

**Montanuniversität Leoben**

**Einfluss der Mikrolegierung (Nb, Al, N) auf die  
Feinkornbeständigkeit von Einsatzstählen vom  
Typ 18CrNiMo7-6**



Die vorliegende Arbeit wurde am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben in Kooperation mit Buderus Edelstahl GmbH durchgeführt.

**Leoben, 05.03.2014**

**Eidesstattliche Erklärung:**

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

**Affidavit:**

I declare in lieu of oath, that I wrote this thesis and performed the associated research myself, using only literature cited in this volume.

Leoben, 05.03.2014

Zacharias Heike

# Inhaltsverzeichnis

<b>Vorwort</b> .....	<b>I</b>
<b>Abstract</b> .....	<b>II</b>
<b>Kurzfassung</b> .....	<b>III</b>
<b>Abkürzungsverzeichnis</b> .....	<b>IV</b>
<b>1 Einleitung</b> .....	<b>1</b>
<b>2 Theoretischer Hintergrund</b> .....	<b>3</b>
<b>2.1 Einsatzstahl</b> .....	<b>3</b>
2.1.1 Einfluss der Legierungselemente im 18CrNiMo7-6 .....	3
<b>2.2 Einsatzhärten</b> .....	<b>4</b>
2.2.1 Aufkohlen .....	4
2.2.2 Härten .....	5
2.2.3 Anlassen.....	5
<b>2.3 Kornwachstum</b> .....	<b>6</b>
2.3.1 Kontinuierliches Kornwachstum .....	7
2.3.2 Diskontinuierliches Kornwachstum .....	7
<b>2.4 Mikrolegierungselemente</b> .....	<b>8</b>
2.4.1 Kornwachstumshemmung .....	8
2.4.2 Seigerungsverhalten .....	10
2.4.3 Aluminiumausscheidungen.....	11
2.4.4 Niobausscheidungen.....	12
2.4.5 Komplexe Ausscheidungen .....	13
<b>2.5 Gefügeänderung beim Einsatzhärten von mikrolegierten Stählen</b> .....	<b>14</b>
2.5.1 Ausscheidungsvergrößerung.....	14
2.5.2 Austenitkorngröße .....	15
<b>3 Experimentelle Methoden</b> .....	<b>18</b>
<b>3.1 Untersuchtes Material</b> .....	<b>18</b>
<b>3.2 Thermo-Calc Berechnungen</b> .....	<b>18</b>
<b>3.3 Wärmebehandlung</b> .....	<b>19</b>
3.3.1 Vorvergüten.....	19
3.3.2 Wärmebehandlungen .....	19

<b>3.4</b>	<b>Metallografische Untersuchungen</b> .....	<b>20</b>
3.4.1	Gefügeuntersuchung .....	20
3.4.2	Bildanalyse .....	20
<b>3.5</b>	<b>REM Untersuchungen</b> .....	<b>21</b>
3.5.1	Probenpräparation .....	21
3.5.2	Messung und Auswertung .....	21
<b>3.6</b>	<b>TEM Untersuchungen</b> .....	<b>22</b>
3.6.1	Probenpräparation .....	22
3.6.2	Messung und Auswertung .....	22
<b>3.7</b>	<b>Atomsondenmessungen</b> .....	<b>23</b>
3.7.1	Probenpräparation .....	23
3.7.2	Messung und Auswertung .....	23
<b>4</b>	<b>Ergebnisse</b> .....	<b>24</b>
4.1	<b>Thermo-Calc Berechnungen</b> .....	<b>24</b>
4.2	<b>Korngrößenanalyse</b> .....	<b>28</b>
4.2.1	Einfluss von Seigerungen auf die Korngröße .....	28
4.2.2	Einfluss von Wärmebehandlungen auf die Korngröße .....	30
4.3	<b>Ausscheidungsuntersuchung</b> .....	<b>37</b>
4.3.1	Untersuchung der Legierungsvarianten .....	37
4.3.2	Betrachtung der Wärmebehandlungsbedingungen .....	41
4.4	<b>Betrachtung der gelösten Elemente</b> .....	<b>43</b>
<b>5</b>	<b>Diskussion</b> .....	<b>46</b>
5.1	<b>Thermo-Calc Berechnungen</b> .....	<b>46</b>
5.2	<b>Korngrößenanalyse</b> .....	<b>46</b>
5.3	<b>Ausscheidungsuntersuchung</b> .....	<b>48</b>
5.4	<b>Betrachtung der gelösten Elemente</b> .....	<b>50</b>
<b>6</b>	<b>Zusammenfassung</b> .....	<b>51</b>
	<b>Literaturverzeichnis</b> .....	<b>VI</b>

## **Vorwort**

Ich möchte mich bei Herrn Professor Helmut Clemens für die Möglichkeit am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung eine Diplomarbeit zu verfassen, sowie für seine wissenschaftliche Betreuung, bedanken.

Meiner Betreuerin Dr. Sophie Primig gilt ein besonderer Dank für die große Hilfe während meiner Diplomarbeit und ihren wertvollen Anregungen. Außerdem danke ich den Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Departments Metallkunde und Werkstoffprüfung, vor allem aber den Mitgliedern der Stahl- und Refraktärmetallgruppe, welche mir im Rahmen dieser Arbeit stets mit Rat und Tat zur Seite standen.

Für die Betreuung der Diplomarbeit bei Buderus Edelstahl GmbH sowie für zahlreiche Diskussionen möchte ich mich bei Dr. Johannes Arndt bedanken. Darüber hinaus danke ich den Mitarbeitern bei Buderus Edelstahl GmbH, welche mich bei meinen Deutschlandaufenthalten bei meiner Arbeit unterstützt haben. Herrn Dr. Devrim Caliskanoglu danke ich an dieser Stelle für die Ermöglichung dieser Arbeit seitens des Industriepartners.

Ein großer Dank gilt auch meinen Freunden, die mich unterstützt und mir meine Studienzeit an so manchen Abenden versüßt haben. Vor allem möchte ich dabei Jessi, die mir in den letzten Jahren immer zur Seite stand, und David, der mir mein letztes Unijahr zu einem der schönsten machte, bedanken.

Meinen Eltern danke ich, dass sie mir diese Ausbildung ermöglicht haben und ich mich ganz auf mein Studium konzentrieren konnte. Meiner Schwester danke ich für die zahlreichen Korrekturen meiner Diplomarbeit.

Vielen Dank, dass ihr immer für mich da wart!

Danke an Alle

## Abstract

The case-hardening steel 18CrNiMo7-6 is used for large gear wheels in wind turbines. To achieve the requirements for a wear resistant and tough material, the steel is carburized and case hardened at 980 °C for 80 hours. During this heat treatment grain growth occurs, which deteriorates the mechanical properties of the material and the dimensional stability of the gears. To avoid this, the steel is micro-alloyed with aluminium and niobium. These elements pin the grain boundaries in form of carbides and nitrides to reduce the grain growth during the heat treatment. However, a disadvantage of this alloying system is the high affinity of aluminium to oxygen resulting in an increase of non-metallic inclusions, which decrease the fatigue strength of the gear parts. Therefore, an aluminium-reduced modification of this steel is required, which still avoids grain growth.

In this work the grain size stability of several micro-alloyed variants of the case-hardening steel 18CrNiMo7-6 under different heat treatment conditions was examined. For this purpose the grain size of prior austenite grains was observed by light microscopy. Furthermore, Thermo-Calc calculations were carried out and compared to atom probe measurements. Additionally, the precipitates were investigated in detail to determine the influences of the type of heat treatment. Scanning- and transmission electron microscopy was applied for this means.

Thermo-Calc calculations showed different precipitation potentials of the investigated alloys. This trend was confirmed by the atom probe measurements. The grain size evaluation with the aid of density distribution curves revealed a bimodal grain structure, whereby the individual alloys showed different distributions. A closer analysis of the precipitates by scanning- and transmission electron microscopy revealed a frequency distribution curve with a bimodal distribution. The effective precipitation size range for grain boundary pinning was calculated and the coarsening behaviour was compared to established coarsening theories.

## Kurzfassung

Der Einsatzstahl 18CrNiMo7-6 wird für großdimensionale Getriebebauteile in Windrädern eingesetzt. Um die Anforderungen von einem verschleißfesten und trotzdem zähen Werkstoff zu realisieren, werden die Bauteile bei 980 °C bis zu 80 h aufgekocht und einsatzgehärtet. Dabei setzt Kornwachstum ein, welches die mechanischen Kennwerte des Materials erheblich herabsetzt und zu Verzug führen kann. Um die Feinkornstabilität bei diesen Bedingungen zu gewährleisten wird dieser Stahl mit Aluminium und Niob mikrolegiert. Diese Elemente sollen in Form von Karbiden und Nitriden die Korngrenzen bei der Wärmebehandlung pinnen und somit das Kornwachstum reduzieren. Nachteilig an diesem Legierungssystem ist jedoch die hohe Affinität von Aluminium zu Sauerstoff, wodurch sich vermehrt nichtmetallische Einschlüsse bilden, welche die Ermüdungsfestigkeit der Bauteile herabsetzen. Deshalb wird eine kornwachstumshemmende aluminium-reduzierte Variante dieses Stahls angestrebt.

In dieser Arbeit wurde die Feinkornstabilität verschiedener mikrolegierter Varianten des Einsatzstahles 18CrNiMo7-6 bei unterschiedlichen Wärmebehandlungsbedingungen bestimmt. Dazu wurden die ehemaligen Austenitkorngrenzen mittels Lichtmikroskop untersucht. Des Weiteren wurden die Legierungsvarianten mit Thermo-Calc berechnet und mit Atomsondenmessungen verglichen. Die Ausscheidungen einzelner Zustände wurden näher betrachtet um den Legierungs- und Wärmebehandlungseinfluss zu bestimmen. Hierfür wurden Messungen mit dem Rasterelektronen- und dem Transmissionselektronenmikroskop durchgeführt.

Die Thermo-Calc Berechnungen zeigten, dass die untersuchten Legierungsvarianten unterschiedliche Ausscheidungspotentiale aufweisen. Dieser Trend wurde durch Atomsondenmessungen bestätigt. Bei der Auswertung der Korngröße wurde anhand von Dichteverteilungskurven eine bimodale Gefügestruktur aller Legierungen festgestellt, wobei die einzelnen Legierungen unterschiedliche Verteilungen zeigten. Bei der genaueren Analyse der Ausscheidungen mittels Rasterelektronen- und Transmissionselektronenmikroskop konnte über eine Häufigkeitsverteilungskurve ebenfalls eine bimodale Verteilung der Ausscheidungsgröße festgestellt werden. Zusätzlich wurde mit den Messwerten der effektive Größenbereich der Ausscheidungen für den Effekt des Korngrenzenpinnens berechnet und deren Vergrößerungsverhalten mit gängigen Vergrößerungstheorien verglichen.

## Abkürzungsverzeichnis

AlN	.....	Aluminiumnitrid
$\alpha$	.....	Gleichgewichtswinkel
$\alpha_k$	.....	Proportionalitätskonstante 1
at%	.....	Atomprozent
$C_0$	.....	Gleichgewichtslöslichkeit von Fremdatomen in der Matrix ohne Grenzflächeneinfluss
D	.....	Korndurchmesser
$D_m$	.....	mittlerer Korndurchmesser
$D_{max}$	.....	maximaler Korndurchmesser
$d_p$	.....	Durchmesser der Ausscheidungen
$\emptyset$	.....	Durchmesser
$D_V$	.....	Volumendiffusionskoeffizient
$d_z$	.....	Zener Durchmesser: maximal effektive Ausscheidungsgröße
EDX	.....	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
EELS	.....	Elektronenenergieverlustspektroskopie
Eht	.....	Einhärtetiefe
Error%	.....	Fehler in Prozent
F	.....	Fremdatom
f	.....	Volumenanteil der ausgeschiedenen Phase
$\gamma$	.....	Oberflächenspannung
HNO <sub>3</sub>	.....	Nitallösung (10 % Salpetersäure)
k	.....	Proportionalitätskonstante 2
K	.....	Proportionalitätskonstante 3
LIMI	.....	Lichtmikroskop
LSW	.....	Lifshitz Slyozov Wagner Theorie
MCL	.....	Materials Center Leoben
m%	.....	Massenprozent
ML 2	.....	Mikrolegierung 2
n	.....	Exponent beim Kornwachstum, abhängig von Reinheit und Textur der Legierung und der Dauer der Wärmebehandlung
NbC	.....	Niobkarbid
Nb(C,N)	.....	Niobkarbonitrid
NbN	.....	Niobnitrid
NME	.....	Nichtmetallischer Einschluss
REM	.....	Rasterelektronenmikroskop

---

$r_p$ .....	Radius der Ausscheidungen
SDAS .....	Secondary dendrite arm spacing
$\sigma$ .....	Spannung: treibende Kraft auf die Korngrenze
$\sigma_z$ .....	Zener Kraft
STEM .....	Scanning transmission electron microscope
STL .....	Standardlegierung
STML .....	Standardmikrolegierung
t .....	Dauer der Wärmebehandlung
T .....	Temperatur
TEM .....	Transmissionselektronenmikroskop
TU .....	Technische Universität
VL 1 .....	Versuchslegierung 1
VL 2 .....	Versuchslegierung 2
v% .....	Volumenprozent

# 1 Einleitung

Die vorliegende Diplomarbeit setzt sich mit der Feinkornbeständigkeit unterschiedlicher Legierungsvarianten des Einsatzstahles 18CrNiMo7-6 bei den Prozessbedingungen des Einsatzhärtens von Bauteilen in großen Dimensionen auseinander.

Alternative Energiequellen wie Windkraftträder nehmen einen wichtigen Stellenwert in der Stromerzeugung ein. Um die Effizienz weiter zu steigern werden immer extremere Anforderungen an die Bauelemente solcher Windkraftträder gestellt. Besonders das Getriebe wird bis an seine technischen Grenzen ausgereizt. Obwohl es hoher und wechselnder Belastung ausgesetzt ist, muss es eine lange Lebensdauer aufweisen. Dadurch ergeben sich besondere Anforderungen an das Material. Einerseits muss eine hohe Härte gewährleistet werden, um den Verschleiß zu minimieren, andererseits muss der Werkstoff zäh genug sein, um die Belastungen auszuhalten. Dies wird durch Einsatzhärtens des Getriebebestahls 18CrNiMo7-6 realisiert. Dabei wird der Rand des Bauteils unter bestimmten Bedingungen aufgekühlt, um die Härte zu steigern, während der Kern chemisch inert bleibt [1].

Die extremen Prozessparameter beim Aufkohlen dieser Bauteile führen jedoch zu einer Kornvergrößerung, welche die Zähigkeitskennwerte des Werkstoffes senken. Über Mikrolegierungselemente wie Aluminium und Niob soll dieser Effekt minimiert werden. Die Mikrolegierungselemente, in Form von Karbiden und Nitriden, pinnen dabei die Korngrenzen im Gefüge und sollen so die Feinkornstabilität des Materials bei hohen Temperaturen und langen Glühzeiten gewährleisten [2, 3].

Das Mikrolegierungskonzept zur Feinkornstabilisierung wurde schon in den 80er-Jahren aufgegriffen [2, 4]. In den letzten Jahren beschäftigte man sich mehr mit der Kornwachstumsvermeidung bei kurzen Hochtemperaturaufkohlungen mit den Mikrolegierungselementen Titan, Vanadium und Niob [5, 6, 7].

Eine Mikrolegierung des Einsatzstahls 18CrNiMo7-6 auf Basis von 0,035 m% Aluminium und 0,03 m% Niob wird bereits für Getriebebauteile eingesetzt. Wegen der hohen Affinität des Aluminiums zu Sauerstoff bilden sich in diesem Werkstoff jedoch vermehrt nichtmetallische Einschlüsse (NME), welche die Ermüdungsfestigkeit dieses Materials erheblich senken [7, 8]. Deshalb wird eine aluminiumreduzierte Variante mit gleicher Feinkornstabilität bei langen Aufkohlzeiten und hohen -temperaturen angestrebt. Mit Thermo-Calc wurden unterschiedliche Legierungszusammensetzungen dieses Einsatzstahles bei Buderus Edelstahl GmbH berechnet, um eine optimale Ausscheidungsstruktur zu erzielen und ebenfalls die Wahrscheinlichkeit für die Oxidbildung einzuschränken. Daraus ergaben sich drei neue Legierungen mit unterschiedlichen Niob und Aluminiumgehalten.

Ziel der Arbeit ist die Feinkornstabilität der Versuchslegierungen zu verifizieren und mit den Standardmaterialien zu vergleichen. Außerdem soll das Ausscheidungsverhalten dieser Legierungen charakterisiert werden. Zusätzlich soll die Fragestellung, in wie weit der Aluminiumgehalt entscheidend ist, geklärt werden. Dazu wurden folgende fünf Materialien untersucht:

- **Standardlegierung (STL)**  
Einsatzstahl 18CrNiMo7-6
- **Standardmikrolegierung (STML)**  
18CrNiMo7-6 mit relativ hohem Anteil an den Mikrolegierungselementen Al und Nb
- **Versuchslegierung 1 (VL 1)**  
Der Grundwerkstoff mit niedrigerem Al- Gehalt und etwas höherem Nb- und C- Gehalt
- **Versuchslegierung 2 (VL 2)**  
Ähnlich Versuchslegierung 1 nur mit etwas höheren Al- Gehalt bei ca. gleichem Nb- und C- Gehalt
- **Mikrolegierung 2 (ML 2)**  
Ähnlich der Standardmikrolegierung, jedoch mit niedrigerem Al- Gehalt

Die Legierungen wurden einer Funkenspektralanalyse unterzogen. Mit diesen Messwerten wurde das Ausscheidungspotenzial dieser Stähle mit Thermo-Calc nachgerechnet. Alle Werkstoffe wurden wärmebehandelt, um den Einsatzhärtevorgang zu simulieren. Danach wurden metallografische Untersuchungen mit dem Lichtmikroskop und eine Korngrößenbestimmung aller Proben durchgeführt. Um die Größe der Ausscheidungen und die Verteilung dieser zu bestimmen, wurden anschließend Messungen mit dem Transmissionselektronenmikroskop (TEM) und dem Rasterelektronenmikroskop (REM) einzelner Proben vollzogen. Zum Schluss wurde mithilfe der Atomsonde die Elementverteilung von zwei ausgewählten Zuständen untersucht.

## 2 Theoretischer Hintergrund

### 2.1 Einsatzstahl

Einsatzstähle besitzen aufgrund ihres niedrigen Kohlenstoffgehaltes bis zu 0,3 m% eine gewisse Grundzähigkeit aber auch eine begrenzte Härbarkeit. Um die geforderten Eigenschaften von hoher Randhärte und Kernzähigkeit zu erzielen, werden sie an der Oberfläche entweder aufgekohlt oder karbonitriert. Dadurch können die Belastungen im Betrieb, wie der mechanische Verschleiß der Randzone und schlagende Beanspruchungen, vom Werkstoff aufgenommen werden. Durch die Steigerung der Anforderungen im Betrieb und der Forderung einer höheren Einhärbarkeit werden die sonst unlegierten Stähle mit bestimmten Elementen niedrig legiert. Somit können gewünschte Eigenschaften wie die Eignung zum Direkthärten, eine ausreichende Härbarkeit und Zähigkeit des Grundwerkstoffes, eine minimale Tiefe der Randschicht sowie eine gewisse Reinheit und Feinkornbeständigkeit des Werkstoffes eingestellt werden [9, 10].

#### 2.1.1 Einfluss der Legierungselemente im 18CrNiMo7-6

- **Kohlenstoff**

Der Kohlenstoffmassenanteil im Material bestimmt seine Aufhärbarkeit, d.h. die höchste erreichbare Härte. Der Einsatzstahl 18CrNiMo7-6 besitzt ca. 0,16 m% C, wodurch die Grundhärte des Werkstoffes eingeschränkt ist.

- **Chrom**

Chrom senkt mit seinem Gehalt von ca. 1,7 m% die kritische Abkühlgeschwindigkeit des Werkstoffes, wodurch seine Einhärbarkeit gesteigert wird. Diese bestimmt den Härteverlauf ins Innere des Werkstückes und ist vom Umwandlungsverhalten des Materials beim Abschrecken abhängig. Zusätzlich weist das Material aufgrund von Chromkarbiden eine höhere Härte auf.

- **Nickel**

Der Gehalt von ca. 1,5 m% Nickel senkt ebenfalls die kritische Abkühlgeschwindigkeit, wodurch eine bessere Durchhärtung des Materials auftritt.

- **Molybdän**

Auch Molybdän erhöht die Durchhärtung des Werkstoffes. Außerdem wird die Eindringtiefe des Kohlenstoffes beim Einsatzhärten gering erhöht. Des Weiteren tritt eine Steigerung des Randkohlenstoffgehaltes ein [9, 11].

Bei Untersuchungen dieses Einsatzstahles [12] wurde festgestellt, dass sich an den Korngrenzen grobe (FeCrMo)- Karbide in einem Größenbereich von mehreren 100 nm bilden.

## 2.2 Einsatzhärten

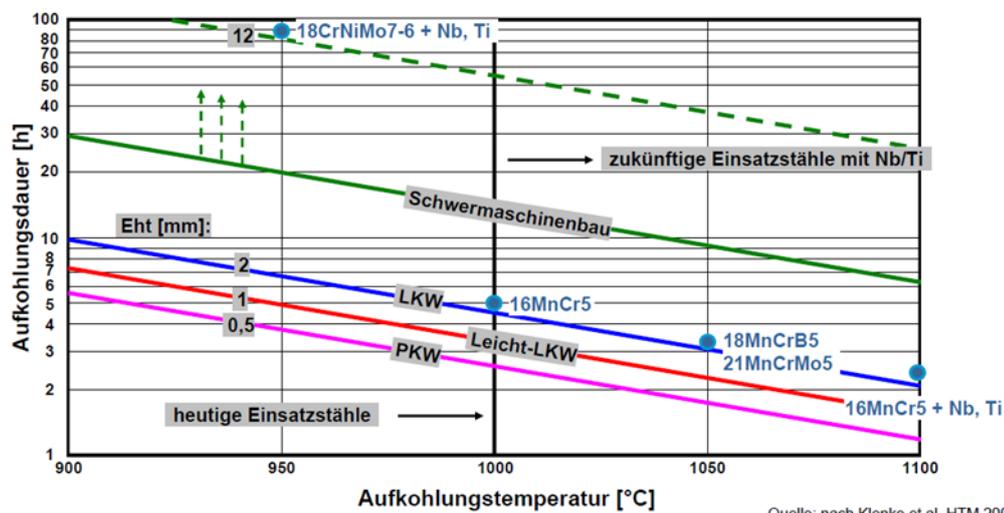
### 2.2.1 Aufkohlen

Bei dem zuvor beschriebenen Kohlenstoffgehalt des Einsatzstahles lässt sich auch bei einer vollmartensitischen Härtung die gewünschte Randhärte nicht einstellen. Deshalb muss der Werkstoff in einer Kohlenstoffatmosphäre bis in den Austenitbereich erwärmt und gehalten werden. In diesem Gebiet kann sich das Material mit Kohlenstoff anreichern, da der Austenit ein höheres Lösungsvermögen für Kohlenstoff besitzt als der Ferrit. Dabei stellt sich ein Diffusionsvorgang ein, wobei die Werkstoffrandschicht mit Kohlenstoffatomen angereichert wird [9].

#### Diffusionsvorgang

Bei der Glühbehandlung diffundiert der Kohlenstoff aus dem Aufkohlungsmedium in die Werkstückoberfläche. Die treibende Kraft für die Kohlenstoffaufnahme ist der Unterschied zwischen dem chemischen Potential des reinen Kohlenstoffes und dem Potential des Kohlenstoffes im Austenit. Diese Differenz ist von der Kohlenstoffaktivität und der Temperatur abhängig. Die Aktivität ist wiederum von der Kohlenstoffkonzentration abhängig und kann durch Legierungselemente beeinflusst werden. An der Kontaktfläche von Werkstück und Aufkohlungsmedium bildet der Kohlenstoff eine Grenzschicht. An dieser wird ein Teil der freien Kohlenstoffatome vom Werkstück absorbiert und im Eisen gelöst. Entlang von Korngrenzen diffundiert der Kohlenstoff ins Innere des Werkstückes, wodurch ein Konzentrationsgefälle entsteht [13].

Die erreichbare Einhärtetiefe und Härte sind von der Aufkohlungstemperatur und -dauer und der Stahlzusammensetzung abhängig, wie in Abb. 2.1 ersichtlich. Um die gewünschte Tiefe von mehreren Millimetern zu erreichen, müssen großdimensionierte Bauteile bis zu 80 Stunden bei Temperaturen von 950 °C gehalten werden [13].



Quelle: nach Klenke et al, HTM 2005

Abb. 2.1: Abhängigkeit der Einhärtetiefe von der Aufkohlungsdauer und -temperatur [14]

### Aufkohlungsmedien

Mit Holzkohle in Form von Pulver oder Granulat werden kleine Bauteile aufgekohlt. Mit Sauerstoff bildet sich Kohlenmonoxid gemäß der Boudouard-Reaktion, welcher den Kohlenstofflieferanten an die Grenzschicht darstellt. Beim Aufkohlen in einer Salzschnmelze wird der Werkstoff karbonitriert. Gase wie Propan, Methan oder Erdgas werden für das Aufkohlen großer Bauteile in Vakuumöfen oder Öfen mit Überdruck eingeblasen [13].

### 2.2.2 Härten

Die geforderten Eigenschaften des Bauteiles stellen sich erst nach dem Aufkohlen beim anschließenden Härten ein. Entsprechend dem Kohlenstoffprofil unterscheidet sich das Härtenverhalten des Randes von dem des Kernes. Es gibt viele unterschiedliche Härteverfahren wie das Direkthärten, das Einfachhärten und das Doppelhärten. Wegen seiner hohen Wirtschaftlichkeit wird ein direktes Härten angestrebt. Deshalb wird an dieser Stelle darauf näher eingegangen [15].

#### Direkthärtung

Bei der Direkthärtung, der Härtung aus der Hitze des Kohlungsprozesses, muss ein feinkörniger Stahl gewährleistet werden, damit sich die gewünschten mechanischen Eigenschaften von Kern und Randbereich einstellen [13]. In der Großserienfertigung werden Getriebebauteile bei vorherigem Gasaufkohlen direkt gehärtet. Bei Temperaturen über 950 °C und langen Haltezeiten, wie es bei Bauteilen großer Dimensionen üblich ist, tritt hierbei Grobkornbildung ein. Deshalb sollten hierfür nur Feinkornstähle eingesetzt werden [15]. In Abb. 2.2 ist schematisch der Vorgang beim Direkthärten dargestellt.

### 2.2.3 Anlassen

Durch ein nachgestelltes Anlassen des Werkstückes bei ca. 180 °C für eine Stunde scheidet sich der Kohlenstoff aus dem Martensit in Form von Karbiden aus. Dadurch sinkt die Härte geringfügig, da das Gitter weniger verzerrt wird, jedoch sinkt auch die Rissempfindlichkeit ab. Der Werkstoff entspannt sich und wird dadurch leichter bearbeitbar [16]. In Abb. 2.2 ist ebenfalls schematisch der Anlassvorgang eingezeichnet.

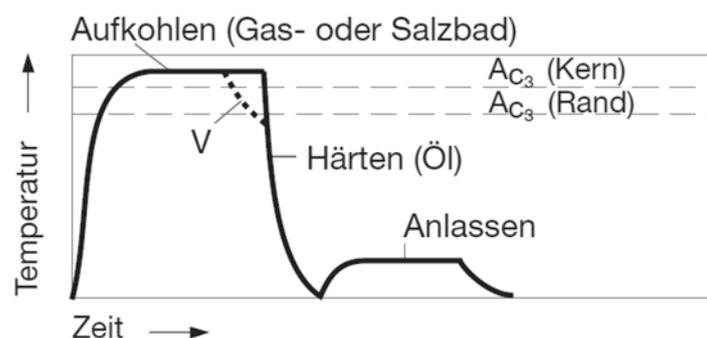


Abb. 2.2: Zeit- Temperaturverlauf beim Direkthärten [15]

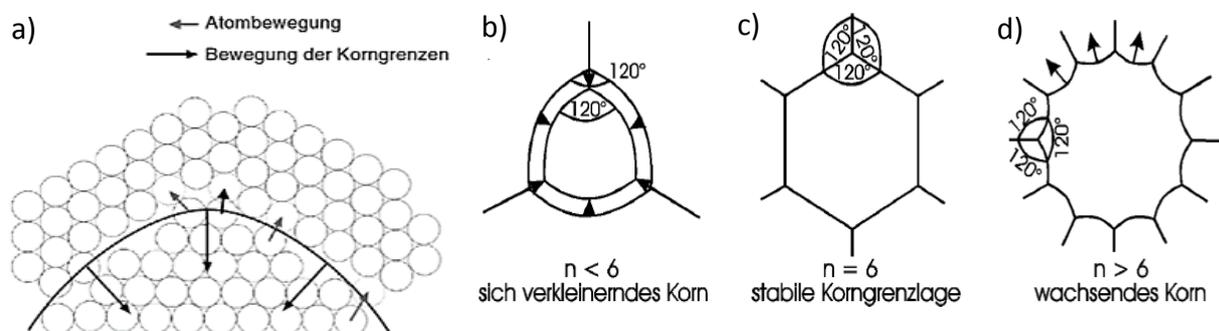
## 2.3 Kornwachstum

Korngrenzen stellen in einer polykristallinen Struktur Bereiche mit erhöhter Oberflächenenergie dar. Dadurch befindet sich das Gefüge in einem metastabilen Zustand. Bei einer thermischen Aktivierung setzt eine diffusionskontrollierte Bewegung der Korngrenzen ein. Da das System bestrebt ist, seine Energie zu minimieren, beginnen die Körner zu wachsen, um die Korngrenzenoberfläche und somit ihre Gibbs'sche freie Energie zu reduzieren [17, 18].

