strength Steels
A_{e3}	Umwandlungstemperatur Ferrit Austenit
A_g	Gleichmaßdehnung
A_{80}	Bruchdehnung
CP	Komplexphasen
DP	Dualphasen
d	Netzebenenabstand
EBSD	Electron backscatter diffraction
e^{-2m}	Debye-Waller-Faktor
 FF 	Strukturfaktor multipliziert mit seinem komplex konjugierten Wert
Fe_3C	Zementit
 f 	atomarer Streufaktor

Δf	Korrekturfaktor für anormale Streuung
f'	gewichteter Strukturfaktor
HyCAL	Hydrogen continuous annealing line
I_i	integrierte Intensität
K	Konstante die den Messaufbau beschreibt
k_f	Fließspannung
LP	Lorentz-Polarisationsfaktor
M_s	Martensitstarttemperatur
M_f	Martensitendtemperatur
n	Verfestigungsexponent
n_{diff}	differentieller Verfestigungsexponent
p	Multiplikationsfaktor
Q&P	Quenching and Partitioning
RT	Raumtemperatur
$R_{p0,2}$	Dehngrenze
R_m	Zugfestigkeit
SimCAL	Simulator für kontinuierliche Glühzyklen
TBF	TRIP-aided bainitic ferrite
TP	Tempering-Parameter
TRIP	Transformation-induced plasticity
TWIP	Twinning-induced plasticity
T_q	Quenchingtemperatur
T_p	Partitioningtemperatur
t_p	Partitioningzeit
V_i	Volumenanteil der Phase
v	Volumen der Einheitszelle
XRD	X-ray diffraction
Z	Brucheinschnürung

1 Einleitung

Der Einsatz hochfester Stahlgüten, sogenannter *Advanced High Strength Steels (AHSS)*, in der Automobilindustrie ist nicht mehr wegzudenken. Im Laufe des letzten Jahrzehntes lösten die hochfesten Stähle die Weichstähle und konventionell höherfesten Stähle in vielen Bereichen des Karosseriebaus ab. Dies geschah aufgrund der Bestrebung die Sicherheit der Fahrzeuginsassen zu erhöhen und gleichzeitig den Kraftstoffverbrauch zu reduzieren [1–4]. Die erste Generation der *AHSS* übertrifft die Weichstähle und auch die konventionell höherfesten Stähle in der Festigkeit bei leicht reduzierter Formbarkeit. Weichstähle weisen ein einphasiges Gefüge auf. Während bei konventionell höherfesten Stählen ein einphasiges Gefüge mit festigkeitssteigernden Mechanismen eingestellt wird, setzen *AHSS* auf ein mehrphasiges Gefüge. Einen großen Einfluss auf die Verformbarkeit hat der *Transformation-induced plasticity (TRIP)*-Effekt, welcher bei den *TRIP*-Stählen erstmals großtechnische Anwendung fand [1, 5, 6]. Bei diesen Stählen setzt sich das Gefüge aus einer ferritischen Matrix mit Bainit und Restaustenit zusammen. Wird das Material verformt kommt es zur verformungsinduzierten Martensitbildung der Restaustenitgebiete.

Während bei *TRIP*-Stählen ein Restaustenitgehalt von bis zu 15 % erreicht werden kann, handelt es sich bei der zweiten Generation um austenitische Stähle. Diese besitzen eine niedrige Dehngrenze was zu Problemen bei der Verarbeitung führt [6]. Neben der begrenzten Verarbeitbarkeit ist auch der hohe Legierungsgehalt und die damit erhöhten Kosten ein Grund dafür, dass diese Stähle kaum Anwendung in der Automobilindustrie finden [3, 6].

Bei der aktuellen dritten Generation der *AHSS* soll die erste Generation in den mechanischen Eigenschaften übertroffen und kostengünstiger als die zweite Generation hergestellt werden. Hierzu gibt es verschiedene Ansätze. Diese umfassen *Medium-Mangan*, *TRIP-aided bainitic ferrite (TBF)* und *Quenching and Partitioning (Q&P)*-Stähle. Die Gemeinsamkeit der genannten Stahlkonzepte ist der im Gefüge vorhandene Restaustenit [1, 6].

Diese Arbeit widmet sich neuen Herstelltechnologien von *Q&P*-Stählen. Dabei wird die Durchführbarkeit von *Q&P*-Wärmebehandlungen auf einer innovativen kontinuierlichen Glühanlage (*HyCAL*), welche gasförmigen Wasserstoff als Abschreckmedium einsetzt, untersucht. Dies geschah mittels eines speziell dafür gebauten Simulators, welcher die Glühbehandlung und den Abschreckvorgang der großtechnischen Anlage vergleichbar darstellen kann. Es wurden zwei für *AHSS* typische Legierungen verschiedenen *Q&P*-Zyklen unterzogen. Die hergestellten Versuchskörper wurden mechanisch mittels Zug- und Här-

teprüfung charakterisiert. Des Weiteren wurden Mikrostrukturuntersuchungen durchgeführt und der Restaustenitgehalt mittels Röntgendiffraktometrie (engl. *X-ray diffraction*, *XRD*) bestimmt. Begleitend zur Wärmebehandlung am Simulator wurden für ausgewählte Proben auch Dilatometerversuche durchgeführt. Die Kennwerte des Zugversuchs und die ermittelten Restaustenitgehalte wurden von beiden Legierungen verglichen, um die durchgeführten Wärmebehandlungen zu evaluieren und den Einfluss der Prozessparameter zu bestimmen.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 *Advanced High Strength Steels*

In den letzten Jahrzehnten geht der Trend der verwendeten Stahlgüten in modernen Fahrzeugen immer weiter in Richtung der hochfesten Stähle. Die ursprünglich eingesetzten Weichstählen (*Interstitial Free-Stähle*, *Low Carbon-Stähle*, etc.) zeichneten sich durch sehr gute Verformungswerte bei niedrigen Festigkeiten aus. Bestrebungen nach erhöhter Sicherheit der Insassen führte zur Entwicklung der konventionell höherfesten Stahlgüten (*Bake-Hardening Stähle*, mikrolegierte Stähle, etc.). Die grünen Bereiche in Abbildung 2.1 spiegeln diese beiden Stahlgüten wider. Neben der erhöhten Sicherheit ist auch die Verringerung des Schadstoffaustoßes ein wichtiger Faktor, welchen die Automobilindustrie berücksichtigen muss. Mit *AHSS* werden aktuell Stähle entwickelt, welche gezielt diese Probleme lösen. Diese Stähle werden in verschiedene Generationen eingeteilt [1–4].

Im Vergleich zu den Weichstählen und konventionell höherfesten Stählen wird bei der ersten Generation von *AHSS* (Abbildung 2.1, oranger Bereiche) ein mehrphasiges Gefüge eingestellt. Bei den Dualphasen (*DP*)-Stählen wird eine ferritische Matrix mit Martensitinseln und bei Komplexphasen (*CP*)-Stählen wird eine ferritisch-bainitische Matrix mit Martensitanteilen verwendet, um eine höhere Festigkeit zu erreichen. Ein Mechanismus, welcher sich auch in späteren Generationen wiederfindet, ist der *TRIP*-Effekt, welcher auch namensgebend für die *TRIP*-Stähle ist. Wird das Material verformt kommt es in den Austenitgebieten zu einer verformungsinduzierten Martensitbildung, welche zu einer erhöhten Verformbarkeit führt [1, 5, 6].

Bei der zweiten Generation von *AHSS* (Abbildung 2.1, gelber Bereich) wird durch einen hohen *Mn*-Gehalt ein austenitisches Gefüge eingestellt. Dabei kann es neben dem *TRIP* auch zum *TWIP* (*Twinning-induced plasticity*) Effekt kommen, welcher ebenfalls die Dehnungen erhöht. Der erhöhte Legierungsgehalt treibt die Kosten in die Höhe und eine niedrige Dehngrenze dieser Legierungen erschwert die Verarbeitung. Dies hat zur Folge, dass diese Stahlklasse in der Automobilindustrie kaum Anwendung findet [3, 6].

Bei der aktuellen dritten Generation der *AHSS* (Abbildung 2.1, blauer Bereich) sollen mit günstigeren Legierungskonzepten Festigkeits- und Formbarkeitswerte erreicht werden, welche über denen der ersten Generation liegen. Die Produktionskosten sollen dabei unter denen der zweiten Generation liegen.

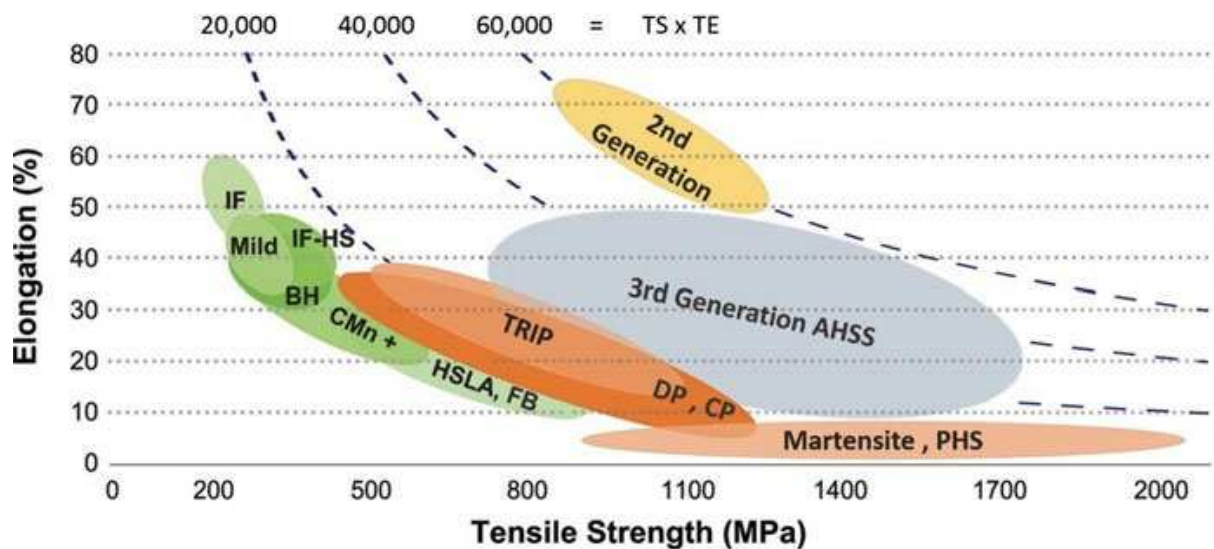


Abbildung 2.1: Verschiedene Generationen der AHSS im Vergleich zu Weichstählen und konventionell höherfesten Stählen. Die strichlierten Linien spiegeln Punkte mit gleichem Gütefaktor (Zugfestigkeit \times Bruchdehnung) wider [6].

Restaustenit ist in dieser Generation wieder ein wichtiger Gefügebestandteil, der die Dehnungen erhöht. Hierzu gibt es verschiedene Ansätze. Bei den *Medium-Mangan*-Stählen wird mittels Manganumverteilung Restaustenit bei Raumtemperatur im Gefüge stabilisiert [6]. Bei *TBF*- und *Q&P*-Stählen wird der für die erhöhte Formbarkeit benötigte Restaustenit durch eine Kohlenstoffumverteilung aus dem Martensit erreicht [1,6].

2.2 Q&P-Prozess

Das Legierungskonzept der *Q&P*-Stähle orientiert sich an der chemischen Zusammensetzung von *TRIP*-Stählen. Der *C*-Gehalt hat einen großen Einfluss auf die finale Mikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften der Legierung. Typische *C*-Gehälter bewegen sich zwischen 0,15–0,3 m.% [6]. Mit steigendem *C*-Gehalt nimmt die Festigkeit des gebildeten Martensits aufgrund einer stärkeren Verspannung des Gitters zu. Gleichzeitig senkt *C* die Martensitstarttemperatur (M_s) und verändert die Struktur des Martensits. Bei niedrigen Gehältern kommt es zu der Bildung eines Lattenmartensits und bei erhöhten *C*-Gehalt entsteht Plattenmartensit. Des Weiteren nimmt die Restaustenitstabilität mit steigendem *C*-Gehalt zu. Daher kann mit einem höheren *C*-Gehalt auch potentiell mehr Austenit stabilisiert werden. Der *C*-Gehalt ist nach oben hin durch die Schweißbarkeit begrenzt [6,7]. Der zulegierte *C* soll während des gesamten Partitioningprozesses verfügbar sein. Deshalb hat die Unterdrückung der Karbidbildung bei *Q&P*-Stählen einen hohen Stellenwert. Die Bildung von Zementit (Fe_3C) kann mit Elementen wie *Si* und *Al* unterdrückt werden [6]. Obwohl der Effekt der beiden Elemente sehr ähnlich ist, wird vielfach auf *Al* verzichtet, da es die A_{c3} -Temperatur stark anhebt. In den meisten Fällen liegt der *Si*-Gehalt zwischen 1 – 2,5 m.% [8–10].

Ein weiteres Element, welches typischerweise bei *Q&P*-Stählen eingesetzt wird ist *Mn*.

Es hilft den vorhandenen Austenit zu stabilisieren und eine Umwandlung in Ferrit, Perlit oder Bainit zu verhindern. Mn hat auch einen verzögernden Einfluss auf die Bainitbildung. Des Weiteren hat Mn als γ -Stabilisator den Effekt M_s stark zu senken und somit die Härtebarkeit zu verbessern. Mn erhöht auch die Festigkeit aufgrund von Mischkristallverfestigung. Bei erhöhten Gehalten kann Mn in einer Bandstruktur seigern. Dies kann negative Einflüsse auf die Dehnung haben und sollte daher vermieden werden. Typische Mn -Gehälter liegen zwischen 1,5 – 3 m.% [5, 6, 11–13].

Nb ist ebenfalls in $Q\&P$ -Stählen zu finden, jedoch gibt es nur wenige wissenschaftliche Arbeiten, welche isoliert den Einfluss von Nb beschreiben. Durch die Zugabe von Nb wird ein feineres Gefüge erreicht, welches zu erhöhten Festigkeitswerten führt, ohne dabei Einbußen bei der Dehnung hinnehmen zu müssen [6, 9].

2.2.1 Grundlagen der Wärmebehandlung

In Abbildung 2.2 sind die beiden mögliche $Q\&P$ -Varianten (1-step und 2-step) mit einer vollständigen Austenitisierung dargestellt. Dabei wird der Stahl im ersten Schritt vollständig austenitisiert ($T > A_{c3}$) und danach auf eine Temperatur zwischen M_s und Martensitendtemperatur (M_f) abgeschreckt. Die dabei gewählte Temperatur ist entscheidend für das Verhältnis von Martensit (α') zu Austenit (γ) und heißt Quenchingtemperatur (T_q). Das Halten bei konstanter Temperatur nach dem Abschrecken wird Partitioning genannt und kann bei der Quenchingtemperatur (1-step) oder bei einer höheren Temperatur (2-step) stattfinden. Dabei können Partitioningtemperatur (T_p) und Partitioningzeit (t_p) an die Legierung und die vorhergehenden Prozessparameter angepasst werden. Beim Partitioning kommt es zur Kohlenstoffumverteilung vom übersättigten Martensit in den Austenit. Die Stabilisierung des Restaustenits ist ein entscheidender Punkt des $Q\&P$ -Konzeptes. Die Stabilität des Austenits steigt mit zunehmendem Kohlenstoffgehalt an und kann so durch die Umverteilung erhöht werden. Im letzten Schritt kommt es zur Abkühlung auf Raumtemperatur (RT), wobei unzureichend stabilisierter Restaustenit in sekundären Martensit (α'_{sek}) umklappt [1, 2, 6, 14].

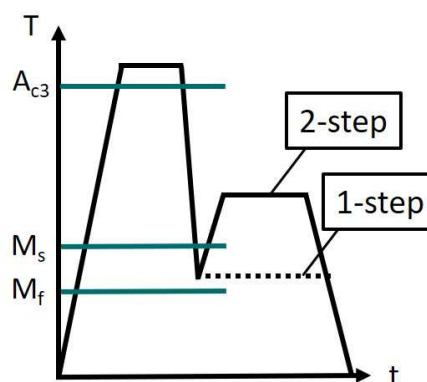


Abbildung 2.2: $Q\&P$ -Wärmebehandlungszyklus mit vollständiger Austenitisierung.

Die Grundlage für die Entwicklung der *Q&P*-Stähle wurde 2003 von Speer et al. [15] geschaffen. Beim vorgeschlagenen *constrained paraequilibrium*-Modell, später auch *constrained carbon equilibrium*-Modell genannt, wird vorausgesetzt, dass es aufgrund der niedrigen Temperatur zu keiner Diffusion von *Fe* oder substitutionellen Atomen kommt, was zu unbeweglichen Grenzflächen führt. Somit können nur kleine interstitiell gelöste Atome diffundieren. Dies ist der größte Unterschied zu Para- und Orthogleichgewichtsmodellen, welche eine Grenzflächenbewegung benötigen, um den Zustand minimaler freier Energie zu erreichen [15, 16]. Das *constrained paraequilibrium*-Modell kann neben dem binären auch Mehrphasensysteme beschreiben. Dabei werden zwei thermodynamische Eigenschaften vorausgesetzt. Erstens ist der Gleichgewichtszustand erreicht und somit die Kohlenstoffdiffusion abgeschlossen, sobald das chemische Potential von *C* im α' und im γ gleich groß ist. Zweitens muss die Anzahl an *Fe*-Atomen in beiden Phasen während der Annäherung an den Gleichgewichtszustand konstant bleiben. Somit beschreibt dieses den Endzustand der Kohlenstoffumverteilung zwischen einer unbeweglichen α'/γ Grenzfläche. Neben den beiden oben genannten Punkten wird davon ausgegangen, dass die Kohlenstoffumverteilung homogen im ganzen Werkstoff stattfindet und es keine konkurrierenden Reaktionen während dieser Umverteilung gibt. Zu den konkurrierenden Reaktionen zählen zum Beispiel Karbid- und Bainitbildung oder allgemein alle Mechanismen, die den Kohlenstoff während des Partitioningprozesses abbinden, sodass er für die Umverteilung nicht mehr zur Verfügung steht [13, 15, 17].

Unter Berücksichtigung dieser Annahmen kann mit Hilfe der Koistinen-Marburger-Gleichung [18] der Martensitanteil, welcher beim Abschrecken auf T_q gebildet wird, abgeschätzt werden:

$$f_m = 1 - e^{(-1,1 \times 10^{-2}(M_s - T_q))}, \quad (2.1)$$

wobei f_m der Phasenanteil an gebildetem Martensit ist. Der Vorfaktor $1,1 \times 10^{-2}$ wird als α bezeichnet. Die Berechnung von M_s erfolgt über folgende empirische Formel [19, 20]:

$$M_s(^{\circ}C) = 539 - 423(m.\%C) - 30,4(m.\%Mn) - 12,1(m.\%Cr) - 17,7(m.\%Ni) - 7,5(m.\%Mo) + 10,0(m.\%Co) - 7,5(m.\%Si). \quad (2.2)$$

Dadurch kann die optimale T_q , welche zum theoretisch größtmöglichen Anteil an Restaustenit führt, ermittelt werden. Eine solche Berechnung der Phasenanteile in Abhängigkeit von T_q ist exemplarisch in Abbildung 2.3a zu sehen. Mit steigender T_q nimmt der α'_{prim} Anteil (schwarze Linie) ab. Gegenläufig dazu erhöht sich der γ_{prim} Anteil (rote Linie). Diese Linien repräsentieren den Zustand nach dem Abschrecken auf T_q . Bei der Abkühlung auf Raumtemperatur kann es bei zu hohen T_q zur Umwandlung von γ_{prim} zu α'_{sek} (grüne Linie) kommen. Dies ist auf eine unzureichende Stabilisierung des Restaustenits zurückzuführen. Daraus ergibt sich für γ_{final} (blaue Linie) eine optimale T_q . Darunter

ist zu wenig Restaustenit vorhanden und darüber ist die Stabilisierung des vorhandenen Restaustenit unzureichend. Dieser Abfall ist bei dem finalen Restaustenitgehalt (blaue Linie) eindeutig zu sehen. In späterer Folge hat es Anpassungen dieser Modellberechnung gegeben, um getroffene Vereinfachungen zu berücksichtigen [21]. Bei der ursprünglichen Formel von Koistinen und Marburger [18] wurde α als konstanter Wert angegeben. Der durch die Anpassung des Vorfaktors an die chemische Zusammensetzung der Legierung erreichte Unterschied ist in Abbildung 2.3b zu sehen [20, 21]. Dabei wird die T_q bei der ein maximaler Restaustenitgehalt erreicht wird zu höheren Temperaturen verschoben.

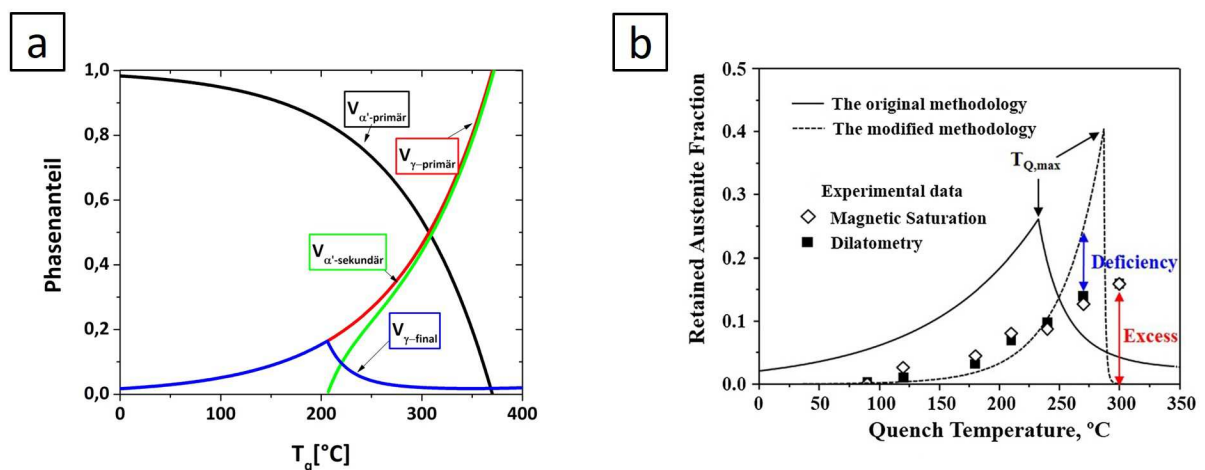


Abbildung 2.3: a) Exemplarische Berechnung der Phasenanteile über T_q und b) Anpassungen des Vorfaktors an die Legierungszusammensetzung [20].

