

Montanuniversität Leoben

Optimierung eines Glühprozesses zur Perlitisierung von
Stahlstäben aus dem Einsatzstahl 18CrNiMo7-6 in großen
Dimensionen



Die vorliegende Arbeit wurde am Materials Center Leoben in Kooperation mit Buderus Edelstahl GmbH durchgeführt.

Leoben, 8.6.2015

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, 8.6.2015

Dominik Christian Brandl

Inhaltsverzeichnis

I.	Vorwort	I
II.	Kurzfassung	II
III.	Abstract	III
1.	Einleitung.....	1
2.	Motivation der Arbeit.....	3
2.1.	Prozessablauf der bestehenden Wärmebehandlung.....	3
2.2.	Schädigungsmodell für zeitverzögerte Rissbildung.....	4
2.3.	ZTU – Verhalten des Einsatzstahls 18CrNiMo7-6 in großen Dimensionen	6
2.4.	Methodischer Ansatz.....	9
3.	Theoretische Grundlagen.....	10
3.1.	Perlit.....	10
3.1.1.	Lamellarer Perlit	10
3.1.2.	Globularer Perlit	11
3.1.3.	Ausgangszustand für die Perlitisierung	14
3.1.4.	Einfluss von Legierungselementen auf die Perlitbildung.....	15
3.2.	Seigerungen	18
3.2.1.	Einteilung und Entstehung von Seigerungen	18
3.2.2.	Entstehung von Bänderstrukturen.....	21
4.	Verwendete Werkstoffe.....	24
4.1.	Ausgangslegierung.....	25
4.2.	Versuchslegierungen	26
4.2.1.	Chemische Zusammensetzung der kritischen Seigerungszone	27
4.2.2.	Herstellung der Versuchslegierungen	32
4.2.3.	Chemische Zusammensetzungen der Versuchslegierungen	34
5.	Versuchsdurchführung.....	36

5.1. Experimentelles	36
5.1.1. Bestimmung der Gleichgewichtstemperaturen (A_{C1} und A_{C3})	37
5.1.2. Isotherme Dilatometerversuche	37
5.2. Einfluss der Perlitisierungstemperatur auf das Phasenumwandlungsverhalten	39
5.3. Einfluss der Austenitierungstemperatur auf das Phasenumwandlungsverhalten .	46
5.4. Kleintechnische Umsetzung	53
5.4.1. Ableitung einer Wärmebehandlung der Ausgangslegierung	53
5.4.2. Durchführung der Wärmebehandlung.....	54
5.4.3. Ausblick und Optimierungsmöglichkeiten	58
6. Zusammenfassung.....	60
Literaturverzeichnis.....	IV
Abbildungsverzeichnis.....	V

I. Vorwort

Ich möchte mich bei Herrn Professor Reinhold Ebner bedanken, der es mir ermöglicht hat, meine Diplomarbeit am Materials Center Leoben (MCL) verfassen zu dürfen. Dem Betreuer dieser Arbeit, Herrn Dr. Stefan Marsoner, gilt besonderer Dank für die kompetenten, wissenschaftlichen Ratschläge und die Unterstützung, die er über den gesamten Zeitraum der Diplomarbeit geleistet hat.

Mein Dank gilt auch den wissenschaftlichen Mitarbeitern des MCL. Besonders hervorheben möchte ich an dieser Stelle Herrn Bernhard Friessnegger, der einen wesentlichen Grundstein zu dieser Arbeit, mit der Erstellung von Zeit – Temperatur – Umwandlungsschaubildern des Ausgangswerkstoffes Werkstoffes 18CrNiMo7-6, gelegt hat. Auch Herrn Joachim Scheipl gilt mein Dank für zahlreiche kurzfristige Mess- und Präparationsarbeiten.

Bedanken möchte ich mich auch für die gute Zusammenarbeit mit Buderus Edelstahl GmbH, vor allem durch meinen Ansprechpartner Herrn Tobias Mauritz. Durch Ihn war die Beschaffung von Referenzproben und Versuchsobjekten, ganz im Sinne der Arbeit, ein schnelles und unkompliziertes Unterfangen.

Dem Beginn dieser Diplomarbeit geht jedoch auch die erfolgreiche Ablegung zahlreicher Prüfungen an der Montanuniversität Leoben voraus. Darum möchte ich mich an dieser Stelle auch bei allen Studienkollegen und Freunden bedanken, durch deren Zusammenarbeit und Unterstützung die Studienzeit nicht nur effizienter sondern auch angenehmer gemacht wurde. Stephan Reisinger gilt hierbei ein besonderer Dank für die zahlreichen, fachlichen Diskussionen, die stets neue Erkenntnisse nach sich zogen.

Ein besonders herzlicher Dank gilt meinen Eltern, die durch ihre Unterstützung meine gesamte Ausbildung, bis hin zur Absolvierung des Studiums, überhaupt erst ermöglicht haben.

II. Kurzfassung

Einsatzstähle werden für Bauteile herangezogen, deren Randschicht aufgekohlt und anschließend gehärtet wird. Es entsteht dadurch eine Kombination aus einer verschleißfesten Oberfläche und einem zähen Kern. Bei der Herstellung von Einsatzstählen als Halbzeug muss darauf geachtet werden, dass dieses eine geringe Härte besitzt, um bei der Verarbeitung eine gute Zerspanbarkeit aufzuweisen. Gefügetechnisch wird hierbei entweder ein Weichglühgefüge (Ferrit und Karbid) oder ein ferritisch/perlitisches Gefüge angestrebt. Ersteres kann durch eine Weichglühung erzielt werden. Letzteres durch eine Perlitisierungsglühung, bestehend aus Austenitisierung und isothermer Perlitisierung, welche direkt in den Herstellungsprozess integriert werden kann.

Bei größer werdenden Bauteildimensionen gestaltet sich eine über den Querschnitt homogene Wärmebehandlung oftmals als schwierig. Vor allem kernnahe Bereiche weisen bedingt durch die geringere Umformung einen sehr großen Abstand von einzelnen Seigerungsbandern auf. Diese können bei einer nachfolgenden isothermen Perlitisierung zu einer unvollständigen Umwandlung von Austenit in Ferrit und Karbid führen. Um das Phasenumwandlungsverhalten dieser Zonen beschreiben zu können, wurden Seigerungszone in einer von Buderus Edelstahl GmbH zur Verfügung gestellten Probe mittels Elektronenstrahl – Mikroanalyse (ESMA) auf ihre Zusammensetzung untersucht. Die Probe beinhaltet eine kritische Seigerungszeile, die einem Stahlstab großer Dimension aus dem Einsatzstahl 18CrNiMo7-6 entnommen wurde. Mit Hilfe der erhobenen Daten wurden Versuchslegierungen erstellt, welche der Zusammensetzung dieser kritischen Seigerungszone nachempfunden sind. Das Umwandlungsverhalten dieser Legierungen wurde über Dilatometrie analysiert.

Diese Versuchslegierungen besitzen ein deutlich trägeres Umwandlungsverhalten von Austenit in Ferrit und Karbid als die Ausgangslegierung. Daher sollte über die Temperaturführung einer gezielten Wärmebehandlungsvariation eine Möglichkeit zur Beschleunigung der Phasenumwandlung ermittelt werden. Einen vielversprechenden Ansatz lieferte hierfür eine Modifikation der Austenitisierungsbedingungen, über welche die Grenzfläche pro Volumseinheit (Grenzflächendichte) erhöht werden kann. Diese beeinflusst die Geschwindigkeit von diffusionsgesteuerten Umwandlungen über heterogene Keimbildung wesentlich.

Abschließend wurden die gewonnenen Erkenntnisse über das Umwandlungsverhalten in Labormaßstäben durch einen kleintechnischen Versuch auf ihre Umsetzbarkeit für größere Bauteildimensionen in der Industrie überprüft.

III. Abstract

Case-hardening steels are used for components, which surface layers are carburized and then hardened. This causes a combination of a wear-resistant surface and a tough core. The fabrication of case-hardened steels as semi-finished products must ensure that the material has a low hardness to exhibit a good machinability for subsequent processing steps. Therefore the necessary microstructure can be achieved with soft-annealing. Another way to produce this microstructure is a pearlitisation-annealing. This consists of an austenitisation and isothermal pearlitisation, which is directly included in the manufacturing process.

A homogenous heat-treatment over the whole cross-section is even more difficult with increasing component dimensions. Especially close to the core areas segregation zones have a large distance to each other caused by the low deformation degree. The segregation in these areas may lead to an incomplete transformation of austenite into ferrite and carbide in an isothermal pearlitisation-annealing.

To describe the phase transformation behavior of these zones, Buderus Edelstahl GmbH provided a sample to analyze the composition with electron-microprobe. The sample includes a critical segregation-zone which was taken out from a large bar of the case-hardening steel 18CrNiMo7-6. The collected data were used to create experimental alloys which are modeled with the same composition as the segregation zone in the base alloy. The transformation behavior of these alloys was analyzed via dilatometry. As a result of the dilatometry the test alloys showed a more sluggish conversion speed of austenite into ferrite and carbide compared to the initial alloy. Therefore, a way to speed up the phase transition by a temperature-time-variation of the consisting annealing process was investigated.

A potential solution was a modification of the austenitisation-conditions to increase the interface-area per volume (interface area density). This affects the speed of diffusion-controlled transformations significantly by heterogeneous nucleation.

Finally, the findings of the transformation behavior on the laboratory scale have been implemented in a small-scale test and verified for their feasibility for industry.

1. Einleitung

Diese Diplomarbeit befasst sich mit dem Thema der Rissbildung in Stahlwellen großer Dimensionen aus dem Werkstoff 18CrNiMo7-6 im Zuge der Abkühlung auf Raumtemperatur nach einer isothermen Perlitisierungsglühung. Es soll durch diese Arbeit ein wesentliches Verständnis für die Bildung und Prävention von Rissen dieser Art aufgebaut werden. Hauptaugenmerk liegt dabei auf der Charakterisierung unterschiedlich geseigerter Bereiche im Hinblick auf deren Zusammensetzung und das Phasenumwandlungsverhalten.

Anwendung findet dieser Werkstoff vor allem in der Herstellung von großen Zahnrädern und Getriebeteilen, z.B. für Offshore-Anwendungen, welche im Einsatz höchsten Beanspruchungen unterliegen. Derartige Bauteile stellen in der Herstellung hohe Anforderungen an die Zerspanbarkeit. Um diese gewährleisten zu können ist eine geringe Härte des Ausgangsgefüges notwendig. In der industriellen Praxis wird dies entweder durch Härten und sehr hohes Anlassen erreicht, wodurch ein Gefüge an Ferrit und eingeformten Karbiden entsteht (Weichglühgefüge), oder durch eine isotherme Perlitisierung nach einer Austenitierung in einem einstufigen Wärmebehandlungsprozess. Zum Erreichen der Endigenschaften werden die Bauteile aufgehärtet und entspannt, wodurch sowohl gute Ermüdungs- als auch Verschleißigenschaften erreicht werden.

Im Zuge der von der Firma Buderus Edelstahl GmbH durchgeführten Perlitisierungswärmebehandlung von Stahlwellen großer Dimensionen kommt es bei dem Einsatzstahl 18CrNiMo7-6 immer wieder zu kernnahen Rissen. Diese Risse wurden durch eine laufende Qualitätskontrolle am Ende des Herstellungsprozesses mittels Ultraschalluntersuchung nachgewiesen. Die Wärmebehandlung besteht aus einem Austenitierungsvorgang mit einer isothermen Perlitisierungsphase. Die Dauer des gesamten Vorganges erstreckt sich über eine Zeitspanne von ungefähr 20 Stunden.

Ziel dieser Arbeit ist es, eine Wärmebehandlungsstrategie auszuarbeiten, um die Bildung von lokalen Härtegefügen zu vermeiden und somit auch die Bildung von Rissen zu verhindern.

Im Zuge der Diplomarbeit sollen die Zusammensetzung und das Umwandlungsverhalten der Seigerungszone studiert werden. Zur Charakterisierung der kritischen Seigerungszone wurde das Ausgangsmaterial mittels Elektronenstrahl-Mikrosonde untersucht. Weiters wurden Dilatometerversuche an extra dafür angefertigten Legierungen durchgeführt, welche den kritischen Bereichen des Ausgangswerkstoffes nachempfunden sind. So kann, vergleichend zur Ausgangslegierung, ein prinzipieller Unterschied in der Umwandlungskinetik aufgezeigt werden.

Es sollen die wesentlichen Vorgänge innerhalb des Werkstoffes während der Wärmebehandlung, wie zum Beispiel die Verteilung gewisser Legierungselemente, erläutert werden. Vergleichend mit den Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubildern der Ausgangslegierung soll eine Wärmebehandlung abgeleitet werden, welche die oben genannten Schädigungen weitestgehend verhindert.

2. Motivation der Arbeit

Im folgenden Kapitel soll die Problemstellung bzw. Vorgeschichte der Arbeit erklärt werden. Dabei werden der bestehende Wärmebehandlungsprozess und ein vom Materials Center Leoben abgeleitetes Schädigungsmodell erläutert. Weiters werden die allgemeinen Probleme bei der Erstellung von Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubildern großer Werkstoff-Dimensionen aufgezeigt. Diese Punkte dienen der Ableitung eines methodischen Ansatzes für die Diplomarbeit.

2.1. Prozessablauf der bestehenden Wärmebehandlung

Die Stahlstäbe, bei denen bei der Firma Buderus Edelstahl GmbH Risse festgestellt wurden, werden über Blockguss mit steigender Formfüllung abgegossen und anschließend der Freiformschmiede zugeführt. Es folgt eine Luftablage bevor das Schmiedestück dem Conti-Ofen übergeben wird. Dort wird die Wärmebehandlung, bestehend aus einer Austenitisierung und einer isothermen Perlitisierung, durchgeführt. Abbildung 1 bietet einen schematischen Überblick über den Temperatur-Zeit-Verlauf des Schmiedestückes nach dem Schmiedeende. Ziel dieser Wärmebehandlung ist die Einstellung eines weichen Grundgefüges um die Ansprüche des Bauteils an die Zerspanbarkeit zu erfüllen. Es kommt dabei allerdings bei bis zu 30%, der durch diese Wärmebehandlung geglühten Stahlstäbe, zu kernnahen Rissen. Diese Risse machen das Bauteil unbrauchbar und stellen ein wesentliches Problem für den Hersteller (Buderus Edelstahl GmbH) dar.

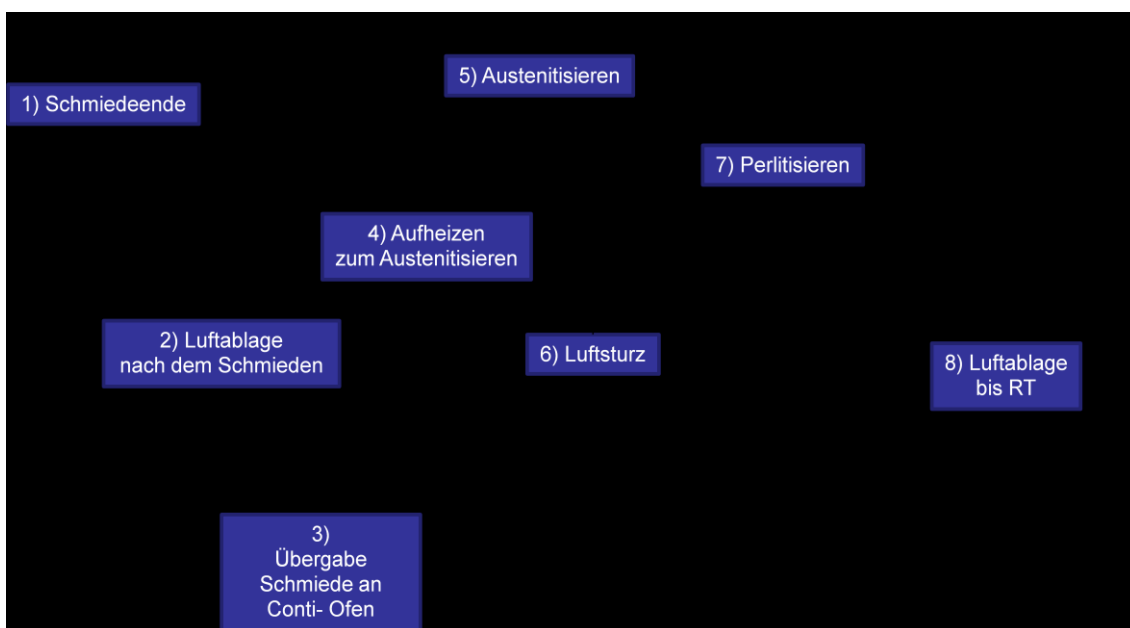


Abbildung 1: Prozessablauf der bestehenden Wärmebehandlung nach Schmiedeende (schematisch)

Abbildung 2 zeigt den Ist-Temperatur-Verlauf eines Stahlstabes während der Perlitisierungsglühung, der von Buderus Edelstahl GmbH mittels Thermoelementen aufgenommen wurde. Die Kerntemperatur ist durch die blaue Linie gekennzeichnet. Nach einer Austenitisierung zwischen 850 und 900°C für ca. 3 h folgt, nach dem Luftabsturz, eine isotherme Haltetemperatur von 650°C für ca. 10 h. Anschließend folgt eine Luftablage des Stahlstabes.

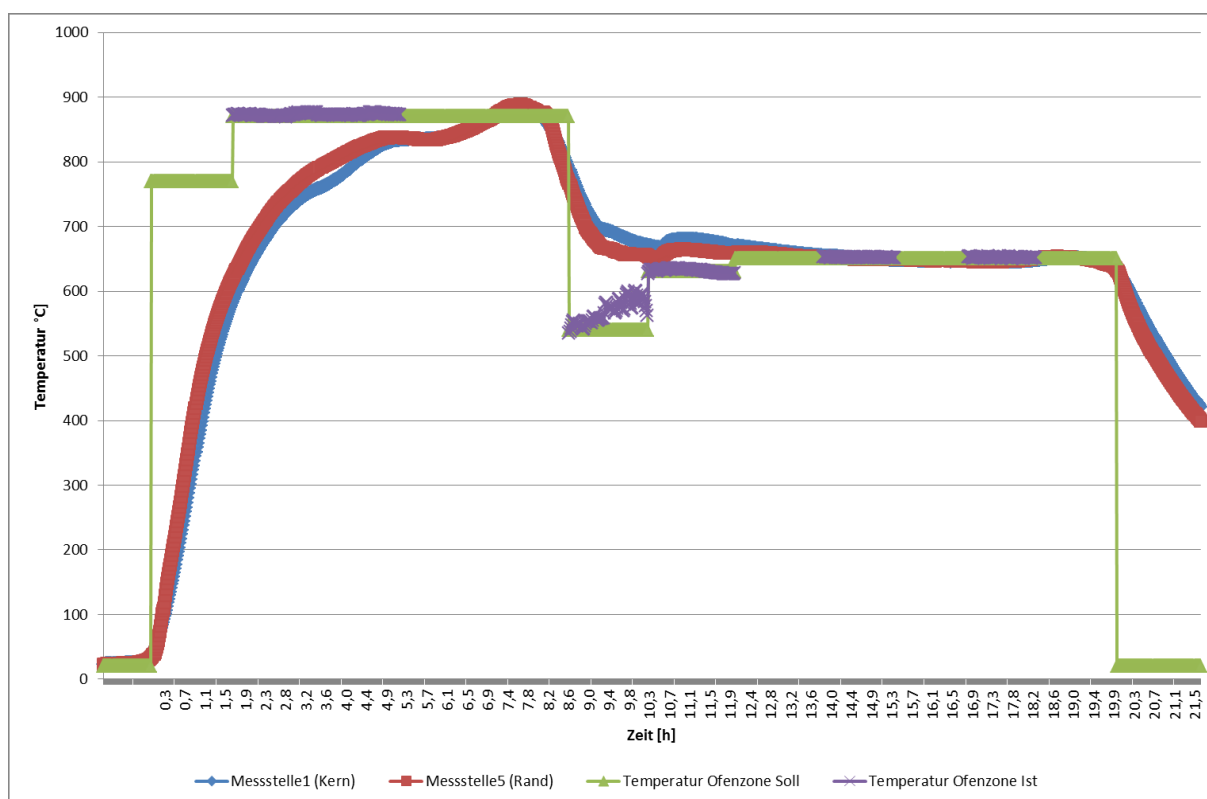


Abbildung 2: Ist-Temperatur-Verlauf des Kerns bei bestehender Wärmebehandlung

2.2. Schädigungsmodell für zeitverzögerte Rissbildung

Am Materials Center Leoben wurden Anfang 2014 Vorarbeiten zur Klärung der Ursachen der Rissbildung in Stahlwellen großer Dimension nach beendeter Perlitisierungsglühung für Buderus Edelstahl GmbH durchgeführt. Die Ergebnisse dienen als Ausgangspunkt für die vorliegende Diplomarbeit. Es wurden dabei Proben, die nach der Ultraschalluntersuchung potentielle Fehlstellen (Risse) aufgewiesen haben, aus den Stahlwellen entnommen und an das MCL übergeben. Abbildung 3 zeigt eine derartige Schädigung, die freigelegt und metallographisch aufbereitet wurde. Der Riss befindet sich inmitten von ferritisch-perlitischem Gefüge und wird von einer Härtezone umgeben.

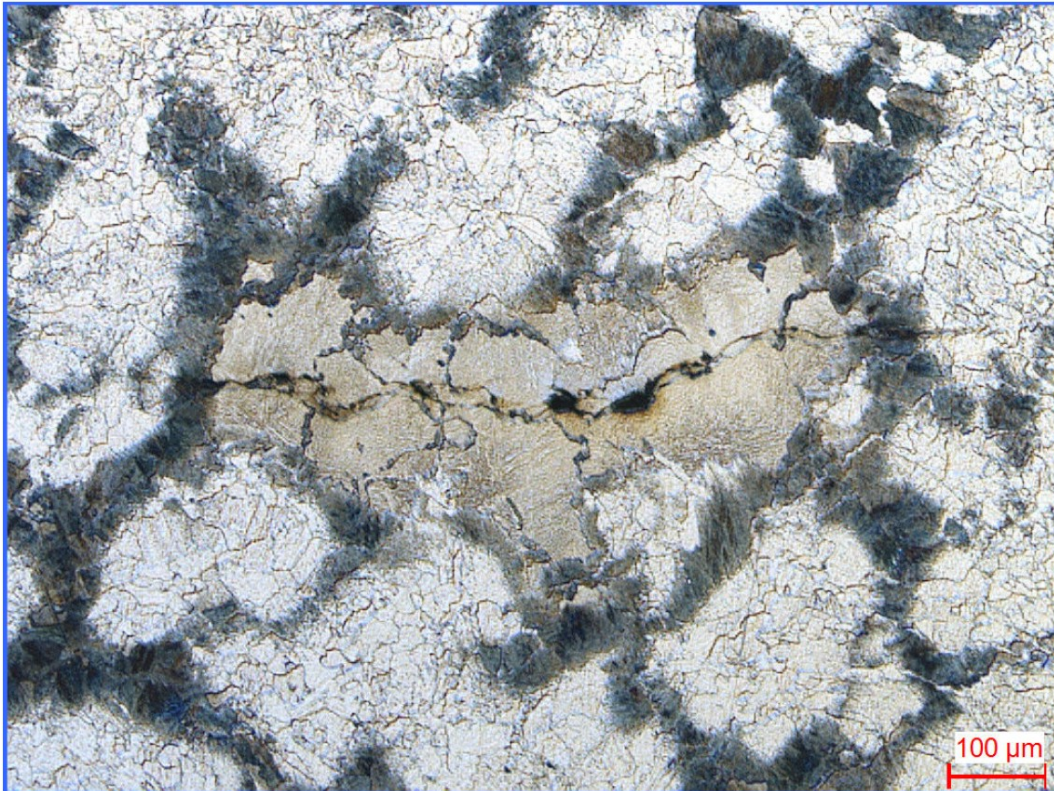


Abbildung 3: Riss nach beendeter Perlitisierungsglühung

Am MCL wurden die Risse aufgebrochen und mittels Licht- und Rasterelektronenmikroskop auf das Gefüge im Bruchbereich und hinsichtlich der Bruchmorphologie untersucht. Dabei wurden zwei wesentliche Bruchmerkmale festgehalten. Zum Ersten wurde bestätigt, dass den Rissausgang jeder Probe stets ein bainitisch/martensitisches Gefüge umgibt. Weiters wurden bei den meisten Rissen deutliche Anzeichen auf eine wasserstoffinduzierte Rissbildung gefunden. Abbildung 4 zeigt eine rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der Bruchfläche mit einem, für H-induzierten Bruch typischen, fliedrigen Bruchverlauf (rote Markierung).

Es wurde daher die folgende Schadenshypothese erstellt:

Nach dem Ende des Perlitisierens gibt es Bereiche, die nicht vollständig in Ferrit/Perlit umwandeln und so im weiteren Abkühlungsverlauf Härtegefüge (Bainit) ausbilden. Durch die längere Stabilität des Austenits während des isothermen Haltens kann sich dieser während des gesamten Wärmebehandlungsvorganges mit Wasserstoff anreichern. Das Bestreben des Wasserstoffs sich in Austenit anzureichern liegt an dessen höherer Löslichkeit für Wasserstoff gegenüber Ferrit.

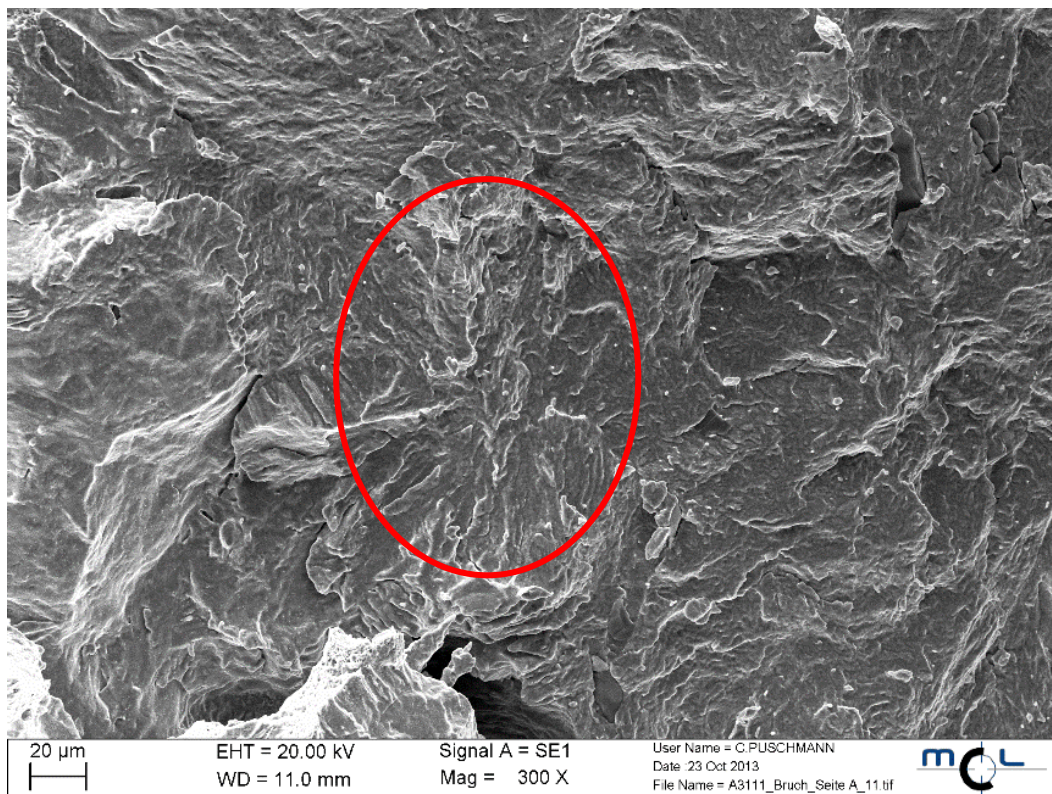


Abbildung 4: Bruchfläche mit Indizien auf wasserstoffinduzierten Bruch [1]

Möglicher Grund für die längere Austenitstabilität gewisser Bereiche könnte in einem seigerungsbedingt lokal unterschiedlichen Phasenumwandlungsverhalten liegen, wodurch die Umwandlung in Ferrit und Perlit verzögert wird. In Folge der anschließenden Luftablage kommt es dann zu dem beobachteten martensitisch/bainitischen Gefüge. Durch die vorherrschenden Bedingungen wie hartes Gefüge, Zugeigenspannungen und Anreicherungen an Wasserstoff werden ideale Bedingungen für zeitverzögerte Rissbildung geschaffen [1]. Das Vorhandensein von Zugeigenspannungen hängt offensichtlich mit der Wärmebehandlung zusammen. Es bedarf aber einer eigenen Untersuchung, welche Auswirkungen die Phasenumwandlung auf die Eigenspannungsverteilung hat. Auf diese Thematik wurde im Zuge der Diplomarbeit allerdings nicht eingegangen.

2.3. ZTU – Verhalten des Einsatzstahls 18CrNiMo7-6 in großen Dimensionen

Die Umwandlungskinetik von Stahlwerkstoffen wird mit sogenannten Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubildern (ZTU) beschrieben. Diese Schaubilder beschreiben das Phasenumwandlungsverhalten nach der Austenitisierung. Sie berücksichtigen auch Ungleichgewichtsgefüge, wie sie in Werkstoffen vorliegen, welche realen Wärmebehandlungen unterzogen wurden. Der Zusammenhang zwischen Phasendiagramm und ZTU

ist in Abbildung 5 gezeigt. Für annähernd unendlich langsame Abkühlraten geht das ZTU-Schaubild in das Phasendiagramm und somit das thermodynamische Gleichgewicht über.

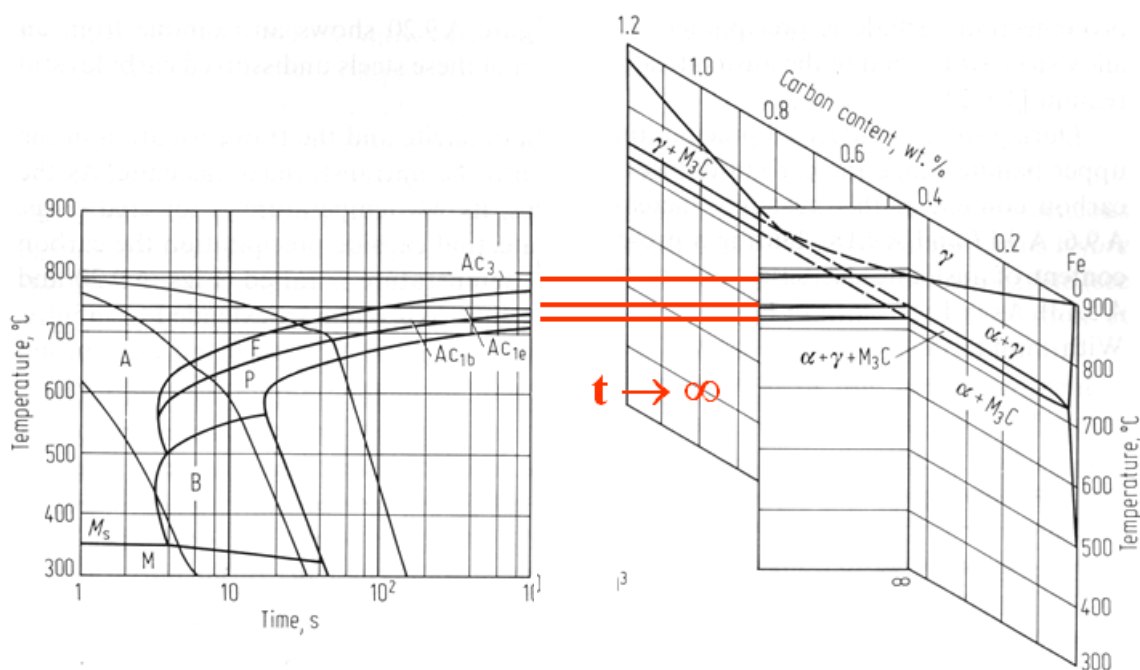


Abbildung 5: Zusammenhang ZTU-Schaubild und Phasendiagramm [2]

Bei der Abgrenzung der unterschiedlichen Phasenbereiche eines ZTU's versteht man als Beginn einer Umwandlung oft 1 %, und als Ende einer Umwandlung oft 99 % umgewandelten Austenit [3]. Dabei wird diese Prozentgrenze über den gesamten Probenquerschnitt festgelegt.