Die Anordnung der Körner im Gefüge ergibt sich aus der Bedingung von vollständiger Raumerfüllung und dem Gleichgewicht der Grenzflächenspannung an Korngrenzen und Ecken. Das Gleichgewicht der Korngrenzen für einphasige Werkstoffe stellt sich in einem zweidimensionalen Modell nur ein, wenn sich gerade Korngrenzen bilden und sich die Ecken der Körner unter einem Gleichgewichtswinkel treffen. Somit ergibt sich eine sechseckige Struktur der Körner bei einem Gleichgewichtswinkel von  $120^\circ$ . In einem Eckpunkt müssen die Oberflächenspannungen  $\gamma$  im Gleichgewicht sein. Die Bedingung (2.1) beschreibt dieses Verhalten [19].

$$\frac{\gamma_1}{\sin \alpha_1} = \frac{\gamma_2}{\sin \alpha_2} = \frac{\gamma_3}{\sin \alpha_3} \quad (2.1)$$

Der Gleichgewichtswinkel  $\alpha$  ist von den Oberflächenspannungen der verschiedenen Phasen abhängig und bei mehrphasigen Legierungen von  $120^\circ$  abweichend. Ein Korn mit ungleich sechs Ecken kann die oben genannte Bedingung nur dann erfüllen, wenn seine Korngrenzen gekrümmt sind [19]. Dadurch erhöht sich aber die Korngrenzenfläche, womit eine Steigerung der freien Enthalpie einhergeht. Deshalb bewirkt die Krümmung eine Kraft in Richtung des Krümmungsmittelpunktes, wodurch die Atome bei hohen Temperaturen und langen Haltezeiten zu wandern beginnen (Abb. 2.3.a). Als Folge stellt sich bei Körnern mit mehr als sechs Ecken auf Kosten der anderen ein Wachstum ein, damit die Energie des Systems minimiert wird (Abb. 2.3.b-d) [17].



**Abb. 2.3:** **a)** Atom- und Korngrenzenbewegung [18], **b)** schrumpfendes Korn [20],  
**c)** stabiles Korn [20], **d)** wachsendes Korn [20]

Die treibende Kraft auf die Korngrenzen kann als Spannung  $\sigma$  formuliert werden, welche vom mittleren Korndurchmesser  $D_m$  abhängig ist, wie in Formel (2.2) ersichtlich [21].

$$\sigma = \frac{2\gamma}{D_m} \quad (2.2)$$

### 2.3.1 Kontinuierliches Kornwachstum

Normales Kornwachstum ist durch eine stetige Kornvergrößerung aller Körner charakterisiert. Wie in Abb. 2.4.a dargestellt, bleibt dabei die Form der Korngrößenverteilung konstant, lediglich die durchschnittliche Korngröße steigt an [22]. Laut [17, 21] kann die Zunahme der mittleren Korngröße über ein experimentell ermitteltes Zeitgesetz (2.3) bestimmt werden.

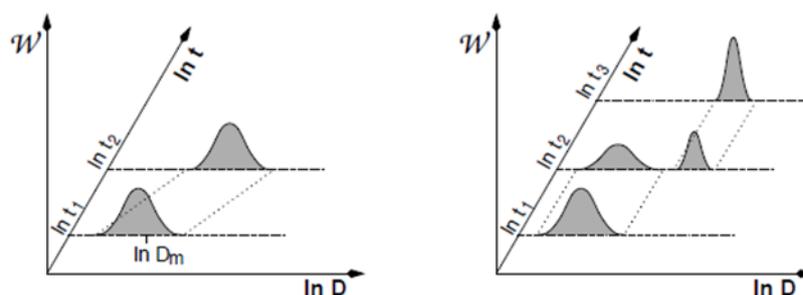
$$D_m = k * t^n \quad (2.3)$$

Damit ist ersichtlich, dass  $D_m$  von der Dauer der Wärmebehandlung  $t$  abhängig ist. Der Exponent  $n$  wiederum ist von der Reinheit, der Textur der Legierung und von der Wärmebehandlungstemperatur abhängig und liegt in einem Bereich von ca. 0,1 bis 0,5 [21].

### 2.3.2 Diskontinuierliches Kornwachstum

Ist bei der Wärmebehandlung eine zweite Phase in der Legierung vorhanden, welche das stetige Kornwachstum behindert, kann daraus eine diskontinuierliche Kornvergrößerung resultieren. Dies ist durch eine uneinheitliche Verteilungsfunktion der Korngröße, durch das Wachstum einzelner Körner auf Kosten der Kleineren, gekennzeichnet (Abb. 2.4.b) [22]. Das abnormale oder unstetige Kornwachstum entsteht, wenn die Partikel der zweiten Phase ungleichmäßig im Gefüge verteilt sind oder sich die Glühbehandlungstemperatur in der Nähe der Löslichkeitstemperatur dieser Teilchen befindet. Die Korngröße ist um den Faktor 5 bis 10 größer als beim normalen Kornwachstum [17]. Ein Korn, welches ein unstetiges Kornwachstum aufweist, muss eine kritische Größe besitzen. Diese ist durch die Formel (2.4) gegeben.  $D_{max}$  ist dabei der maximale Korndurchmesser, der sich aufgrund des Zener Pinnings einstellt [21].

$$D > \frac{D_m}{1 - \frac{D_m}{D_{max}}} \quad (2.4)$$



**Abb. 2.4:** Größenverteilung a) kontinuierliches b) diskontinuierliches Kornwachstum [17]

## 2.4 Mikrolegierungselemente

Mikrolegierungen sind Legierungen mit einer gewollten Zugabe von bis zu 0,1 m% eines Elementes. Aluminium, Vanadium, Titan oder Niob gehören zu den typischen Mikrolegierungselementen. Wegen ihres differenten Auflösungs- und Ausscheidungsvermögen ergeben sich je nach Wahl des Elementes unterschiedliche Einsatzmöglichkeiten der Legierungen. Durch die Zugabe werden die Eigenschaften des Grundwerkstoffes positiv beeinflusst, ändern jedoch nicht das grundsätzliche Verhalten des Materials. Diese positive Wirkung zeigt sich vor allem bei un- und niedriglegierten Stählen [4].

Die Mikrolegierungselemente wirken im Austenit- und Ferritgebiet in gelöster und ausgeschiedener Form. Ausgeschieden findet man diese in Verbindung mit Kohlenstoff, Stickstoff und Sauerstoff in Form von Karbiden, Nitriden und Oxiden. Partikel aus fester Phase nehmen im Austenit vor allem Einfluss auf die Korngröße, im Umwandlungsgefüge wie z.B. Ferrit sind sie hauptsächlich für eine Festigkeitssteigerung verantwortlich [23, 24].

### 2.4.1 Kornwachstumshemmung

Teilchen aus fester Phase, wie Karbide und Nitride, können zufällig im Gefüge verteilt sein, oder sich bevorzugt an den Korngrenzen befinden. Gladman zeigt in [25] auf, dass die Ausscheidungen an den Korngrenzen effektiver in der Kornwachstumshemmung sind als die Teilchen, welche sich im Gefüge verteilen. Laut Oberhauser [4] tragen zwei Mechanismen zur Feinkornstabilität bei: der Solute Drag Effekt und der Zener Drag Effekt.

#### **Solute Drag Effekt**

Wie bereits beschrieben, ist die Grenzflächenenergie für das Kornwachstum verantwortlich. Diese wird durch jedes mischkristallbildende Legierungselement, wie zum Beispiel Mikrolegierungselemente, beeinflusst. Bei einer Anreicherung von Legierungselementen an der Korngrenze müssen diese bei einer Korngrenzenbewegung mitgeschleppt werden. Dadurch wird die treibende Kraft für das Kornwachstum gesenkt [26]. Aus der Literatur [27] ist jedoch bekannt, dass dieser Effekt nur einen geringen Einfluss auf die Kornwachstumshemmung hat. Erst bei Erreichen der Vergrößerungstemperatur der Ausscheidungen wird dem Solute Drag Effekt eine Bedeutung zugeschrieben.

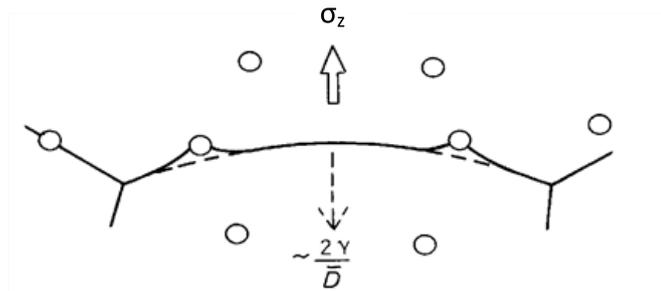
#### **Zener Drag Effekt**

Es existieren mehrere Ansätze um Kornwachstum zu vermeiden, jedoch ist die Präsenz einer zweiten Phase welche einen sogenannten Zener Drag Effekt hervorruft die einzige effektive Methode zur Kornwachstumshemmung in Bauteilen großer Dimensionen [22, 25]. Zener entdeckte, dass auf die Korngrenze durch Ausscheidungen eine Kraft wirkt, welche die Korngrenzenbewegung durch einen Pinning Effekt behindert [28].

Erst wenn die treibende Kraft des Kornwachstums  $\sigma$  diese rücktreibende Zener Kraft  $\sigma_z$  überwindet, kann sich die Korngrenze von dem Teilchen losreißen (Abb. 2.5). Die Zener Kraft ist gegeben durch die Formel (2.5).

$$\sigma_z = 3\gamma \frac{f}{d_p} \quad (2.5)$$

Dabei steht  $f$  für den Volumenanteil der ausgeschiedenen Phase,  $d_p$  bezeichnet den Durchmesser der Ausscheidung und  $\gamma$  ist die Grenzflächenenergie zwischen Teilchen und Matrix.



**Abb. 2.5:** Zener Kraft wirkt der Kraft für Kornvergrößerung entgegen [29]

Die treibende Kraft für Kornwachstum  $\sigma$  sinkt mit steigender Korngröße  $D_m$ , da sich dadurch die Krümmung der Korngrenzen verringert. Deshalb stellt sich nach einer gewissen Zeit ein Gleichgewicht dieser beiden Kräfte ein [18]. Somit ergibt sich eine maximale Korngröße  $D_{max}$  laut der Gleichung (2.6).

$$D_{max} = \frac{2}{3} \frac{1}{\alpha_k} \frac{d_p}{f} \quad (2.6)$$

$\alpha_k$  ist eine Proportionalitätskonstante zwischen dem Krümmungsradius der Korngrenze und dem Korndurchmesser. Da sich jedoch auch die Ausscheidungen bei längerer Haltezeit und hohen Temperaturen vergrößern, steigt die maximale Korngröße mit diesen Parametern ebenfalls an [30].

Der Zener Drag Effekt basiert auf der Einsparung von Grenzflächen, wenn eine Korngrenze ein Teilchen schneidet. Laut [24] besitzen die wenigen nm- großen Partikel eine hohe Partikel- Grenzflächenenergie. Befindet sich das Teilchen an der Korngrenze, wird sowohl Energie des Teilchens und der Korngrenze eingespart [25].

Beim Pinnen ist die Morphologie der Partikel von entscheidender Bedeutung. Es wurde in [31] festgestellt, dass kubische Teilchen effektiver sind als kugelförmige. In [32] wird aufgezeigt, dass kleinste nadelförmige Ausscheidungen, welche in eine bestimmte Richtung ausgerichtet sind, am besten eine Kornvergrößerung behindern. Außerdem üben kohärente Partikel eine größere Rückhaltekraft auf die Korngrenze aus, da durch die Orientierung des Teilchens an der Korngrenze mehr Energie aufgebraucht wird [31].

Aber nicht nur die Form, sondern auch die Größe der Ausscheidungen hat einen großen Einfluss auf das Korngrenzenpinnen. Sind die Teilchen zu groß, können sie die Korngrenzen nicht mehr beeinflussen. Über die Formel (2.7) kann die maximal effektive Ausscheidungsgröße (Zener- Durchmesser) berechnet werden. Der Vorfaktor beschreibt in diesem Fall kugelförmige Teilchen [31].

$$d_z = \left(\frac{3}{4}\right) * D_m * f \quad (2.7)$$

### 2.4.2 Seigerungsverhalten

Da bereits das Ausscheidungsverhalten im Gusszustand für die Verteilung der Teilchen entscheidend ist und somit Einfluss auf das chemische, mechanische und technologische Verhalten des Bauteils nimmt, kommt dem Seigerungsverhalten der Mikrolegierungselemente eine erhebliche Bedeutung zu [33].

Die oben genannten Beziehungen gelten unter der Annahme einer gleichmäßigen Verteilung der Partikel. Jedoch ergeben sich durch Seigerungen ausscheidungsarme und -reiche Bereiche im Gefüge [34]. Die bereits erwähnten Mikrolegierungselemente zeigen ein unterschiedliches Seigerungsverhalten. Aus der Literatur [35, 36] ist zu entnehmen, dass Niob ein stark ausgeprägtes Seigerungsverhalten aufweist. Aluminium hingegen zeigt eine geringere Tendenz zum Seigern während der Erstarrung. Des Weiteren ist festzuhalten, dass Niob sowohl Mikro- (in der Größenordnung von einigen  $\mu\text{m}$ ) als auch Makroseigerungen (mehrere Millimeter) ausbildet. Dies ist auf den hohen Verteilungskoeffizienten von Niob zurückzuführen. Er gibt den Unterschied der Löslichkeit des Elements in gelöster und fester Phase an [36].

#### Mikroseigerungen

Durch Mikroseigerungen kann ein bimodales Gefüge entstehen. Diese bimodale Struktur ist dadurch gekennzeichnet, dass sich abnormal große Körner in einer Matrix aus feinen Körnern bilden. Mikroseigerungen entstehen durch Anreicherung von Nb mit C und N in den interdendritischen Bereichen während der Erstarrung. Das Ausmaß der Mikroseigerungen hängt von der Größe der Dendriten und somit vom Parameter SDAS (secondary dendrite arm spacing) ab. Der SDAS steigt bei niedriger Kühlrate und größerem Bauteilquerschnitt [35].

#### Makroseigerungen

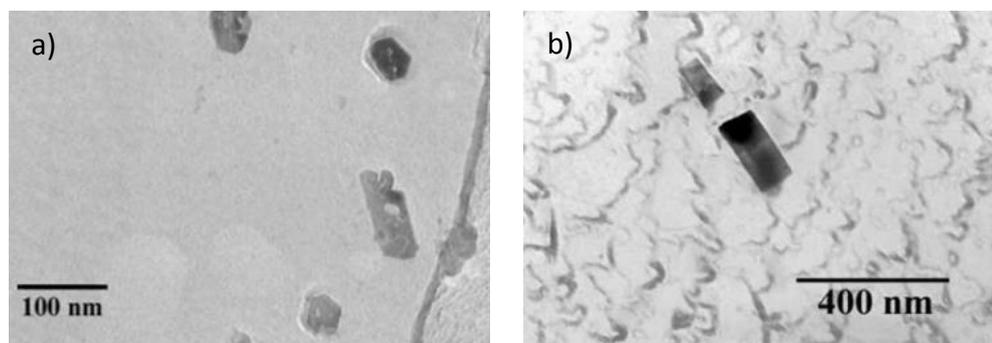
Bei Makroseigerungen weist der Werkstoff unterschiedliche mechanische Eigenschaften auf. So kann das Bauteil im Inneren eine höhere Härte als am Rand, aufgrund von unterschiedlicher Gefügeausbildung bei der Erstarrung, aufweisen [36].

### 2.4.3 Aluminiumausscheidungen

Aluminium ist durch die Bildung von Aluminiumnitrid (AlN) eines der effektivsten Mikrolegierungselemente in Bezug auf die Feinkornstabilität. Da dieses Element zur Desoxidation des Stahles eingesetzt wird, befindet es sich bereits in geringen Mengen bei der Herstellung im Werkstoff. Jedoch bildet sich aufgrund der hohen Affinität des Al zu Sauerstoff ebenfalls Aluminiumoxid aus. Diese nichtmetallischen Einschlüsse beeinflussen das Ermüdungsverhalten des Werkstoffes negativ [7]. Die Einstellung eines Aluminium zu Stickstoffverhältnisses von 2:1 zur Ausbildung von kornwachstumshemmenden Aluminiumnitriden bei der Erschmelzung von feinkornbeständigen Einsatzstählen ist bereits Stand der Technik [6, 37].

Das Auflösungs- und Ausscheidungsverhalten ist maßgeblich für die Effektivität der feinkornbildenden Verbindungen. So weist Aluminiumnitrid ein sehr schnelles Auflösungsvermögen bei der Lösungstemperatur auf. Die Auflösungstemperatur der Ausscheidungen befindet sich laut mehreren Quellen [5, 12, 37] im Bereich von 1050 °C. Die Ausscheidung hingegen verläuft langsam [37]. Das Löslichkeitsprodukt ist stark temperaturabhängig und wird durch andere Legierungselemente im Stahl beeinflusst. AlN besitzt ein höheres Lösungsvermögen im Austenit als im Ferrit [37, 38].

Aus der Literatur [37] ist zu entnehmen, dass sich eine Feinkornbeständigkeit des Stahles erst bei einer Dichte der Ausscheidungen von etwa  $1 \times 10^{12}$  bis  $2 \times 10^{13} \text{ cm}^{-3}$  einstellt. Im Gleichgewicht bildet sich eine hexagonale, wurzite Kristallstruktur aus. Es wurde jedoch auch eine kubische Struktur im frühen Stadium der Ausscheidungen entdeckt [38, 39]. Die Ausscheidungen bilden zwei unterschiedliche Morphologien aus [38]. In [40] wurde mit TEM Untersuchungen bestätigt, dass sich abhängig von der Wärmebehandlung hexagonale inkohärente im Ferritbereich (Abb. 2.6.a) oder quaderförmige kohärente Ausscheidungen im Austenitbereich (Abb. 2.6.b) bilden. AlN scheidet sich hauptsächlich an den Korngrenzen und auch an Versetzungen aus. Dies ist auf die hohe volumetrische Fehlpassung von ca. 72 % zwischen der Ausscheidung und der Stahlmatrix zurückzuführen [38, 39].



**Abb. 2.6:** TEM Aufnahmen von ca. 150 nm großen **a)** hexagonalen- und **b)** quaderförmigen AlN Ausscheidung [40]

#### 2.4.4 Niobausscheidungen

Niob besitzt eine hohe Affinität zu Kohlenstoff und Stickstoff, weshalb bei Anwesenheit dieser Elemente drei unterschiedliche Arten von Ausscheidungen ausgebildet werden. Je nach C- und N- Gehalt entstehen Niobkarbide, Niobnitride oder Niobkarbonitride. Alle drei Arten besitzen eine gegenseitige Löslichkeit [41]. Die Ausbildung von Niob- Ausscheidungen erhöht die Grobkorntemperatur, jene Temperatur bei der Kornwachstum einsetzt [5]. In [6] weist Klenke nach, dass die Aufkohlungstemperatur für Nb- legierte Einsatzstähle auf über 1000°C erhöht werden kann, ohne dass die Feinkornbeständigkeit verloren geht.

Im Austenit bilden sich inkohärente kubische (Abb. 2.7), im Ferrit kohärente plattenförmige Ausscheidungen [42, 43]. Die Nitride und Karbide liegen laut mehreren Quellen [5, 44] in einem Größenbereich von 30 nm bevor eine Wärmebehandlung angewendet wird. Die Partikeldichte liegt dabei bei ca. 25 Partikel/ $\mu\text{m}^3$  ( $2,5 \times 10^{13}$  Teilchen/ $\text{cm}^3$ ) Sie besitzen eine volumetrische Fehlpassung von 10 oder 50 %, abhängig von der Orientierung, zur Stahlmatrix. Die Kristallstruktur ist kubisch [37].

- **Niobkarbid (NbC)**

NbC sind kleine rundliche [42] oder kubische Ausscheidungen [45], welche sich eher im Ferritbereich ausbilden [46]. Laut Radis und Kozeschnik [47] scheiden sich die Niobkarbide hauptsächlich an Versetzungen und Korngrenzen aus.

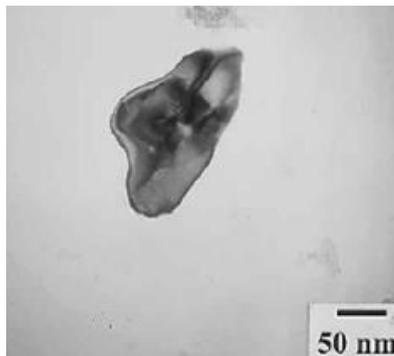
- **Niobnitrid (NbN)**

Wie alle Nitride ist auch das NbN im Austenit stabiler als das Karbid, jedoch ist laut [41] der Unterschied nur gering. NbN weist eine ähnliche Löslichkeit im Austenit wie AlN auf.

- **Niobkarbonitride (Nb(C,N))**

Nb(C,N) bilden sich laut [46] eher im Austenit aus. Sie sind größere Teilchen und meist nur in der Matrix verteilt.

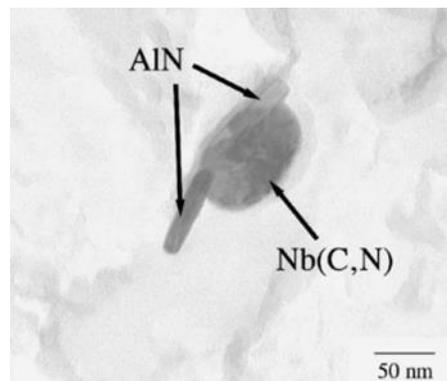
In [48] wurde festgestellt, dass sich ein zu hoher Nb- Gehalt im Stahl negativ auf die Korngröße auswirkt. Es befinden sich weniger, aber dafür gröbere Partikel im Gefüge. Durch das Seigerungsverhalten und die hohe Löslichkeitstemperatur können sich  $\mu\text{m}$ - große Ausscheidungen bilden, welche die Feinkornbeständigkeit herabsetzen [1, 7].



**Abb. 2.7:** TEM Aufnahme einer ca. 100 nm großen rundlichen Niobkarbid-Ausscheidung [42]

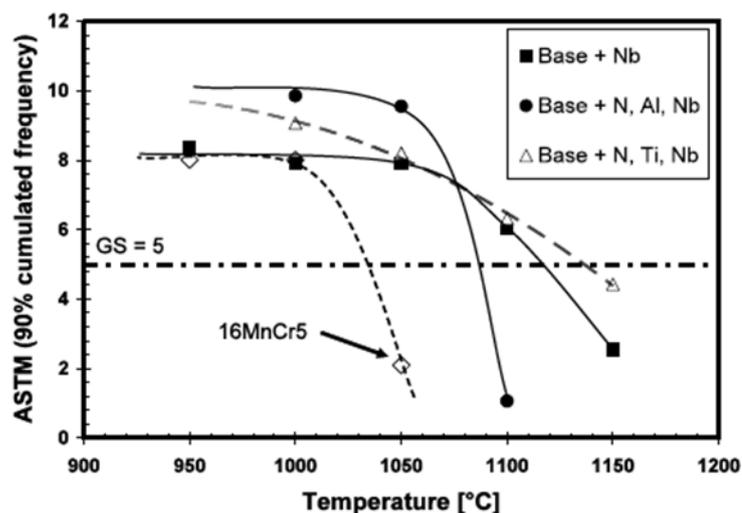
### 2.4.5 Komplexe Ausscheidungen

Um komplexe Ausscheidungen bilden zu können, müssen die Mikrolegierungselemente gegenseitig löslich sein und eine Isomorphie aufweisen. Obwohl Aluminium keine Löslichkeit und eine andere Kristallstruktur als Ti, V und Nb besitzt [41], bilden sich dennoch komplexe Ausscheidungen aus, wie in [49] nachgewiesen. Zuerst bilden sich Aluminiumausscheidungen, die später als Keimplätze für Nb-Ausscheidungen wirken. Wie in Abb. 2.8 zu sehen, formen die Nb(C,N) Ausscheidungen eine Art Kappe um die bereits existierenden AlN Ausscheidung. In [12] wurden Untersuchungen am Einsatzstahl 18CrNiMo7-6 mit Nb, Ti und Al-Zusätzen durchgeführt. Diese wurden dann mit Simulationsergebnissen verglichen. Dabei wurde festgestellt, dass die AlN-Ausscheidungen zu klein für die TEM Untersuchung waren oder sie sich zuerst bildeten und später darauf Nb(C,N) ankeimte, welches das AlN umhüllte. Die entstandenen komplexen Ausscheidungen waren in diesen Untersuchungen größer als reine AlN Ausscheidungen und somit nicht so effektiv im Pinnen der Korngrenzen.



**Abb. 2.8:** TEM Aufnahme einer komplexen AlN- Nb(C,N) Ausscheidung [49]

Mohrbacher [1] berichtet in seiner Arbeit, dass ein Werkstoff mit Aluminium und Niob nicht so effektiv in der Feinkornstabilisierung ist, wie der gleiche Werkstoff dem nur Niob zulegiert wurde (Abb. 2.9).



**Abb. 2.9:** Korngröße in Abhängigkeit der Aufkohlungstemperatur und des Werkstoffes [1]

## 2.5 Gefügeänderung beim Einsatzhärten von mikrolegierten Stählen

Beim Einsatzhärten von mikrolegierten Stählen bei Temperaturen über 950 °C und Haltezeiten von bis zu 80 Stunden laufen zusätzlich zu den bereits beschriebenen Prozessen Vorgänge im Gefüge ab, auf die an dieser Stelle näher eingegangen werden soll.

### 2.5.1 Ausscheidungsvergrößerung

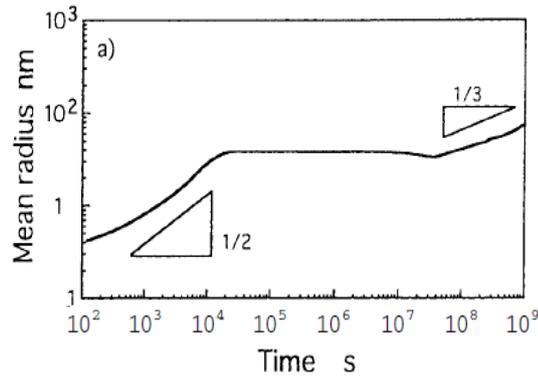
Wie bereits im Kapitel 2.4.1 erwähnt, ist die Ausscheidungsgröße für die Feinkornbeständigkeit des Werkstoffes von entscheidender Bedeutung. Ab einem kritischen Teilchendurchmesser, gegeben durch die Formel 2.7, können die Ausscheidungen das Kornwachstum nicht mehr behindern. Oberhauser [4] zeigt außerdem, dass die Ausscheidungsgröße von der Temperatur und der Dauer des Wärmeeintrags, abhängig ist. Das Wachstum der Ausscheidungen läuft über die Ostwaldreifung und über die direkte Vergrößerung ab.

#### Ostwald Reifung

Wie beim Kornwachstum stellen die Phasengrenzen der Ausscheidungen Bereiche mit erhöhter Energie dar. Deshalb versucht das System über Wachstum der Ausscheidungen Grenzflächen einzusparen und somit die Energie zu reduzieren. Dadurch entstehen aus vielen kleinen Teilchen wenige große. Außerdem können sich bevorzugte Partikelformen und Orientierungen ausbilden [50]. Die Ausscheidungen bestehen aus Fremdatomen (F). Die Gleichgewichtslöslichkeit von F in der Matrix ohne Grenzflächeneinfluss ist  $C_0$ . Das thermodynamische Potential jedes ausgeschiedenen Teilchens ändert sich mit seinem Radius. Dadurch stellt sich abhängig vom Potential der Teilchen eine unterschiedliche Konzentration an F in der umgebenden Matrix ein. Bei kleinen (instabilen) Teilchen ist die Konzentration in der Matrix sehr hoch, bei großen (stabilen) Teilchen sehr klein. Durch diesen Unterschied setzt ein Diffusionsstrom vom kleinen zum großen Teilchen ein [18]. Mit der Lifshitz Slyozov Wagner (LSW) -Theorie (2.8) kann die Größe der Ausscheidungen  $r_p$  bestimmt werden.

$$r_p = \sqrt[3]{K * t} \quad (2.8)$$

K enthält das Produkt aus der Grenzflächenenergie  $\gamma$ , der Matrixlöslichkeit im Gleichgewicht  $C_0$  und  $D_v$ , dem Volumendiffusionskoeffizient [18, 51]. In Abb. 2.10 ist diese Beziehung dargestellt. Das parabolische Verhalten am Beginn der Kurve stellt dabei den Ausscheidungsprozess dar. Die anschließende Gerade zeigt das stabile Verhalten der Teilchen. Der Anstieg am Ende der Kurve zeigt den Prozess der Ostwald Reifung der Ausscheidungen [52]. In diesem Bereich ist das ganze Volumen an Teilchen ausgeschieden.