2.2.2 Einfluss der Prozessparameter auf das Gefüge

Im ersten Schritt des $Q\&P$ -Prozesses wird der Stahl austenitisiert, das oberhalb der A_{c3} -Temperatur oder im interkritischen Bereich stattfinden kann. Bei zu hohen Temperaturen kommt es zu einer Vergrößerung des Austenitgefüges. Dies kann in weiterer Folge umwandlungsverzögernd wirken. Vorhandene Karbide werden in diesem Schritt aufgelöst um somit den ganzen Kohlenstoff für die anschließenden Schritte in Lösung zu bringen [6]. Beim namensgebenden *Quenching*-Schritt wird die Probe rasch auf eine Temperatur zwischen M_s und M_f abgekühlt. Die Kühlrate ist hierbei ein wichtiger Prozessparameter, weil man während des Abschreckens jegliche Bildung von Ferrit, Bainit und Perlit verhindern möchte. Die gewählte T_q hat einen großen Einfluss auf die sich einstellende Mikrostruktur. Bei einer Abschrecktemperatur knapp über M_f bildet sich in erster Linie Martensit und es bleibt nur ein geringer Anteil an Austenit im Gefüge zurück. Hat man beim Abschrecken einen geringen Anteil an Austenit eingestellt, so wird dieser beim anschließenden Partitioning mit ausreichend C versorgt, um seine M_s auf einen Wert unterhalb der Raumtemperatur zu senken und ihn so zu stabilisieren. Wird die T_q erhöht, nimmt der Austenitanteil im Gefüge zu. Dies führt sowohl zu einer höheren Gleichmaß- als auch Bruchdehnung.

Gegenläufig dazu verringert sich die Zugfestigkeit und vor allem die Dehngrenze ($R_{p0,2}$) mit steigender T_q [6, 22]. Es ist jedoch zu beachten, dass bei einer T_q knapp unterhalb von M_s beim Abschrecken nur wenig Martensit gebildet wird. Der vorhandene C reicht nicht aus, um den gesamten Austenit bis auf RT zu stabilisieren und es bildet sich während der Abkühlung auf RT sekundärer Martensit. Dieser stellt eine harte Phase in der sonst weicheren Matrix dar. Dadurch kommt es zu einer Dehnungslokalisierung in der direkten Umgebung von α'_{sek} , was eine niedrigere Dehngrenze und frühzeitiges Versagen zur Folge hat [6, 23].

Des Weiteren hat die T_q auch einen Einfluss auf die Feinheit des Gefüges. Bei Temperaturen knapp unterhalb von M_s erhält man ein gröberes Gefüge, während man durch Abkühlen auf tiefere Temperaturen einen fein verteilten Restaustenit und dünne Martensitlatten erhält [6, 24]. Zu den Auswirkungen der Haltezeit bei T_q wurden bislang noch keine Untersuchungen durchgeführt. Es wird angenommen, dass es bei längeren Haltezeiten (> 10 s) zu einem stärkeren Selbstanlassen des Martensits kommt. Dadurch kann es unter anderem zur vermehrten Ausscheidung von Übergangskarbiden und einem erniedrigten Restaustenitgehalt kommen [6, 13].

Das eingestellte Restaustenit/Martensitverhältnis ist der Ausgangspunkt für den anschließenden Partitioning-Schritt. Hierbei wird die Temperatur für eine gewisse Zeit auf einem konstanten Wert gehalten. Das Ziel dieses Schrittes ist es, den Kohlenstoff vom übersättigten Martensit durch Diffusion in den Austenit umzuverteilen und ihn so zu stabilisieren. Hierbei sollen alle Mechanismen, welche den Kohlenstoff abbinden oder die Diffusion in den Austenit behindern, unterdrückt werden. Dazu zählen vor allem die Bainit- und Karbidbildung, welche durch gezieltes Legieren oder eine abgestimmte Prozessführung verhindert werden. Die wichtigsten Einflussgrößen sind die Partitioningtemperatur T_p und die Partitioningzeit t_p . Zu Beginn des Partitioningprozesses ist die Kohlenstoffkonzentration in α' und γ gleich groß. Die typischen C -Gehalte der $Q\&P$ Legierungen von 0,15 – 0,3 m.% sind zu gering um die Umwandlung von Austenit bei kurzen t_p zu verhindern. Mit zunehmender Zeit diffundiert C in die γ -Gebiete und stabilisiert diese. Die Kohlenstoffkonzentration erhöht sich anfänglich an den grenzflächennahen Gebieten stärker als im Inneren der γ -Bereiche. Eine gleichmäßige Verteilung wird durch längere Zeiten erreicht. Ist ausreichend C im γ vorhanden, so sinkt M_s unter RT und es findet bei der anschließenden Abkühlung keine martensitische Umwandlung statt. Die Partitioningzeiten hierfür reichen von wenigen bis zu einig hundert Sekunden für unterschiedliche T_p und unterschiedliche α'/γ Verhältnisse [13, 25, 26]. Auch die Partitioningtemperatur hat einen großen Einfluss auf die sich ausbildende Mikrostruktur. Hohe T_p führen zu einer schnelleren Diffusion und somit einer raschen Stabilisierung von γ . Jedoch fördern hohe Temperaturen auch die Karbidbildung [6]. Deshalb sollte das Partitioning so kurz wie möglich und auch bei so niedrigen Temperaturen wie möglich stattfinden [6, 27, 28].

2.2.3 Einfluss der Prozessparameter auf die mechanischen Eigenschaften

Eine Erhöhung von t_p und T_p führt zu einem stärkeren Anlassen des Martensits und einer Erniedrigung der Zugfestigkeit. Die Dehngrenze steigt mit t_p an und die Dehnung geht in den meisten Fällen mit dem Gehalt und der Stabilität des Restaustenits einher. Jedoch treten bei längeren Zeiten oftmals konkurrierenden Reaktionen (Karbid- und Bainitbildung) auf, welche eine Abnahme des Restaustenitgehaltes und eine Verringerung der Dehnung bewirken [6, 13]. Des Weiteren führen höhere Partitioningtemperaturen auch zu einer höheren Bruch- und Gleichmaßdehnung. Dies kann neben der steigenden Restaustenitstabilität auch auf das Anlassen von α' zurückgeführt werden [6, 29, 30].

Neben den mechanischen Kennwerten ist auch das Umformverhalten der Stähle ein zentraler Punkt. Dabei ist für Bleche das Verfestigungsverhalten von essenzieller Bedeutung. Dieses kann mit der Ludwik-Gleichung beschrieben werden [31]:

$$k_f = A \varphi^n, \quad (2.3)$$

wobei k_f die Fließspannung, A eine werkstoffabhängige Konstante, φ die wahre Dehnung und n der Verfestigungsexponent ist. Oftmals wird auch der differentielle Verfestigungsexponent n_{diff} berechnet [31]:

$$n_{diff} = \frac{d(\ln \sigma_w)}{d(\ln \varphi_{pl})}, \quad (2.4)$$

wobei σ_w die wahre Spannung und φ_{pl} die wahre plastische Dehnung ist. In Abbildung 2.4 ist n_{diff} über φ_{pl} aufgetragen (rote Linie). Die schwarze Linie im Winkel von 45° stellt das Considère-Kriterium dar. Dieses besagt, dass für eine plastische Verformung ohne lokale Einschnürung die Festigkeit bei weiterer Verformung zunehmen muss. Im markierten Schnittpunkt wird bei diesem Verlauf die wahre Gleichmaßdehnung A_g erreicht und der Werkstoff beginnt einzuschnüren [31].

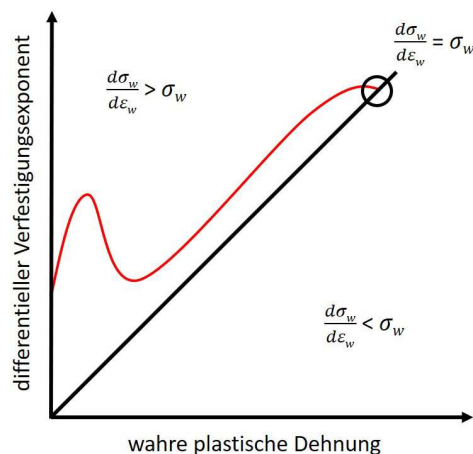


Abbildung 2.4: Exemplarische Verfestigungskurve eines Q&P-Stahls.

Der Verlauf der roten Linie gibt Auskunft über die Verfestigungsrate mit steigender Dehnung. *Q&P*-Stähle haben ein hohes Streckgrenzenverhältnis und damit auch einen niedrigen Verfestigungsexponenten bei niedrigen Dehnungen. Steigt die Dehnung an, beginnt sich der Restaustenit nach dem *TRIP*-Phänomen umzuwandeln und die Verfestigung nimmt zu. Damit können höhere Gleichmaßdehnungen erreicht werden bevor der Werkstoff einzuschnüren beginnt, da sich die Verformung in noch nicht umgewandelten Bereichen lokalisiert bis die ganze Probe umgewandelt ist. Zu Beginn der Umformung hat der niedrige Verfestigungsexponent den positiven Effekt einer geringeren Beanspruchung der Umformmaschinen. Der Anstieg des *n*-Werts bei höheren Dehnungen wirkt sich positiv auf die Tief- und Streckziehbarkeit aus [6, 7, 32–34].

2.2.4 Konkurrierende Mechanismen

Für die Stabilisierung des Restaustenits muss der *C* ungehindert von Martensit- in Austenitgebiete diffundieren können. Dafür müssen die sogenannte konkurrierenden Reaktionen (vom engl. *competing reactions*) durch eine geschickte Prozessführung oder Legierungselemente unterdrückt werden.

Die Karbidbildung ist hier ein zu berücksichtigender Faktor, da in Karbiden *C* abgebunden wird, welcher nicht mehr für die Stabilisierung von Austenit verfügbar ist. Um die Bildung von Zementit (Fe_3C) zu unterdrücken, ist *Si* ein geeignetes Legierungselement. Dies wird auf die sehr geringe Löslichkeit von *Si* in Zementit zurückgeführt. *Si* wird dafür in Gehalten von 1 – 2,5 m.% verwendet [8–10]. *Si* ist jedoch nicht in der Lage die Bildung des unerwünschten ϵ -Karbids zu unterdrücken. Dieses Übergangskarbid kann sich während des Quenching- oder des Partitioning-Schrittes bilden [6, 9, 10, 13, 26].

Neben der Karbidbildung kann es während des Partitionings auch zur Bainitbildung kommen, welche durch den beim Abschrecken gebildeten Martensit beschleunigt wird [13, 35]. Die Grenzflächen zwischen Austenit und Martensit können als Keimstellen für den Bainit fungieren. Im Gegensatz zur Martensitbildung verzögert ein erhöhter Gehalt an Kohlenstoff die Bainitbildung. Mit länger werdenden Partitioning-Zeiten steigt die *C*-Konzentration im Austenit an und die Bainitstarttemperatur sinkt. Erreicht diese einen Wert der kleiner ist als die Partitioning-Temperatur, so kommt die Bainitbildung zum Stoppen. Bainit ist somit ein häufiger, wenn auch nicht immer gewollter Bestandteil von *Q&P*-Mikrostrukturen, welcher vor allem bei hoher T_q auftritt. In Abbildung 2.5 ist das Ergebnis eines Dilatometerversuches dargestellt, bei welchem die zunehmende Längenänderung aufgrund einer möglichen Bainitbildung sichtbar ist [35].

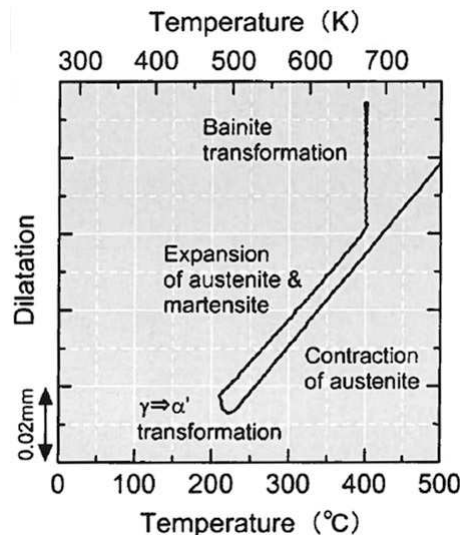


Abbildung 2.5: Dilatometerkurve einer $Q\&P$ -Legierung. Neben der martensitischen Umwandlung bei tiefen Temperaturen ist auch eine Bainitbildung beim Halten auf $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ sichtbar [35].

Bainitbildung ist beim $Q\&P$ -Prozess nicht vorgesehen, aber er kann auch einen Anteil zur Restaustenitstabilisierung beitragen. Bildet sich karbidfreier Bainit, so nimmt zwar der Anteil an Austenit ab, jedoch verdrängt der Bainit, welcher eine geringe C -Löslichkeit besitzt, den Kohlenstoff aus den gebildeten Nadeln und stabilisiert somit umliegende Austenitgebiete [5,23]. Neben der Bainit- und Karbidbildung kann es auch zu C -Clustern und C -Ansammlungen in unmittelbarer Nähe von Versetzungen kommen, welche ebenfalls den C an der Umverteilung hindern [17].

2.3 Restaustenit

2.3.1 Restaustenitstabilität

Restaustenit ist ein zentraler Bestandteil des $Q\&P$ -Gefüges. Neben dem Gehalt des Austenits ist auch die Stabilität von großer Bedeutung [6]. Die größten Einflussfaktoren auf die Stabilität sind der gelöste Kohlenstoffgehalt, die Morphologie und die Korngröße. Zu Beginn des Partitionings verteilt sich der Kohlenstoff des Martensits an die korngrenzen-nahen Bereiche und erst mit längeren Haltezeiten erreicht man eine homogene Verteilung des Kohlenstoffs im ganzen Austenitkorn [17,36]. In der Literatur findet man verschiedene Werte für die benötigte Kohlenstoffkonzentration, um das Umwandeln von γ zu α'_{sek} zu verhindern. Diese bewegen sich zwischen knapp unterhalb von 1 m.% bis zu 1,2 m.%, abhängig von den weiteren Legierungselementen [13, 25].

Neben der Kohlenstoffkonzentration des Austenits ist auch die umgebende Phase von großer Bedeutung. Laut Sun und Yu [4] gibt es drei verschiedene Morphologien, in denen der Restaustenit im Gefüge auftreten kann. Diese sind in Abbildung 2.6 dargestellt. Die erste Möglichkeit ist in kleinen Blöcken in der Martensitmatrix (Abbildung 2.6a). Des Weiteren kann er als dünner Film ($\approx 100\text{ nm}$) zwischen den Martensitlatten, wie in

Abbildung 2.6b oder zwischen den gebildeten Bainitnadeln, wie in Abbildung 2.6c auftreten, falls sich Bainit bildet. Bei den groben Restaustenitblöcken kann die Umwandlung in Martensit bereits bei 2 % Dehnung beginnen, während bei den filmähnlichen Strukturen erst bei über 12 % eine Umwandlung auftritt. Diese erhöhte Stabilität ist unabhängig von der Kohlenstoffkonzentration und ist auf die erhöhte Dehnungsbehinderung durch die Martensitlatten/Bainitnadeln zurückzuführen [4, 11].

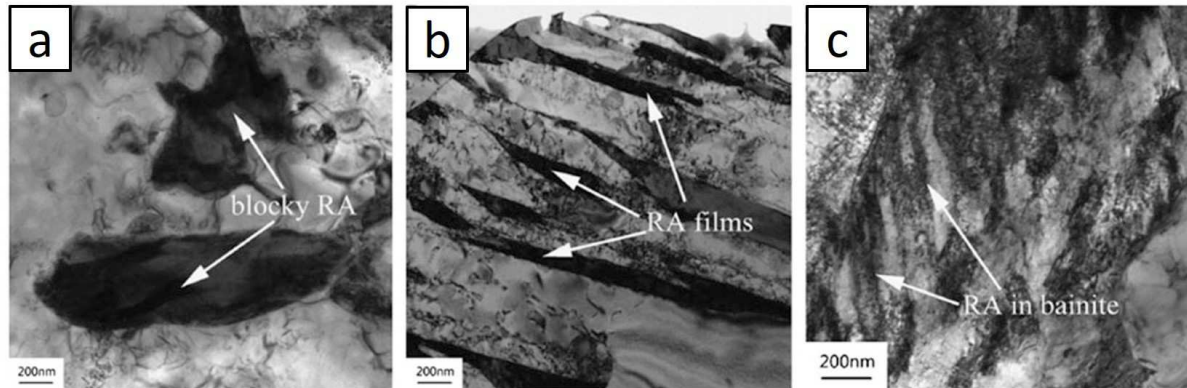


Abbildung 2.6: Restaustenitmorphologien in *Q&P*-Stählen: a) Blöcke in der Martensitmatrix, b) Dünne Filme zwischen den Martensitlatten, c) Dünne Filme zwischen den Bainitnadeln [4].

Ein weiterer bereits genannter Einflussfaktor ist die Korngröße. Eine optimale Korngröße wurde von Samek et al. [37] mit $0,01 - 1 \mu\text{m}$ angegeben. Kleinere Körner wandeln aufgrund ihrer hohen Stabilität nicht um, und größere Körner sind zu instabil um bei höheren Dehnungen noch einen positiven Effekt hervorzurufen [36, 38, 39].

2.3.2 Bestimmung des Phasenanteils mittels Röntgenbeugung

Die Bestimmung des Restaustenitsanteils kann mittels verschiedener Verfahren durchgeführt werden, wobei große Unterschiede in der Auflösungsgrenze, der Eindringtiefe und der Fehlergröße vorhanden sind [40]. Häufig verwendete Verfahren sind die Elektronenrückstreubeugung (*EBSD*, electron backscatter diffraction) [41], die Messung der magnetischen Sättigung [42], die Bestimmung mittels Mößbauerspektroskopie [40], die Analyse anhand metallographischer Schlitte [43] und mittels *XRD* [44]. Abgesehen von der Schlitfanalyse, bei welcher erst bei größeren Austenitmengen eine gültige Aussage getroffen werden kann, liegt die Auflösungsgrenze bei allen anderen genannten Verfahren bei ca. 2 vol.% Austenit [43, 45]. In dieser Arbeit wurde die Bestimmung des Restaustenitgehalts mittels Röntgenstrukturanalyse durchgeführt, weshalb diese im Folgenden näher beschrieben wird.

Die Grundlage für die Analyse der Kristallstruktur von Materialien ist hierbei die Röntgenbeugung. Die dafür benötigte Röntgenstrahlung wird in der Röntgenröhre erzeugt, wobei Elektronen von der Kathode emittiert und durch eine angelegte Spannung zur

Anode beschleunigt werden. An der Anode angekommen, werden die Elektronen abgebremst, das zu einem Bremspektrum führt. Teilweise wird die Energie auf Elektronen des Anodenmaterials übertragen. Dadurch werden Elektronen in eine höhere Schale angehoben. Beim Relaxieren wird Strahlung, welche charakteristisch für den Schalenübergang ist, frei. Mithilfe eines Monochromators wird die Strahlung anschließend auf eine Wellenlänge begrenzt. Trifft die Röntgenstrahlung in definierten strukturabhängigen Winkeln auf die Probenoberfläche, so kommt es zur Röntgenbeugung (Abbildung 2.7), wenn die Bragg'sche Reflexionsbedingung erfüllt ist:

$$n\lambda = 2d \sin(\theta) \quad (2.5)$$

n ($\in \mathbb{N}$) ... Beugungsordnung d ... Netzebenenabstand
 λ ... Wellenlänge der Röntgenstrahlung θ ... Beugungswinkel

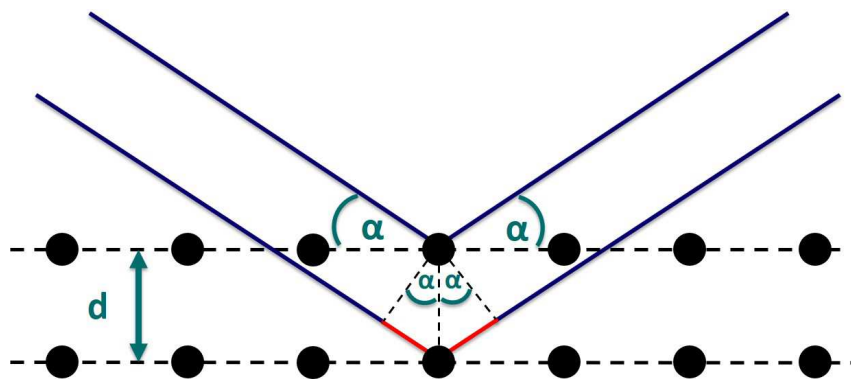


Abbildung 2.7: Schematische Skizze der Bragg'schen Reflexionsbedingung.

Ist der von der Strahlung zurückgelegte Weg im Kristall ein Vielfaches der verwendeten Wellenlänge kommt es zu konstruktiver Interferenz. Durch die unterschiedliche Anordnung der Atome in den kubischen Gittern von γ und α' wird die Reflexionsbedingung für die verschiedenen Netzebenen bei verschiedenen Winkeln erfüllt. Vergleicht man die Position der gemessenen Intensitäten mit den Winkeln von Berechnungen lassen sich die einzelnen Intensitätsmaxima den verschiedenen Phasen zuordnen. In Abbildung 2.8 ist ein charakteristisches Röntgenspektrum eines $Q\&P$ -Stahls dargestellt.