Das ZTU – Verhalten von geschmiedeten Stahlwellen oder -stäben mit großem Durchmesser ist im Allgemeinen schwierig zu bestimmen. Aufgrund der großen Dimensionen kann keine homogene Umformung über den gesamten Querschnitt des Schmiedestücks stattfinden. Es bleiben somit geseigerte Bereiche, die durch den Gießprozess im Werkstoff vorliegen, in kernnahen Bereichen erhalten und bewirken eine Änderung des Phasenumwandlungs-Verhaltens im Vergleich zum umliegenden Werkstoff.

Besitzt der zu untersuchende Werkstoff starke Seigerungen so wird im ZTU-Diagramm eine Mischung aus zwei unterschiedlichen Legierungszuständen dargestellt. So wird zum Beispiel die 1%-Grenze für umgewandelten Austenit als erstes in legierungsarmen, umwandlungsfreudigen Bereichen überschritten. Dagegen wandeln die Bereiche mit höherer Legierungszusammensetzung, die ehemaligen interdendritischen Zonen, deutlich langsamer um und beeinflussen somit das Umwandlungsende für Austenit maßgeblich [4].

Dies zeigt sich auch bei der Betrachtung der isothermen ZTU's aus dem Einsatzstahl 18CrNiMo7-6 (1.6587). Abbildung 6 bildet diese für 3 unterschiedliche Materialentnahmepositionen (Kern, halber Radius und Rand) eines Blockes großer Dimension ab. Dabei zeigt sich, dass der Beginn der Umwandlung von Austenit in Ferrit und Perlit annähernd zeitgleich abläuft und das Ende zum Kern hin zeitlich verzögert ist.

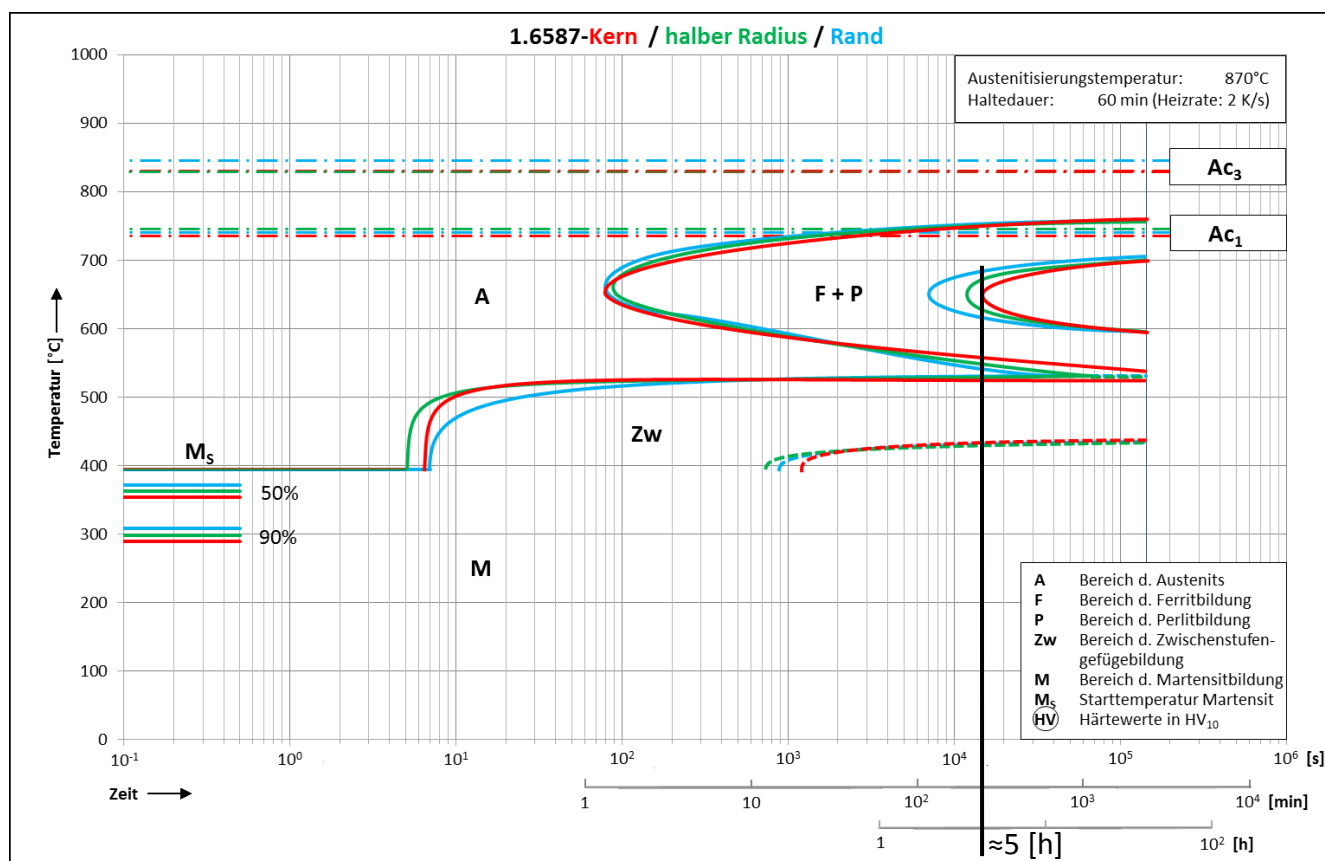


Abbildung 6: Isotherme ZTU-Schaubilder der Positionen Kern, halber Radius und Rand [5]

Laut dieser Ergebnisse sollte die Umwandlung im Kern des Stahlrundlings bei ca. 5 Stunden isothermer Haltezeit (schwarze Markierung) bei 650 °C abgeschlossen sein. Die Praxis zeigt jedoch, dass vereinzelte Bereiche selbst nach 10 h isothermer Haltezeit bei ansonsten gleichen Bedingungen noch austenitisch sind. Der Grund dafür ist, dass in einem ZTU-Schaubild die Linie für das Umwandlungsende bei 99% umgewandelten Austenit eingetragen wird. Es kann somit vereinzelte Bereiche geben, welche eine lokal unterschiedliche Legierungszusammensetzung besitzen und auch bei längeren Haltezeiten austenitisch bleiben und in Folge der anschließenden Abkühlung Härtegefüge ausbilden. Diese umwandlungsträgen Zonen des Werkstoffes 18CrNiMo7-6 sollen im Zuge der Diplomarbeit näher untersucht werden.

2.4. Methodischer Ansatz

Im Zuge dieser Diplomarbeit wurden die in dem Werkstoff 18CrNiMo7-6 durch die Herstellung bedingten Seigerungszone bezüglich ihrer Zusammensetzung charakterisiert. Anschließend wurden daraus Versuchslegierungen abgeleitet, welche im Labormaßstab mittels Abschreckdilatometrie auf ihr Phasenumwandlungsverhalten untersucht wurden. Die daraus resultierenden Erkenntnisse wurden für die Optimierung der bestehenden Perlitisierungsglühung eingesetzt. Es sollte eine Wärmebehandlung abgeleitet werden, die die Erzeugung eines homogenen und weichen Grundgefüges und somit die Vermeidung von Spannungsrissen in Stahlstäben großer Dimensionen zum Ziel hat. Dies sollte an der Ausgangslegierung 18CrNiMo7-6 mittels eines kleintechnischen Versuchs kontrolliert werden (Abbildung 7).

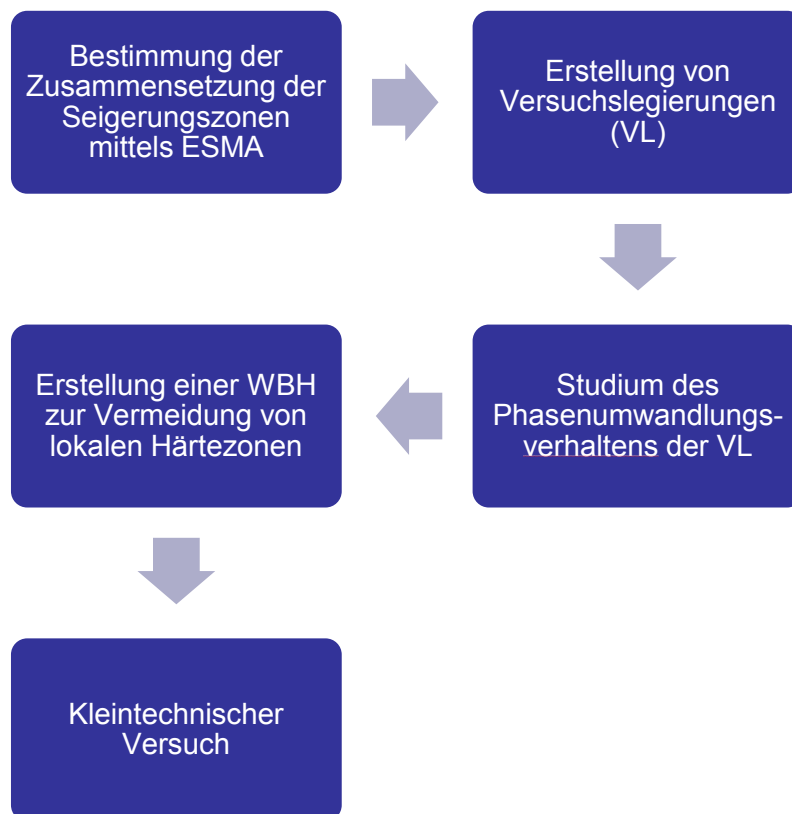


Abbildung 7: Methodischer Ansatz

3. Theoretische Grundlagen

3.1. Perlit

Unter Perlit versteht man ein Gefüge, welches durch den eutekoiden Zerfall von Austenit (γ) in Ferrit (α) und Zementit (Fe_3C oder Θ) entsteht [6]. Perlit besitzt durch seine harten Zementit- und weicheren Ferritbereiche im Allgemeinen eine gute Kombination aus Festigkeit und Zähigkeit.

Die genauen Eigenschaften dieses Gefüges hängen jedoch sehr stark von der Form und Verteilung der Zementitbereiche ab. So kann z.B. grob in lamellaren und globularen Perlit unterschieden werden. Bei Ersterem wechseln sich die Zementitbereiche lamellenartig ab und verlaufen innerhalb von gewissen Bereichen, sog. Kolonien, parallel. Bei Letzterem liegt der Zementit im Idealfall sphäroidisch in einer Matrix von Ferrit vor.

3.1.1. Lamellarer Perlit

Da Ferrit und Zementit gleichzeitig entstehen, aber unterschiedliche Zusammensetzungen besitzen, bildet sich der Perlit in einer lamellaren Morphologie aus. Diese bietet den kürzest möglichen Diffusionsweg für Kohlenstoff, wie in Abbildung 8 modellmäßig dargestellt wird. Die Bildung von Perlit erfolgt nach den Gesetzen von Keimbildung und -wachstum und geht zumeist von der Korngrenze aus, da hier durch die erhöhte Unordnung an der Grenzfläche die Keimbildung begünstigt wird.

Härtewerte nach Brinell reichen von ca. 180 HB für groblamellaren, bis 400 HB für feinstlamellaren Perlit [7].

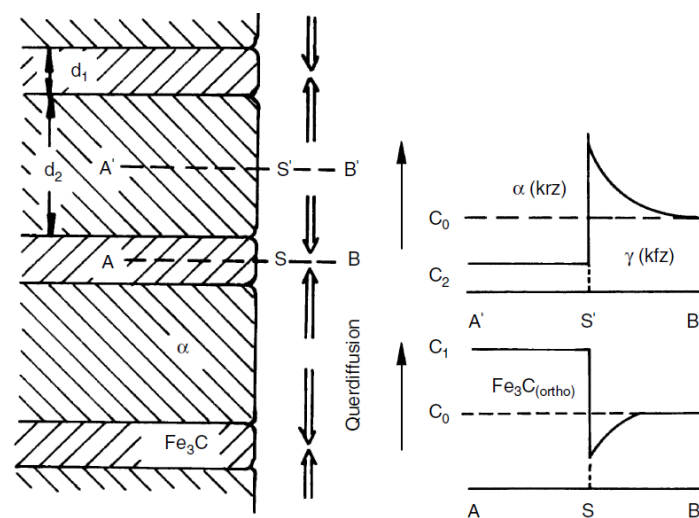


Abbildung 8: Lamellare Anordnung des Perlits und C-Konzentrationsverlauf [6]

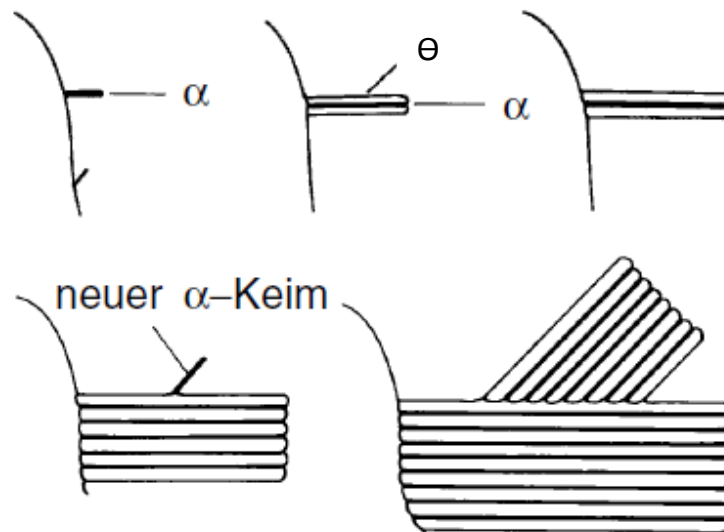


Abbildung 9: Bildung und Wachstum von Perlitkolonien [6]

Bildet sich wie in Abbildung 9 gezeigt zum Beispiel ein α -Keim an der Korngrenze aus, wird C aus diesem Bereich verdrängt, da α -Eisen eine sehr begrenzte Löslichkeit von Kohlenstoff besitzt (max. 0,02 m-%). Dies begünstigt die Bildung von Zementit in den benachbarten Regionen, da für dessen Entstehung eine große Menge C benötigt wird. Dieser zusammenhängende Reaktionsablauf von Ferrit-Umwandlung und Zementit-Ausscheidung wird als gekoppeltes Wachstum bezeichnet und führt zur standardmäßigen lamellenartigen Struktur des Perlits. Entscheidend für die spätere Härte bzw. Festigkeit des Perlits ist dessen Lamellenabstand [6,7]. Dieser ergibt sich als Resultat der Abkühlgeschwindigkeit bzw. der für die C-Diffusion zur Verfügung stehenden Zeit. Bei kurzen Abkühlzeiten kann der Kohlenstoff nur geringe Wege zurücklegen und es stellt sich ein feinlamellares Gefüge mit hoher Härte ein.

3.1.2. Globularer Perlit

Unter globularem oder körnigem Perlit sind kugelig eingeformte Zementitbereiche in einer Matrix aus Ferrit zu verstehen. Die Einstellung dieses Gefüges kann entweder über eine Glühung von lamellarem Perlit unterhalb der A_{c1} -Temperatur, oder durch eine sehr langsame Abkühlung aus dem γ -Gebiet erfolgen. Globularer Perlit, welcher sich direkt aus γ bildet wird aufgrund seines entkoppelten Wachstums von α und Fe_3C auch als „entartet“ oder „anormal“ bezeichnet. Globularer Perlit wird aufgrund seiner höheren Zähigkeit und besseren Zerspanbarkeit im Vergleich zu lamellarem Perlit häufig als Ausgangsgefüge für Wellen und Zahnräder verwendet.

Weichglühen

Unter Weichglühen ist eine Wärmebehandlung zu verstehen, welche zu einer Senkung der Härte bzw. der Festigkeit führt. Es ist ein diffusionskontrollierter Prozess, welcher im Allgemeinen sehr lange Zeiten, im Bereich um 100 h, in Anspruch nehmen kann [8].

Die härtesenkende Wirkung des Weichglühens kann in 4 metallkundliche Teilschritte unterteilt werden [9].

- I. Abbau der Mischkristallhärte des Ferrits: In der Matrix gelöste Elemente wie zum Beispiel Chrom, Molybdän oder Vanadium lösen sich im Eisenkarbid oder bilden eigene Karbide.
- II. Einformung band- oder plattenförmiger Karbide zu Kugeln: Der Verlauf der Einformung wird in Abbildung 10 schematisch dargestellt. Treibkraft ist hierbei eine Minimierung der Grenzflächenenergie zwischen Karbid und Matrix. Durch eine Senkung der Grenzflächenkonzentration wird mehr Raum zur Versetzungsbewegung geschaffen. Die Folge davon ist eine Reduzierung der Härte.

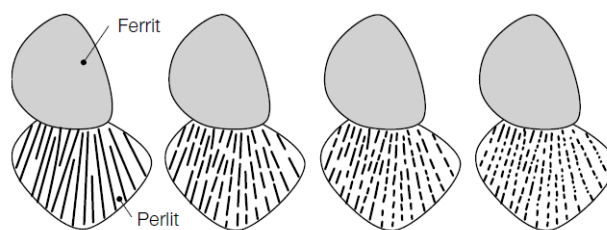


Abbildung 10: Schematischer Verlauf der Einformung von Zementitlamellen [8]

- III. Vergrößerung der Kugelkarbide durch Ostwaldreifung: Eine weitmaschigere Verteilung größerer Karbide senkt im Sinne der Dispersionshärtung den erreichbaren Härtewert.
- IV. Abbau der Versetzungsdichte: Erholung und Rekristallisation senken die Versetzungsdichte des Ferrits und verringern somit die Härte.

Diese Art von Glühbehandlung wird bei untereutektoiden Stählen dicht unterhalb der A_{C1} -Temperatur durchgeführt. Der Grund dafür besteht in der gesteigerten Diffusionsgeschwindigkeit bei höheren Temperaturen. Gleichzeitig soll die übermäßige Bildung von Austenit verhindert werden, da dieser bei der anschließenden Abkühlung zu Härtegefügen umwandeln kann. Da die Teilchenvergrößerung auf keine Keimbildung angewiesen ist, läuft dieser Prozess also unabhängig von einer Unterkühlung ab. Weichglühen verschiebt den Werkstoffzustand in Richtung des thermodynamischen Gleichgewichts. Das heißt eine gleichmäßige Verteilung von groben Karbiden wird angestrebt [4].

Entarteter Perlit

Unter entartetem Perlit ist das entkoppelte Wachstum von α und Fe_3C aus γ zu verstehen. Es scheiden sich Ferrit und Zementit bei geringer Unterkühlung des Austenits unabhängig voneinander an Grenzflächen im austenitischen Gefüge aus. Bei größer werdender Unterkühlung steigt die Tendenz zur Bildung der lamellaren Struktur. Im entarteten Zustand liegt Perlit somit als ungeordnetes Gemenge von Ferrit und Zementit vor, wobei Zementit im fortgeschrittenen Stadium der Entartung globular vorliegen kann [4,7]. Die Bildung von entartetem Perlit wird durch unvollständige Austenitisierung, einer Legierungszusammensetzung welche sich deutlich vom eutektoiden Punkt unterscheidet und einer Umwandlungstemperatur nahe der Gleichgewichtstemperatur A_{C1} begünstigt.

Unter unvollständiger Austenitisierung ist die Einstellung eines austenitischen Gefüges zu verstehen, welches noch ungelöste Karbide, ferritische Bereiche oder eine inhomogene Kohlenstoffverteilung besitzt. So werden zusätzliche Grenzflächen erzeugt, welche die heterogene Keimbildung fördern. Auch eine unvollständige Austenitisierung in Form von inhomogenem Austenit kann als bevorzugte Keimstelle dienen und die Perlit-Entartung begünstigen. Unter inhomogenem Austenit ist die ungleichmäßige Verteilung von Kohlenstoff im austenitischen Gefüge zu verstehen. So erfolgt die Entstehung von Karbiden lokal in Zonen mit höherem C-Gehalt, da Kohlenstoff lediglich über kurze Distanzen diffundieren muss.

Eine Zusammensetzung fern vom eutektoiden Punkt verursacht eine Erhöhung des Anteils an voreutektoidem Ferrit oder Zementit. In beiden Fällen wird die Grenzfläche pro Volumseinheit erhöht, welche den Diffusionsweg von C zur nächsten Grenzfläche verkürzt und die heterogene Keimbildung begünstigt. Als Grenzflächen werden sowohl Korn- als auch Phasengrenzflächen bezeichnet. Denselben Einfluss auf die Bildung von entartetem Perlit haben auch Karbide, die bei dieser Umwandlungstemperatur stabil sind.

Die Bildung von entartetem Perlit läuft über heterogene Keimbildung ab. Aus diesem Grund ist dessen Bildungsgeschwindigkeit stark von der Diffusionsgeschwindigkeit des Kohlenstoffs abhängig, da nur geringe Keimbildungsarbeit geleistet werden muss. Die Temperatur für eine schnellstmögliche Umwandlung liegt knapp (ca. 80 °C im Fall des Stahles 1.6587) unterhalb der A_{C1} – Temperatur [4,7].

Bei isothermen Umwandlungen knapp unter der A_{C1} – Temperatur ist eine eindeutige Identifikation von entartetem Perlit oftmals schwierig, da der Perlit auch durch gekoppeltes Wachstum entstehen und sich infolge der hohen Temperatur einformen kann.

3.1.3. Ausgangszustand für die Perlitisierung

Eine wesentliche Einflussgröße in der Perlitbildung stellt die Austenitisierung dar. Austenit hat durch seine Homogenität und Korngröße wesentlichen Einfluss auf die Eigenschaften des bei einer Abkühlung aus dem γ -Bereich entstehenden Gefüges. Vor allem bestimmt der Austenit aber die Geschwindigkeit von diffusionsgesteuerten Phasenumwandlungen wie der Perlitbildung. So führt ein grobes und homogenes Austenitkorn zu langen Umwandlungsdauern. Der Grund hierfür liegt in der geringeren Keimzahl für die Perlitbildung. Als Keime dienen Zonen erhöhter Unordnung, wie Korngrenzen oder Phasengrenzflächen. Ungelöste Karbide, wie z.B. Fe_3C oder Karbide anderer Legierungselemente erhöhen die Grenzfläche pro Volumeneinheit.

Abbildung 11 zeigt das Zeit-Temperatur-Austenitisierungs- (ZTA) Schaubild für eine kontinuierliche Erwärmung (links) und für eine isotherme Haltetemperatur (rechts) des Werkstoffes 15CrNi6. Damit können für einen konkreten Werkstoff und eine definierte Aufheizgeschwindigkeit Aussagen über das entstandene Gefüge bei einer gewissen Temperatur bzw. Aufheiz- oder Haltezeit gemacht werden. Prinzipiell zeigen alle kontinuierlichen ZTA-Schaubilder für Stähle dieselben Merkmale:

- Eine höhere Aufheizgeschwindigkeit hat eine höhere Umwandlungstemperatur zur Folge
- Das Gefüge homogener Austenit wird erst bei vergleichsweise hohen Temperaturen bzw. langen Aufheizzeiten erreicht [8].

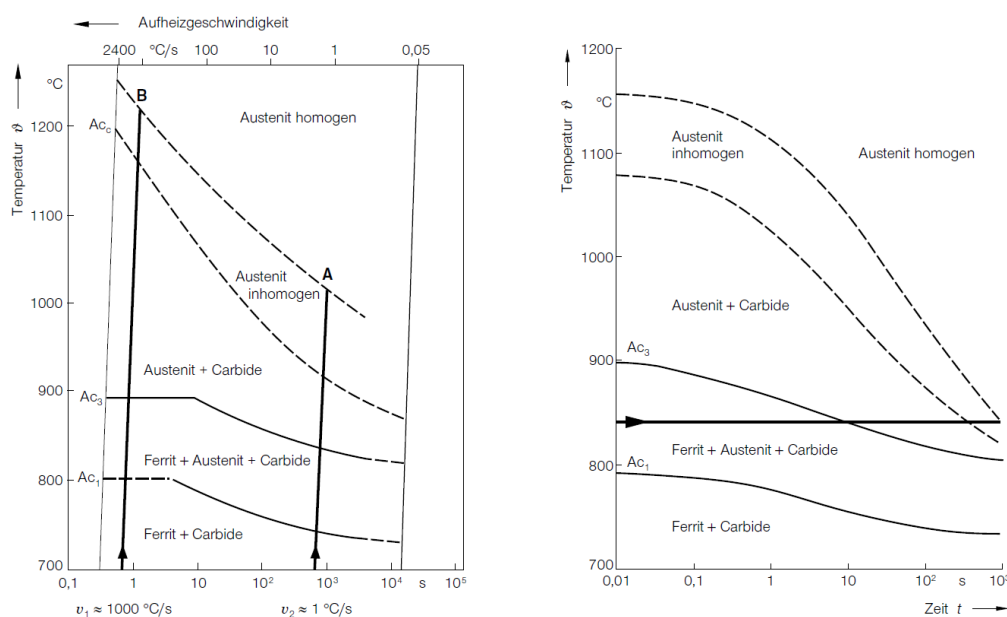


Abbildung 11: Kontinuierliches (links) und isothermes (rechts) ZTA-Schaubild eines 15CrNi6 [8]

Die Bildung von Austenit aus Ferrit und Zementit erfolgt nach den Gesetzmäßigkeiten von Keimbildung und Keimwachstum. Dabei gilt allgemein, dass die Austenitisierung umso langsamer von statten geht je näher das vorliegende Gefüge einem Gleichgewichtszustand ist. So erfolgt die Austenitisierung aus martensitischen Gefügen schneller als zum Beispiel aus Weichglühgefügen. Bei dem ersten Überschreiten der A_{C1} -Temperatur beginnt die Bildung von γ aus α und Karbid. So stellt sich zwischen A_{C1} und A_{C3} bei einer gewissen Temperatur ein definiertes Verhältnis aus α und γ ein. Gleichzeitig liegen für Zustände fern vom thermodynamischen Gleichgewicht noch Karbide vor. Bei weiterer Erhöhung der Temperatur zwischen A_{C3} und A_{C_c} liegen nur noch Austenit und Karbid nebeneinander vor. Oberhalb der A_{C_c} -Temperatur sind alle Karbide gelöst, aber der Kohlenstoff konnte sich in der γ -Matrix noch nicht vollständig verteilen. Dieser Zustand wird inhomogener Austenit genannt. Würde an diesem Punkt wieder abgekühlt werden, so würden sich Karbide vorzugsweise in jenen Regionen bilden, in denen, bedingt durch die Auflösung vorheriger Karbide, noch eine hohe Konzentration an Kohlenstoff vorliegt. Bei sehr hohen Temperaturen oder deutlich längeren Haltezeiten wird der Zustand des homogenen Austenits erreicht. In diesem liegt der gesamte Kohlenstoff gleichmäßig in der γ -Matrix verteilt vor [4,7].

3.1.4. Einfluss von Legierungselementen auf die Perlitbildung

Einen wesentlichen Einfluss auf die Geschwindigkeit der Perlitbildung für isotherme Temperaturführung hat die A_{C1} – Temperatur. Wird diese Gleichgewichtstemperatur legierungsbedingt gesenkt, so sinkt bei gleichbleibender Unterkühlung ΔT die Diffusionsgeschwindigkeit von C in der Fe-Matrix. Diffusionskontrollierte Prozesse wie die Perlitbildung aus unterkühltem γ werden somit zu längeren Zeiten verschoben. Die Wirkung von Legierungselementen auf die Gleichgewichtstemperatur kann in 2 schematische Gruppen eingeteilt werden. In Elemente, welche die A_{C1} – Temperatur verändern und die Temperatur der maximalen Umwandlungsgeschwindigkeit T_m konstant lassen (Ni, Mn, Co), und in Elemente, welche die A_{C1} – Temperatur konstant lassen und T_m verändern (Cr, Mo, W, Si). Abbildung 12 zeigt hierzu tendenzielle Verläufe von A_{C1} und T_m über den Legierungsgehalt in m-%: a) Ni, b) Mn, c) W und d) Mo. Dies ist jedoch nur eine schematische Darstellung der Zusammenhänge anhand bekannter ZTU – Schaubilder [7].

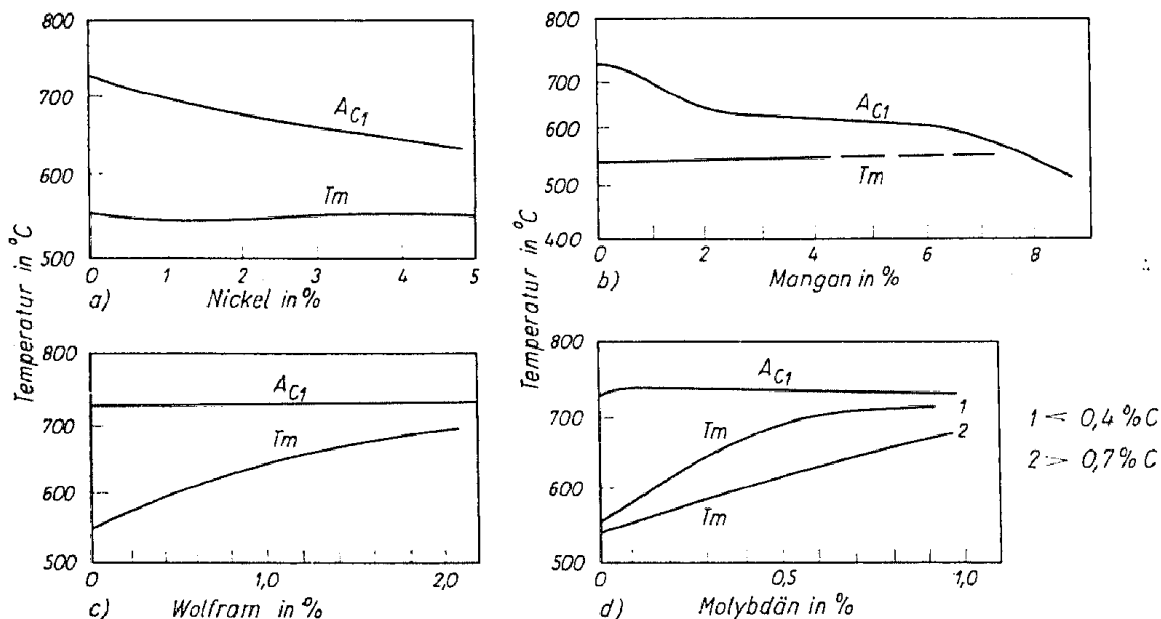


Abbildung 12: Einfluss von Legierungsanteilen auf A_{C1} und Schmelztemperatur T_m [7]

Im Allgemeinen wird die Perlitbildung durch einen höheren Legierungsgehalt verzögert. Wie bereits erwähnt spielt hierbei auch die Austenitisierung eine entscheidende Rolle. Durch deren Temperatur und Haltedauer kann nicht nur die Grenzflächenkonzentration gesteuert werden, sondern auch der Legierungsgehalt der Matrix über die Auflösung von Karbiden. Diese Einflussfaktoren werden zusammenfassend in Abbildung 13 dargestellt.