**Abb. 2.10:** Vergrößerungsverhalten von NbC in Abhängigkeit der Zeit bei 900 °C [52]

### Direkte Vergrößerung

Zusätzlich zur Ostwald Reifung existiert noch ein direkter Vergrößerungsmechanismus. Dieser ist auf die Tatsache zurückzuführen, dass sich gelöste Mikrolegierungselemente in der Matrix befinden. Die gelösten Atome lagern sich direkt an den bereits vorhandenen (kleinen und großen) Ausscheidungen an, bis in der Matrix die Gleichgewichtskonzentration erreicht ist. Dadurch wachsen alle Ausscheidungen [31].

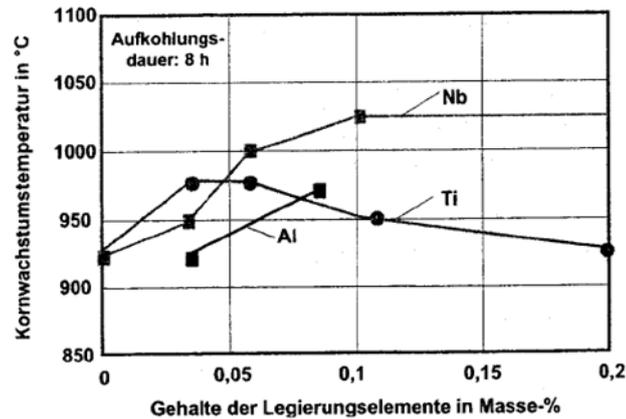
Bei langen Haltezeiten wird in der Matrix die Gleichgewichtskonzentration erreicht. Ab diesem Zeitpunkt kann die Vergrößerung nur mehr durch die Ostwald Reifung beschrieben werden [31]. Obwohl sich die Ausscheidungen hauptsächlich an den Korngrenzen befinden, wurde in [3] gezeigt, dass sich das Vergrößerungsverhalten der Ausscheidungen am besten über Volumendiffusion und nicht über Korngrenzendiffusion beschreiben lässt. Außerdem ist zu entnehmen, dass die Diffusion des Mikrolegierungselementes und nicht die des Kohlen- oder Stickstoffes der geschwindigkeitsbestimmende Schritt ist.

### 2.5.2 Austenitkorngröße

Die mechanisch technologischen Kennwerte des Stahles sind maßgeblich von der Korngröße nach dem Einsatzhärten abhängig [18, 52]. Für einen feinkörnigen Stahl ist vor allem die Austenitkorngröße entscheidend, da sich aus diesem das Umwandlungsgefüge (Ferrit, Perlit, Martensit) bildet [3, 4]. Diese kann durch mehrere Ansätze beeinflusst werden.

#### ▪ Mikrolegierungselemente

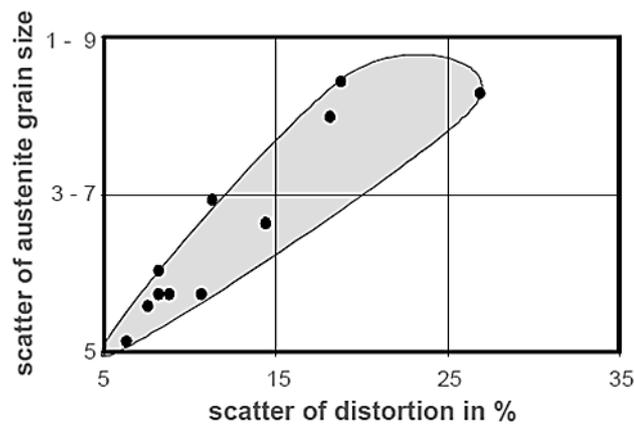
Wie bereits im Kapitel 2.4 beschrieben, kann durch die gezielte Einstellung von Ausscheidungen durch Mikrolegierungselemente die Austenitkorngröße bestimmt werden. Diese heben die Grobkorntemperatur, d.h. jene Temperatur bei der eine Kornvergrößerung und abnormales Kornwachstum einsetzt, an. Laut Knorr [2] wird die Vergrößerungstemperatur abhängig vom Mikrolegierungselement gemäß dem Verlauf von Abb. 2.11 verändert.



**Abb. 2.11:** Einfluss der Mikrolegierungselemente auf die Grobkornstemperatur [2]

### ▪ Ausgangsgefüge

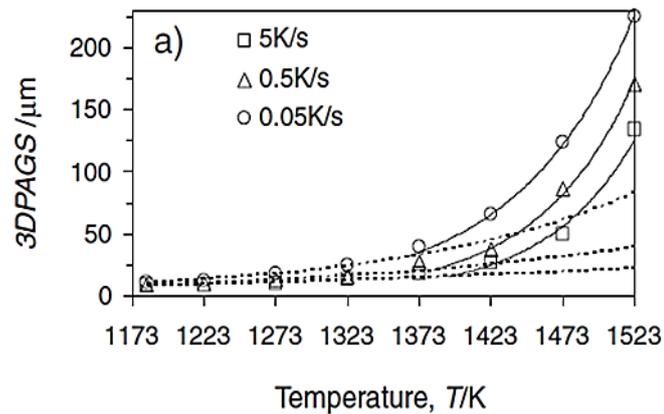
In mehreren Arbeiten [37, 53] wurde der Einfluss des Ausgangsgefüges auf die Korngröße untersucht. Dabei wurde festgestellt, dass ein ferritisches Gefüge sich negativ auf die Korngröße auswirkt. Bei einem martensitischen Gefüge stellt sich ein feineres Korn bei einer anschließenden Wärmebehandlung ein [37]. Zusätzlich nimmt die Austenitkorngröße Einfluss auf die technologischen Eigenschaften des Bauteiles. So wird zum Beispiel der Verzug des Bauteiles nach dem Einsatzhärten maßgeblich von seiner Korngröße beeinflusst, wie in Abb. 2.12 dargestellt. Hippenstiel weist in [53] nach, dass sich bei mikrolegierten und vorvergüteten Einsatzstählen eine feinere Korngröße und somit bessere technologische Eigenschaften einstellen lassen.



**Abb. 2.12:** Einfluss der Austenitkorngröße auf den Verzug des Bauteiles [54]

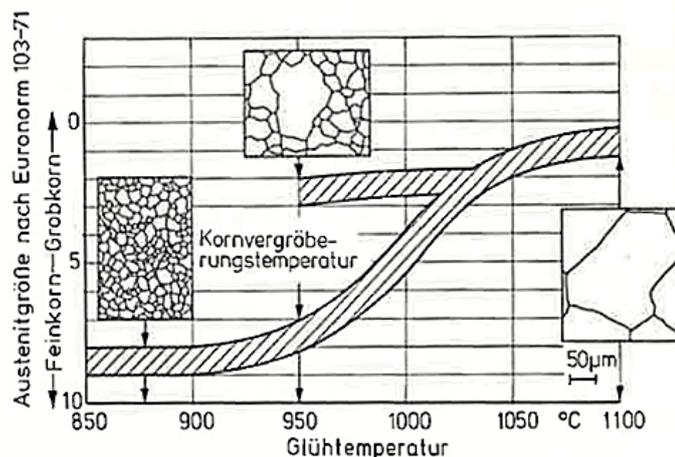
### ▪ Aufheizrate

Eine weitere Möglichkeit die Austenitkorngröße zu beeinflussen ist die Aufheizrate. Bei hohen Aufheizraten kommt es zu einer höheren Grobkornstemperatur, wie in Abb. 2.13 ersichtlich, da sich die Gleichgewichtsbedingungen dabei nicht so schnell einstellen können. Außerdem ist die Austenitkorngröße bei der Grobkornstemperatur bei schnellen Aufheizraten feiner als bei langsamen (Abb. 2.13) [3].



**Abb. 2.13:** Abhängigkeit der Grobkorn-temperatur von der Aufheizrate [3]

Bei einer Wärmebehandlung von mikrolegierten Stählen weist das Austenitkorn ein zweistufiges Verhalten auf wie anhand von Abb. 2.14 erkennbar. In der ersten Stufe, also im unteren Temperaturbereich des Austenitgebietes, stellt sich ein träges Kornwachstum ein. Dies ist auf den starken Pinning-Effekt der kleinen Ausscheidungen auf die Korngrenzen zurückzuführen [31]. Bei höheren Temperaturen tritt die zweite Stufe ein. Dabei lösen sich einige Ausscheidungen auf, während andere wachsen (Kapitel 2.4.1). Dadurch werden manche Korngrenzen nicht mehr fixiert. Aus diesem Grund steigt die Austenitkorngröße stark an und es kommt zum abnormalen Kornwachstum (Abb. 2.14). Aus der Literatur [31] ist weiters zu entnehmen, dass die Grobkorn-temperatur diese zwei Stufen voneinander trennt. Laut Oberhauser [4] bewirkt nicht nur eine Temperaturerhöhung, sondern auch lange Haltezeiten bei gleicher Temperatur eine Kornvergrößerung aufgrund der Ostwaldreifung der Ausscheidungen.



**Abb. 2.14:** zweistufiges Verhalten des Austenitkornwachstums [4]

## 3 Experimentelle Methoden

### 3.1 Untersuchtes Material

Bei dem in dieser Diplomarbeit untersuchten Material handelt es sich um fünf Varianten des Einsatzstahles 18CrNiMo7-6. Drei Varianten, mit jeweils unterschiedlichen Aluminium- und Niob- Gehalten, wurden industriell im Blockguss hergestellt, zwei Legierungen mit unterschiedlichen Kohlenstoff-, Aluminium- und Niob- Gehalten in einem 100 kg Versuchsofen. Die industriell hergestellte Standard- und Standardmikrolegierung wurden auf einen Durchmesser von 400 mm geschmiedet. Die Mikrolegierung 2 wurde auf einen Durchmesser von 360 mm geschmiedet. Die Versuchslegierungen wurden auf einen Durchmesser von 31,5 mm gewalzt. Die genaue Zusammensetzung der Werkstoffe wurde mittels Funkenspektralanalyse bei Buderus Edelstahl GmbH bestimmt. Diese sind Tab. 3.1 zu entnehmen.

**Tab. 3.1** Chemische Zusammensetzung der untersuchten Materialien

Legierung	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Cu	Si	Al	Nb	N
	[m%]									
<b>Standardlegierung</b>	0,170	1,710	1,550	0,280	0,570	0,120	0,290	0,028	0,004	0,012
<b>Standardmikrolegierung</b>	0,160	1,680	1,430	0,270	0,520	0,180	0,350	0,034	0,030	0,013
<b>Mikrolegierung 2</b>	0,170	1,670	1,620	0,310	0,570	0,160	0,320	0,016	0,033	0,013
<b>Versuchslegierung 1</b>	0,250	1,750	1,600	0,300	0,550	0,180	0,290	0,009	0,038	0,017
<b>Versuchslegierung 2</b>	0,260	1,760	1,630	0,300	0,560	0,180	0,285	0,011	0,039	0,019

### 3.2 Thermo-Calc Berechnungen

Zum besseren Verständnis des Ausscheidungsverhaltens der Mikrolegierungselemente wurden die Legierungen mit Thermo-Calc berechnet. Dazu wurde das Programm Thermo-Calc 3.0 mit der Poly-Version 3.32 verwendet. Als Datenbank diente die TCS Steels/Fe-Alloys Database v7.0. Diese Software wird zur thermodynamischen Berechnung von Mehrphasen-Systemen eingesetzt. Damit können unter anderem Phasendiagramme erstellt, Phasengehalte und ihre Zusammensetzung berechnet und metastabile oder stabile Phasengleichgewichte bestimmt werden. Mit einem graphischen Modus werden die Ergebnisse besser veranschaulicht [55].

In dieser Arbeit wurden die Ausscheidungsmengen der einzelnen Legierungstypen in Mol bei 950 °C und bei 980 °C sowie deren Zusammensetzung näher betrachtet und graphisch dargestellt.

### 3.3 Wärmebehandlung

Die Legierungen wurden, um die Feinkornstabilität beim Einsatzhärten zu überprüfen, unterschiedlichen Wärmebehandlungen unterzogen. Dazu wurden bei den zwei Standardwerkstoffen Proben vom Rand, der Mitte und des Zentrums des Durchmessers des geschmiedeten Rundmaterials entnommen und auf eine Größe von 31,5 x 31,5 x 60 mm<sup>3</sup> bearbeitet. Damit sollte der Einfluss von Seigerungen auf die Korngröße bestimmt werden. Bei den Versuchslegierungen wurden Proben des Ø 31,5 mm Stangenmaterial mit einer Länge von 6 cm entnommen. Daraus ergaben sich insgesamt 52 Proben, welche beim Materials Center Leoben (MCL) wärmebehandelt wurden.

Die Mikrolegierung 2 wurde direkt bei Buderus Edelstahl vorvergütet und danach eine Probe bei 980 °C für 30 und eine Probe für 80 Stunden erwärmt und anschließend in Öl abgeschreckt. Diese zwei Proben wurden später bei 180 °C für zwei Stunden angelassen.

#### 3.3.1 Vorvergüten

Um den Einfluss des Ausgangsgefüges einzugrenzen, wurden alle Proben zuerst bei 930 °C für eine Stunde im Schutzgasofen gehalten. Danach wurden sie in Öl abgeschreckt und bei 660 °C für 1,5 Stunden angelassen. Jeweils eine Probe pro Material wurde nur vorvergütet, um das Gefüge in diesem Zustand zu untersuchen.

#### 3.3.2 Wärmebehandlungen

Die Wärmebehandlungen wurden ebenfalls in dem Schutzgasofen durchgeführt. Pro Wärmebehandlung wurden je eine Probe der Versuchslegierungen und je drei Proben der Standardmaterialien verwendet. Von den drei Proben der Standardwerkstoffe waren jeweils eine vom Rand, eine von der Mitte und eine vom Zentrum des Durchmessers des geschmiedeten 400 mm Rundmaterials. Die genauen Wärmebehandlungen dieser 48 Proben sind der Tab. 3.2 zu entnehmen.

**Tab. 3.2:** Wärmebehandlungen der einzelnen Legierungen beim MCL

T [°C]	STL			STML			VL 1	VL 2
	Rand	Mitte	Zentrum	Rand	Mitte	Zentrum		
950	10 h	10 h	10 h	10 h	10 h	10 h	10 h	10 h
	30 h	30 h	30 h	30 h	30 h	30 h	30 h	30 h
	80 h	80 h	80 h	80 h	80 h	80 h	80 h	80 h
980	10 h	10 h	10 h	10 h	10 h	10 h	10 h	10 h
	30 h	30 h	30 h	30 h	30 h	30 h	30 h	30 h
	80 h	80 h	80 h	80 h	80 h	80 h	80 h	80 h

Alle 48 Proben wurden nach der jeweiligen Wärmebehandlung in Öl abgekühlt und bei 200 °C für 2 Stunden in einem Atmosphärenofen entspannt.

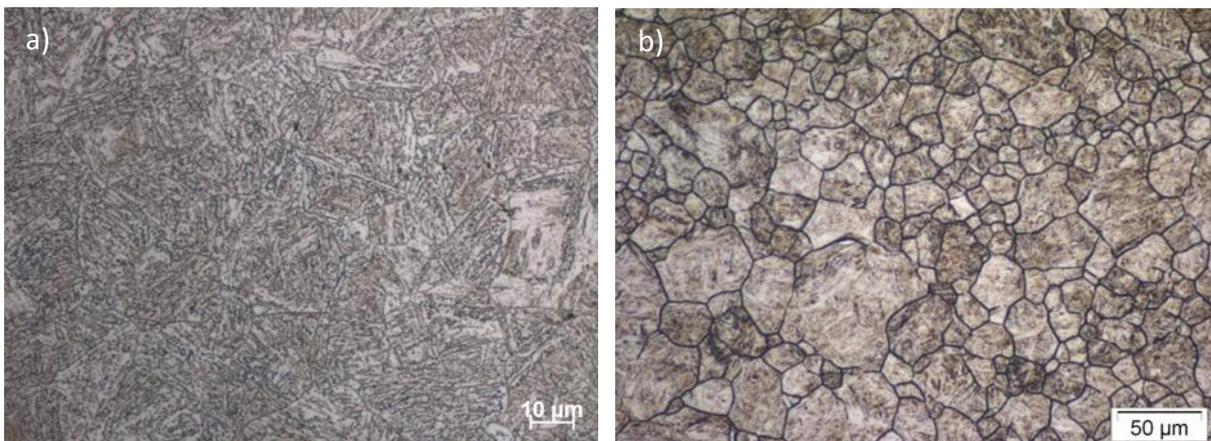
## 3.4 Metallografische Untersuchungen

### 3.4.1 Gefügeuntersuchung

Um zu kontrollieren, ob sich nach der Wärmebehandlung ein martensitisches Gefüge eingestellt hat, wurden die insgesamt 54 wärmebehandelten Proben auf eine Größe von ca.  $5 \times 5 \times 10 \text{ mm}^3$  zugeschnitten. Danach wurden sie in einer Einbettpresse CitoPress-20 von Struers in die Warmeinbettmasse DuroFast eingebettet. Die Proben wurden anschließend bis zu einer Körnung von 1200 geschliffen. Diese wurden dann mit einer Polierpaste von  $3 \mu\text{m}$  und  $1 \mu\text{m}$ , in einer Schleif- und Poliereinheit TegraForce-5 der Marke Struers, bis zu einer kratzfreien spiegelglatten Probenoberfläche poliert. Danach wurden die Schliffflächen mit einer 10 %igen  $\text{HNO}_3$  Lösung für eine Sekunde geätzt. Untersucht wurden diese Proben mit einem Lichtmikroskop Axio der Firma Zeiss. Wie in Abb. 3.1.a anhand der Standardmikrolegierung ersichtlich, handelt es sich bei allen Proben um ein martensitisches Gefüge mit einem geringen Anteil an Bainit.

### 3.4.2 Bildanalyse

Um die Austenitkorngröße der Proben nach der Wärmebehandlung zu bestimmen, wurden die Schliffflächen neu poliert und mit einer warmen, kaltgesättigten wässrigen Pikrinsäure geätzt. Dazu wurden 100 ml der Säure auf ca.  $70 \text{ }^\circ\text{C}$  erwärmt und mit 5 % Netzmittel (Flüssigseife) versehen. Die Proben wurden für wenige Sekunden ins Ätzmittel gestellt und anschließend die Schlifffläche mit Wasser gereinigt. Dieser Vorgang wurde für jede Probe vier- bis fünfmal wiederholt bis die ehemaligen Austenitkorn Grenzen im Gefüge sichtbar waren. Die charakteristischen Austenitkorn Grenzen sind anhand der Versuchslegierung 2 in Abb. 3.1.b zu erkennen.



**Abb. 3.1:** **a)** Charakteristisches Gefüge der untersuchten Metalle (Probe vom Rand der STML bei  $980 \text{ }^\circ\text{C}$  für 80 h wärmebehandelt), **b)** Repräsentatives Gefügebild mit ehemaligen Austenitkorn Grenzen (VL 2 bei  $980 \text{ }^\circ\text{C}$  für 80 h wärmebehandelt)

Untersucht wurde die Korngröße mit einem Lichtmikroskop Polyvar MET der Marke Reichert- Jung bei einer Vergrößerung, welche in Abb. 3.1.b zu sehen ist. Da alle Gefüge eine bimodale Form der Korngröße aufweisen, wurde diese mit dem Linienschnittverfahren in dem Programm AnalySIS ausgewertet. Dazu wurde in das Bild ein Messraster gelegt und die horizontalen Abstände von einer Korngrenze zur nächsten entlang dieser Linien ausgemessen. Der dadurch ermittelte Korndurchmesser wurde in Korngrößenklassen eingeteilt. Mit diesen Werten wurde eine Häufigkeitsverteilungskurve erstellt. Zusätzlich wurden die Messwerte auch mit einer Dichteverteilungskurve ausgewertet, um den Einfluss von großen Körnern auf das Gefüge besser darzustellen. Dabei nimmt ein großes Korn einen größeren Anteil an der Gesamtfläche als kleine Körner ein, wodurch sich die unstetige Korngrößenverteilung vom abnormalen Kornwachstum viel deutlicher zeigt. Für eine bessere Statistik wurden mindestens 500 Körner pro Probe gemessen. Diese Werte wurden dann mit der ASTM Korngrößentabelle verglichen. Dabei ist eine Legierung mit einer Korngröße von ASTM 6 bis ASTM 9 ein Feinkornstahl. Ab ASTM 10 und feiner zählt das Material zu den Feinstkornstählen. ASTM 5 bis ASTM 0 charakterisiert einen Grobkornstahl [56].

## **3.5 REM Untersuchungen**

### **3.5.1 Probenpräparation**

Um die größeren Ausscheidungen zu analysieren, wurden Proben der Standardmikrolegierung, der Mikrolegierung 2 und der Versuchslegierung 2 bei 980 °C für 80 h sowie der Versuchslegierung 2 bei 980 °C für 10 h und bei 950 °C für 80 h in die leitfähige Einbettmasse Polyfast eingebettet. Die Proben wurden ebenso wie bei der Gefügeuntersuchung geschliffen und poliert. Zur besseren Untersuchung der Ausscheidungen wurde das Gefüge für ca. 3 Sekunden mit einer Nital- Lösung angeätzt.

### **3.5.2 Messung und Auswertung**

Mit einem Rasterelektronenmikroskop FIB VERSA 3D der Marke FEI wurden Aufnahmen mit dem Sekundärelektronen- und dem Rückstreudetektor gefertigt. Die Nb- Ausscheidungen, mit einer höheren Masse als die Eisenmatrix, erscheinen mithilfe des Rückstreudetektors heller als das übrige Gefüge. Die leichteren Al- Ausscheidungen aber auch NME und Poren sind dunkler. Dies wurde zusätzlich mit einer Energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX) Messung bestätigt. Mit einem hohen Kontrast konnten dadurch die größeren hellen Nb- sowie einzelne Al- Ausscheidungen vermessen werden. Dazu wurde eine 10000- fache Vergrößerung gewählt. Zusätzlich wurde eine Beschleunigungsspannung von 5 kV und eine Spot Size von 8 eingestellt. Als Strom wurden 3,6 nA und als Arbeitsabstand 10 mm gewählt.

Für eine bessere Statistik wurden pro Probe mindestens 90 Ausscheidungen der Länge und Breite nach ausgemessen. Die Auswertung der Ausscheidungsfläche erfolgte mithilfe einer Häufigkeitsverteilungskurve. Da die einzelnen Ausscheidungen unterschiedliche Formen annehmen [40, 42] ist ein mittlerer Durchmesser nicht aussagekräftig. Deshalb wurde jeweils die sichtbare Fläche berechnet und in Klassen eingeteilt, um kubische sowie sphärische Ausscheidungen 2-dimensional miteinander vergleichen zu können.

## **3.6 TEM Untersuchungen**

### **3.6.1 Probenpräparation**

Für die Untersuchung mit dem Transmissionselektronenmikroskop müssen die Proben hinreichend dünn sein, damit sie durchstrahlt werden können. Dazu wurden 0,3 mm dicke Streifen aus den Proben der fünf zuvor ausgewählten Zustände mit einer Accutom Präzisionsschneidmaschine von Struers geschnitten. Daraus wurden Plättchen mit einem Durchmesser von 3 mm gestanzt. Diese wurden mithilfe eines speziellen Probenhalters per Hand, mit einem 1200 Schleifpapier, auf ca. 100  $\mu\text{m}$  geschliffen. Danach wurden sie mit einer Körnung von 2000 und 4000 weiter bearbeitet bis sich eine spiegelnde Oberfläche und eine Dicke von ca. 80  $\mu\text{m}$  einstellt. Die kreisrunden Plättchen wurden danach in eine Poliereinheit TenuPol- 5 der Marke Struers eingebaut. Mithilfe des A2 Elektrolyt derselben Firma und einer Spannung von 20,5 V bei einer Temperatur von 29 °C und einer Flussrate von 10 wurde elektrolytisch ein Loch in die Proben poliert, sodass sich eine Dicke der Probe um das Loch im nm Bereich ergibt.

### **3.6.2 Messung und Auswertung**

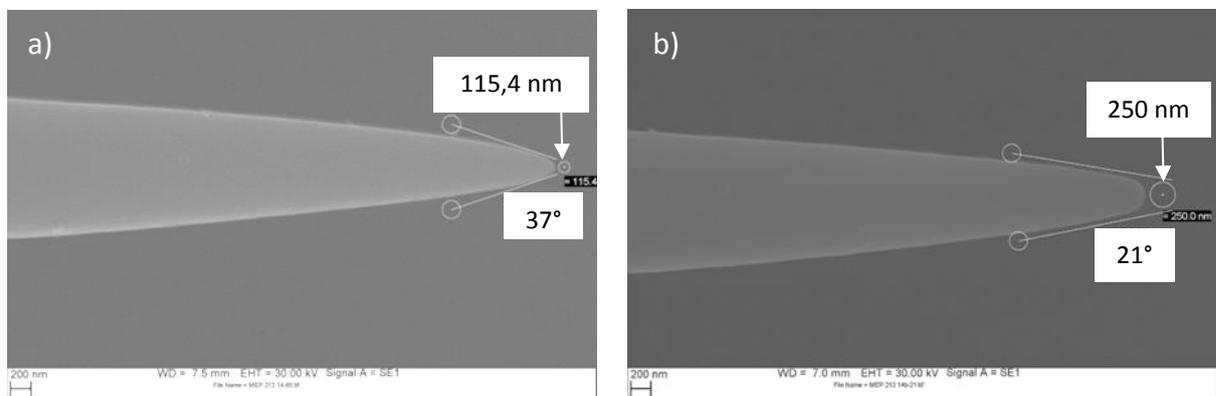
Mit einem FEI F20 SuperTwin field emission TEM wurden an der TU Wien die kleineren Ausscheidungen untersucht. Über das STEM, das Scanning Transmission Electron Microscope, wurden diese näher analysiert. Dazu wird mit einem fokussierten Elektronenstrahl über die ca. 100 nm dicke Probe gerastert. Für die genaue Funktion des TEM und STEM Modus sei auf die Literatur [57] verwiesen.

Als Beschleunigungsspannung wurden 200 kV gewählt. Um die Ausscheidungen zu charakterisieren, wurden zusätzlich EDX Untersuchungen durchgeführt. Die Ausscheidungen wurden ebenfalls ausgemessen und in die Häufigkeitsverteilungskurve der Ausscheidungsfläche mit einbezogen. Mittels Elektronenenergieverlustspektroskopie (Electron Energy Lost Spectroscopy, EELS) wurde die Dicke der Proben bestimmt [57]. Mit diesen Messwerten und einem abgeschätzten Volumen der Ausscheidungen konnte ein Größenbereich des Zener Durchmesser berechnet werden. Nicht eindeutig bestimmbare Gefügebestandteile konnten über Beugung zugeordnet werden.

## 3.7 Atomsondenmessungen

### 3.7.1 Probenpräparation

Für die Präparation der Atomsondenspitzen wurden zunächst Stäbchen von  $0,3 \times 0,3 \times 10 \text{ mm}^3$  aus der Standardmikrolegierung und der Versuchslegierung 2, bei  $980 \text{ }^\circ\text{C}$  für 80 h wärmebehandelt, mit einer Accutom Schneidmaschine geschnitten. Diese wurden elektrolytisch poliert bis sich eine Spitze mit einem Durchmesser von ca. 100 nm und einem Winkel von ca.  $10^\circ$  einstellt. Dazu wurde mit einer neutralen Galden und einer  $\text{HCl}_4$  Lösung ein Hals in das Stäbchen mit einer Spannung von 15 V poliert, bis dieses in zwei Teile bricht. Die daraus entstandenen Spitzen wurden im zweiten Schritt mit einer schwächeren  $\text{HCl}_4$  Lösung bei ca. 5 V weiter gespitzt, bis sich die genannte Geometrie einstellt [58]. Diese wurden vor und nach der Atomsondenmessung im REM vermessen (Abb. 3.2).