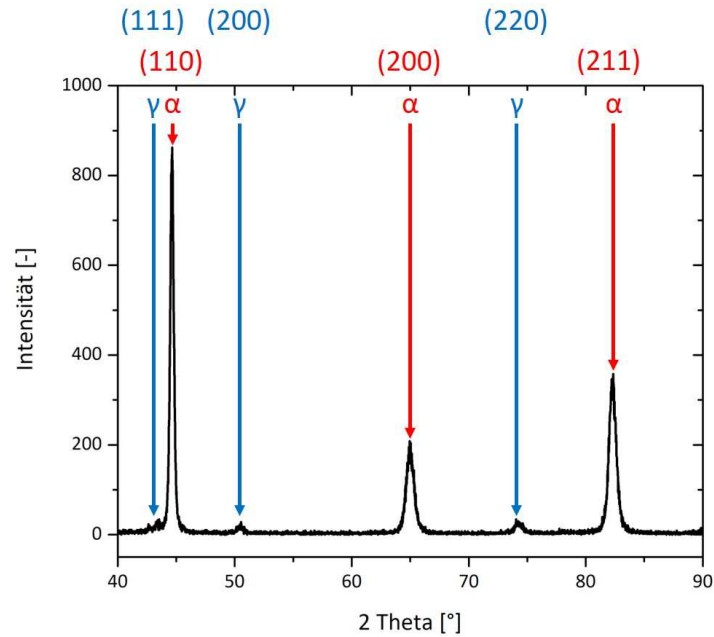


Abbildung 2.8: Beispielhaftes Röntgenspektrum eines *Q&P*-Stahls.

Aus diesem Spektrum kann der Volumenanteil der Phasen bestimmt werden, da dieser proportional zu der gemessenen Intensitätsverteilung ist. Um anhand dieser Daten einen konkreten Wert für den Martensit- und Austenitgehalt zu erhalten, gibt es verschiedene Auswertemethoden [40, 44].

2.3.3 Auswertemethoden

Ein sehr weit verbreitetes Modell zur Auswertung von Röntgenspektren ist die sogenannte Rietveld-Methode. Dabei wird ein Programm mit grundlegende Informationen (Korngröße, Gitterparameter, Raumgruppen, Texturen, etc.) zur Auswertung herangezogen. Des Weiteren kann man entscheiden, ob die eingegebenen Werte fix sind, oder während der Annäherung durch das Programm verfeinert werden sollen. Mit den gegebenen Einstellungen wird mit Hilfe von vorgegebenen Funktionskurven (z.B: Pseudo-Voigt, Pearson, etc.) versucht das Messergebnis anzunähern. Dabei wird über die Methode der kleinsten Quadrate der optimale Fit gesucht. Die vorgegebenen Daten sind essentiell für die optimale Annäherung, da das Programm alle Berechnungen autonom durchführt [44, 46]. Neben der Auswertung mittels Rietveld-Analyse gibt es auch die Auswertung nach ASTM E975 [47]. Bei diesem Verfahren wird die Fläche unter den Intensitätsmaxima integriert und mit einem Faktor ins Verhältnis gesetzt. In diesem Faktor wird die verwendete Strahlung, der Messaufbau und die Kristallstruktur berücksichtigt. In der Literatur wird dieser Wert auch oft als *R*-Wert bezeichnet. Die Abhängigkeit der Intensität vom *R*-Wert kann mit folgender Formel beschrieben werden:

$$I_i^{hkl} = \frac{K R_i^{hkl} V_i}{2\mu_m}, \quad (2.6)$$

wobei K für eine Konstante steht, welche nur von der Geometrie, der Strahlung und dem Messaufbau abhängig ist und somit unabhängig von der Kristallstruktur ist. V_i ist der Volumenanteil der Phase, μ_m der Absorptionskoeffizient des Gefüges und I die integrierte Intensität [46]. Da K und μ_m nur vom Messaufbau abhängig sind können sie gekürzt werden. Dadurch erhält man den Volumanteil einer Phase durch das in Verhältnis setzen der integrierten Intensitäten zu den dazugehörigen R-Werten:

$$V_A = \frac{\frac{1}{n_A} \sum_0^n (I_A^{hkl} / R_A^{hkl})}{\frac{1}{n_A} \sum_0^n (I_A^{hkl} / R_A^{hkl}) + \frac{1}{n_M} \sum_0^n (I_M^{hkl} / R_M^{hkl})}, \quad (2.7)$$

wobei A und M als Indizes für Austenit und Martensit stehen [46]. Diese Formel hat ihre Gültigkeit, solange im Gefüge keine weitere gemessene Phase (Karbide, etc.) vorhanden ist. Die Werte für I_A und I_M erhält man aus der XRD -Messung und die Faktoren R_A und R_M werden berechnet. Mit Formel 2.7 ist es möglich, mehrere Intensitätsmaxima miteinander zu vergleichen. Um eine genauere Aussage über den Volumenanteil zu erhalten, sollten größere Winkelbereiche gemessen werden. Für die Bestimmung des Restaustenitgehalts in Stählen ist ein Winkelbereich zwischen 40° und 90° typisch. In diesem Bereich sind jeweils drei γ und α' Peaks vorhanden [40, 46, 47]. Für Gleichung 2.7 muss man den R-Faktor von jeder Phase und jeder gemessenen Kristallebene bestimmen. Die Formel zur Berechnung der R-Faktoren (Gleichung 3.1) und eine exemplarische Berechnung ist in Kapitel 3.3.3 vorhanden.

2.4 Herstelltechnologie von AHSS

Die Herstellung hochfester Bleche für die Automobilindustrie wird oftmals aufgrund der hohen Anforderungen an die Prozessführung in kontinuierlichen Glühanlagen durchgeführt. In Abbildung 2.9 ist eine Prinzipskizze einer solchen Anlage abgebildet.

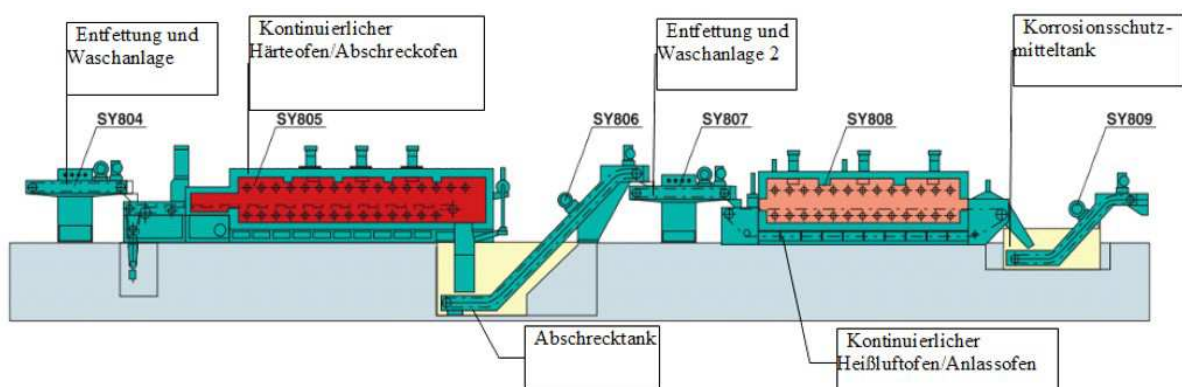


Abbildung 2.9: Prinzipskizze einer kontinuierlichen Glühanlage [48].

In dieser Anlage wird das Stahlband zuerst gereinigt und danach im ersten Ofenbereich

aufgeheizt. Anschließend wird das Band in einem Kühlmedium (Wasser, Flüssigmetall) abgeschreckt. Da es bei den schnellen Temperaturänderungen zu Verzug kommen kann, ist anschließend an den Abschrecktank oftmals eine Gleichrichtereinheit verbaut. Nach einem zweiten Reinigungsschritt fährt das Band durch eine Auslagerungszone. Am Ende der zweiten Ofenzone kommt es zum Abkühlen auf Raumtemperatur. Im Anschluss kann das Band noch verzinkt werden, bevor es zu Stahlbändern aufgewickelt wird [48].

Einen anderen Ansatz der Abschreckvorrichtung beschreibt die *HyCAL*-Anlage. Der Name *HyCAL* steht für *Hydrogen Continuous Annealing Line*. Bei dieser Anlage wird das Blechband ebenfalls kontinuierlich wärmebehandelt. Die Besonderheit und das Herzstück dieser Anlage ist die Abschreckvorrichtung, welche mit gasförmigen Wasserstoff funktioniert. Hierfür wird das Gas hochverdichtet auf das glühende Band geblasen. Dabei können Abkühlgeschwindigkeiten von bis zu 200 °C/s erreicht werden. Da Wasserstoff mit Sauerstoff ein leicht explosives Gemisch bilden kann, wird die gesamte Prozessführung unter einer Wasserstoffatmosphäre durchgeführt. Die Anlage ist zusätzlich mit Wasserstoffsensoren bestückt, welche im Falle eines Lecks oder Pumpenausfalls sofort Alarm melden. Für die Erwärmung werden beheizte Strahlrohre und eine konvektive Wärmeübertragung verwendet. In Abbildung 2.10 ist die *HyCAL*-Anlage mit Jet-Kühler, Gleichrichtereinheit und Auslagerungszone zu sehen [49].



Abbildung 2.10: *HyCAL*-Anlage mit Jet-Kühler, Gleichrichtereinheit und Auslagerungszone [49].

3 Experimentelles

3.1 Material

Für diese Arbeit wurden kaltgewalzte Stahlbleche im ferritisch-perlitischen Zustand verwendet. Dabei wurden zwei Legierungen mit jeweils unterschiedlichen Dicken aber sonst identischen Abmessungen ($30 \times 450 \text{ mm}^2$) verwendet. Legierung A hat eine Dicke von 1 mm und Legierung B eine Dicke von 1,2 mm. Die chemische Zusammensetzung ist in Tabelle 3.1 angeführt.

Tabelle 3.1: Chemische Zusammensetzung der verwendeten Legierungen in Massenprozent (m.%).

Element	C	Si	Mn	Cr	Al	Nb
Legierung A	0,17	1,0	2,40	0,12	0,15	-
Legierung B	0,20	1,5	2,40	-	-	0,025

Die M_s beider Legierungen wurde mittels Dilatometrie bestimmt. Während Legierung A eine M_s von 396 °C besitzt, liegt die M_s der Legierung B bei 379 °C.

3.2 Wärmebehandlung

3.2.1 Aufbau der Versuchsanlage

Der für diese Arbeit verwendete Simulator hat die Bezeichnung *SimCAL*. Übersetzt steht diese Abkürzung für *Simulator für kontinuierliche Glühzyklen*. Diese Anlage kann metallische Bänder von mehreren mm Dicke und bis zu 30 mm Breite gezielt glühen und abkühlen. Der Simulator kann jeden beliebigen Wärmebehandlungszyklus der *HyCAL*-Anlage reproduzieren, jedoch verwendet er für die Prozessführung andere Heiz- und Kühlelemente. Im Gegensatz zur Beheizung mittels Strahlrohren in der großtechnischen Anlage wird die Probe im *SimCAL* mittels Widerstandserwärmung auf Temperatur gebracht. Da die Proben bei dieser Erwärmungsart um ein Vielfaches schneller aufgeheizt werden, muss beim Simulator die Leistung reguliert werden, um vergleichbare Aufheizraten generieren zu können. Ein weiterer Unterschied liegt in der Abkühlvorrichtung. Aufgrund von Sicherheitsbestimmungen wird auf Wasserstoff verzichtet und stattdessen Helium verwendet, mit welchem vergleichbare Kühlleistungen erzielt werden können. Um die Oxidation der Bleche im Simulator zu verhindern, findet der gesamte Prozess unter Stickstoffatmosphäre statt. Da die Auswirkungen der oben genannten Unterschiede durch geschicktes Einstellen

des Simulators ausgeglichen werden können, kann man Versuche auf dem Simulator bis zu einem gewissen Grad sehr gut mit denen der *HyCAL*-Anlage vergleichen. Das dadurch entwickelte Know-How ermöglicht es, viel Versuchszeit und Kosten einzusparen [49, 50].

Die Wärmebehandlungen wurden im *SimCAL* unter Stickstoffatmosphäre durchgeführt (Abbildung 3.1). Bei diesem Simulator werden die Stahlbleche zwischen zwei Kupferbacken (Position b4) eingespannt. Ein Spannzylinder (Position b2) bringt eine Spannung von 0,3 MPa auf, um ein mögliches Durchbiegen der Probe während der Wärmebehandlung zu verhindern. Nach dem Einspannen wird die Versuchsanlage mit einer Kuppel (Position a3) gasdicht verschlossen. Ein aktiver Spülvorgang mit Stickstoff bewirkt ein Entweichen des Sauerstoffs aus der Kammer. Dies soll vor allem einer Oxidation der Probe während der Wärmebehandlung entgegenwirken. Nach dem Fluten bleibt die Spülung mit Stickstoff (Position b1) während der ganzen Wärmebehandlung mit kleinem Durchsatz aktiv.

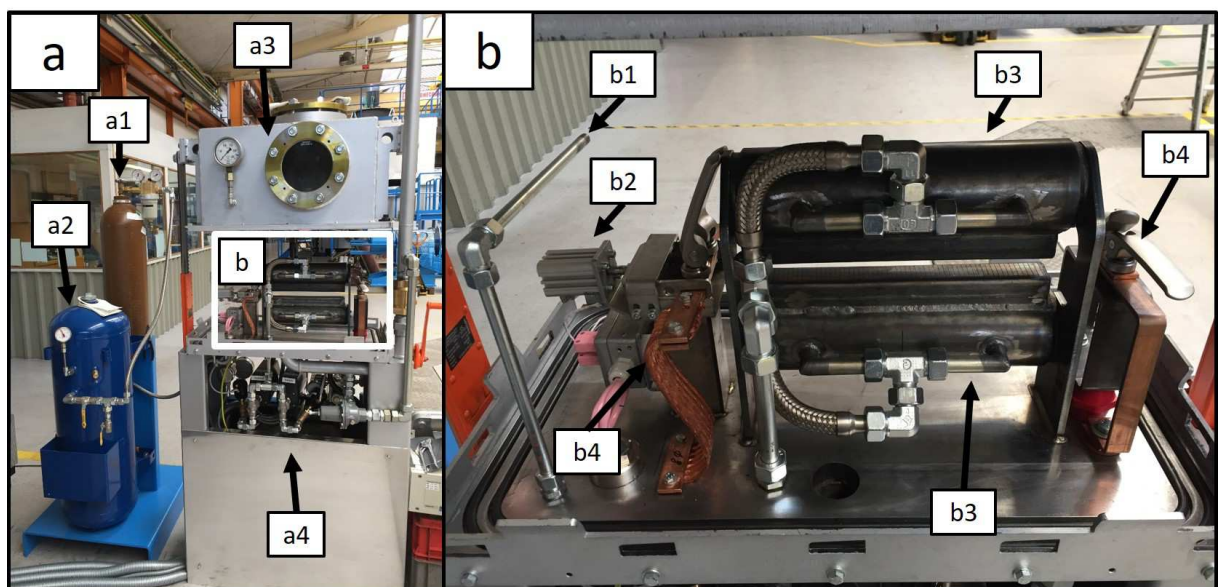


Abbildung 3.1: Wärmebehandlungssimulator (*SimCAL*) mit externem Gastank (a1: wechselbare Gasflasche, a2: Puffertank, a3: Kuppel, a4: Regelungselemente, b1: Stickstoffspülung, b2: Spannzylinder, b3: Gehäuse, b4: Kupferbacken).

Ist der Sauerstoff aus der Kammer verdrängt, werden die Proben mittels Widerstandserwärmung über die Kupferbacken erwärmt. Die dafür notwendige Regelung wird mittels angepunktetem Thermoelement und einer Regelungssoftware umgesetzt. Um die Regelung auch auf den Strom umzulegen, kommt ein Thyristor zum Einsatz.

Beim Abschrecken wird die leistungsstarke Jet-Kühlung des Simulators aktiv. Wie bereits erwähnt, wird aufgrund von Sicherheitsbestimmungen und Erfahrungswerten für die Versuche am Simulator Wasserstoff durch Helium ersetzt. Bei der aktiven schnellen Kühlung kommt Helium aus einem Puffertank (Position a2), welcher mit einer wechselbaren Gasflasche (Position a1) versorgt wird. Der Druck im Tank wird konstant auf 10 bar gehalten. Der Gasstrom führt vom Puffer über Regelungselemente (Position a4) in ein Gehäuse

(Position b3), in dem es zu einer gleichmäßigen Verteilung des Wasserstoffs durch Schlitze kommt, bevor er auf die Probe auftrifft und diese kühlt. Für die in Tabelle 3.2 angeführten Wärmebehandlungen gab es Vorversuche zur Überprüfung der Gleichmäßigkeit der Wärmeverteilung. Hierfür wurde über die 450 mm lange Probe in verschiedenen Abständen von den Spannbacken Thermoelemente aufgebracht. Für spätere Versuche wurde nur mehr ein Regelthermoelement angepunktet. Die Position wurde hierbei bewusst außerhalb des geprüften Bereichs gewählt um mögliche Oberflächeneinflüsse (Kerben, Wärmeeinbringung, etc.) zu vermeiden.

3.2.2 Prozessparameter

Die durchgeführten $Q&P$ Zyklen sind in Abbildung 3.2 ersichtlich und mit der zugehörigen Kurzbezeichnung in Tabelle 3.2 aufgelistet. Die durchgeführten Wärmebehandlungen begannen mit einer Austenitisierung bei einer Temperatur von 900 °C für 10 s . Die Aufheizrate hatte einen durchschnittlichen Wert von $5 - 7\text{ °C/s}$. Der anschließende Abschreckvorgang erfolgte durch eine Jet-Kühlung mit einer Kühlrate von mindestens 200 °C/s . T_q wurde zwischen 220 °C und 360 °C variiert. Nach Erreichen von T_q wurde sofort mit dem Aufheizen begonnen. Dies geschah mit einer durchschnittlichen Heizrate von $6 - 7\text{ °C/s}$ bis zu T_p , welche 400 °C oder 460 °C bei den verschiedenen Zyklen betrug. Die Partitioningzeit wurde zwischen 30 s und 100 s variiert. Die darauffolgende Abkühlung auf Raumtemperatur erfolgte mit einer Kühlrate von durchschnittlich $6 - 7\text{ °C/s}$.

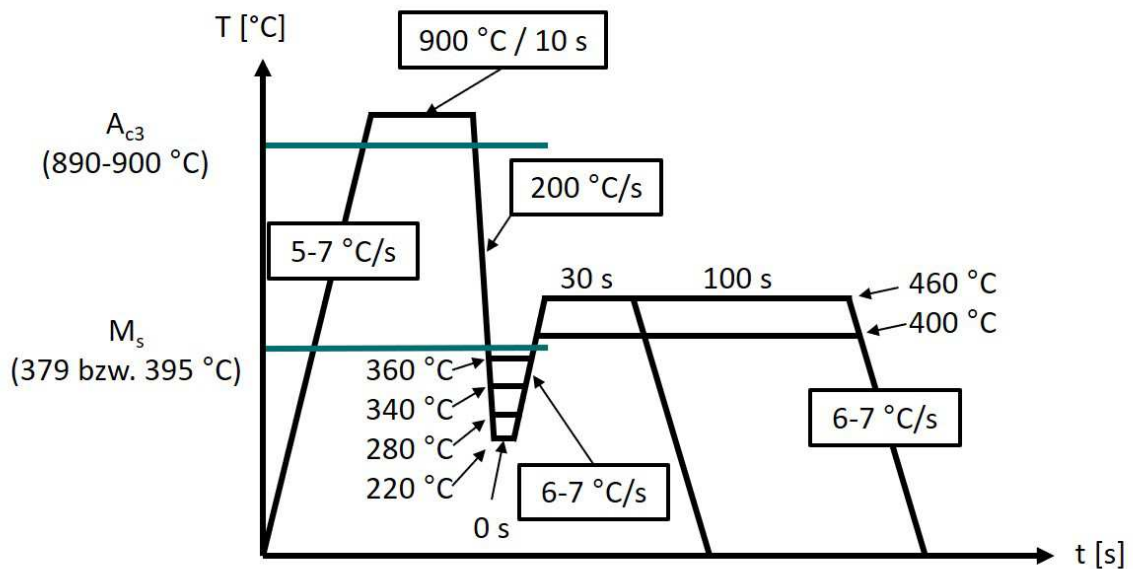


Abbildung 3.2: Übersicht der durchgeführten Wärmebehandlungszyklen.

Tabelle 3.2: Verwendete Bezeichnungen der Wärmebehandlungen.

Bezeichnung	T_q	T_p	t_p		Bezeichnung	T_q	T_p	t_p
	[°C]	[°C]	[s]			[°C]	[°C]	[s]
220_400	220	400	30		340_400	340	400	30
220_400L	220	400	100		340_400L	340	400	100
220_460	220	460	30		340_460	340	460	30
220_460L	220	460	100		340_460L	340	460	100
280_400	280	400	30		360_400	360	400	30
280_400L	280	400	100		360_400L	360	400	100
280_460	280	460	30		360_460	360	460	30
280_460L	280	460	100		360_460L	360	460	100

Von jedem in der Tabelle angeführten Wärmebehandlungszyklus wurden drei Proben hergestellt, wovon jeweils zwei Proben mittels Zugprüfung getestet wurden und eine für Mikrostrukturuntersuchungen verwendet wurde. Bei den Zugfestigkeitswerten wurde jeweils der Mittelwert aus beiden Zugversuchen verwendet.

3.3 Mikrostrukturuntersuchung und mechanische Charakterisierung

3.3.1 Härteprüfung

Eine Qness Q30M Prüfmaschine wurde für die Härtemessungen der Blechproben verwendet. Für jede Wärmebehandlung wurde über die Probe für die Mikrostrukturuntersuchungen ein HV10 Härteverlauf nach dem Muster in Abbildung 3.3 erstellt. Die Härteprüfung über die Probenlänge dient als Überprüfung der Gleichmäßigkeit der Wärmebehandlungen und wurde nur auf jenen Proben durchgeführt, welche nicht mittels Zugprüfung getestet wurden.