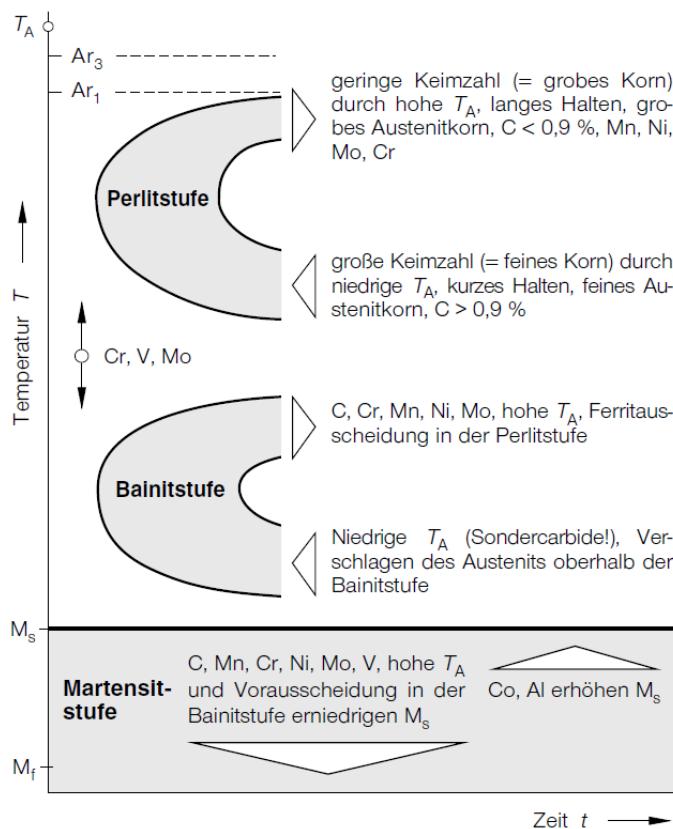


Abbildung 13: Einfluss verschiedener Legierungselemente auf die Lage der Umwandlungsbereiche [8]

Die Auswirkung eines variierenden Kohlenstoffgehaltes auf die Abkühlungsdauer bzw. die dabei entstehenden Gefügebestandteile des Einsatzstahles 14CrNi14 ist Abbildung 14 zu entnehmen. Es fällt auf, dass bei diesem konkreten Beispiel die Bildung von Ferrit und Bainit bei kontinuierlicher Abkühlung mit steigenden C-Gehalten bis zu ca. 0,8 m-% verzögert und die Bildung von Perlit mit steigenden C-Gehalten bis zu einem Kohlenstoffanteil von ca. 0,5 m-% beschleunigt wird. Trotz der austenitstabilisierenden Wirkung des Kohlenstoffs fördert dieser, bis zu einem gewissen Legierungsanteil, die Bildung von Perlit.

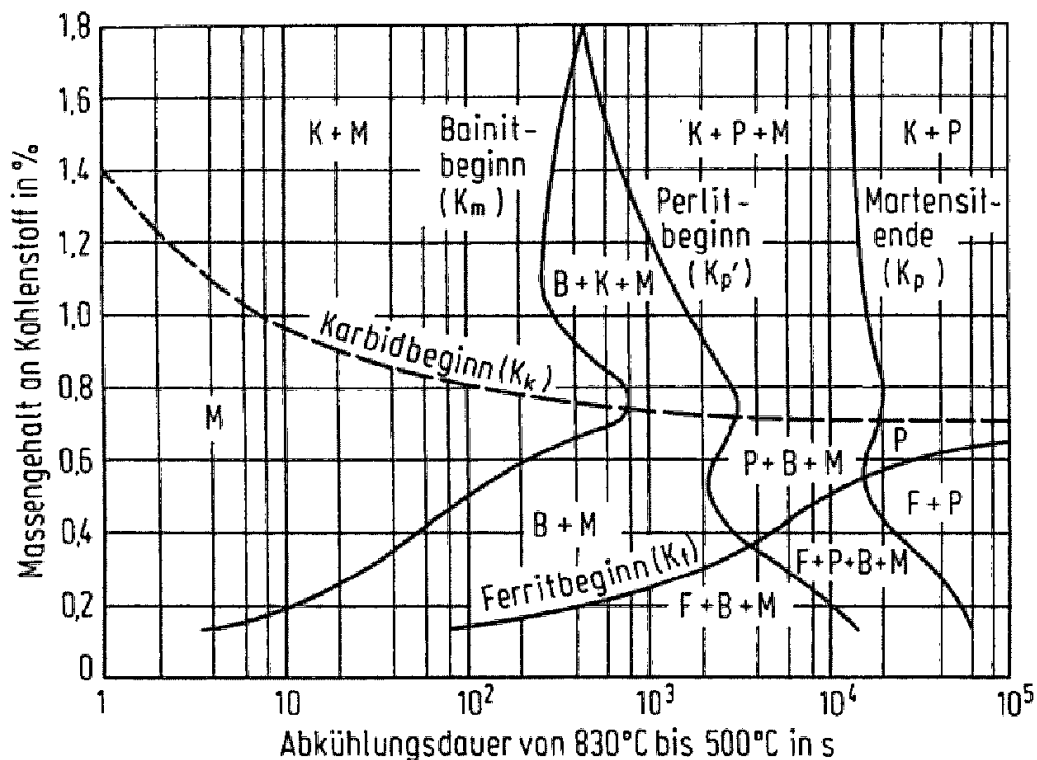


Abbildung 14: Einfluss von C-Gehalt und Abkühlungsdauer auf die entstehenden Gefüge in einer 14CrNi14 Matrix [4]

Die oben dargestellten Zusammenhänge können als generelle Trends für die Perlitbildung angesehen werden, wobei festgehalten ist, dass dadurch keinerlei quantitative Aussagen über die Einflüsse auf die Perlitbildung bei Kombination verschiedener Legierungselemente getroffen werden kann. Um das tatsächliche Umwandlungsverhalten eines Werkstoffes feststellen zu können ist die Erstellung eines Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubildes für den jeweiligen Werkstoff unerlässlich.

Aktuelle Veröffentlichungen zu den Themen: „Entartete Perlitbildung“ oder „Einfluss von Legierungselementen auf die entartete Perlitbildung“ sind wegen ihrer geringen Anzahl schwer recherchierbar und konnten, aus diesem Grund, nicht in die Arbeit aufgenommen werden.

3.2. Seigerungen

Seigerungen bezeichnen herstellungsbedingte Schwankungen der Legierungskonzentration innerhalb eines Bauteils. Sie wirken sich sowohl auf die mechanischen Eigenschaften als auch auf das Umwandlungsverhalten der betroffenen Bereiche aus. Bedingt durch den Erstarrungsprozess sind alle Arten von schmelzmetallurgisch hergestellten Stählen stärker oder schwächer geseigert. Dies hängt von dem genauen Herstellungszyklus und den eingesetzten Legierungselementen ab. Eine Reduzierung der geseigerten Bereiche kann lediglich durch Diffusionsglühungen bei hohen Temperaturen und langen Haltedauern erzielt werden. Für die wirtschaftliche Umsetzung sind diese Bedingungen jedoch weitestgehend uninteressant.

3.2.1. Einteilung und Entstehung von Seigerungen

Seigerungsbedingte Unterschiede in der Legierungszusammensetzung können zu erheblichen Abweichungen in den mechanischen und thermodynamischen Eigenschaften des Stahles führen. Diese Legierungsschwankungen können grob in Makro- und Mikro-seigerungen unterteilt werden. Makroseigerungen bezeichnen beispielsweise einen Konzentrationsunterschied an Legierungselementen zwischen dem Bauteilrand und seinem Kern. Während Mikro-seigerungen Legierungsunterschiede im kleineren Maßstab bezeichnen, die über die dendritische Erstarrung verursacht werden [9]. Letztere können prinzipiell durch eine Wärmebehandlung eliminiert werden. Dies ist jedoch je nach beteiligten Legierungselementen mit hohen Temperaturen bzw. langen Haltedauern verbunden. Das führt dazu, dass Homogenisierungsglühungen oftmals als nicht wirtschaftlich angesehen werden. Makroseigerungen lassen sich durch den deutlich größeren Diffusionsweg nicht durch eine Wärmebehandlung ausgleichen. Abbildung 15 zeigt im Bereich (a) die Erstarrungsstruktur (links) und C-Verteilung (rechts) eines 65 t Blocks mit einem C-Gehalt laut Schmelzanalyse von 0,22 m-%. Teil (b) zeigt einen Schwefelabdruck des selben Blockes nach Baumann. Die Makroseigerungsstruktur lässt sich hier anhand der Helligkeitsunterschiede durch die Schwefelverteilung gut erkennen.

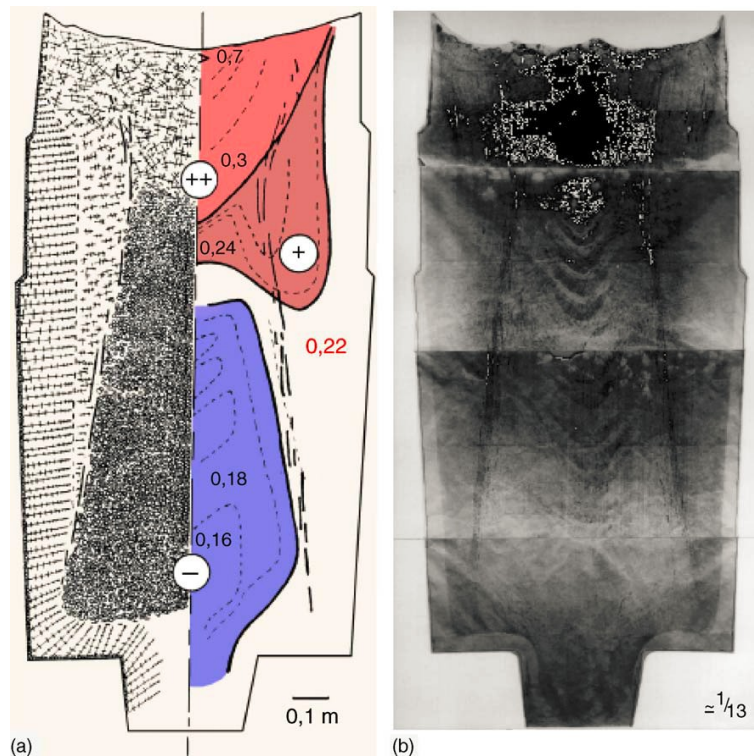


Abbildung 15: (a) Erstarungsstruktur und C-Verteilung (b) Schwefelabdruck nach Baumann [10]

Im Zuge der Abkühlung einer Schmelze kommt es unter Realbedingungen während des Erstarrungsvorganges zur Bildung von Seigerungen. Unter Realbedingungen ist eine Abkühlgeschwindigkeit zu verstehen, welche industriell und wirtschaftlich vertretbar ist. Durch diese, im Vergleich zum thermodynamischen Gleichgewicht, erhöhte Abkühlgeschwindigkeit kommt es zur Verschiebung der Soliduslinie zu tieferen Temperaturen. Dies wird auch als Solidusverschleppung bezeichnet [2]. Eine weitere Konsequenz der schnelleren Abkühlung ist, dass sich die Konzentrationsunterschiede der laufenden Mischkristallausscheidung nicht schnell genug ausgleichen können, da hierfür die Diffusionsgeschwindigkeit nicht ausreicht. Es entsteht somit ein Konzentrationsgradient zwischen dem ersten Mischkristall, welcher deutlich reicher an Reinstoff A ist, und dem letzten Mischkristall der ausgeschieden wird. In der unteren Abbildung 16 wird dies an einem schematischen Phasendiagramm eines Zweistoffsystems veranschaulicht. Das Ergebnis ist ein inhomogener Mischkristall, der auch Zonenmischkristall genannt wird. Dies wird in Abbildung 17 illustriert. α_1 bis α_4 sollen hier die unterschiedlichen Zusammensetzungen des Mischkristalls symbolisieren.

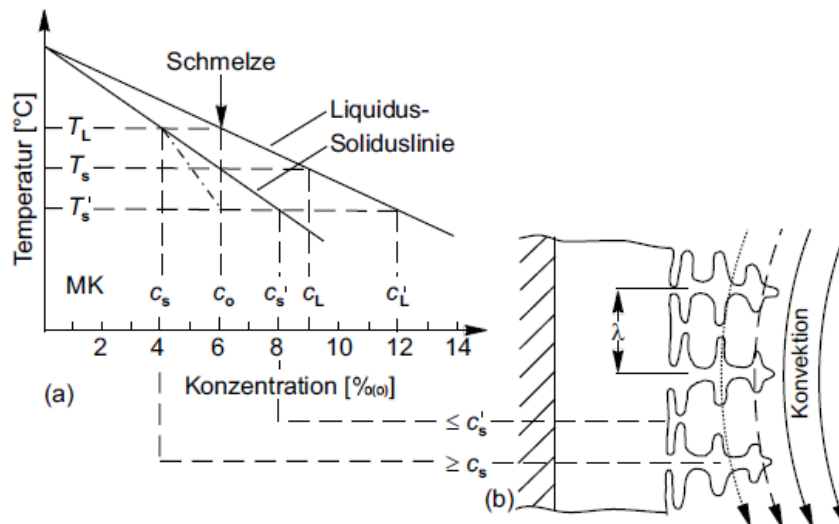


Abbildung 16: Entstehung von erstarrungsbedingten Konzentrationsunterschieden [9]

Bei einer Schmelze mit der Zusammensetzung c_0 besitzt der erste ausgeschiedene Mischkristall bei einer Temperatur T_L die Zusammensetzung c_s . Eine gesteigerte Abkühlgeschwindigkeit bewirkt eine Verschiebung der Soliduslinie, wie dies durch die strichpunktierte Linie angedeutet ist. Der Bereich, in welchem die Mischkristallausscheidung stattfindet, wird somit von T_L bis T'_s ausgeweitet. Es kann so ein Seigerungsgrad S definiert werden:

$$S = \frac{c_{max}}{c_{min}} \quad (1)$$

$$1 < S < \frac{c_{s'}}{c_s} \quad (2)$$

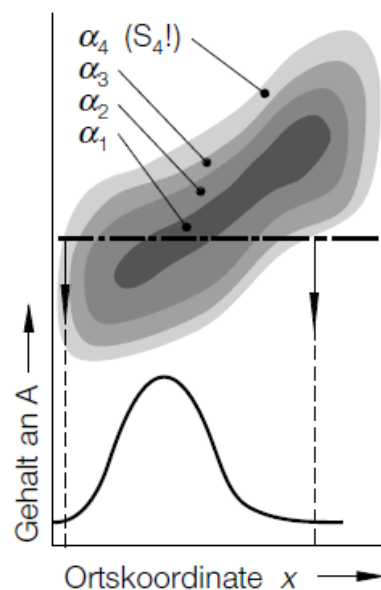


Abbildung 17: Konzentrationsunterschied eines Zonenmischkristalls [8]

Die im interdendritischen Bereich vorherrschende Konzentration, wie sie in Teil b) der Abbildung 16 gezeigt wird, besitzt im Regelfall nicht die theoretisch mögliche Konzentration von c_S . Sie unterliegt durch Konvektion einem permanenten Austausch mit dem flüssigen Restmaterial. Wesentlichen Einfluss auf diesen Effekt hat der Dendritenabstand λ . Die Konzentration der Restschmelze steigt daher mit fortschreitendem Dendritenwachstum an, sodass sich vor allem im Kern des Bauteils eine Makroseigerung ausbilden kann. [9]

Ergänzend zu Abbildung 16 und 17 sei an dieser Stelle auf die Veränderung von der dendritischen Erstarrungsstruktur auf die körnige Mikrostruktur des Gefüges kurz nach dem Gussvorgang hingewiesen. Dabei kann das erste aus der Schmelze entstehende Primärgefüge sowohl δ -Ferrit (bis ca. 0,55 m-% C) als auch γ sein. Diffusionsvorgänge können im δ -Ferrit rascher ablaufen wodurch sich der Legierungsgradient von δ -Dendriten zwischen äußeren und inneren Bereichen schneller ausgleichen kann als dies bei γ -Dendriten der Fall ist. Es zeigen somit Stähle, welche links vom peritektischen Punkt erstarren tendenziell geringere Mikro-seigerungen, da hier das Zweiphasengebiet Schmelze + γ nicht thermodynamisch stabil ist und somit keine γ -Dendriten entstehen [11].

Das dendritische Wachstum läuft solange ab bis die einzelnen Dendritenarme zusammenstoßen und eine Umwandlung der Schmelze in den festen Zustand erfolgt ist. Die Begrenzungslinien zwischen den zusammenstoßenden Dendritenarmen verlaufen während der Erstarrung nicht gerade. Sobald eine solche Grenzfläche gebildet wird besteht jedoch das Bestreben der Grenzflächenminimierung. Gekrümmte Korngrenzen nehmen somit einen geraden Verlauf an und kleinere Körner werden zu Gunsten von größeren eliminiert, bis sich ein Gefüge einstellt, dessen körnige Struktur auch an einem geätzten Schliff unter dem Lichtmikroskop beobachtet wird. Einen weiteren Einfluss auf das entstandene Gefüge hat eine etwaige δ - γ -Umwandlung. Diese Umwandlung zerstört die ursprünglichen Korngrenzen der δ -Phase durch die allotrope Umwandlung zu γ . Das letztlich entstandene Korn kann somit auch Grenzen aufweisen, welche mit den ehemaligen Dendritengrenzen nicht mehr identisch sein müssen [7].

3.2.2. Entstehung von Bänderstrukturen

Der Begriff Bänderstruktur bezeichnet eine zeilige Anordnung verschiedener Gefügebestandteile mit unterschiedlichem C-Gehalt, die nebeneinander vorliegen und sich parallel zur Richtung der größten Umformung orientiert haben.

Grundvoraussetzung für eine derartige Gefügeanordnung ist eine vorhergehende seigerungsbedingte Verteilung von Legierungselementen. Diese Elemente werden durch den Umformprozess in Richtung der größten Verformung angeordnet [12]. Die Auswirkungen dieser Legierungsverteilung sollen nun anhand des Beispiels von Silizium erläutert werden. Silizium ist ein Ferrit-Stabilisator und erhöht somit die A_{c3} -Temperatur. Das ist jene Temperatur, die den Austenit-Ferrit-Phasenbereich vom Austenit-Phasenbereich trennt. Abbildung 18 zeigt die Auswirkungen einer Si-Seigerung auf das Umwandlungsverhalten eines untereutektoiden, überwiegend mit Si legierten Stahls. Durch die örtlich höhere Konzentration der interdendritischen Bereiche an Si wandeln diese früher in Ferrit um. Der Kohlenstoff wird aus diesen Bereichen aufgrund der geringen Löslichkeit in Ferrit verdrängt und reichert sich in den Si ärmeren Regionen an. Es bildet sich eine Bänderstruktur aus Ferrit und Perlit aus, wodurch Rückschlüsse auf die Lage der Seigerungszone getroffen werden können.

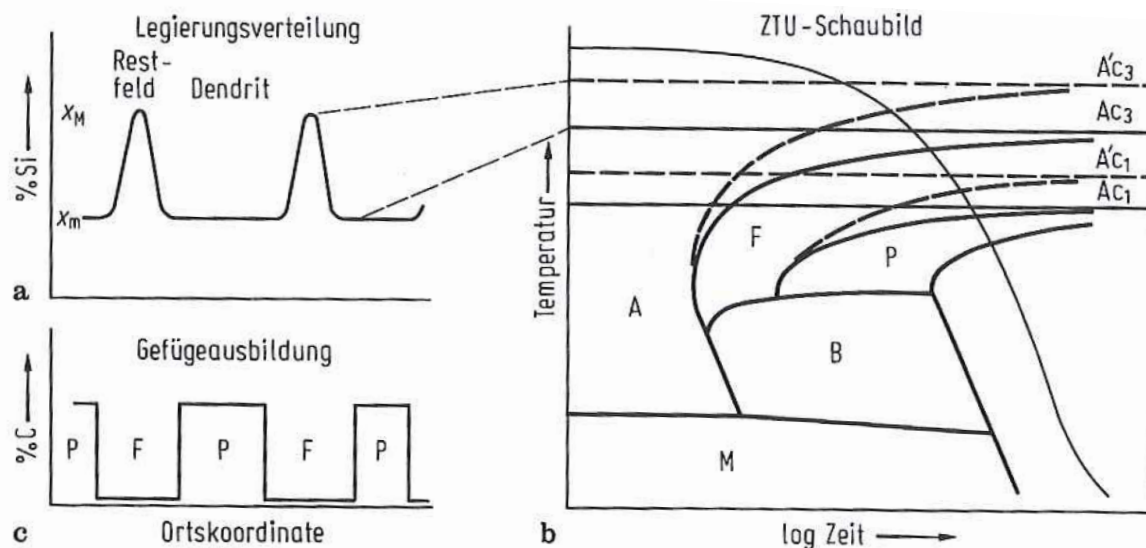


Abbildung 18: Auswirkungen von Si Seigerungen auf die A_{c1} - und A_{c3} -Temperatur [4]

Der hier beschriebene Vorgang lässt sich prinzipiell auch auf andere Elemente, die eine Veränderung der A_{c3} -Temperatur bewirken, analog anwenden [13]. Dies erklärt die Ausbildung einer Bänderstruktur bei Abkühlung aus dem Austenitbereich, nicht aber bei isothermem Halten dicht unter der A_{c1} -Temperatur, wie dies auch häufig beobachtet wird. Aus diesem Grund ist die Erläuterung einer weiteren in Seigerungszone unterschiedlichen Größe notwendig.

Neben der Beeinflussung der A_{c3} -Temperatur wirken sich Seigerungen außerdem noch auf die Aktivität des Kohlenstoffes in Eisen aus. Dabei wirken sich Schwankungen der Legierungskonzentration im Austenit geringer auf die Kohlenstoffaktivität aus als im Ferrit.

Dies wird durch die Tatsache einer Homogenisierung des Kohlenstoffs in geseigerten Stählen nach einer vollständigen Austenitisierung auch verdeutlicht. Wird die Temperatur des Werkstoffes erhöht, zum Beispiel während einer Anlassbehandlung, bekommt Kohlenstoff die Möglichkeit zur Umverteilung, während die Temperatur für eine Homogenisierung der übrigen Legierungselemente noch zu gering ist. Dabei wird sich der Kohlenstoff immer so umverteilen, dass sich ein minimaler Aktivitätsunterschied über die gesamte Probe einstellt. Dies bedeutet allerdings nicht zwingend eine Homogenisierung seiner Konzentration. Ein anderer Name hierfür ist auch „Bergaufdiffusion“.

In nachfolgender Abbildung 19 ist dieser Effekt erneut am Beispiel von Si dargestellt. Ausgangspunkt ist eine seigerungsbedingte, inhomogene Verteilung des Siliziums (a) und eine homogene Verteilung des Kohlenstoffs (b). Silizium erhöht die Aktivität des Kohlenstoffs in Eisen (c). Wird die Temperatur erhöht, homogenisiert sich die Kohlenstoffaktivität (d), was eine Änderung der Konzentration zur Folge hat (e). Allgemein ist zu ergänzen, dass Elemente mit einer höheren Affinität zu Kohlenstoff als Eisen die Kohlenstoffaktivität senken. Ein Beispiel hierfür ist Mangan.

Die Entstehung einer Bänderstruktur wird durch ein feines Korn, geringe Abkühlgeschwindigkeiten und große Dendritenabstände begünstigt.

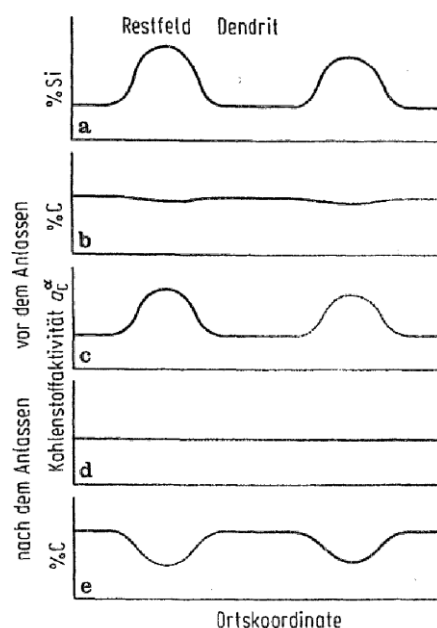


Abbildung 19: Ausgleich der Kohlenstoffaktivität einer Si Seigerung [4]

4. Verwendete Werkstoffe

Der in dieser Arbeit verwendete Werkstoff ist der Einsatzstahl 18CrNiMo7-6, dessen Zusammensetzung nach EN 10084 in m-% in Tabelle 1 zu sehen ist.

Tabelle 1: Zusammensetzung 18CrNiMo7-6 nach EN 10084 in m-%

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni
0,15 – 0,21	≤ 0,40	0,50 – 0,90	≤ 0,025	≤ 0,035	1,50 – 1,80	0,25 – 0,35	1,40 – 1,70

Die Halbzeuge, in denen Risse bei der Firma Buderus Edelstahl GmbH detektiert wurden, sind freiformgeschmiedete Rundlinge mit Durchmessern zwischen 400 und 500 [mm]. Abbildung 20 zeigt die Herstellroute dieser Stahlstäbe in der Buderus Edelstahl GmbH. Die Perlitisierungsglühung folgt im Anschluss an den abgebildeten Herstellweg.

Als besonders umwandlungsträge gilt der Kern dieser Schmiedestücke, weil er, bedingt durch die Größe, einem geringeren Umformgrad unterliegt. Seigerungsstrukturen werden somit weniger verzerrt als dies am Rand des Bauteiles der Fall ist. Dadurch besitzen sie einen größeren Abstand zueinander, welches die Einstellung eines homogenen Gefüges durch eine Wärmebehandlung erschwert. Abbildung 21 zeigt das ZTU-Schaubild dieses Bereichs.

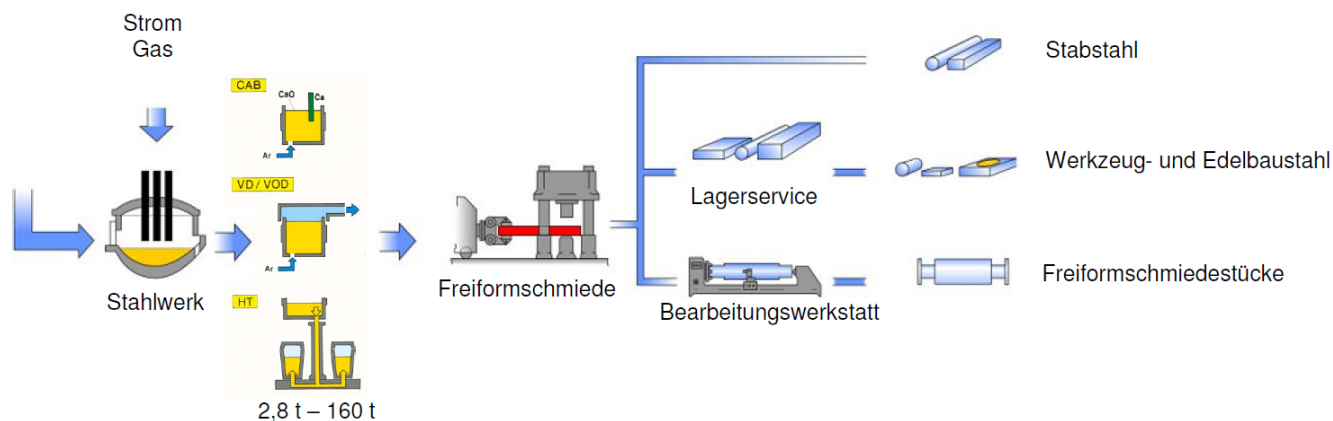


Abbildung 20: Herstellroute der Stahlrundlinge [14]

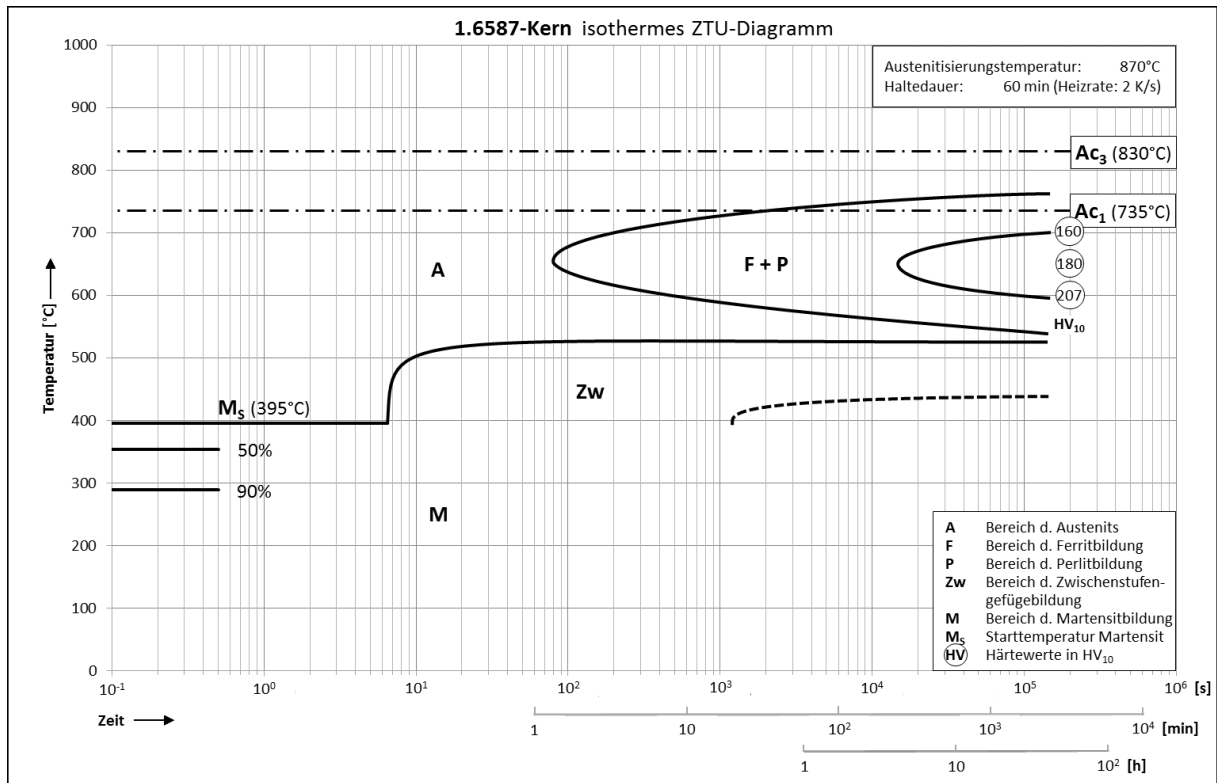


Abbildung 21: ZTU-Schaubild (18CrNiMo7-6) repräsentativ für den Kern eines Stahlstabs mit ca. 400 mm Durchmesser [5]

4.1. Ausgangslegierung

Die Ausgangslegierung ist jene Charge des 18CrNiMo7-6 Werkstoffes, welche im Zuge der Diplomarbeit hinsichtlich der Zusammensetzung der kritischen Seigerungszone charakterisiert wurde. Als kritische Seigerungszone gelten laut Schädigungshypothese (siehe Kapitel 2.2. Schädigungsmodell für zeitverzögerte Rissbildung) Bereiche, in denen Härtegefüge nach einer abgeschlossenen Perlitisierungsglühung im Zuge einer darauffolgenden Luftablage auftreten. Abbildung 22 zeigt eine solche Härtezone der Ausgangslegierung inmitten des ferritisch/perlitischen Grundgefüges. Die Zusammensetzung der Ausgangslegierung laut Schmelzanalyse ist in Tabelle 2 in m-% eingetragen.

Tabelle 2: Zusammensetzung Basislegierung in m-%

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni
0,15	0,28	0,54	0,005	0,001	1,67	0,35	1,58



Abbildung 22: Lichtmikroskopische Aufnahme der Messposition der ESMA

4.2. Versuchslegierungen

Die Versuchslegierungen besitzen die Zusammensetzung von kritischen Bereichen der Ausgangslegierung. Diese Bereiche wurden mittels Elektronenstrahl-Mikroanalyse (ESMA) im Werkstofflabor der Voestalpine Stahl Donawitz GmbH im Auftrag von Buderus Edelstahl GmbH charakterisiert.

Bei der ESMA handelt es sich um eine Analysemethode zur Werkstoffcharakterisierung. Hierbei wird ein Elektronenstrahl gebündelt auf die Probenoberfläche geführt und die dadurch entstehende Röntgenstrahlung mittels mehrerer Detektoren auf die Energie (EDX) oder Wellenlänge (WDX) untersucht. Das Spektrum der emittierten Röntgenstrahlung ist charakteristisch für das betrachtete Element.

Ein großer Vorteil dieser Methode ist das hohe laterale Auflösungsvermögen von ca. 1 µm. Die für diese Arbeit verwendete Mikrosonde ist eine Jeol JXA-8230, welche mit 5 WDX-Spektrometern ausgestattet ist (Abbildung 23).



