



**In-situ Beobachtung von  
Austenitkornwachstum und  
Phasenumwandlungen in Stählen mittels  
Hochtemperatur-Laser-Scanning-Konfokal-  
Mikroskopie**

Masterarbeit

eingereicht von

**Nora Fuchs**

am Lehrstuhl für Eisen- und Stahlmetallurgie an der Montanuniversität Leoben  
zur Erlangung des akademischen Grades

Diplomingenieurin

in der Studienrichtung Eisen- und Stahlmetallurgie



## Kurzfassung

Die Produktionsparameter der Hochtemperaturprozesse der Stahlherstellung (Vergießen, Walzen, Schmieden, Wärmebehandeln) hängen maßgeblich von der Kinetik von Kornwachstum, Rekristallisation, Ausscheidung und Phasenumwandlung ab. Die Hochtemperatur-Laser-Scanning-Konfokal-Mikroskopie (HT-LSCM) hat sich in den letzten 20 Jahren als Methode der in-situ-Beobachtung dieser Vorgänge etabliert. Ein Schwerpunkt der vorliegenden Arbeit ist die Entwicklung einer durchgehenden Methodik der Probenherstellung, -bearbeitung, -untersuchung und der nachfolgenden bildanalytischen Auswertung für die Beobachtung des Kornwachstums in Stählen. Die Arbeit zeigt, dass das Umschmelzen und Schleudergießen von Proben mit nachfolgender Warmmassivumformung zu homogenen Proben und hervorragend reproduzierbaren Messergebnissen führt. Die erarbeitete Methodik wird für die Untersuchung des Kornwachstums in binären und ternären Eisenbasislegierungen bei Temperaturen von zwischen 950 und 1250 °C angewendet. Der Einfluss von Legierungselementen wie Kohlenstoff, Chrom oder Molybdän ist hier ebenso deutlich zu erkennen wie jener von Ausscheidungen, im Speziellen von Aluminiumnitrid. Schließlich wird auch die Austenitumwandlung im Zuge der Abkühlung untersucht und die bestimmten Umwandlungstemperaturen mit den Ergebnissen von Dilatometermessungen und Modellberechnungen verglichen. Die Methodik erweist sich als sensitiv gegenüber dem Einfluss der Austenitisierungstemperatur, der Haltedauer und der Kühlrate. Die Übereinstimmung mit den Ergebnissen der Dilatometermessungen ist ausgezeichnet. Die HT-LSCM erweist sich als effiziente und präzise Methode zur Untersuchung von Kornwachstum und Phasenumwandlungen in Stählen bei hohen Temperaturen, die erarbeitete Methodik wird in Zukunft als standardisiertes Messverfahren verwendet.

---

## Abstract

High-temperature processing parameters in steel production (casting, rolling, hot forming, heat treatment) are significantly influenced by the kinetics of grain growth, recrystallization, precipitations and phase transformations. Over the last 20 years, High-temperature Laser Scanning Confocal Microscopy (HT-LSCM) has been established for the in-situ observation of these processes. One focus of the present master thesis is the development of a continuous investigation method for austenite grain growth, which consists of sample production and adaptation, in-situ observation, and analysis. This master thesis shows that remelting and centrifugal casting of samples with subsequent hot forging leads to homogeneous samples and excellent reproductive measurement results. The prepared method is used for observation of the grain growth in binary and ternary iron-based alloys at temperatures between 950 and 1250 degrees. The influence of alloying elements such as carbon, chromium and molybdenum is as clearly visible as that of precipitates, especially aluminum nitrides. Finally, the austenite transformation during the cooling process is observed. The determined transformation temperatures are then compared with the results of dilatometer measurements and model calculations. This method proves to be very sensitive to the influence of the austenitization temperature, the holding period and cooling rate. The accordance with the results of the dilatometer measurement is excellent. The HT-LSCM turns out to be an efficient and precise method for observation of grain growth and phase transformations in steels at high temperature. In the future, the compiled method will be used as a standardized measurement procedure.

## Eidesstattliche Erklärung

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

.....  
Nora Fuchs

# Inhaltsverzeichnis

<b>Kurzfassung</b> .....	<b>I</b>
<b>Abstract</b> .....	<b>II</b>
<b>Eidesstattliche Erklärung</b> .....	<b>III</b>
<b>Inhaltsverzeichnis</b> .....	<b>I</b>
<b>1 Einleitung</b> .....	<b>1</b>
<b>2 Austenitkornwachstum</b> .....	<b>3</b>
2.1 Korngrenzen und ihre Bewegung .....	5
2.1.1 Widerstandskraft durch gelöste Atome (Solute drag effect).....	7
2.1.2 Widerstandskraft durch Ausscheidungen (Pinning effect) .....	8
2.2 Austenitkornwachstum im HT-LSCM .....	10
2.2.1 HT-LSCM.....	10
2.2.2 Thermisches Ätzen .....	11
2.2.2.1 Korngrenzen in der Hochtemperaturmikroskopie.....	12
<b>3 Kornwachstumsversuche</b> .....	<b>17</b>
3.1 Probenherstellung .....	17
3.2 Versuchsdurchführung .....	22
3.3 Versuchsablauf im HT-LSCM .....	23
3.4 Probenanalyse .....	25
3.5 Ergebnisse und Diskussion .....	27
3.5.1 Gefüge vor den HT-LSCM Versuchen.....	27
3.5.2 HT-LSCM Untersuchungen .....	31

3.5.2.1	Fe015C .....	31
3.5.2.2	Fe015C003Al.....	33
3.5.3	HT-LSCM Ergänzungsversuche: Einfluss AlN .....	35
3.5.4	HT-LSCM Ergänzungsversuche: Einfluss Gefügeinhomogenitäten .....	39
3.6	Zusammenfassung der Kornwachstumsuntersuchungen .....	46
<b>4</b>	<b>Phasenumwandlungen .....</b>	<b>49</b>
4.1	Phasenumwandlungen in der Hochtemperaturmikroskopie .....	50
<b>5</b>	<b>Phasenumwandlungsuntersuchungen .....</b>	<b>53</b>
5.1	Temperaturzyklen .....	53
5.2	Versuchsdurchführung und Auswertung der Phasenumwandlungsuntersuchungen 55	55
5.3	Ergebnisse und Diskussion .....	56
5.3.1	Ergebnisse Temperaturzyklus 1 .....	56
5.3.2	Ergebnisse Temperaturzyklus 2 & 3.....	58
5.3.3	Ergebnisse Temperaturzyklus 4 & 5.....	62
5.3.4	Vergleich mit Dilatometermessungen.....	63
5.3.5	Konzentrationsprofile der Elemente C und Mn.....	65
5.3.6	Nb-Stähle.....	72
5.4	Zusammenfassung der Phasenumwandlungsmessungen.....	74
<b>6</b>	<b>Resümee und Ausblick.....</b>	<b>77</b>
	<b>Literaturverzeichnis .....</b>	<b>80</b>
	<b>Abbildungsverzeichnis .....</b>	<b>85</b>
	<b>Tabellenverzeichnis .....</b>	<b>89</b>
<b>A</b>	<b>Anhang.....</b>	<b>1</b>
A.1	ZTU-Diagramme der Fe-C-Mn Legierungen.....	1

# 1 Einleitung

Aufgrund des maßgeblichen Einflusses von Phasenumwandlungen und Austenitkornwachstum auf die Produktionsparameter der Stahlherstellung bzw. die mechanischen Eigenschaften des Endproduktes ist die Kenntnis über die Kinetik der beiden Prozesse eine wichtige Voraussetzung zur Erzeugung von qualitativ hochwertigen Produkten. Die Hochtemperatur-Laser-Scanning-Konfokal-Mikroskopie (HT-LSCM) hat sich in den letzten 20 Jahren als Methode zur Charakterisierung dieser Vorgänge etabliert. Durch die Erzeugung eines thermischen Ätzeffektes lassen sich somit Keimungs-, Umwandlungs-, Erstarrungs- aber auch Kornwachstumsvorgänge in situ beobachten. Eine digitale Videoaufnahme ermöglicht dabei eine nachträgliche Analyse der beobachteten Vorgänge. Die vorliegende Masterarbeit beschäftigt sich nun mit der Frage, welchen Einfluss der Ausgangszustand der Probe auf die HT-LSCM Untersuchungen hat bzw. welche Möglichkeit aber auch Limitierungen sich hinsichtlich von Kornwachstums- und Phasenumwandlungsuntersuchungen ergeben. Dazu wird eine Reihe von Modelllegierungen an einer Hochfrequenzschmelzanlage mit anschließendem Schleuderguss erzeugt, um den Einfluss von Umformung, betrachteter Fläche, Lage und Geometrie auf das Ergebnis beider Vorgänge zu untersuchen. Des Weiteren wird untersucht, wie sich Inhomogenitäten und somit Anreicherungen von Legierungselementen über die Probenmatrix auf das Kornwachstumsverhalten auswirken und inwieweit die erhaltenen Ergebnisse sich über Kornwachstumsmodelle nachstellen lassen. In Bezug auf die Phasenumwandlungsuntersuchungen werden zudem die Einflüsse von Austenitisierungstemperatur und –dauer, sowie die Änderung der Abkühlrate auf die auftretende Phasenumwandlung analysiert. Die Ergebnisse der Phasenumwandlungsuntersuchungen werden anschließend am Dilatometer überprüft. Zudem wird geprüft, ob es im Laufe der HT-LSCM Versuche zu einer Änderung der Oberflächenbedingungen kommt, was einen starken Einfluss auf das

Versuchsergebnis haben könnte. Aus den erhaltenen Ergebnissen wird schlussendlich einen ideale Versuchsmethodik für alle folgenden Versuche am HT-LSCM abgeleitet.

## 2 Austenitkornwachstum

Austenitkorngröße bzw. Austenitkornwachstum stellen in beinahe allen Hochtemperaturprozessen der Stahlherstellung einen kritischen Parameter dar, da die primäre Austenitkorngröße eine Vielzahl an Eigenschaften des Endprodukts bestimmt. Dazu gehören Festigkeit, Kriechbeständigkeit, Ermüdungsverhalten sowie elektrische und magnetische Eigenschaften [1]. Bei der Herstellung von Warmband stellt Austenitkornwachstum einen wichtigen Vorgang sowohl im Stoßofen, als auch zwischen den Walzgerüsten nach erfolgter Rekristallisation dar. Die Austenitkorngröße nach dem Walzprozess ist dabei zusammen mit der Abkühlbedingung ausschlaggebend für die finale Ferritkorngröße und den damit verbundenen mechanischen Eigenschaften des Produktes [2]. Im Bereich des Schweißens stellt die Größe der Austenitkörner in der Wärmeeinflusszone einen wichtigen Parameter hinsichtlich der Qualität des Schweißgutes dar, da das Wachstum der Austenitkörner im Schweißmetall epitaktisch von der Wärmeeinflusszone ausgeht. Mit der sich einstellenden Austenitkorngröße ist wiederum die Kinetik der Phasenumwandlung während der Abkühlung der Schweißnaht verbunden [3]. Auch beim Stranggießen von Stahl wird der Austenitkorngröße eine wichtige Bedeutung zugesprochen. Bei konventionellen Gießprozessen befindet sich die Oberflächentemperatur für einige Minuten zwischen der Solidus- und der Ausscheidungstarttemperatur. Dadurch ergibt sich eine sehr große Triebkraft für das Austenitkornwachstum, wobei sich in Abhängigkeit der Stahlzusammensetzung Korngrößen bis hin zu einigen Millimetern ergeben können. Derart große Austenitkörner haben einen schlechten Einfluss auf die Duktilität bei hohen Temperaturen, da sie den Bereich des sogenannten zweiten Duktilitätsminimums erweitern. Der Einfluss der Austenitkorngröße auf die Ausprägung des zweiten Duktilitätsminimums von Stählen wird im Allgemeinen folgenden vier Phänomenen zugeschrieben [4]:

- Der erschwerte Rissfortschritt durch die große Anzahl an Tripelpunkten.



Bewegung ist die Grundlage aller Rekristallisations- und Kornwachstumsvorgänge die während Hochtemperaturprozessen auftreten, sofern die Korngrenze keiner Rückhaltekraft ausgesetzt ist. Einen Überblick über den Mechanismus der Korngrenzenbewegung und die Einflüsse darauf soll in den nächsten Kapiteln gegeben werden.

## 2.1 Korngrenzen und ihre Bewegung

Korngrenzen sind Gitterdefekte, die Bereiche derselben kristallinen Struktur, aber unterschiedlicher Orientierung voneinander trennen [6]. Dabei ist die Wanderung einer Korngrenze äquivalent zum Wachstum eines Kristalliten auf die Kosten eines benachbarten. Dafür nötig sind ein diffusiver Transportprozess von Atomen über die Grenzfläche, sowie die Erzeugung von Gitterplätzen an der Oberfläche des wachsenden Korns und die Zerstörung von Gitterplätzen an der Oberfläche des schrumpfenden Korns. Vereinfacht lässt sich also sagen, dass Kornwachstum ein Austausch von Gitterplätzen über die Korngrenze ist [6]. Im einfachsten Fall einer schmalen Korngrenze die durch einen einzigen atomaren Sprung überwunden werden kann, stellt jedes über die Korngrenze übertragenes Atom des Durchmessers  $b$ , eine Versetzung der Korngrenze um eben diesen Durchmesser dar. Dadurch ergibt sich für die Geschwindigkeit der Korngrenze folgender, in **Formel 2-1** angegebener, Zusammenhang [7]

$$v = b * (\Gamma_+ - \Gamma_-) \quad \text{2-1}$$

wobei  $\Gamma_+$  und  $\Gamma_-$  die Sprungfrequenzen sind. Wenn zwischen den benachbarten Körnern die Differenz der Gibbs'sche freien Energie gleich null ist, ergibt sich auch für  $(\Gamma_+ - \Gamma_-) = 0$ , dh. es findet keine Bewegung statt. Wenn die freie Energie der Kristallite jedoch unterschiedlich ist, ergibt sich eine Triebkraft  $P$  für den Transport von Atomen über die Grenzfläche (**Formel 2-2**):

$$P = -\frac{dG}{dv} \quad \text{2-2}$$

Dadurch gewinnt jedes Atom vom Volumen  $\sim b^3$  die freie Energie  $Pb^3$  wenn es in das wachsende Korn eingebaut wird, bzw. muss diese Energie freigeben wenn es sich in die entgegengesetzte Richtung bewegt. Die Triebkraft für die Korngrenzenbewegung hat die Dimension einer Energie pro Volumeneinheit was äquivalent zu einem Druck ist, der auf die Korngrenze wirkt. Eine Triebkraft für die Korngrenzenwanderung entsteht immer dann, wenn die Wanderung der Grenze zu einer Verringerung der totalen freien Energie führt, also im Prinzip

immer wenn ein Gradient einer thermodynamischen Größe besteht. Ein Überblick über die verschiedenen Triebkräfte ist in **Tabelle 2-1** gegeben [6].