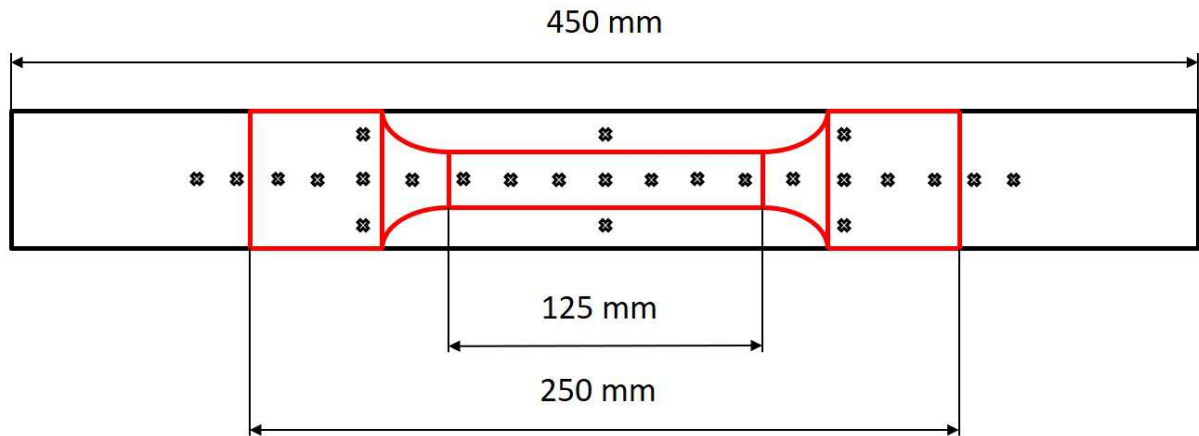


Abbildung 3.3: Geometrie der wärmebehandelten Proben mit den Positionen der Härtemessungen. In rot ist die Position der anschließend herausgetrennten Zugversuchsproben markiert, auf welchen keine Härtemessungen durchgeführt wurden.

Die Härtemessungen der Dilatometerproben wurden auf einer Emco M4C 025 G3M durchgeführt. Dafür wurden die Dilatometerproben in das Einbettmittel Polyfast der Firma Struers eingebettet, geschliffen und bis auf $1 \mu\text{m}$ poliert.

3.3.2 Zugversuch

Die Zugversuchsproben wurden aus der Mitte der wärmebehandelten Proben herausgetrennt (rote Kontur in Abbildung 3.3). Die Flachzugproben entsprechen *F01*-Normproben mit einer Messlänge von 80 mm (A_{80}) nach DIN EN ISO 6891-1 [51]. Die Zugprüfung wurde auf einer Messphysik Beta100 Prüfmaschine der Firma Messphysik durchgeführt.

3.3.3 Röntgendiffraktometrie

Für die Restaustenitbestimmung wurde ein Diffraktometer AXS D8 Advance der Firma Bruker verwendet. Hierfür wurden aus den Stahlblechen Proben mit den Abmessungen $10 \times 20 \text{ mm}^2$ herausgetrennt und auf $1 \mu\text{m}$ poliert, bevor sie gemessen wurden. Dabei wurde $\text{Cu } K_{\alpha}$ -Strahlung mit einer Wellenlänge von $1,54178 \text{ \AA}$ verwendet, um die Proben unter Verwendung einer Parallelstrahl-optik zu messen. Für die Auswertung wurden die Spektren mittels Rietveld-Methode analysiert. Dabei kam das Programm Topas (Version 3) der Firma Bruker zum Einsatz. Des Weiteren wurde eine R-Faktorberechnung, wie in Kapitel 2.3.3 beschrieben, durchgeführt. Berechnet werden die R-Faktoren mittels folgender Gleichung [46]:

$$R_i^{hkl} = \frac{1}{v^2} [|FF| \ p \ LP \ e^{-2M}], \quad (3.1)$$

wobei v das Volumen der Einheitszelle, $|FF|$ der Strukturfaktor multipliziert mit seinem komplex konjugierten Wert, p der Multiplikationsfaktor für die hkl Reflektion, LP der Lorentz-Polarisationsfaktor und e^{-2M} der Temperatur- oder Debye-Waller-Faktor ist.

Für die Berechnung des Restaustenitgehalts ist eine Vielzahl dieser Faktoren für gebräuchliche Strahlungsquellen in Tabellen notiert [46, 52].

Als Beispiel soll hier für den (200) Reflex des Austenits alle Faktoren der Gleichung 3.1 berechnet werden (Tabellenwerte sind aus [52] entnommen). $\frac{1}{v^2}$: Das Volumen der Einheitszelle berechnet sich mit $v = a^3$, wobei a der Gitterparameter ist und auf den Kohlenstoffgehalt angepasst wird ($a = 3,555 + 0,044 \times \text{m.}\% \text{ C}$). Bei einem Kohlenstoffgehalt von 0,2 m.% ergibt sich ein Gitterparameter von $a = 3,555 + 0,044 \times 0,2 = 3,56 \text{ \AA}$ und ein Volumen von $v = 3,5638^3 \text{ \AA}^3 = 45,26 \text{ \AA}^3$. Eins durch den quadrierten Wert ergibt $\frac{1}{v^2} = 4,88 \times 10^{-4} [\text{\AA}^{-6}]$.

$|FF|$: Für den Strukturfaktor benötigt man die Formel $|FF| = [E(|f| - \Delta f)]^2$, wobei E die Anzahl der Atome per Einheitszelle, $|f|$ der atomare Streufaktor der Legierungselemente und Δf ein Korrekturfaktor für anormale Streuung ist. Die atomaren Streufaktoren sind in [52] tabelliert. Die verwendete $Cu K_\alpha$ -Strahlung hat eine Wellenlänge von $\lambda = 1,54178 \times 10^{-10} \text{ m}$ und einen Δf Wert von 1,5. Der gewählte Peak tritt bei einem 2θ -Winkel von $50,8^\circ$ auf. Dies führt zu einem $\frac{\sin\theta}{\lambda}$ -Wert von 0,278. Die interpolierten Werte werden auf ihren Anteil in der Legierung normiert und man erhält einen gewichteten Strukturfaktor indem man $f' = (|f| - \Delta f) * \frac{\text{m.}\%}{100}$ berechnet und die Summe aus allen Werten bildet (Tabelle 3.3).

Tabelle 3.3: Strukturfaktorberechnung für den (200) Austenitreflex.

$\frac{\sin(\theta)}{\lambda}$	0,2	0,3	0,278	Anteil	f'
	tabelliert	tabelliert	interpoliert	[m.%]	gewichtet
Fe	18,9	15,6	16,3	95,98	14,23
C	3,0	2,2	2,4	0,02	0,002
Si	9,4	8,2	8,5	1,40	0,097
Mn	18,2	14,9	15,6	2,40	0,339
Nb	31,7	26,8	27,9	0,02	0,005
				f'(Summe)	14,674

Die Einheitszelle des kubisch flächenzentrierten Gitters des Austenits enthält vier Atome und somit berechnet sich der Strukturfaktor mit $|FF| = [4 \times 14,674]^2 = 3458,75$.

p : Der Multiplikationsfaktor ist abhängig von der Anzahl der mehrfachen Reflexionen einer Ebene und ist auch im Anhang von [52] tabelliert. Für die gewählte Ebene ist $p = 6$.

LP : Der Lorentz-Polarisationsfaktor wird mit der Formel $LP = \frac{1 + \cos^2(2\theta)}{\sin^2(\theta) \times \cos(\theta)}$ berechnet. Mit $2\theta = 50,8^\circ$ erhält man einen LP-Faktor von 8,42.

e^{-2M} : Der Debye-Waller- oder Temperaturfaktor berücksichtigt die Abnahme der gebeugten Intensität aufgrund von thermischen Vibrationen der Atome. M ist dabei von

dem Verhältnis des Winkels zur Wellenlänge und einem tabellierten Faktor abhängig. Für M wird folgende Formel verwendet $M = B(\frac{\sin(\theta)}{\lambda})^2$, wobei in diesem Fall B aus [53] verwendet wurde und 0,37 ist. Damit kommt man auf einen M -Wert von 0,0286 und einen Debye-Wallerfaktor von 0,944.

Eingesetzt in Gleichung 3.1 erhält man für den R-Faktor des (200) γ -Reflexes einen Wert von 80,37. Eine Auflistung aller R-Faktoren ist in Tabelle 3.4 ersichtlich. Dabei wurden die γ und α' Reflexe zwischen 40 ° und 90 ° verwendet.

Tabelle 3.4: Berechnete R-Faktoren der Legierungen für Intensitäten zwischen 40 ° und 90 °.

2θ	Phase	(h k l)	R-Wert	R-Wert
[°]			Legierung A	Legierung B
43,6	Austenit	(1 1 1)	181,32	180,59
44,6	Martensit	(1 1 0)	251,94	250,92
50,8	Austenit	(2 0 0)	80,69	80,37
65	Martensit	(2 0 0)	34,47	34,33
74,6	Austenit	(2 2 0)	43,53	43,36
82,2	Martensit	(2 1 1)	65,26	65,0

Die zur Restaustenitbestimmung mittels R -Faktoren benötigten Intensitäten wurden im Programm Origin 2016 des Herstellers OriginLAB errechnet.

3.3.4 Dilatometrie

Neben den in Tabelle 3.2 angeführten Wärmebehandlungen wurden Dilatometerversuche durchgeführt, um weitere Partitioningvarianten zu testen. Dabei wurde eine weitere T_p von 430 °C/s für eine t_p von 30 s, 100 s und 300 s untersucht. Des Weiteren wurde die längere t_p von 300 s auch für die bisher verwendeten T_p von 400 °C und 460 °C getestet. Dafür wurden auf einem Dilatometer DIL 805A von TA Instruments Flachproben der Dimensionen $10 \times 3 \text{ mm}^2$ wärmebehandelt, wobei die Dicke der Proben für Legierung A 1 mm und für Legierung B 1,2 mm betrug. Dabei wurde ein Typ K -Thermoelement als Regelthermoelement aufgepunktet. Die verwendeten Quarzstempel hatten einen Durchmesser von 3 mm. Für die Dilatometerproben konnte aufgrund der Probengröße kein Zugversuch durchgeführt werden. Deshalb wurden Härtemessungen durchgeführt, wie in Kapitel 3.3.1 beschrieben.

3.3.5 Rasterelektronenmikroskopie

Für die rasterelektronenmikroskopischen (REM)-Aufnahmen wurde ein EVO 50 der Firma Zeiss verwendet. Die Probenpräparation für die Untersuchung der Mikrostruktur umfasste einen Schleif- und Polierprozess bis zu einer Körnung von 1 μm . Anschließend wurde

mit 3 % Nital für 2 s geätzt. Für die Aufnahmen wurde Sekundärelektronenkontraste bei einer Beschleunigungsspannung von 15 kV verwendet.

4 Ergebnisse

4.1 Gleichmäßigkeit der Wärmebehandlung

In Abbildung 4.1a ist ein $Q&P$ -Zyklus dargestellt. Punkte, an denen Temperaturen verglichen wurden, sind mit den Positionen 1 bis 3 beschriftet. In Abbildung 4.1b sieht man in schwarz die für die Versuche verwendeten Blechproben, wobei die rote Kontur die später herausgearbeitete Zugprobe kennzeichnet. Farbige Markierungen bezeichnen die Positionen der Thermoelemente.

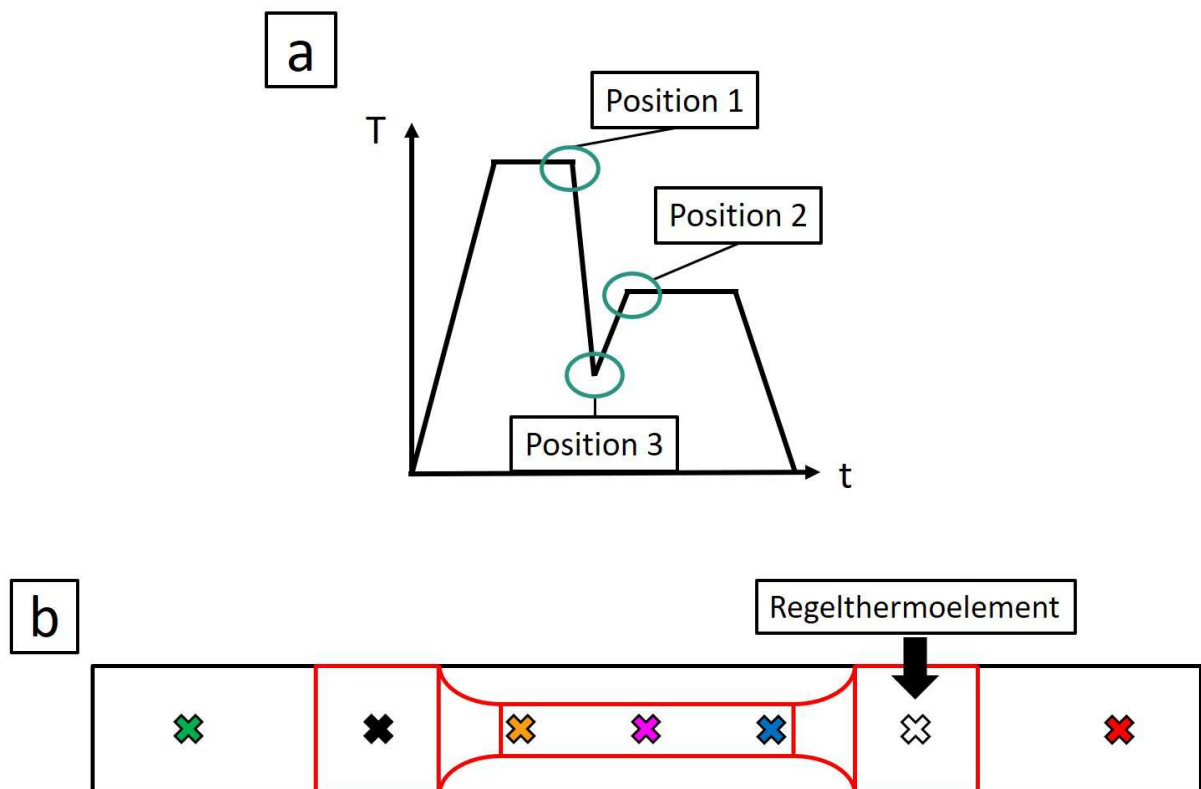









Abbildung 4.1: a) Punkte der Temperaturvergleiche, b) Anordnung der Thermoelemente bei den durchgeführten Versuchen zur Feststellung der Temperaturverteilung.

In Tabelle 4.1 sind die Abweichungen in $^{\circ}\text{C}$ an den verschiedenen Positionen angegeben. Das Regelthermoelement wurde hierfür als Referenz verwendet.

Tabelle 4.1: Temperaturabweichungen an den verschiedenen Punkten.

							
Position 1 [°C]	-50	< 10	< 10	< 10	< 10	0	-40
Position 2 [°C]	-30	-15	< 10	< 10	< 10	0	-35
Position 3 [°C]	+20	< 10	< 10	< 10	< 10	0	< 10

Die grüne und rote Markierung sind in unmittelbarer Nähe zu den Einspannungen des Simulators. Da sie außerhalb des geprüften Bereiches liegen, wurde die dort auftretende größere Temperaturabweichung von bis zu 50 °C als nicht relevant für die mechanische Prüfung erachtet. Bei den fünf mittleren Messpunkten blieben die Abweichungen, bis auf eine Ausnahme, immer unterhalb von 10 °C.

Um den Einfluss der inhomogenen Temperaturverteilung beurteilen zu können, wurden Härteverläufe über die wärmebehandelten Proben, die nicht für die mechanische Prüfung vorgesehen waren, erstellt. Hierbei wurde das Muster aus Abbildung 3.3 verwendet. In Abbildung 4.2 sieht man die durchschnittlichen Härtewerte der verschiedenen Wärmebehandlungen, wobei nur jene Messungen verwendet wurden, die laut Abbildung 3.3 im Bereich der Zugprobe liegen. Maximale Abweichungen von ± 12 HV10 wurden über die Probenlänge gemessen und lassen darauf schließen, dass eine akzeptable Abweichung erreicht wurde.

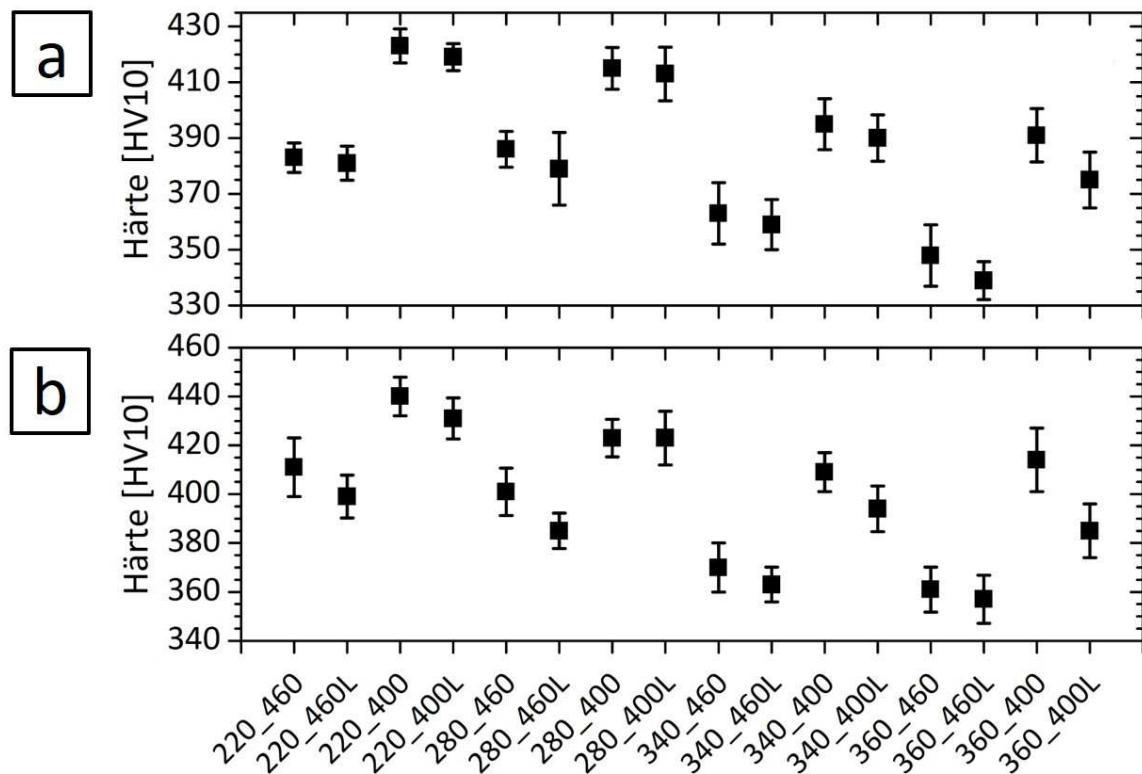


Abbildung 4.2: Ergebnisse der Härtemessungen über die Probenlänge für a) Legierung A und b) Legierung B.

Neben der Gleichmäßigkeit der Temperatur lassen sich anhand der Härtemessungen auch erste Aussagen über den Einfluss der Prozessparameter treffen. Dabei fällt auf, dass im Generellen die Legierung B bei gleicher Wärmebehandlung höhere Härtewerte erzielt. Die Härtewerte liegen für Legierung A zwischen 339 – 423 HV10 und für Legierung B zwischen 358 – 441 HV10. Bei beiden Legierungen fallen die Härtewerte mit steigender T_p ab.

4.2 Mechanische Kennwerte

In Tabelle 4.2 sind die minimalen und maximalen Kennwerte der Zugversuche aller wärmebehandelten Proben für beide Legierungen ersichtlich. Diese sollen als anfänglicher Überblick dienen und werden im Verlauf dieses Kapitels noch näher beschrieben. Eine Tabelle aller mechanischen Kennwerte ist im Anhang in Tabelle A.1 und A.2 zu finden.

Tabelle 4.2: Minimal und maximal erreichte mechanische Kennwerte beider Legierungen.

	A_g	A_{80}	$R_{p0,2}$	R_m	Z
	[%]	[%]	[MPa]	[MPa]	[%]
Legierung A	2,5 - 8,8	4,5 - 12,2	708 - 1178	1118 - 1324	68 - 77
Legierung B	2,3 - 9,3	3,9 - 12,2	695 - 1243	1203 - 1386	62 - 74

In Abbildung 4.3 sind exemplarisch einige technische Spannungs-Dehnungskurven verschieden wärmebehandelter Proben der Legierung A dargestellt. Dabei wird T_q bei konstanten Partitioningparametern variiert. Mit ansteigender T_q nimmt die Festigkeit stetig ab. Gleichzeitig verhält sich die Dehnung gegenläufig. Niedrigere T_p (Abbildung 4.3a) führen bei gleicher T_q zu höheren Festigkeiten. Die Abnahme der Festigkeit und die Zunahme der Dehnung mit steigender T_p und T_q ist für beide Legierungen zu beobachten (Legierung B im Anhang: Abbildung A.1). Eine genauere Betrachtung der mechanischen Kennwerte und deren Abhängigkeit von den Prozessparametern folgt im Verlauf dieses Kapitels.

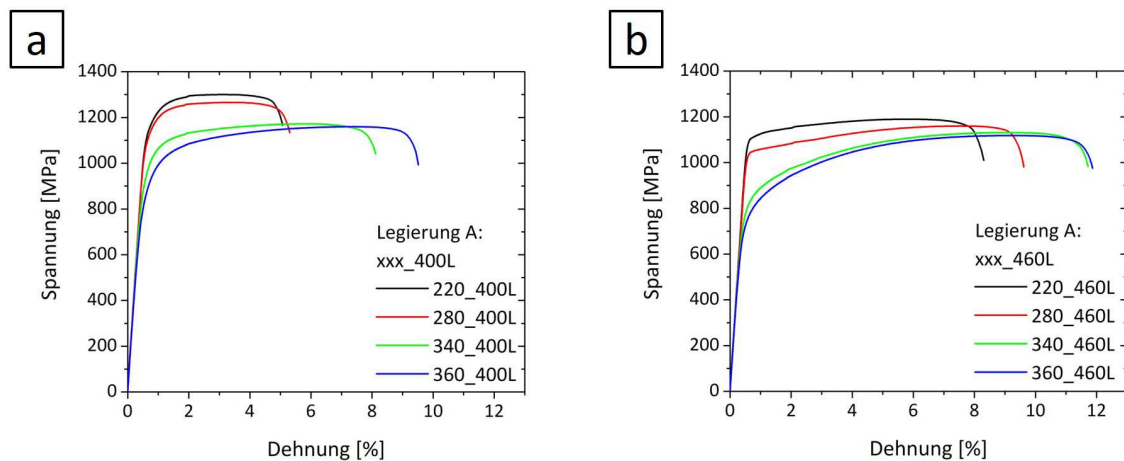


Abbildung 4.3: Beispielhafte technische Spannungs-Dehnungskurven der Legierung A bei verschiedenen T_q und konstanten Partitioningparametern: a) 400 °C und 100 s, b) 460 °C und 100 s.