Abbildung 23: ESMA - Jeol JXA 8230 der Voestalpine Stahl Donawitz GmbH

4.2.1. Chemische Zusammensetzung der kritischen Seigerungszonen

Zur Bestimmung der Zusammensetzung der kritischen Seigerungszonen wurde ein Bereich eines Stahlstabes aus der Ausgangslegierung ausgewählt der nach abgeschlossener Perlitisierungsglühung Härtegefüge beinhaltet. Diese Zone wurde aus dem Grundwerkstoff herausgetrennt und metallographisch aufbereitet (Abbildung 22). Es liegt jedoch die Vermutung nahe, dass sich die Legierungszusammensetzung der Seigerungszone, bedingt durch die lange Haltedauer und erhöhte Temperatur am Beginn und am Ende der isothermen Perlitisierung unterscheiden. Um dies zu überprüfen wurden für die ESMA-Messung 2 Materialzustände (A und B) festgelegt (Abbildung 24).

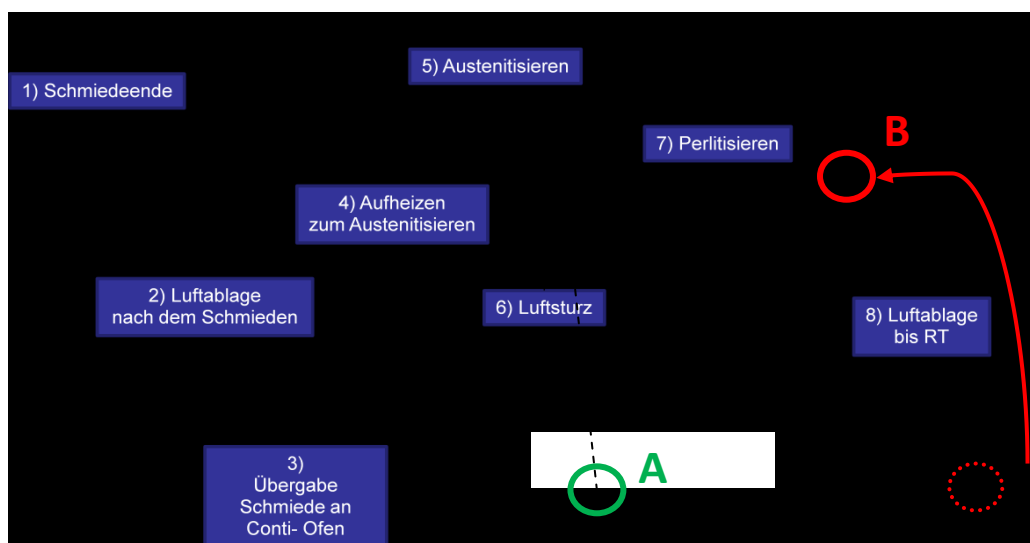


Abbildung 24: Materialzustände für ESMA

Zustand B stellt die kritische Seigerungszone dar, wie diese nach beendeter Perlitisierungsglühung bei Raumtemperatur vorliegt (rot strichlierter Bereich). Im Zuge der Arbeit wird Zustand B allerdings als repräsentativ für das Ende der isothermen Perlitisierung angesehen (rote durchgezogene Linie). Eine Phasenumwandlung während der Abkühlung wird vernachlässigt. Um Zustand A nachzubilden wurde die Probe neuerlich bei 870°C für 1 h austenitisiert und anschließend schnellstmöglich abgekühlt, um die Verteilung der Legierungselemente einzufrieren (grüner Bereich). So kann Zustand A zur Beschreibung der Legierungselementverteilung am Ende der Austenitisierung bzw. am Beginn der Perlitisierung herangezogen werden. Der Diffusionsvorgang während der raschen Abkühlung wurde vernachlässigt. Vor einer weiteren ESMA-Messung wurde die Probe neuerlich aufpoliert um geringe Oxidationserscheinungen zu beseitigen.

Der Soll- bzw. Ist-Temperaturverlauf der Wärmebehandlung wird in Abbildung 25 gezeigt. Die grüne Linie entspricht hierbei der Kerntemperatur der Probe (Abmessungen: 30x30x40 mm), welche mittels Thermoelement in einer Referenzprobe mit ähnlichen Abmessungen gemessen wurde. Die pinke und blaue Line stellen Soll- und Ist-Temperatur des Ofens dar. Die Wärmebehandlung erfolgte unter Feinvakuum.

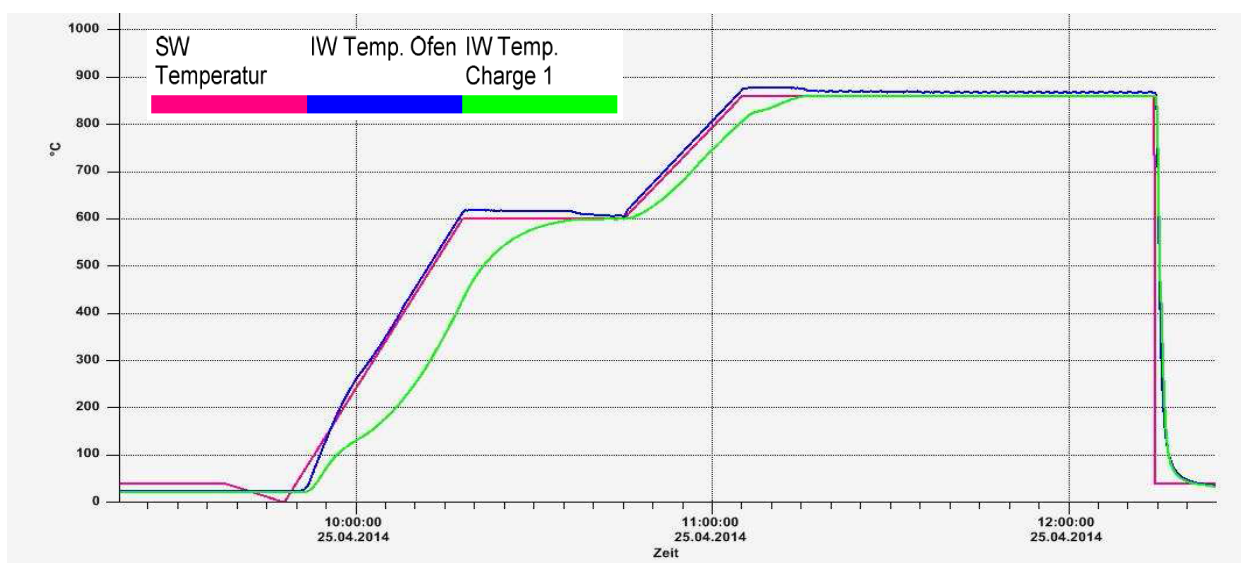


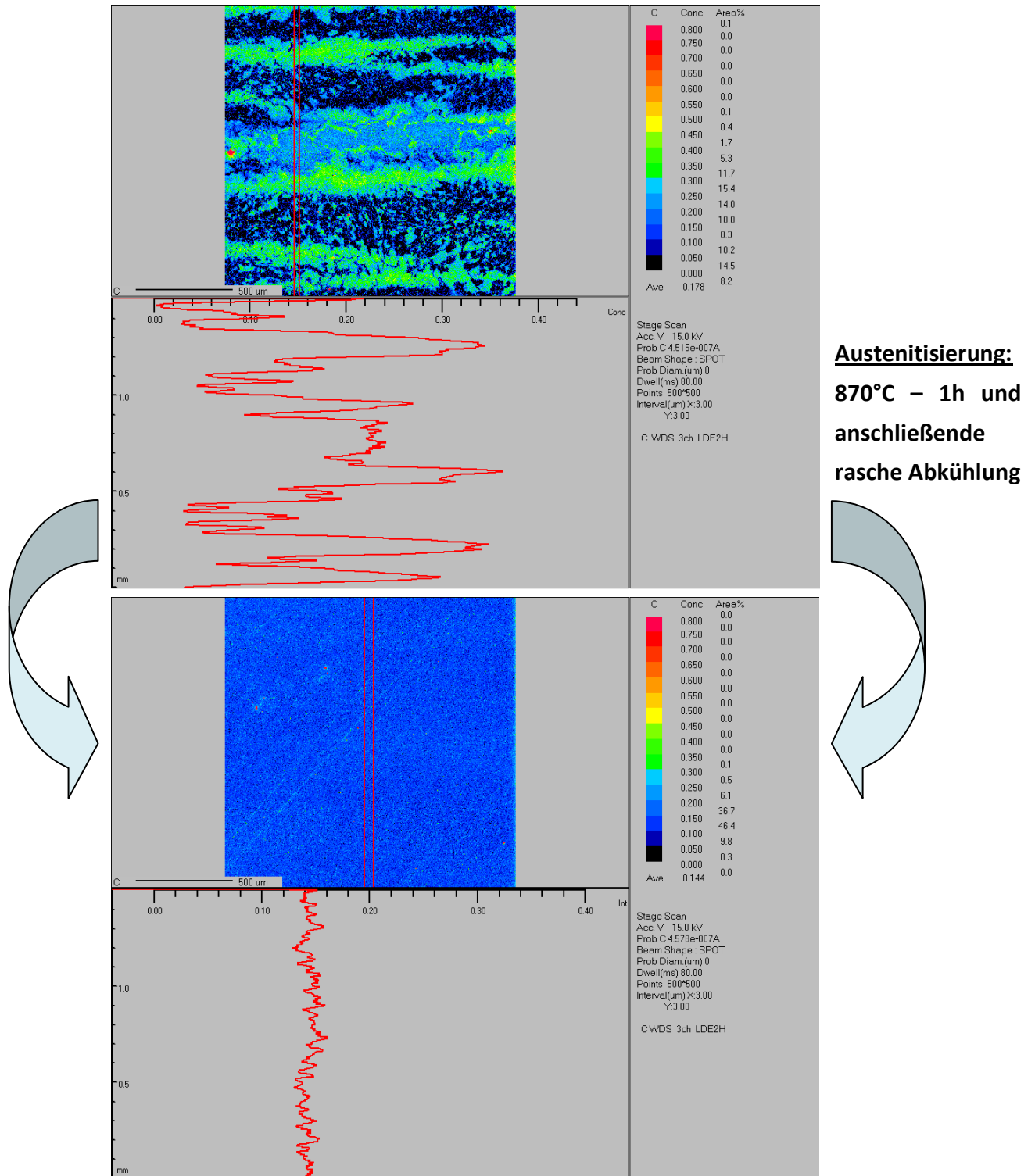
Abbildung 25: Temperatur - Zeit - Verlauf der Austenitisierung

Die durch die ESMA erhaltenen Zusammensetzungen der kritischen Seigerungszone in den unterschiedlichen Materialzuständen sind in Tabelle 3 in m-% eingetragen.

Tabelle 3: Ergebnisse der ESMA in m-%

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni
BL	0,15	0,28	0,54	0,005	0,001	1,67	0,35	1,58
A	0,15	0,42	0,75	≈0,014	≈0,026	2,00	0,70	2,40
B	0,23	0,42	0,75	≈0,016	≈0,026	2,00	0,70	2,40

Jene Werte, die unter „BL“ angeführt sind stellen die Elementgehalte dar, die aus der Schmelzanalyse der Ausgangslegierung erhoben wurden. „A“ und „B“ geben die mittleren Elementgehalte innerhalb der kritischen Seigerungszone der Materialzustände A und B an, welcher durch die ESMA ermittelt wurde. Die Abbildungen 26 und 27 zeigen das Ergebnis der ESMA-Messung der beiden Materialzustände A und B für Kohlenstoff und Chrom.



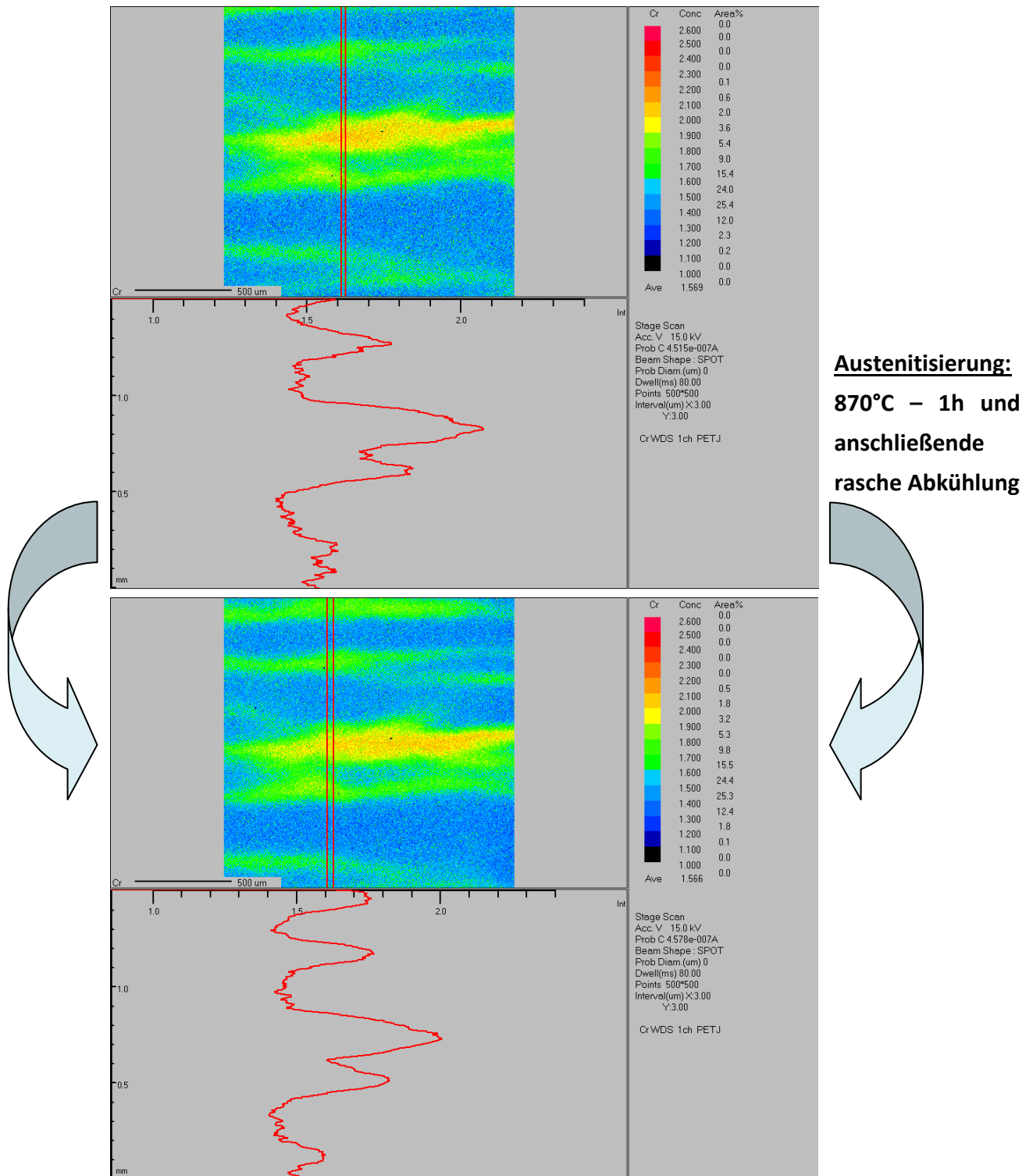


Abbildung 27: Chromverteilung innerhalb kritischer Seigerung laut ESMA des Materialzustandes B (oben) und A (unten)

Ähnlich der Elementverteilung von Chrom zeigen auch Si, Mn, Mo und Ni keine Homogenisierung. Es ist lediglich eine leichte Abflachung des Konzentrationsverlaufs innerhalb der Seigerungszone erkennbar. Für P und S konnte keine exakte quantitative Bestimmung durchgeführt werden, da die Elementgehalte nahe der Nachweisgrenze lagen.

Die Ergebnisse der ESMA zeigen eine um ein Vielfaches höhere Diffusibilität des Kohlenstoffs in der γ -Matrix im Vergleich zu allen anderen betrachteten Elementen. Dies soll durch eine rechnerische Abschätzung überprüft bzw. erklärt werden.

Die rechnerische Abschätzung der Verteilung der Legierungselemente nach der Austenitisierung soll eine Ermittlung des Einstein'schen Diffusionsweges \bar{x} zum Ziel haben. Dieser gibt an nach welcher Distanz die Konzentration des betrachteten Elementes bei bestimmter Temperatur und Haltedauer auf den e-ten Teil (ca. 36,8%) abgesunken ist. Somit kann eine Einschätzung über die Diffusionsreichweite bei einer bestimmten Temperatur und Haltezeit getroffen werden. \bar{x} errechnet sich nach Gleichung (3):

$$\bar{x} = 2 * \sqrt{Dt} \quad (3)$$

Wobei D der Diffusionskoeffizient eines bestimmten Legierungselementes in einer γ -Fe Matrix in cm^2/s und t die Haltedauer in s darstellt. Zur Bestimmung von D wurde das Programm MatCalc verwendet. Grundlage der Berechnung war die am MCL aufliegende Diffusionsdatenbank [20, 21, 22].

Anhand der zugrundeliegenden Diffusionsdaten werden die Diffusionskoeffizienten der einzelnen Legierungselemente in γ -Eisen bei einer Austenitisierungstemperatur von 870 °C ermittelt. Grundlage für die Berechnung von \bar{x} ist eine Haltedauer von 1 h. Die Ergebnisse sind in Tabelle 4 angeführt.

Tabelle 4: Rechnerische Abschätzung des Einstein'schen Diffusionsweges

Element	D [cm^2/s]	\bar{x} [μm]
C	$3,92 \times 10^{-8}$	237,70
Cr	$1,08 \times 10^{-13}$	0,39
Mn	$9,19 \times 10^{-14}$	0,36
Mo	$1,34 \times 10^{-13}$	0,44
Ni	$1,97 \times 10^{-14}$	0,17
Si	$4,67 \times 10^{-13}$	0,82

Demnach besitzt Kohlenstoff einen über mehrere Größenordnungen höheren Diffusionskoeffizienten in γ -Eisen als die übrigen Legierungselemente. Dies schlägt sich auch im daraus resultierenden Einstein'schen Diffusionsweg nieder.

Bei einem mittleren Abstand der Seigerungszeilen von etwa 200 μm , wie dies aus der oberen lichtmikroskopischen Abbildung 22 ersichtlich ist, erscheint eine Homogenisierung des Kohlenstoffes plausibel.

Die Ergebnisse der ESMA-Messung zeigen, dass Kohlenstoff am Beginn der Perlitisierung im homogenisierten Zustand vorliegt und sich erst im Zuge der isothermen Haltedauer (von Materialzustand A zu B) in kritischen Seigerungszone anreichert, wie dies in Abbildung 28 angedeutet wird.

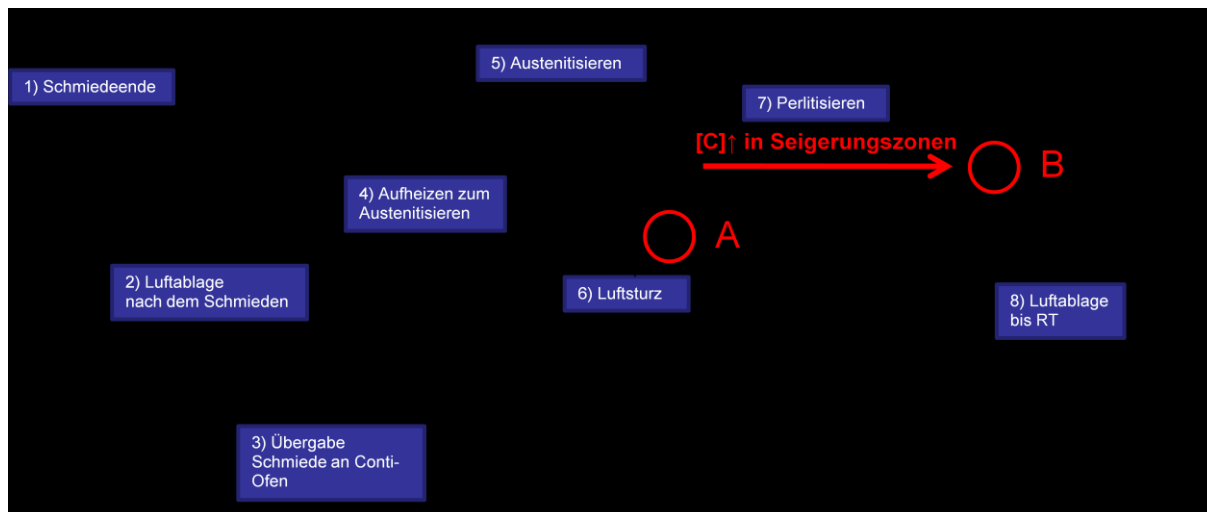


Abbildung 28: Temperatur - Zeit - Verlauf der Perlitisierung mit Anreicherung von C in Seigerungszone

Diese Anreicherung kann prinzipiell über 2 Ansätze erklärt werden. Einerseits ist es möglich, dass die Art und Menge der Legierungselemente innerhalb der Seigerungszone die Aktivität des Kohlenstoffes senken. Somit erfolgt ein Ausgleich der Aktivität durch Bergaufdiffusion (siehe Kapitel 3.2.2. Entstehung von Bänderstrukturen), welcher zur lokalen Erhöhung der Konzentration führt. Der zweite Erklärungsansatz ist durch die verzögernde Wirkung diverser Legierungselemente, wie z.B. Mn, Ni, Mo und Cr, auf die isotherme Bildung von Perlit aus Austenit zu erklären. Dabei bleiben höher legierte Bereiche länger austenitisch und reichern sich aufgrund der höheren Löslichkeit von C in γ - gegenüber α -Fe an [4, 10, 12, 13].

Diese Umverteilung von Kohlenstoff im Zuge der isothermen Perlitisierung wirkt sich auch auf das Phasenumwandlungsverhalten von Austenit in Ferrit und Karbid aus und soll im späteren Teil der Arbeit näher betrachtet werden.

4.2.2. Herstellung der Versuchslegierungen

Auf Basis der chem. Zusammensetzung wurden 2 Versuchslegierungen (VL-A und VL-B) hergestellt. VL-A repräsentiert dabei die Zusammensetzung kritischer Seigerungszone der Ausgangslegierung am Ende der Austenitisierung bzw. am Anfang der isothermen Perlitisierung (Materialzustand A). VL-B besitzt die Zusammensetzung der kritischen Seigerungszone der Ausgangslegierung bei fortgeschrittener isothermer Perlitisierung (Materialzustand B). Die Herstellung der Versuchslegierungen erfolgte durch die Firma Comtes FHT im Auftrag von Buderus Edelstahl GmbH. Zur Erschmelzung wurde ein

Vakuuminduktionsschmelzofen mit integriertem Spektrometer des Typs Bruker Q4 Tasman zur chemischen Analyse verwendet. Abbildung 29 zeigt einen exemplarischen Abguss an diesem Aggregat. Das Chargengewicht der beiden Versuchslegierungen betrug jeweils 30 kg. Die Formgebung wurde über eine Universalschmiedepresse mit einer max. Schließkraft von 25000 kN realisiert. Als Endform wurden Stahlstäbe mit einem Durchmesser von 30 mm und einer Länge von 1 m definiert.

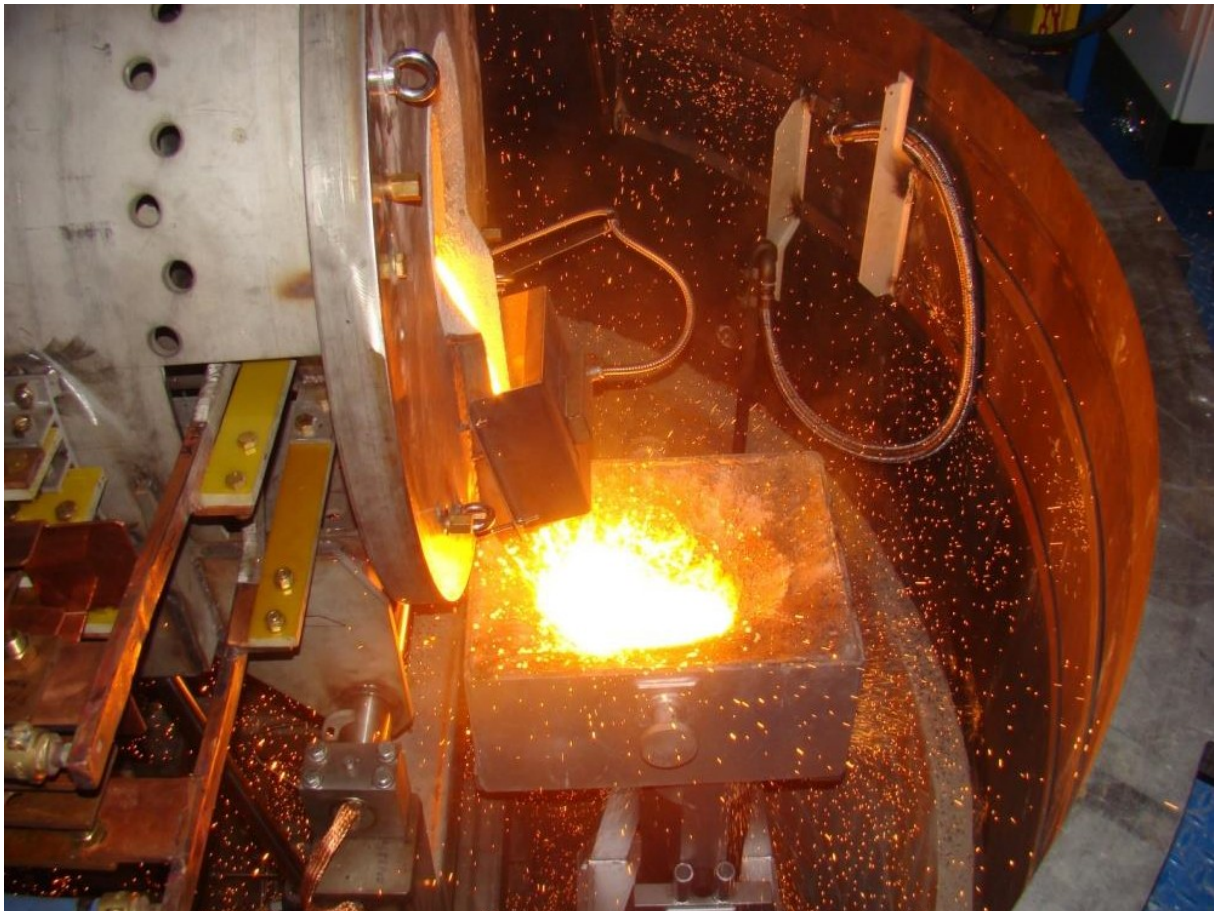


Abbildung 29: Vakuuminduktionsschmelzofen der Firma Comtes FHT

Die Stahlstäbe wurden anschließend am MCL normalisiert. Dies stellt sicher, dass beide Legierungszustände den gleichen Ausgangszustand im Hinblick auf deren Wärmebehandlung haben. Die Normalisierung erfolgte unter Hochvakuum, einer Haltemperatur von 870°C und einer Haltedauer von 1 h. Anschließend erfolgt eine schonende Abkühlung durch eine Ofenablage zur Vermeidung von Härtegefügen.

4.2.3. Chemische Zusammensetzungen der Versuchslegierungen

Tabelle 5 gibt die Soll- und Ist-Zusammensetzungen der Versuchslegierungen VL-A und VL-B in m-% wieder. Die Ist-Zusammensetzungen wurden im Zuge der Herstellung durch die Firma Comtes FHT mittels Schmelzanalyse gemessen. Unter „Abweichung“ wird der prozentuelle Unterschied der Massenanteile zwischen der Ist-Zusammensetzung der Versuchslegierung und Soll-Zusammensetzung angegeben.

Tabelle 5: Ist-Zusammensetzung der VL-A und VL-B im Vergleich zu den Soll-Zusammensetzungen in m-%

	C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni
VL-A	0,13	0,35	0,70	2,31	0,90	2,15
Soll-Zusammensetzung A	0,13	0,42	0,75	2,00	0,70	2,40
Abweichung in %	0	- 16,6	- 6,6	+ 15,5	+ 28,6	- 10,4
VL-B	0,23	0,49	0,87	2,09	0,78	2,41
Soll-Zusammensetzung B	0,23	0,42	0,75	2,00	0,70	2,40
Abweichung in %	0	+ 16,7	+ 16	+ 4,5	+ 11,4	+ 0,4

Bei der Herstellung von VL-A kam es fertigungsbedingt zu einer relativ hohen Abweichung im Legierungsgehalt des Karbidbildners Molybdän im Vergleich zur kritischen Seigerungszone (Sollzusammensetzung). Es ist davon auszugehen, dass die Seigerungszone mit Härtegefügen im Ausgangswerkstoff ebenfalls Schwankungen unterliegen. Diese wurden im Zuge der ESMA nicht näher betrachtet. VL-A kann daher für die Abschätzung des Phasenumwandlungsverhaltens von kritischen Seigerungszone des Materialzustandes A im Zuge der Diplomarbeit verwendet werden.

Der gefügemäßige Ausgangszustand der VL-A und VL-B nach der Normalisierung am MCL für die Dilatometrie wird in Abbildung 30 und 31 dargestellt. Es handelt sich hierbei um eine sehr feine Verteilung von Karbiden (graue Bereiche) mit einzelnen ferritischen Zonen (weiße Bereiche).

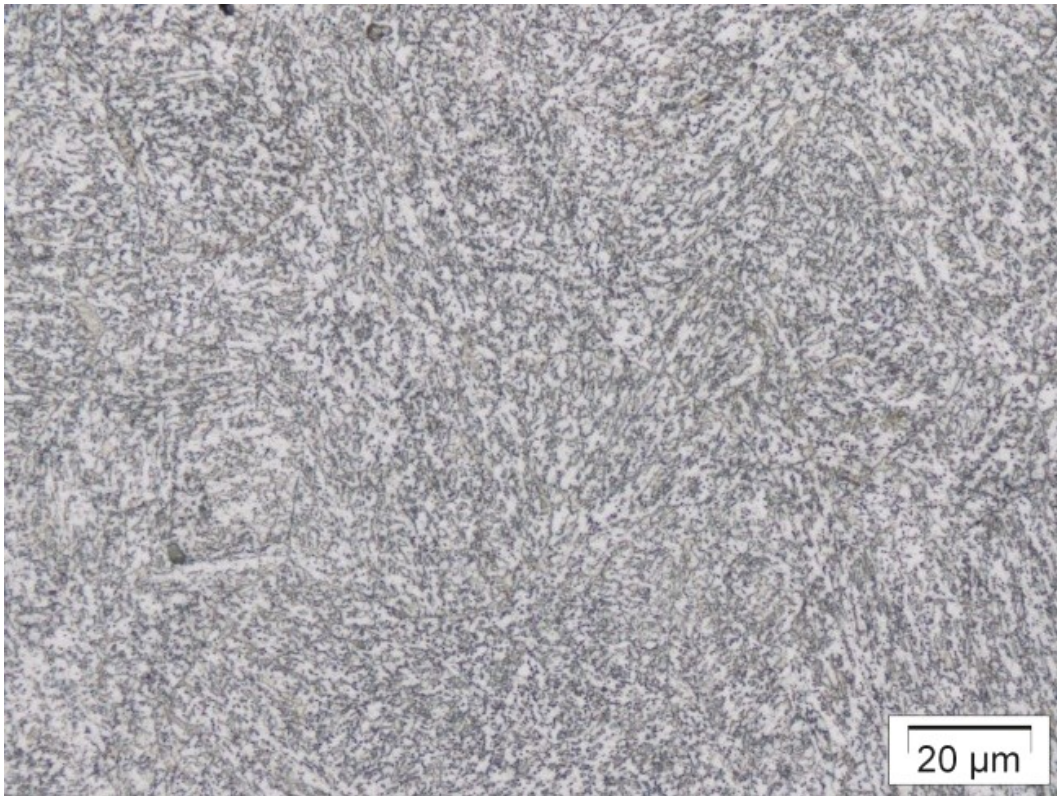


Abbildung 30: Gefüge von VL-A nach beendeter Normalisierung

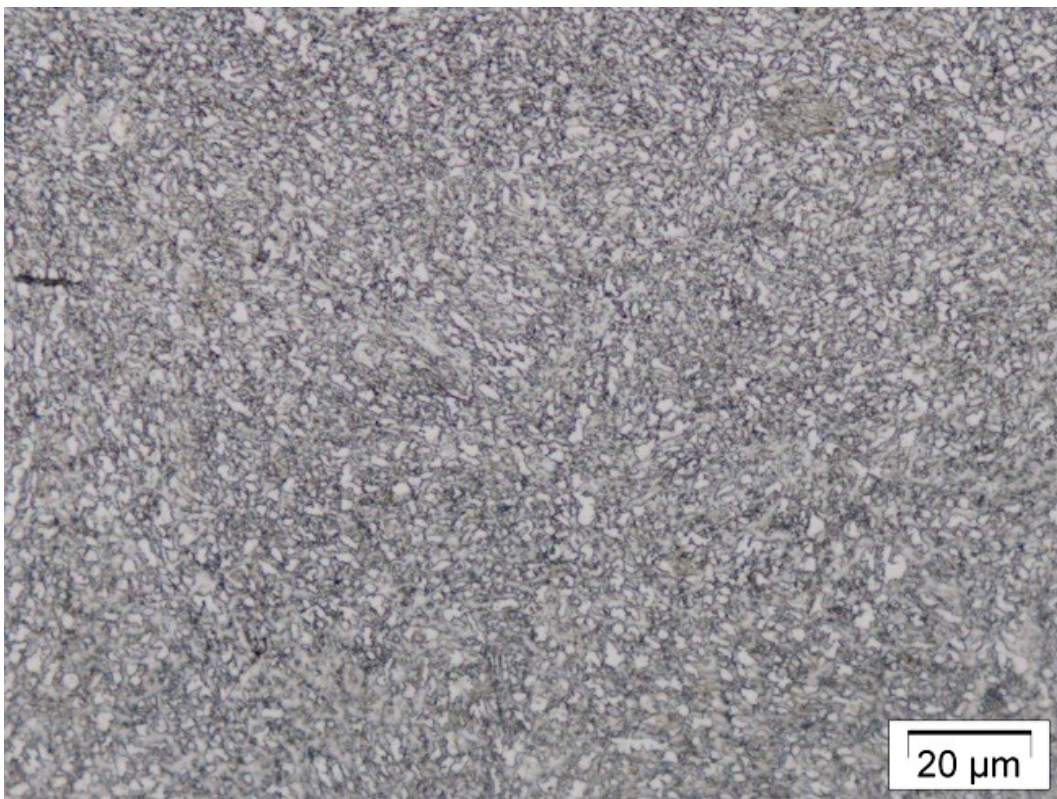


Abbildung 31: Gefüge von VL-B nach beendeter Normalisierung

5. Versuchsdurchführung

5.1. Experimentelles

Zur Beschreibung des Phasenumwandlungserhaltens der kritischen Seigerungszone innerhalb der Ausgangslegierung wurden Abschreckdilatometerversuche an den beiden Versuchslegierungen VL-A und VL-B durchgeführt.