**Tabelle 2-1: Triebkräfte für Korngrenzenbewegung [6].**

Ursprung/Quelle	Formel	Parameter	Zu erwartende Triebkraft [MPa]
Gespeicherte Verformungsenergie	$P = \frac{1}{2} \rho \mu b^2$	$\rho$ ... Versetzungsdichte $\frac{1}{2} \mu b^2$ ... Versetzungsenergie	10
Korngrenzenenergie	$P = \frac{2\gamma}{R}$	$\gamma$ ...Korngrenzenenergie R... Radius der Korngrenzenkrümmung	$10^{-2}$
Oberflächenenergie	$P = \frac{2\Delta\gamma^s}{d}$	d... Probendicke $\Delta\gamma_s$ ...Differenz der Oberflächenenergien zwei benachbarter Körner.	$2 \cdot 10^{-4}$
Chemische Triebkraft	$P = R (T_1 * T_0) * c_0 \ln c$	$C_0$ ...Konzentration=maximale Löslichkeit bei $T_0$ $T_1 (< T_0)$ ... Glühtemperatur	$6 \cdot 10^2$
Magnetisches Feld	$P = \frac{\mu_0 H^2 \Delta\chi}{2} * (\cos^2 \theta_1 - \cos^2 \theta_2)$	H... magnetische Feldstärke $\Delta\chi$ ... Differenz der magnetischen Suszeptibilität $\Theta$ ...Winkel zwischen z-Achsen und Feldrichtung	$3,5 \cdot 10^{-4}$
Elastische Energie	$P = \frac{\tau^2}{2} * \left( \frac{1}{E_1} - \frac{1}{E_2} \right)$	$\tau$ ...Elastische Spannung $E_1, E_2$ ...E-Modul benachbarter Körner	$2,5 \cdot 10^{-4}$
Temperaturgradient	$P = \frac{\Delta S 2\lambda \text{grad} T}{\Omega a}$	$\Delta S$ ... Entropiedifferenz zwischen KG und Kristall gradT...Temperaturgradient $2\lambda$ ...KG-Dicke $\Omega_a$ ...molares Volumen	$4 \cdot 10^{-5}$

Unter der Annahme einiger Vereinfachungen [6] ergibt sich schließlich aus **Formel 2-1** und **Formel 2-2** der Zusammenhang:

$$v = m * \sum P \quad 2-3$$

Dieses simple Modell liefert einen Zusammenhang von Triebkraft und der Korngrenzenmobilität  $m$ . Die Korngrenzenmobilität fasst dabei alle Einflussfaktoren die auf die Beweglichkeit einer Korngrenze wirken zusammen. Trifft eine Korngrenze auf einen anderen Defekt im Kristall, beginnen die beiden Defekte zu interagieren, was sich auf die Mobilität der Korngrenze auswirkt. Solche Defekte können Leerstellen, Versetzungen, gelöste Atome, aber auch thermische Korngrenzenfurchen sein. All diese Defekte üben eine Widerstandskraft auf die Korngrenze aus und hemmen so ihre Bewegung.

### 2.1.1 Widerstandskraft durch gelöste Atome (Solute drag effect)

Es ist allgemein bekannt, dass in Reinstoffen die Bewegung von Korngrenzen um ein Vielfaches schneller verläuft als in Legierungen [8,9]. Grund ist der Effekt, den gelöste Atome auf die Korngrenze ausüben. Wenn es eine Wechselwirkungsenergie zwischen Korngrenze und gelösten Atomen gibt, diffundieren diese Atome zur Korngrenze hin. Wenn sich die Korngrenze bewegt, werden die Fremdatome versuchen an der Korngrenze zu verweilen, was dazu führt, dass die KG die Störatome mitschleppen muss wodurch diese sich nur so schnell bewegen kann wie die langsamen Atome. Daher wird eine Schleppkraft  $P_v$  auf die Korngrenze ausgeübt [8]:

$$P_v = n_0 * c_b * f \quad 2-4$$

mit  $n_0$  gleich der Anzahl der Fremdatome per Einheitsfläche an der KG,  $c_b$  gleich der Konzentration der Fremdatome an der KG und  $f$  als Anziehungskraft zwischen Fremdatomen und KG. Somit ergibt sich für die Geschwindigkeit der Korngrenze und der gelösten Atome:

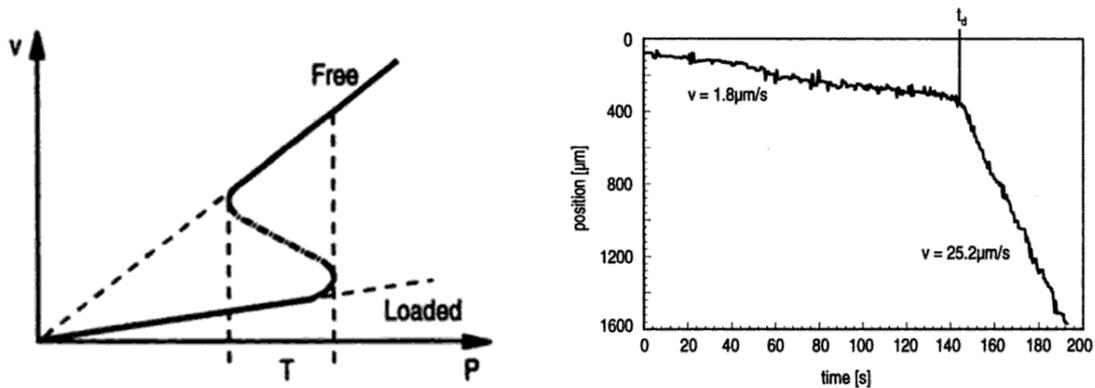
$$v = \frac{D}{kT} * f \quad 2-5$$

wobei  $D$  der Diffusionskoeffizient der gelösten Atome ist. Als Netto-KG-Geschwindigkeit ergibt sich somit:

$$v = m_b * (P - P_v) \quad 2-6$$

Wenn die Triebkraft für die KG-Bewegung nun immer weiter steigt, wird diese schließlich einen kritischen Wert erreichen bei dem die gelösten Atome nicht länger in der Lage sind

sich an der KG zu halten. Diese wird sich von der Wolke aus Fremdatomen lösen und als freie KG weiter wandern. Der Übergang von der Bewegung mit Atomen zu jener ohne Atomen ist charakterisiert durch einen rapiden Anstieg in der Korngrenzengeschwindigkeit mit steigender Triebkraft (siehe **Abbildung 2-2**) [6].



**Abbildung 2-2:** Sprung in der Geschwindigkeit einer Korngrenze bei steigender Triebkraft (links) und Darstellung der KG-Position in einem Al-Bikristall (rechts). Bei  $t_d$  kommt es zur Loslösung von der Fremdatomwolke und so zu einer freien Bewegung der KG [6].

### 2.1.2 Widerstandskraft durch Ausscheidungen (Pinning effect)

Es ist allgemein bekannt, dass Ausscheidungen in der Matrix das Kornwachstum hemmen, indem sie eine Widerstandskraft auf die Korngrenze ausüben. Dahinter steht eine Anziehungskraft zwischen der Korngrenze und den Ausscheidungen die darin besteht, dass die Korngrenzen- bzw. Grenzflächenenergie vermindert wird, sobald ein Kontakt zwischen Korngrenze und Partikel entsteht. Dabei gibt es drei Arten von Anziehungskräften. Die bekannteste darunter ist die Zener-Kraft, die entsteht wenn ein Partikel eine Korngrenze schneidet, so einen Teil der Korngrenzenfläche eliminiert. Die dadurch entstehende Anziehungskraft ist:

$$f_1^* = 2\pi r \gamma \quad 2-7$$

wobei  $r$  der Partikelradius und  $\gamma$  die spezifische Energie der Korngrenze ist. Diese Zener-Kraft stellt eine Rückhaltekraft auf die Korngrenze dar und findet Anwendung in der Kontrolle der Korngröße während der Rekristallisation und in der Kontrolle des Austenitkornwachstums in einzelnen Prozessschritten. Eine andere Art der Rückhaltekraft ergibt sich, wenn der Partikel eine kohärente Grenzfläche mit der Matrix bildet und so eine niedrige freie Energie aufweist. Dieser positive Aspekt geht jedoch verloren, wenn die Korngrenze den Partikel überwandert, da Korngrenzenbewegung eine Änderung in der Orientierung der Matrix nach

sich zieht. Die Grenzflächenenergie ändert sich dabei um  $\Delta G = 4\pi r^2(\gamma_2 - \gamma_1)$  wodurch sich eine maximale Rückhaltkraft von

$$f_2^* = 8\pi r(\gamma_2 - \gamma_1) \quad 2-8$$

ergibt. Die dritte Art der Anziehungskraft ergibt sich wenn der Anstieg der freien Energie einen kritischen Wert überschreitet. Dann bevorzugt es die sich bewegende Korngrenze den Partikel zu umlaufen und hinterlässt dabei ein sphärisches Volumen des originalen Kornes mit dem Partikel darin. Die sich ergebende Rückhaltekraft lautet dann:

$$f_2^* = 8\pi r\gamma \quad 2-9$$

Die maximale sich einstellende Widerstandskraft kontrolliert anschließend die Partikel-Korngrenzen-Wechselwirkung, die Eigenschaften des Pinningeffektes und das Ablösen des Partikels von der Korngrenze. Meist werden diese Partikel als stationär angenommen, und der Pinningeffekt als umso ausgeprägter je feiner die Partikel sind. Werden jedoch die Partikel als instationär angenommen, stellen sich andere Verhältnisse ein. Es kommt dann wie auch schon im Zusammenhang mit dem solute-drag-effect zu einer gemeinsamen Bewegung der Korngrenze und der Partikel, solange sich die Triebkraft in einem unterkritischen Bereich befindet, wobei die Kinetik der Bewegung bestimmt wird durch die Beweglichkeit und Dichte der Partikel an der Korngrenze. Wird nun der kritischen Wert  $P_{\text{krit}}$  für die Triebkraft erreicht, löst sich die Korngrenze von den Ausscheidungen und bewegt sich als freie Grenze durch die Matrix. Dies ist erneut in einer abrupten Änderung der Geschwindigkeiten feststellbar, wobei der Unterschied in den Geschwindigkeiten dabei genau der Differenz der Partikel- und Korngrenzenmobilität entspricht [6]. In der Praxis ist dieses Phänomen anhand der sich einstellenden Korngröße bei einer bestimmten Temperatur, die in diesem Fall die Triebkraft darstellt, erkennbar. Zum Beispiel haben Militzer et al. [2] isotherme Kornwachstumsuntersuchungen an niedriglegierten Stählen durchgeführt und dabei eindeutig den Pinningeffekt durch AlN festgestellt. Bei niedrigen Temperaturen zwischen 950°C und 1050°C ist nur langsames Kornwachstum erkennbar, wodurch die mittlere Korngröße 40µm nicht überschritt. Bei 1100°C war dagegen nur in den ersten Sekunden eine starke Rückhaltekraft zu erkennen, die in einen rapiden Anstieg des Kornwachstums überging. Bei 1150°C scheint dieses abnormale Kornwachstumsverhalten schon während des Aufheizens stattgefunden zu haben, sodass nach Erreichen der Haltetemperatur normales Kornwachstum bis zu einer mittleren Korngröße von 200µm einsetzte. Dieses Verhalten erklären sie mit dem Vorhandensein und schlussendlichem Auflösen von AlN in den Stahlproben, was in gutem Einklang mit den oben angeführten Theorien steht.

Neben der Widerstandskraft durch gelöste Atome bzw. Ausscheidungen kann auch die Wechselwirkung einer Korngrenze mit einer freien Oberfläche zu einer Änderung im Kornwachstumsverhalten führen. Diese Widerstandskraft wird als „groove dragging“ bezeichnet und findet immer dann statt, wenn sich an der Oberfläche einer Probe eine thermische Kerbe entlang einer Korngrenze einstellt. Dies wird als thermischer Ätzeffekt bezeichnet und stellt eine der Grundlagen der Hochtemperaturmikroskopie dar, die im Folgenden beschrieben wird.

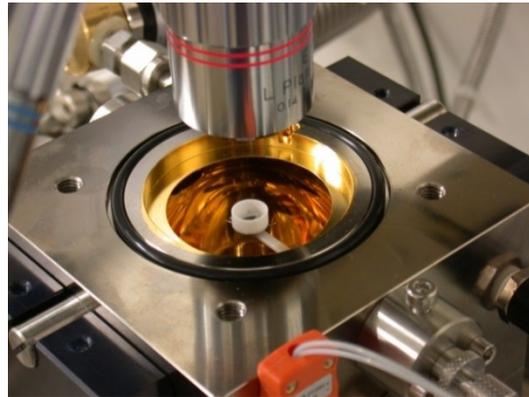
## **2.2 Austenitkornwachstum im HT-LSCM**

Im diesem Kapitel werden die prinzipielle Versuchsanordnung eines HT-LSCM, sowie die Grundlagen der Beobachtbarkeit der Korngrenzen in einem HT-LSCM beschrieben. Zudem wird erklärt, wie sich die Ausbildung eines thermischen Ätzeffektes auf die Bewegung der Korngrenze auswirkt und welchen Einfluss dies auf das Versuchsergebnis hat.