Die Abbildung 4.4 zeigt den differentiellen Verfestigungsexponenten über die wahre plastische Dehnung. Die Unregelmäßigkeit bei 1 % wahrer plastischer Dehnung ist auf die Änderung der Dehnratengeschwindigkeit während des Zugversuchs zurückzuführen. In Abbildung 4.4a ist die Abhängigkeit des n_{diff} von den Partitioningparametern bei gleicher T_q abgebildet. Im Bereich geringer Dehnungen verhalten sich die Verfestigungskurven sehr ähnlich. Der Einfluss des Partitionings macht sich erst bei höheren Dehnungen bemerkbar. Dabei beginnen Proben mit niedrigerer T_p früher zu verfestigen. Durch Erhöhen der T_p und der t_p werden höhere Dehnungen erreicht.

Die größten Unterschiede im Verfestigungsverhalten werden durch die Veränderung von T_q erreicht. In Abbildung 4.4b ist ersichtlich, dass bei Proben mit hoher T_q (340 °C, 360 °C)

der Verfestigungsexponent bei geringeren Dehnungen abfällt als bei Proben mit einer T_q von $220\text{ }^\circ\text{C}$ oder $280\text{ }^\circ\text{C}$. Bei Proben höherer T_q ist die Verfestigung zu Beginn geringer, dafür steigt die Verfestigung bei höheren Dehnungen stärker an. Die beschriebenen Veränderungen von n_{diff} sind für die Legierung A und B ähnlich (Legierung B im Anhang: Abbildung A.2).

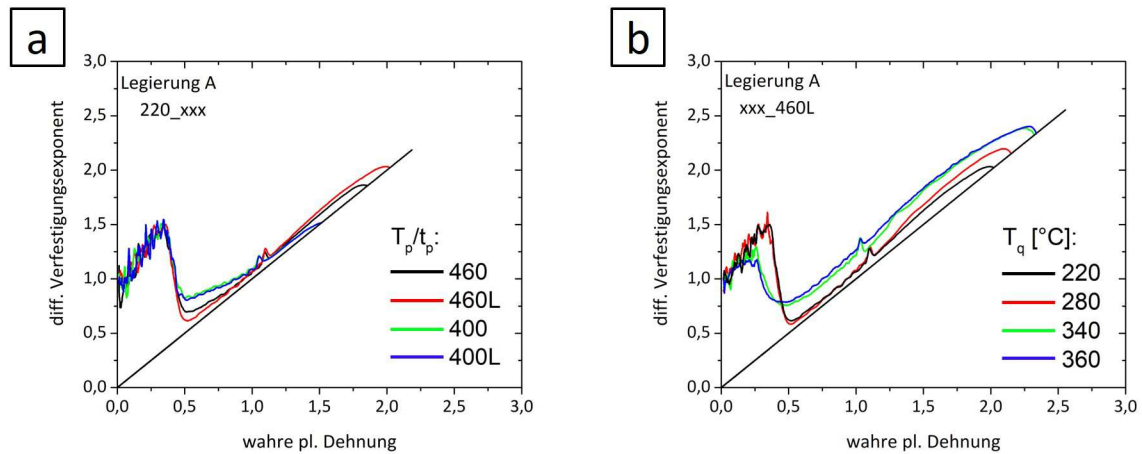


Abbildung 4.4: Verfestigungskurven der Legierung A mit a) konstanter Quenchingtemperatur ($220\text{ }^\circ\text{C}$) und b) konstanten Partitioningparametern ($460\text{ }^\circ\text{C}$, 100 s).

4.2.1 Einfluss der Quenchingtemperatur

In den Abbildungen 4.5a bis d sind die wichtigsten Kennwerte des Zugversuchs (Gleichmaßdehnung A_g , Bruchdehnung A_{80} , Dehngrenze bei $0,2\text{ }\%$ plastischer Dehnung $R_{p0,2}$, Zugfestigkeit R_m) über T_q dargestellt.

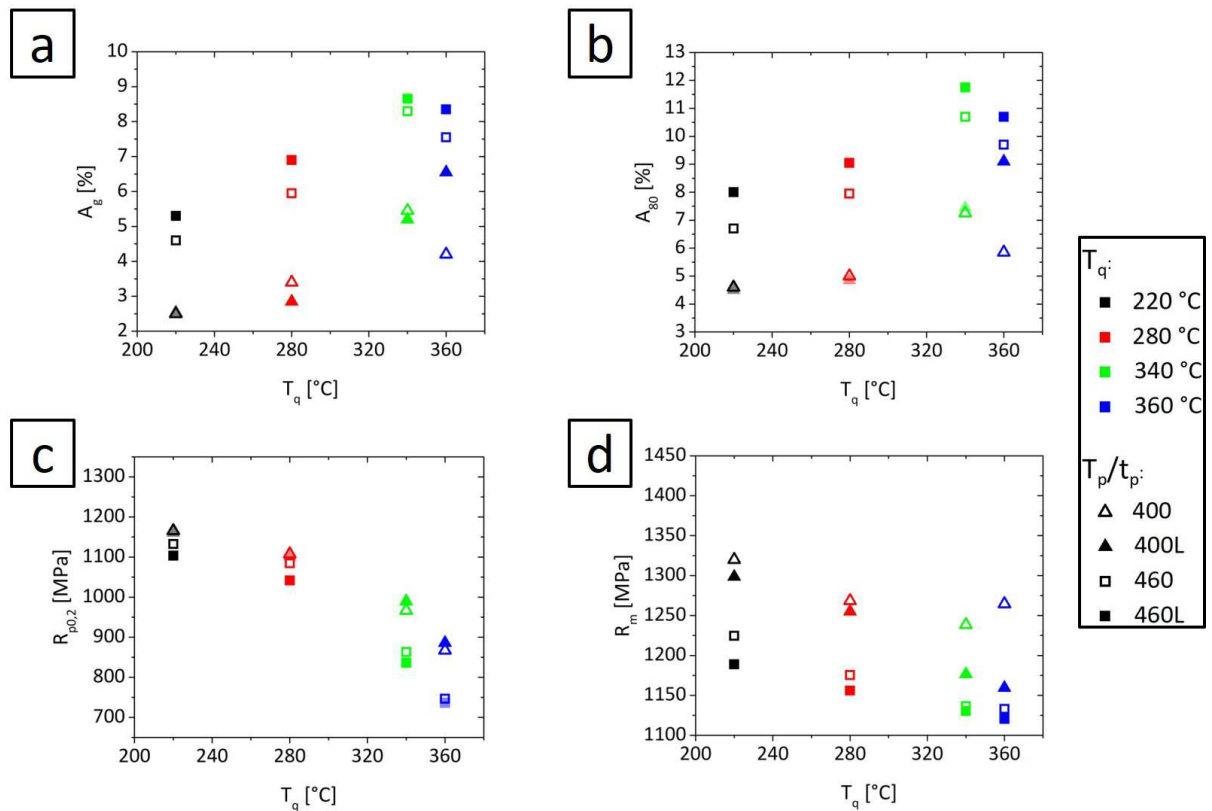


Abbildung 4.5: Kennwerte des Zugversuchs der Legierung A in Abhängigkeit von T_q : a) A_g , b) A_{80} , c) $R_{p0,2}$, d) R_m .

Mit steigender T_q steigen sowohl A_g als auch A_{80} an, wobei beide ihr Dehnungsmaximum bei 340 °C erreichen. Während A_{80} einen maximalen Wert von 11,8 % erreicht, ist bei einer Erhöhung auf 360 °C ein Abfall auf 10,7 % zu sehen (Abbildung 4.5b). $R_{p0,2}$ verringert sich mit steigender T_q von über 1100 MPa auf Werte zwischen 700 MPa und 900 MPa. Bei der Zugfestigkeit, welche ebenfalls mit steigender T_q sinkt, erreicht man für die beiden höheren T_q ähnliche Festigkeiten. Diese liegen zwischen 1118 MPa und 1243 MPa. Legierung B zeigt ein ähnliches Verhalten (Anhang: Abbildung A.3). Dabei sind A_g , A_{80} und $R_{p0,2}$ in der gleichen Größenordnung. Lediglich R_m ist um bis zu 100 MPa höher als die Werte der Legierung A.

4.2.2 Einfluss der Partitioningparameter

Um den Einfluss des Partitionings besser vergleichen zu können, wird der Anlassparameter (engl. *tempering parameter*, TP) nach Grange und Baughman [54] verwendet:

$$TP = T \times (14,44 + \log(t)), \quad (4.1)$$

wobei T die Anlasstemperatur und t die Anlassedauer ist. In Tabelle 4.3 finden sich die errechneten Anlassparameter für die in dieser Arbeit verwendeten Wärmebehandlungen. Die Abbildungen 4.6a bis d zeigen die Kennwerte des Zugversuchs in Abhängigkeit des

Anlassparameters. Auch mit TP steigen A_g und A_{80} ähnlich zu T_q an. $R_{p0,2}$ nimmt mit TP ab, wobei der Einfluss des Partitionings im Vergleich zum Einfluss von T_q geringer ausgeprägt ist. R_m sinkt ebenfalls mit TP . Der Verlauf der Legierung B kann im Anhang: Abbildung A.4 gesehen werden und zeigt einen ähnlichen Trend.

Tabelle 4.3: Anlassparameter für die verwendeten Wärmebehandlungen.

T_p/t_p	TP
400	6366
400L	6576
460	7321
460L	7562

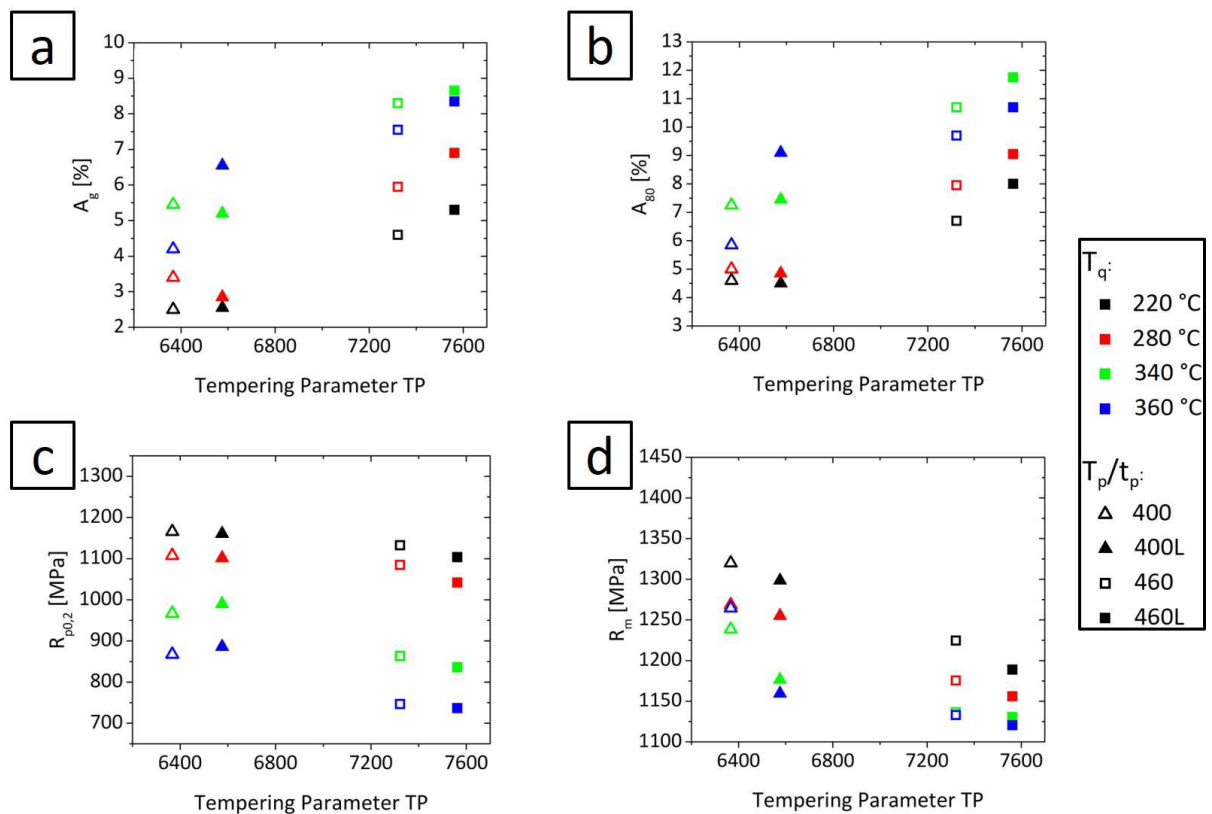


Abbildung 4.6: Kennwerte des Zugversuchs der Legierung A in Abhängigkeit der Partitioningparameter: a) A_g , b) A_{80} , c) $R_{p0,2}$, d) R_m .

4.3 Mikrostrukturuntersuchung

Die nach den Wärmebehandlungen erhaltene Mikrostruktur besteht, wie in Abbildung 4.7a bis d zu sehen ist, aus einer martensitischen Matrix mit kleinen Restaustenitgebieten. Vergleicht man die verschiedenen REM -Aufnahmen ist zu sehen, dass die erhaltenen

Gefüge unabhängig von Legierung und Wärmebehandlung sehr ähnlich sind.

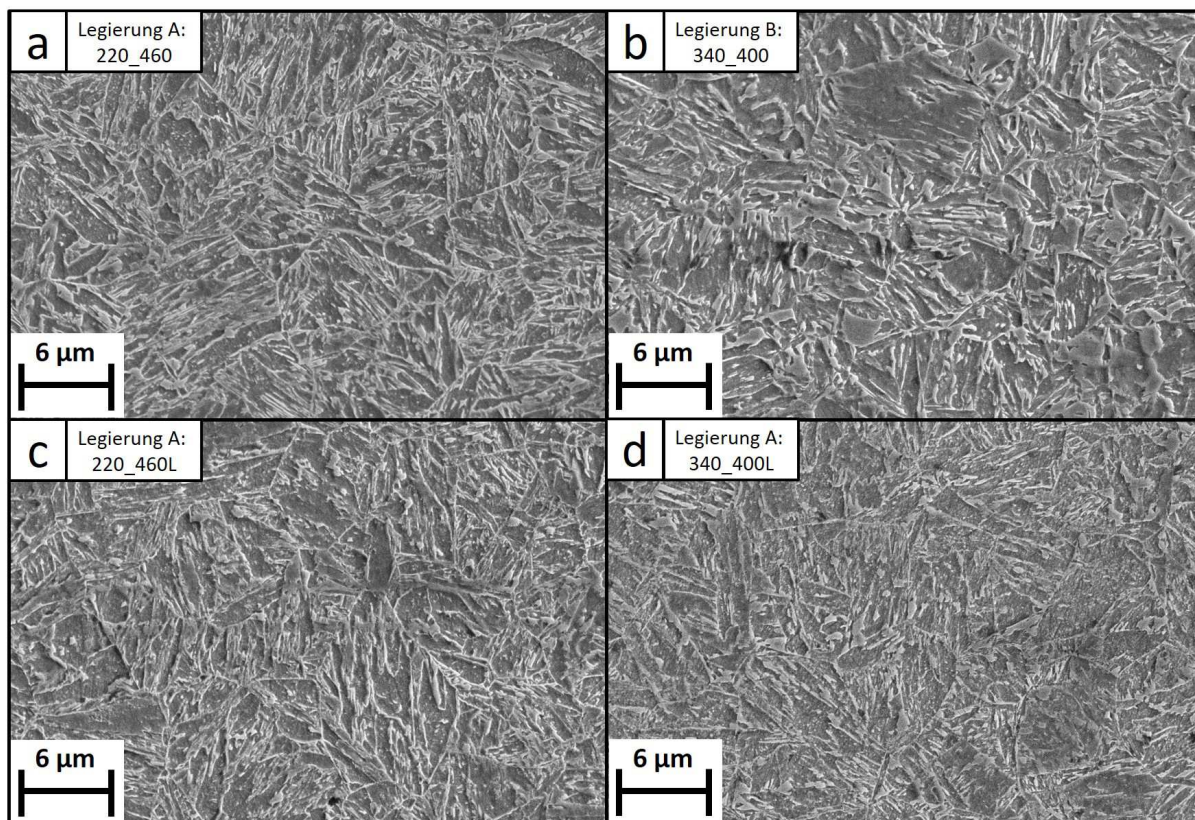


Abbildung 4.7: *REM*-Aufnahmen der Mikrostruktur der beiden Legierungen nach verschiedenen Wärmebehandlungen. a) Legierung A: 220_460, b) Legierung B: 340_400, c) Legierung A: 220_460L, d) Legierung A: 340_400L.

Anhand der *REM*-Aufnahmen ist ersichtlich, dass der Restaustenit in den kleinen Bereichen zwischen den Martensitlatten und teilweise auch in globularen Bereichen vorliegt. In Abbildung 4.8a sind Seigerungszeilen sichtbar, welche nur bei hohen T_q gefunden wurden. Während in der Umgebung die feine Struktur weiterhin besteht, sind entlang dieser Seigerungszeilen große, weniger angeätzte Bereiche zu erkennen. In Abbildung 4.8b ist bei genauerer Betrachtung auch eine feine Struktur im Inneren dieser Bereiche zu erkennen. Ein ähnliches Verhalten kann bei Legierung B beobachtet werden (Anhang: Abbildung A.5).

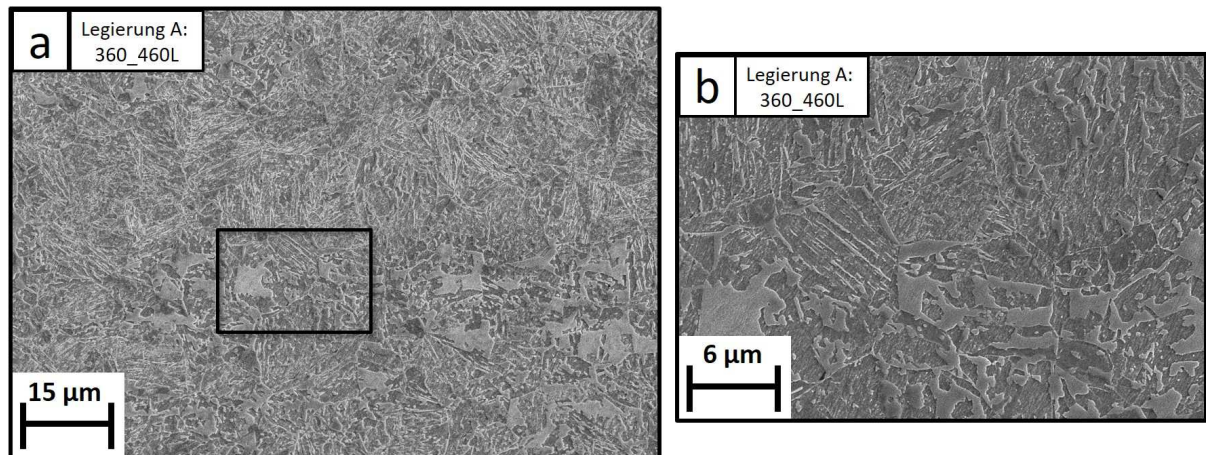


Abbildung 4.8: Sichtbare Seigerungszeile inmitten der martensitischen Matrix bei Legierung A: a) Übersichtsaufnahme, b) Detailaufnahme der Seigerungszeile.

4.4 Restaustenit

Der Restaustenitgehalt wurde mittels *XRD* gemessen und nach zwei Verfahren ausgewertet. Die genaue Vorgehensweise wurde in Kapitel 3.3.3 beschrieben. In diesem Abschnitt ist auch eine exemplarische Berechnung der an die chemische Zusammensetzung angepassten R-Faktoren vorhanden.

4.4.1 Vergleich der Auswertemethoden

Es wurde jeweils ein und dasselbe Röntgenspektrum für beide Auswertemethoden verwendet, um mögliche Einflüsse der Messung auszuschließen. In Abbildung 4.9 sind die ermittelten Restaustenitgehalte über T_q aufgetragen. In rot eingefärbt sind die Ergebnisse der Auswertung mit den R-Faktoren und in schwarz die Ergebnisse der Auswertung mittels Rietveld-Analyse.

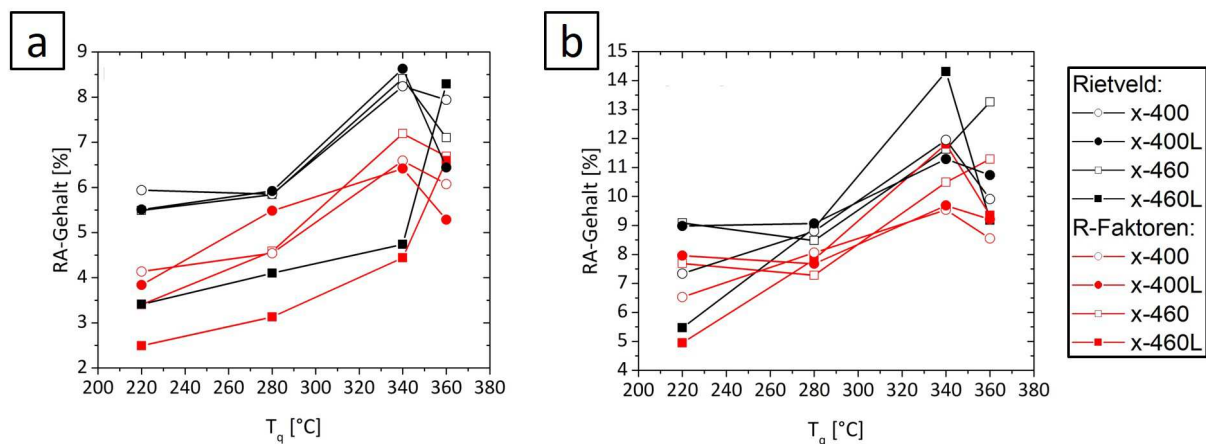


Abbildung 4.9: Vergleich der Ergebnisse der Rietveld-Analyse mit der Berechnung mit R-Faktoren für a) Legierung A und b) Legierung B.