**Abb. 3.2.:** Atomsondenspitze mit vermessener Geometrie der Standardmikrolegierung die bei  $980 \text{ }^\circ\text{C}$  für 80 h wärmebehandelt wurde: **a)** vor der Atomsondenmessung, **b)** nach der Atomsondenmessung

### 3.7.2 Messung und Auswertung

Die Atome der Spitze werden im Spannungs- Modus in einer LEAP 3000X HR Atomsonde mit einer Spannung von mehreren kV, welche kontinuierlich steigt, und zusätzlichen Spannungsimpulsen ionisiert und verdampft. Diese treffen auf einen Detektor auf, welcher die Flugzeit und die Masse der Ionen misst. Somit können Atom- Cluster, kleine Ausscheidungen und Elemente in Lösung analysiert werden. Dies erfolgt über einen Zeit- Massenspektrometer sowie der Zuweisung des Massen- Ladungsträgerverhältnisses. Außerdem kann den Elementen ihr ehemaliger Aufenthaltsort zugewiesen werden [59]. Dazu wurde eine „Target Evaporation“ von 0,5 %, ein Impulsanteil von 20 % und eine Impulsrate von 200 kHz gewählt. Die Spitzen wurden bei einer Temperatur von 60 K gemessen.

Ausgewertet wurden die Messungen mithilfe der Software IVAS 3.6.6. Es wurde eine Rückkonstruktion der gemessenen Spitzen angefertigt, wobei die Atomverteilung der einzelnen Elemente näher betrachtet und eine Bulkanalyse erstellt wurde.

## 4 Ergebnisse

### 4.1 Thermo-Calc Berechnungen

Da sich die Ausscheidungsmenge mit Thermo-Calc nur im Gleichgewicht berechnen lässt, stimmen die Ergebnisse mit den realen Bedingungen nicht vollständig überein. Dennoch kann aus diesen Berechnungen auf eine gewisse Tendenz geschlossen werden. Die Eingabewerte für die Berechnungen sind Tab. 3.1 zu entnehmen.

#### **Standardlegierung:**

Aus Abb. 4.1 kann die Ausscheidungsmenge in Mol bei 950 °C und bei 980 °C der Standardlegierung ermittelt werden. Kurve 1 stellt dabei das Ausscheidungsverhalten des reinen AlN dar. Die Kurve 5 zeigt eine Mischung des Nb(C,N) und (FeCrMo)-Karbiden. Insgesamt ergibt sich dabei bei 950 °C eine Ausscheidungsmenge von ca. 0,00075 mol. Bei 980 °C sind es ca. 0,00065 mol, wobei sich bei dieser Temperatur die Nb(C,N) und (FeCrMo)-Karbide aufgelöst haben.

Bei einer näheren Betrachtung des Ausscheidungspotentials über einen größeren Temperaturbereich ist ersichtlich, dass sich die Menge an Ausscheidungen in dieser Legierung auch bei niedrigeren Temperaturen nicht signifikant erhöht. Somit sollten sich nur sehr wenig ausscheidungsbildende Elemente wie Aluminium und Niob in Lösung im Material befinden.

#### **Standardmikrolegierung:**

In Abb. 4.2 ist die Ausscheidungsmenge der Standardmikrolegierung gezeigt. Die Kurve 1 stellt wiederum das Aluminiumnitrid dar, die Kurve 3 zeigt Niobkarbonitride und (FeCrMo)-Karbide. Diese Bezeichnung der Kurven kann für die restlichen Legierungstypen übernommen werden. Bei 950 °C ergibt sich insgesamt eine Ausscheidungsmenge von ca. 0,0011 mol. Ca. 0,0010 mol ergeben sich bei einer Temperatur von 980 °C.

Aus Abb. 4.2 kann man erkennen, dass bei einer Temperaturerniedrigung die Ausscheidungsmenge geringfügig ansteigt. Niob und Aluminium sollten deshalb kaum im Werkstoff gelöst sein.

#### **Versuchslegierung 1:**

Abb. 4.3 zeigt die Ausscheidungsmenge der Versuchslegierung 1 über einen weiten Temperaturbereich. Dabei stellt sich eine gesamte Menge von ca. 0,00075 mol, bei 980 °C ca. 0,00067 mol ein.

Zusätzlich zeigt sich eine starke Erhöhung der Ausscheidungsmenge an Niobkarbonitriden bei einer Temperaturerniedrigung. Deshalb ist zu vermuten, dass sich im Material Niob nicht nur gebunden in Form von Ausscheidungen, sondern auch gelöst im Material befindet.

### Versuchslegierung 2:

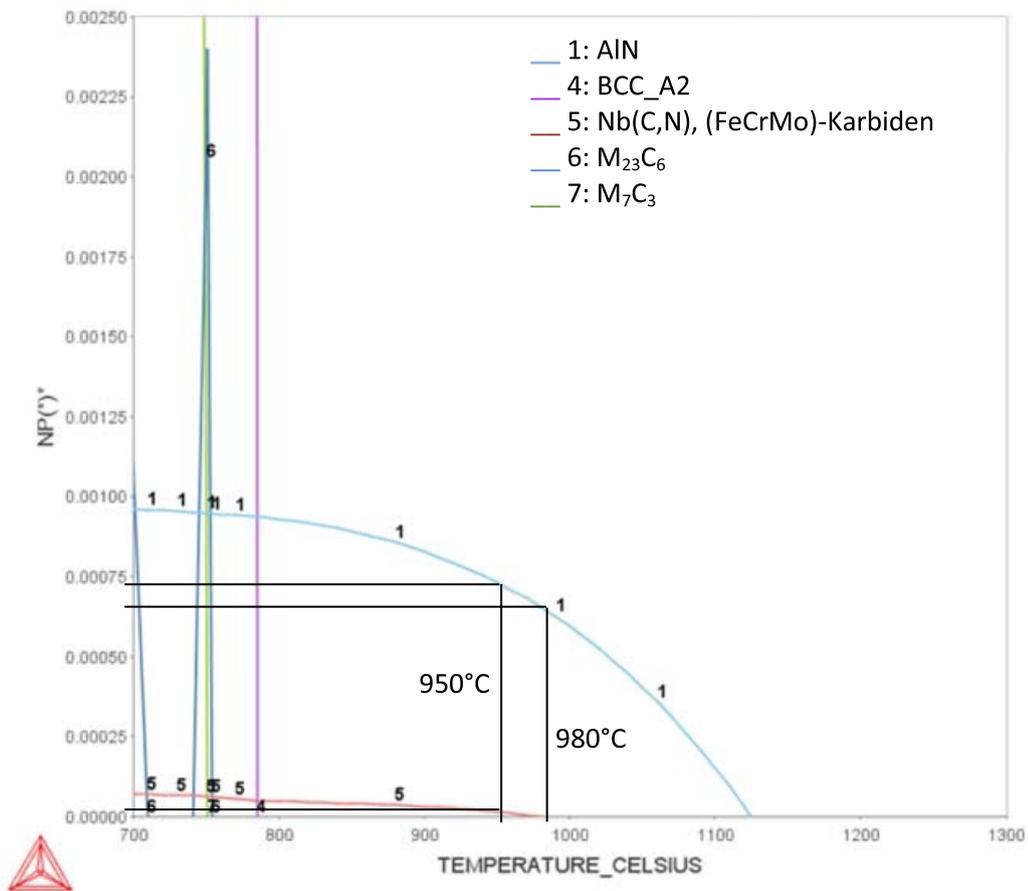
Aus Abb. 4.4 kann die Ausscheidungs Menge der Versuchslegierung 2 ermittelt werden. Es ist zu entnehmen, dass sich bei 950 °C insgesamt eine Ausscheidungs Menge von ca. 0,00086 mol einstellt. Bei 980 °C ergeben sich noch ca. 0,00078 mol.

Ebenso wie bei der Versuchslegierung 1 lässt Abb. 4.4 vermuten, dass sich gelöstes Niob im Material befindet.

### Mikrolegierung 2:

Eine gesamte Ausscheidungs Menge von ca. 0,00084 mol ergibt sich für die Mikrolegierung 2 bei 950 °C (Abb. 4.5). Ca. 0,00073 mol stellen sich bei 980 °C ein (Abb. 4.5).

Diese Legierung besitzt eine geringere Tendenz als die Versuchslegierungen bei niedrigen Temperaturen mehr Ausscheidungen zu bilden. Deshalb sollte weniger Niob gelöst im Werkstoff vorhanden sein.



**Abb. 4.1:** Ausscheidungs Menge der Standardlegierung über der Temperatur

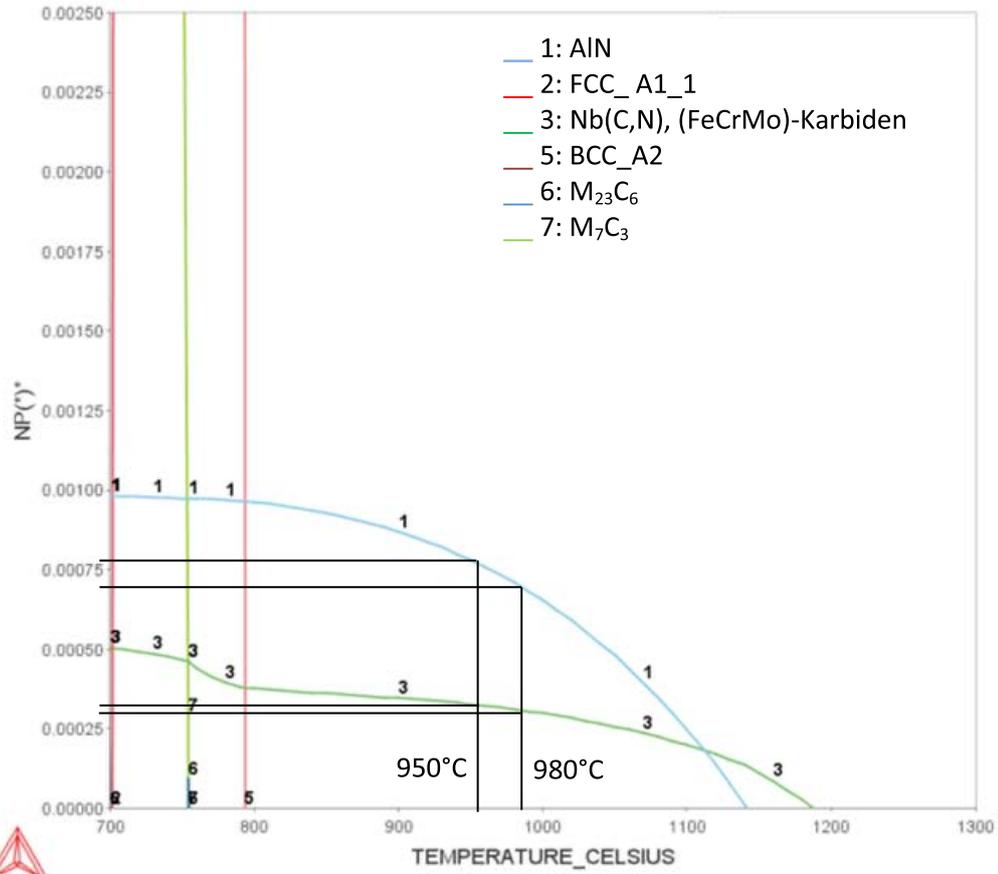


Abb. 4.2: Ausscheidungsmenge der Standardmikrolegierung über der Temperatur

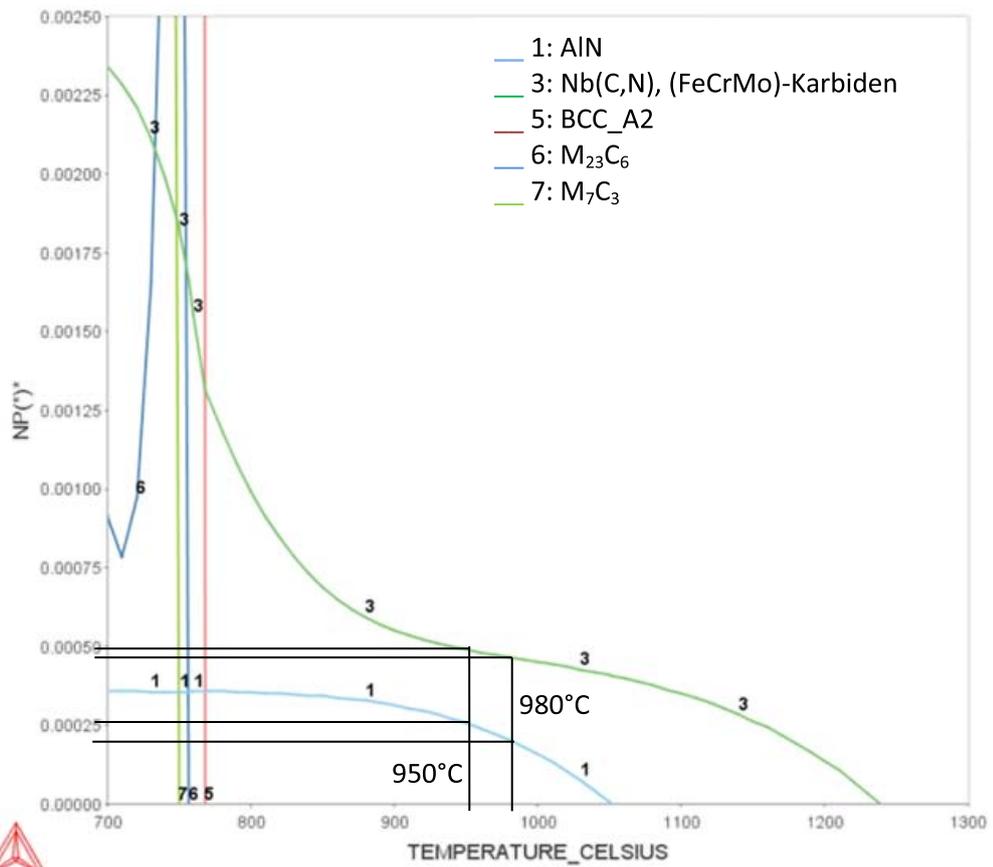


Abb. 4.3: Ausscheidungsmenge der Versuchslegierung 1 über der Temperatur

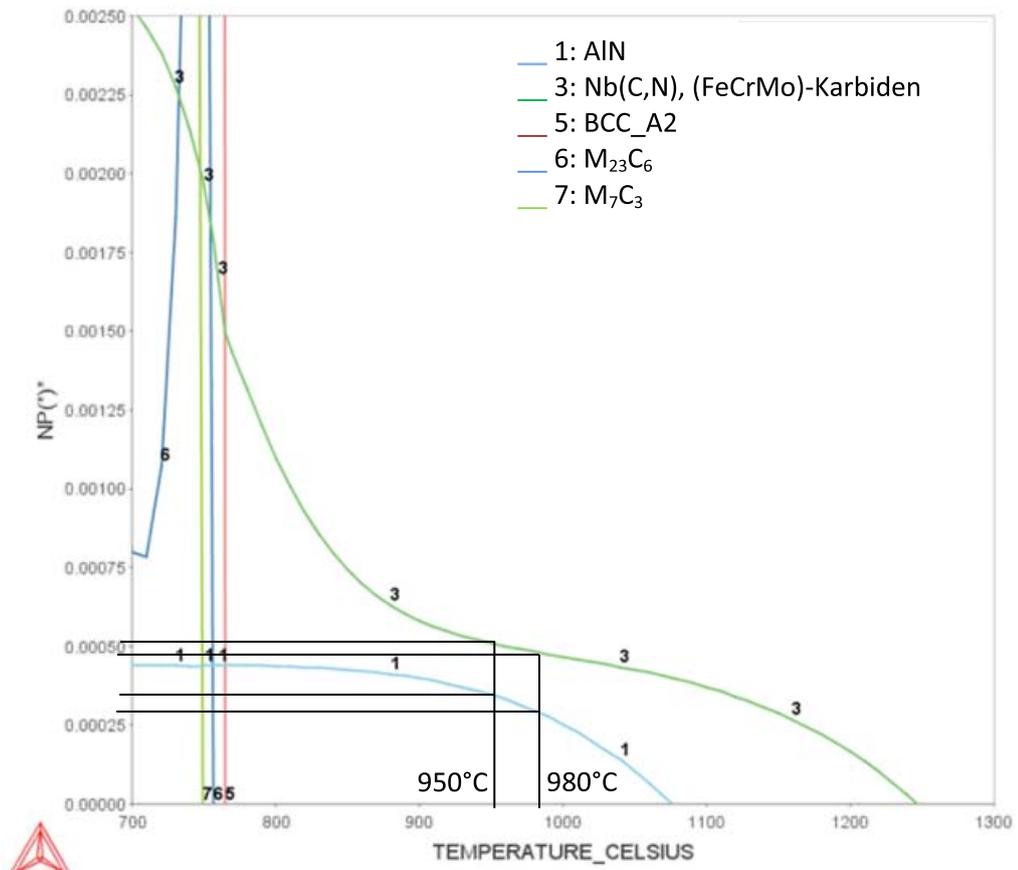


Abb. 4.4: Ausscheidungsmenge der Versuchslegierung 2 über der Temperatur

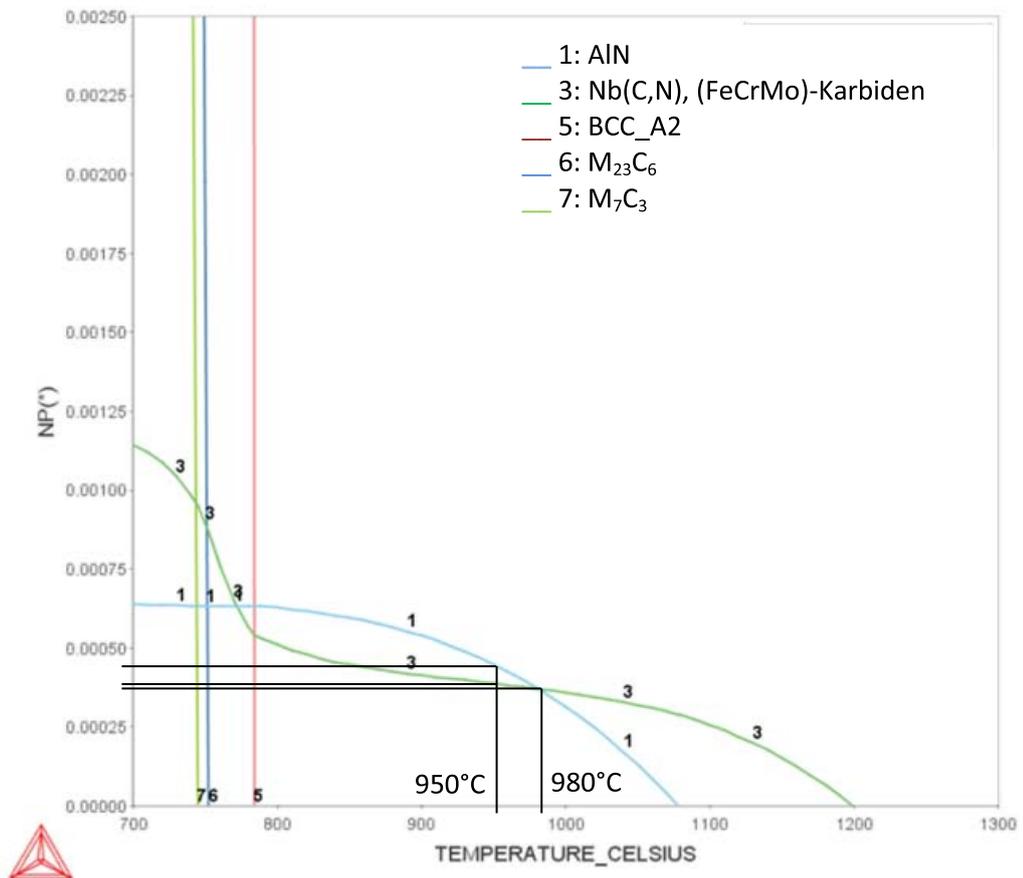


Abb. 4.5: Ausscheidungsmenge der Mikrolegierung 2 über der Temperatur

## 4.2 Korngrößenanalyse

In den folgenden Diagrammen sind die Korngrößenklassen mithilfe der mittleren Korngröße auf der x-Achse, aufgetragen. In den Kästchen innerhalb der Diagrammbereiche, ist eine Auflistung des Anteils an Körnern in der jeweiligen ASTM Korngrößenklasse eingetragen. Dabei steht ASTM 10 für Korngrößen innerhalb von ASTM 10 und feineren Körnern, ASTM 6 symbolisiert Korngrößen in Klassen von ASTM 9 bis 6. Der restliche Prozentsatz ist von ASTM 5 bis zur maximalen Korngrößenklasse. Zusätzlich ist die maximale und minimale Korngröße der jeweiligen Untersuchung und die dazugehörige Korngrößenklasse aufgelistet.

### 4.2.1 Einfluss von Seigerungen auf die Korngröße

Bei den industriell hergestellten Standardmaterialien wurde der Einfluss von Seigerungen der ausscheidungsbildenden Elemente auf die Korngröße bestimmt. Dazu wurden die Messwerte des Korndurchmessers vom Rand, der Mitte und des Zentrums des Blockquerschnittes miteinander verglichen.

#### Standardlegierung:

Aus der Häufigkeitsverteilungskurve (Abb. 4.6) und Dichteverteilungskurve der Korngröße (Abb. 4.7) kann man entnehmen, dass Seigerungen keinen erheblichen Einfluss auf die Korngröße der Standardlegierung nehmen. Die Verteilungen zeigen bei allen drei Entnahmepunkten der Proben ein gleiches Verhalten auf. Der Prozentsatz der jeweiligen ASTM Korngrößenklassen ist in allen Entnahmepunkten ähnlich. Die geringen Unterschiede sind auf Messungenauigkeiten zurückzuführen.

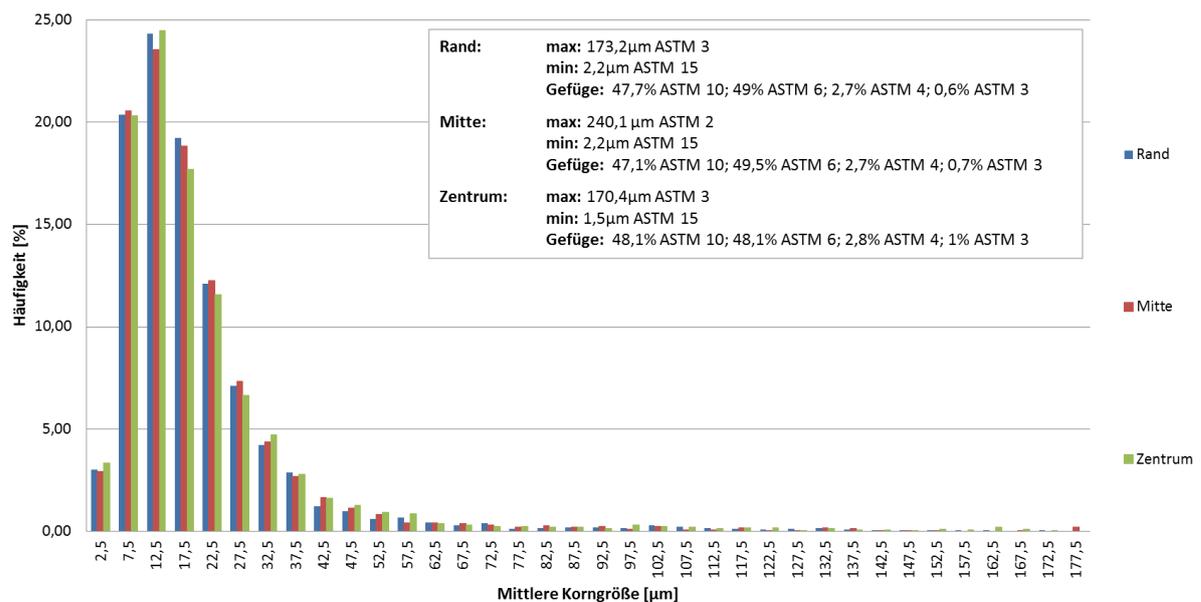


Abb. 4.6: Häufigkeitsverteilungskurve der Standardlegierung

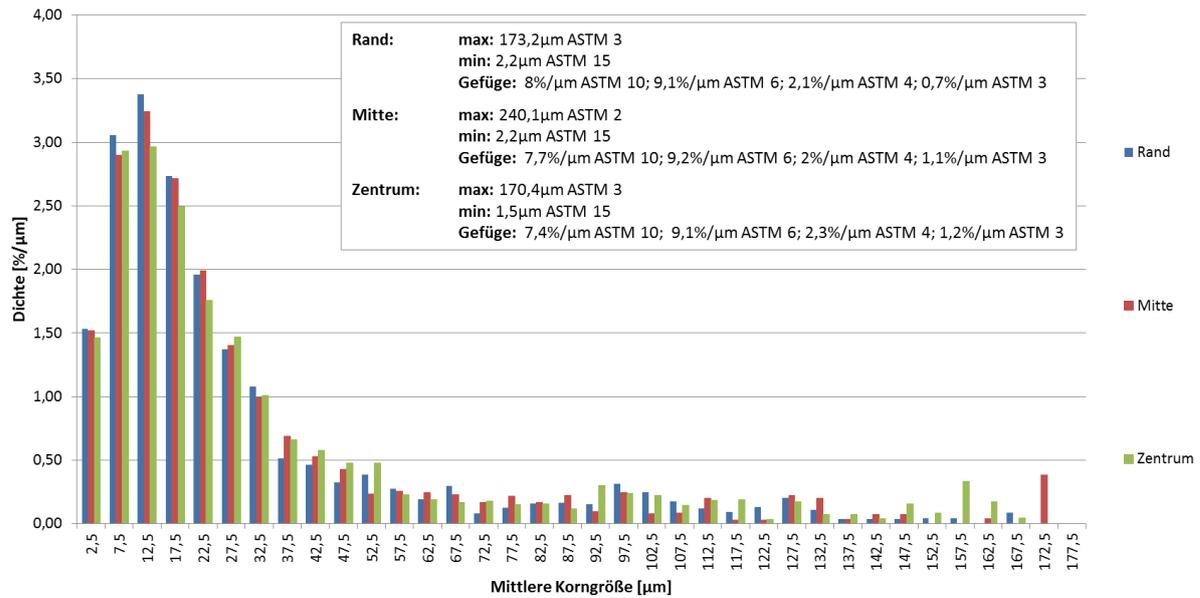


Abb. 4.7: Dichteverteilungskurve der Standardlegierung

**Standardmikrolegierung:**

Anhand der Häufigkeitsverteilungskurve in Abb. 4.8 und Dichteverteilungskurve in Abb. 4.9 kann man erkennen, dass Seigerungen bei der Standardmikrolegierung eine größere Rolle als bei der Standardlegierung spielen. Bei diesem Legierungstyp ist mehr Niob enthalten, welches eine starke Tendenz zum Seigern aufweist. Den Abbildungen ist zu entnehmen, dass sich im Zentrum des Blockquerschnittes ein etwas feineres Gefüge als am Rand ausbildet. Dies wird durch den Prozentsatz der ASTM Korngrößenklassen verdeutlicht. Im Zentrum befindet sich ein höherer Anteil an ASTM 10 und feineren Körnern, wohingegen die größeren ASTM Korngrößenklassen einen geringeren Prozentsatz aufweisen. Für die folgenden Vergleiche der Korngröße wurde dieses Verhalten jedoch vernachlässigt.