Ausgehend von den Stahlstäben aus den Versuchslegierungen wurden zur dilatometrischen Untersuchung zylindrische Proben mit einem Durchmesser von 4 mm und einer Länge von 10 mm durch die Firma Taibinger & Co Sondermaschinenbau GmbH hergestellt.

Abbildung 32 zeigt den Messaufbau im Abschreckdilatometer der Firma TA Instruments vom Typ DIL 805L. Die Erwärmung der Probe erfolgt bei dieser Anlage induktiv, die Abkühlung per Hochdruck-Gasabkühlung mittels Stickstoff oder Helium. Die Überwachung der Temperatur wird über ein, durch Punktschweißen angebrachtes, Typ S Thermoelement vorgenommen.



Abbildung 32: Messaufbau im Dilatometer der Firma TA Instruments vom Typ DIL 805L

5.1.1. Bestimmung der Gleichgewichtstemperaturen (A_{C1} und A_{C3})

Die Versuche wurden mit einer Aufheizrate von 3 K/min durchgeführt. Bei 870°C wurde diese Temperatur für eine Stunde gehalten und anschließend mittels Helium abgekühlt. Zur Auswertung der A_{C1} - und A_{C3} -Temperatur wurde lediglich der Aufheizvorgang berücksichtigt. Abbildung 33 zeigt eine exemplarische Dilatometerkurve (Versuch von VL-B), welche die Auswertung der Übergangstemperaturen veranschaulichen soll. Die Messkurve (blaue Linie) repräsentiert die Längenänderung dL in Mikrometer der Probe. Die dünnen schwarzen Tangenten dienen zur Auswertung der Umwandlungstemperaturen. Bei einer Abweichung von 1 % der schwarzen Linie gegenüber der Messkurve werden die A_{C1} - und A_{C3} -Temperatur eingetragen. Diese Auswertungsmethode wird als Tangentenmethode bezeichnet.

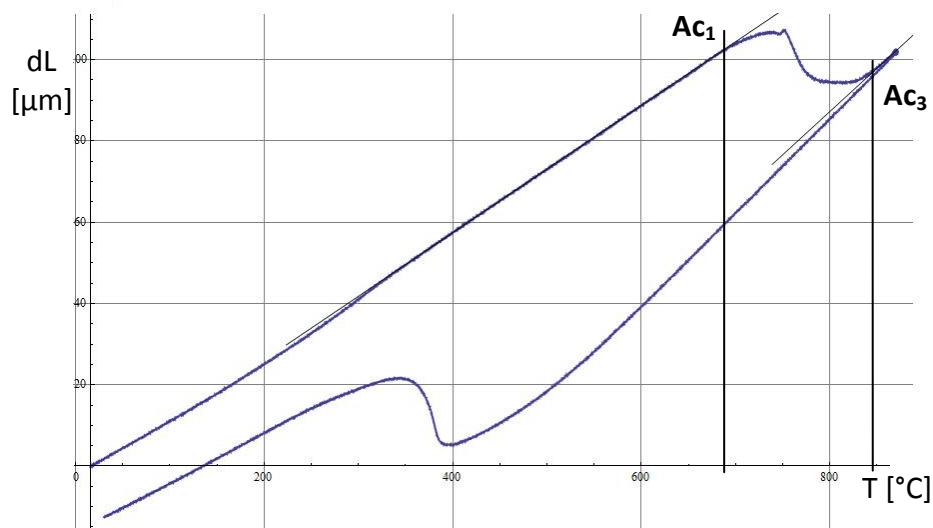


Abbildung 33: Längenänderung dL über Temperatur T der VL-B zur Bestimmung von A_{C1} und A_{C3}

5.1.2. Isotherme Dilatometerversuche

Die Temperaturführung der isothermen Dilatometerversuche setzte sich aus einem Austenitisierungs- und einem Perlitisierungsbereich zusammen. Der schematische Ablauf wird in Abbildung 34 dargestellt.

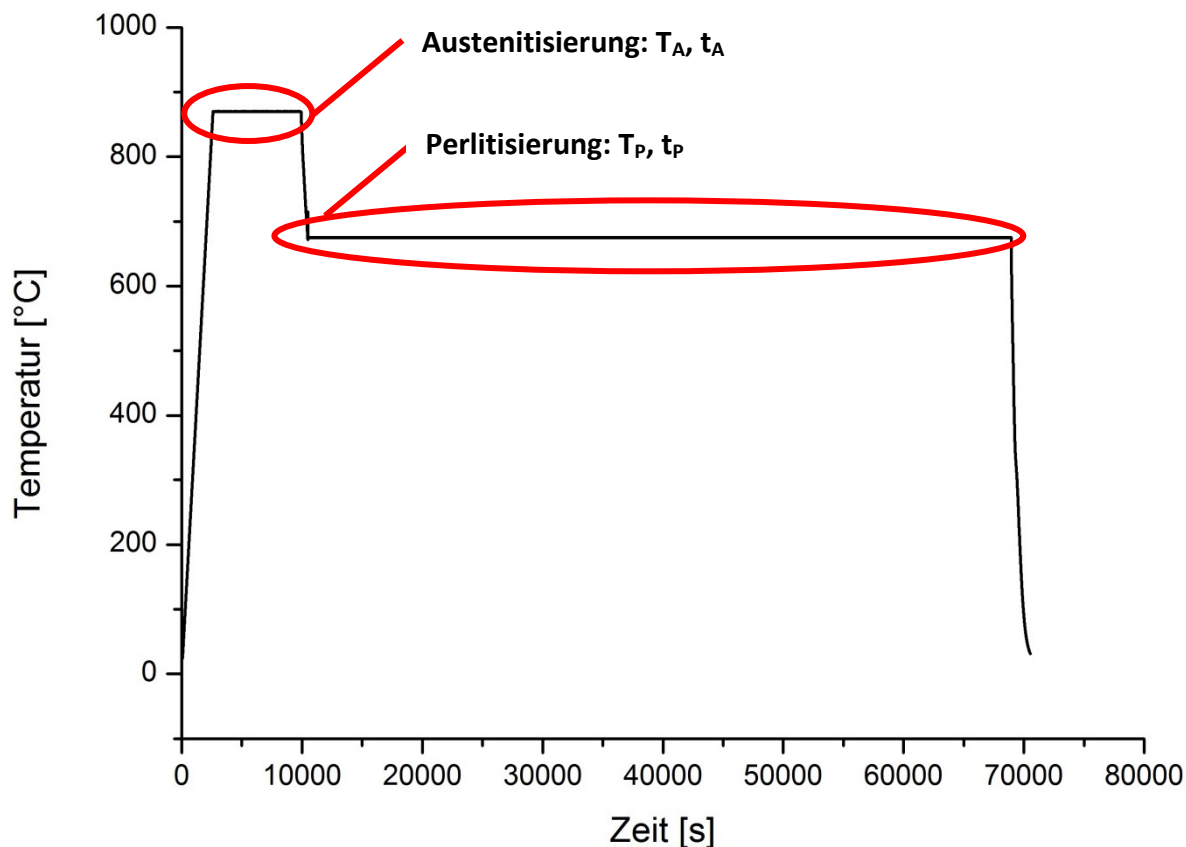


Abbildung 34: Schematischer T - t - Verlauf eines isothermen Dilatometerversuchs

Es wurden 2 unterschiedliche Versuchsvarianten durchgeführt:

- 1) Variation der Perlitisierungstemperatur und -zeit bei gleichbleibender Austenitisierungstemperatur. In diesem Fall wurde eine T_A von 870°C und eine Halte-dauer von 1 h verwendet.
- 2) Variation der Austenitisierungstemperaturen bei gleichbleibender Perlitisierungs-temperatur und Perlitisierungsdauer

Die Aufheizrate betrug 2 K/s. Die Abkühlung von der Austenitisierungstemperatur auf die gewünschte isotherme Haltetemperatur für die Perlitisierung erfolgte mit Helium. Die Perlitisierungstemperatur T_P wurde im Fall der Versuchsvariante 1) von Versuch zu Versuch variiert, um einen idealen Temperaturbereich für die schnellste Phasenumwandlung von Austenit in Ferrit und Perlit einzugrenzen. Dabei ist im Zuge der Arbeit unter der Phasenbezeichnung Perlit nicht der herkömmliche lamellare Perlit zu verstehen sondern vielmehr ein Gemenge aus weichgeglühtem Perlit, entartetem Perlit, Ferrit und anderen Karbiden, welche nicht näher bestimmt wurden. Nach abgeschlossener Haltedauer t_P (entweder 24 oder 63 h) wird die Probe erneut mittels Helium, so schnell wie durch die Anlage möglich, abgeschreckt.

Ziel aller Versuche war die Ermittlung der Einflüsse von Austenitisierungs- und Perlitisierungstemperatur auf das Phasenumwandlungsverhalten von Austenit in Ferrit und Perlit. Der Phasenanteil an Ferrit und Perlit nach dem Dilatometerversuch wurde anhand eines metallographischen Schliffes, welcher mit Nital geätzt wurde, an einem Lichtmikroskop der Firma Olympus vom Typ BX51M bestimmt.

5.2. Einfluss der Perlitisierungstemperatur auf das Phasenumwandlungsverhalten

Wichtige Parameter für die Erstellung einer Perlitisierungsglühung sind die Gleichgewichtstemperaturen A_{C1} und A_{C3} . Diese sind für die Versuchslegierungen A und B in Tabelle 6 angeführt.

Tabelle 6: Gleichgewichtstemperaturen der VL-A und VL-B

	A_{C1} [°C]	A_{C3} [°C]
VL-A	710	857
VL-B	683	847

Tabelle 7 gibt die Anteile an Ferrit und Karbid nach beendeten isothermen Dilatometerversuchen mit verschiedenen Perlitisierungstemperaturen und Haltedauern bei $T_A = 870$ °C und $t_A = 1$ h für Versuchslegierung A und B wieder. Dabei ist das träge Umwandlungsverhalten der Versuchslegierungen im Vergleich zum Ausgangswerkstoff ersichtlich (siehe 4. Verwendete Werkstoffe). Eine vollständige Phasenumwandlung in Ferrit und Karbid kann selbst nach 63 h nicht erreicht werden. VL-A zeigt zudem einen noch geringeren Umwandlungsanteil als VL-B.

Tabelle 7: Umwandlungsanteile nach isothermen Dilatometerversuchen von VL-A und VL-B

	T_P [°C]	t_p [h]	Anteil Ferrit/Karbid [%]	Abbildung
VL-A	650	24	0	-
	675	24	<1	35
	700	24	<1	36
	675	63	50	37
VL-B	600	24	0	-
	625	24	<1	-
	650	24	8	38
	675	24	15	39
	700	24	<1	40
	650	63	75	41
	675	63	75	42

Die lichtmikroskopischen Aufnahmen aus Abbildung 35 und Abbildung 36 zeigen die überwiegend martensitischen Gefüge der Versuche bei $T_p = 675 \text{ °C}$ und $T_p = 700 \text{ °C}$ bei $t_p = 24 \text{ h}$ der VL-A. Vereinzelt erkennt man jedoch weiße Punkte, die auf eine erste Ferritausscheidung hinweisen (rote Pfeile). Bei isothermen Umwandlungstemperaturen über 700 °C oder unter 675 °C konnte keine Umwandlung festgestellt werden.

Abbildung 37 zeigt die lichtmikroskopische Aufnahme des Gefüges bei $T_p = 675 \text{ °C}$ und $t_p = 63 \text{ h}$ von VL-A. Zu erkennen sind inselartige martensitische Bereiche (braun) die von eingeformten Karbiden (grau/schwarz) in ferritischer Matrix (weiß) umgeben sind.

In Abbildung 38 ist der Beginn der Ferrit- und Karbidbildung an den ehemaligen Austenitkorngrenzen bei $T_p = 650 \text{ °C}$ und $t_p = 24 \text{ h}$ von VL-B zu sehen. Das restliche Gefüge hat überwiegend martensitischen Charakter. Die Auswirkungen einer weiteren Erhöhung der Perlitisierungstemperatur werden in Abbildung 39 und 40 dargestellt.

Abbildung 41 und 42 geben das vorherrschende Gefüge nach einer Perlitisierungsdauer von 63 h bei 650 und 675 °C von VL-B wieder. Es liegen martensitische Inseln (braun) eingebettet in karbidreicher (grau/schwarz) ferritischer (weiß) Matrix vor. Durch die langen isothermen Haltedauern weisen die Karbide einen globularen Charakter auf.