### **2.2.1 HT-LSCM**

Die Anfänge der Hochtemperaturmikroskopie gehen zurück bis ins Jahr 1909 als Oberhoffer einen auf ein Mikroskop aufsetzbaren Vakuum-Heizaufsatz aus Glas konstruierte, mit dem er Gefügeänderungen bei höheren Temperaturen beobachten konnte [10]. Die daraus entstandene Hochtemperaturmikroskopie verband ein aufrechtes Lichtmikroskop mit einer Hochtemperaturkammer, jedoch war der Einsatz dieses Systems stark limitiert. Die Beobachtung beschränkte sich auf Vorgänge unterhalb der Liquidustemperatur und auch Heiz- und Kühlraten waren beschränkt. Ein weiteres Problem bestand in der schlechten Kontrastherstellung auf selbstleuchtenden Proben, wie es bei Stahl ab einer Temperatur von ca. 800°C der Fall ist [10,11]. Durch die Nutzung der Hochtemperatur-Laser-Scanning-Konfokal-Mikroskopie können diese Probleme weitestgehend gelöst werden. Das HT-LSCM besteht aus einem Hochtemperatur-Infrarotofen mit einer Halogenlampe als Heizaggregat, sowie einem Auflichtmikroskop bei dem die Bildbelichtung durch einen Helium-Neon-Laser (Wellenlänge 408 nm) erfolgt. Die Steuerung und Vorgabe der Temperaturzyklen erfolgt über eine geeignete Software. Dieser Aufbau ermöglicht gegenüber der konventionellen Hochtemperaturmikroskopie Untersuchungen bis in den schmelzflüssigen Bereich, da die Eigenstrahlung der Probe bei höheren Temperaturen durch die unterschiedlichen Wellenlängen von Laser und glühender Probe größtenteils ausgeblendet werden kann. Für den Versuch werden Proben mit einer Kantenlänge von 5 mm und einer Höhe von 1,8 mm erzeugt, in einen Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Tiegel ge-

legt und über den abschraubbaren Deckel der Hochtemperaturkammer auf dem Probenhalter im LSCM platziert. Das Innere der Hochtemperaturkammer wird durch ein goldbeschichtetes Rotationsellipsoid gebildet, wobei Probenhalter und Halogenlampe in den Brennpunkten der Ellipse positioniert sind. Dadurch wird die Wärmeenergie der Halogenlampe über Strahlung direkt auf die Probe übertragen. Der Blick von oben auf die Hochtemperaturkammer und den darin liegenden Probenhalter ist in **Abbildung 2-3** dargestellt.



**Abbildung 2-3:** Blick von oben auf den Probenhalter in der Hochtemperaturkammer (rechts) [12].

Durch die glatte Oberfläche und den planparallelen Einbau der Probe werden geringste Orientierungsunterschiede sichtbar. Diese Orientierungsunterschiede treten bei Phasenumwandlungen und Korngrenzenfurchung auf und werden unter dem Begriff des thermischen Ätzens zusammengefasst.

### 2.2.2 Thermisches Ätzen

Bereits seit dem späten 19. Jahrhundert ist bekannt, dass polierte, polykristalline Stoffe, die auf eine genügend hohe Temperatur erhitzt werden, nach dem Abkühlen ein deutlich erkennbares Korngrenzennetzwerk an der Oberfläche aufzeigen. Dieser Vorgang wird als thermisches Ätzen bezeichnet und stellt eine bedeutende Grundlage der Hochtemperaturmikroskopie dar [10]. Nach den ersten thermischen Ätzversuchen, die unter Zuhilfenahme von gasförmigen Wasserstoff durchgeführt wurden, war allerdings noch lange nicht klar, ob zur Erzeugung der thermischen Ätzung Ätzmedien wie Gase benötigt werden oder nicht. Erst nach den Versuchen von Rosenhain und Humfrey [13], die Reineisenproben in Vakuum erhitzen und so eine thermische Ätzung hervorriefen, war bewiesen, dass es zur thermischen Furchenbildung keinerlei Ätzgase o.ä. bedarf. Während sich der Begriff des thermischen Ätzens zu Beginn nur auf die Abbildung des Korngrenzennetzwerkes bezog, werden heute unter dem Begriff all jene Vorgänge verstanden, durch die ohne zusätzliche Hilfsmittel wie

chemische Ätzlösungen das Gefüge in der Hochtemperaturmikroskopie beobachtet werden kann. Diese Vorgänge lassen sich in die folgenden vier Gruppen einteilen [14]:

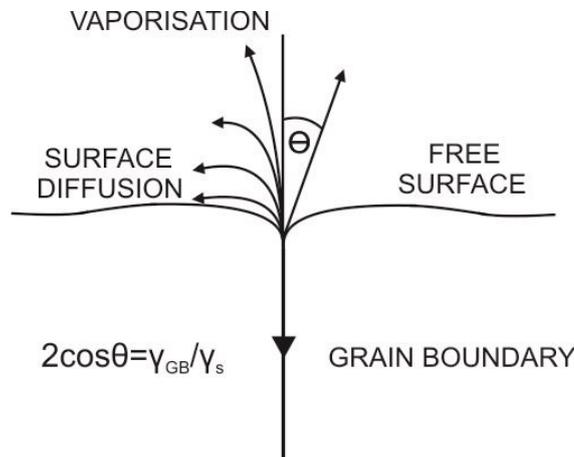
1. Das Auftreten von Korngrenzen, wenn eine polierte Probe genügend hohen Temperaturen ausgesetzt wird,
2. Vorgänge, die mit einer starken Änderung des Volumens einhergehen und so eine Oberflächendeformation mit sich ziehen,
3. Starke Diffusionsvorgänge, da durch die größere Ionenwanderung an der Oberfläche Furchen, Säume und Löcher entstehen,
4. Die Differenzierung der Phasen beim Erhitzen verursacht durch ihre unterschiedlichen Ausdehnungskoeffizienten.

Diffusionsvorgänge spielen besonders bei der Beobachtung von Auflösungsvorgängen von Phasen eine wichtige Rolle. Durch diese Art der thermischen Ätzung lässt sich z.B. die Auflösung von Karbiden im Austenit untersuchen. Zudem ermöglicht sie eine qualitative Aussage über die partiellen Diffusionskoeffizienten in Zweistoffsystemen. Die Wirkung unterschiedlicher Ausdehnungskoeffizienten zeigt sich beispielweise beim Erhitzen von untereutektischem Gusseisen. Der Ausdehnungskoeffizient von Zementit und Austenit ist so unterschiedlich, dass beim Erhitzen ein Relief und somit eine Unterscheidungsmöglichkeit zwischen den beiden Phasen auftritt. Die zwei weiteren Möglichkeiten der thermischen Ätzung zeigen eine vergleichsweise höhere Relevanz für die vorliegende Masterarbeit und werden daher im Folgenden an Hand von Beispielen besprochen. Zudem wird diskutiert inwieweit die Aussage der Oberflächenbeobachten für das Innere verbindlich ist.

### **2.2.2.1 Korngrenzen in der Hochtemperaturmikroskopie**

Das Auftreten von Korngrenzen beim Erhitzen polierter Metallproben wurde ursprünglich einer schnelleren Verdampfung in korngrenzennahen Bereichen zugeschrieben [10,14]. Mittlerweile ist allerdings bekannt, dass die gebildeten Kornfurchen Gleichgewichtsflächen mit minimaler Energie darstellen [15]. Beim Erhitzen stellt sich also am Schnittpunkt der Korngrenze mit der polierten Probenoberfläche ein Gleichgewicht zwischen der Oberflächenspannung der freien Oberfläche und der Korngrenze ein. Das Gleichgewicht stellt sich schnell ein, wobei Oberflächendiffusion, Volumendiffusion und Verdampfung/Kondensation als die treibenden Mechanismen gelten [16]. Als Resultat beginnt sich die Oberfläche nahe der gedachten Verlängerung der Korngrenze zu krümmen (**Abbildung 2-4**). Der Winkel  $\beta$  stellt dabei einen thermodynamischen Parameter, beschrieben durch Oberflächen- ( $\gamma_s$ ) bzw.

Korngrenzenenergie ( $\gamma_{GB}$ ), dar. Diese Beziehung ist gültig unter der Annahme, dass die freie Energie der Kornfläche von der Orientierung unabhängig ist [17].



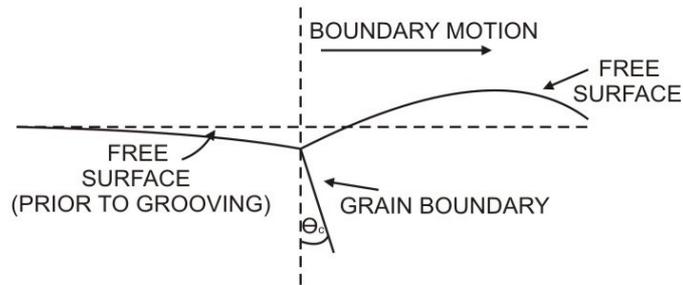
**Abbildung 2-4:** Schnitt einer Korngrenze mit der freien Oberfläche vor und nach dem Erhitzen [12].

Diese entstandene Krümmung ist anschließend sowohl im Lichtmikroskop als auch in der Hochtemperaturmikroskopie deutlich als hell/dunkel Unterschied zu erkennen. Die geometrischen Verhältnisse der Korngrenzenfurche wie sie in **Abbildung 2-5** dargestellt sind, gelten jedoch nur für den Fall einer stationären Korngrenze [15]. Beginnen die Körner zu wachsen und sich in Folge dessen die Korngrenzen zu bewegen, stellen sich neue Verhältnisse ein, wie bereits im Jahr 1958 von Mullins beschrieben wurde [18]. Bezogen auf die Korngrenzenwanderung stellt eine thermische Furche eine Störung dar. Wie auch gelöste Atome oder Ausscheidungen führt das Vorhandensein der Furche zur Ausbildung einer Rückhaltekräft auf die Korngrenze, die zu einer Verformung der innenliegenden Korngrenze führt. Grund dafür ist die Tatsache, dass die thermische Grube als Defekt betrachtet werden kann. Um diesen Defekt nun zu bewegen, bedarf es Massetransports und demzufolge Energiedissipation, wobei letztere auf die Korngrenze als eine Art Schleppkraft wirkt. Bevor sich an der Oberfläche durch thermische Ätzung eine Grube entlang der Korngrenze bildet, kann die Bewegung eines Korngrenzen-Oberflächen Schnittpunktes mit folgender Geschwindigkeit erfolgen:

$$v = m_g \gamma \sin\theta \quad \mathbf{2-10}$$

Der Term  $m_g$  repräsentiert dabei die Mobilität des Korngrenzen-Oberflächen Schnittpunktes. Zu Beginn, wenn die Oberfläche noch glatt und flach ist, übt diese keine Hemmwirkung auf die Korngrenzenbewegung auf, sodass sich die Mobilität der Korngrenze als unendlich gilt. Sobald sich eine Kerbe an der Oberfläche ausbildet, verringert sich  $m_g$  und der oberflächen-

nahe Bereich der Korngrenze beginnt sich langsamer zu bewegen als der Bereich der Korngrenze im Inneren des Materials. Dieser Effekt wird als „groove dragging“ bezeichnet. Als Folge davon neigt sich die Korngrenze in Bezug zur Oberfläche was eine Vergrößerung des Winkels  $\theta$  nach sich zieht (**Abbildung 2-5**).



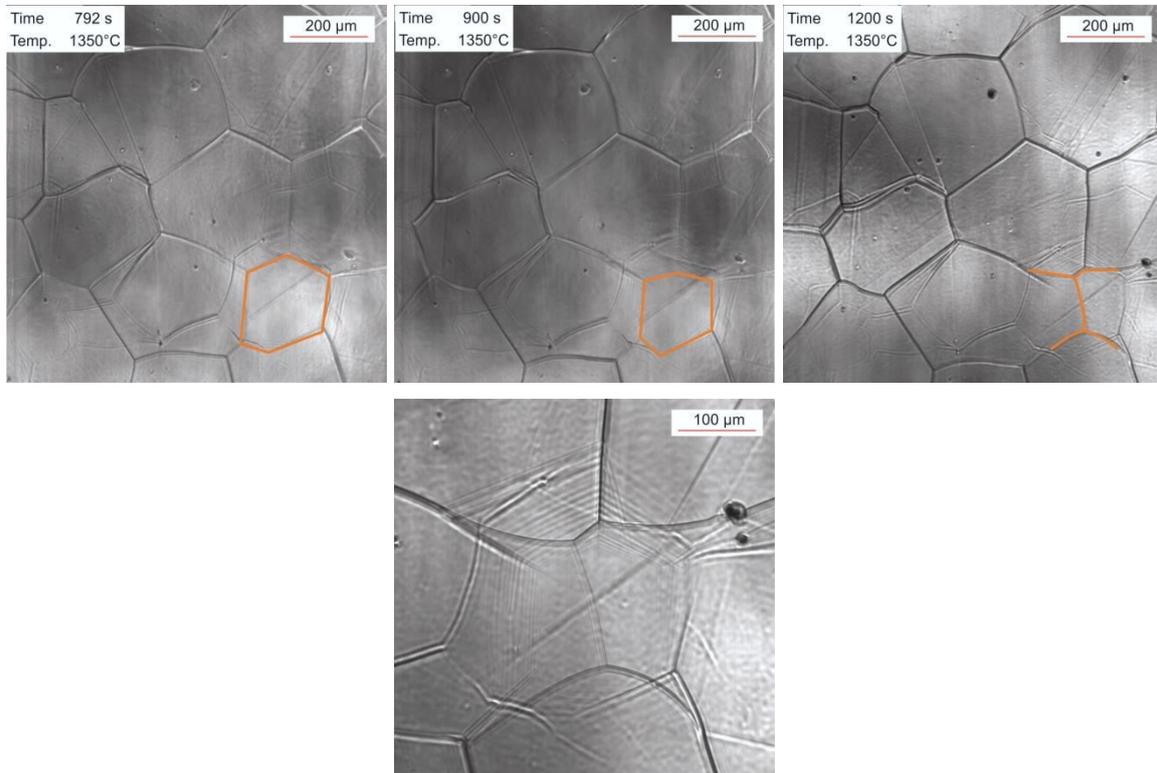
**Abbildung 2-5:** Änderung der geometrischen Verhältnisse im Zuge der Wechselwirkung von KG und Korngrenzenfurche [12].