Sowohl bei Legierung A (Abbildung 4.9a) als auch bei Legierung B (Abbildung 4.9b) liegen bei gleicher Wärmebehandlung die ermittelten Restaustenitgehalte der Rietveld-Analyse über denen der Auswertung mittels R-Faktoren. Die durchschnittliche Abweichung zwischen den beiden Auswertemethoden liegt bei Legierung A bei 1,31 %. Legierung B erreicht im Vergleich zu Legierung A höhere absolute Restaustenitgehalte. Die Abweichungen zwischen den Methoden liegen dabei bei 1,27 %. Beide Auswertemethoden zeigen über die verschiedenen Wärmebehandlungen ähnliche Verläufe. In den nachfolgenden Abbildungen wird immer der mittels der Rietveld-Analyse bestimmte Restaustenitgehalt angegeben. Eine Tabelle der gemessenen Restaustenitgehalte ist im Anhang zu finden (Anhang: Tabelle A.3).

4.4.2 Einfluss des Restaustenitgehaltes

Die verschiedenen Prozessparameter wirken sich sehr unterschiedlich auf die erreichten Restaustenitgehalte aus (Abbildung 4.9). Ein sichtbarer Trend ist jedoch, dass bei niedrigen T_q (220 °C, 280 °C) niedrigere Restaustenitanteile gemessen werden. Das Restaustenitmaximum wird bei beiden Legierungen bei $T_q = 340$ °C erreicht, bevor der Gehalt bei $T_q = 360$ °C wieder abnimmt.

Um den Zusammenhang zwischen Dehnung und Restaustenitanteile zu untersuchen, ist in Abbildung 4.10 die Gleichmaßdehnung in Abhängigkeit des Restaustenitgehalts für beide Legierungen dargestellt. Bei der Legierung A werden Restaustenitgehalte zwischen 3,5 und 9 % erreicht (Abbildung 4.10a). Dabei zeigt die Gleichmaßdehnung keine Korrelation mit den erreichten Restaustenitanteilen. Auch bei Legierung B ist kein Trend zu erkennen. Auffällig ist jedoch die große Streuung der Dehnungswerte bei einem Restaustenitgehalt zwischen 9 und 10 % (Abbildung 4.10b). Hier bewegt sich die Gleichmaßdehnung zwischen 4,5 und 8,5 %. Bei hohen Restaustenitwerten erreicht die Dehnung konstant höhere Werte.

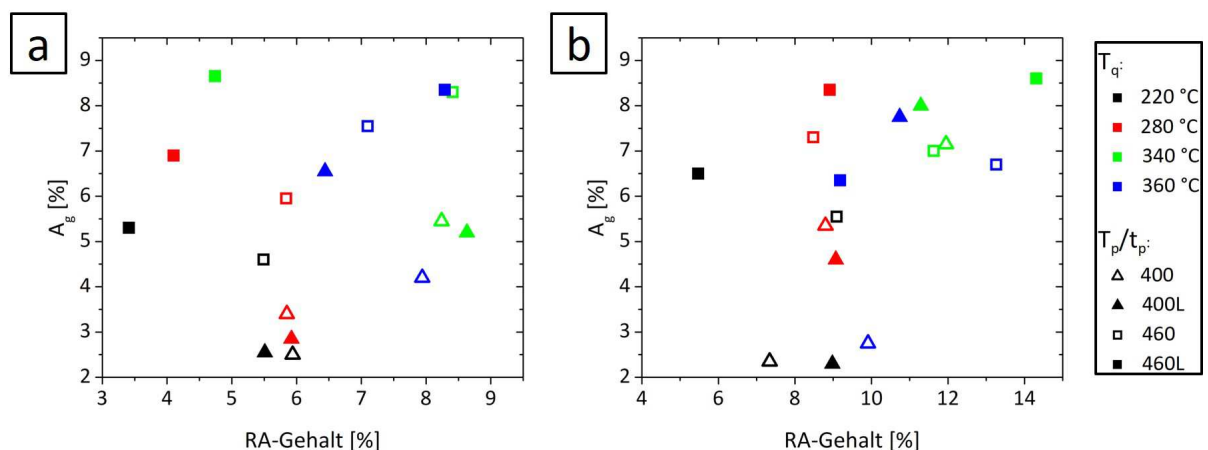


Abbildung 4.10: Abhängigkeit der Gleichmaßdehnung vom gemessenen Restaustenitgehalt für a) Legierung A und b) Legierung B.

In Abbildung 4.11a ist für die Legierung A die Abhängigkeit von $R_{p0,2}$ (schwarze Punkte)

und R_m (rote Punkte) vom Restaustenitgehalt dargestellt. R_m bleibt über den gesamten Restaustenitbereich hin in einem Bereich zwischen 1100 MPa und 1300 MPa. $R_{p0,2}$ sinkt mit steigendem Restaustenitgehalt von anfänglichen 1100 MPa auf unter 800 MPa für hohe Restaustenitwerte. Die Legierung B zeigt einen ähnlichen Zusammenhang (Abbildung 4.11b).

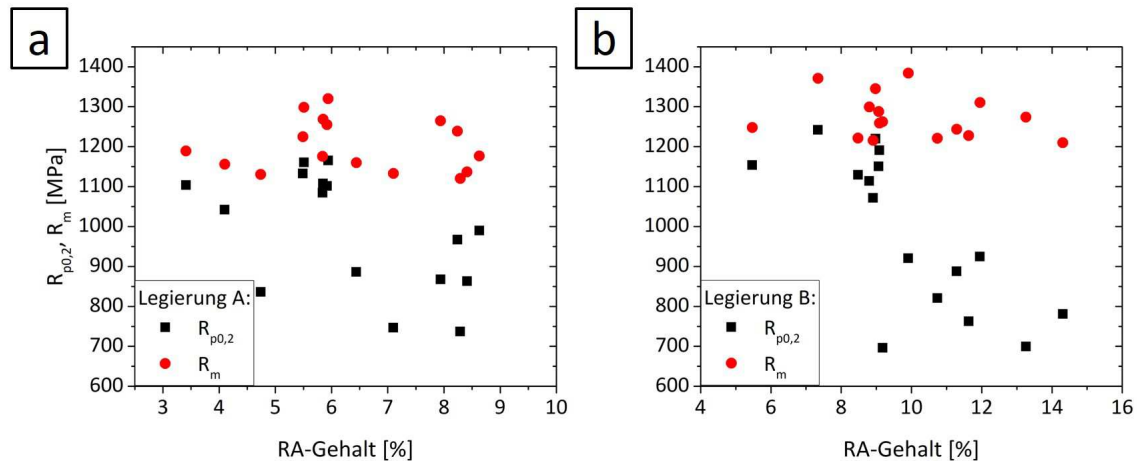


Abbildung 4.11: Abhängigkeit der $R_{p0,2}$ und R_m vom gemessenen Restaustenitgehalt für a) Legierung A und b) Legierung B.

4.4.3 Koistinen-Marburger-Modell

Das Koistinen-Marburger-Modell wurde in Kapitel 2.2.1. beschrieben und in Abbildung 4.12 mit den in dieser Arbeit gemessenen Restaustenitanteilen von Legierung A (Abbildung 4.12a) und B (Abbildung 4.12b) angewendet. Dabei repräsentieren die durchgezogenen Linien die Berechnung mit konstantem α -Vorfaktor, welcher von Koistinen und Marburger [18] vorgeschlagen wurde. Bei den strichlierten Linien wurde dieser Vorfaktor nach [20] an die chemische Analyse der Legierung angepasst.

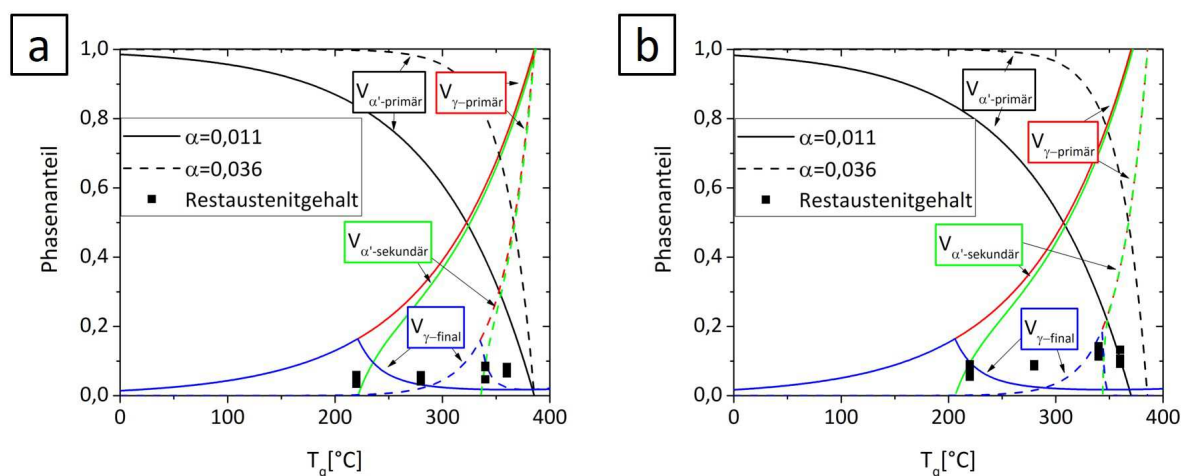


Abbildung 4.12: Koistinen-Marburger-Modellberechnung mit angepassten Vorfaktoren für a) Legierung A und b) Legierung B.

Mit dem an die chemische Analyse angepassten Vorfaktor wird die optimale T_q , welche dem Maximum von $V_{\gamma-final}$ (blaue Linie) entspricht, zu höheren Werten verschoben. Die maximal erreichbaren Restaustenitgehalte liegen beim angepassten Modell bei 16,3% für Legierung A und 18,9% für Legierung B. Alle gemessenen Werte liegen unter diesen Maximalwerten. Bei Legierung B ist der maximale Restaustenitgehalt von 14,3% um 4,6% unter dem des berechneten Maximums. Im Gegensatz dazu ist die Abweichung bei Legierung A mit 7,7% beinahe doppelt so groß. Die Modellberechnung unterschätzt jedoch für die Quenchingtemperaturen 220, 280 und 360 °C die erreichten Restaustenitgehalte.

4.5 Dilatometermessungen

Begleitend zu den Zugversuchen wurden für ausgewählte Wärmebehandlungen Dilatometerversuche durchgeführt. In Abbildung 4.13a sind Dilatometerkurven von drei verschiedenen Wärmebehandlungen mit einer T_q von 340 °C für Legierung B dargestellt. Die blau eingezeichnete Linie kennzeichnet den Startpunkt des Partitionings. Die Kurven haben zu Beginn einen deckungsgleichen Verlauf. Beim Abschrecken kommt es zur Martensitbildung. Dies führt bei allen Kurven zu einem schnellen Anstieg der Längenänderung (Bereich 1 in Abbildung 4.13b). Anschließend wird in einer vorgegebenen Zeit auf T_p aufgeheizt (Bereich 2 in Abbildung 4.13b). Aufgrund von verschiedenen T_p und den damit verbundenen unterschiedlichen Aufheizraten ist die Steigung in diesem Bereich für höhere T_p größer. Bei der blauen Linie ist die T_p erreicht. Der beschriebene Verlauf kann auch bei Legierung A beobachtet werden (Anhang: Abbildung A.6).

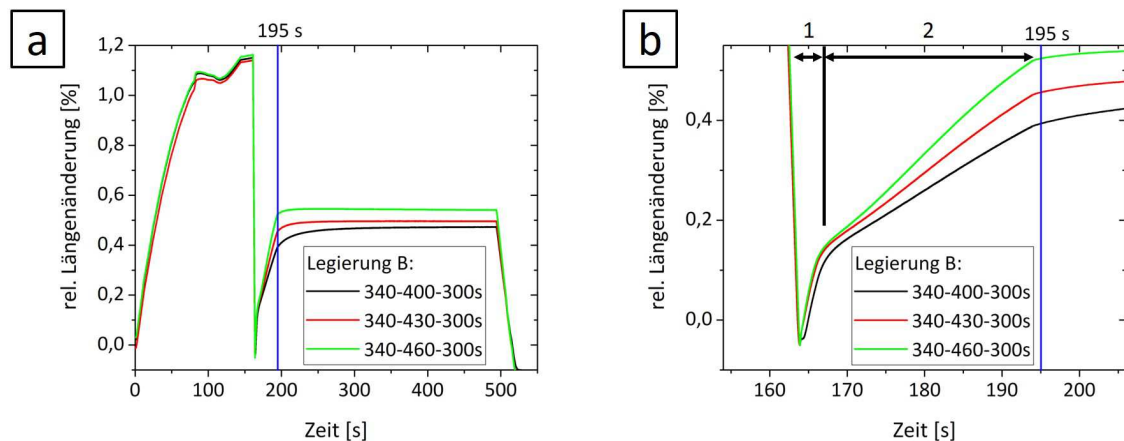


Abbildung 4.13: Dilatometerkurven der Legierung B bei $T_q = 340$ °C und verschiedenen Partitioningparametern. In a) ist der gesamte Wärmebehandlungsverlauf zu sehen. In b) ist der Bereich kurz nach dem Abschrecken dargestellt. Im Bereich 1 ist ein starker Anstieg aufgrund der Martensitbildung zu sehen. Anschließend wird im Bereich 2 in vorgegebener Zeit auf T_p aufgeheizt.

Abbildung 4.14 zeigt den Verlauf der Längenänderung während des Partitionings für Legierung A (Abbildung 4.14a) und Legierung B (Abbildung 4.14b). Die eingezeichneten Pfeile markieren die maximale relative Längenänderung, welche während des Partitio-

nings erreicht wird. Dabei nimmt die Zeit, nach der die maximale Ausdehnung erreicht wird, mit steigender T_p ab. Bei dem Versuch mit $T_p = 400 \text{ }^\circ\text{C}$ ist nach 300 s noch immer eine positive Steigung zu beobachten.

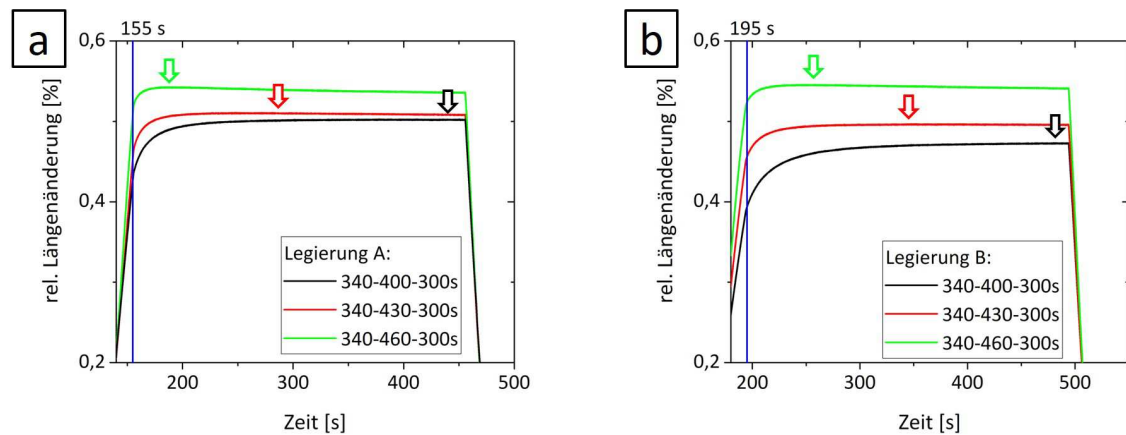


Abbildung 4.14: Verlauf der relativen Längenänderung während des Partitioningschrittes für a) Legierung A und b) Legierung B.

Da aus den Dilatometerproben keine Zugproben gefertigt werden können, wurden Härtemessungen an den Proben durchgeführt. Diese können mit Hilfe eines empirischen Umrechnungsfaktors in die Zugfestigkeit umgerechnet werden. Hierfür wurden die Zugfestigkeiten mit den Härtemessungen der am *SimCAL* wärmebehandelten Proben in Relation gesetzt. In Abbildung 4.15 ist der Verlauf der Zugfestigkeit und der Härte für Legierung A (Abbildung 4.15a) und Legierung B (Abbildung 4.15b) dargestellt. Dabei ist eine gute Korrelation der Härte mit R_m festzustellen. Die beiden roten Punkte in Abbildung 4.15b stellen Zugversuche dar, bei welchen es zu einer ungleichmäßigen Einschnürung kam. Diese wurden aus der Berechnung ausgeschlossen.

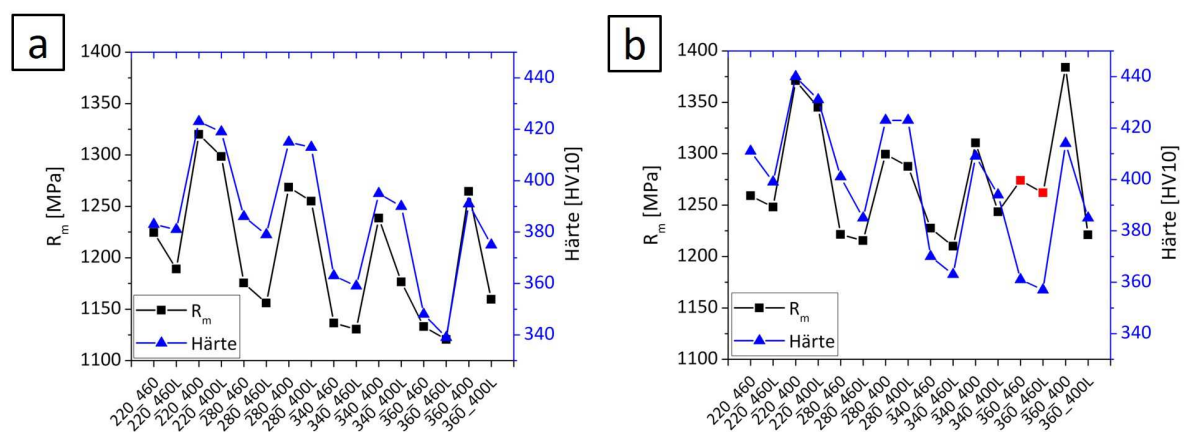


Abbildung 4.15: Zusammenhang der Zugfestigkeit und der gemessenen Härte der am *SimCAL* wärmebehandelten Proben für a) Legierung A und b) Legierung B.

Aus dem Verhältnis von R_m und $HV10$ wurden die Umrechnungsfaktoren bestimmt. Diese sind in Tabelle 4.4 angeführt.

Tabelle 4.4: Umrechnungsfaktoren zwischen R_m und $HV10$.

	$\varnothing R_m$	$\varnothing HV$	$\frac{R_m}{HV}$
	[MPa]	[HV10]	$\frac{MPa}{HV10}$
Legierung A	1202,9	384,9	$3,12 \pm 0,08$
Legierung B	1273,7	397,9	$3,20 \pm 0,15$

In Abbildung 4.16 ist die Zugfestigkeit über T_p aufgetragen. Dabei wurden die eingekreisten Symbole mit dem zuvor bestimmten Umrechnungsfaktor berechnet. Der Fehlerbalken bezieht sich hier auf die Fehlergröße des Umrechnungsfaktors.

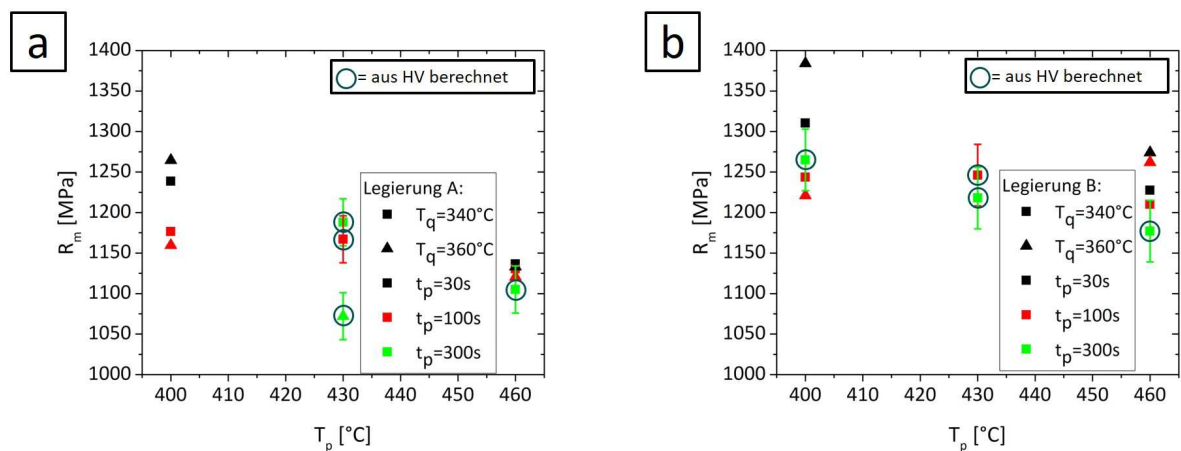


Abbildung 4.16: Vergleich von R_m der verschiedenen Wärmebehandlungen ergänzt mit den Berechnungen aus den Härtemessungen der Dilatometerversuche für a) Legierung A und b) Legierung B.