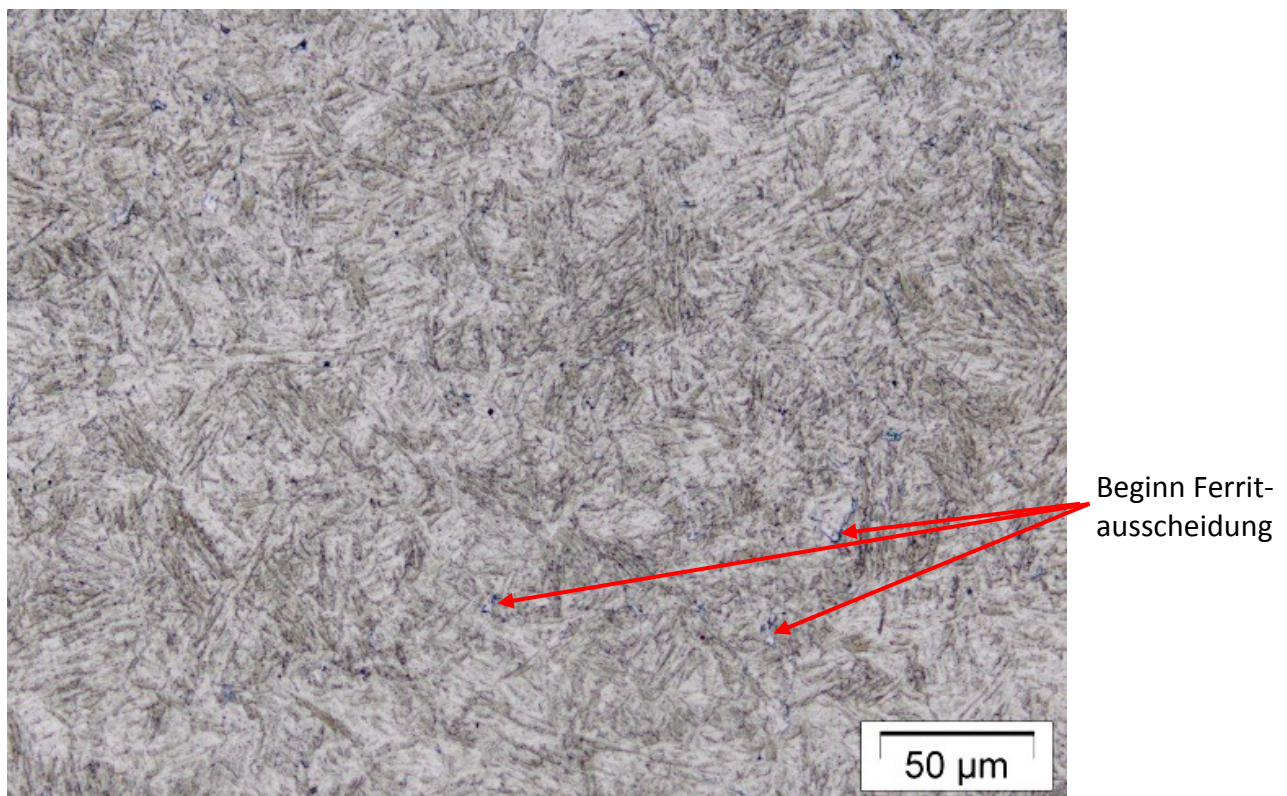


Abbildung 35: Gefüge von VL-A nach isothermer Haltedauer von 24 h bei 675 °C

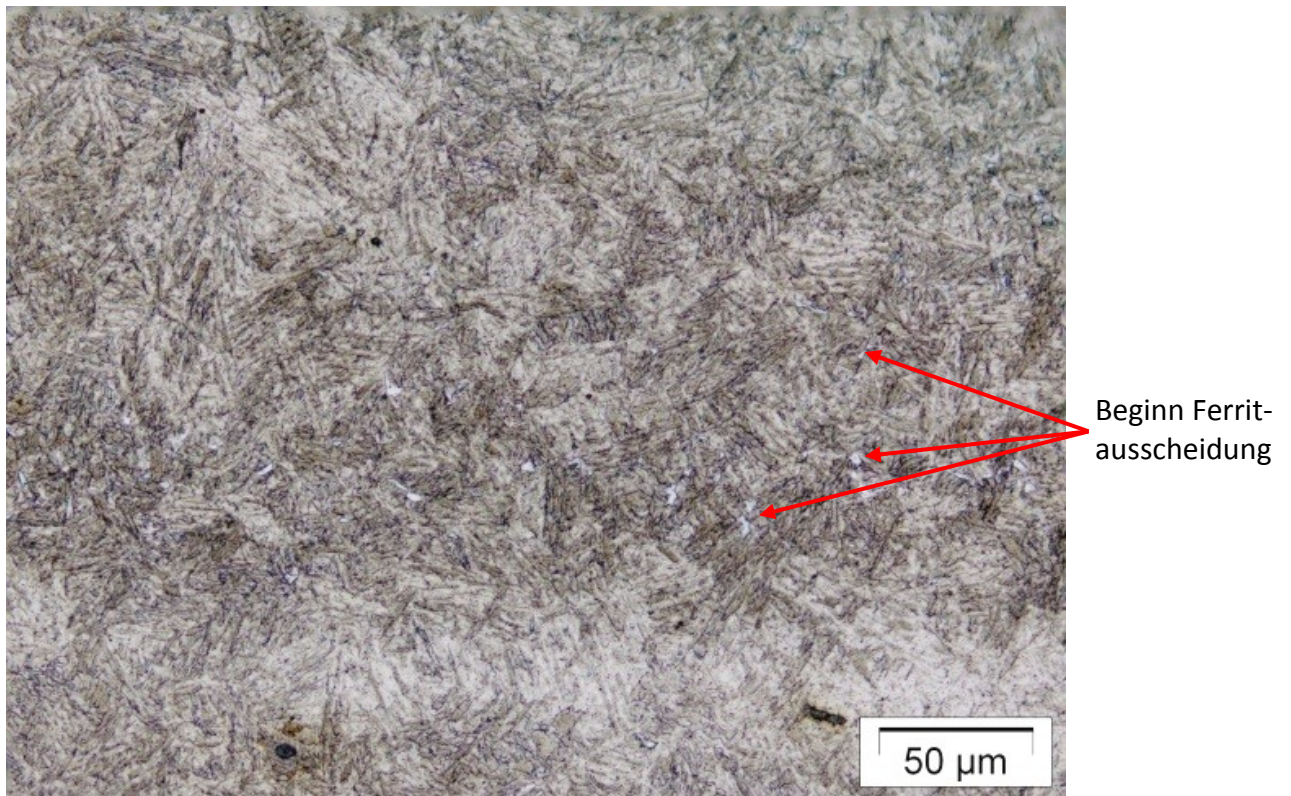


Abbildung 36: Gefüge von VL-A nach isothermer Haltezeit von 24 h bei 700 °C

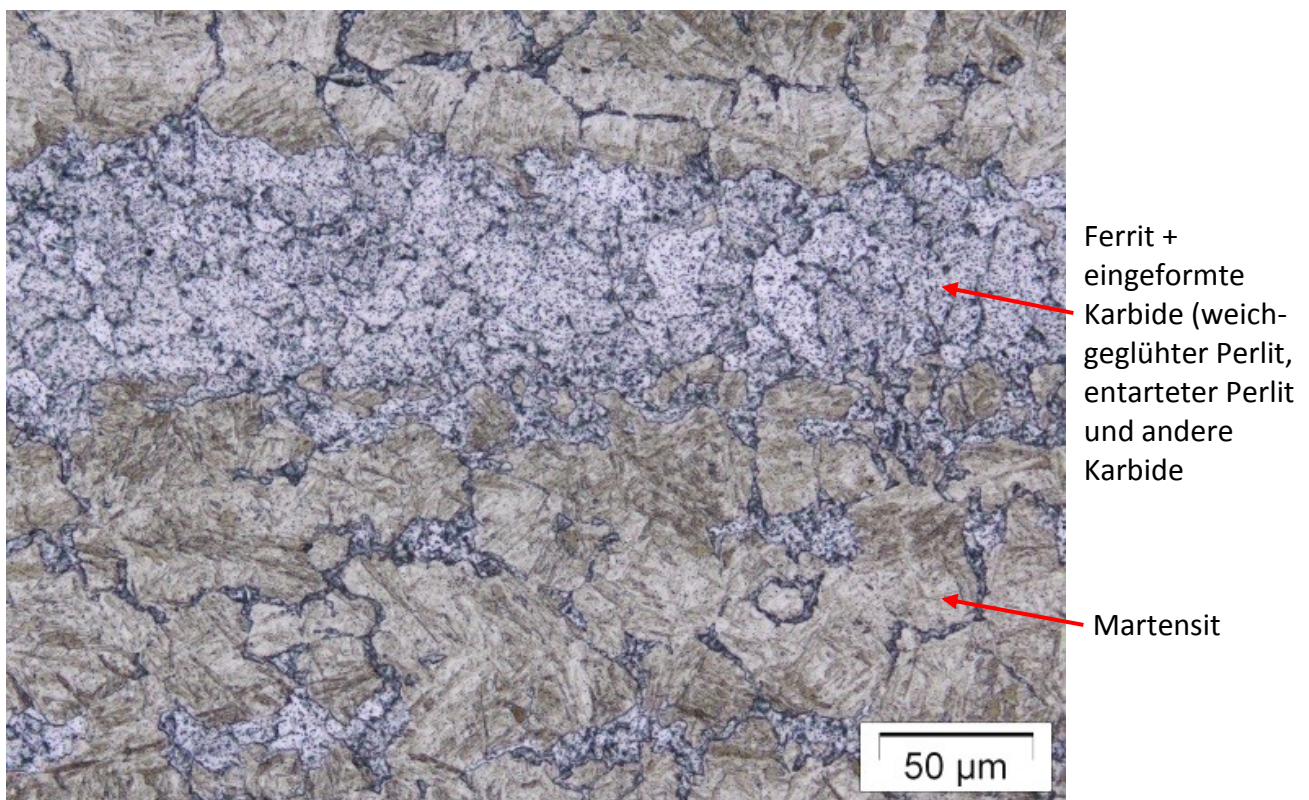


Abbildung 37: Gefüge von VL-A nach isothermer Haltezeit von 63 h bei 675 °C

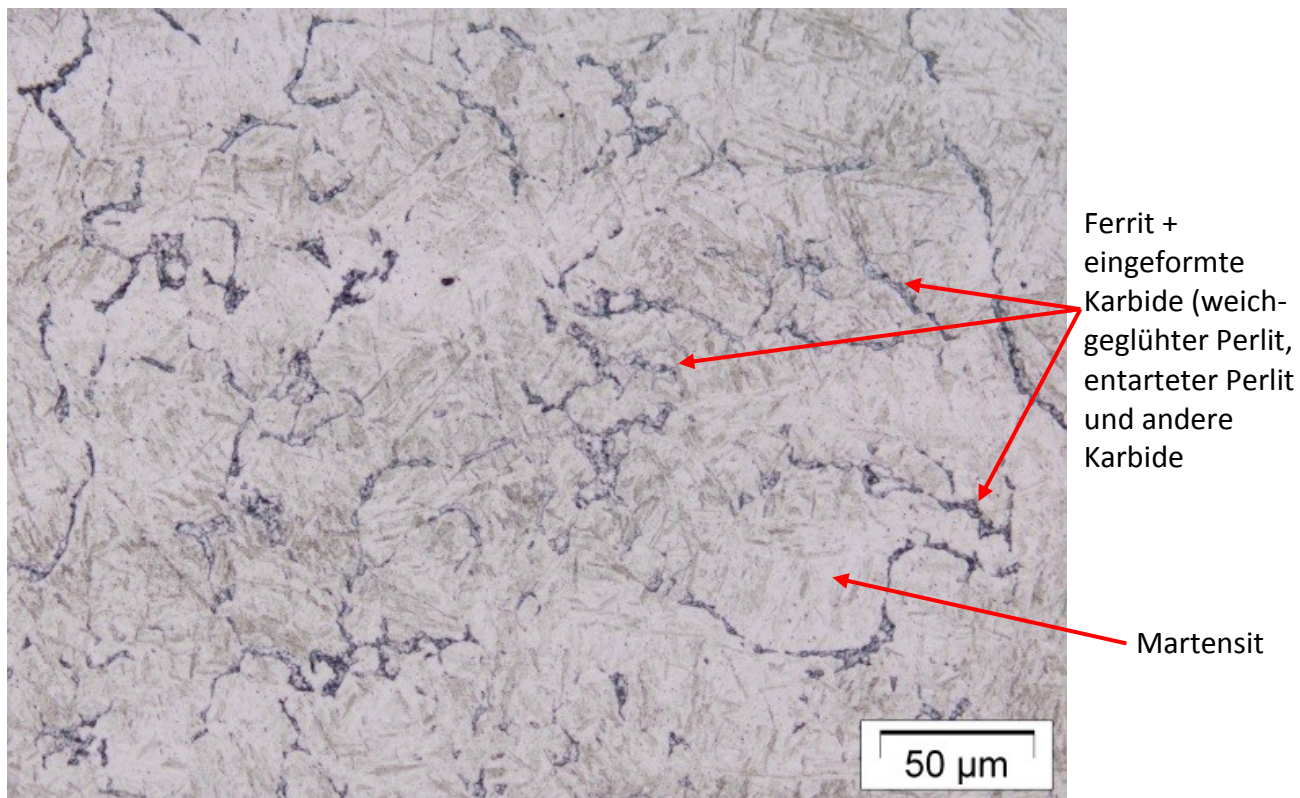


Abbildung 38: Gefüge von VL-B nach isothermer Haltezeit von 24 h bei 650 °C

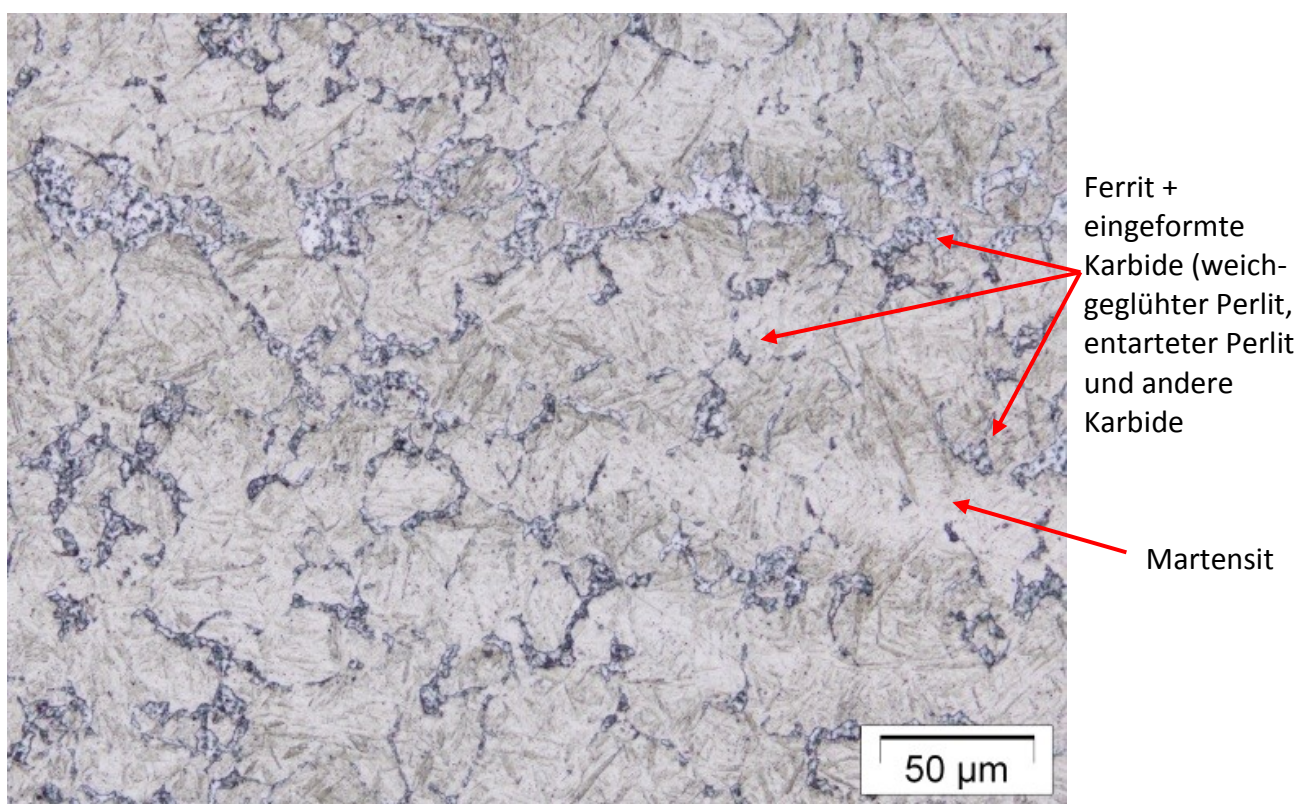


Abbildung 39: Gefüge von VL-B nach isothermer Haltezeit von 24 h bei 675 °C

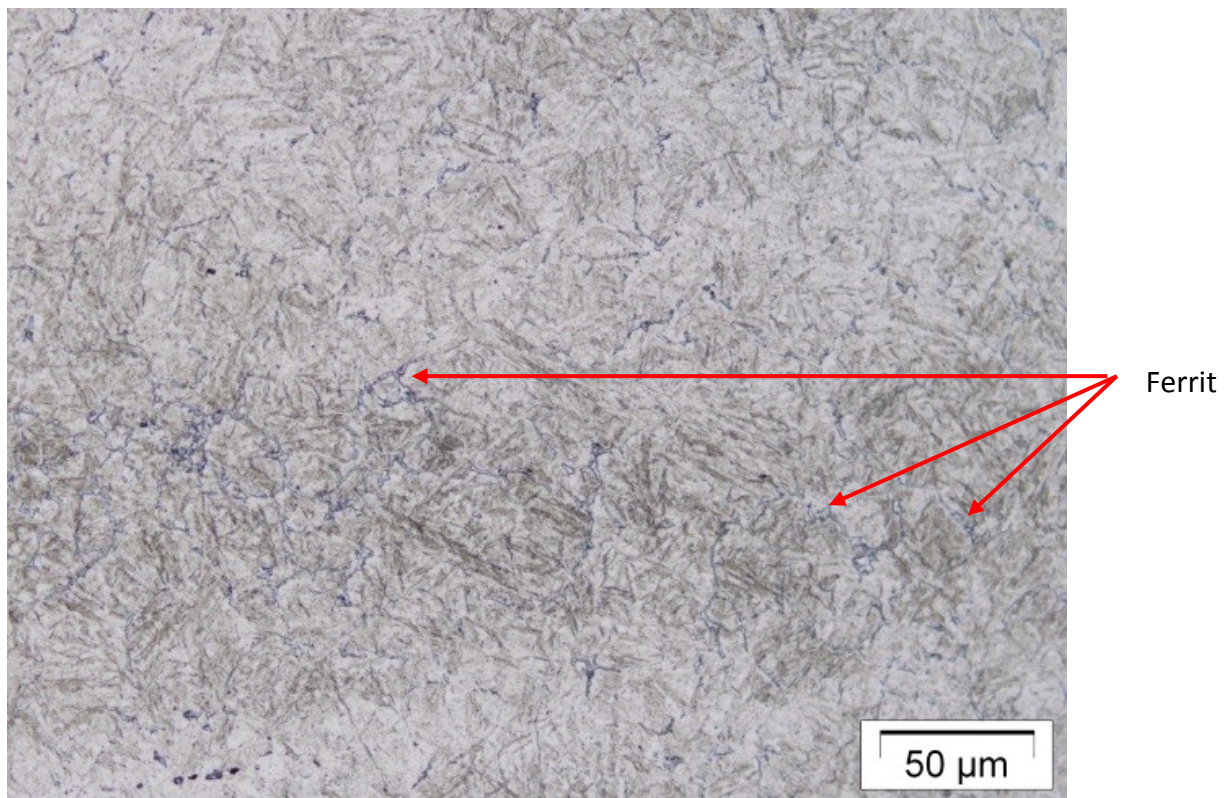


Abbildung 40: Gefüge von VL-B nach isothermer Haltezeit von 24 h bei 700 °C

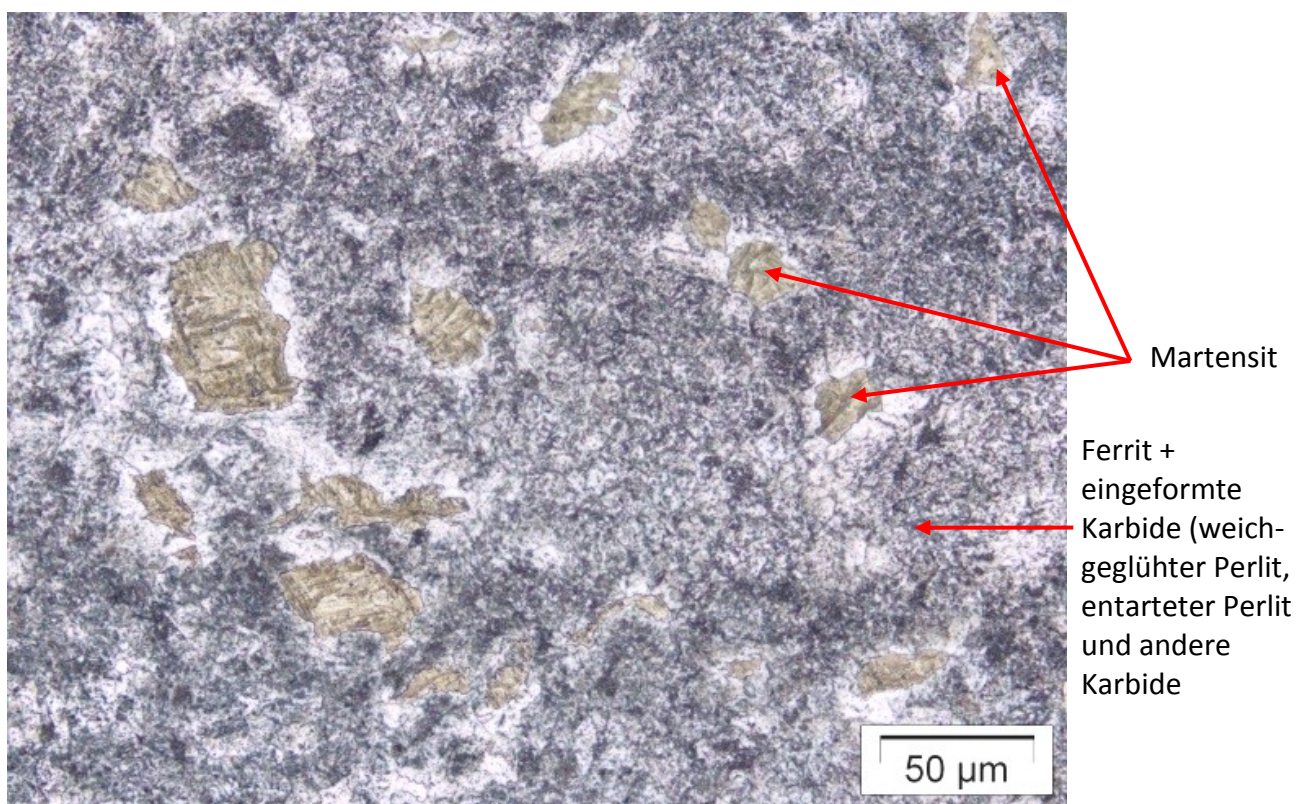


Abbildung 41: Gefüge von VL-B nach isothermer Haltezeit von 63 h bei 650 °C

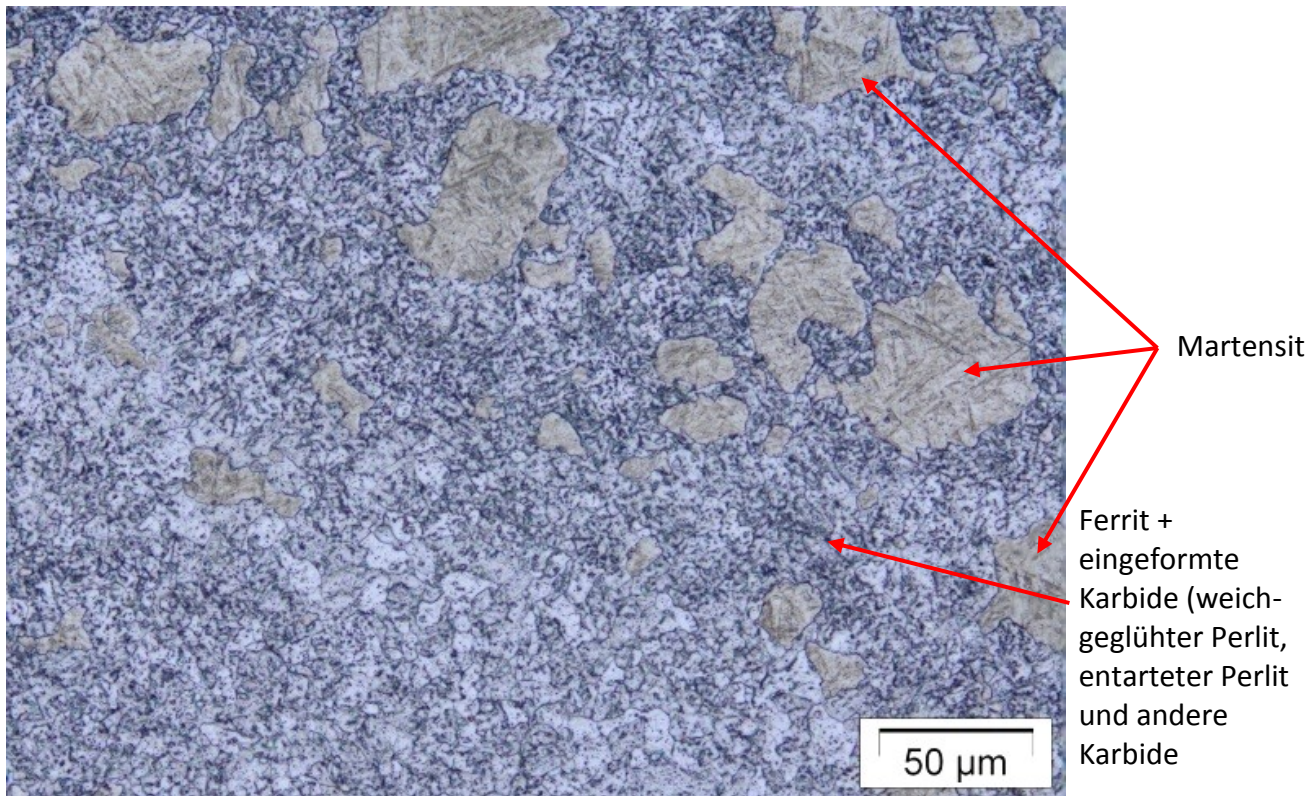


Abbildung 42: Gefüge von VL-B nach isothermer Haltedauer von 63 h bei 675 °C

Der Einfluss der isothermen Haltedauer auf die durchgeführten Dilatometerversuche ist in Abbildung 43 dargestellt. Die hellblauen Balken stehen für eine isotherme Haltedauer der Perlitisierung von 24 h und die dunkelblauen für eine Haltedauer von 63 h bei ansonsten gleichen Versuchsbedingungen. Die Balken bei den Perlitisierungstemperaturen 625 und 700 °C deuten lediglich auf den Umwandlungsbeginn hin und liegen unter 1 %.

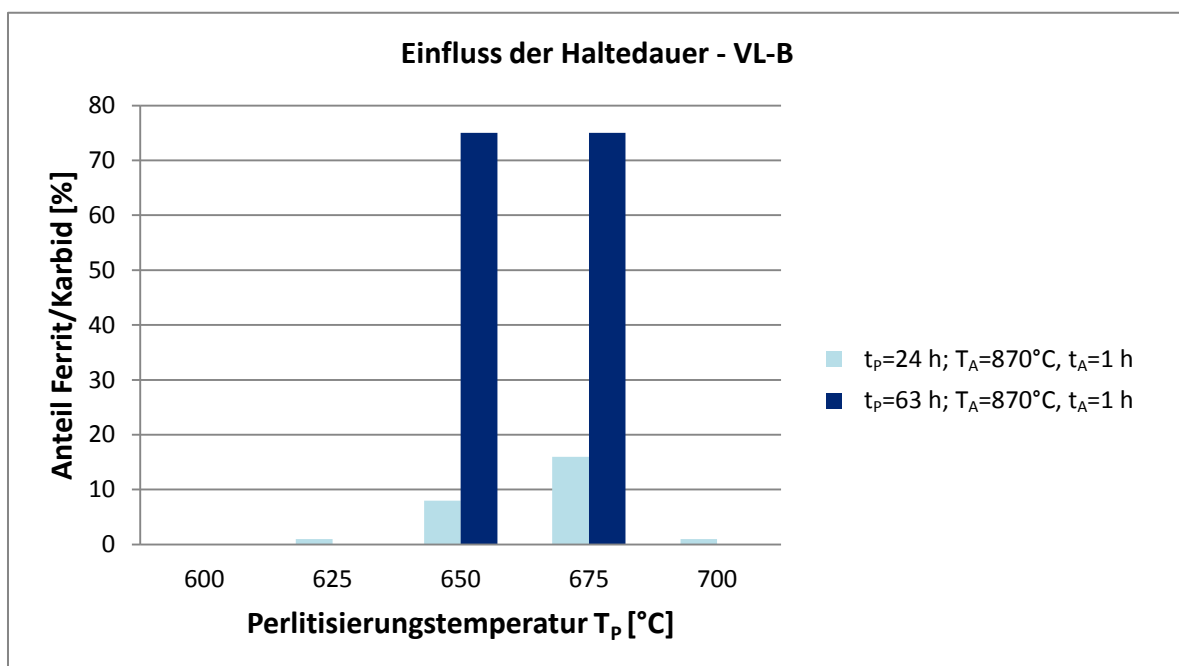
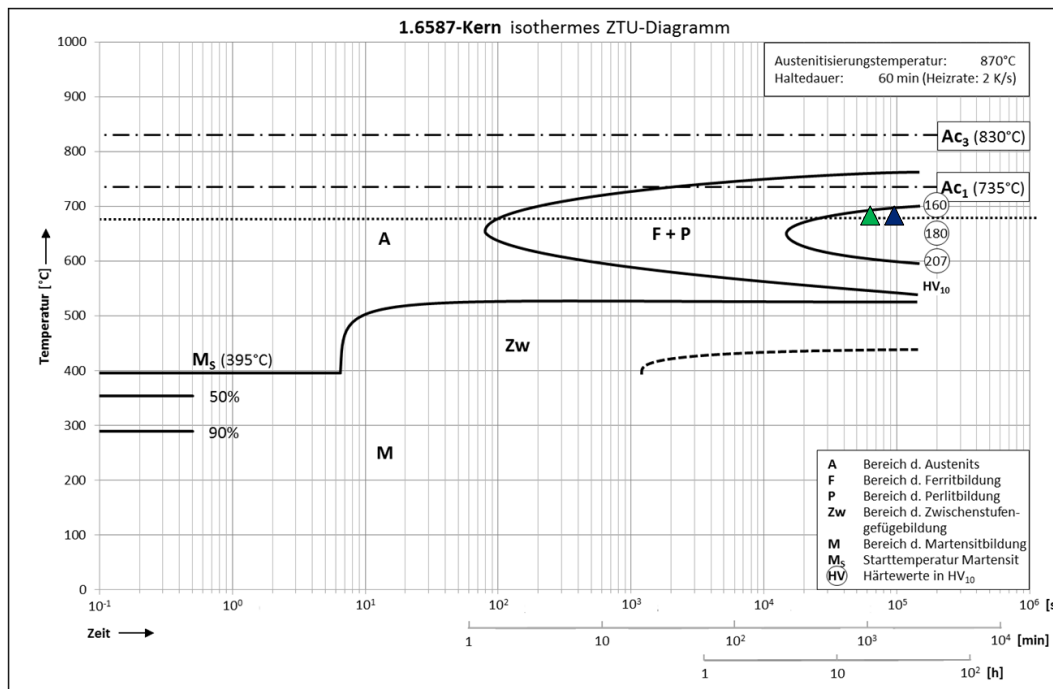


Abbildung 43: Umwandlungsanteile von Austenit in Ferrit und Karbid bei unterschiedlichen Perlitisierungstemperaturen

Die Dilatometerversuche der VL-A und VL-B grenzen den Temperaturbereich für die schnellstmögliche isotherme Phasenumwandlung von Austenit in Ferrit und Karbid um 675 °C ein. Die Umwandlungsanteile bleiben jedoch innerhalb von wirtschaftlich vertretbaren Versuchszeiten sehr gering. Abbildung 44 zeigt den Umwandlungsbeginn von VL-A (grünes Dreieck) und VL-B (blaues Dreieck) bei isothermen Dilatometerversuchen in dem ZTU-Schaubild des Ausgangswerkstoffes bei $T_p = 675^\circ\text{C}$. Diese Grafik verdeutlicht das sehr träge Phasenumwandlungsverhalten der Versuchslegierungen.



Umwandlungsbeginn:

▲ ...VL-A

▲ ...VL-B

Abbildung 44: ZTU-Schaubild des Ausgangswerkstoffes mit eingetragenem Umwandlungsbeginn der VL-A und VL-B

Es ist jedoch auffallend, dass die kohlenstoffreichere VL-B ein schnelleres Phasenumwandlungsverhalten von Austenit in Ferrit und Karbid zeigt als die kohlenstoffärmere VL-A. Ein möglicher Grund hierfür ist die, aufgrund des höheren C-Gehaltes, vermehrte Karbidbildung in VL-B. Karbide senken die Konzentration an in der Matrix gelösten Elementen wie zum Beispiel Cr oder Mo, welche die diffusionsgesteuerte Umwandlung von Austenit verzögern. Durch die erhöhte Karbidausscheidung wirkt die Matrix somit umwandlungsfreudiger.

Würde die hier ermittelte Temperaturführung auf die Ausgangslegierung 18CrNiMo7-6 angewendet werden, würden kritische Seigerungsgebiete nicht vollständig umwandeln und es käme weiterhin zu zeitverzögerten Schädigungen (Rissen). Es müssen also über die optimale Perlitisierungstemperatur hinaus Möglichkeiten gefunden werden den Phasenanteil der Versuchslegierungen von Ferrit und Karbid zu steigern und gleichzeitig eine geringe Härte einzustellen. Ein vielversprechender Lösungsansatz ist hierzu die Senkung der Austenitisierungstemperatur.

5.3. Einfluss der Austenitisierungstemperatur auf das Phasenumwandlungsverhalten

Durch eine Senkung der T_A in das 2-Phasengebiet α und γ kann eine höhere Grenzflächendichte aufgrund einer kleineren Korngröße eingestellt werden. Dies geschieht über die gleichzeitige Bildung von Austenit und Ferrit, wodurch sich der flächenmäßige Anteil an Korngrenzen erhöht. Weiters führt eine Senkung der T_A zur trägeren Auflösung von Karbiden und Nitriden. Diese Bereiche dienen als Keimstellen und wirken sich im Laufe der isothermen Perlitisierung positiv auf die Umwandlungsdauer aus. Da die Bildung von Ferrit und Karbid aus Austenit ein diffusionskontrollierter Prozess ist, kann dieser über heterogene Keimbildung beschleunigt werden.

Im Zuge dieser Versuchsreihe wurde die Austenitisierungstemperatur sukzessive von 870 °C auf bis zu 740 °C bei der Legierung VL-B gesenkt. Die Austenitisierungsdauer beträgt konstant 1 h. Nach erfolgter Perlitisierung ($T_p = 675$ °C, $t_p = 24$ h) wurde das entstandene Gefüge analysiert und dessen Härte gemessen. Tabelle 8 gibt die Ergebnisse der Untersuchung von VL-B wieder. Alle in der Diplomarbeit angegebenen Härtewerte wurden durch ein Qness Härtemessgerät ermittelt.

Tabelle 8: Gefügeanteile bei verschiedenen Austenitisierungstemperaturen von VL-B, $t_A=1$ h, $T_p=675$ °C, $t_p=24$ h

T_A [°C]	Anteil Ferrit/Perlit [%]	Härte HV10	Abbildung
870	15	406	39
830	40	308	45
800	80	187	46
770	99	191	47
740	100	202	48

Durch eine Senkung der Austenitisierungstemperatur kann im Vergleich zum Ausgangsgefüge sowohl der Anteil an Ferrit und Perlit gesteigert werden als auch dessen Härte gesenkt werden. Dies wird durch die Abbildungen 45 bis 48 verdeutlicht, in welchen der Martensitgehalt kontinuierlich weniger wird bis dieser in Abbildung 48 gänzlich verschwunden ist und nur noch ein karbidreiches ferritisches Gefüge vorliegt. Die Härte erreicht bei $T_A = 800$ °C ein Minimum und steigt bei einer weiteren Senkung der T_A wieder leicht an. Der Grund dafür liegt vermutlich in dem höheren Anteil an Ausgangsgefüge bei geringer T_A . Auch eine langsamere Auflösung von Karbiden und Nitriden kann ein Einflussfaktor dafür sein. Der Ablauf der unvollständigen Austenitisierung wird in Abbildung 49 mit den Umwandlungstemperaturen von VL-A und VL-B schematisch in einem Temperatur-Zeit-Diagramm der Wärmebehandlung dargestellt.

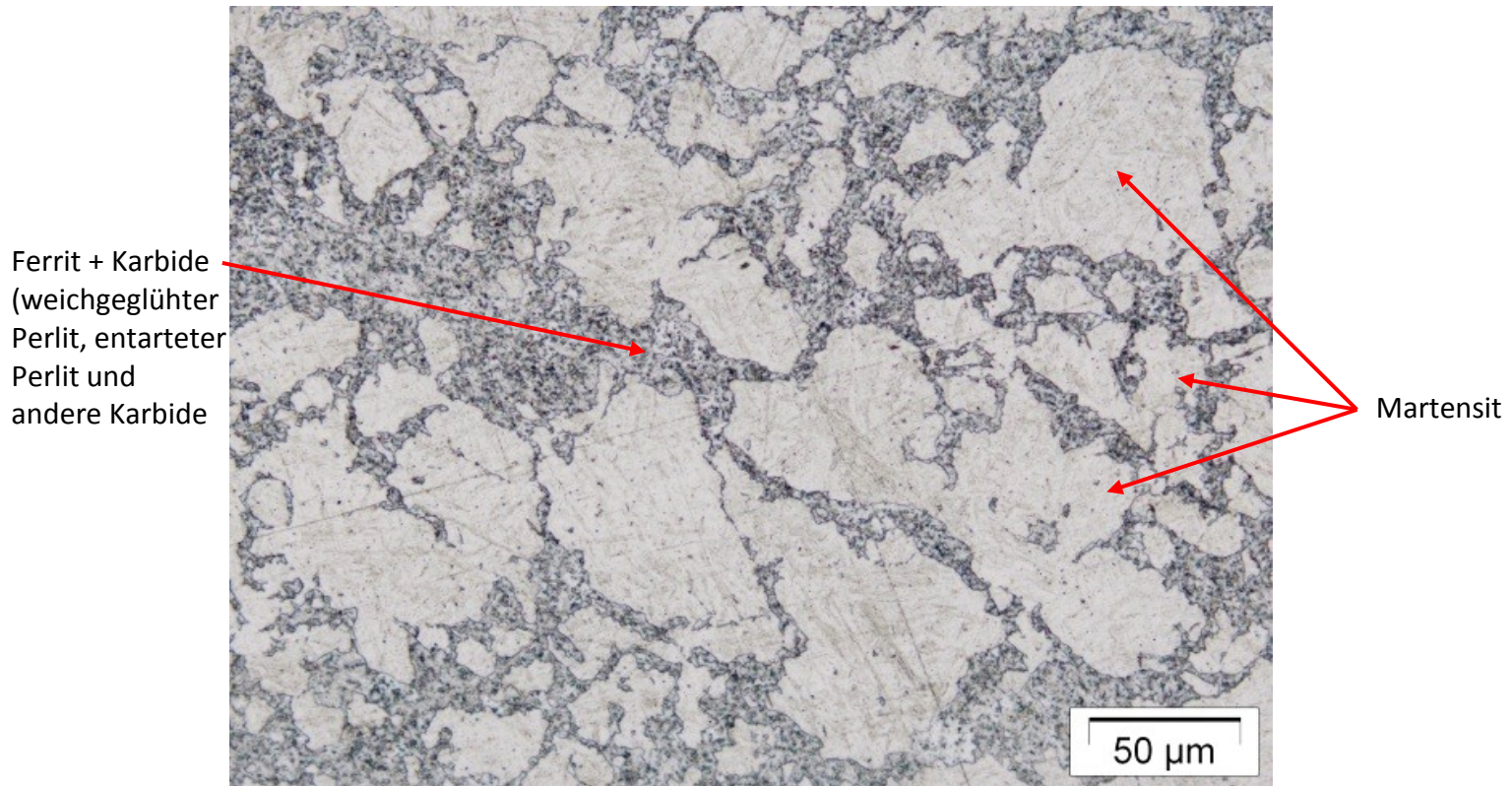


Abbildung 45: Gefüge von VL-B nach isothermer Haltezeit von 24 h bei 675 °C nach einer Austenitisierung bei 830 °C

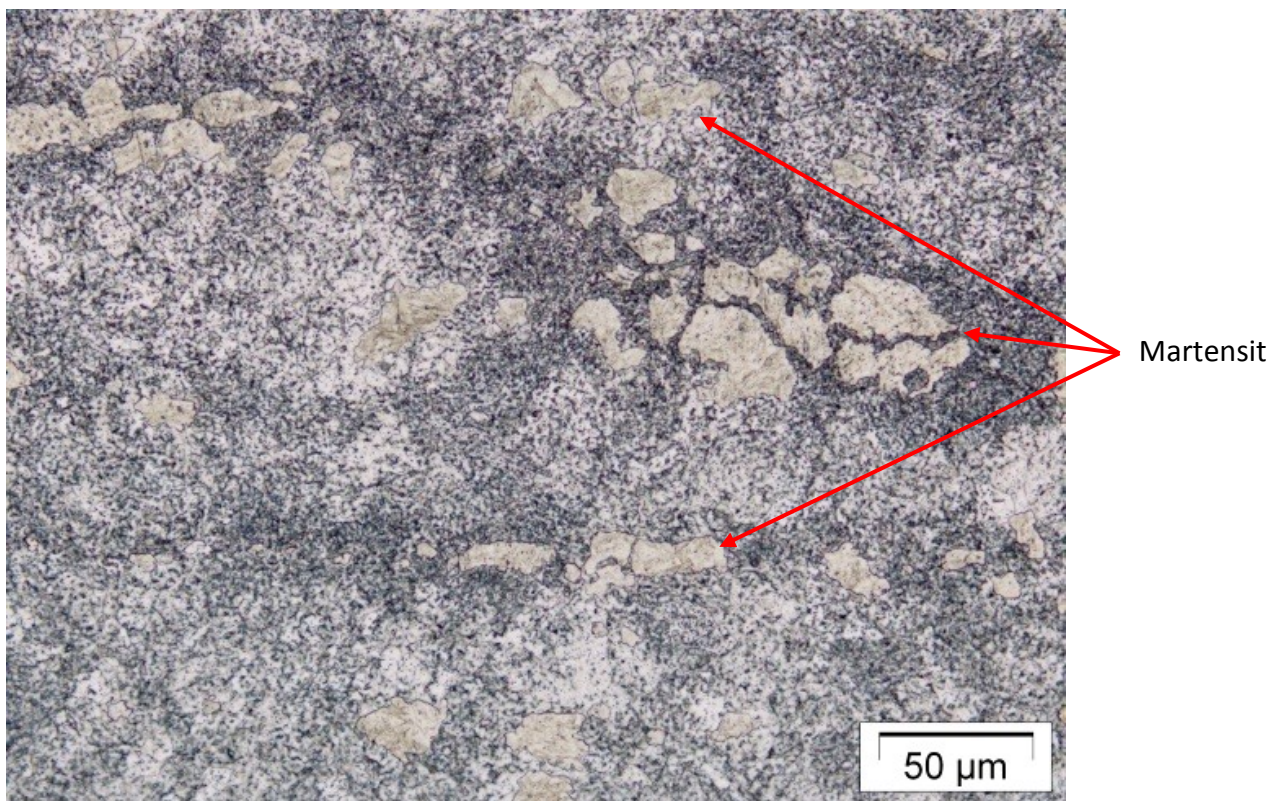


Abbildung 46: Gefüge von VL-B nach isothermer Haltezeit von 24 h bei 675 °C nach einer Austenitisierung bei 800 °C

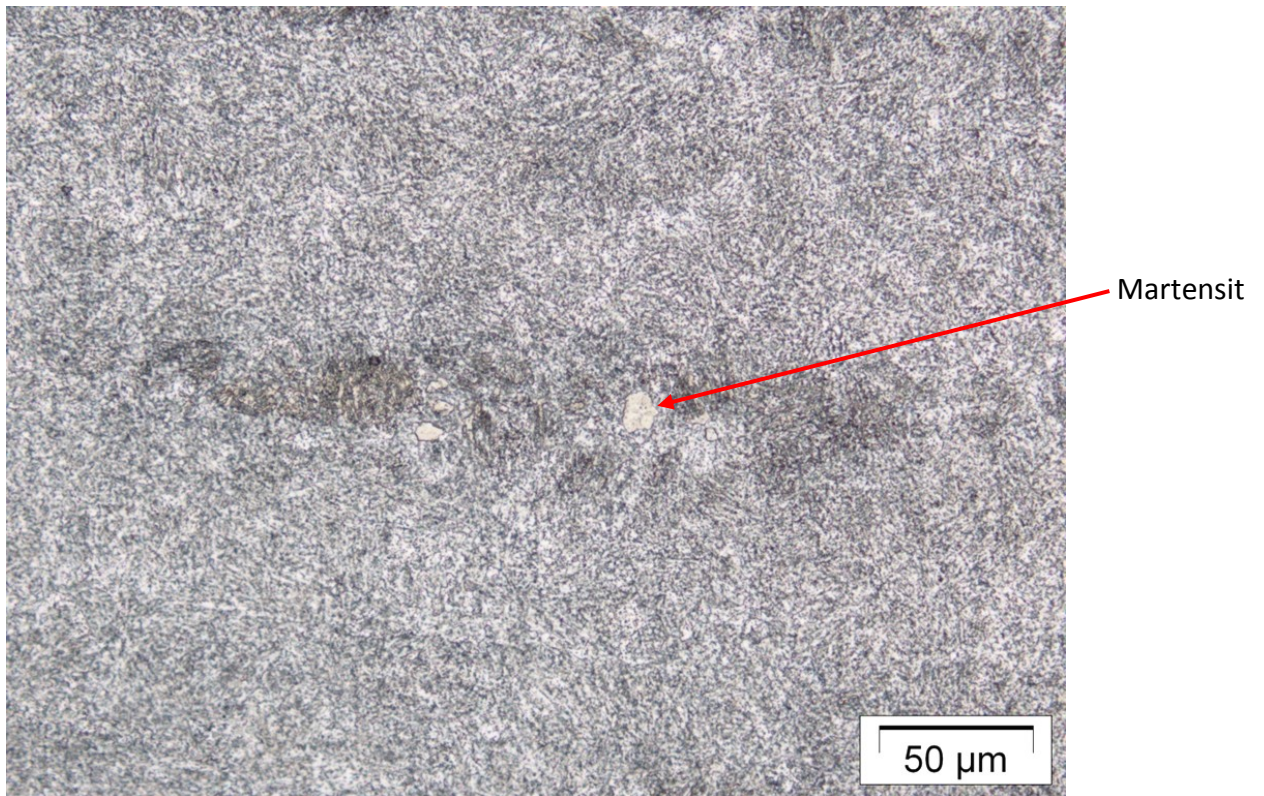


Abbildung 47: Gefüge von VL-B nach isothermer Haltezeit von 24 h bei 675 °C nach einer Austenitisierung bei 770 °C