Wenn nun ein kritischer Winkel erreicht wird, kann sich die Korngrenze von der Furche trennen, ohne dabei ihre Oberfläche vergrößern zu müssen. Dies ist erfüllt, wenn der Winkel zwischen der Tangente zur Korngrenze an der Oberfläche und der Tangente zur Oberfläche des Kornes am Boden der Furche  $90^\circ$  erreicht hat (Winkel  $\theta_c$ ). Nachdem sich die KG abgelöst hat, bildet sich eine neue thermische Grube aus und der Mechanismus beginnt von vorne. Zusammenfassend lässt sich der Einfluss einer freien Oberfläche auf die Korngrenzenbewegung also wie folgt beschreiben [6]:

- Bildung einer Korngrenzenfurche am Schnittpunkt einer Korngrenze mit der freien Oberfläche,
- Gemeinsame Bewegung der Korngrenzenfurche und Korngrenze im Inneren, wobei letztere voreilt,
- Überschreitung des kritischen Winkels  $\theta_c$  und Loslösung der KG im Inneren von der Furche,
- Bildung einer neuen Korngrenzengrube.

Dieser Ablauf äußert sich in einer plötzlichen, periodischen Änderung der Geschwindigkeit der sich bewegenden Korngrenze, was mit den experimentellen Beobachtungen eines ruckartigen Kornwachstums übereinstimmt [15]. Das aufeinanderfolgende Bilden einer Furche und das anschließende Loslösen der KG von eben dieser, hinterlässt auf der Probenoberfläche eine Reihe von parallelen Linien die als ghost traces (Geisterspuren) bekannt sind [6,15,19]. Das sprunghafte Wachstum sowie die entstandenen ghost traces sind in **Abbildung 2-6** zu erkennen. In den drei Bildern ist die Schrumpfung eines Austenitkorns zu-

gunsten des Wachstums der fünf umliegenden Körner dargestellt. Im linken und mittleren Bild ist eindeutig das Kleinerwerden des Austenitkorns zu erkennen, bis dieses schließlich im rechten Bild vollkommen überwachsen wurde. Das untere Bild zeigt anschließend deutlich die ghost traces, die das abgehackte Kornwachstum verdeutlichen.



**Abbildung 2-6:** Schrumpfung eines Austenitkorns und dadurch entstehende ghost traces.

Allen [20] beschreibt in seiner Arbeit, dass das sprunghafte Wachstum jedoch nur zutreffend für langsames Kornwachstum ist. Die Bestätigung dieser Annahme wurde unter anderem von Garcia et al. [19,21] erbracht, indem sie in ihren Untersuchungen die Ausprägung von ghost traces umso stärker fanden, je höher die Austenitisierungstemperatur war. Zu denselben Ergebnissen kommen auch Palizdar et al. [15], die zudem noch eine Beziehung zwischen Austenitkorngröße und dem Erscheinen von ghost traces beobachteten. Je größer das Austenitkorn, desto kleiner ist seine Mobilität und damit verbunden ist eine größere Behinderung der KG durch die Furche, was sich in deutlicheren ghost traces widerspiegelt. Durch die Bildung von thermischen Kornfurchen an der Oberfläche einer Probe lassen sich zwei Untersuchungsmethoden verwirklichen. Das ist zum einen die direkte Methode, bei der Bildung und Bewegung von Kornfurchen in-situ beobachtet werden, wie es in einem HT-LSCM der Fall ist. Zum anderen ist auch eine indirekte Untersuchungsmethodik möglich. Dabei wird die Struktur der thermischen Ätzung zwar bei hoher Temperatur gebildet, die schlussendliche Auswertung findet dann aber erst nach dem Abkühlen der Probe bei Raum-

temperatur statt. Diese Methode wird in der Stahlmetallurgie hauptsächlich dann angewandt, wenn die primären Austenitkörner bei Raumtemperatur sichtbar gemacht werden sollen und aufgrund der chemischen Zusammensetzung des Stahles, der Wärmebehandlung oder anderen Faktoren chemische Ätzlösungen nicht den gewünschten Erfolg bringen. Selbst in Low- und Medium Carbon Stählen, in denen aufgrund des oft fehlenden Ferritfilms ein Sichtbarmachen der primären Austenitkörner als besonders schwierig gilt, zeigt die Methode des thermischen Ätzens (ob direkt oder indirekt) noch zufriedenstellende Ergebnisse. Eine Frage, die sich dabei zwangsläufig ergibt, ist ob das an der Oberfläche gebildete Korngrenzennetzwerk auch die tatsächlichen Verhältnisse im Inneren der Probe widerspiegelt, oder ob der Effekt des „groove draggings“ zu unterschiedlichen Austenitkorngrößen in den oberflächennahen und innenliegenden Bereichen der Probe führt. Antwort darauf findet man beispielsweise in den Arbeiten von Pöhl et al. [22] und Garcia et al. [21]. Pöhl et al. haben dabei die Korngrößen, sichtbar gemacht über thermische Ätzung und chemische Ätzung, an zwei Proben eines Warmarbeitsstahles verglichen, mit dem Ergebnis, dass beide Methoden für dieselben Austenitisierungs- und Abkühlbedingungen zu identen Korngrößen führen. Ähnliches beweisen Garcia et al., indem sie das Kornnetzwerk an der Oberfläche einer Stahlprobe, erzeugt durch thermisches Ätzen und jenes im Inneren der Probe, sichtbar gemacht durch chemische Ätzlösungen untersuchten. Auch sie konnten für die Korngrößen jeweils übereinstimmende Werte messen und so zeigen, dass das thermische Ätzen ideal geeignet ist um Korngrößen verschiedener Stahlgüten zu ermitteln.

## 3 Kornwachstumsversuche

Durch den thermischen Ätzeffekt ermöglicht die HT-LSCM sowohl die in-situ Beobachtung von Korngrenzen als auch die Bestimmung der Korngröße zu beliebigen Zeitpunkten während der Austenitisierung. Dabei hat der auftretende Ätzeffekt zwar Einfluss auf die Bewegung der Korngrenze, nicht aber auf die gemessene Austenitkorngröße an der Oberfläche. Dass Kornwachstumvorgänge im HT-LSCM gut abgebildet und untersucht werden können, ist bereits in einer Reihe von Publikationen beschrieben [12,23–25]. Im Folgenden wird nun untersucht, wie sich der Ausgangszustand der Probe auf das Ergebnis der HT-LSCM Versuche auswirkt und welche möglichen Limitierungen dadurch entstehen. Ziel ist das Ableiten einer idealen Versuchsmethodik aus den Ergebnissen zur Nutzung als standardisiertes Messverfahren für Kornwachstumsuntersuchungen.

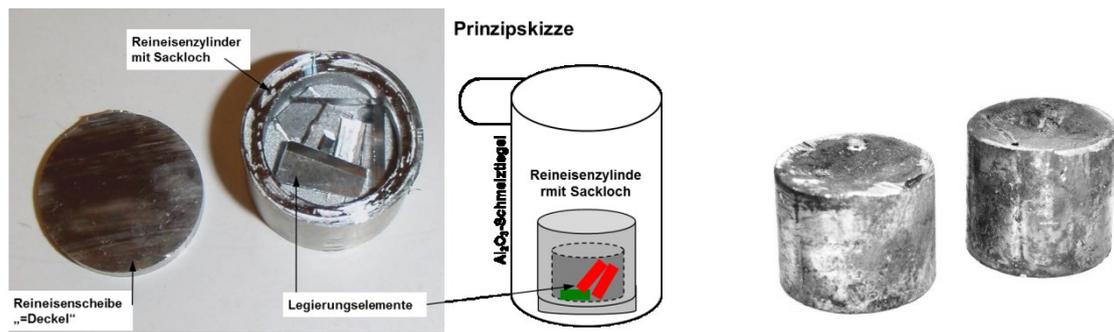
### 3.1 Probenherstellung

Ziel der grundlegenden Methodenentwicklung ist es, den Einfluss des Ausgangszustandes der Probe auf das Austenitkornwachstum feststellen zu können. Dazu ist es notwendig, alle weiteren Einflussfaktoren möglichst bewusst einzustellen und zu kontrollieren. Als Materialien werden daher eine reine Eisen-Kohlenstoff-Legierung (Fe015C) sowie eine Eisen-Kohlenstoff-Aluminium (Fe015C003Al) Legierung gewählt, deren Zusammensetzungen in **Tabelle 3-1** angegeben sind. Durch die geringe Anzahl an Legierungselementen kann die Anzahl an Variablen die das Versuchsergebnis beeinflussen gering gehalten werden.

**Tabelle 3-1:** Soll- und Ist-Zusammensetzung der Modelllegierungen

<b>Bezeichnung</b>	<b>C</b> Gew.-% SOLL	<b>C</b> Gew.-% IST	<b>Al</b> Gew.-%SOLL	<b>Al</b> Gew.-%IST	<b>N</b> Gew.-%IST
Fe015C	0,15	0,15	-	0,002	0,002
Fe015C003Al	0,15	0,149	0,03	0,023	0,002

Durch das abgestimmte Verhältnis von Al und N der Legierung Fe015C003Al soll eine gezielte Bildung von Aluminiumnitriden (AlN) hervorgerufen werden, um die Auswirkung eines möglichen Pinningeffektes zu untersuchen. Um Zusammensetzung, Gasaufnahme und Gussstruktur der Proben möglichst gut kontrollieren zu können, findet die Herstellung des Grundmaterials in einer Hoch-Frequenz-Umschmelzanlage (Platicast600) mit anschließendem Schleuderguss statt. Die Vorteile dieses Herstellverfahrens liegen in der Nutzung hochreiner Legierungselemente um den Eintrag von Begleitelementen zu minimieren, im geringen Abbrand der Legierungsstoffe und der dadurch erzielbaren Genauigkeit der Stahlzusammensetzung sowie in der Nutzung einer geschlossenen und mit Inertgas gespülten Schmelzkammer, durch die Sauerstoff- und Stickstoffaufnahme gering gehalten werden können. Zudem werden durch den Schleuderguss in eine kalte Kupferkokille und die somit rasche Erstarrung Proben mit hoher Dichte erzeugt. Die Grundlage des umzuschmelzenden Materials stellt dabei ein Reineisenzylinder mit Sackloch dar, in den die entsprechende Menge der Legierungselemente eingewogen wird (**Abbildung 3-1**). Der Zylinder wird anschließend in einem Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Schmelztiegel platziert, in der HFU-Schmelzkammer mit Gießnase und Kupferkokille verspannt und der Schmelzvorgang gestartet. Die Wärmebereitstellung erfolgt dabei über induktive Erwärmung. Sobald Reineisenzylinder und Einsatzstoffe zur Gänze aufgeschmolzen sind, kann der Schleudervorgang gestartet werden, über den die Schmelze in die Kupferkokille gelangt. Die befüllte Kokille wird in einem Wasserbad bis auf Raumtemperatur abgekühlt.



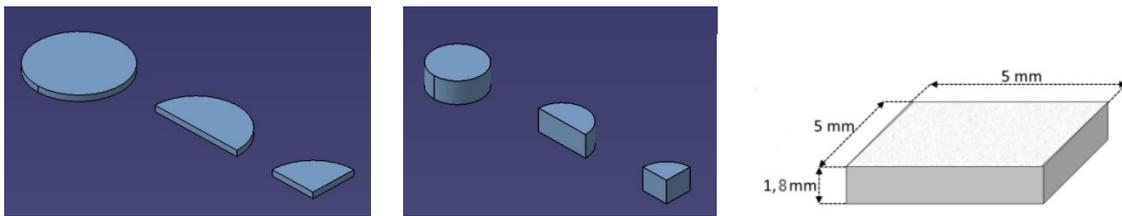
**Abbildung 3-1:** Reineisenzyylinder mit Sackloch und Legierungselementen, schematische Darstellung des Schmelztiegels und erstarrte Proben.

Das erstarrte Probenmaterial ist zylindrischer Form mit einem Durchmesser von 45 mm und einer Höhe von 45-50 mm, was einem Gewicht von  $\sim 420$  g pro Legierung entspricht. Im weiteren Verlauf werden die Proben in der halben Höhe geteilt und jeweils eine Hälfte umgeformt. Der Umformvorgang findet dabei an einer 1MN-Pressen statt, wobei es sich um ein weggesteuertes Umformen auf eine Endhöhe von 5 mm handelte. Die Abkühlung nach dem Umformschritt erfolgt zuerst für ca. 2 min in der Presse und anschließend an Luft. **Abbildung 3-2** zeigt das geteilte Probenmaterial sowie eine Probenhälfte im Guss- bzw. umgeformten Zustand.