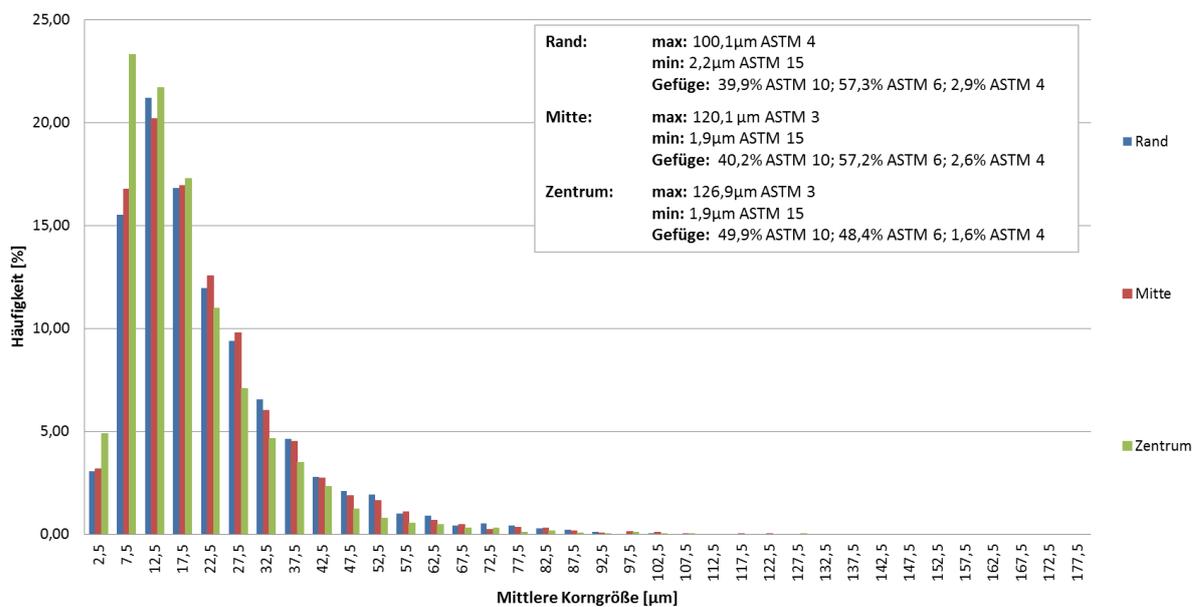
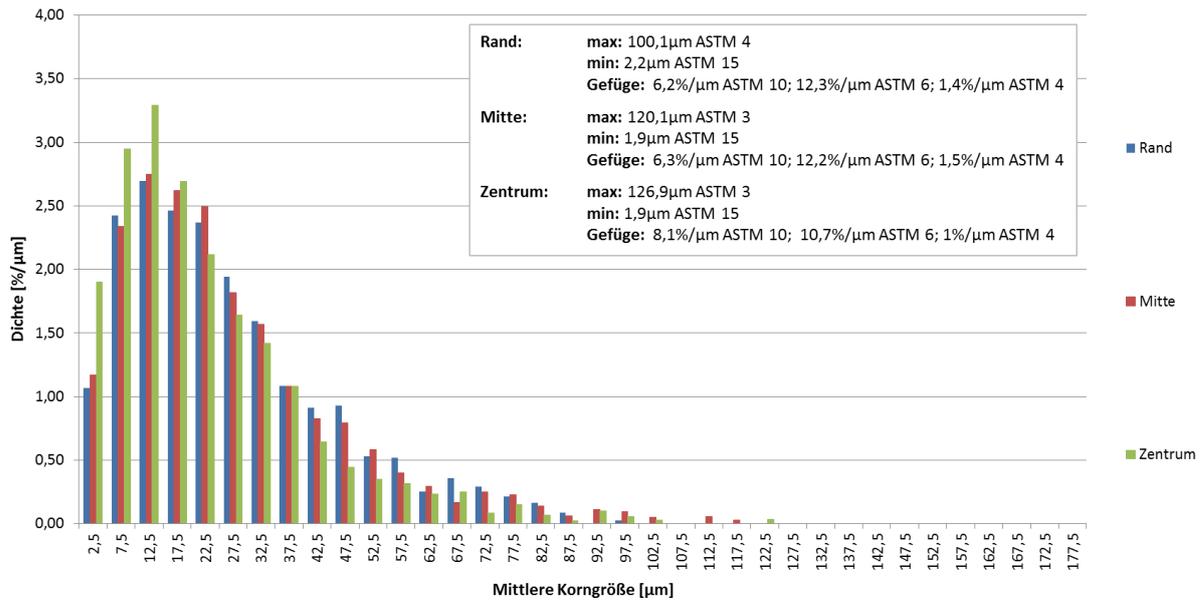


Abb. 4.8: Häufigkeitsverteilungskurve der Standardmikrolegierung



**Abb. 4.9:** Dichteverteilungskurve der Standardmikrolegierung

#### 4.2.2 Einfluss von Wärmebehandlungen auf die Korngröße

Bei der Untersuchung des Ausgangsgefüges, d.h. dem Gefüge nach dem Vorvergüten, wurden keine wesentlichen Unterschiede im Gefügestand der Standardmaterialien und Versuchslegierungen festgestellt. Somit weisen diese Materialien gleiche Ausgangsbedingungen auf und können untereinander verglichen werden.

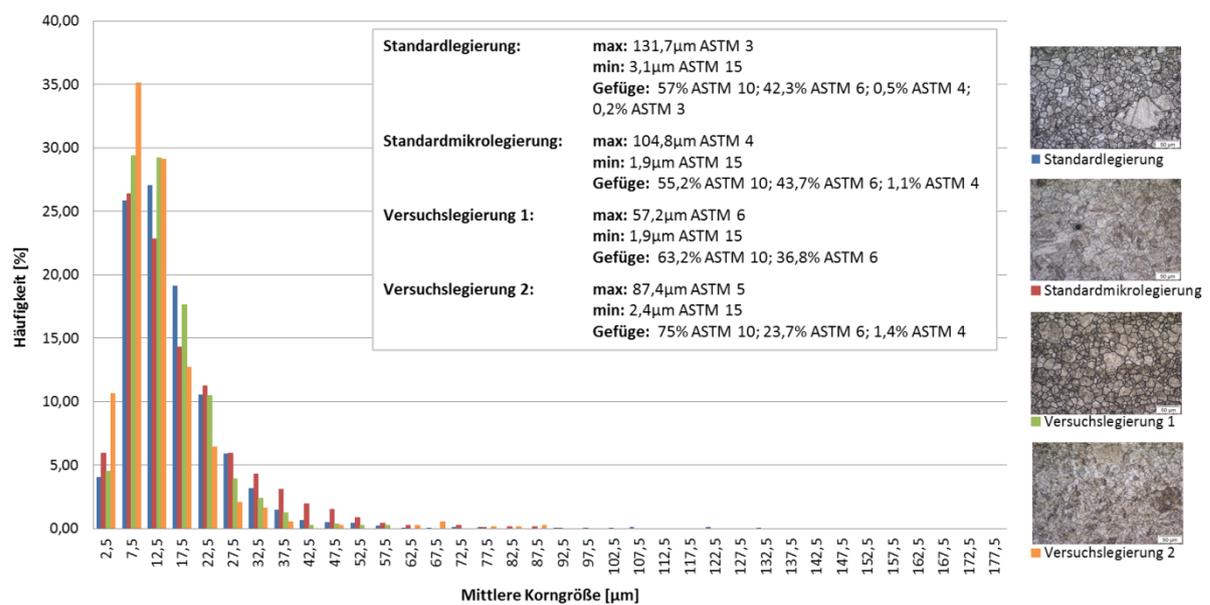
Bei der Mikrolegierung 2, jene Legierung die bei Buderus Edelstahl GmbH wärmebehandelt wurde, konnte das Ausgangsgefüge nicht näher betrachtet werden. Zusätzlich sind die Austenitkörner dieser Legierung nur bei einer Wärmebehandlung von 980 °C, nach einer Haltezeit von 30 und 80 Stunden, vermessen worden.

Bei den Standardmaterialien wurde von allen Entnahmepunkten eine Gesamtverteilung erstellt, damit die zuvor aufgelisteten Probleme keinen Einfluss auf das Ergebnis nehmen.

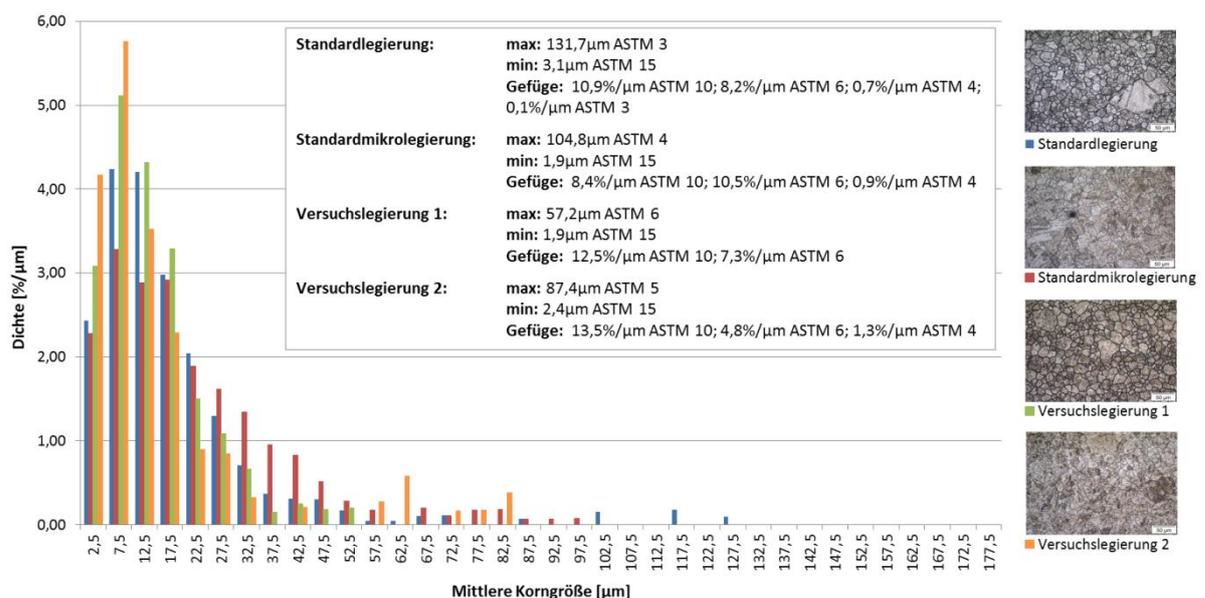
In den Legenden neben den einzelnen Diagrammen kann man die untersuchten Gefügausschnitte der jeweiligen Austenitkorngrößenbestimmungen erkennen und somit einen Einblick auf die unterschiedliche Kornstruktur erhalten.

**950 °C- 10 h:**

Wie in der Häufigkeitsverteilungskurve (Abb. 4.10) und der Dichteverteilungskurve (Abb. 4.11) erkennbar, zeigt die Versuchslegierung 2 die feinste Korngrößenverteilung bei Wärmebehandlungen von 950 °C für 10 h. Bei der Standardlegierung treten bei dieser Wärmebehandlung grobe Körner (ASTM 3) auf. Bereits bei diesen Bedingungen stellt sich eine unstetige Korngrößenverteilung der Standardlegierung sowie der Versuchslegierung 2 ein. Jedoch zeigt die Versuchslegierung 2 einen größeren Anteil an feinen Körnern als die restlichen Legierungen (Abb. 4.10). Die Körner der Versuchslegierung 1 weisen eine maximale Korngröße von ASTM 6 auf. Die Standardmikrolegierung besitzt bei dieser Wärmebehandlung das gleichmäßigste Gefüge bezüglich der Korngrößenverteilung.



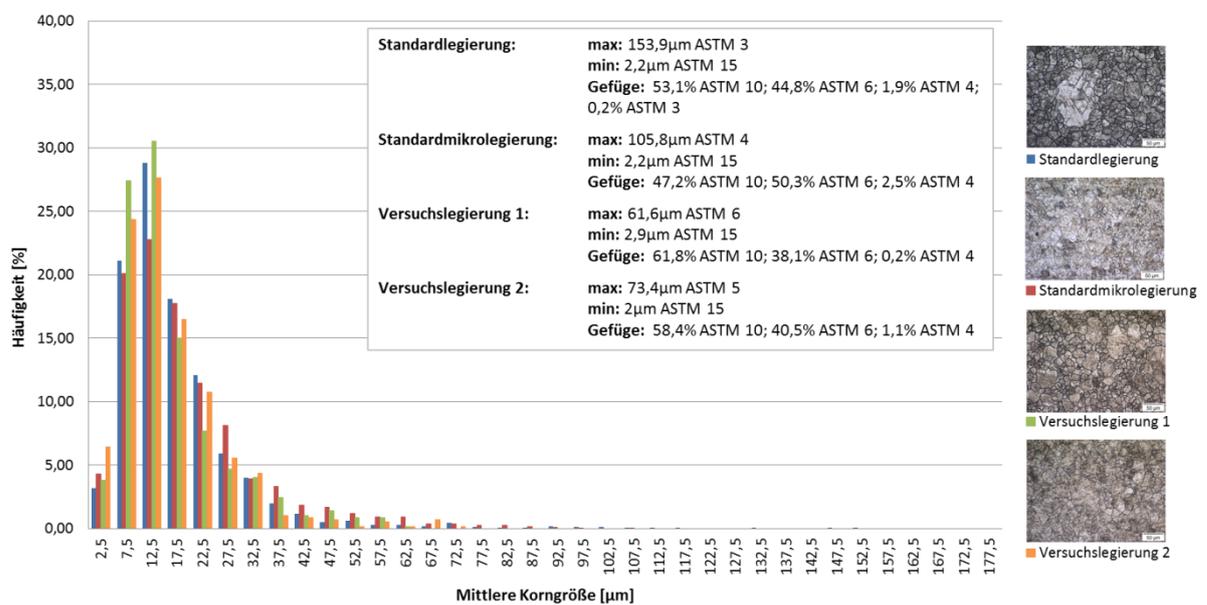
**Abb. 4.10:** Häufigkeitsverteilungskurve der Korngröße, wärmebehandelt bei 950 °C für 10 h



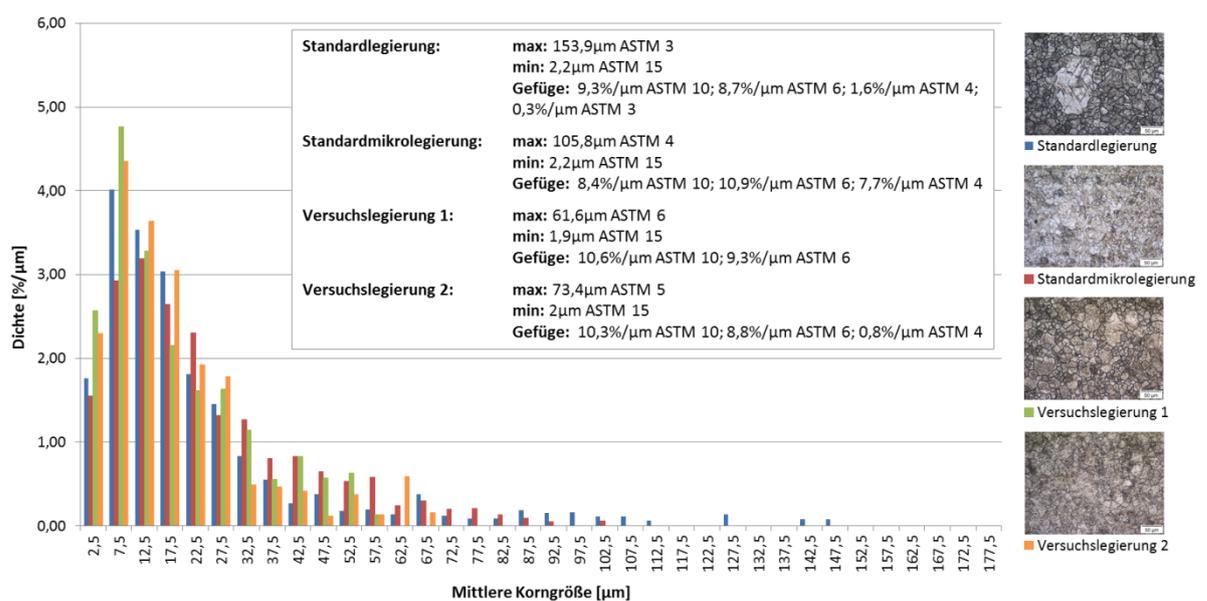
**Abb. 4.11:** Dichteverteilungskurve der Korngröße, wärmebehandelt bei 950 °C für 10 h

**950 °C- 30 h:**

Die Legierungen weisen beim Einsatzhärten bei 950 °C für 30 Stunden eine relativ stetige Korngrößenverteilungskurve auf, wie in der Häufigkeitsverteilungskurve in Abb. 4.12, dargestellt. Nur die Standardlegierung zeigt eine leicht bimodale Form der Verteilung, welche in der Dichteverteilungskurve zu erkennen ist (Abb. 4.13). Die Versuchslegierung 1 hat die feinsten Körner, während die Standardlegierung die größten (bereits ASTM 3) besitzt. Die Standardmikrolegierung weist ein gröberes, jedoch auch ein gleichmäßiger verteiltes Gefüge als die Versuchslegierungen auf. Anhand der Maxima der Verteilungen (Abb. 4.10 und Abb. 4.12) kann man erkennen, dass sich bei einer längeren Haltezeit von 20 h die Korngröße zu höheren Werten verschoben hat



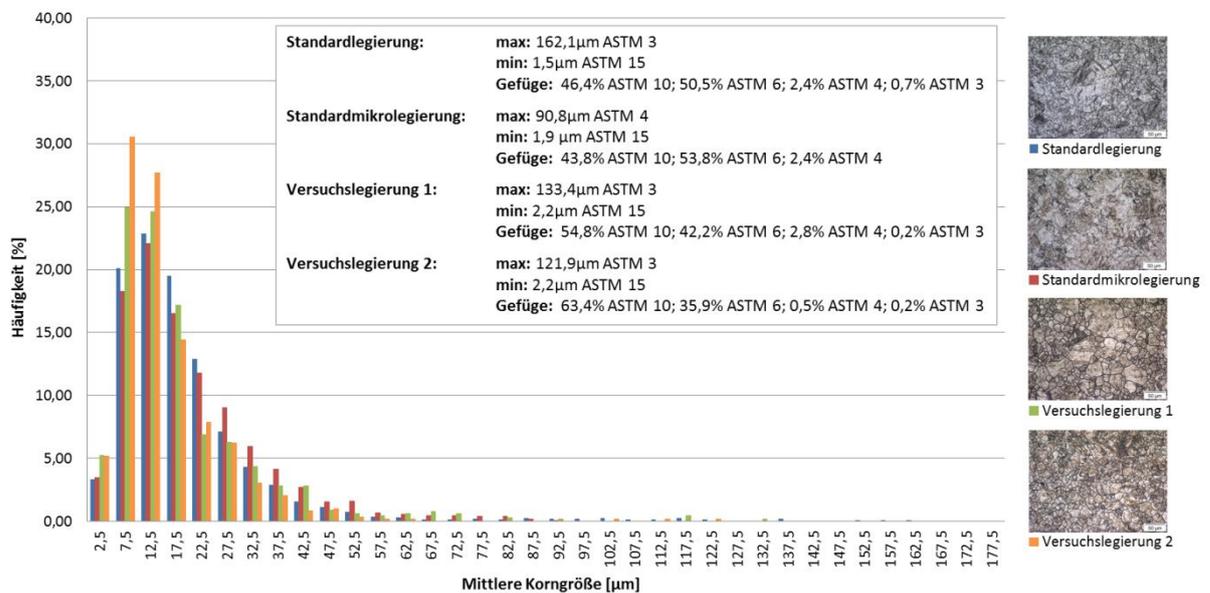
**Abb. 4.12:** Häufigkeitsverteilungskurve der Korngröße, wärmebehandelt bei 950 °C für 30 h



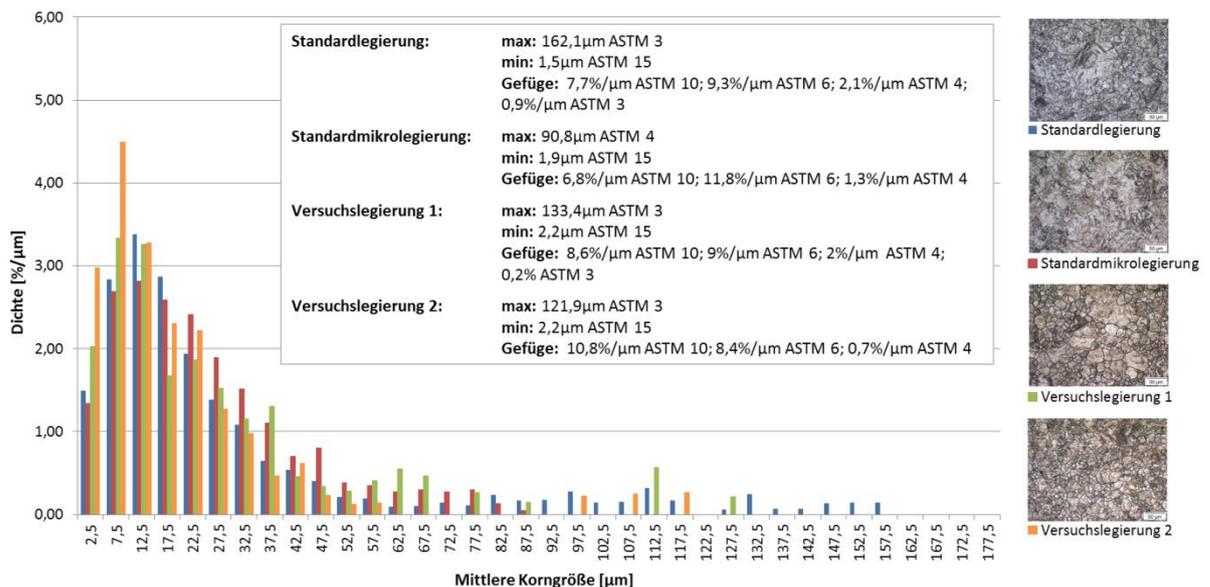
**Abb. 4.13:** Dichteverteilungskurve der Korngröße, wärmebehandelt bei 950 °C für 30 h

**950 °C- 80 h:**

Beim Einsatzhärten bei 950 °C für 80 h ergibt sich eine Korngrößenverteilung wie in der Häufigkeitsverteilungskurve (Abb. 4.14) ersichtlich. In der Dichteverteilungskurve (Abb. 4.15) kann man erkennen, dass sich eine unstetige Korngrößenverteilung einstellt. Die Standardlegierung weist dabei mehr grobe Körner wie die restlichen Legierungen auf. Die maximale Korngröße der Standardmikrolegierung liegt bei ASTM 4 und ist somit um eine Korngrößenklasse feiner als die der anderen Werkstoffe. Zusätzlich fällt auf, dass der Anteil der feinen Körner, also über ASTM 10, bei den Standardmaterialien sehr ähnlich ist. Die Versuchslegierungen, insbesondere die Versuchslegierung 2, weisen einen viel höheren Anteil an feinen Körnern auf. Bei einer Haltezeit von 30 (Abb. 4.13) und 80 h (Abb. 4.15) kann man bei dieser Temperatur nur geringe Unterschiede der Verteilungen erkennen.



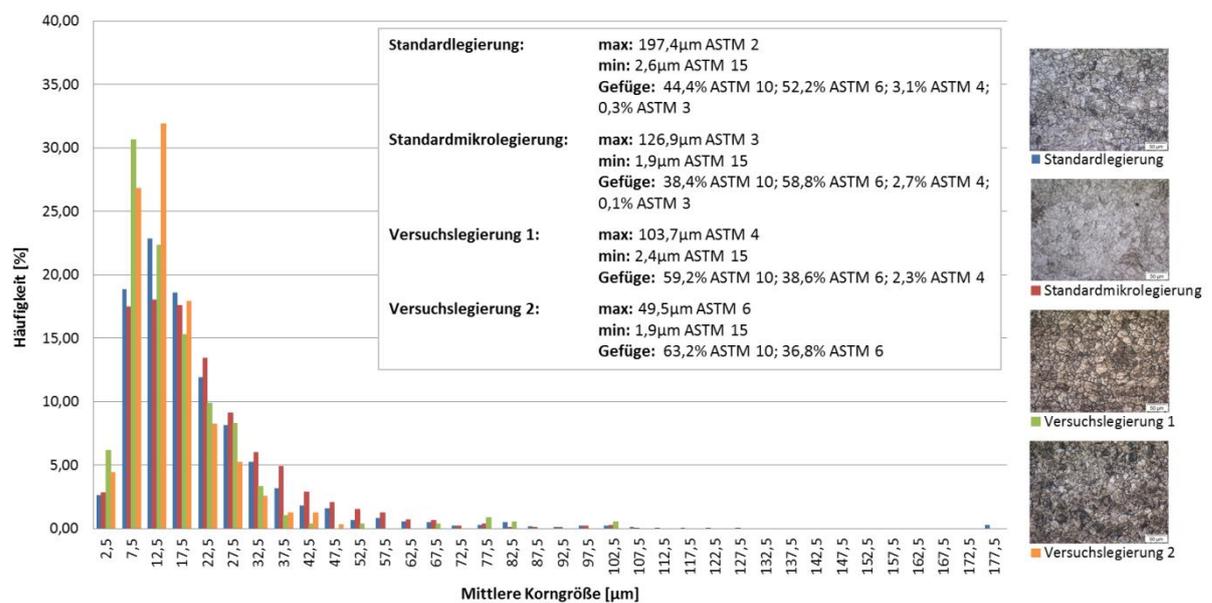
**Abb. 4.14:** Häufigkeitsverteilungskurve der Korngröße, wärmebehandelt bei 950 °C für 80 h



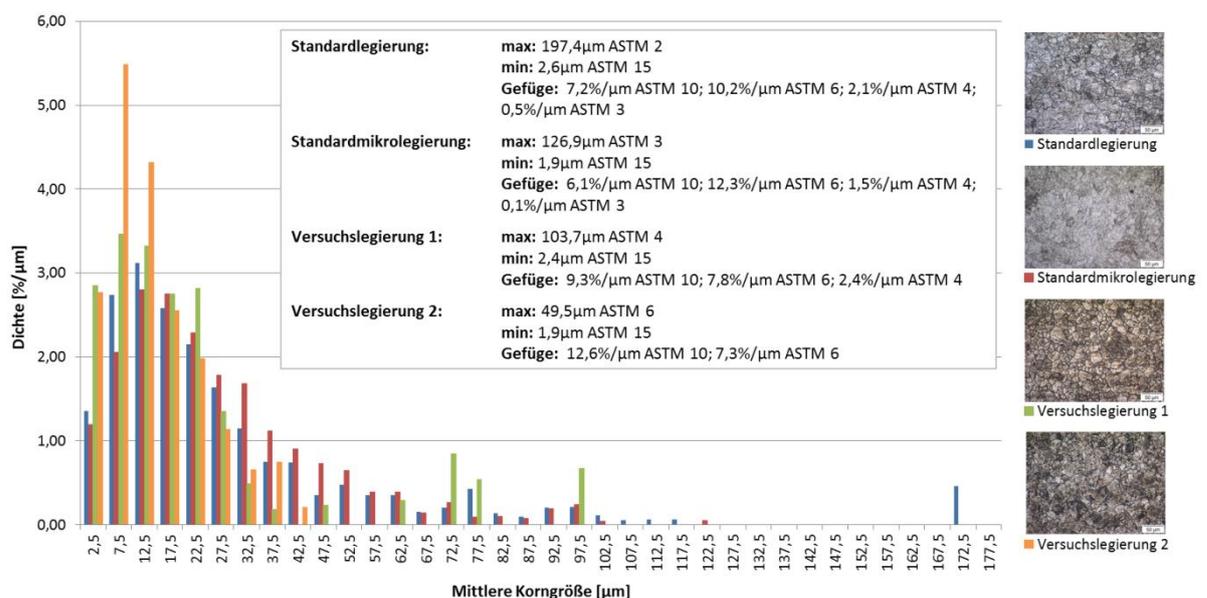
**Abb. 4.15:** Dichteverteilungskurve der Korngröße, wärmebehandelt bei 950 °C für 80 h

**980 °C- 10 h:**

Bei einer Wärmebehandlung bei 980 °C für 10 Stunden besitzt die Versuchslegierung 2 einen höheren Anteil an feinen Körnern als die anderen Materialien, zu erkennen in der Häufigkeitsverteilungskurve in Abb.4.16. Mit einer maximalen Korngrößenklasse von ASTM 6 ist das Gefüge dieser Legierung am feinsten und zeigt außerdem noch keine ausgeprägte unstetige Korngrößenverteilung. Dies wird anhand der Dichteverteilungskurve der Korngröße (Abb. 4.17) verdeutlicht. Die groben Körner der Standardlegierung fallen bereits in die Korngrößenklasse ASTM 2. Die Versuchslegierung 1 und die Standardlegierung besitzen eine bimodale Kornstruktur, während die Standardmikrolegierung eher eine stetige Korngrößenverteilung aufweist.