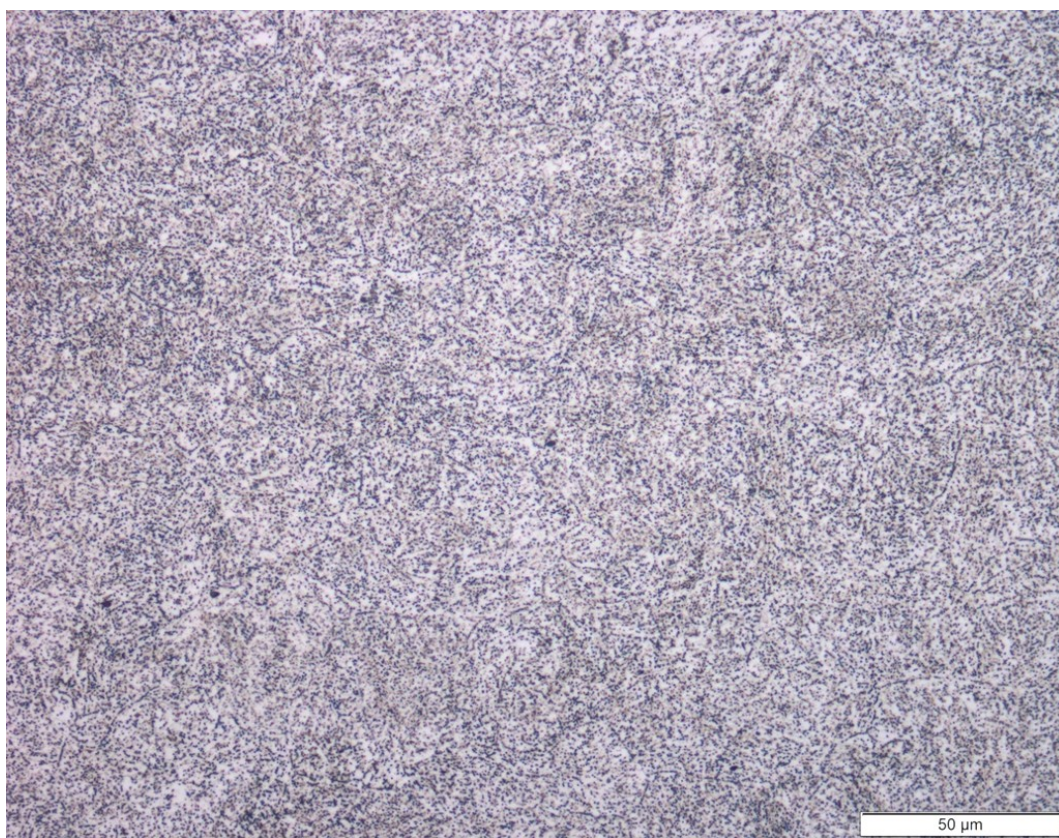


Abbildung 48: Gefüge von VL-B nach isothermer Haltezeit von 24 h bei 675 °C nach einer Austenitisierung bei 740 °C

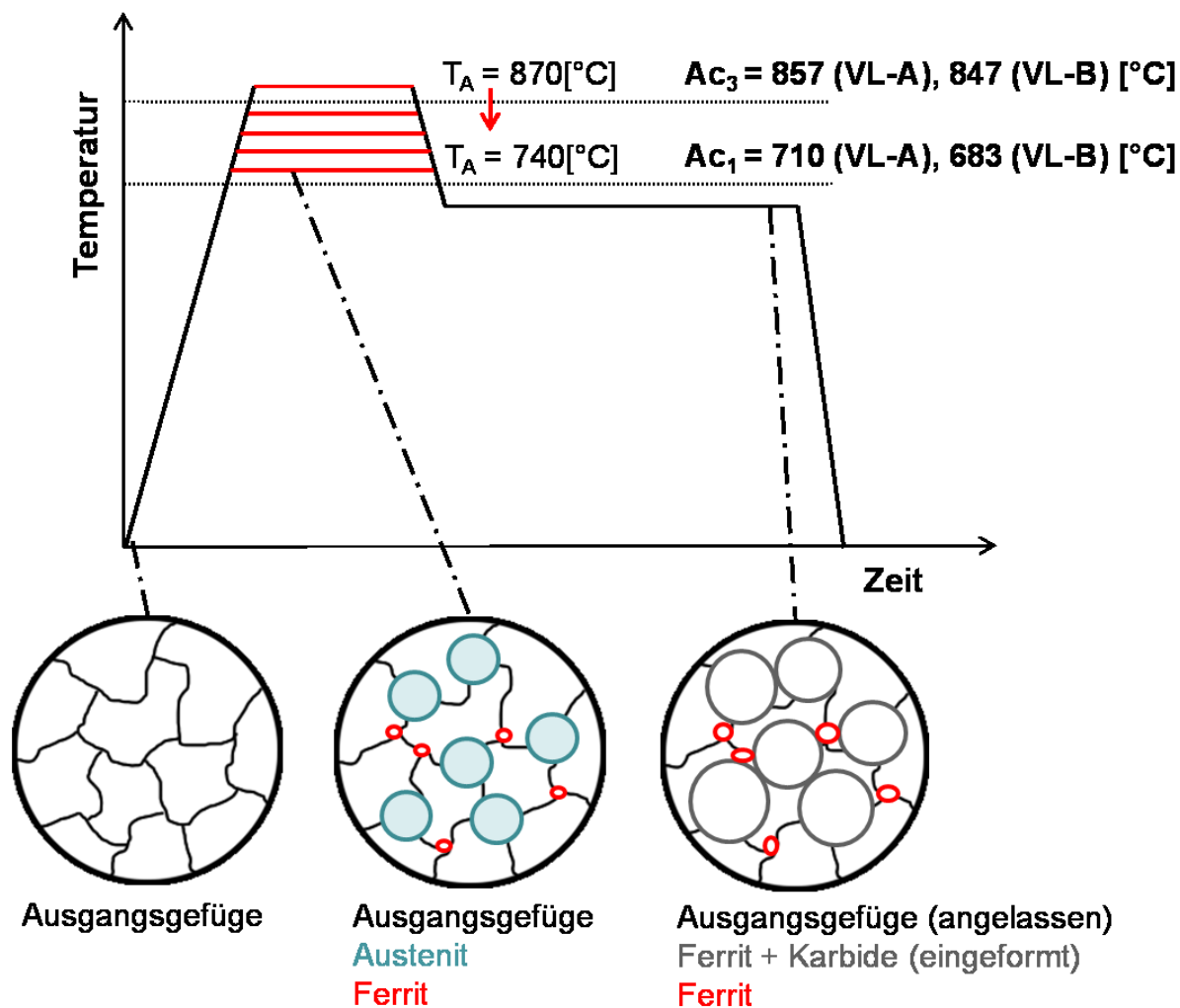


Abbildung 49: Schematische Darstellung der Austenitisierung im 2-Phasengebiet α und γ

Das Ausgangsgefüge für die Perlitisierungsglühung in der Industrie ist meist ein bainitisches Gefüge. Das ist eine Folge der vorhergehenden Luftablage nach dem Schmieden. In diesem bildet sich während der Austenitisierung im 2-Phasengebiet Austenit und Ferrit an Grenzflächen. Die Wachstumsgeschwindigkeit und das Verhältnis von Austenit zu Ferrit kann über die T_A gesteuert werden. Bei niedrigen T_A findet, durch die geringere Diffusionsgeschwindigkeit, innerhalb einer bestimmten Austenitisierungsdauer keine vollständige Umwandlung des Ausgangsgefüges in Austenit und Ferrit statt. Das Ausgangsgefüge wird über diese Dauer jedoch angelassen, wodurch die Härte verringert wird.

Während der Perlitisierungsphase wandelt Austenit in Ferrit und Perlit um und das Ausgangsgefüge wird weiterhin angelassen. Durch die lange isotherme Haltedauer sind die Ferrit/Karbid Bereiche, welche aus Austenit entstanden sind und das stark angelassene bainitische Ausgangsgefüge nicht mehr voneinander unterscheidbar (Abbildung 48).

Die Dilatometerkurven bei unterschiedlichen Austenitisierungstemperaturen der Legierung VL-B sind in Abbildung 50 dargestellt. Anhand der blauen Kurve ist zu erkennen, dass die Austenitisierung bei 870 °C abgeschlossen ist. Das ist an der erneuten Annäherung der Aufheizkurve an eine Gerade nach dem Umwandlungspeak ersichtlich. Außerdem erfolgt während des Haltens auf 870 °C, außer geringer Schwankungen aufgrund der Ausdehnung des Messgestänges, keine Längenänderung der Probe. Bei den niedrigeren Halte Temperaturen findet keine vollständige Austenitisierung während des Aufheizvorganges statt. Die Probe schrumpft durch die α/γ -Umwandlung aufgrund der höheren Packungsdichte des γ -Kristallgitters während der Haltedauer. Tabelle 9 gibt die HV10 Härte werte der geprüften Proben in Abhängigkeit von T_A an.

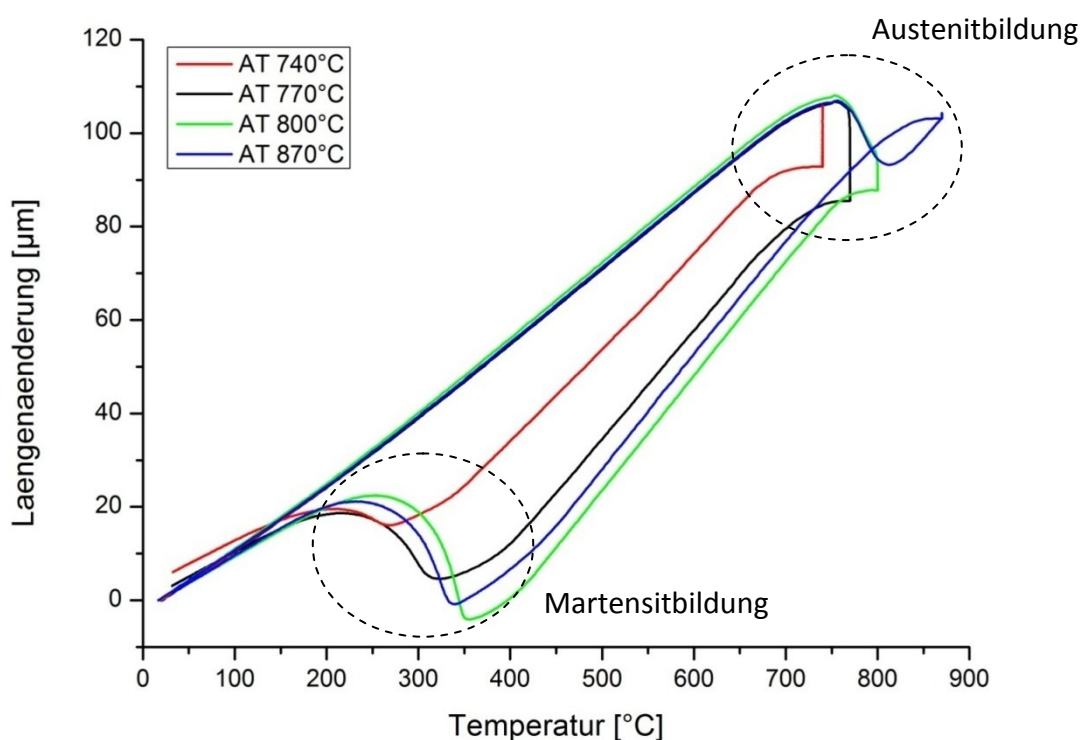


Abbildung 50: Dilatometerkurven der VL-B bei unterschiedlichen Austenitisierungstemperaturen

Tabelle 9: Härte und M_S nach verschiedenen T_A ($t_A=1$ h) und anschließender rascher Abkühlung von VL-B

T_A [°C]	M_S [°C]	Härte [HV10]
870	350	454
800	360	460
770	330	446
740	260	358

Aus Tabelle 9 ist ersichtlich, dass eine Senkung der T_A sowohl die M_S -Temperatur als auch die Härte des entstehenden Gefüges senkt.

Tendenziell hat eine Senkung der T_A im 2-Phasengebiet Austenit/Ferrit einen höheren Anteil an voreutektoidem Ferrit im thermodynamischen Gleichgewicht zur Folge. Aufgrund der geringeren C-Löslichkeit des Ferrits bewirkt dies eine Erhöhung des Kohlenstoffgehaltes im Austenit, welche eine Senkung der M_S -Temperatur und einen Anstieg der Martensithärte zur Folge hat. Beim Absenken von T_A ist ab einer Austenitisierungstemperatur von 770 °C ein Abfall der Härte erkennbar. Der Grund dafür liegt vermutlich in dem Vorhandensein von im Zuge der Austenitisierung nicht umgewandeltem Ausgangsgefüge. Dieses wird während der Austenitisierungsphase angelassen und besitzt eine geringere Härte als Martensit. Als Härte wird somit eine Mischung aus Martensit und Ausgangsgefüge gemessen. Eine Abweichung dieser Theorie stellt lediglich die M_S -Temperatur bei $T_A = 800$ °C dar. Ein Grund hierfür könnte der bei dieser Austenitisierungstemperatur geringere Restaustenitgehalt im Gefüge sein.

Die Unterschiede in der Gefügeausbildung als Folge der sinkenden Austenitisierungstemperatur sind in den Abbildungen 51 und 52 dargestellt. Abbildung 51 zeigt das rein martensitische Gefüge der Versuchslegierung B nach einer Austenitisierung bei 870 °C und einer Haltedauer von 1 h. In Abbildung 52 beträgt die T_A lediglich 800 °C bei ansonsten gleichen Versuchsbedingungen. Es sind fein verteilte voreutektoide ferritische Bereiche sichtbar, welche von einer martensitischen Matrix umgeben werden.



Abbildung 51: Versuchslegierung B, $T_A=870^\circ\text{C}$, $t_A=1$ h, rasche Abkühlung unter M_S

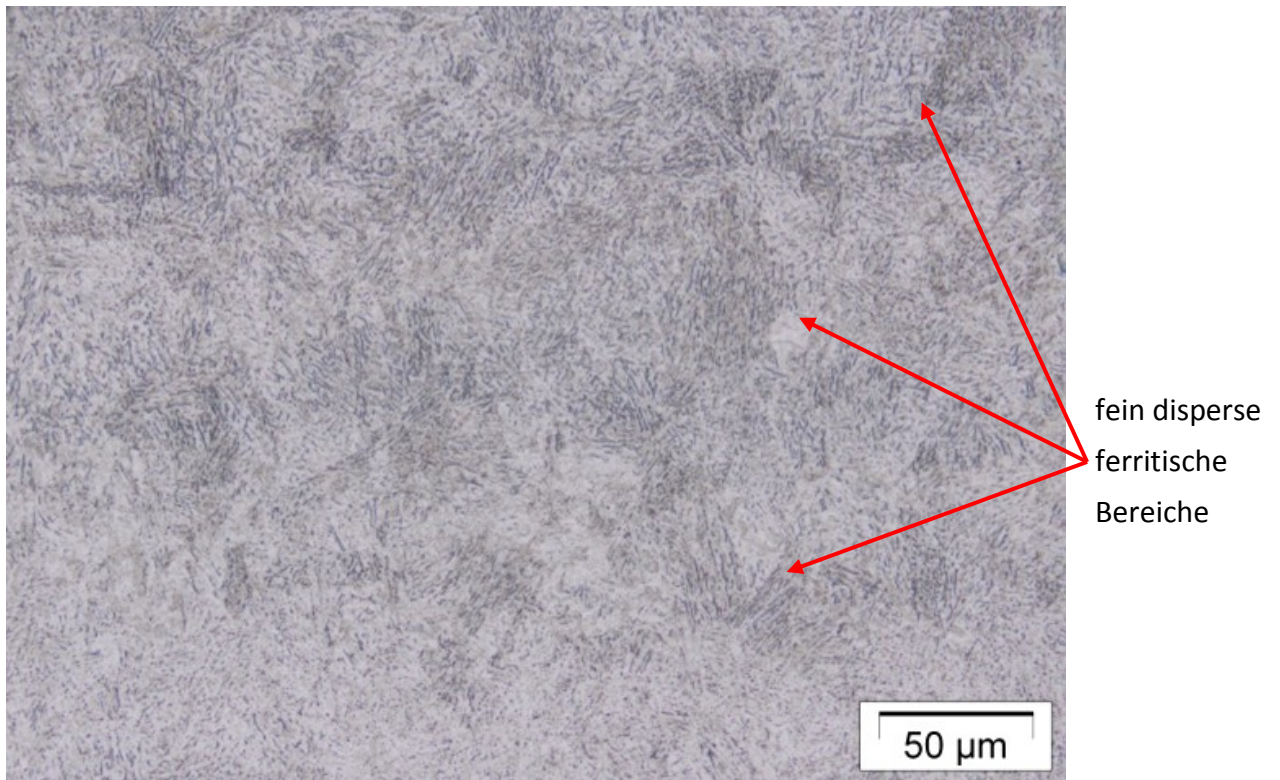


Abbildung 52: Versuchslegierung B, $T_A=800\text{ °C}$, $t_A=1\text{ h}$, rasche Abkühlung unter M_s

Versuchslegierung A zeigt ein ähnliches Verhalten bei Senkung der T_A im Bezug auf den Phasenanteil von Ferrit und Karbid. Hierbei kann dieser Phasenanteil von 1 % auf 60 % gesteigert werden, wenn die T_A von 870 °C auf 800 °C gesenkt wird. Abbildung 53 zeigt das dazugehörige Schlibbild von VL-A bei $T_A = 800\text{ °C}$, $T_P = 675\text{ °C}$ und $t_p = 24\text{ h}$.

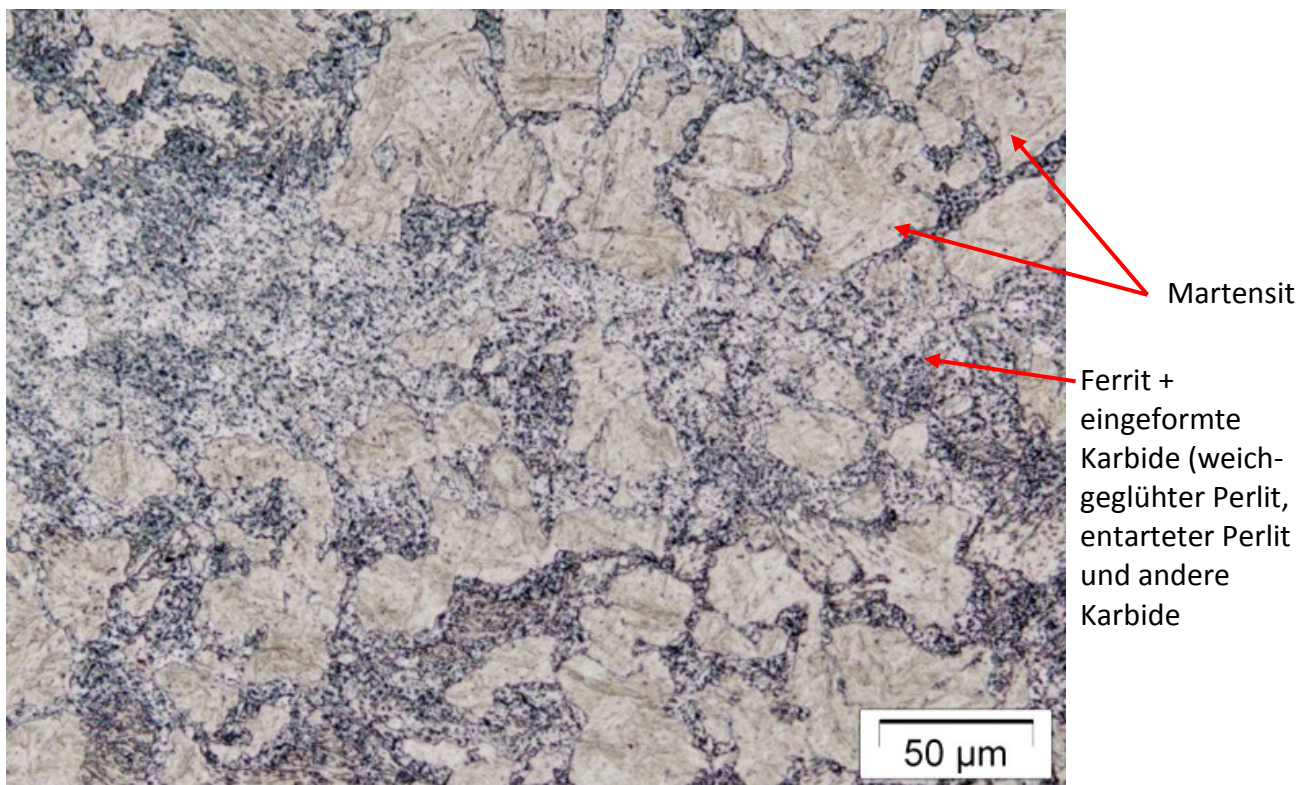


Abbildung 53: VL-A nach Haltezeit $t_p=24\text{ h}$ bei 675 °C nach einer Austenitisierung bei 800 °C

Durch eine Senkung der Austenitisierungstemperatur kann ein erheblicher Anstieg der Anteile an Ferrit und Karbid nach beendeter isothermer Perlitisierung sowohl bei Versuchslegierung A (siehe Abbildung 53) als auch bei B erreicht werden. Dabei kann auch die Härte des entstandenen Gefüges deutlich reduziert werden. Es lässt sich somit eine Wärmebehandlung für die Ausgangslegierung ableiten, welche eine Schädigung des Werkstoffes durch Risse nach der Perlitisierungsglühung vermeiden könnte. Das tatsächliche Verhalten der Ausgangslegierung bei dieser Wärmebehandlung soll in Form eines Versuchs ermittelt werden.

5.4. Kleintechnische Umsetzung

Im Zuge der kleintechnischen Umsetzung wurden die an den Versuchslegierungen erhobenen Daten über das Phasenumwandlungsverhalten von Austenit in Ferrit und Karbid benutzt, um eine Wärmebehandlung abzuleiten, welche ein möglichst homogenes und weiches Gefüge innerhalb der Ausgangslegierung 18CrNiMo7-6 einstellt. Ein Stahlblock wurde durch Buderus Edelstahl GmbH zur Verfügung gestellt. Er besaß die Legierungszusammensetzung laut Tabelle 10, den Durchmesser 380 mm und die Länge 320 mm. Es handelte sich um ein kopfseitiges Gussende, in welchem mit einem erhöhten Seigerungsgrad zu rechnen ist. Dies stellt verschärfte Bedingungen für die Wärmebehandlung hinsichtlich Homogenität und Härte des Gefüges dar. Nach abgeschlossener Glühung sollten Gefügebestandteile und Härte untersucht werden.

Tabelle 10: Zusammensetzung des Stahlrundlings für die großtechnische Umsetzung in m-%

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni
0,18	0,23	0,57	0,006	0,001	1,71	0,31	1,60

5.4.1. Ableitung einer Wärmebehandlung der Ausgangslegierung

Der Temperatur-Zeit-Verlauf für die isotherme Perlitisierung ist in Abbildung 54 dargestellt. Dabei beträgt die Austenitisierungstemperatur 800 °C bei einer Haltedauer von 1 h. Es werden diese Austenitisierungsbedingungen gewählt, da hier das Gefüge mit der geringsten Härte bei VL-B vorliegt. Dieser Legierungszustand gilt als repräsentativ für die Härte einer kritischen Seigerungszone nach beendeter Wärmebehandlung. Als Perlitisierungstemperatur wurde jene Temperatur gewählt, die laut der Dilatometerversuche der Versuchslegierungen die rascheste Phasenumwandlung herbeiführt.

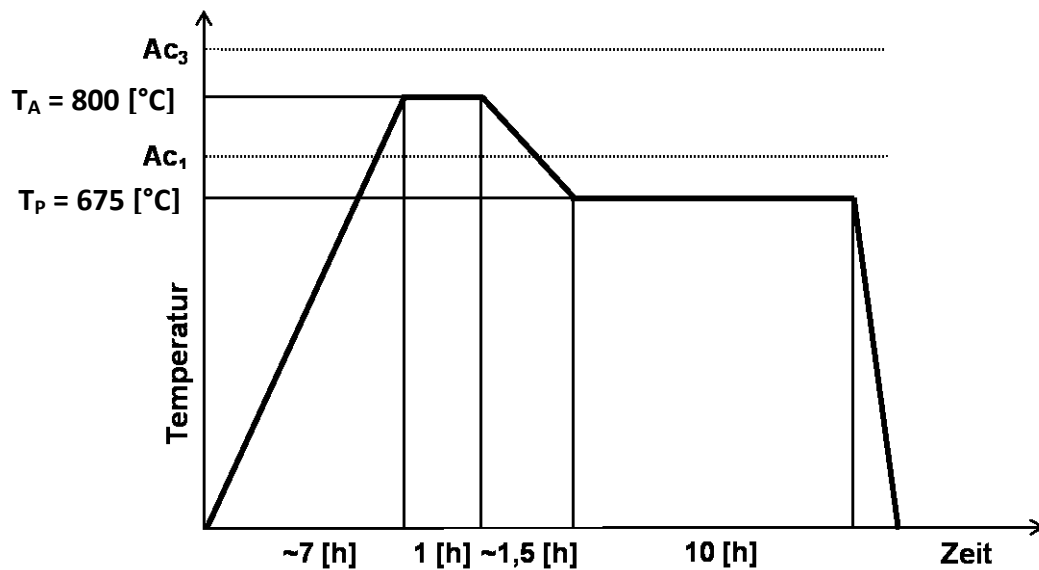


Abbildung 54: Temperatur-Zeit-Verlauf der isothermen Perlitglühung zur kleintechnischen Umsetzung

Die Aufheizdauer auf T_A , die Abkühldauer von Austenitisierung auf Perlitisierung und die Haltedauer während der Perlitisierung wurden in Anlehnung an die bestehende Wärmebehandlung von Buderus Edelstahl GmbH gewählt, um eine Vergleichbarkeit zwischen Versuch und Industriebedingungen zu gewährleisten. Am Ende der Glühung sollte, in Anlehnung an die Dilatometerversuche, rasch abgekühlt werden, um noch austenitische Bereiche martensitisch umwandeln zu lassen. So können diese in der späteren lichtmikroskopischen Analyse besser unterschieden werden.

5.4.2. Durchführung der Wärmebehandlung

Die Wärmebehandlung wurde im Vakuumofen des MCL's (Typ SysThermS VWC 446/6), siehe Abbildung 55, durchgeführt. Die Temperatur des Blocks wurde mittels 2 Thermoelementen, am Rand und im Kern überwacht.

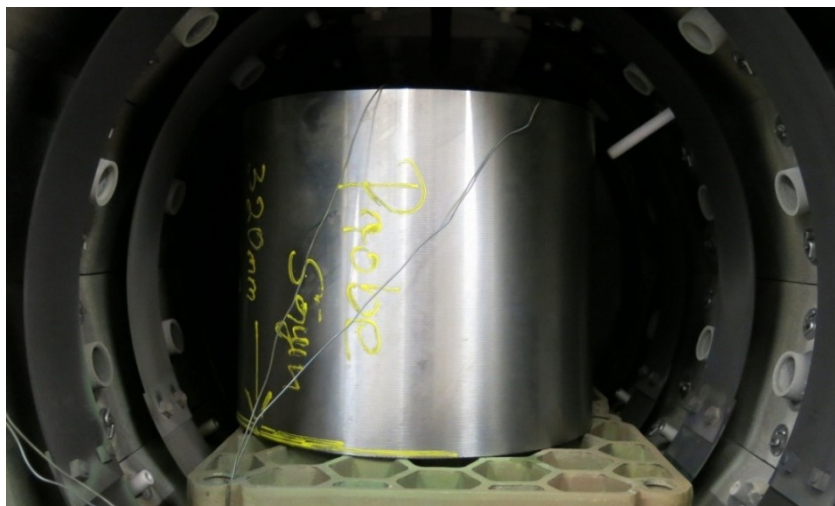


Abbildung 55: Versuchschargierung des Stahlblocks im Vakuumhärteofen des MCL

In Abbildung 56 ist der tatsächliche Temperatur-Zeit-Verlauf der Wärmebehandlung abgebildet. Die pinke und blaue Linie stellen die Soll- bzw. Ist-Temperatur des Ofens dar. Die grüne Linie zeigt die Randtemperatur und die graue Linie die Kerntemperatur des Blocks.

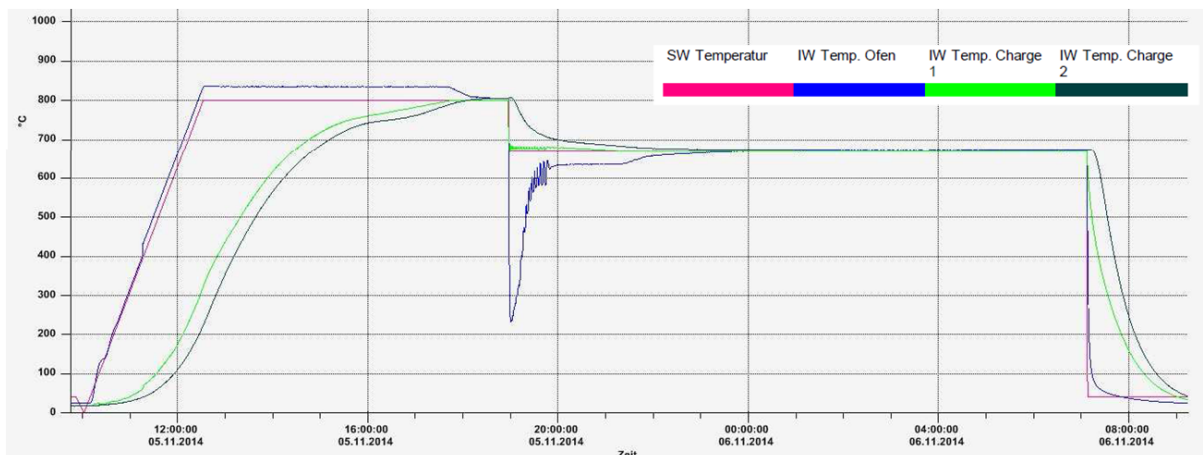


Abbildung 56: Temperatur - Zeit - Verlauf der Perlitisierungsglühung

Zur metallographischen Analyse wurde der Prüfling anschließend in 10 gleich dicke Scheiben zerteilt (Scheibenummerierung: 1 bis 10). Daraus wurden pro Scheibe je 2 Proben entnommen, welche den gesamten Bereich von Kern- bis Randzone abdecken (Probennummerierung: 1 bis 10 je Kern und Rand). Abbildung 57 zeigt a) den so zerteilten Rundling bzw. b) die Probenentnahmestelle mit Blickrichtung auf die Schlieffläche. Die roten Pfeile markieren die Blickrichtung auf den metallographischen Schliff.

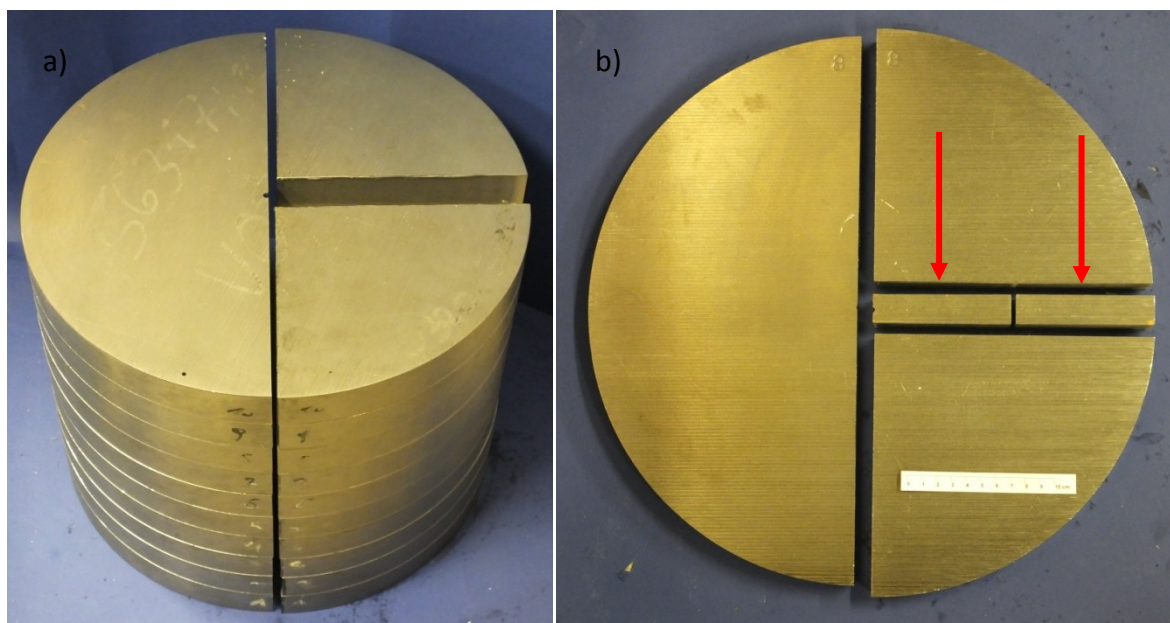


Abbildung 57: a) Zersägter Rundling mit Nummerierung der Scheiben von 1 bis 10; b) Probenentnahme und Blickrichtung

Zur Überprüfung der Härte der Seigerungszonen wurden Kleinlasthärtemessungen nach Vickers (HV1) sowohl in den Anreicherungs- als auch den Verarmungszonen durchgeführt. Es wurden pro Probe und Seigerungszeile 5 Härtewerte gemessen und daraus der Mittelwert gebildet (Abbildung 58). Die hellen Bereiche entsprechen den Verarmungszonen VZ. Bei den dunkleren Bereichen handelt es sich um Anreicherungszone AZ, welche einen höheren Legierungsgrad und somit eine höhere Härte aufweisen. Der Abstand zwischen den Mittelpunkten zweier Eindrücke betrug mindestens 90 µm. Die Ergebnisse der Härtemessung sind in Tabelle 11 angeführt.