**Abbildung 3-2:** Geteiltes Probenmaterial, Probenhälfte im Gusszustand, Probenhälfte nach Umformvorgang.

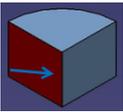
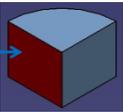
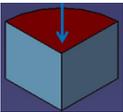
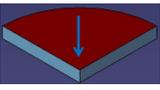
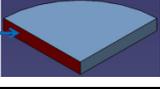
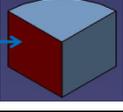
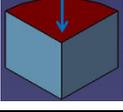
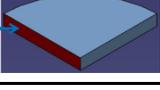
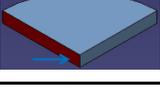
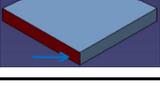
Im nächsten Schritt werden aus dem umgeformten und nichtumgeformten Material HT-LSCM Proben gefertigt. Die Kantenlänge der Probe ist dabei limitiert von der Größe des Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Tiegels und beträgt im Falle der vorliegenden Arbeit 5x5 mm (siehe **Abbildung 3-3**).



**Abbildung 3-3:** Weiterverarbeitung des Probenmaterials und Probengeometrie.

Durch das Vierteln der Probe im Zuge der HT-LSCM Probenherstellung, können für die folgenden Versuche Proben unterschiedlichen Ausgangszustandes erzeugt werden. Unterschieden wird dabei in der im LSCM betrachteten Fläche (Oben/Seite), der Lage der Probe (Innen/Außen) und der Höhe der Probe (1,8mm/1mm). Dazu kommt noch der Unterschied zwischen verformtem Material (Bezeichnung UT) und dem Material im Gusszustand (Bezeichnung HFU), sowie der Vergleich beider Legierungen. Die dadurch entstehende Versuchsmatrix ist in **Tabelle 3-2** dargestellt.

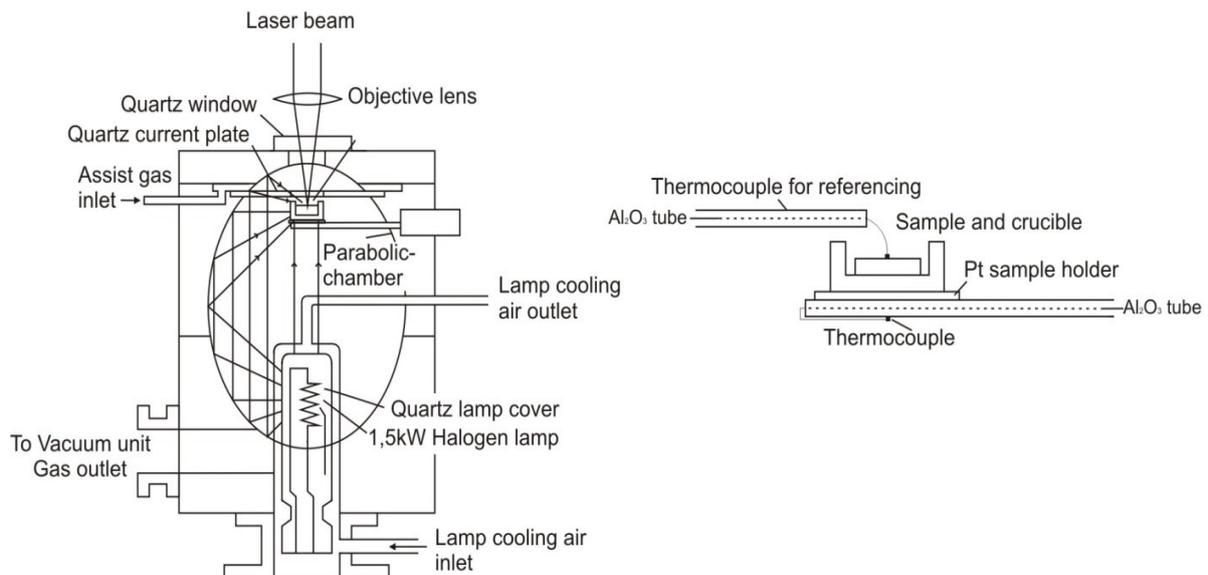
**Tabelle 3-2:** Probennummer und Unterschiede in Legierung, Ausgangszustand, Ansichtsfläche, Position und Dicke.

Proben NR.	Legierung	Ausgangszustand	Ansichtsfläche	Position	Dicke	Darstellung
1.	Fe015C	*HFU	Seite	Innen	1,8	
2.	Fe015C	*HFU	Seite	Außen	1,8	
3.	Fe015C	*HFU	Oben	Innen	1,8	
4.	Fe015C	*UT	Oben	Innen	1,8	
5.	Fe015C	*UT	Seite	Außen	1,8	
6.	Fe015C003Al	*HFU	Seite	Außen	1,8	
7.	Fe015C003Al	*HFU	Oben	Innen	1,8	
8.	Fe015C003Al	*UT	Seite	Außen	1,8	
9.	Fe015C003Al	*UT	Seite	Innen	1,8	
10.	Fe015C003Al	*UT	Seite	Innen	1,0	

\*HFU= Material im Gusszustand, \*UT= Umgeformtes Material.

### 3.2 Versuchsdurchführung

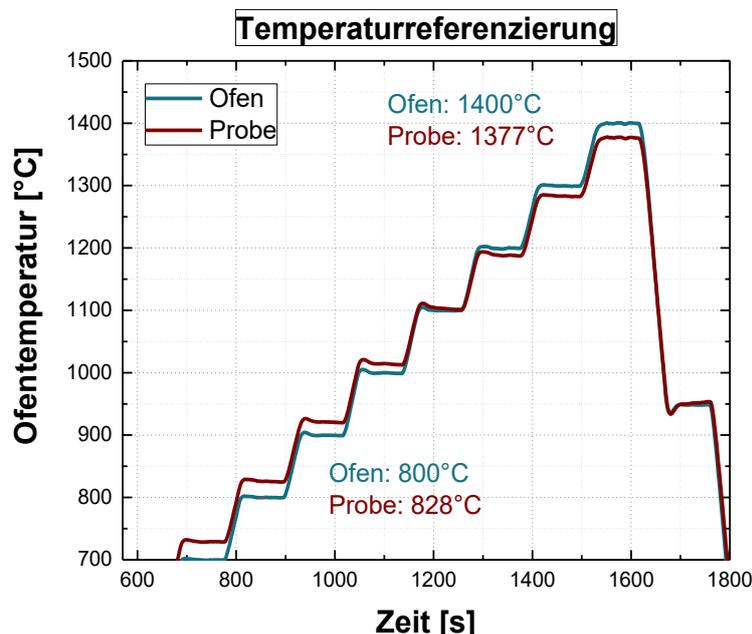
Wie bereits oben erwähnt, erfolgt die Wärmeübertragung im HT-LSCM über Strahlung und Konvektion, wobei sich die Anteile der jeweiligen Wärmeübertragung mit steigender Temperatur ändern. Da das Thermoelement zur Steuerung der Ofentemperatur unter dem Probenhalter (wie in **Abbildung 3-4** dargestellt) angebracht ist, stellen sich im Laufe des Versuches unterschiedliche Temperaturen im Ofen und der Probe ein.



**Abbildung 3-4:** Schnitt durch die Hochtemperaturkammer (links) bzw. den Probenhalter (rechts). Im Bild rechts sind zudem die Lage des Ofen-Thermoelements sowie des Referenzierungs-Thermoelementes dargestellt [12].

Es muss daher vor jeder Versuchskampagne eine Temperaturreferenzierung durchgeführt werden um den Betrag dieses Unterschiedes zu ermitteln. Dabei wird eine Platinprobe die in ihren Abmessungen den Versuchsproben entspricht mit einem Thermoelement Typ R (Pt/Pt13Rd) durch Punktschweißung verbunden. Der Grund für die Referenzierung mit einer Platin- anstelle einer Stahlprobe liegt an der hohen Diffusionsfähigkeit von Fe bei höheren Temperaturen. Dadurch kommt es zu einer Aufnahme von Fe im Pt/PtRd Thermoelement wodurch die thermoelektrische Spannung und infolge dessen die aufgezeichnete Temperatur fehlerbehaftet sind. Bei der Referenzierungsmessung werden gleichzeitig über eine OMEGA®-Thermoelement/PC Schnittstelle die Temperaturkurven der beiden Thermoelemente aufgezeichnet und verglichen. Die Temperaturkurve weist dabei 1,5 min lange Halteperioden bei versuchsrelevanten Temperaturen auf, die nötig sind um eine vollständige Temperaturhomogenisierung in der Probe beim entsprechenden Haltepunkt gewährleisten zu können. **Abbildung 3-5** zeigt die aufgezeichneten Temperaturkurven von Pt-Probe und Ofenthermo-

element während einer Referenzierung. Aus den Kurven ist deutlich zu entnehmen, dass es mit steigender Temperatur einer Umkehr der Temperaturverhältnisse im System Ofen/Pt-Probe kommt. Zu Beginn weist die Probe eine höhere Temperatur auf als die von der Kontrolleinheit vorgegebene, bei höheren Temperaturen dreht sich dieses Verhältnis um und die Probe wird kälter als ihre Umgebung, was durch den Schnittpunkt der beiden Kurven, bei ca. 1120°C, gekennzeichnet ist. So müsste also wenn eine Temperatur von 800°C in der Probe gewünscht ist die Ofentemperatur auf 772°C eingestellt werden bzw. 1423°C wenn die Probe auf 1400° erhitzt werden soll.



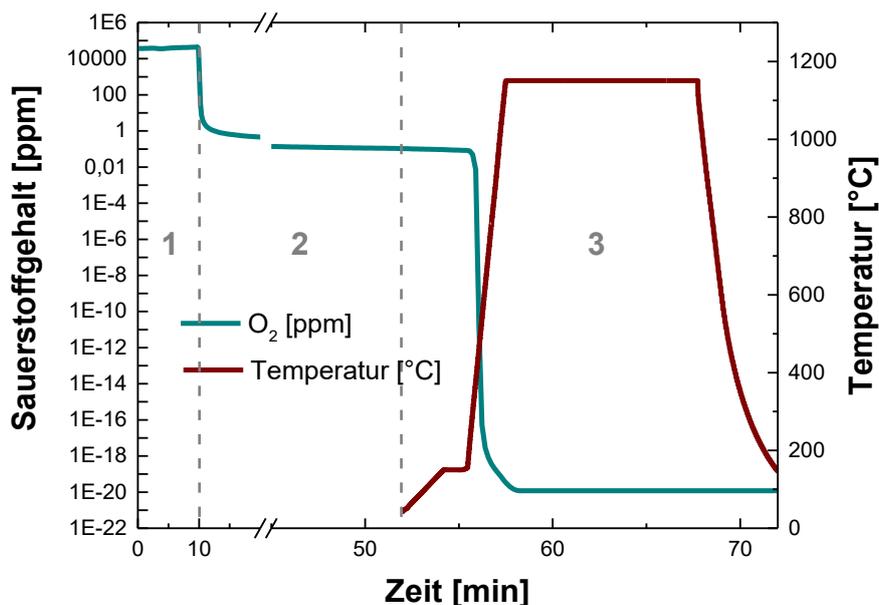
**Abbildung 3-5:** Temperaturkurven von Pt-Probe und Ofenthermoelement während der Temperaturreferenzierung.

Da Änderungen in Probengeometrie, -dicke, Ofenzustand und Umgebungsbedingung die Temperaturmessung in gewissem Maße beeinflussen können, kann es zwischen den einzelnen Temperaturreferenzierungen zu Abweichung kommen. Daher wird vor jeder Versuchsreihe eine neue Temperaturreferenzierung durchgeführt, um die gewünschten Temperaturen exakt einstellen zu können.

### 3.3 Versuchsablauf im HT-LSCM

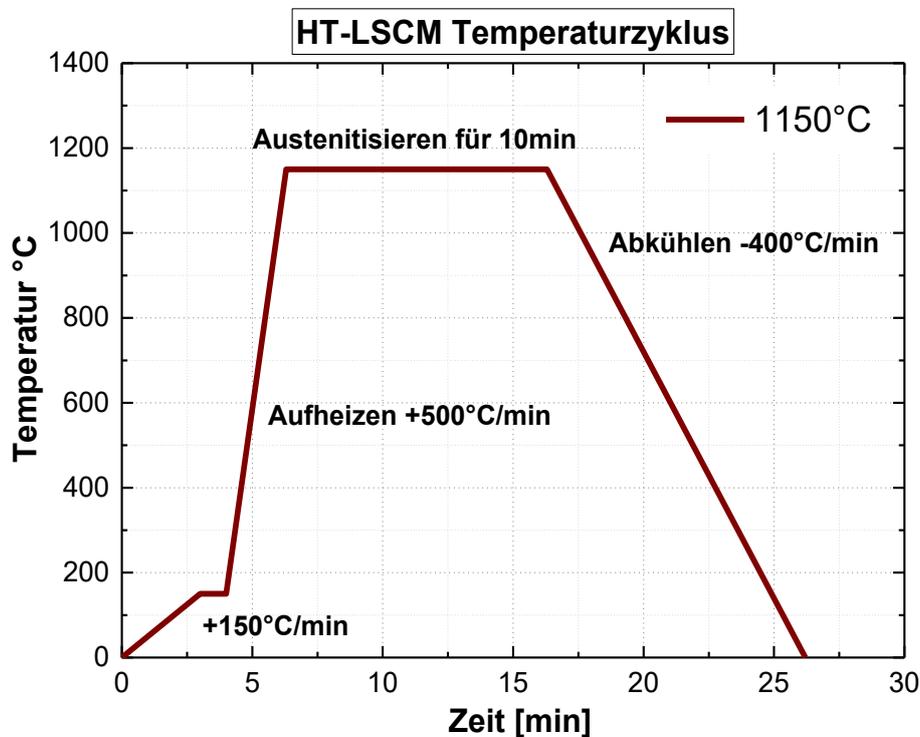
Zur Durchführung einer HT-LSCM Untersuchung wird die Probe in einen  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Tiegel gelegt, der wiederum über den verschraubbaren Deckel des Infrarotofens am Probenhalter platziert wird. Nach dem Ausrichten der Probe und dem Verschließen des Deckels wird der Ofenraum