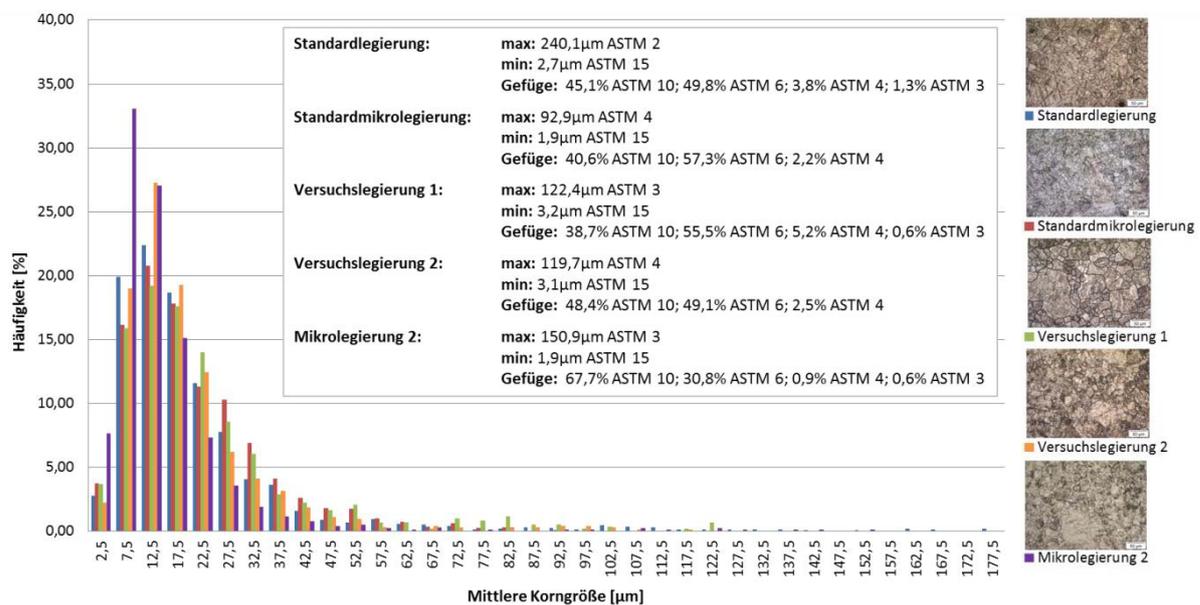
**Abb. 4.16:** Häufigkeitsverteilungskurve der Korngröße, wärmebehandelt bei 980 °C für 10 h



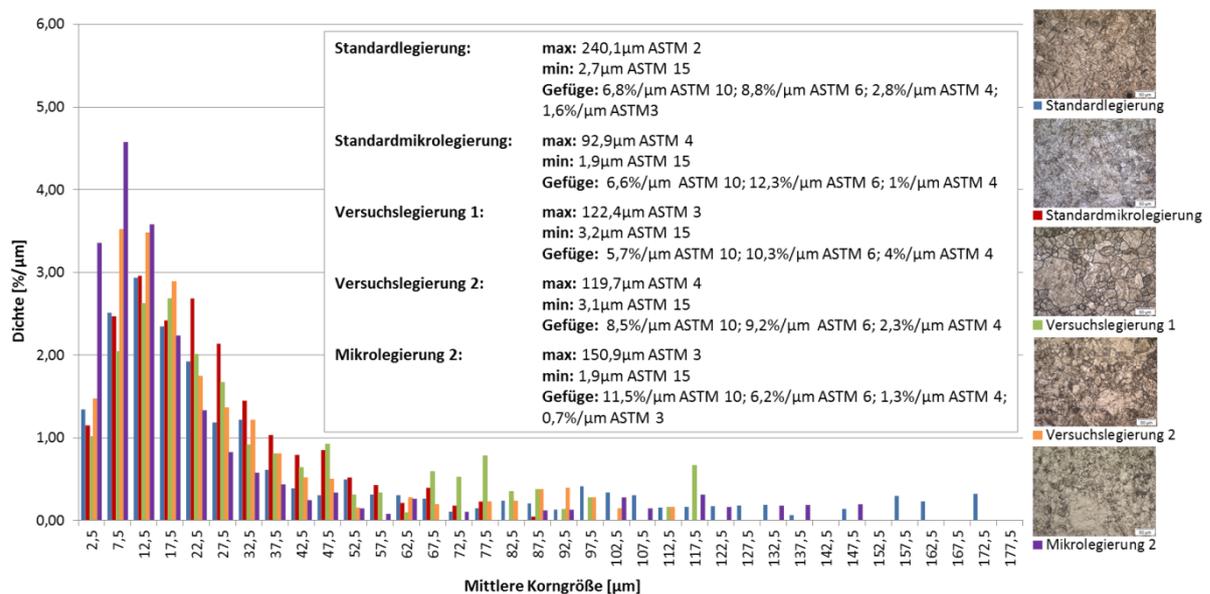
**Abb. 4.17:** Dichteverteilungskurve der Korngröße, wärmebehandelt bei 980 °C für 10 h

**980 °C- 30 h:**

Ab einer Haltezeit von 30 Stunden bei 980 °C treten bei der Standardlegierung Körner mit einer Korngröße von ASTM 2 auf. Das restliche Gefüge ist dem der Versuchslegierung 2 ähnlich (Abb. 4.18). Die Standardmikrolegierung weist das gleichmäßigste Gefüge auf und die maximale Korngröße fällt in die ASTM 4 Korngrößenklasse. Die Mikrolegierung 2 besitzt bereits grobe Körner (ASTM 3) ebenso wie die Versuchslegierung 1. Jedoch besitzt diese Legierung den höchsten Anteil an kleinen Körnern (ASTM 10). Die Versuchslegierung 2 hat ebenfalls einen hohen Anteil an feinen Körnern, ihre maximale Korngröße liegt aber im besseren Bereich der ASTM 4 Korngrößenklasse. Vergleicht man die Dichteverteilungskurven bei einer Haltezeit von 10 (Abb. 4.17) und 30 h (Abb. 4.19), ist erkennbar dass sich das Maximum gesenkt und die Verteilung breiter geworden ist.



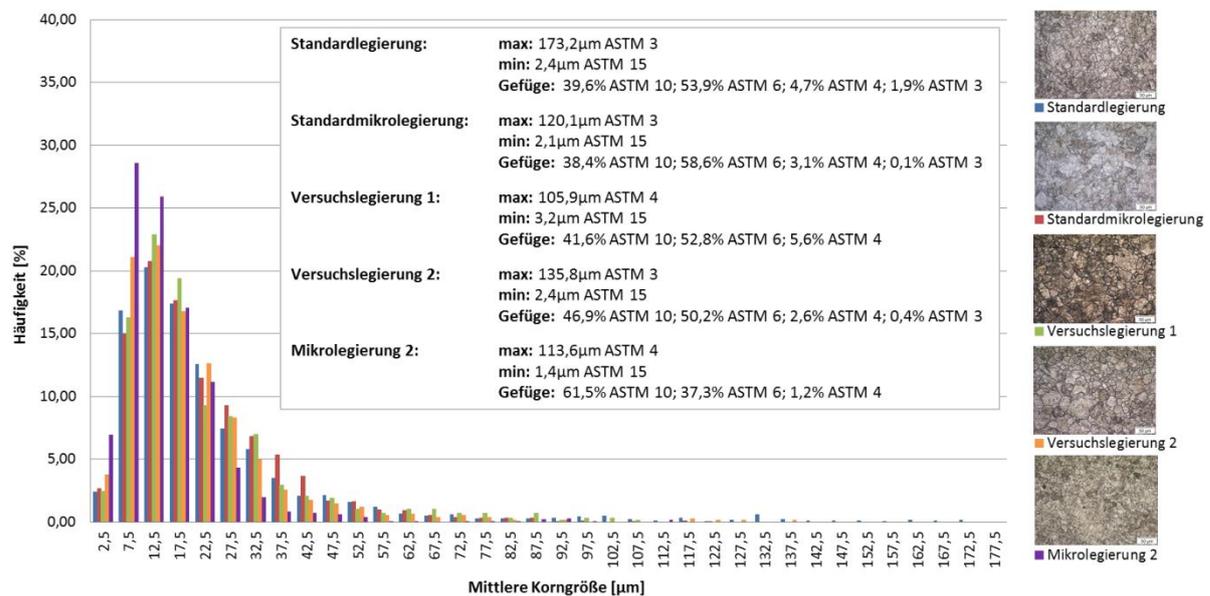
**Abb. 4.18:** Häufigkeitsverteilungskurve der Korngröße, wärmebehandelt bei 980 °C für 30 h



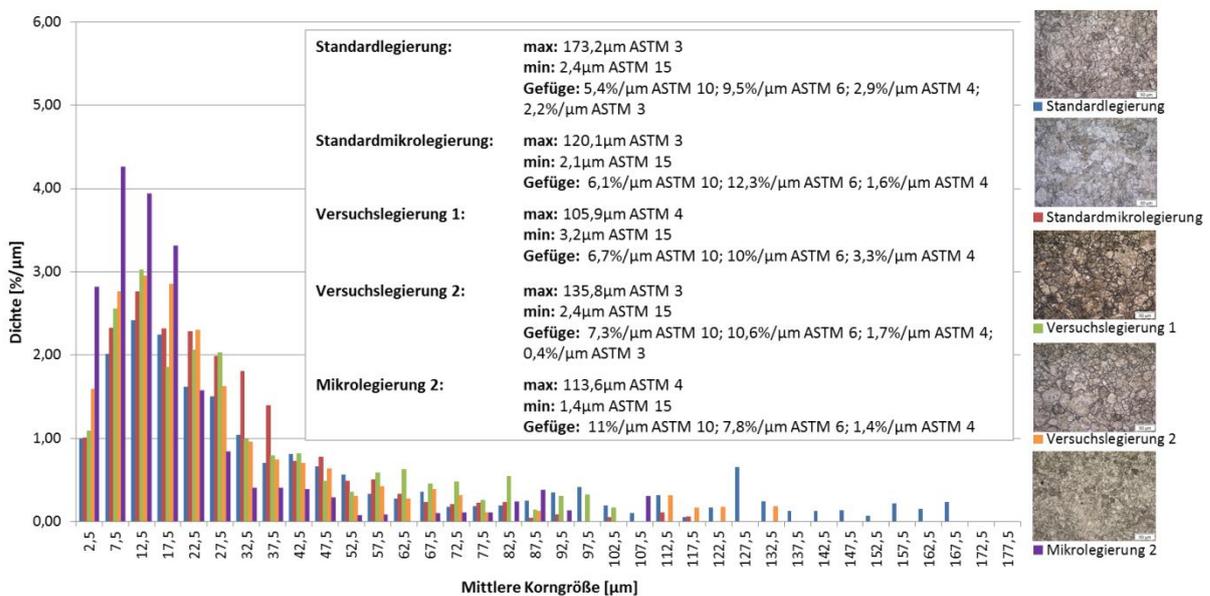
**Abb. 4.19:** Dichteverteilungskurve der Korngröße, wärmebehandelt bei 980 °C für 30 h

**980 °C- 80 h:**

Werden die Materialien bei 980 °C 80 h lang gehalten, ergibt sich eine Korngrößenverteilung wie in der Häufigkeitsverteilungskurve (Abb. 4.20) und der Dichteverteilungskurve (Abb. 4.21) gezeigt. Bei der Standardlegierung hat sich bei diesen Bedingungen die Korngröße zu deutlich größeren Körnern verschoben, mit einem hohen Anteil an ASTM 3 Körnern. Des Weiteren ist eine bimodale Korngrößenverteilung aller Legierungstypen ersichtlich. Das Gefüge der Mikrolegierung 2 ist dabei tendenziell feiner als das der anderen Legierungen. Die Versuchslegierung 2 besitzt ebenfalls einen hohen Anteil an kleinen Körnern. Auch bei dieser Wärmebehandlung besitzt die Standardmikrolegierung das gleichmäßigste Gefüge. Beide Verteilungen sind bei dieser Wärmebehandlung flacher und breiter wie die Verteilungen der restlichen Wärmebehandlungen.



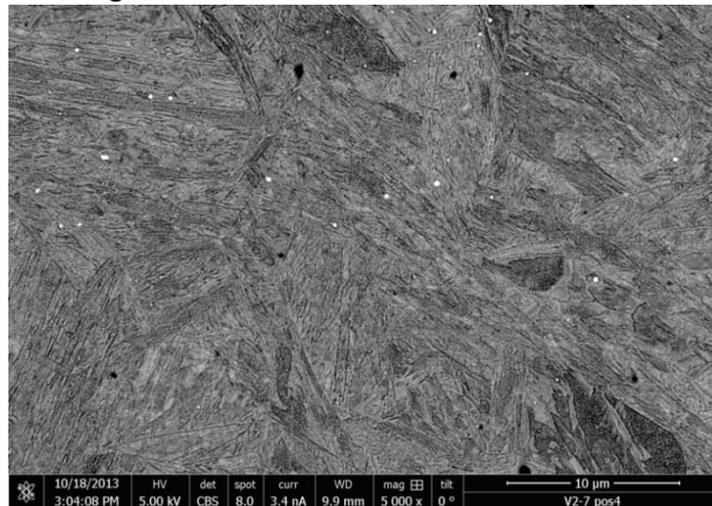
**Abb. 4.20:** Häufigkeitsverteilungskurve der Korngröße, wärmebehandelt bei 980 °C für 80 h



**Abb. 4.21:** Dichteverteilungskurve der Korngröße, wärmebehandelt bei 980 °C für 80 h

### 4.3 Ausscheidungsuntersuchung

Da die Standardmikrolegierung, die Mikrolegierung 2 und die Versuchslegierung 2 eine gute Feinkornstabilität aufweisen, aber eine unterschiedliche Kornstruktur zeigen, wurde untersucht, in wie weit die Ausscheidungen darauf Einfluss nehmen. Die Ausscheidungen wurden mithilfe von REM und TEM Aufnahmen vermessen. Im REM konnte eine relativ große Fläche der Materialien untersucht werden, wodurch man einen Einblick auf die Ausscheidungsverteilung im Gefüge erhalten konnte. Dabei zeigte sich eine unregelmäßige Verteilung im Gefüge, wie in Abb. 4.22 gut ersichtlich. Des Weiteren wurden sehr große Ausscheidungen, im  $\mu\text{m}$  Bereich, entdeckt. In deren näheren Umgebung konnten keine anderen Ausscheidungen gefunden werden. Im REM waren hauptsächlich die hellen Niob Ausscheidungen sichtbar. Mit den TEM Aufnahmen konnten die Ausscheidungen genau vermessen werden. Wegen der auffälligen Form und des dunklen Kontrastes konnten hier die Aluminiumausscheidungen leichter identifiziert werden.



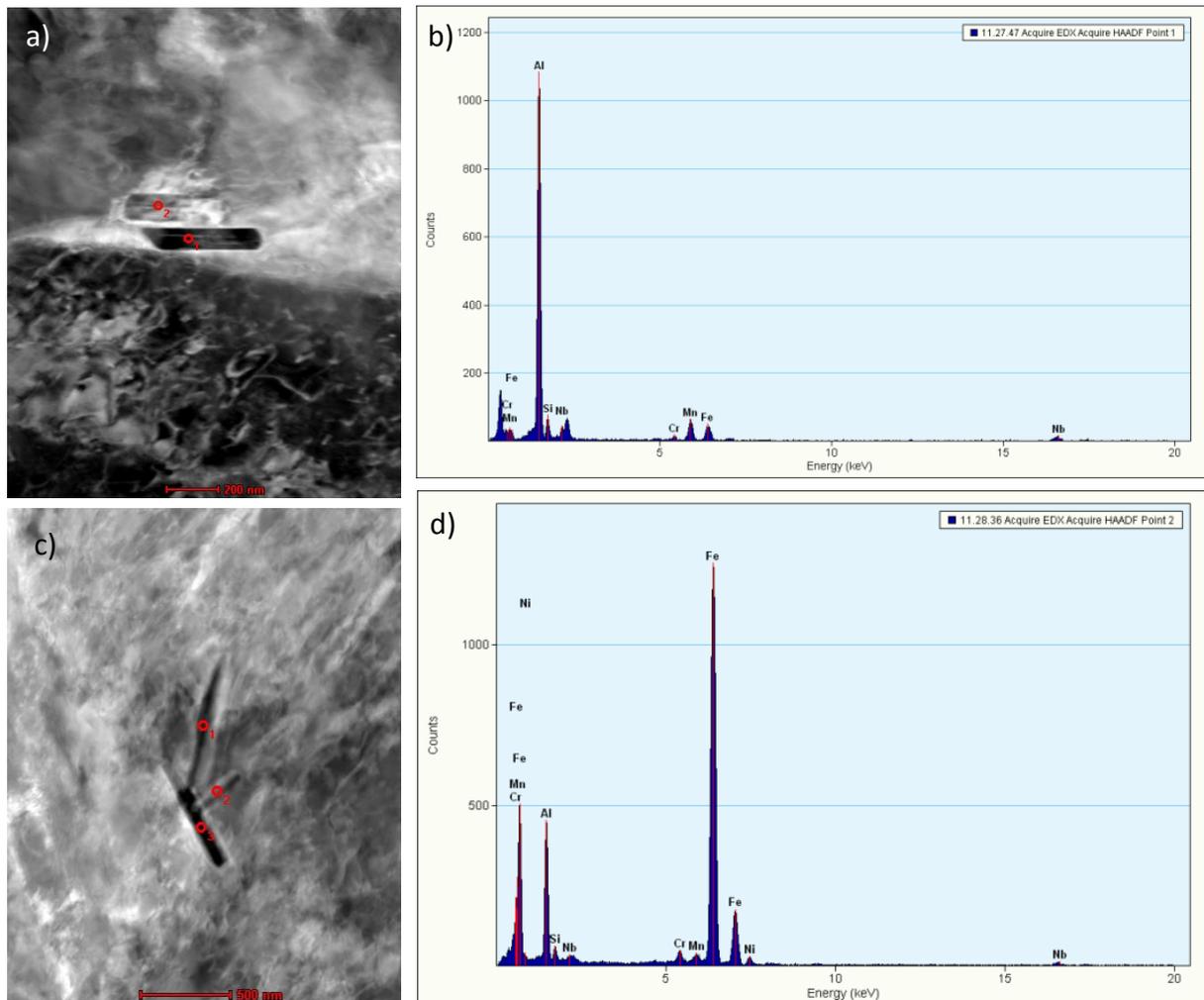
**Abb. 4.22.:** REM Aufnahme der VL 2 (980 °C, 80 h). Die weißen Punkte charakterisieren die Nb- Ausscheidungen. Es zeigt sich eine regellose Verteilung der Ausscheidungen im Gefüge.

#### 4.3.1 Untersuchung der Legierungsvarianten

Es wurden die Ausscheidungen der drei zuvor genannten Legierungsvarianten bei dieser Untersuchung bei der einheitlichen Wärmebehandlung von 980 °C für 80 h näher betrachtet.

##### **Standardmikrolegierung:**

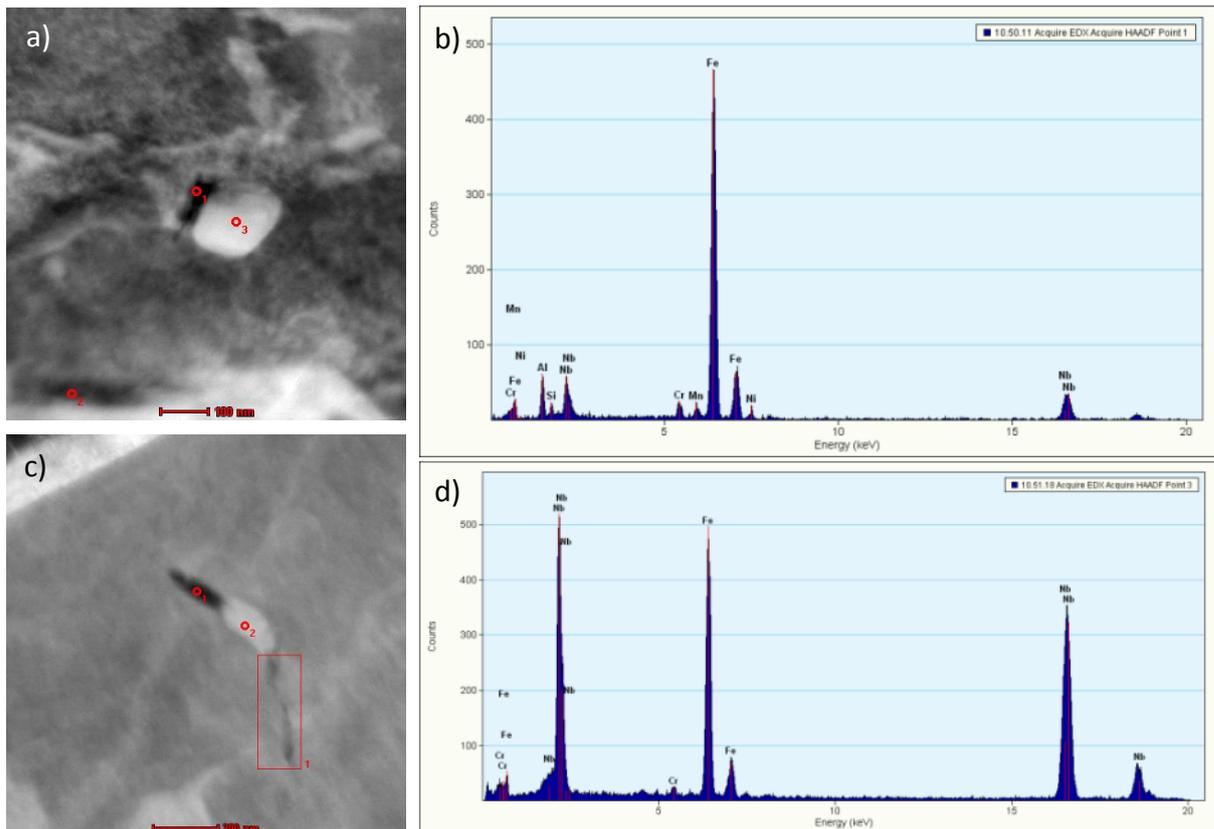
Bei dieser Legierungsvariante waren zusätzlich zu den Nb- Ausscheidungen einige Al- Ausscheidungen im REM sichtbar. Im TEM konnten fast nur Aluminiumausscheidungen (Abb. 4.23.a,c) festgestellt werden. Die EDX Messungen der Ausscheidungen ergaben, dass in den Aluminiumausscheidungen immer etwas Niob vorhanden war (Abb. 4.23.b,d). Die Aluminiumnitride hatten bei diesen Untersuchungen eine rechteckige bis längliche Form. Im TEM und REM konnten 108 Ausscheidungen vermessen werden, der größte Anteil davon waren die rechteckigen AlN- Ausscheidungen.



**Abb. 4.23:** **a)** TEM Aufnahme von AlN- Ausscheidung der STML, **b)** EDX Messung des Punktes 1 Bild a, es handelt sich um eine Aluminiumausscheidung mit Nb Anteil, **c)** TEM Aufnahme mit drei AlN- Ausscheidungen (Punkt 1-3) der STML, **d)** EDX Messung des Punktes 2 Bild a, ebenfalls eine Al- Nb Ausscheidung

### Mikrolegierung 2:

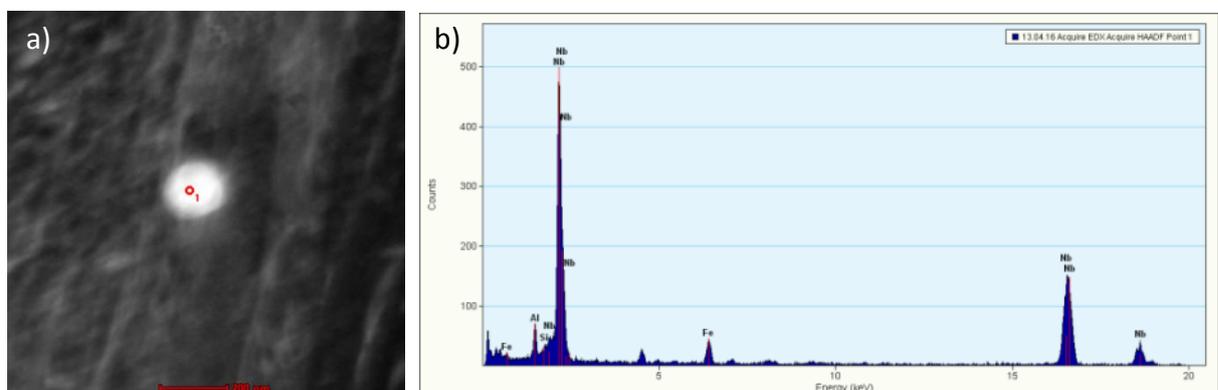
Bei dieser und auch den anderen Legierungen waren im TEM viele komplexe Ausscheidungen sichtbar, wie in Abb. 4.24.a ersichtlich. Diese bestehen meist aus einer rechteckigen Aluminiumausscheidung (Abb. 4.24.b), auf welcher eine rundliche Niobausscheidung (Abb. 4.24.d) ankeimt. Komplexe Ausscheidungen können jedoch auch andere Formen annehmen, wie in Abb. 4.24.c ersichtlich. Es wurden insgesamt 113 Ausscheidungen bei dieser Variante gemessen, also in etwa die gleiche Anzahl wie bei der Standardmikrolegierung. Bei dieser und auch bei der nächsten Legierung konnte keine Aussage über eine stärker gebildeten Ausscheidung, wie bei der Standardmikrolegierung, gemacht werden. Aufgrund des Gefügekontrastes konnte oft nur mittels EDX zwischen Ausscheidungen und Kontrastbereichen unterschieden werden, wie anhand der Abb. 4.24.a Punkt 1 (Aluminiumausscheidung) und Punkt 2 (Gefügekontrast) sowie in dem Rechteck in Abb. 4.24.c (Gefügekontrast), zu erkennen ist.



**Abb. 4.24:** **a)** TEM Aufnahme einer komplexen Ausscheidung der ML 2, im Punkt 2 wurde ein Gefügekontrast gemessen, **b)** EDX Messung Punkt 1 Bild a, es handelt sich um eine Al-Ausscheidung mit Nb- Anteil, **c)** TEM Aufnahme einer AlNb- Ausscheidung (Punkt 1) und einer Nb- Ausscheidung (Punkt 2) der ML 2. Im Rechteck 1 ist ebenfalls ein Gefügekontrast sichtbar, **d)** EDX Messung Punkt 2 Bild a, es handelt sich um eine Nb-Ausscheidung

### Versuchslegierung 2:

Im REM und TEM konnten vor allem die hellen Niobausscheidungen gut vermessen werden. Die charakteristische runde bis ovale Form (Abb. 4.25.a) vereinfachte das Identifizieren dieser Ausscheidungen. Bei zusätzlichen EDX Messungen, Abb. 4.25.b, konnte öfters ein geringer Anteil an Aluminium in diesen Ausscheidungen gefunden werden. Mit 218 Ausscheidungen wurden bei dieser Legierung die meisten Ausscheidungen vermessen.



**Abb. 4.25:** **a)** TEM Aufnahme einer rundlichen Nb- Ausscheidung der VL 2, **b)** EDX Messung Punkt 1 Bild a, es handelt sich um eine Nb- Ausscheidungen mit Al- Anteil

**Der Zener- Durchmesser wurde nach der Ausscheidungsvermessung wie folgt abgeschätzt:****Gemessene Werte:**

Untersuchte Fläche im TEM:	$A_T = 200 \mu m * 200 \mu m = 40000 \mu m^2$
Durchschnittliche Dicke der TEM- Probe mit EELS bestimmt:	$t_T = 0,25 \mu m$
Durchschnittliche Anzahl der gemessenen Ausscheidungen im TEM:	$N = 40$
Durchschnittlicher Durchmesser der Ausscheidung im TEM:	$d = 200 nm$ $r = 100 nm$
Maximale Korngröße für Feinkornstahl (ASTM Korngrößentabelle):	$D_m = 60 \mu m$

**Berechnete Werte:**

Untersuchtes Volumen:  $V_T = A_T * t_T = 10000 \mu m^3$  (4.1)

Teilchendichte:  $n = \frac{N}{V_T} = 0,004 \mu m^{-3}$  (4.2)

Angenommenes sphärisches Teilchen:  $V = \frac{4}{3} * r^3 * \pi \approx 0,0042 \mu m^3$  (4.3)

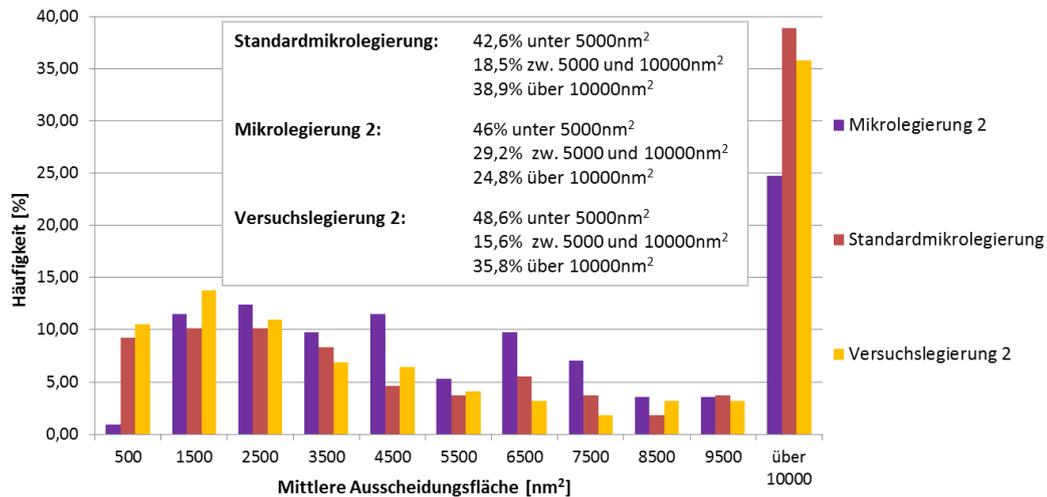
Phasenanteil der Ausscheidungen:  $f = n * V \approx 0,0017 \%$  (4.4)

Zener- Durchmesser laut Formel (2.7):  $d_z = \left(\frac{3}{4}\right) * D_m * f \approx 77 nm$  (2.7)

Somit ergibt sich bei einer runden Ausscheidungsfläche ein Bereich von ca.  $4700 nm^2$ . Damit sind Ausscheidungen unter  $5000 nm^2$  als kornwachstumshemmend anzusehen.

Aus dem REM und TEM Daten konnte eine Häufigkeitsverteilungskurve, die in Abb. 4.26 dargestellt ist, ermittelt werden. Mithilfe des zuvor berechneten Zener- Durchmesser kann in dieser Häufigkeitsverteilungskurve ein kornwachstumshemmender Bereich der Ausscheidungen eingegrenzt werden. Zusätzlich wurde ein Übergangsbereich bis  $10000 nm^2$  festgelegt. In diesem Bereich können manche Ausscheidungen, abhängig von deren Form und Lage [31, 32], eventuell noch Kornwachstum verhindern. Über  $10000 nm^2$  ist eine kornwachstumshemmende Wirkung unwahrscheinlich.