Legierung A zeigt eine sinkende Zugfestigkeit mit steigender T_p (Abbildung 4.16a). Die Ergebnisse der durchgeführten Dilatometerversuche folgen diesem Verlauf. Festigkeitsunterschiede, welche durch lange t_p erreicht werden, nehmen mit steigender T_p ab. Die Festigkeiten von Legierung A sinken bei Haltezeiten von bis zu 300 s auf 1100 MPa. Bei Legierung B werden Zugfestigkeiten im Bereich von 1175 MPa bis 1375 MPa erzielt. Hierbei ist ebenfalls mit steigender T_p und t_p ein Abfall der Festigkeit zu beobachten.

5 Diskussion

In dieser Arbeit wurden zwei Legierungen verschiedenen Q & P -Wärmebehandlungen unterzogen und die Durchführbarkeit dieser Wärmebehandlungen auf einer großtechnischen kontinuierlichen Glühanlage mit Wasserstoffabschreckvorrichtung (*HyCAL*) untersucht. Dies geschah mittels eines Simulators (*SimCAL*), welcher in Kapitel 3.4 beschrieben wurde. Die in Tabelle 4.1 beschriebene Ungleichmäßigkeit der Temperaturverteilung über die Länge die beim Simulator auftritt, ist auf die dabei eingesetzte Widerstandserwärmung zurückzuführen. Bei der großtechnischen Anlage ist die Temperaturverteilung über die Länge aufgrund der Beheizung mittels Strahlrohren sehr homogen.

Bei den durchgeführten Wärmebehandlungen wird durch das Verändern der T_q das Verhältnis zwischen Martensit und Austenit, welches beim Abschrecken eingestellt wird, bestimmt. Während es bei niedrigen T_q zu großen Anteilen an Martensit kommt, wird durch eine hohe T_q ein großer Restaustenitanteil erreicht. Wärmebehandlungen bei hohen T_q sind förderlich für die Dehnungen, erreichen bei den Festigkeiten jedoch niedrigere Werte wie in Abbildung 4.5a bis d zu sehen ist. Der bei hohen T_q erreichte große Austenitanteil muss mittels C stabilisiert werden. Wird keine vollständige Stabilisierung erreicht, kommt es zur Umwandlung in sekundären Martensit. Dieser ist stark an C übersättigt und wird im Verlauf der Wärmebehandlung nicht angelassen. Dadurch hat er im Vergleich zum primären Martensit eine höhere Härte und es kommt zu einer Dehnungslokalisierung, welche die $R_{p0,2}$ stark erniedrigt (Abbildung 4.5c). In der Literatur ist dieser Abfall der $R_{p0,2}$ mit steigender T_q ebenfalls beschrieben [5, 6, 8].

Die gemessenen Dehnungswerte (A_g , A_{80}) zeigen für beide Legierungen einen Anstieg bis zu einer T_q von 340 °C (Abbildung 4.5a und b, Anhang Abbildung A.3a und b). Dies kann auf den erhöhten Anteil an gebildetem Restaustenit zurückgeführt werden. Ebenfalls ist eine vermehrte Bainitbildung bei höheren T_q , welche eine weichere Phase im Vergleich zu Martensit darstellt, eine mögliche Erklärung für die erhöhten Dehnungswerte. Auch in der Literatur wird von erhöhten Dehnungswerten durch Bainitbildung bei steigenden Quenchingtemperaturen berichtet [6]. Eine Abweichung vom oben beschriebenen Trend der Dehnung zeigte sich für eine T_q von 360 °C, bei welcher die Dehnung für fast alle Partitioningparameter abnimmt. In einigen Arbeiten wird beschrieben, dass bei einem Überschreiten der optimalen T_q ein rascher Abfall des Restaustenits aufgrund unzureichender Stabilisierung eintritt [5, 13]. Dadurch kommt es zur Bildung von sekundärem Martensit, welcher zu einer Dehnungslokalisierung und somit verminderten Dehnungswerten führt. Abbildung 4.9 zeigt allerdings, dass nicht für alle Partitioningparameter ein Abfall des Restaustenitanteils bei einer Erhöhung von T_q von 340 °C auf 360 °C auftritt. Eine Erklä-

rung für diese Abweichung von der Theorie ist der geringe Unterschied zu M_s . Bei 360 °C ist man nahe an den ermittelten M_s der beiden Legierungen. Temperaturabweichungen von bis zu ± 5 °C zwischen Versuchen mit gleicher T_q können daher schon zu großen Unterschieden führen. Des Weiteren kann es durch lokal unterschiedliche C -Konzentrationen zu Abweichungen von der ermittelten M_s kommen, welche die mechanischen Eigenschaften stark beeinflussen.

Die Restaustenitstabilität ist eng mit T_q verknüpft. Beim Abschrecken auf tiefere Temperaturen kommt es zu einem feineren Gefüge. Durch die kleine Korngröße wird M_s des verbleibenden Austenits gesenkt, das zu einer zusätzlichen Stabilisierung beiträgt [11]. Bei *REM*-Aufnahmen bei hohen T_q sind Seigerungszeilen wie in Abbildung 4.8 teilweise sichtbar. Es wurde keine chemische Analyse über die Seigerungszeilen durchgeführt, jedoch wurde in der Literatur in ähnlichen Strukturen *Mn*-Seigerungen nachgewiesen [12,13]. Die Struktur, welche im Inneren der Restaustenitbereiche sichtbar ist, deutet auf sekundären Martensit hin, welcher sich bei der Abkühlung auf Raumtemperatur aus dem Austenit bildet.

Der Temperingparameter nach Grange und Baughman [54] beschreibt einen kombinierten Einfluss von T_p und t_p . Die Dehnung nimmt bei beiden Legierungen mit steigendem TP zu (Abbildung 4.6a und b). Das kann zum einen auf ein verstärktes Anlassen des Martensits und zum anderen auf eine erhöhte Stabilisierung des Restaustenits zurückgeführt werden. Die Stabilität ist auch anhand der Verfestigungskurven in Abbildung 4.4 zu sehen. Dabei verfestigen alle Proben bei niedrigen Dehnungen stark, bevor der Verfestigungsexponent abnimmt. Der anschließende Anstieg der Verfestigungskurven ist auf die verformungsinduzierte Martensitbildung (*TRIP*-Effekt) zurückzuführen. Dadurch kann eine höhere Verformbarkeit erreicht werden [6]. Vor allem die Kombination aus hoher T_p und langer t_p führt dabei zu erhöhten Dehnungswerten [5,6,25]. Dies trifft auf beide Legierungen zu, da beide ihr Dehnungsmaximum bei einer T_q von 340 °C und Partitioningparametern von 460 °C und 100 s erreichen, wie in Abbildung 4.6a und b zu sehen ist.

Die Partitioningparameter haben auf die Dehngrenze einen geringen Einfluss (Abbildung 4.6c). R_m wird mit steigendem Temperingparameter aufgrund von Anlasseffekten des Martensits erniedrigt (Abbildung 4.6d). Eine optimale Kombination aus Festigkeit und Verformbarkeit wurde für beide Legierungen für eine T_q von 340 °C und Partitioningparameter von 460 °C und 100 s gefunden.

Um die mikrostrukturellen Vorgänge und eine mögliche Bainitbildung während der Wärmebehandlung zu untersuchen wurden Dilatometerversuche durchgeführt. Auffällig war, dass die maximale Längenausdehnung in Abhängigkeit der T_p nach verschiedenen Zeiten erreicht wurde (Abbildung 4.14). Je höher die Temperatur gewählt wurde, desto kürzer war die Zeit bis dieser Zustand erreicht wurde. Durch die C -Umverteilung des Martensits kommt es zu einem Abbau der tetragonalen Verzerrung und zu einer Kontraktion der Probe. Tritt parallel Bainitbildung auf, kommt es durch die geringere Packungsdichte des kubisch raumzentrierten Gitters zu einer Ausdehnung [6]. Da es nach Erreichen eines kon-

stanten Wertes zu keiner weiteren Längenausdehnung mehr kommt, kann angenommen werden, dass die Kohlenstoffumverteilung beziehungsweise die möglicherweise auftretende Bainitbildung zu diesem Zeitpunkt abgeschlossen ist.

Beim Vergleich der beiden Legierungen fällt auf, dass die Werte für R_m der Legierung B um 62 – 85 MPa über denen der Legierung A liegen (Tabelle 4.2). Durch den um 0,03% erhöhten Kohlenstoffgehalt in Legierung B kommt es zu einer stärkeren Verspannung des Martensitgitters, die zu höheren Festigkeiten führt. Ein ähnliches Verhalten wird auch von Kähkönen et al. [29] beschrieben, wobei in deren Arbeit auch die Dehnung mit steigendem Kohlenstoffgehalt leicht zunimmt. Dies wurde in der vorliegenden Arbeit nicht beobachtet. Neben dem Kohlenstoffgehalt beeinflusst auch der Siliziumgehalt den erreichten Restaustenitgehalt. Durch die Zugabe von Si können Karbidausscheidungen bei langen t_p unterdrückt, und somit eine bessere Stabilisierung des Restaustenits erreicht werden [2, 29]. Durch den höheren Gehalt von C und Si in Legierung B (Abbildung 4.9b) werden höhere Restaustenitgehalte als in Legierung A (Abbildung 4.9a) erreicht.

Der Einfluss des Restaustenitgehalts auf die Gleichmaßdehnung ist in Abbildung 4.10 dargestellt. Eine direkte Korrelation zwischen Restaustenit und Dehnung wurde in diesem Fall nicht beobachtet, obwohl dies in manchen Literaturstellen beschrieben wird [6, 30]. Im Gegensatz dazu ist bei den Festigkeiten eine Korrelation mit steigendem Restaustenitgehalt in Abbildung 4.11 zu sehen. Während R_m über den gemessenen Bereich konstant bleibt, nimmt $R_{p0,2}$ mit steigendem Restaustenitgehalt ab. Bei hohen Restaustenitgehalten ist die C -Konzentration der Restaustenitgebiete geringer. Dies senkt die Stabilität des Restaustenits und somit auch die Dehngrenze. Der Verlauf der mechanischen Kennwerte mit dem Restaustenitgehalt wird in der Arbeit von De Moor et al. [22] ähnlich beschrieben. Bei der Bestimmung des Restaustenitgehalts kam ein Röntgendiffraktometer zum Einsatz. Dabei wurde die Rietveld-Analyse mit der Berechnung über die R -Faktoren verglichen. Die Auswertung mittels R -Faktoren führte zu einem vergleichbaren Verlauf des Restaustenitgehalts bei niedrigeren absoluten Werten (Abbildung 4.9).

Abschließend kann festgehalten werden, dass beide Legierungen für die Anwendung von $Q\&P$ -Wärmebehandlungszyklen geeignet sind. Beide zeigen ähnliche Eigenschaftsveränderungen bei der Variation der Prozessparameter, wobei Legierung B aufgrund des höheren Legierungsgehaltes sowohl höhere Festigkeiten, als auch höhere Restaustenitgehalte erreicht.

6 Zusammenfassung

In dieser Masterarbeit wurde die Durchführbarkeit von *Quenching and Partitioning (Q&P)*-Wärmebehandlungen auf einer großtechnischen kontinuierlichen Glühanlage mit Wasserstoffabschreckvorrichtung (*HyCAL*) untersucht. Dabei wurden mittels Simulator zwei Legierungen mit verschiedenen Prozessparametern wärmebehandelt und anschließend charakterisiert. Bei der Temperaturmessung und den Härtemessungen über die Probenlänge wurden lediglich geringe Abweichungen beobachtet. Somit kann eine gleichmäßige Prozessführung während der Wärmebehandlung angenommen werden. Anschließend wurden die Proben mittels Zugversuch die mechanischen Kennwerte untersucht. Die gemessenen Dehnungswerte (A_g, A_{80}) steigen mit der Quenchingtemperatur bis $340\text{ }^\circ\text{C}$ an. Bei weiterer Erhöhung auf $360\text{ }^\circ\text{C}$ kommt es zum Abfall der Dehnungen. $R_{p0,2}$ und R_m weisen hingegen einen Abfall mit steigender Quenchingtemperatur auf. Mit steigendem Anlassparameter werden höhere Dehnungen erreicht, $R_{p0,2}$ bleibt konstant und R_m sinkt. Anhand der Verfestigungskurven ist ersichtlich, dass der vorhandene Restaustenit bei ansteigender Dehnung in Martensit umwandelt und auf diese Weise die Dehnung erhöht. Eine direkte Korrelation zwischen dem Restaustenitgehalt und der Dehnung konnte allerdings nicht gefunden werden. Bei der Untersuchung der Mikrostruktur wurde ein homogenes Gefüge aus Martensit und Austenitbereichen beobachtet. Die Auswertung ergab, dass beide Legierungen für die Anwendung von *Q&P*-Wärmebehandlungszyklen geeignet sind. Eine optimale Kombination aus Festigkeit und Verformbarkeit wurde für eine Quenchingtemperatur von $340\text{ }^\circ\text{C}$ und Partitioningparameter von $460\text{ }^\circ\text{C}$ und 100 s gefunden.

Literaturverzeichnis

- [1] J.G. Speer, E. De Moor, K.O. Findley, D.K. Matlock, B.C. De Cooman, and D.V. Edmonds. Analysis of microstructure evolution in quenching and partitioning automotive sheet steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 42(12):3591–3601, 2011.
- [2] J.G. Speer, D.K. Matlock, L. Wang, and D.V. Edmonds. Quenched and partitioned steels. *Comprehensive Materials Processing*, 1:217–225, 2014.
- [3] E. Billur and T. Altan. Three generations of advanced high-strength steels for automotive applications, Part I. *Stamping Journal*, 11/12:16–17, 2013.
- [4] J. Sun and H. Yu. Microstructure development and mechanical properties of quenching and partitioning (Q&P) steel and an incorporation of hot-dipping galvanization during Q&P process. *Materials Science and Engineering: A*, 586:100–107, 2013.
- [5] P. Huyghe, L. Malet, M. Caruso, C. Georges, and S. Godet. On the relationship between the multiphase microstructure and the mechanical properties of a 0.2 C quenched and partitioned steel. *Materials Science and Engineering: A*, 701:254–263, 2017.
- [6] N. Fonstein. *Advanced high strength sheet steels: physical metallurgy, design, processing, and properties*. Springer, 2015.
- [7] E. De Moor, J.G. Speer, D.K. Matlock, J. Kwak, and S. Lee. Quenching and partitioning of CMnSi steels containing elevated manganese levels. *Steel Research International*, 83(4):322–327, 2012.
- [8] F. HajyAkbari, J. Sietsma, G. Miyamoto, N. Kamikawa, R.H. Petrov, T. Furuhashi, and M.J. Santofimia. Analysis of the mechanical behavior of a 0.3 C-1.6 Si-3.5 Mn (wt%) quenching and partitioning steel. *Materials Science and Engineering: A*, 677:505–514, 2016.
- [9] N. Zhong, Y. Wang, K. Zhang, and Y.H. Rong. Microstructural evolution of a Nb-microalloyed advanced high strength steel treated by quenching-partitioning-tempering process. *Steel Research International*, 82(11):1332–1337, 2011.
- [10] J.H. Jang, I.G. Kim, and H.K.D.H. Bhadeshia. ϵ -carbide in alloy steels: First-principles assessment. *Scripta Materialia*, 63(1):121–123, 2010.

-
- [11] E.J. Seo, L. Cho, and B.C. De Cooman. Application of quenching and partitioning processing to medium Mn steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 46(1):27–31, 2015.
- [12] F. HajyAkbar, J. Sietsma, R.H. Petrov, G. Miyamoto, T. Furuhashi, and M.J. Santofimia. A quantitative investigation of the effect of Mn segregation on microstructural properties of quenching and partitioning steels. *Scripta Materialia*, 137:27–30, 2017.
- [13] F. HajyAkbar, J. Sietsma, G. Miyamoto, T. Furuhashi, and M.J. Santofimia. Interaction of carbon partitioning, carbide precipitation and bainite formation during the Q&P process in a low C steel. *Acta Materialia*, 104:72–83, 2016.
- [14] M.J. Santofimia, T. Nguyen-Minh, L. Zhao, R.H. Petrov, I. Sabirov, and J. Sietsma. New low carbon Q&P steels containing film-like intercritical ferrite. *Materials Science and Engineering: A*, 527(23):6429–6439, 2010.
- [15] J.G. Speer, D.K. Matlock, B.C. De Cooman, and J.G. Schroth. Carbon partitioning into austenite after martensite transformation. *Acta Materialia*, 51(9):2611–2622, 2003.
- [16] A. Hultgren. Isothermal transformation of austenite. *Transactions of the American Society for Metals*, 39:915–1005, 1947.
- [17] D.V. Edmonds, K. He, F.C. Rizzo, B.C. De Cooman, D.K. Matlock, and J.G. Speer. Quenching and partitioning martensite—a novel steel heat treatment. *Materials Science and Engineering: A*, 438:25–34, 2006.
- [18] D.P. Koistinen and R.E. Marburger. A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels. *Acta Metallurgica*, 7(1):59–60, 1959.
- [19] K. Andrews. Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures. *Journal of the Iron and Steel Institute*, 7:721–727, 1965.
- [20] E.J. Seo, L. Cho, and B.C. De Cooman. Modified methodology for the quench temperature selection in quenching and partitioning (Q&P) processing of steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 47(8):3797–3802, 2016.
- [21] M.C. Somani, D.A. Porter, L.P. Karjalainen, and R.D.K. Misra. On various aspects of decomposition of austenite in a high-silicon steel during quenching and partitioning. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 45(3):1247–1257, 2014.
- [22] E. De Moor, J.G. Speer, D.K. Matlock, J. Kwak, and S. Lee. Effect of carbon and manganese on the quenching and partitioning response of CMnSi steels. *ISIJ International*, 51(1):137–144, 2011.

- [23] H. Kawata, K. Hayashi, N. Sugiura, N. Yoshinaga, and M. Takahashi. Effect of martensite in initial structure on bainite transformation. In *Materials Science Forum*, volume 638–642, p. 3307–3312, 2010.
- [24] E.J. Seo, L. Cho, Y. Estrin, and B.C. De Cooman. Microstructure-mechanical properties relationships for quenching and partitioning (Q&P) processed steel. *Acta Materialia*, 113:124–139, 2016.
- [25] A.J. Clarke, J.G. Speer, M.K. Miller, R.E. Hackenberg, D.V. Edmonds, D.K. Matlock, F.C. Rizzo, K.D. Clarke, and E. De Moor. Carbon partitioning to austenite from martensite or bainite during the quench and partition (Q&P) process: A critical assessment. *Acta Materialia*, 56(1):16–22, 2008.
- [26] H.Y. Li, X.W. Lu, X.C. Wu, Y.A. Min, and X.J. Jin. Bainitic transformation during the two-step quenching and partitioning process in a medium carbon steel containing silicon. *Materials Science and Engineering: A*, 527(23):6255–6259, 2010.
- [27] Z. Cai, T. Di, H. Jiang, J. Song-Shan, and L. Hui. Process simulation and microstructure analysis of low carbon Si-Mn quenched and partitioned steel. *Journal of iron and steel research, international*, 15(4):82–85, 2008.
- [28] A. Arlazarov, O. Bouaziz, J.P. Masse, and F. Kegel. Characterization and modeling of mechanical behavior of quenching and partitioning steels. *Materials Science and Engineering: A*, 620:293–300, 2015.
- [29] J. Kähkönen, D.T. Pierce, J.G. Speer, E. De Moor, G.A. Thomas, D.R. Coughlin, K.D. Clarke, and A.J. Clarke. Quenched and partitioned CMnSi steels containing 0.3 wt.% and 0.4 wt.% carbon. *JOM*, 68(1):210–214, 2016.
- [30] E.P. Bagliani, M.J. Santofimia, L. Zhao, J. Sietsma, and E. Anelli. Microstructure, tensile and toughness properties after quenching and partitioning treatments of a medium-carbon steel. *Materials Science and Engineering: A*, 559:486–495, 2013.
- [31] A. Pichler. Vorlesung „Stähle für die Automobilindustrie“. Montanuniversität Leoben, 2017.
- [32] R. Geiger, H. Höneß, H. Kaiser, and W. Krämer. *Lehrbuch der Umformtechnik; Band 3: Blechumformung*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1975.
- [33] E. De Moor, J.G. Speer, D.K. Matlock, C. Föjer, and J. Penning. Effect of Si, Al and Mo alloying on tensile properties obtained by quenching and partitioning. *MS&T 2009*, p. 1554–1563, 2009.
- [34] J. Zhang, H. Ding, C. Wang, J. Zhao, and T. Ding. Work hardening behaviors of a low carbon Nb-microalloyed Si-Mn quenching-partitioning steel with different cooling styles after partitioning. *Materials Science and Engineering: A*, 585:132–138, 2013.

- [35] K. Seto and H. Matsuda. Application of nanoengineering to research and development and production of high strength steel sheets. *Materials Science and Technology*, 29(10):1158–1165, 2013.
- [36] H.Y. Li, X.W. Lu, W.J. Li, and X.J. Jin. Microstructure and mechanical properties of an ultrahigh-strength 40 SiMnNiCr steel during the one-step quenching and partitioning process. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41(5):1284–1300, 2010.
- [37] L. Samek, E. De Moor, J. Penning, and B.C. De Cooman. Influence of alloying elements on the kinetics of strain-induced martensitic nucleation in low-alloy, multiphase high-strength steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 37(1):109–124, 2006.
- [38] J. Sun, H. Yu, S. Wang, and Y. Fan. Study of microstructural evolution, microstructure-mechanical properties correlation and collaborative deformation-transformation behavior of quenching and partitioning (Q&P) steel. *Materials Science and Engineering: A*, 596:89–97, 2014.
- [39] Z.J. Xie, Y.Q. Ren, W.H. Zhou, J.R. Yang, C.J. Shang, and R.D.K. Misra. Stability of retained austenite in multi-phase microstructure during austempering and its effect on the ductility of a low carbon steel. *Materials Science and Engineering: A*, 603:69–75, 2014.
- [40] T. Hönigmann. Vergleich von Analysemethoden zur quantitativen Bestimmung von Stahlphasen. <https://www.tugraz.at/fileadmin/userupload/Institute/IEP/ThermophysicsGroup/Files/Hoenigmann.pdf>, (April 2018).
- [41] FJ Humphreys. Characterisation of fine-scale microstructures by electron backscatter diffraction (EBSD). *Scripta Materialia*, 51(8):771–776, 2004.
- [42] L. Zhao, N.H. Van Dijk, E. Brück, J. Sietsma, and S. Van der Zwaag. Magnetic and X-ray diffraction measurements for the determination of retained austenite in TRIP steels. *Materials Science and Engineering: A*, 313(1-2):145–152, 2001.
- [43] Y.Y. Su, L.H. Chiu, T.L. Chuang, C.L. Huang, C.Y. Wu, and K.C. Liao. Retained austenite amount determination comparison in JIS SKD11 steel using quantitative metallography and X-ray diffraction methods. In *Advanced Materials Research*, volume 482, p. 1165–1168. Trans Tech Publ, 2012.
- [44] H. Krischner and B. Koppelhuber-Bitschnau. *Rietveldmethode*, 5. Springer, 1994.
- [45] S.K. Fawad. Quantitative analysis of multi-phase systems-steels with mixture of ferrite and austenite, 2004.
- [46] J. Lason, C. Jaczak, and S. Shin. Retained austenite and its measurement by X-ray diffraction. *SAE Technical Paper*, 1980.