unter Zuhilfenahme einer Turbo-Vakuumpumpe mindestens einmal evakuiert. Nach Erreichen eines Druckes von  $\sim 1 \times 10^{-3}$  bar kann der Evakuierungsvorgang abgebrochen und die Inertgasspülung aktiviert werden. Diese bleibt während des ganzen Versuchs aktiv um geringste Sauerstoffgehalte in der Ofenkammer garantieren zu können und so eine Oxidation der Probenoberfläche zu unterbinden. Der Argon 6.0 Gasstrom wird dabei durch einen dem Infrarotofen vorgeschalteten Hochtemperaturofen geleitet, der in seinem Inneren mit Titan-Spänen gefüllt ist. Durch das Erhitzen der Späne auf  $800^\circ\text{C}$  soll eine bewusste Oxidation des Titans herbeigeführt werden um dem Gas eventuellen Restsauerstoffgehalt zu entziehen. Durch diese Versuchsanordnung können zu Untersuchungsbeginn Sauerstoffgehalte  $< 1$  ppm im Ofen garantiert werden. Mit steigender Temperatur im Laufe des Versuchs sinken die Sauerstoffgehalte schließlich noch weiter, was ein Indiz dafür ist, dass die zu untersuchende Probe selbst zum  $\text{O}_2$ -Getter wird. **Abbildung 3-6** zeigt den Verlauf von Temperatur und Sauerstoffgehalt eines typischen Versuchszyklus mit den drei charakteristischen Bereichen. Bereich 1 stellt den Vorgang des Evakuierens dar, der nach zehn Minuten in Bereich 2, das Inertgas-Spülen übergeht. Während die Sauerstoffgehalte zu Beginn der Argon-Spülung sehr schnell fallen, verlangsamt sich die Abnahme nach etwa zwölf Minuten. Nachdem ein konstantes Plateau im Sauerstoffgehalt erreicht wird (hier bei etwa  $0,1$  ppm) kann der eigentliche Versuch (Bereich 3) gestartet werden. Bei Betrachtung von Bereich 3 ist deutlich zu erkennen, dass bei höher werdender Temperatur die Probe selbst immer mehr als Getter wirkt, wodurch der bereits geringe Sauerstoffgehalt im System unter die Messschwelle des Rapidox-Messgerätes fällt.



**Abbildung 3-6:** Verlauf von Sauerstoffgehalt und Temperatur eines typischen Versuchszyklus.

In **Abbildung 3-7** ist der für die Kornwachstumsuntersuchungen gewählte HT-LSCM Temperaturzyklus dargestellt, der vor Versuchsstart in der Yonekura Benutzeroberfläche definiert wird. Als ideale Austenitisierungstemperatur wurde basierend auf vorhergehenden Versuchen 1150°C gewählt, da bei dieser Temperatur die Größe der Austenitkörner und somit ihre Anzahl im Gesichtsfeld die günstigste statistische Sicherheit nach sich ziehen. Genauere Informationen zum Einfluss von Gesichtsfeld, Vergrößerung und Korngröße auf die statistische Signifikanz können [12] entnommen werden. Das schnelle Abkühlen nach der Austenitisierung mit (-400°C/min) soll ein weiteres Wachstum der Austenitkörner nach Beenden der Haltezeit unterbinden, um die bei 1150°C eingestellte Austenitkorngröße „konservieren“ zu können.

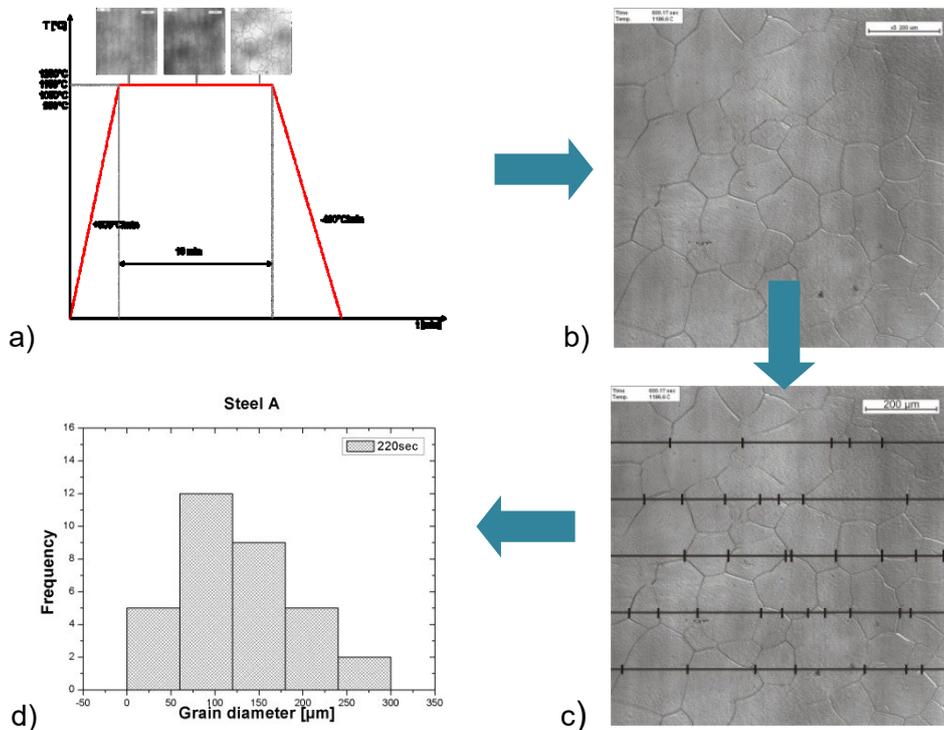


**Abbildung 3-7:** Temperaturzyklus für Kornwachstumsuntersuchungen.

### 3.4 Probenanalyse

Alle Proben werden vor, während und nach der Untersuchung hinsichtlich ihrer Austenitkorngröße und eventueller anderer Auffälligkeiten wie Seigerungen untersucht. Während es zum Sichtbarmachen der Korngrenzen während und nach dem Versuch aufgrund des thermischen Ätzeffektes keiner weiteren Hilfsmittel bedarf, müssen die Proben vor dem Versuch einer chemischen Ätzung unterzogen werden. Als Ätzlösung werden in der vorliegenden

Arbeit Nital 3% sowie Pikrin verwendet. Die Messung der Korngröße erfolgt nach dem sogenannten Linienschnittverfahren [26,27] dessen prinzipieller Verfahrensablauf in **Abbildung 3-8** dargestellt ist. Dabei wird zunächst ein Bild des entsprechenden Gesichtsfeldes mittels Lichtmikroskop oder HT-LSCM aufgenommen (Abbildung 3-8 a) bzw. b)) und anschließend fünf horizontale Linien im immer selben Abstand über das Bild gelegt (Abbildung 3-8 c)). Die Linie ist nun jeweils beim Schnittpunkt mit einer Korngrenze zu unterbrechen, so dass sich mehrere kleine Teilstrecken entsprechend der sogenannten Intercept-Längen ergeben. Diese Längen werden über eine automatische Clemex-Routine vermessen und als Textdatei ausgegeben (Abbildung 3-8 d)). Anwendbar ist diese Methode jedoch nur für polygonale Körner, da sich bei stark gestreckten Körnern die Abmessungen in Längs- und Querrichtung stark unterscheiden. Die Linienschnittmethode würde daher je nach Probenrichtung stark unterschiedliche Ergebnisse liefern.



**Abbildung 3-8:** Methodik des Linienschnittverfahrens.

Zu beachten ist bei diesem Verfahren, dass die ausgegebene durchschnittliche Intercept-Länge ( $d_L$ ) nicht den tatsächlichen mittleren Korndurchmesser (Mean Area Diameter,  $d_A$ ) darstellt. Um  $d_L$  in den mittleren Korndurchmesser zu überführen, muss die mittlere Intercept-Länge durch den Wert 0,8 dividiert werden. Dieser Wert berücksichtigt die Tatsache, dass die Körner bei der Linienschnittmethode nicht immer an der Stelle des größten Durchmessers geschnitten werden und stellt somit einen Korrekturfaktor dar [28]. Zur Sicherstellung

der statistischen Signifikanz ist es zudem wichtig, eine minimale Anzahl von 80 Körnern zu vermessen.

## 3.5 Ergebnisse und Diskussion

Die Proben werden sowohl vor, als auch nach den LSCM Versuchen auf ihre Austenitkorngröße untersucht. Daraus soll abgeleitet werden, ob die Korngröße vor Versuchsbeginn einen Einfluss auf das sich einstellende Ergebnis im HT-LSCM hat. Zudem soll die chemische Ätzung vor den Versuchen Aufschluss über die Homogenität der Probenmatrix geben, um Rückschlüsse auf den Einfluss eventueller Inhomogenitäten ziehen zu können.

### 3.5.1 Gefüge vor den HT-LSCM Versuchen

Vor den LSCM-Untersuchungen werden die unverformten und verformten Proben mittels Nital geätzt und die Korngröße im Zentrum und am Rand der Probe vermessen. Die Untersuchung findet dabei an dem geviertelten, noch nicht zu LSCM-Proben verarbeiteten Material statt, da ansonsten die präzise eingestellte Höhe von 1,8 mm der Konfokalmikroskop-Proben durch Ätzen und anschließend abermaliges Schleifen und Polieren verändert werden würde. **Abbildung 3-9** und **Abbildung 3-10** zeigen je eine repräsentative Gefügaufnahme von Rand- und Mittenbereich der unverformten Proben beider Legierungen, sowie die dazugehörigen Korngrößenverteilungskurven.

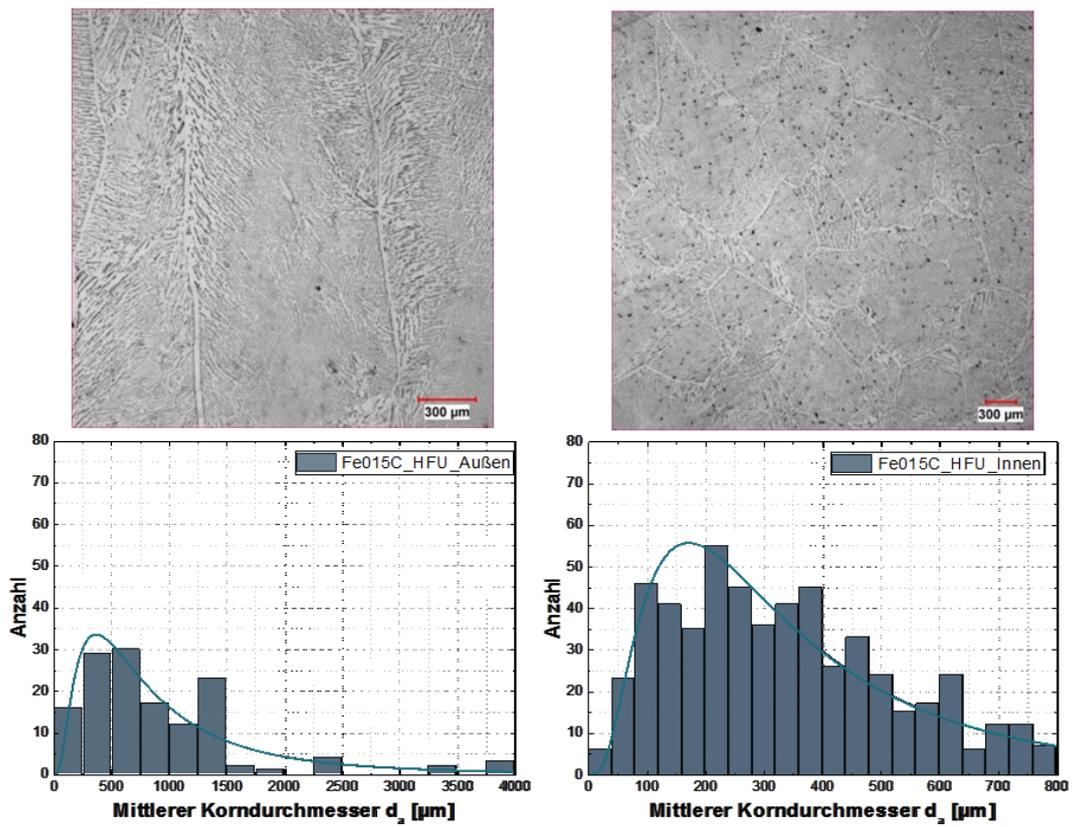


Abbildung 3-9: Gefügeaufnahme Fe015C (Gusszustand) mit Nital getätzt. Links: Rand, Rechts: Mitte.