Tabelle 11: Härte von Anreicherungs- und Verarmungszonen verschiedener Probenentnahmestellen

Scheiben-Nr.	Zone	Härte Mittelwert [HV1]	Härte Schwankungsbreite [HV1]
3	AZ	226	+12 / -7
3	VZ	169	+10 / -9
5	AZ	222	+10 / -18
5	VZ	165	+8 / -9
6	AZ	257	+17 / -20
6	VZ	159	+3 / -3

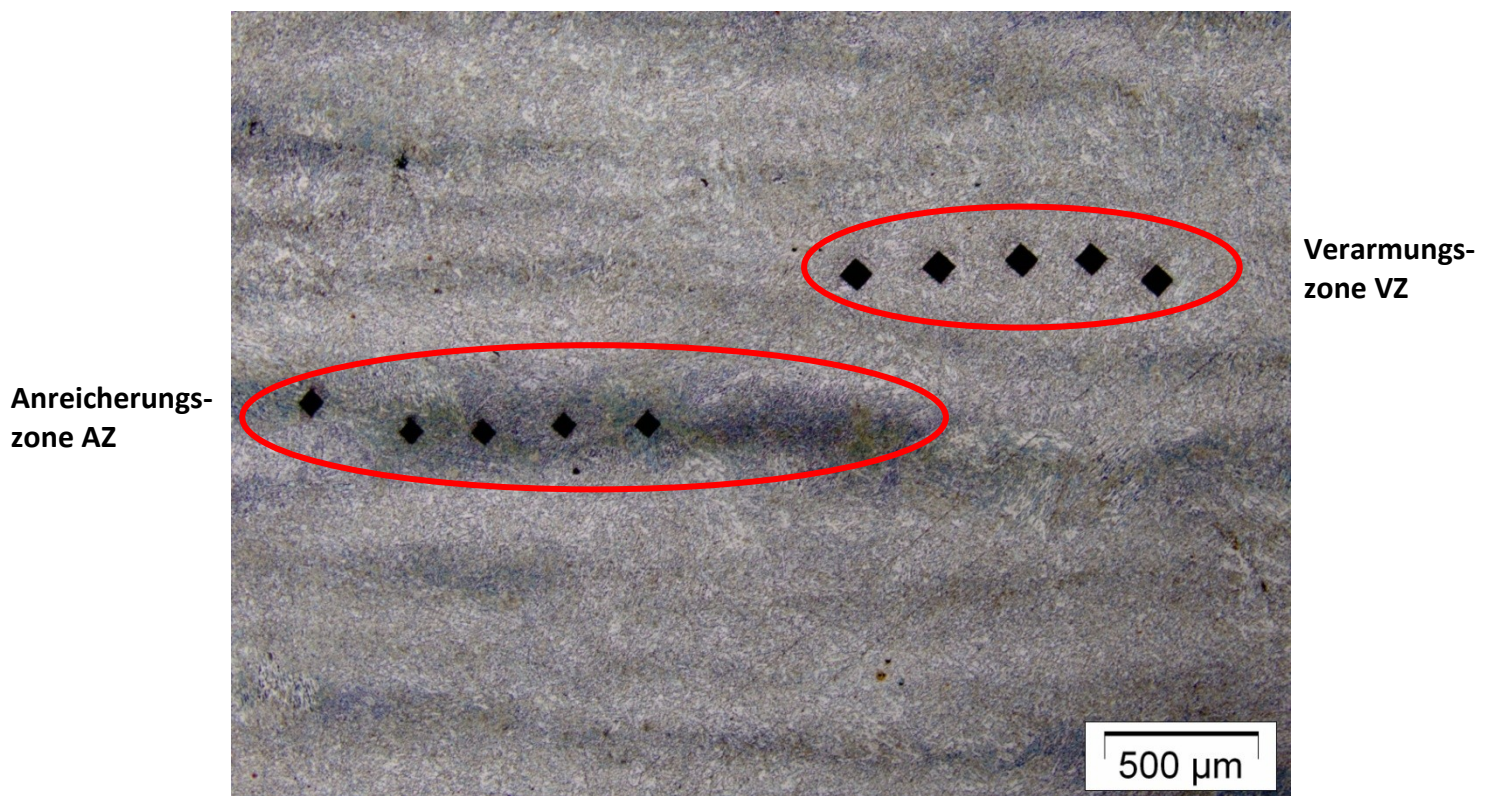


Abbildung 58: Härteprüfung nach Vickers in Anreicherungs- und Verarmungszonen der Probe 6

Die Härtewerte schwanken erwartungsgemäß sehr zwischen AZ und VZ. Dabei ist zu ergänzen, dass sich diese Messungen lediglich auf die lokale Härte innerhalb einer Seigerungszone beziehen. Der Höchstwert wird in einer Anreicherungszone der Probe 6 gemessen und beträgt 257 HV1. HV10 Messungen ergeben eine geringere Streuung der einzelnen Messwerte, da hier sowohl AZ als auch VZ im Härteeindruck liegen. Die Härte der Scheibe 6 beträgt im Mittel von 2x5 Messungen 163 HV10.

Bei einer Vergrößerung der Seigerungszone wird der Unterschied im Gefüge erkennbar. In den Anreicherungszone (Abbildung 59) liegen einzelne, lediglich wenige μm große, bräunlich-goldene Gefügebestandteile vor, bei denen es sich vermutlich noch um Härtezone (Martensit) handelt. Diese sind in einer Matrix aus Ferrit und eingeformten, fein verteilten Karbiden eingebettet. Vereinzelt lassen sich Gefügebereiche erkennen, welche länglich und parallel ausgerichtet sind. Dies sind klare Ähnlichkeiten zu einer bainitischen Struktur. Die Kleinlasthärte, die in diese Zonen gemessen wurde liegt jedoch deutlich unter der von Bainit, welcher bei der Ausgangslegierung eine Härte um 340 HV10 [5] aufweist. Zur Bestimmung der Härte innerhalb der vermeintlichen Härtezone ist eine Nanoindentation erforderlich. Diese wurde im Zuge der Diplomarbeit aus zeitlichen Gründen nicht durchgeführt. In den Verarmungszone (Abbildung 60) findet sich feinkörniges, ferritisches Gefüge mit eingeformten Karbiden an den Korngrenzen und teilweise im Inneren der Körner. Bezüglich des Umwandlungsgehaltes an Austenit und der Härte des entstandenen Gefüges kann die kleintechnische Umsetzung als erfolgreich angesehen werden.

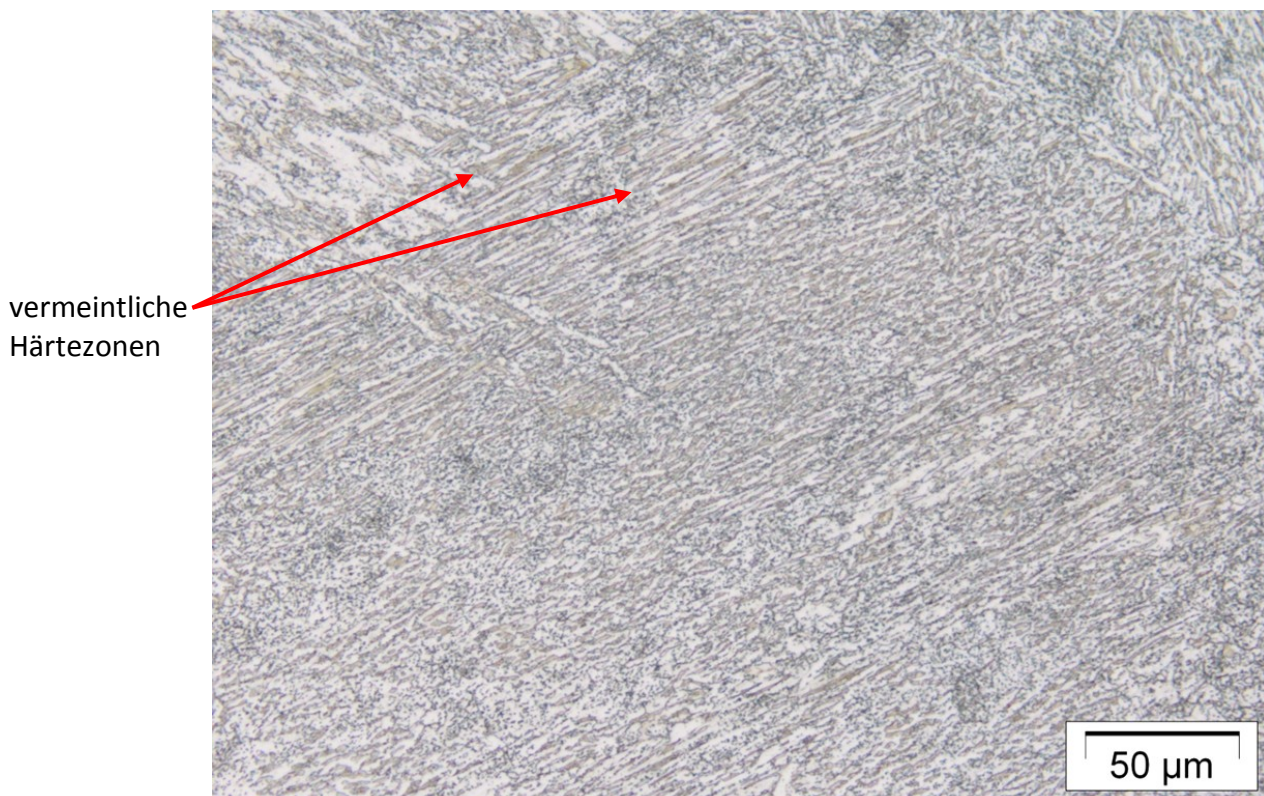


Abbildung 59: Anreicherungszone der Probe 6

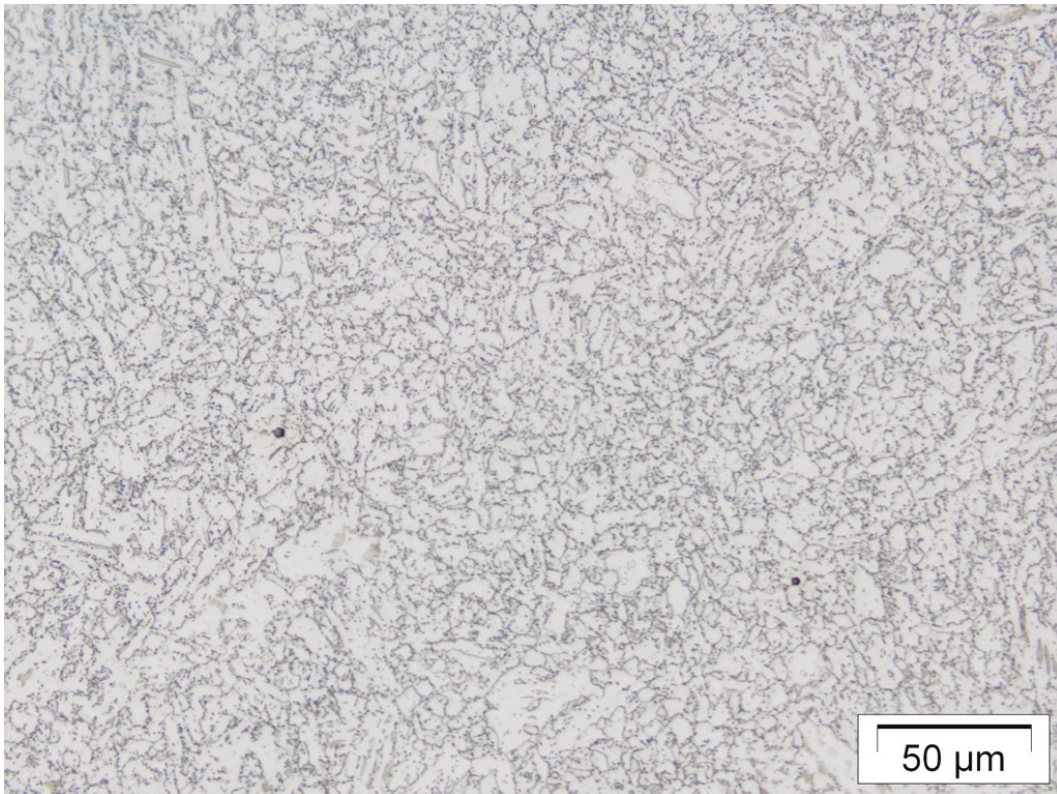


Abbildung 60: Verarmungszone der Probe 7

5.4.3. Ausblick und Optimierungsmöglichkeiten

Aufgrund der vielversprechenden Ergebnisse aus den Dilatometeruntersuchungen der Versuchslegierungen und der kleintechnischen Umsetzung kann ein großtechnischer Versuch in Kooperation mit dem Projektpartner Buderus Edelstahl GmbH angedacht werden. Hierbei soll die im Zuge der Diplomarbeit erstellte Wärmebehandlung unter Industriebedingungen (mittels Conti-Ofen) erprobt werden. Das Ergebnis dieser Erprobung kann aus zeitlichen Gründen nicht mehr in die Arbeit aufgenommen werden. Es sollen jedoch an dieser Stelle Optimierungsmöglichkeiten der Wärmebehandlung aufgezeigt werden. Abbildung 61 zeigt den Temperatur-Zeit-Verlauf der kleintechnischen Umsetzung mit einer Unterteilung der einzelnen Bereiche der Wärmebehandlung von I bis V.

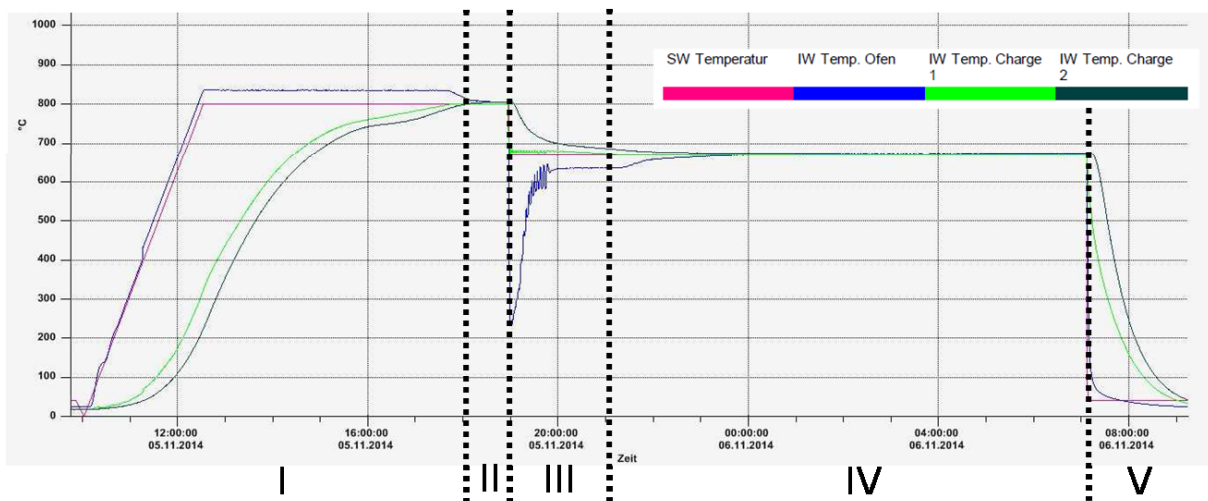


Abbildung 61: Optimierungsmöglichkeiten des kleintechnischen Versuchs zur Industriellen Erprobung

Die Schwierigkeit bei der Wärmebehandlung in einem Conti-Ofen besteht in einer konstanten Vorschubgeschwindigkeit des Ofenaggregates. Es kann also keine beliebige Haltedauer für unterschiedliche Temperaturbereiche gewählt werden. Daher sind die angeführten Optimierungspunkte lediglich als Stütze zur Erstellung der industriellen Wärmebehandlung zu sehen.

- Bereich I: Die Aufheizgeschwindigkeit auf T_A sollte so rasch wie möglich erfolgen. Dadurch wird für die spätere Perlitisierung zusätzliche isotherme Haltezeit gewonnen.
- Bereich II: Die Austenitisierungstemperatur kann in Richtung 770°C , bei gleichbleibender Haltedauer von 1 h, gesenkt werden. Dies würde, gegenüber einer T_A von 800°C , die Makrohärte geringfügig erhöhen und zu einem höheren Phasenanteil von Ferrit und Karbid innerhalb kritischer Seigerungszeilen führen.
- Bereich III: Die Abkühlung aus dem Austenitisierungsbereich in den Perlitisierungsbereich sollte schnellstmöglich durchgeführt werden, um die Homogenität des Austenits zu begrenzen und eine längere Perlitisierungsdauer zu erzielen.
- Bereich IV: Die Perlitisierung sollte bei einer Temperatur von 675°C und einer möglichst langen Haltedauer durchgeführt werden.
- Bereich V: Eine langsame Abkühlung nach beendeter Wärmebehandlung reduziert die Härte etwaiger vorhandener martensitischer oder bainitischer Gefügezonen durch Anlassen und senkt somit das Risiko von zeitverzögerter Schädigung.

6. Zusammenfassung

Zur Verhinderung einer zeitverzögerten Rissbildung in Folge einer Wärmebehandlung zur Perlitisierung des Einsatzstahls 18CrNiMo7-6 wurden kritische Seigerungszone von Stahlstäben großer Dimensionen hinsichtlich ihrer Zusammensetzung und ihres Phasenumwandlungsverhaltens untersucht. Als Ursache dieser Rissbildung wurde im Vorfeld eine Schädigungshypothese seitens des Materials Centers Leoben erstellt, die das Vorhandensein von Zugeigenspannungen, lokalen Härtezone und Wasserstoffanreicherungen dafür verantwortlich machte. Es wurde vermutet, dass die lokalen Härtezone durch eine seigerungsbedingte Anreicherung von Legierungselementen verursacht wurden, welche den dort vorherrschenden Legierungszustand extrem träge in seiner Phasenumwandlung von Austenit zu Ferrit und Karbid machen.

Es konnte mittels Elektronenstrahl-Mirkosondenanalyse eine lokale Anreicherung der Legierungselemente C, Si, Mn, Ni, Cr, und Mo nachgewiesen werden. Weiters konnte gezeigt werden, dass der C-Gehalt dieser Seigerungszone während der isothermen Perlitisierung ansteigt. Durch die Erstellung zweier Versuchslegierungen konnte die Legierungskomposition am Beginn (VL-A) und am Ende (VL-B) des Perlitisierungsvorganges nachgebildet werden.

Dilatometeruntersuchungen an diesen Legierungen lieferten eine Temperatur für die maximale Phasenumwandlungsgeschwindigkeit von Austenit in Ferrit und Perlit von 675 °C. Ein ausreichend hoher Umwandlungsanteil innerhalb einer wirtschaftlich vertretbaren Versuchsdauer konnte unter diesen Bedingungen nicht erzielt werden. Durch eine Senkung der Austenitierungstemperatur in das 2-Phasengebiet Austenit und Ferrit konnte eine erhebliche Steigerung der Umwandlungsgeschwindigkeit erzielt werden. Der Grund dafür liegt in einer Erhöhung der Grenzfläche pro Volumseinheit durch unvollständige Austenitierung. Diffusionsgesteuerte Umwandlungsprozesse wie etwa die Ferrit- oder Karbidbildung laufen auf diesem Weg über heterogene Keimbildung und somit in kürzeren Zeiten ab. Auch wirkt sich eine inhomogene Kohlenstoffverteilung innerhalb des Austenits positiv auf die Keimbildung aus. Bereiche mit geringerer Kohlenstoffkonzentration besitzen eine höhere Phasenumwandlungstemperatur (A_{C3}) und wandeln deshalb in Folge einer Abkühlung früher in Ferrit und Perlit um. Das Gefüge mit der geringsten Härte von 187 HV10 wurde bei VL-B und einer Austenitierungstemperatur von 800 °C bei anschließender isothermer Perlitisierung bei 675 °C für 24 h erzielt.

Die Ergebnisse der Dilatometrie wurden zur Erstellung einer Wärmebehandlung verwendet, die im Zuge eines kleintechnischen Versuches geprüft werden sollte. Dabei galt es, gezielt die umwandlungsträgen, kritischen Seigerungszone in Ferrit und Perlit überzuführen. So

sollte ein möglichst weiches und homogenes Gefüge eingestellt werden, um zeitverzögerte Rissbildung zu verhindern.

Die Ergebnisse dieser Wärmebehandlung hinsichtlich entstandenem Gefüge und Härte sind als vielversprechend einzuordnen. Es konnten keine Härtezonen gefunden werden, welche die Dicke von einigen μm überstiegen und die Makrohärte des Prüflings betrug lediglich 163 HV10. Es werden jedoch noch Nanoindentor-Messungen durchgeführt, um die Härte der vermeintlich martensitischen Zonen zu bestimmen. Erst dann kann eine Aussage darüber gemacht werden ob diese Zonen anfällig auf zeitverzögerte Schädigungen sind.

Im Anschluss an die Diplomarbeit ist die Erprobung der erstellten Wärmebehandlung im großtechnischen Maßstab durch den Industriepartner Buderus Edelstahl GmbH geplant.

Literaturverzeichnis

- [1]. **C. Puschmann, S. Marsoner.** *Bruchanalyse an Stahlproben aus großen Blöcken.* Materials Center Leoben, 2014.
- [2]. **Clemens, H.** Vorlesungsskriptum zu Metallkunde I. Leoben, 2012.
- [3]. **Eisenhüttenleute, Verein Deutscher.** *Aufstellung von Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubildern für Eisenlegierungen.* Düsseldorf : Verlag Stahleisen mbH, 1990.
- [4]. *Werkstoffkunde Stahl Band 1: Grundlagen.* Berlin Heidelberg New York Tokyo : Springer-Verlag, 1984.
- [5]. **B. Friessnegger, S. Marsoner.** *Aufnahme von 6 Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubildern (ZTU) am Werkstoff 1.6587.* Materials Center Leoben, 2014.
- [6]. **Gottstein, Prof. Dr. Günter.** *Physikalische Grundlage der Materialkunde 3. Auflage.* Aachen : Springer Verlag, 2007.
- [7]. **Eckstein, Prof. Dr.-Ing. habil. Hans-Joachim.** *Wärmebehandlung von Stahl - Metallkundliche Grundlagen.* Leipzig : VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1971.
- [8]. **Bargel, Prof. Dipl.-Ing. Hans-Jürgen.** *Werkstoffkunde.* Heidelberg : Springer Verlag, 2008.
- [9]. **Hans Berns, Werner Theisen.** *Eisenwerkstoffe - Stahl und Gusseisen.* Berlin Heidelberg : Springer Verlag, 2008.
- [10]. **Lesoult, G.** Macrosegregation in steel strands and ingots: Characterisation, formation and consequences. *Materials Science and Engineering.* 2005, A 413-414.
- [11]. **JACOBI, H.** *Gießen und Erstarren von Stahl.* Düsseldorf : Generaldirektion Wissenschaftliche und Technische Information und Informationsmanagement, 1977.
- [12]. **Ted F. Majka, David K. Matlock, George Krauss.** Development of Microstructural Banding in Low-Alloy Steel with Simulated Mn Segregation. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2002, Bd. Volume 33A.
- [13]. **Bastien, Paul G.** The Mechanism of Formation of Banded Structures. *Journal of Iron and Steel Institute.* Tenth Hatfield Memorial Lecture, 1957.
- [14]. **Buderus Edelstahl GmbH.** Unternehmenspräsentation. Wetzlar, 2013.
- [15]. **Eisenhüttenleute, Verein Deutscher.** *Werkstoffkunde Stahl Band 2: Anwendung.* Berlin Heidelberg New York Tokyo : Springer Verlag, 1985.
- [16]. **Weißbach, Wolfgang.** *Werkstoffkunde - Strukturen, Eigenschaften, Prüfung.* Wiesbaden : Viewegs Fachbücher der Technik, 2007.

[17]. **Thelning, K. E.** *Steel and its heat treatment - Second Edition*. Smedjebacken-Boxholm Stài AB, Sweden : Butterworth-Heinemann, 1984.

[18]. **J. Krawczyk, P. Bala, B. Pawlowski.** Kinetics of phase transformations of undercooled austenite in 18CrNiMo7-6 steel applied for toothed wheels. *Archives of Foundry Engineering*. 2010, Volume 10.

[19]. **J. Krawczyk, B. Pawlowski, P. Bala.** Banded microstructure in forged 18CrNiMo7-6 steel. *Metallurgy and Foundry Engineering*. 2009, Volume 35.

[20]. **Kozeschnik, E.** *MatCalc Version 5.60*. Vienna University of Technology : Institute of Materials Science and Technology.

[21]. *Mobility Database "mc_fe_V1.001"*. Vienna University of Technology : Institute of Materials Science and Technology.

[22]. *Thermodynamic Database "mc_fe_V1.021"*. Vienna University of Technology : Institute of Materials Science and Technology.

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1: Prozessablauf der bestehenden Wärmebehandlung nach Schmiedeende (schematisch)	3
Abbildung 2: Ist-Temperatur-Verlauf des Kerns bei bestehender Wärmebehandlung.....	4
Abbildung 3: Riss nach beendeter Perlitisierungsglühung.....	5
Abbildung 4: Bruchfläche mit Indizien auf wasserstoffinduzierten Bruch [1]	6
Abbildung 5: Zusammenhang ZTU-Schaubild und Phasendiagramm [2].....	7
Abbildung 6: Isotherme ZTU-Schaubilder der Positionen Kern, halber Radius und Rand [5] ...	8
Abbildung 7: Methodischer Ansatz	9
Abbildung 8: Lamellare Anordnung des Perlits und C-Konzentrationsverlauf [6].....	10
Abbildung 9: Bildung und Wachstum von Perlitkolonien [6].....	11
Abbildung 10: Schematischer Verlauf der Eiformung von Zementitlamellen [8].....	12
Abbildung 11: Kontinuierliches (links) und isothermes (rechts) ZTA-Schaubild eines 15CrNi6 [8]	14
Abbildung 12: Einfluss von Legierungsanteilen auf A_{C1} und Schmelztemperatur T_m [7]	16
Abbildung 13: Einfluss verschiedener Legierungselemente auf die Lage der Umwandlungsbereiche [8]	16
Abbildung 14: Einfluss von C-Gehalt und Abkühlungsdauer auf die entstehenden Gefüge in einer 14CrNi14 Matrix [4]	17
Abbildung 15: (a) Erstarrungsstruktur und C-Verteilung (b) Schwefelabdruck nach Baumann [10]	19
Abbildung 16: Entstehung von erstarrungsbedingten Konzentrationsunterschieden [9].....	20
Abbildung 17: Konzentrationsunterschied eines Zonenmischkristalls [8].....	20
Abbildung 18: Auswirkungen von Si Seigerungen auf die A_{C1} - und A_{C3} -Temperatur [4].....	22
Abbildung 19: Ausgleich der Kohlenstoffaktivität einer Si Seigerung [4]	23
Abbildung 20: Herstellroute der Stahlrundlinge [14].....	24
Abbildung 21: ZTU-Schaubild (18CrNiMo7-6) repräsentativ für den Kern eines Stahlstabs mit ca. 400 mm Durchmesser [5]	25

Abbildung 22: Lichtmikroskopische Aufnahme der Messposition der ESMA.....	26
Abbildung 23: ESMA - Jeol JXA 8230 der Voestalpine Stahl Donawitz GmbH	27
Abbildung 24: Materialzustände für ESMA.....	27
Abbildung 25: Temperatur - Zeit - Verlauf der Austenitisierung	28
Abbildung 26: Kohlenstoffverteilung innerhalb kritischer Seigerung laut ESMA des Materialzustandes B (oben) und A (unten).....	29
Abbildung 27: Chromverteilung innerhalb kritischer Seigerung laut ESMA des Materialzustandes B (oben) und A (unten).....	30
Abbildung 28: Temperatur - Zeit - Verlauf der Perlitisierung mit Anreicherung von C in Seigerungszonen	32
Abbildung 29: Vakuuminduktionsschmelzofen der Firma Comtes FHT.....	33
Abbildung 30: Gefüge von VL-A nach beendeter Normalisierung.....	35
Abbildung 31: Gefüge von VL-B nach beendeter Normalisierung.....	35
Abbildung 32: Messaufbau im Dilatometer der Firma TA Instruments vom Typ DIL 805L	36
Abbildung 33: Längenänderung dL über Temperatur T der VL-B zur Bestimmung von A_{C1} und A_{C3}	37
Abbildung 34: Schematischer $T - t$ - Verlauf eines isothermen Dilatometerversuchs.....	38
Abbildung 35: Gefüge von VL-A nach isothermer Haltedauer von 24 h bei 675 °C.....	40
Abbildung 36: Gefüge von VL-A nach isothermer Haltedauer von 24 h bei 700 °C.....	41
Abbildung 37: Gefüge von VL-A nach isothermer Haltedauer von 63 h bei 675 °C.....	41
Abbildung 38: Gefüge von VL-B nach isothermer Haltedauer von 24 h bei 650 °C.....	42
Abbildung 39: Gefüge von VL-B nach isothermer Haltedauer von 24 h bei 675 °C.....	42
Abbildung 40: Gefüge von VL-B nach isothermer Haltedauer von 24 h bei 700 °C.....	43
Abbildung 41: Gefüge von VL-B nach isothermer Haltedauer von 63 h bei 650 °C.....	43
Abbildung 42: Gefüge von VL-B nach isothermer Haltedauer von 63 h bei 675 °C.....	44
Abbildung 43: Umwandlungsanteile von Austenit in Ferrit und Karbid bei unterschiedlichen Perlitisierungstemperaturen	44
Abbildung 44: ZTU-Schaubild des Ausgangswerkstoffes mit eingetragenen Umwandlungsbeginn der VL-A und VL-B	45

Abbildung 45: Gefüge von VL-B nach isothermer Haltedauer von 24 h bei 675 °C nach einer Austenitisierung bei 830 °C	47
Abbildung 46: Gefüge von VL-B nach isothermer Haltedauer von 24 h bei 675 °C nach einer Austenitisierung bei 800 °C	47
Abbildung 47: Gefüge von VL-B nach isothermer Haltedauer von 24 h bei 675 °C nach einer Austenitisierung bei 770 °C	48
Abbildung 48: Gefüge von VL-B nach isothermer Haltedauer von 24 h bei 675 °C nach einer Austenitisierung bei 740 °C	48
Abbildung 49: Schematische Darstellung der Austenitisierung im 2-Phasengebiet α und γ ...	49
Abbildung 50: Dilatometerkurven der VL-B bei unterschiedlichen Austenitisierungstemperaturen.....	50
Abbildung 51: Versuchslegierung B, $T_A=870^\circ\text{C}$, $t_A=1$ h, rasche Abkühlung unter M_s	51
Abbildung 52: Versuchslegierung B, $T_A=800^\circ\text{C}$, $t_A=1$ h, rasche Abkühlung unter M_s	52
Abbildung 53: VL-A nach Haltedauer $t_p= 24$ h bei 675 °C nach einer Austenitisierung bei 800 °C	52
Abbildung 54: Temperatur-Zeit-Verlauf der isothermen Perlitisierungsglühung zur kleintechnischen Umsetzung	54
Abbildung 55: Versuchschargierung des Stahlblocks im Vakuumhärteofen des MCL	54
Abbildung 56: Temperatur - Zeit - Verlauf der Perlitisierungsglühung.....	55
Abbildung 57: a) Zersägter Rundling mit Nummerierung der Scheiben von 1 bis 10; b) Probenentnahme und Blickrichtung	55
Abbildung 58: Härteprüfung nach Vickers in Anreicherungs- und Verarmungszonen der Probe 6	56
Abbildung 59: Anreicherungszone der Probe 6	57
Abbildung 60: Verarmungszone der Probe 7	58
Abbildung 61: Optimierungsmöglichkeiten des kleintechnischen Versuchs zur Industriellen Erprobung.....	59