- [47] ASTM Standard. E975-03: standard practice for X-ray determination of retained austenite in steel with near random crystallographic orientation. *ASTM, West Conshohocken, PA*, 2008.
- [48] Crystec Technology Trading GmbH. Öfen zur Wärmebehandlung von Verbindungselementen und Automobilteilen. <https://www.crystec.com/syhard.htm> (März 2018).
- [49] P. Seemann and M. Brenninger. A revolutionary heat treatment facility for new, high-strength automotive steels: the HICON/H2Q® CAL. <http://www.ebner.cc/en/steel/strip/h2-continuous-annealing-lines/> (März 2018).
- [50] M.R. Blankenau, M. Slack, and M. Brenninger. Performance characteristics of Hy-CAL toll continuous annealing facility.
- [51] ENISO DIN. 6892 Teil 1. *Metallische Werkstoffe-Zugversuch-Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur (ISO 6892-1: 2009); Deutsche Fassung EN ISO 6892-1: 2009*, 2009.
- [52] B.D. Cullity and R. Smoluchowski. Elements of x-ray diffraction. *Physics Today*, 10:50, 1957.
- [53] International Union of Crystallography. *International tables for X-ray crystallography*, Volume 2. Kynock Press, 1959.
- [54] RA. Grange and RW. Baughman. Hardness of tempered martensite in carbon and low alloy steels. *Trans. Am. Soc. Met*, 48:165–197, 1956.

Anhang

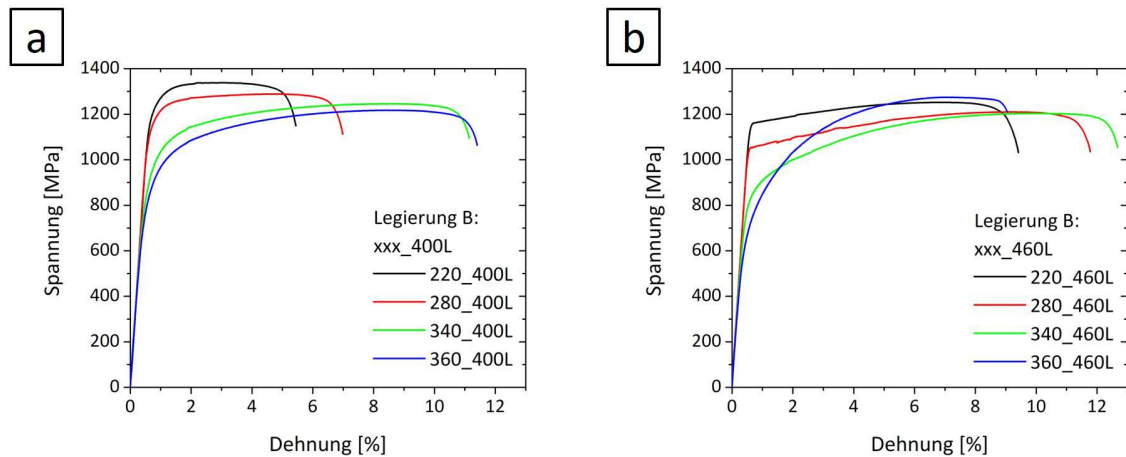


Abbildung A.1: Beispielhafte technische Spannungs-Dehnungskurven der Legierung B mit verschiedenen T_q und konstanten Partitioningparametern: a) 400 °C und 100 s und b) 460 °C und 100 s.

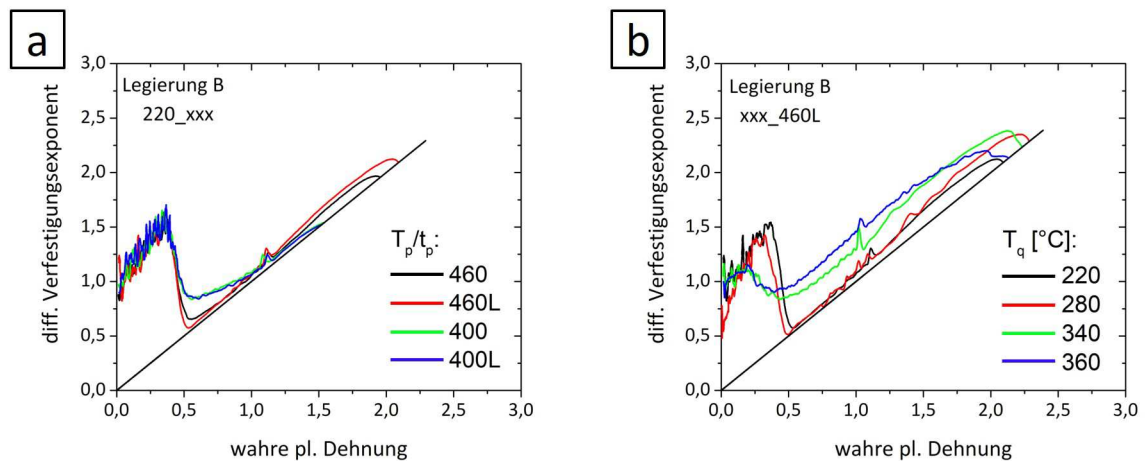


Abbildung A.2: Verfestigungskurven der Legierung B mit a) konstanter Quenchingtemperatur (220 °C) und b) konstanten Partitioningparametern (460 °C, 100 s).

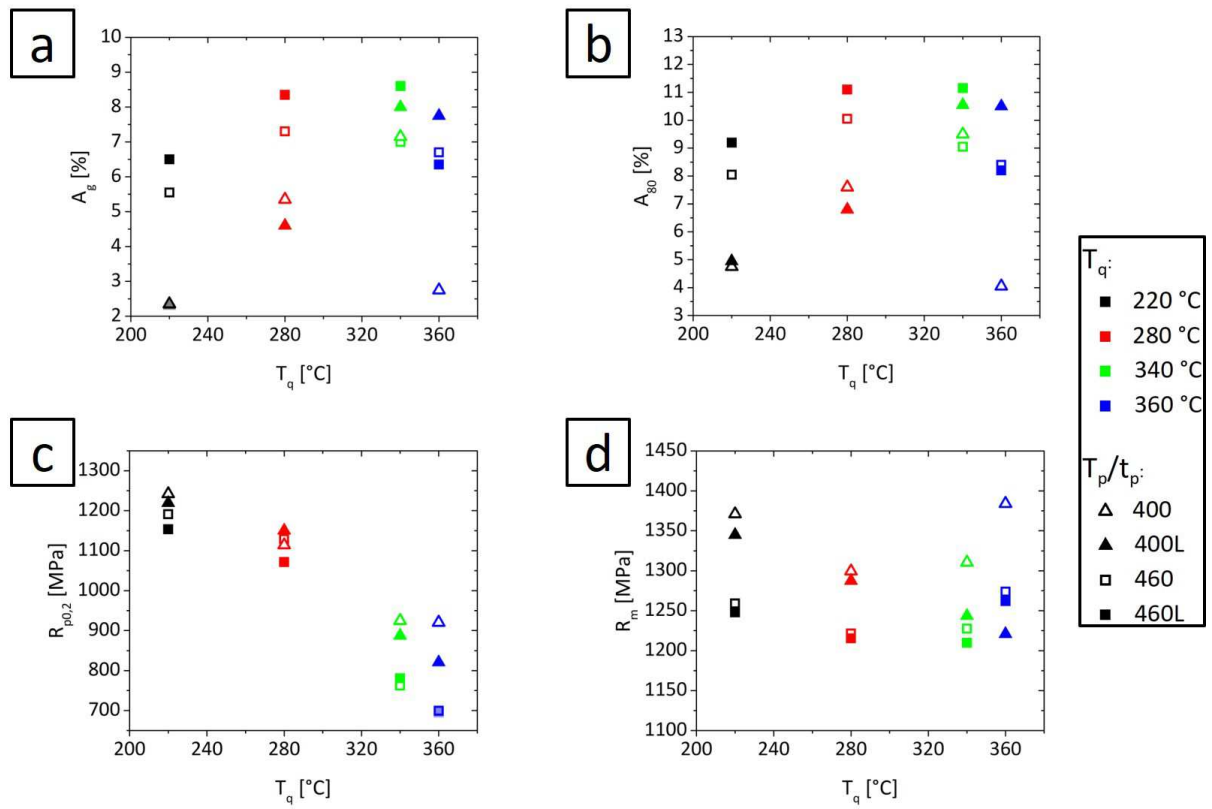


Abbildung A.3: Kennwerte des Zugversuchs der Legierung B in Abhängigkeit von T_q : a) A_g , b) A_{80} , c) $R_{p0,2}$, d) R_m .

Tabelle A.1: Mechanische Kennwerte des Zugversuchs für Legierung A.

	$R_{p0,2}$	R_m	A_g	A_{80}
	[MPa]	[MPa]	[%]	[%]
220_460	$1132 \pm 0,5$	$1224 \pm 1,5$	$4,6 \pm 0,1$	$6,7 \pm 0,0$
220_460L	$1103 \pm 4,5$	$1189 \pm 1,0$	$5,3 \pm 0,2$	$8,0 \pm 0,2$
220_400	$1165 \pm 12,5$	$1320 \pm 4,0$	$2,5 \pm 0,0$	$4,6 \pm 0,0$
220_400L	$1160 \pm 3,5$	$1298 \pm 1,5$	$2,5 \pm 0,0$	$4,5 \pm 0,0$
280_460	$1084 \pm 4,5$	$1175 \pm 2,5$	$5,9 \pm 0,0$	$7,9 \pm 0,1$
280_460L	$1042 \pm 6,0$	$1156 \pm 4,0$	$6,9 \pm 0,1$	$9,0 \pm 0,0$
280_400	$1107 \pm 6,5$	$1268 \pm 9,5$	$3,4 \pm 0,2$	$5 \pm 0,2$
280_400L	$1101 \pm 15,5$	$1255 \pm 11,0$	$2,8 \pm 0,0$	$4,8 \pm 0,0$
340_460	$863 \pm 37,9$	$1136 \pm 0,5$	$8,3 \pm 0,1$	$10,7 \pm 0,0$
340_460L	$836 \pm 28,2$	$1130 \pm 0,5$	$8,6 \pm 0,1$	$11,7 \pm 0,4$
340_400	$966 \pm 10,5$	$1238 \pm 8,5$	$5,4 \pm 0,0$	$7,2 \pm 0,0$
340_400L	$989 \pm 7,3$	$1176 \pm 4,5$	$5,2 \pm 0,2$	$7,4 \pm 0,1$
360_460	$746 \pm 37,8$	$1133 \pm 7,0$	$7,5 \pm 0,8$	$9,7 \pm 1,4$
360_460L	$736 \pm 16,0$	$1120 \pm 2,5$	$8,3 \pm 0,4$	$10,7 \pm 0,7$
360_400	$867 \pm 6,1$	$1264 \pm 24,5$	$4,2 \pm 0,5$	$5,8 \pm 0,7$
360_400L	$885 \pm 3,6$	$1159 \pm 0,5$	$6,5 \pm 0,0$	$9,1 \pm 0,1$

Tabelle A.2: Mechanische Kennwerte des Zugversuchs für Legierung B.

	$R_{p0,2}$	R_m	A_g	A_{80}
	[MPa]	[MPa]	[%]	[%]
220_460	$1191 \pm 11,0$	$1259 \pm 6,0$	$5,5 \pm 0,4$	$8,0 \pm 0,2$
220_460L	$1153 \pm 8,5$	$1248 \pm 4,0$	$6,5 \pm 0,1$	$9,2 \pm 0,2$
220_400	$1242 \pm 1,0$	$1371 \pm 3,0$	$2,3 \pm 0,0$	$4,7 \pm 0,1$
220_400L	$1219 \pm 7,5$	$1345 \pm 7,0$	$2,3 \pm 0,0$	$4,9 \pm 0,0$
280_460	$1129 \pm 5,0$	$1221 \pm 0,5$	$7,3 \pm 0,0$	$10,0 \pm 0,1$
280_460L	$1071 \pm 18,5$	$1215 \pm 5,5$	$8,3 \pm 0,2$	$11,1 \pm 0,2$
280_400	$1114 \pm 36,0$	$1299 \pm 11,5$	$5,3 \pm 0,6$	$7,6 \pm 0,9$
280_400L	$1150 \pm 6,5$	$1287 \pm 1,5$	$4,6 \pm 0,3$	$6,8 \pm 0,3$
340_460	$762 \pm 19,4$	$1227 \pm 5,5$	$7,0 \pm 0,4$	$9,0 \pm 0,2$
340_460L	$780 \pm 37,0$	$1210 \pm 7,0$	$8,6 \pm 0,7$	$11,1 \pm 1,0$
340_400	$924 \pm 4,9$	$1310 \pm 1,5$	$7,1 \pm 0,0$	$9,5 \pm 0,0$
340_400L	$887 \pm 16,1$	$1243 \pm 2,5$	$8,0 \pm 0,0$	$10,5 \pm 0,0$
360_460	$699 \pm 1,1$	$1274 \pm 0,0$	$6,7 \pm 0,3$	$8,4 \pm 0,3$
360_460L	$695 \pm 0,5$	$1262 \pm 12,0$	$6,3 \pm 0,0$	$8,2 \pm 0,3$
360_400	$920 \pm 1,0$	$1384 \pm 2,0$	$2,7 \pm 0,0$	$4,0 \pm 0,1$
360_400L	$820 \pm 14,7$	$1221 \pm 3,0$	$7,7 \pm 0,1$	$10,5 \pm 0,4$

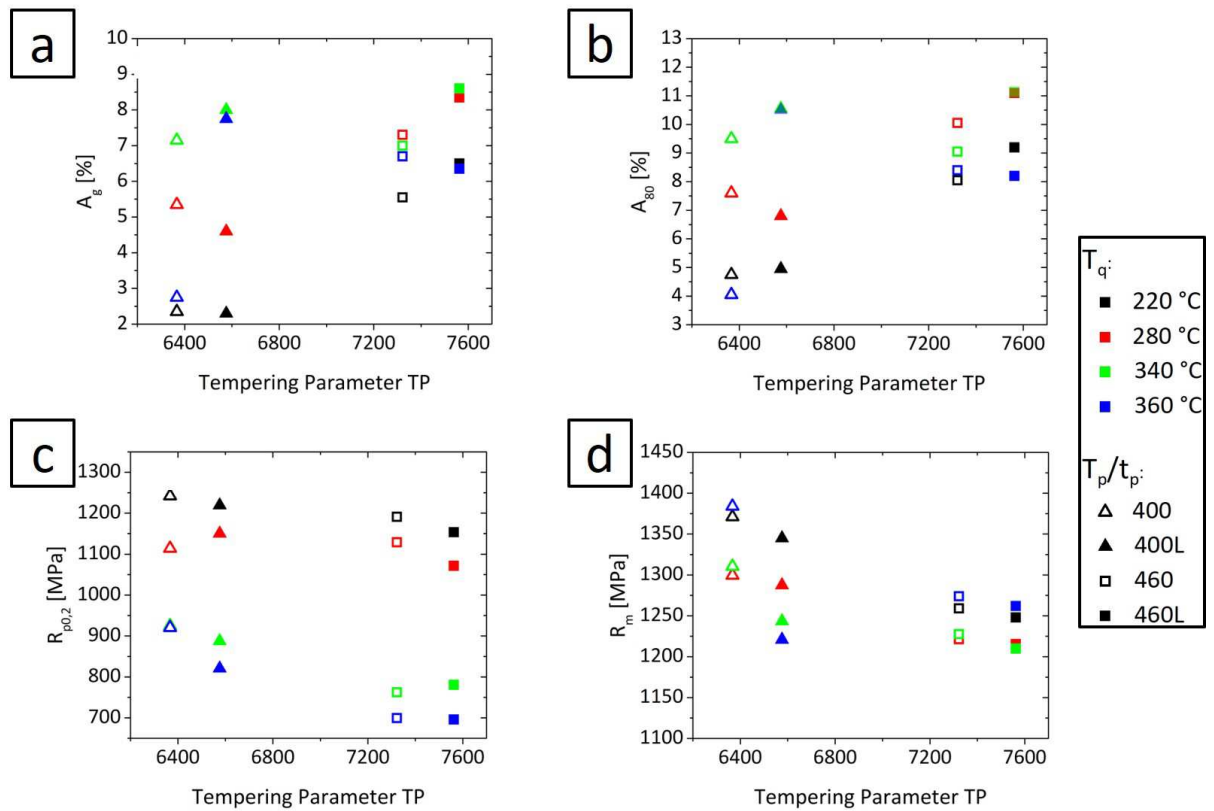


Abbildung A.4: Kennwerte des Zugversuchs der Legierung B in Abhängigkeit der Partitioningparameter: a) A_g , b) A_{80} , c) $R_{p0,2}$, d) R_m .

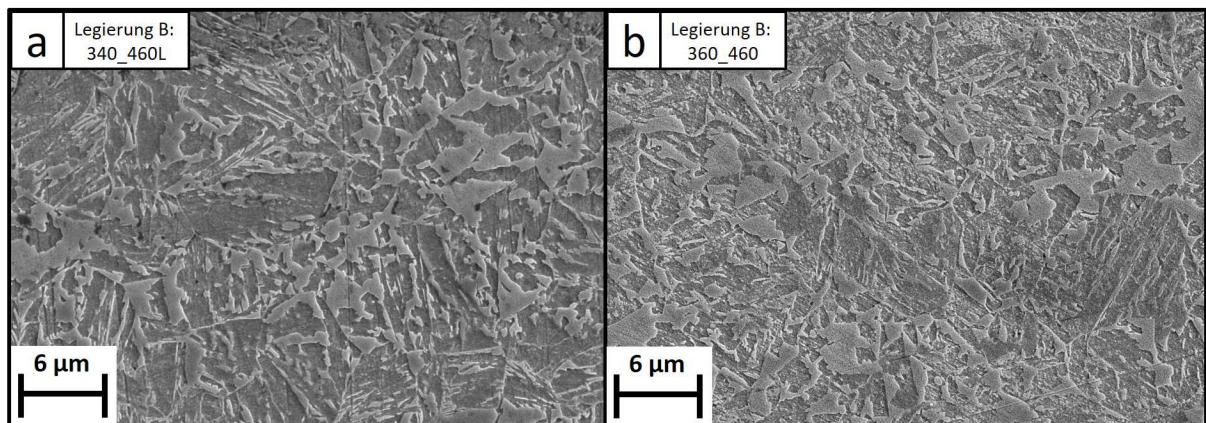
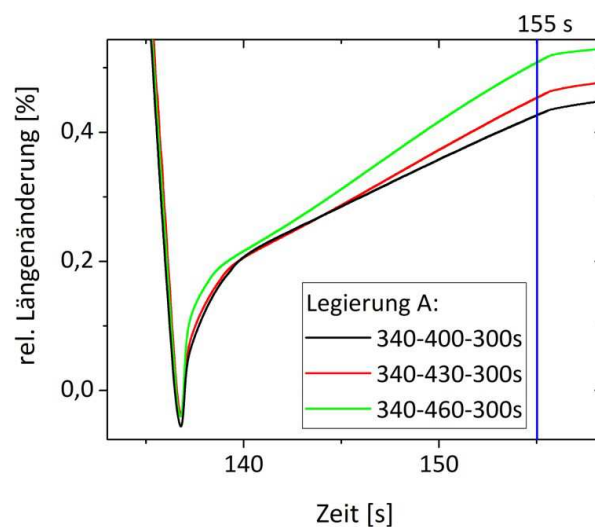


Abbildung A.5: Sichtbare Seigerungszeile bei höheren T_q bei der Legierung B für eine T_q von a) 340 °C und b) 360 °C.

Tabelle A.3: Mit zwei Methoden bestimmte Restaustenitgehalte der Legierungen A und B.

Auswertemethode	Rietveld	R-Faktoren	Rietveld	R-Faktoren
Einheit	[%]	[%]	[%]	[%]
Legierung	A	A	B	B
220_460	5,4	3,4	9,1	7,7
220_460L	3,4	2,5	5,5	4,9
220_400	5,9	4,1	7,3	6,5
220_400L	5,5	3,8	8,9	7,9
280_460	5,8	4,6	8,5	7,3
280_460L	4,1	3,1	8,9	7,8
280_400	5,8	4,5	8,8	8,1
280_400L	5,9	5,4	9,1	7,7
340_460	8,4	7,1	11,6	10,5
340_460L	4,7	4,4	14,3	11,8
340_400	8,2	6,6	11,9	9,5
340_400L	8,6	6,4	11,3	9,7
360_460	7,1	6,7	13,3	11,3
360_460L	8,3	6,6	9,2	9,4
360_400	7,9	6,0	9,9	8,6
360_400L	6,4	5,3	10,7	9,2

Abbildung A.6: Dilatometerkurven der Legierung A bei $T_q = 340 \text{ }^\circ\text{C}$ und verschiedenen Prozessparametern kurz nach dem Abschrecken auf T_q .