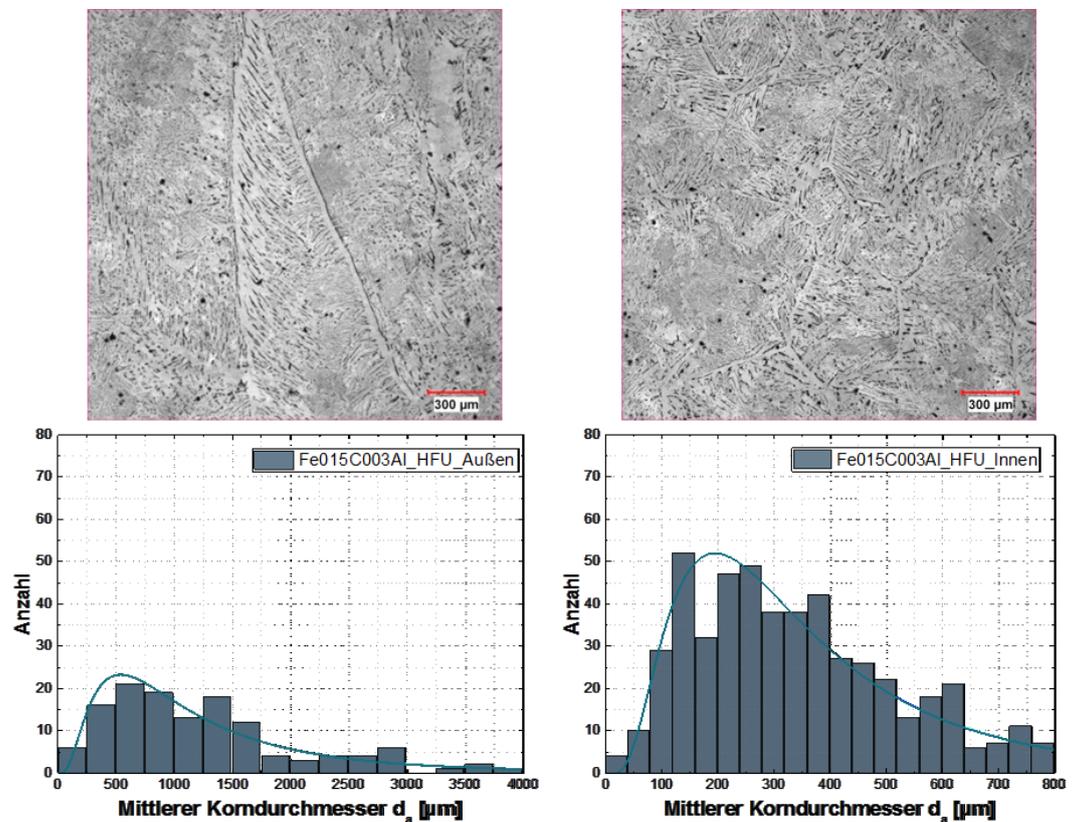


Abbildung 3-10: Gefügeaufnahme Fe015C003Al (Gusszustand) mit Nital getätzt. Links: Rand, Rechts: Mitte.

Während zwischen den Legierungen Fe015C und Fe015C003Al im Gusszustand keine eindeutigen Unterschiede in Gefügeausbildung oder Austenitkorngröße (AKG) zu erkennen sind, weisen Rand und Mitte der Proben starke Unterschiede zwischen Form und Größe der Austenitkörner auf. In beiden Fällen zeigen sich am Rand stängelige Austenitkörner mit einer Breite von  $\sim 600 \mu\text{m}$  und einer Länge bis hin zu mehreren Millimetern. Im Zentrum der Proben hingegen können jeweils gleichmäßige Austenitkörner mit einer durchschnittlichen Größe von  $350 \mu\text{m}$  erkannt werden. In allen vier Fällen besteht dabei das Raumtemperaturgefüge aus einem schmalen Saum aus pro-eutektoidem Ferrit an den ehemaligen Austenitkorgrenzen und einer Matrix aus Widmanstättenferrit. Ähnliches ergibt sich bei der Betrachtung des verformten Materials. **Abbildung 3-11** und **Abbildung 3-12** zeigen erneut Rand- und Zentrumsaufnahmen beider Legierungen sowie die Korngrößenverteilungen. Wie zuvor sind zwischen den beiden Legierungen keine Unterschiede zu erkennen, jedoch zeigen Rand und Mitte der jeweiligen Probe erneut andere Ausgangszustände. Der Mittenbereich der verformten Proben ist wieder gekennzeichnet durch eine widmanstättenferritische Matrix mit proeutektoidem Ferrit an den ehemaligen Austenit-KG. Die mittlere Austenitkorngröße ist mit  $\sim 100 \mu\text{m}$  deutlich kleiner als in der Mitte der unverformten Probe. Am Rand der Proben zeigt sich erneut ein Gefüge bestehend aus Widmanstättenferrit, jedoch in einer weitaus feineren Ausprägung. Eine ehemalige AKG lässt sich in diesem Bereich für keine der beiden Legierung bestimmen, aufgrund eines fehlenden Ferritfilms an den Korngrenzen was auf die stark unterschiedlichen Kühlraten im Rand und Mittenbereich der Probe zurückzuführen ist. Dadurch ist auch eine Messung der Korngröße am Rand für keine der beiden Legierungen durchführbar.

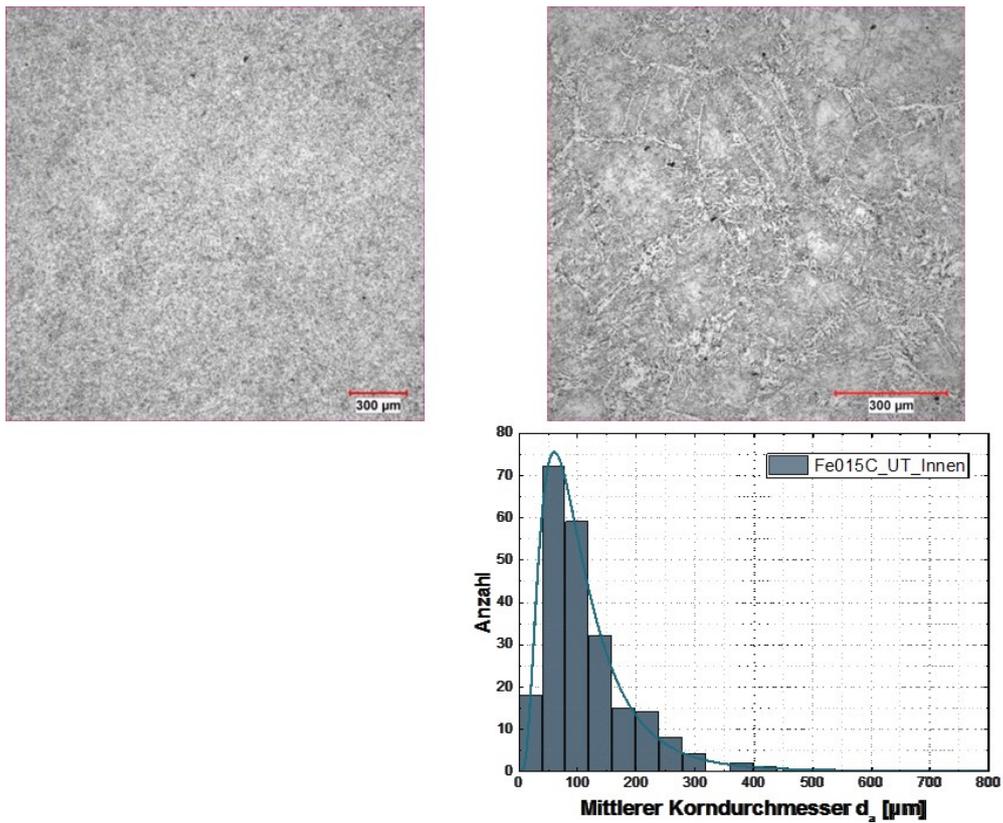


Abbildung 3-11: Gefügaufnahme Fe015C (verformter Zustand) mit Nital geätzt. Links: Rand, Rechts: Mitte.

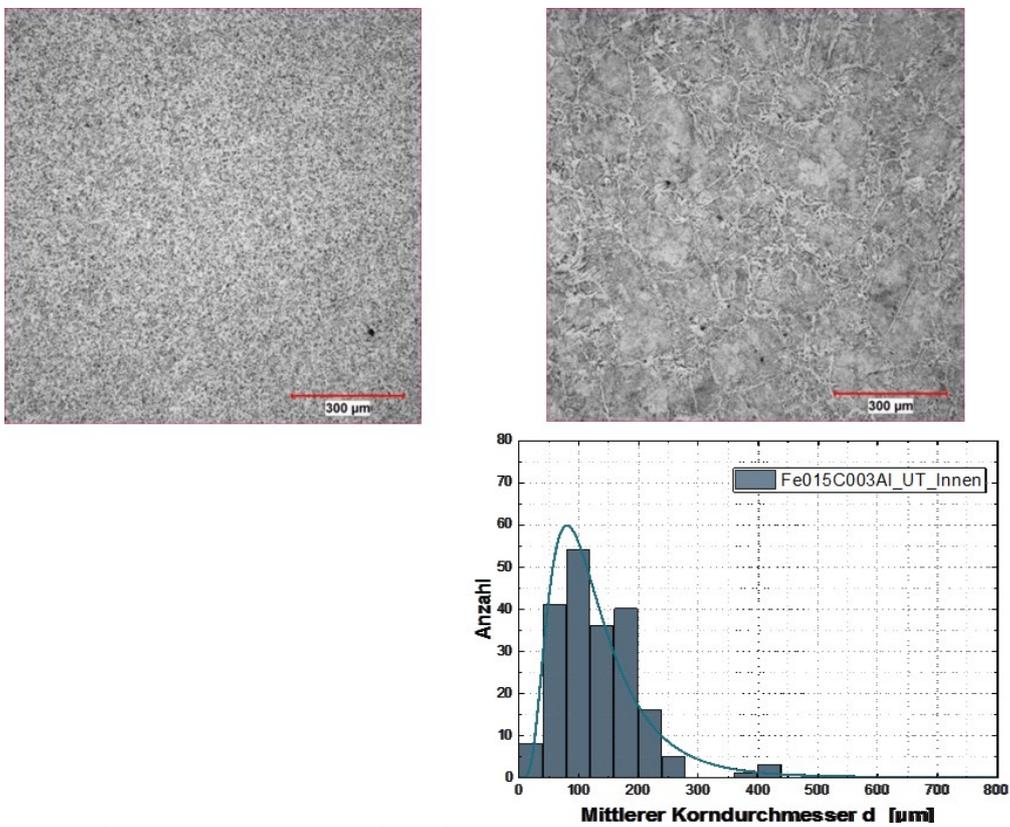


Abbildung 3-12: Gefügaufnahme Fe015C003Al (verformter Zustand) mit Nital geätzt. Links: Rand, Rechts: Mitte.

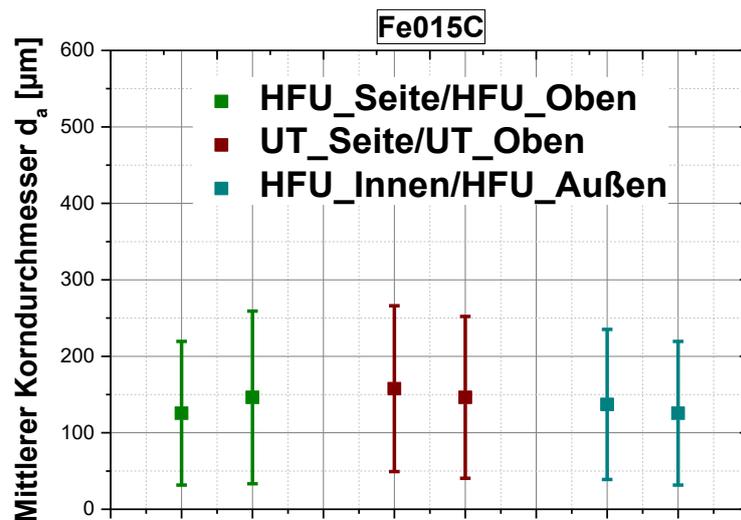
Auch wenn die Ätzungen vor den LSCM Versuchen große Unterschiede in der Austenitkorngröße zwischen Rand und Zentrum bzw. zwischen verformtem und unverformtem Material ergeben, so ist doch das Gefüge für alle Proben von sehr homogener Struktur. In jedem Fall hat sich ein Gefüge weitestgehend bestehend aus Widmanstättenferrit eingestellt, das frei von Seigerungen oder anderen Inhomogenitäten ist.

### 3.5.2 HT-LSCM Untersuchungen

Nach den Untersuchungen des Ausgangsgefüges werden die Proben gemäß Abschnitt 3.1 hergestellt und im HT-LSCM untersucht. Die Ergebnisse der Versuche sind im Folgenden beschrieben.

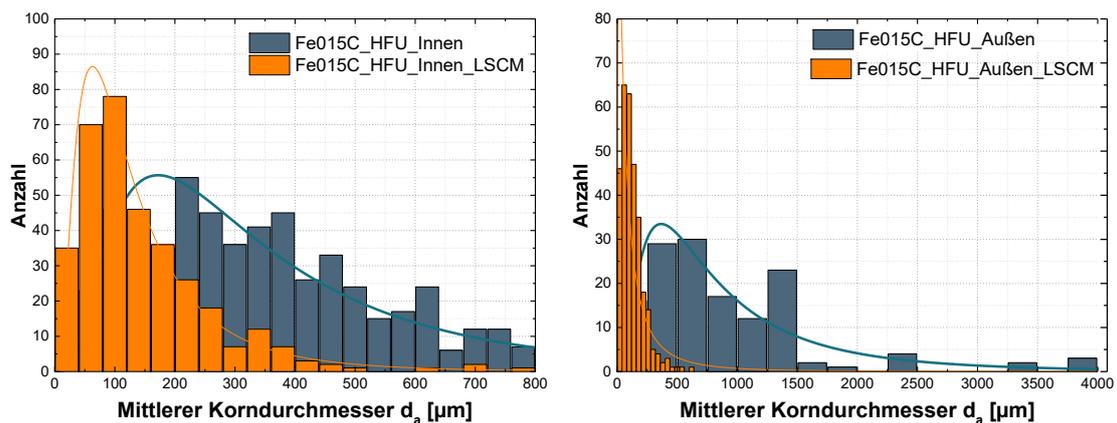
#### 3.5.2.1 Fe015C

Wie **Tabelle 3-2** zu entnehmen ist, werden für Legierung Fe015C drei Vergleiche hinsichtlich der sich einstellenden Austenitkorngröße angestellt: Es wird dabei der Unterschied zwischen den Ansichtsflächen für die verformten und unverformten Proben untersucht, damit einhergeht der Vergleich zwischen verformtem Ausgangszustand und Gusszustand. Zudem wird anhand der Gussproben der Einfluss unterschiedlicher Probenlagen auf die sich einstellende Korngröße analysiert. Die sich daraus einstellenden Ergebnisse sind **Abbildung 3-13** dargestellt. Diese zeigen deutlich, dass der Ausgangszustand bzw. die Lage der Probe keinen Einfluss auf die sich einstellende Korngröße zu haben scheinen. Die durchschnittliche mittlere Korngröße aller Messungen betrug  $\sim 150 \mu\text{m} \pm 100 \mu\text{m}$ , wobei die hohe Standardabweichung charakteristisch für Korngrößenmessungen ist. Auch ein Unterschied zwischen dem verformten und unverformten Material ist im Zuge der Korngrößenmessung nicht zu erkennen.