Bei der näheren Betrachtung der Ausscheidungsgrößenverteilung fällt auf, dass die drei Legierungen in etwa den gleichen Anteil an kornwachstumshemmenden Ausscheidungen besitzen. Mikrolegierung 2 zeigt einen höheren Anteil an Ausscheidungen im Übergangsbereich und den niedrigsten Anteil an großen Ausscheidungen. Die Standardmikrolegierung besitzt am wenigsten Ausscheidungen unter  $5000 nm^2$  und am meisten unwirksame Ausscheidungen (über  $10000 nm^2$ ). Den größten Anteil an kornwachstumshemmenden Ausscheidungen besitzt die Versuchslegierung 2. Jedoch ist die Anzahl an Ausscheidungen im Übergangsbereich am geringsten bei diesen drei Legierungen. Vergleicht man diese Ergebnisse mit der Korngrößenbestimmung, kann man feststellen, dass die Ausscheidungen im Übergangsbereich ebenfalls einen erheblichen Einfluss auf die Feinkornstabilität ausüben.



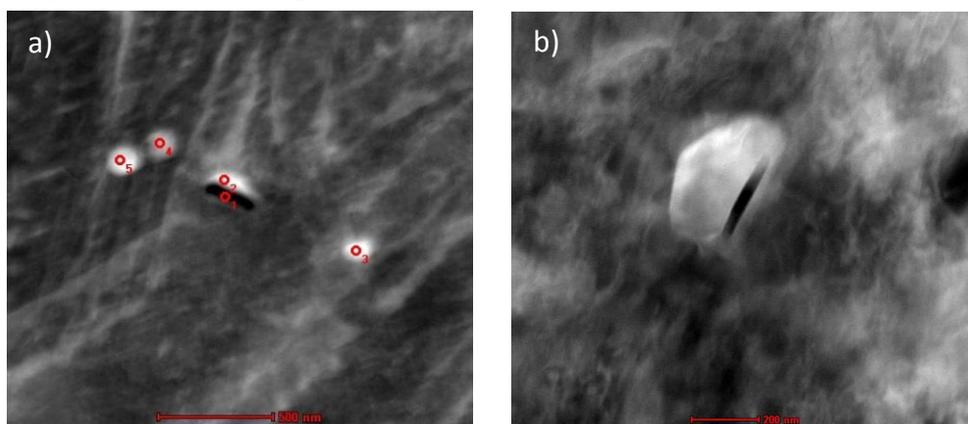
**Abb. 4.26:** Häufigkeitsverteilungskurve der drei untersuchten Legierungen

### 4.3.2 Betrachtung der Wärmebehandlungsbedingungen

Wie aus der Literatur [4] zu entnehmen, sind die wichtigsten Einflussfaktoren der Ausscheidungsgröße bei Wärmebehandlungen die Temperatur und die Dauer des Wärmeeintrages. Deshalb wurden die Ausscheidungen der Versuchslegierung 2 bei unterschiedlichen Bedingungen betrachtet.

#### 980 °C- 80 h:

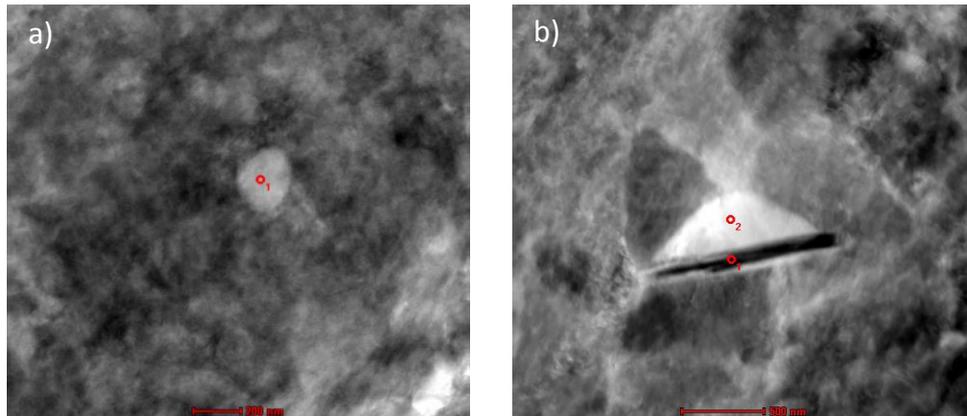
Die Betrachtung dieses Zustandes wurde bereits beschrieben. In Abb.4.27.a ist eine Anhäufung unterschiedlicher Ausscheidungen ersichtlich. In Abb. 4.27.b kann man eine weitere komplexe Ausscheidung erkennen.



**Abb. 4.27:** **a)** TEM Bild einer Ausscheidungsanhäufung der VL 2 (980 °C, 80 h). Bei den hellen Ausscheidungen handelt es sich um Nb- Ausscheidungen, bei der dunklen um eine Al- Ausscheidung, **b)** komplexe AlNb- Ausscheidung

#### 980 °C- 10 h:

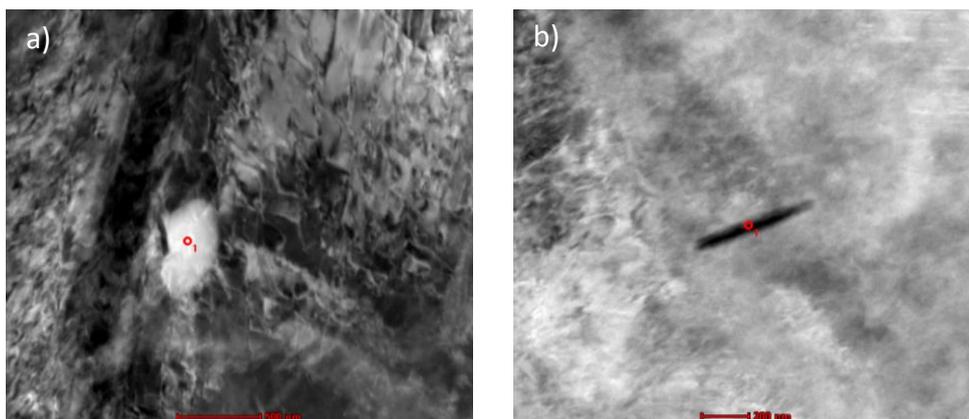
In Abb. 4.28.a ist eine charakteristische Nb- Ausscheidung dieser Legierung ersichtlich. Einige sehr große Ausscheidungen, wie die komplexe Ausscheidung in Abb. 4.28.b, konnten außerdem im Gefüge nachgewiesen werden. Es wurden 173 Ausscheidungen vermessen.



**Abb. 4.28:** a) TEM Aufnahme einer charakteristischen Nb- Ausscheidung der VL 2 (980 °C, 10 h), b) komplexe AlNb- Ausscheidung

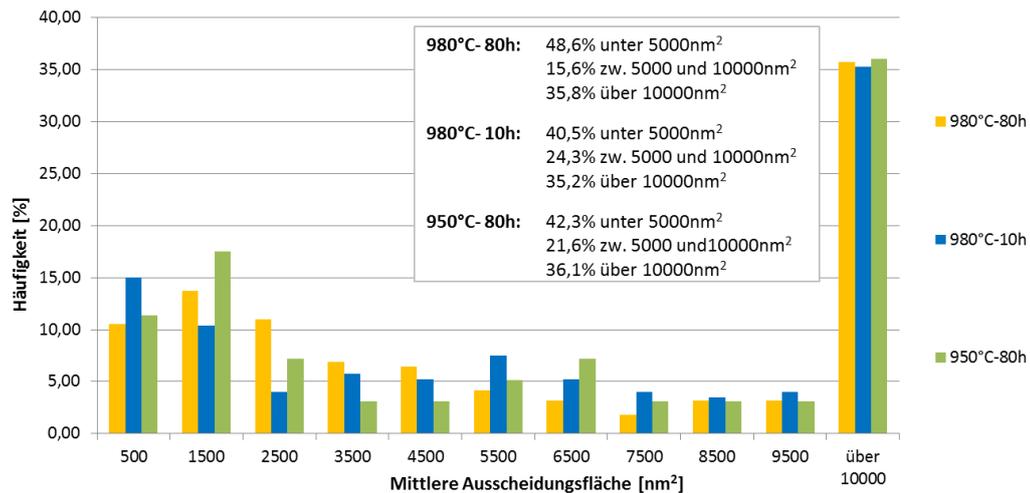
#### 950 °C- 80 h:

Bei dieser Wärmebehandlung waren im REM und TEM die wenigsten Ausscheidungen ersichtlich. Es wurden komplexe Ausscheidungen (Abb. 4.29.a) im Gefüge gefunden. In Abb. 4.29.b ist eine charakteristische Al- Ausscheidung dieser Legierung zu sehen. Zusätzlich zu den 97 Ausscheidungen konnten ebenfalls  $\mu\text{-}$  große Ausscheidungen entdeckt werden.



**Abb. 4.29:** a) TEM Bild einer komplexen AlNb- Ausscheidung der VL 2 (950 °C, 80 h), b) charakteristische Al- Ausscheidung mit einem Anteil an Nb

Wie bei der vorherigen Untersuchung konnte eine Häufigkeitsverteilungskurve mit den abgeschätzten Bereichen erstellt werden. Anhand der Häufigkeitsverteilung der Ausscheidungsfläche (Abb. 4.30) kann man erkennen, dass bei einer Wärmebehandlung bei 980 °C für 10 h einige kleine Ausscheidungen (unter  $1000 \text{ nm}^2$ ) vorhanden sind. Wird dieser Stahl länger wärmebehandelt (für 80 h) verschiebt sich diese Verteilung. Kleinste Ausscheidungen werden weniger, während die Ausscheidungen im mittleren Bereich ( $1000$  bis  $5000 \text{ nm}^2$ ) mehr werden. Bei einer niedrigeren Temperatur (950 °C) ist der Anteil an kleinen Ausscheidungen (unter  $2000 \text{ nm}^2$ ) ebenfalls größer als bei der höheren Temperatur (980 °C) und gleicher Haltezeit (80 h). Bei allen Wärmebehandlungen zeigte sich der gleiche Anteil an großen Ausscheidungen (über  $10000 \text{ nm}^2$ ). Damit wurde gezeigt, dass die Wärmebehandlungsbedingungen nur einen Einfluss auf kleine Ausscheidungen ausüben.



**Abb. 4.30:** Häufigkeitsverteilungskurve der drei untersuchten Legierungen

#### 4.4 Betrachtung der gelösten Elemente

Da die Ergebnisse der Thermo-Calc Berechnungen im Gleichgewicht vorliegen, wurden Atomsondenmessungen an der Standardmikrolegierung und der Versuchslegierung 2 (bei 980 °C für 80 h wärmebehandelt) durchgeführt um diese zu überprüfen. Diese zwei Legierungen zeigen den größten Unterschied im Ausscheidungsverhalten bei niedrigeren Temperaturen. Während die Standardmikrolegierung nur eine geringe Tendenz aufweist bei Temperaturerniedrigung die Ausscheidungs menge zu erhöhen (Abb. 4.2), zeigt die Versuchslegierung 2 ein ganz anderes Verhalten. Der Gehalt an Niobausscheidungen nimmt dort bei sinkender Temperatur stark zu (Abb. 4.4). Um dieses Verhalten zu ermöglichen, muss im Material noch Niob in gelöster Form vorliegen da sonst keine weiteren Ausscheidungen gebildet werden können. Deshalb wurde bei diesen Legierungen der Gehalt an gelösten Elementen analysiert. Zusätzlich wurde untersucht, ob im Material Cluster von Aluminium oder Niob, also Ausscheidungen in ihrer Anfangsphase, vorhanden sind.

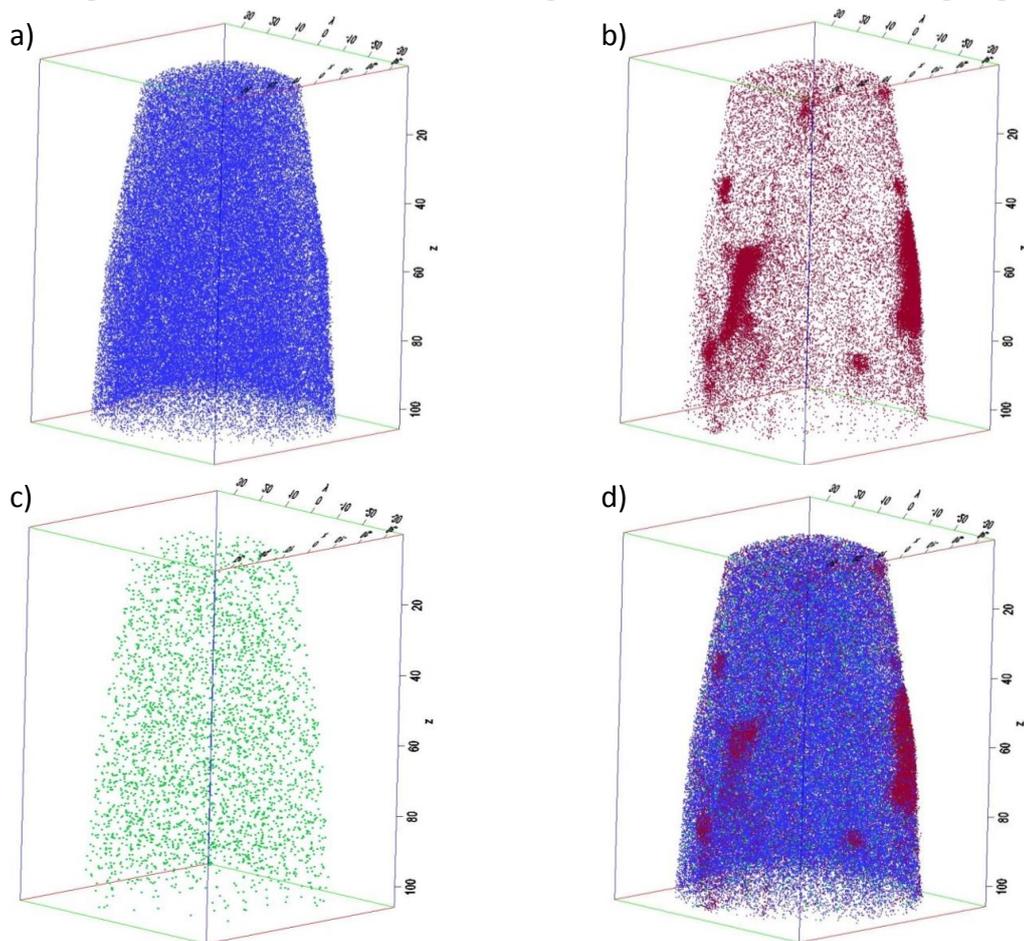
##### Standardmikrolegierung:

In Tab. 4.1 sind die Ergebnisse der Funkenspektralanalyse und der Atomsondenmessungen der Standardmikrolegierung eingetragen. Der Aluminiumgehalt ist nach der Wärmebehandlung um einiges niedriger. Bei dieser Legierung konnte kein Niob und Schwefel in Lösung gefunden werden. Zusätzlich sind der Mangan-, Kupfer-, Vanadium- und Kohlenstoffgehalt geringer als bei der Funkenspektralanalyse.

**Tab. 4.1:** Auflistung der gelösten Elemente der Standardmikrolegierung

Messung	Einheit	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Cu	Si	Al	Nb	N	Fe	Co	V	P	S
Funkenspektralanalyse	at%	0,732	1,776	1,339	0,155	1,176	0,156	0,685	0,069	0,018	0,051	93,804	0,014	0,011	0,011	0,003
1. Atomsondenmessung	at%	0,081	1,941	1,434	0,174	0,510	0,106	0,655	0,026		0,055	94,997	0,009	0,001	0,012	
	error%	0,010	0,035	0,028	0,019	0,012	0,015	0,079	0,005		0,007	0,052	0,004	0,002	0,005	
2. Atomsondenmessung	at%	0,180	2,037	1,633	0,205	0,538	0,109	0,816	0,020		0,048	94,375	0,026	0,009	0,004	
	error%	0,014	0,038	0,031	0,024	0,019	0,017	0,094	0,007		0,009	0,062	0,006	0,005	0,007	

In Abb. 4.31.a-c ist die Verteilung der für diese Untersuchungen wichtigsten Elemente zu sehen. Abb. 4.31.d zeigt die Gesamtverteilung dieser Elemente. Anhand Abb. 4.31.a ist zu erkennen, dass das Eisen regelmäßig in der Atomsondenspitze verteilt ist. Es liegen keine Löcher vor, welche auf kleine Ausscheidungen oder winzige nichtmetallische Einschlüsse schließen lassen. In Abb. 4.31.b kann man die Kohlenstoffverteilung in der Spitze erkennen. Dabei sind Anreicherungen zu sehen. Mithilfe eines Konzentrationsprofils durch eine solche Anreicherung konnte festgestellt werden, dass in dieser nur der Kohlenstoff vermehrt vorkommt. Alle anderen Elemente liegen darin in einer normalen Konzentration vor. Bei der Aluminiumverteilung, Abb. 4.31.c, kann man erkennen, dass dieses homogen verteilt in der Spitze vorliegt. Somit wurde keine Ausscheidung bei den Atomsondenmessungen gefunden.



**Abb. 4.31:** **a)** Atomverteilung des Eisens in der Atomsondenspitze, **b)** Atomverteilung des Kohlenstoffes in der Atomsondenspitze. In der Mitte ist eine C- Anhäufung ersichtlich, **c)** Aluminiumverteilung in der Atomsondenspitze, **d)** Gesamtverteilung dieser Elemente

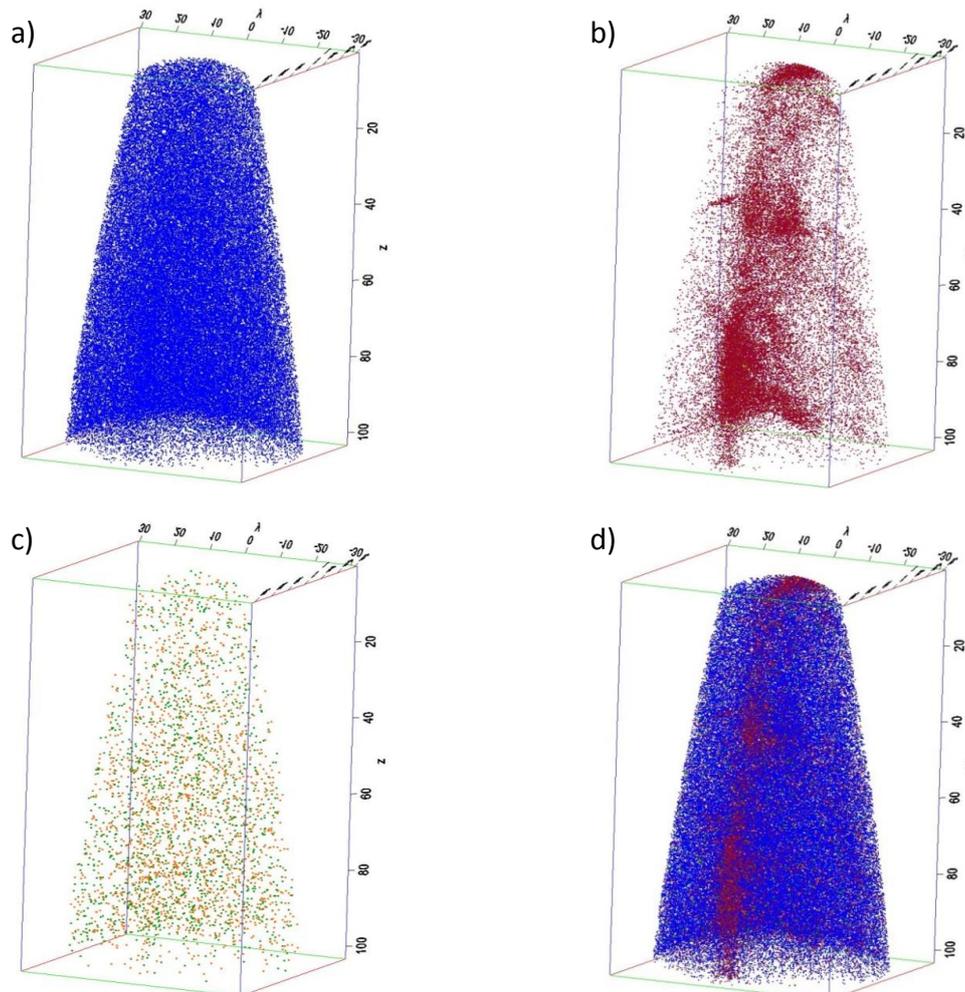
### Versuchslegierung 2:

Tab. 4.2 zeigt die Ergebnisse der Funkenspektralanalyse und der Atomsondenmessungen der Versuchslegierung 2. Hier ist ebenfalls der Aluminiumgehalt nach der Wärmebehandlung um einiges niedriger, jedoch konnte noch etwas Niob in Lösung gefunden werden. Wiederum sind der Mangan- und Kohlenstoffgehalt geringer als bei der Funkenspektralanalyse. Auch der Stickstoffgehalt ist etwas niedriger.

**Tab. 4.2:** Auflistung der gelösten Elemente der Versuchslegierung 2

Messung	Einheit	C	Cr	Ni	Mo	Mn	Cu	Si	Al	Nb	N	Fe	Co	V	P	S
Funkenspektralanalyse	at%	1,186	1,855	1,521	0,171	1,262	0,155	0,556	0,022	0,023	0,074	93,134	0,009	0,011	0,014	0,005
1. Atomsondenmessung	at%	0,361	2,275	1,783	0,228	0,579	0,159	0,701	0,006	0,002	0,061	93,807	0,012	0,011	0,013	0,003
	error%	0,006	0,022	0,016	0,006	0,008	0,005	0,009	0,001	0,001	0,002	0,032	0,002	0,002	0,002	0,002
2. Atomsondenmessung	at%	0,211	2,261	1,787	0,199	0,587	0,175	0,654	0,001	0,006	0,053	94,031	0,009	0,012	0,012	0,004
	error%	0,008	0,034	0,028	0,009	0,013	0,010	0,014	0,002	0,003	0,001	0,056	0,004	0,003	0,004	0,003

Abb. 4.32.a-c zeigt wieder die Atomverteilung der wichtigsten Elemente. In Abb. 4.32.d ist die Gesamtverteilung dieser Elemente dargestellt. Anhand der Abb. 4.32.a ist zu erkennen, dass in dieser Legierung ebenfalls das Eisen regelmäßig in der Atomsondenspitze verteilt ist. Abb. 4.32.b zeigt die Kohlenstoffverteilung in der Spitze. Dabei liegt in der Mitte der Spitze eine Anreicherung vor. Mit einem Konzentrationsprofil konnte nachgewiesen werden, dass nur der Kohlenstoff in dieser angereichert ist. In Abb. 4.32.c ist die Atomverteilung des Aluminiums und des Niobs gezeigt. Beide liegen gelöst in der Spitze vor. Somit wurden bei den Atomsondenmessungen wieder keine Ausscheidungen gefunden.



**Abb. 4.32:** **a)** Verteilung des Eisens in der Atomsondenspitze, **b)** Verteilung des Kohlenstoffes in der Atomsondenspitze. In der Mitte ist eine C-Anhäufung ersichtlich, **c)** Aluminium- (Grün) und Niobverteilung (Orange) in der Atomsondenspitze, **d)** Gesamtverteilung dieser Elemente

## 5 Diskussion

### 5.1 Thermo-Calc Berechnungen

Anhand der Thermo-Calc Berechnungen kann festgestellt werden, welcher Legierungstyp das größte Ausscheidungspotential bei Gleichgewichtsbedingungen aufweist. So zeigt die Standardmikrolegierung mit ca. 0,0010 mol bei 980 °C ein viel höheres Ausscheidungsvermögen als die restlichen Legierungstypen. Mikrolegierung 2 weist ein ähnliches Ausscheidungspotential wie Versuchslegierung 2 auf. Die Versuchslegierung 1 und die Standardlegierung besitzen die geringsten Ausscheidungsmengen. Jedoch ist die Feinkornstabilität nicht nur von der Ausscheidungs menge, sondern auch von deren Form und Größe abhängig, weshalb eine nähere Betrachtung der Ausscheidungen entscheidend ist.

Da für die Bildung von Ausscheidungen bei niedrigeren Temperaturen die Menge an gelösten ausscheidungsbildenden Elementen wichtig ist, sollte dieser Aspekt nicht vernachlässigt werden. Um das Verhalten der gelösten Elemente richtig interpretieren zu können, sind weitere Analysemethoden erforderlich. Jedoch darf dabei nicht vernachlässigt werden, dass es sich hierbei um Gleichgewichtsberechnungen handelt und deshalb nicht das wahre Verhalten der Legierungen wiedergespiegelt sein muss.

### 5.2 Korngrößenanalyse

Die Pikrinsäureätzung greift nicht nur die ehemaligen Austenitkorngrenzen, sondern auch das martensitische Gefüge an. Deshalb konnte bei manchen Zuständen nur schwer zwischen Korngrenze und Martensitnadel unterschieden werden. Außerdem wurden die Körner nur in eine Richtung vermessen. Da keine offensichtliche Textur im Gefüge ersichtlich war, ist dies zwar zulässig, kann die Messergebnisse aber bis zu einem gewissen Grad verfälschen. Zusätzlich konnten die Korndurchmesser mit diesem Messverfahren nicht exakt bestimmt werden. Somit tragen viele Messunsicherheiten zu den Ergebnissen bei. Deshalb sollten die absoluten Werte der Korngröße nicht herangezogen werden, jedoch kann man die Körner in Korngrößenklassen einteilen und damit einen Vergleich zwischen den untersuchten Legierungen erstellen.

Aus der Literatur [1] kann man den Toleranzbereich der Korngrößenklassen für Feinkornstähle entnehmen. Die Körner müssen ASTM 5 oder feiner sein (ASTM 6 bis ASTM 15), damit sie den Anforderungen genügen. Körner mit einer Korngröße von ASTM 4 oder 3 können bis zu maximal 10 v% im Gefüge toleriert werden. ASTM 2 oder gröbere Körner sind nicht zulässig.

Da die Ergebnisse der einzelnen Zustände im Verhalten etwas schwanken, muss ein Trend der einzelnen Legierungen erstellt werden um auf die vorliegende Feinkornstabilität schließen zu können.

Bereits nach einer Haltezeit von 30 Stunden bei 980 °C kann die Standardlegierung nach den oben angeführten Kriterien nicht als Feinkornstahl eingestuft werden. Diese Legierung besitzt eine ausgeprägte unetige Korngrößenverteilung mit vielen feinen und einzelnen, großen Körnern.

Die Standardmikrolegierung besitzt nicht das feinste, aber das regelmäßigste Gefüge bei allen Wärmebehandlungen mit einer schwach ausgeprägten bimodalen Verteilung der Korngröße. Die Körner liegen in dem angeführten Toleranzbereich, somit ist diese Legierung als feinkornbeständig anzusehen.

Bei einer Wärmebehandlung von 980 °C der Versuchslegierung 1 liegt der Anteil an groben Körnern im oberen Toleranzbereich und ist deshalb nur mit Vorsicht einzusetzen. Bei niedrigeren Temperaturen weist dieser Werkstoff einen hohen Anteil an sehr feinen Körnern (ASTM 10) auf. Diese Legierung zeigt ein ausgeprägtes abnormales Kornwachstum.

Versuchslegierung 2 zeigt bei kürzeren Haltezeiten und niedrigeren Temperaturen eine bessere Feinkornbeständigkeit als die Standardmikrolegierung. Bei langen Haltezeiten liegen diese zwei Legierungen im selben Toleranzbereich. Das Gefüge ist nicht so regelmäßig in der Größenverteilung wie das der Standardmikrolegierung, was sich in einer unetigen Korngrößenverteilung zeigt, jedoch sind die Körner tendenziell etwas kleiner.

Da die Mikrolegierung 2 nur bei zwei unterschiedlichen Wärmebehandlungen untersucht worden ist, kann nicht so leicht eine Schlussfolgerung gezogen werden. Zusätzlich wurde das Gefüge dieser Legierung nicht nach dem Vorvergüten betrachtet, deshalb kann nicht auf dieselben Ausgangsbedingungen geschlossen werden, welche einen erheblichen Einfluss auf die Kornstruktur ausüben [37, 53].

Diese Legierung weist die beste Feinkornbeständigkeit bei diesen Bedingungen auf. Es stellt sich ebenfalls eine ausgeprägte bimodale Korngrößenverteilung ein. Das Gefüge ist feinkörniger als bei den restlichen Legierungen. Jedoch treten im Vergleich zu den anderen mikrolegierten Materialien, vereinzelt größere Körner auf. Diese sind aber von geringer Anzahl und kleiner als die größten Körner der Standardlegierung. Sie liegen in der Korngrößenklasse ASTM 3.

Wird bei einem sehr feinen Gefüge Energie eingebracht, sodass Kornwachstum einsetzt, reicht ein etwas größeres Korn aus, damit dieses abnormal zu wachsen beginnt, während alle anderen schrumpfen. Somit werden die restlichen Körner noch kleiner.

Bei einem etwas gröberen Ausgangsgefüge beginnen mehrere Körner zu wachsen, während sich die kleineren auflösen. Damit erhält man bei einem gröberen Ausgangsgefüge eine gleichmäßigere Verteilung der Korngröße [17, 22].

Der Einfluss von Seigerungen wurde zusätzlich nachgewiesen. Jedoch liegt dieser in einem kleinen Bereich, in welchem Messungenauigkeiten ebenfalls einen Einfluss auf das Ergebnis nehmen können. Sollte jedoch noch mehr Niob [35, 36] zu solchen Legierungen beigefügt werden, ist auf diesen Effekt besondere Rücksicht zu nehmen.

Da die Versuchslegierung 1 und vor allem die Standardlegierung ein schlechteres Verhalten als die anderen Varianten aufweisen, wurde mit diesen Messwerten und den Thermo-Calc Berechnungen gezeigt, dass die Ausscheidungsmenge einen erheblichen Einfluss auf das Kornwachstum ausübt.

### 5.3 Ausscheidungsuntersuchung

Wegen des unterschiedlichen Kontrastes konnten die Ausscheidungen oft schwer von Beugungserscheinungen in der Matrix unterschieden werden. In den TEM Aufnahmen war im Gefüge viel Zementit, welcher über Beugung identifiziert worden ist, sichtbar. Dieser Zementit, welcher während der Anlassbehandlung entstanden ist, erschwerte zusätzlich die Auswertung.

Im REM konnte eine größere Anzahl von Ausscheidungen untersucht, jedoch nicht so genau wie im TEM vermessen werden. Zusätzlich waren die Aluminiumausscheidungen dabei nicht einfach zu identifizieren. Kleinste Ausscheidungen konnten im REM ebenfalls nicht entdeckt werden. Nachteilig an der TEM Untersuchung ist das geringe Probenvolumen. Wurden bei einer Legierung mehr Ausscheidungen entdeckt, sagt dies nichts über die Ausscheidungsanzahl in dieser Legierung aus, da nur ein kleiner Anteil des Gesamtvolumens untersucht worden ist. Vielmehr wurde eine Stelle betrachtet, in welcher eine Ausscheidungsanhäufung zum restlichen Gefüge vorliegt.

Im Bereich von überdimensional großen Ausscheidungen (einige  $\mu\text{m}$ ) konnten keine weiteren Ausscheidungen gefunden werden. Ob dies Stellen sind, bei denen abnormales Kornwachstum stärker einsetzt, könnte in einer Folgearbeit untersucht werden.

Wegen der hohen Affinität von Aluminium und Niob zu Stickstoff waren in fast allen Ausscheidungen beide Elemente vorhanden. Des Weiteren wurden in diesen Legierungen komplexe Ausscheidungen gefunden. Der Einfluss dieser Ausscheidungen auf die Kornwachstumshemmung ist unklar [12, 49].

Die Ausscheidungen in diesen Legierungen bilden unterschiedliche Formen aus, weshalb ein mittlerer Durchmesser der Ausscheidungen für den Vergleich nicht herangezogen werden konnte. Da sphärische und quaderförmige Ausscheidungen unterschiedlich effektiv in der Kornwachstumshemmung sind [31], ist es schwer diese miteinander zu vergleichen. Jedoch waren für eine getrennte Statistik nicht genug Ausscheidungen vorhanden. Für eine weitere Analyse sollten mehr Ausscheidungen gemessen und getrennte Verteilungskurven erstellt werden.

Obwohl die drei untersuchten Legierungen in etwa den gleichen Anteil an kornwachstumshemmenden Ausscheidungen besitzen, weist die Mikrolegierung 2 einen viel höheren Anteil an Ausscheidungen im Übergangsbereich auf. Bilden diese Ausscheidungen die richtige Form aus oder sind günstig orientiert, können diese ebenfalls zur Feinkornstabilität beitragen. Dies könnte ein Grund für die Aufrechterhaltung des großen Anteils an feineren Körnern bei dieser Legierung sein. Zusätzlich wurden die wenigsten großen Ausscheidungen, welche sich eventuell sogar negativ auf die Korngröße (siehe oben) auswirken können, gefunden.

Die Standardmikrolegierung, jene dieser drei Legierungen mit den größten Körnern, besitzt den größten Anteil an ineffektiven Ausscheidungen. Zusätzlich weist diese Variante die wenigsten kornwachstumshemmenden Ausscheidungen auf.

Versuchslegierung 2, ebenfalls mit einer ausreichenden Feinkornstabilität und relativ feinen Körnern, besitzt den größten Anteil an kornwachstumshemmenden Ausscheidungen, jedoch die geringste Menge im Übergangsbereich. Der Anteil an großen Ausscheidungen liegt knapp unter jenem der Standardmikrolegierung.

Bei der Untersuchung der Ausscheidungsgröße bei unterschiedlichen Temperaturen (950 und 980 °C) aber der gleichen Haltezeit (80 h) fiel auf, dass der Anteil an Ausscheidungen unter 2000 nm<sup>2</sup> Ausscheidungsfläche mit steigender Temperatur weniger, während etwas größere Ausscheidungen (zw. 2000 und 5000 nm<sup>2</sup>) häufiger werden.

Der gleiche Effekt wurde bei einer unterschiedlichen Haltezeit (10 und 80 h) aber der gleichen Temperatur (980 °C) gefunden. Mit zunehmender Haltezeit wird die Anzahl an kleinsten Ausscheidungen (unter 1000 nm<sup>2</sup>) weniger und größeren (zw. 1000 und 5000 nm<sup>2</sup>) hingegen mehr.

Bei beiden Betrachtungen hatte die Variation der Parameter keinen erkennbaren Einfluss auf große Ausscheidungen.

Das Vergrößerungsverhalten der kleinsten Ausscheidungen kann somit mit Gesetzen, in der ein Temperatur- und ein Zeiteinfluss gegeben sind, wie die LSW Theorie, beschrieben werden [18, 51].

## 5.4 Betrachtung der gelösten Elemente

Da bei diesen Messungen nur ein kleines Volumen untersucht wurde, muss diese Auswertung nicht das ganze Materialverhalten widerspiegeln.

Bei der Auswertung der Ladungszahlen der Atome und der dabei gezeigten Peaks fiel auf, dass sich einige Peaks der untersuchten Elemente überschneiden. Dies kann ebenfalls als Fehlerquelle für die Ergebnisse betrachtet werden. Als Beispiel kann Silizium und Stickstoff angeführt werden. Diese zwei Elemente überschneiden sich bei mehreren Peaks, womit die Massenverhältnisse nicht genau aufgeteilt werden können. Das gleiche Problem stellen der Nickel<sup>2+</sup> und der Niob<sup>3+</sup> Peak dar.

Der niedrigere Mangangehalt kann auf die Bildung von Mangansulfiden (MnS) zurückgeführt werden. Diese nichtmetallischen Einschlüsse sind im LIMM erkennbar. Bei manchen EDX Messungen im TEM wurde in den Ausscheidungen Vanadium gefunden. Dies ist eine Erklärung für den geringeren Vanadiumgehalt. Da die Standardmikrolegierung industriell hergestellt wurde, können Seigerungen der Legierungselemente ebenfalls einen Einfluss auf das Ergebnis nehmen. Zum Beispiel kann der niedrigere Kupfergehalt durch Seigerungen verursacht worden sein.

Bei beiden Legierungen war der Kohlenstoffgehalt um einiges geringer als in der Funkenspektralanalyse. Zusätzlich wurden Kohlenstoffanreicherungen gefunden. Es wurde mithilfe eines Konzentrationsprofils nachgewiesen, dass es sich dabei nur um eine Anhäufung von Kohlenstoff handelt. Deshalb ist anzunehmen, dass diese Kohlenstoffanreicherungen die Zementitnadeln des martensitischen Gefüges wiedergeben. Diese wurden bereits bei der TEM Untersuchung mittels Beugung identifiziert.

Bei der Standardmikrolegierung wurde kein Niob in Lösung gefunden, was darauf schließen lässt, dass das gesamte Niob in Form von Ausscheidungen abgebunden wurde. Damit ist kein weiteres Potential an Niobausscheidungen vorhanden. Im Gegensatz dazu weist die Versuchslegierung 2 einen geringen Anteil an gelöstem Niob auf. Diese Variante besitzt somit ein weiteres Ausscheidungspotential. Bei beiden Legierungen wurde Aluminium gelöst im Material gefunden. Dadurch könnten sich weitere Ausscheidungen bilden. Somit konnte nachgewiesen werden, dass die Thermo-Calc Berechnung, obwohl die Ergebnisse nur für das thermodynamische Gleichgewicht gelten, trotzdem gut für eine erste Interpretation herangezogen werden können.

Da Aluminium und Niob noch gelöst im Gefüge vorliegen, kann das Vergrößerungsverhalten der Ausscheidungen nicht exakt mit der LSW Theorie beschrieben werden. Das Gefüge befindet sich auch nach 80 h Wärmebehandlung noch nicht im Gleichgewicht. Deshalb tritt zusätzlich eine direkte Vergrößerung aller Ausscheidungen ein [31].

## 6 Zusammenfassung

Um die Feinkornbeständigkeit des Getriebestahls 18CrNiMo7-6 beim Einsatzhärten zu überprüfen, wurden fünf Legierungen dieses Materials untersucht. Diese Varianten wurden mit unterschiedlichem Gehalt an Aluminium und Niob mikrolegiert, da diese in Form von Nitrid und Karbid- Ausscheidungen entscheidend für die Feinkornstabilität sind. Das Kornwachstum beim Einsatzhärten wurde mit einer Wärmebehandlung der Proben bei 950 °C und 980 °C für 10, 30 und 80 h Haltezeit in einem Schutzgasofen simuliert.

Das Gefüge wurde mit einer Pikrinsäure geätzt um die ehemaligen Austenitkorgrenzen mit dem Lichtmikroskop zu untersuchen und somit die Austenitkorngröße der Legierung bei den unterschiedlichen Bedingungen zu bestimmen. Über eine Dichteverteilungskurve des mittleren Korndurchmessers konnten die einzelnen Legierungen miteinander verglichen werden. Alle Legierungen weisen eine mehr oder weniger ausgeprägte bimodale Verteilung der Korngröße auf.

Die Standardlegierung zeigte dabei schon bei kurzen Wärmebehandlungen keine ausreichende Feinkornstabilität für den Einsatz als Getriebestahl.

Die Standardmikrolegierung, die den höchsten Aluminiumgehalt aufweist, besitzt bei allen Wärmebehandlungen das regelmäßigste Gefüge in der Größenverteilung. Jedoch sind die Körner nicht so fein wie bei den anderen mikrolegierten Legierungen. Dennoch zeigt diese Variante eine ausreichende Feinkornstabilität.

Mikrolegierung 2 besitzt den größten Anteil an kleinsten Körnern und somit die beste Feinkornstabilität. Trotz einzelner relativ grober Körner, im Vergleich zum Rest des Gefüges, ist deren Anteil im unteren Toleranzbereich. Auch die größten Körner der Mikrolegierung 2 sind kleiner als jene der Standardlegierung.

Die Versuchslegierung 2, mit dem niedrigsten Aluminium- und höchstem Niobgehalt, zeigt ebenfalls eine ausreichende Feinkornbeständigkeit bei den untersuchten Bedingungen. Ihre Körner sind fein und der Anteil an großen Körnern liegt im unteren Bereich der Toleranz.

Versuchslegierung 1 zeigt zwar auch eine ausreichende Feinkornstabilität, jedoch liegt bei ihr der Anteil an groben Körnern bei hohen Wärmebehandlungstemperaturen im oberen Toleranzbereich.

Da die Feinkornstabilität von verschiedenen Faktoren wie die Ausscheidungsmenge, -form und -größe sowie deren Verteilung im Gefüge und Vergrößerungsverhalten bei der Wärmebehandlung abhängt, wurden diese Einflussfaktoren in dieser Diplomarbeit näher untersucht.

Dabei zeigten sich bei der Berechnung der Ausscheidungsmenge mit Thermo-Calc unterschiedliche Potentiale der Legierungen für diesen Einsatz. Die Standardlegierung sowie die Versuchslegierung 1 weisen das niedrigste Ausscheidungspotential bei diesen Bedingungen auf. Mikrolegierung 2 und Versuchslegierung 2 zeigen eine höhere Ausscheidungsmenge. Die Standardmikrolegierung besitzt das höchste Ausscheidungsvermögen bei 950 und 980 °C.

Bei einer näheren Betrachtung der Standardmikrolegierung, der Mikrolegierung 2 und der Versuchslegierung 2 mittels REM konnte eine ungleichmäßige Verteilung der Ausscheidungen im Gefüge dieser Legierungen festgestellt werden. Zusätzlich wurden  $\mu$ -große Ausscheidungen entdeckt, in deren näheren Umgebung keine weiteren Ausscheidungen sichtbar waren. Im TEM konnten die runden bis ovalen Niobausscheidungen und die rechteckigen bis länglichen Aluminiumausscheidungen sowie komplexe Ausscheidungen näher betrachtet werden.

Mit den gemessenen Ausscheidungen wurde eine Häufigkeitsverteilung der Ausscheidungsfläche erstellt. Mithilfe einer Überschlagsberechnung des Größenbereichs des Zener-Durchmessers wurde festgestellt, dass diese Legierungen in etwa den gleichen Anteil an kornwachstumshemmenden Ausscheidungen besitzen. Nur Mikrolegierung 2, diejenige Legierung mit der besten Feinkornstabilität, weist einen höheren Anteil an Ausscheidungen im Übergangsbereich von kornwachstumshemmenden zu unwirksamen Ausscheidungen auf. Außerdem besitzt diese Legierung am wenigsten unwirksame Ausscheidungen. Hingegen weist die Standardmikrolegierung, jene von diesen drei untersuchten Legierung mit den größten Körnern, den höchsten Anteil an großen Ausscheidungen auf.

Bei der Analyse des Einflusses der Wärmebehandlung auf die Ausscheidungen konnte anhand der Versuchslegierung 2 festgestellt werden, dass ein Teil der kleinsten Ausscheidungen sich mit der Zeit auflösen oder vergrößern. Innerhalb des untersuchten Temperaturbereichs war der gleiche Effekt erkennbar. Mit steigender Temperatur lösen oder vergrößern sich die kleinsten Ausscheidungen. Mit diesen Einflussfaktoren kann das Vergrößerungsverhalten annähernd mit der LSW Theorie beschrieben werden.

Mit der Atomsondenmessung der Standardmikrolegierung und der Versuchslegierung 2 bei einer Wärmebehandlung von 980 °C für 80 Stunden konnten noch Mikrolegierungselemente in Lösung gefunden werden. Somit befindet sich das Material noch nicht im Gleichgewicht und kann deshalb nicht exakt mit der LSW Theorie beschrieben werden. Es tritt zusätzlich eine direkte Vergrößerung der Ausscheidungen auf. Außerdem wurde mit den Messungen der vorhergesagte Trend der Thermo-Calc Berechnung bestätigt.

## Literaturverzeichnis

- [1] H. Mohrbacher, „Grain size control by niobium microalloying in gear steel during high temperature carburizing,“ [http://www.niobelcon.com/NiobelCon/Publications\\_files/Grain%20Size%20Control%20by%20Niobium%20Microalloying%20in%20Gear%20Steel%20During%20High%20Temperature%20Carburizing.pdf](http://www.niobelcon.com/NiobelCon/Publications_files/Grain%20Size%20Control%20by%20Niobium%20Microalloying%20in%20Gear%20Steel%20During%20High%20Temperature%20Carburizing.pdf), Juni 2013.
- [2] W. Knorr, H.J. Peters, G. Tacke, „Austenitkorngrößen von Einsatzstählen bei Temperaturen oberhalb 925°C,“ HTM 36, 1981, pp. 129 - 133.
- [3] D. S. Matrin, F. G. Caballero, C. Capdevila, C. Garcia de Andres, „Austenit grain coarsening under the influence of niobium carbonitrides,“ Materials Transactions 45, 2004, pp. 2797 - 2804.
- [4] F. M. Oberhauser, „Mikrolegierte Stähle- Gefügeeinstellung und Eigenschaften; ein Beitrag zur Anwendung,“ Radex- Rundschau 1, 1980, pp. 134- 145.
- [5] F. Hippenstiel, W. Bleck, B. Clausen, F. Hoffmann, R. Kohlmann, P. Pouteau, „Innovative Einsatzstähle als maßgeschneiderte Werkstofflösung zur Hochtemperaturaufkohlung von Getriebekomponenten,“ HTM 57, 2002, pp. 290- 298.
- [6] K. Klenke, R. Kohlmann, P. Reinhold, W. Schweinebraten, „Kornwachstumsverhalten des Einsatzstahles 20NiMoCr6-5 + Nb (VW 4521+ Nb) für Getriebeteile beim Hochtemperaturaufkohlen,“ HTM 63, 2008, pp. 265- 275.
- [7] S. Konovalov, U. Prah, R. Kohlmann, W. Bleck, „Entwicklung eines Al- reduzierten Einsatzstahls für die Hochtemperatur- Aufkohlung,“ HTM 67, 2012, pp. 202- 210.
- [8] A. Melander, P. Ölund, „Detrimental effect of nitride and aluminium oxide inclusions on fatigue life in rotating bending of bearing steels,“ Materials Science and Technology 15, 1999, pp. 555- 562.
- [9] W. Jänicke, „Werkstoffkunde Stahl Band 2: Anwendung,“ Düsseldorf, Springer Verlag, 1985, pp. 10- 30.
- [10] S. Trute, „Einfluss der Prozesskette auf die Feinkornbeständigkeit von mikrolegierten Einsatzstählen,“ Technische Hochschule Aachen, 2008, pp. 3- 6.
- [11] U. Reinert, R. Schubert, „Einfluß von Legierungselementen auf die Eigenschaften von Eisenwerkstoffen,“ [http://www.hs-bremen.de/internet/hsb/struktur/mitarbeiter/schubert/lehrveranstaltungen/werk/materialien/118\\_zusatzinfos\\_einflu\\_\\_\\_legierungselemente.pdf](http://www.hs-bremen.de/internet/hsb/struktur/mitarbeiter/schubert/lehrveranstaltungen/werk/materialien/118_zusatzinfos_einflu___legierungselemente.pdf), März 2013.
- [12] S. Konovalov, B. Clausen, F. Hoffmann, H.- W. Zoch, U. Prah, W. Bleck, „Simulation der Partikelentwicklung entlang der Prozesskette geschmiedeter und einsetzgehärteter Bauteile aus mikrolegiertem 18CrNiMo7-6,“ HTM 66, 2011, pp. 3- 11.
- [13] D. Liedtke, „Merkblatt 452 Einsatzhärten,“ Stahl-Informationszentrum, 2008.

- [14] DEW, [http://www.dew-stahl.com/fileadmin/files/dew-stahl.com/documents/Publikationen/TechnischeBerichte/einsatzst\\_feinkornbest\\_Klenke\\_2004\\_DEW.pdf](http://www.dew-stahl.com/fileadmin/files/dew-stahl.com/documents/Publikationen/TechnischeBerichte/einsatzst_feinkornbest_Klenke_2004_DEW.pdf), Mai 2013.
- [15] DEW, [http://www.dew-stahl.com/fileadmin/files/dew-stahl.com/documents/Publikationen/Broschueren/052\\_DEW\\_Carbodur\\_D.pdf](http://www.dew-stahl.com/fileadmin/files/dew-stahl.com/documents/Publikationen/Broschueren/052_DEW_Carbodur_D.pdf), September 2013.
- [16] J. Rees, „Einsatzhärten,“ [http://www.josef-rees.de/ablage/med\\_00000131\\_1246004314\\_InternetEinsatzhaerten.pdf](http://www.josef-rees.de/ablage/med_00000131_1246004314_InternetEinsatzhaerten.pdf), Mai 2013.
- [17] IFW-Dresden, „Auswirkung von Wärmebehandlung,“ [http://www.ifwdresden.de/userfiles/groups/imw\\_folder/lectures/Physikalische\\_Werkstoffeigenschaften/c14-auswirk.pdf](http://www.ifwdresden.de/userfiles/groups/imw_folder/lectures/Physikalische_Werkstoffeigenschaften/c14-auswirk.pdf), März 2013.
- [18] B. Ilschner, R. F. Singer, „Werkstoffwissenschaften und Fertigungstechnik,“ Berlin Heidelberg, Springer Verlag, 2010, pp. 173- 177.
- [19] G. Gottstein , „Physikalische Grundlagen der Materialkunde,“ Berlin Heidelberg, Springer Verlag, 2007, pp. 343- 349.
- [20] W. Pompe, H. Worch, W. Schatt, „Werkstoffwissenschaft,“ Weinheim, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co, 2011, pp. 326- 329.
- [21] Universität Dresden, „Rekristallisation und Kornwachstum,“ [http://tu-dresden.de/die\\_tu\\_dresden/fakultaeten/fakultaet\\_mathematik\\_und\\_naturwissenschaften/fachrichtung\\_physik/isp/Skripteordner\\_ISP/rekristallisation\\_kornwachstum](http://tu-dresden.de/die_tu_dresden/fakultaeten/fakultaet_mathematik_und_naturwissenschaften/fachrichtung_physik/isp/Skripteordner_ISP/rekristallisation_kornwachstum), März 2013.
- [22] S. J. Lechuk, „A study auf austenite grain growth in a Ti-Nb HSLA steel,“ Canada, The University of British Columbia, 1996, pp. 4- 15.
- [23] G. Hils, „Konzeption, Erzeugung, Verarbeitung und Charakterisierung eines mikrolegierten Stahls,“ [http://www.prozessmetallurgie.de/main/lehre/praktika/tuc\\_imet\\_praktikum\\_schmelzversuch.pdf](http://www.prozessmetallurgie.de/main/lehre/praktika/tuc_imet_praktikum_schmelzversuch.pdf), Juli 2013.
- [24] M.D.C. Sobral, P.R. Mei, H.J. Kestenbach, „Effect of carbonitride particles formed in austenite on the strenght of microalloyed steels,“ Materials Science and Engineering A 367, 2004, pp. 317- 321.
- [25] T. Gladman, „The Physical Metallurgy of Microalloyed Steel,“ London, the institute of material, 1997, pp. 176- 183.
- [26] S. Trute, „Einfluss der Prozesskette auf die Feinkornbeständigkeit von mikrolegierten Einsatzstählen,“ Technische Hochschule Aachen, 2008, pp. 26- 27.
- [27] S. Vervynckt, K. Verbeken, P. Thibaux, M. Liebherr, Y. Houbaert, „Austenit Recrystallization- Precipitation Interaction in Niobium Microalloyed Steels,“ ISIJ International 49, 2009, pp. 911- 920.
- [28] C. Zener, „Grains, phases and interfaces: an interpretation of microstructur,“ Transactions of the AIME 175, 1949, pp. 15- 51.

- [29] A. D. Rollett, „Microstructure-Properties: II Particle Pinning, Grain Growth, Hard Magnets,“ <http://neon.mems.cmu.edu/rollett/27302/302.L10.ppt.pin.ppt.>, Mai 2013.
- [30] G. Gottstein, „Physikalische Grundlagen der Materialkunde,“ Berlin Heidelberg, Springer Verlag, 2007.
- [31] S. Liu, F.C. Liao, „Precipitate stability in the heat affected zone of nitrogen- enhanced high strength low alloy steels,“ *Materials Science and Engineering A* 244, 1998, pp. 273-283.
- [32] K. Chang, W. Feng, L. Q. Chen, „Effect of second-phase morphology on grain growth kinetics,“ *Acta Materialia*, 2009.
- [33] M. Pudar, S. Zamberger K. Spiradek- Hahn, R. Radis, E. Kozeschnik, „Computational Analysis of Precipitation during Continuous Casting of Microalloyed Steel,“ *steel research int.* 81, 2010, pp. 372- 380.
- [34] S. Trute, „Einfluss der Prozesskette auf die Feinkornbeständigkeit von mikrolegierten Einsatzstählen,“ Technische Hochschule Aachen, 2008, p. 30.
- [35] C. L. Davis, M. Strangwood, „Segregation behaviour in Nb microalloyed steels,“ *Materials Science and Technology* 25, 2009, pp. 1126- 1133.
- [36] A. Kundu, „Grain Structure Development During Casting, Reheating and Deformation of Nb- Microalloyed Steel,“ England, The University of Birmingham, 2011, pp. 5- 18.
- [37] S. J. Engineer, R. Kohlmann, V. Schüler, H. Stelzenmüller, „Einflüsse auf die Austenitkorngröße von Einsatzstählen,“ *steel research* 57, 1986, pp. 270- 285.
- [38] F. G. Wilson, T. Gladman, „Aluminium nitride in steel,“ *International Materials Reviews* 33, 1988.
- [39] R. Radis, E. Kozeschnik, „Kinetics of AlN precipitation in microalloyed steel,“ *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* 18, 2010, pp. 1- 16.
- [40] L. M. Cheng, E. B. Hawbolt, T. R. Meadowcroft, „Dissolution and coarsening of aluminium nitride precipitates in low carbon steel- Distribution, size and morphology,“ *Canadian metallurgical quarterly* 39, 2000, pp. 73- 86.
- [41] T. Gladman, „The Physical Metallurgy of Microalloyed Steel,“ London, the institute of materials, 1997, pp. 81- 135.
- [42] J. F. Chavez- Alcalá, A. Rodríguez- Reyes, E. G. Navarrete- Ramos, H.J Dorantes- Rosales, M. L. Saucedo- Muñoz, V. M. López- Hirata, „Microstructural Characterization of Precipitation in an Isothermally Aged Nb- containing Microalloyed Steel,“ *ISIJ International* 41, 2001, pp. 1532- 1534.
- [43] W. Bleck, „Werkstoffkunde Stahl,“ Aachen, Verlag Mainz, 2004, pp. 334- 336.
- [44] J.E. Mancilla, C.A. Hernandez, „NbC precipitates EELS spectra in a very low carbon microalloyed steel,“ *Rev. Metal. Madrid* 40, 2004, pp. 188- 192.

- [45] S. Vervynckt, K. Verbeken, P. Thibaux, Y. Houbaert, „Recrystallization- precipitation interaction during austenite hot deformation on a Nb microalloyed steel,“ *Materials Science and Engineering A* 528, 2011, pp. 5519- 5528.
- [46] M. A. Bepari, J. A. Whiteman, „The effect of nitrogen on the precipitation behaviour of Nb(C,N) in continuously- cooled low- carbon structural steels,“ *Journal of Materials Processing Technology* 56, 1996, pp. 834- 846.
- [47] R. Radis, E. Kozeschnik, „Numerical Simulation of NbC precipitation in microalloyed steel,“ *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* 20, 2012, pp. 1- 15.
- [48] L. Ma, M. Q. Wang, J. Shi, W. J. Hui, H. Dong, „Influence of niobium microalloying on rotating bending fatigue properties of case carburized steels,“ *Materials Science and Engineering A* 498, 2008, pp. 258- 265.
- [49] M. J. Leap, E. L. Brown, „Crystallography of duplex AlN- Nb(C,N) precipitates in 0,2% C steel,“ *Scripta Materialia* 47, 2002, pp. 793- 797.
- [50] Universität Bonn, <http://hss.ulb.uni-bonn.de/2007/1274/1274-2.pdf>, September 2013, pp. 31- 33.
- [51] Technische Universität Darmstadt, <http://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de/70/3/Seite001-046.pdf>, Mai 2013, pp. 25- 27.
- [52] N. Fujita, H. K. D. H. Bhadeshia, „Modelling precipitation of niobium carbide in austenite: multicomponent diffusion, capillarity, and coarsening,“ *Materials Science and Technology* 17, 2001, pp. 403- 408.
- [53] F. Hippenstiel, W. Grimm, G. Kell, F. Jürgens, „Über den Einfluss von Vorwärmebehandlungen an den Einsatzstählen auf die mechanische Bearbeitbarkeit und die Maß- und Formänderung,“ *HTM* 58, 2003, pp. 153- 161.
- [54] F. Hippenstiel, Buderus Edelstahl GmbH, „Improvement working and utility properties of classical and new Mo alloyed carburizing steels,“ Salzburg, SCT, 2011.
- [55] Thermo-Calc Software, <http://www.thermocalc.se/Thermo-Calc.htm>, September 2013.
- [56] Brüttsch/ Rüeegg AG, „Das Gefüge der Stähle,“ [http://www.brr.ch/web4archiv/objects/objekte/metals/ts/1/03\\_d.pdf](http://www.brr.ch/web4archiv/objects/objekte/metals/ts/1/03_d.pdf), Jänner 2014, p. 6.
- [57] D. B. Williams, C. B. Carter, *Transmission electron microscopy*, Springer Science+Business Media. Inc., 1996.
- [58] M. K. Miller, A. Cerezo, M. G. Hetherington, G. D. W Smith, *Atom Probe Field Ion Microscopy*, Oxford University Press, 1996.
- [59] B. Gault, M. P. Moody, J. M. Cairney, S. P. Ringer, *Atom Probe Microscopy*, Springer Science+Business Media, 2012.