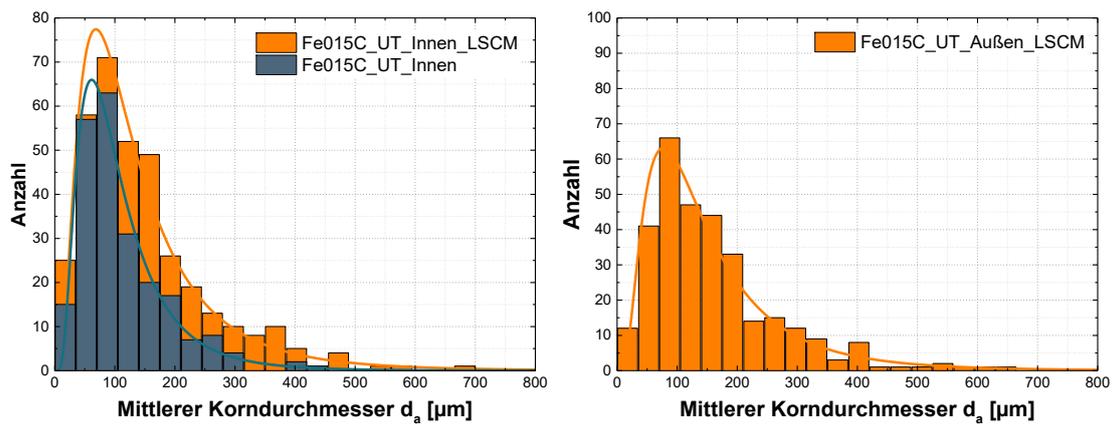


**Abbildung 3-13:** Mittlere Korngrößen und Standardabweichungen der Legierung Fe015C nach einer Austenitisierung bei 1150°C.

Die Korngrößenverteilung der jeweiligen Probe vor und nach den LSCM Versuchen sind in **Abbildung 3-14** und **Abbildung 3-15** angegeben. Die blaue Verteilungskurve zeigt dabei den Zustand vor den LSCM Versuchen ermittelt über chemisches Ätzen und die orange Verteilung den Zustand am Ende der Austenitisierung im LSCM ermittelt durch thermisches Ätzen. Bei Betrachtung der Verteilungen ist dabei eindeutig zu erkennen, dass sich nach den LSCM Versuchen die immer gleiche Korngrößenverteilung an der Probenoberfläche einstellt, unabhängig vom Bereich der Probe und den damit verbundenen unterschiedlichen Korngrößen vor Versuchsbeginn.



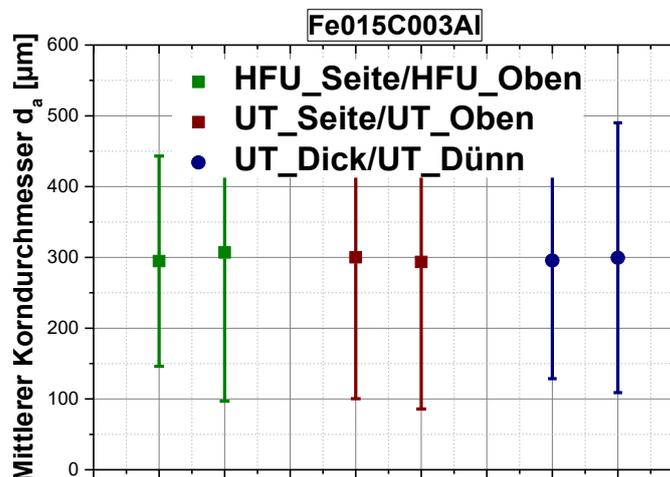
**Abbildung 3-14:** Korngrößenverteilung vor und nach der LSCM Versuche für unterschiedliche Lagen der Legierung Fe015C (Gusszustand).



**Abbildung 3-15:** Korngrößenverteilung vor und nach der LSCM Versuche für unterschiedliche Lagen der Legierung Fe015C (umgeformter Zustand).

### 3.5.2.2 Fe015C003Al

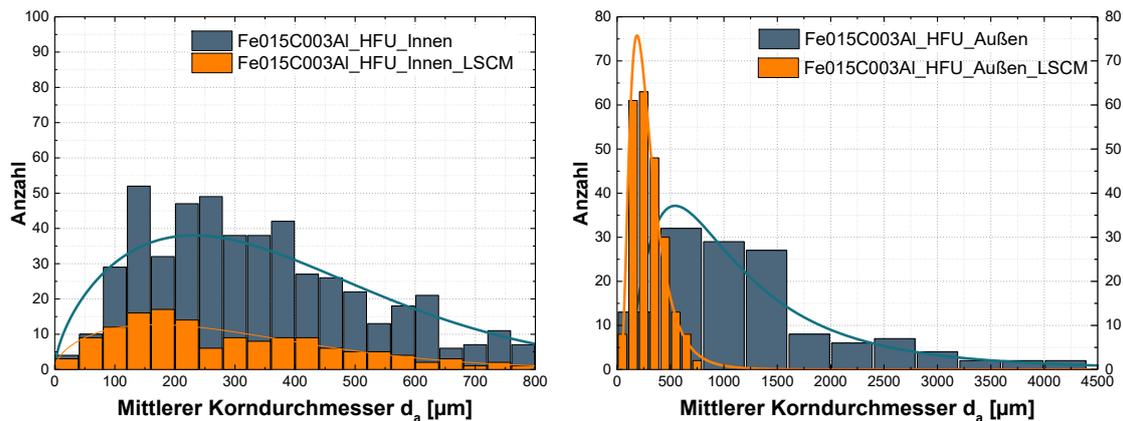
Ein ähnliches Ergebnis ergibt sich bei Betrachtung der Fe015C003Al-Legierung, die ebenfalls hinsichtlich des Einflusses von Verformung, Ansichtsfläche und Lage auf die KG untersucht wurde. Zusätzlich wurde in dieser Versuchsreihe die Auswirkung einer reduzierten Probenhöhe auf die finale Korngröße untersucht (siehe **Tabelle 3-2**). Die Ergebnisse sind in **Abbildung 3-16** zusammengefasst und führen zu denselben Erkenntnissen wie sie bereits bei der Legierung Fe015C gemacht wurden.



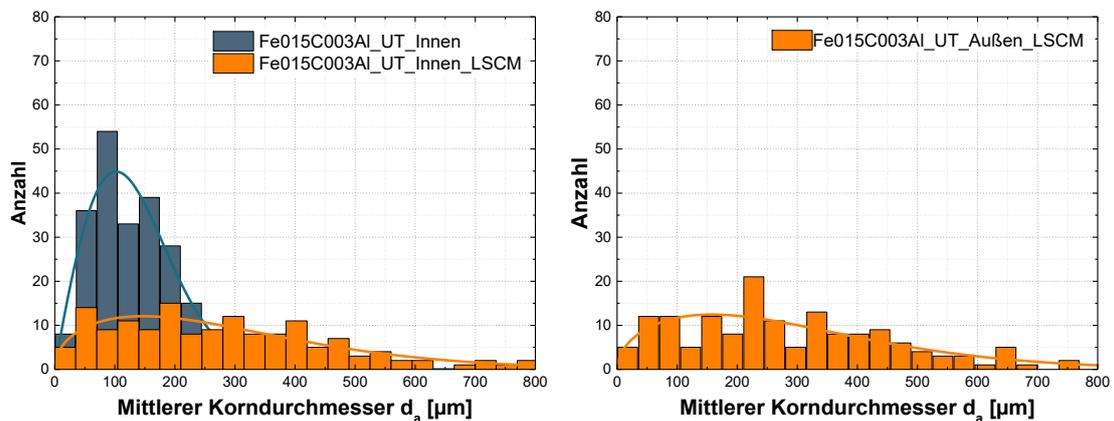
**Abbildung 3-16:** Mittlere Korngrößen und Standardabweichungen der Legierung Fe015C003Al nach einer Austenitisierung bei 1150°C.

Erneut kann kein Unterschied in der Korngröße in Abhängigkeit des Ausgangszustandes gemacht werden. Alle Proben zeigen somit nach den LSCM Versuchen die gleiche mittlere Korngröße von 300  $\mu\text{m}$  +/- 180  $\mu\text{m}$ . Zusätzlich ist zu erkennen, dass eine deutliche Reduzierung der Probenhöhe und damit der auch der Masse keine Änderung der Korngröße bewirkt.

In **Abbildung 3-17** und **Abbildung 3-18** sind erneut die Korngrößenverteilungen vor und nach den LSCM Ergebnissen dargestellt. Wie schon zuvor repräsentiert die blaue Verteilung den Ausgangszustand der Probe für Zentrum und Randbereich der verformten und unverformten Proben vor Versuchsbeginn und die orange Verteilung die Korngrößen am Ende des Versuches. Für alle dargestellten Bereiche ergibt sich dabei dieselbe Verteilung der Korngrößen. Höhe, Ansichtsfläche, Lage und Umformung haben somit auch im Falle der Fe015C003Al-Legierung keine eindeutige Wirkung auf das Kornwachstum und die daraus resultierende Verteilung.

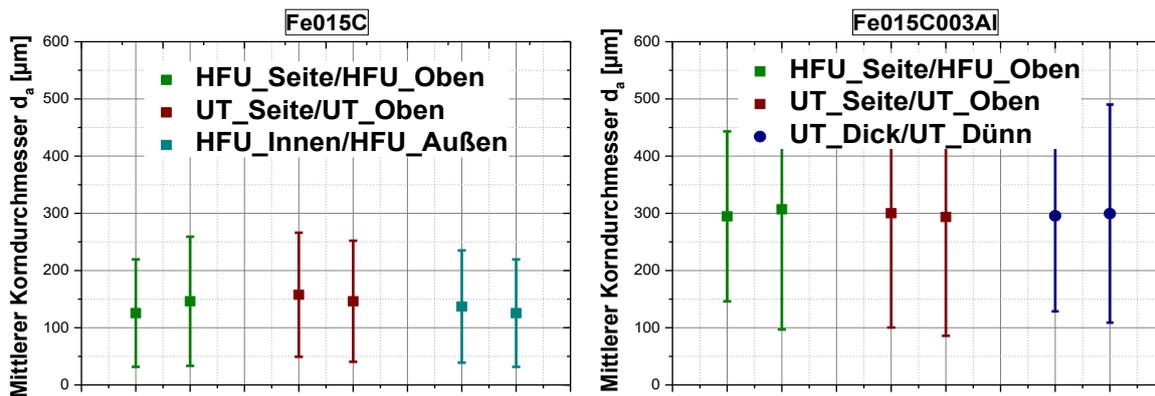


**Abbildung 3-17:** Korngrößenverteilung vor und nach der LSCM Versuche für unterschiedliche Lagen der Legierung Fe015C003Al (Gusszustand).



**Abbildung 3-18:** Korngrößenverteilung vor und nach der LSCM Versuche für unterschiedliche Lagen der Legierung Fe015C003Al (umgeformter Zustand).

Im Fall der Legierung Fe015C003Al dient das Zulegieren von 0,024% Al der Bildung von AlN. Der Stickstoffgehalt von 0,002% in den Proben ist dabei vom Umschmelzprozess und dem Einsatzmaterial vorgegeben. Für den vereinfachten Vergleich beider Legierungen sind in **Abbildung 3-19** die erreichten Austenitkorngrößen beider Stähle nebeneinander dargestellt.



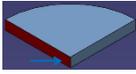
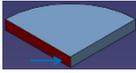
**Abbildung 3-19:** Vergleich der Legierungen Fe015C und Fe015C003Al.

Werden nun die beiden Ergebnisse nach den LSCM Versuchen der beiden Legierungen verglichen, so zeigt sich, dass kein Pinningeffekt der gebildeten AlN aufgetreten ist, sondern entgegen der Erwartungen die Korngröße der Fe-C-Al-Legierung bei 1150°C Austenitkörner nach sich zieht, die mit einer Größe von  $\sim 300 \mu\text{m}$  um den Faktor zwei größer sind als die der reinen Fe-C-Legierung ( $\text{KG} \sim 150 \mu\text{m}$ ). Dass die Korngröße der Fe15C003Al Legierung nicht unter jener der Fe015C Legierung liegt, wird als Indiz gewertet, dass bei der Austenitierungstemperatur von 1150°C bereits alle gebildeten AlN wieder aufgelöst wurden. Es wird daher eine weitere Versuchsreihe bei verminderten Haltetemperaturen durchgeführt, um dadurch eine Wiederauflösung zu vermeiden und den Einfluss von AlN sichtbar zu machen.

### 3.5.3 HT-LSCM Ergänzungsversuche: Einfluss AlN

Da sich bei den vorhergehenden Versuchen gezeigt hat, dass bei einer Temperaturen von 1150°C die AlN schon vollkommen in Lösung zu sein scheinen, wird für die folgenden Versuche die Temperatur in einer Abstufung 100°C zweimal reduziert. Heiz- und Kühlraten sowie die Haltedauer bleiben dabei unverändert (siehe **Abbildung 3-20**). Die Versuche werden dabei erneut mit beiden Legierungen durchgeführt um die Vergleichbarkeit weiterhin gewährleisten zu können. Da aber die ersten Versuche gezeigt haben, dass weder Lage, Position, Verformung noch die Dicke der Probe einen Einfluss auf die Korngröße der vorliegenden Legierungen haben, werden alle weiteren Untersuchungen an den zwei Probentypen aus **Tabelle 3-3** durchgeführt.

Tabelle 3-3: Probendaten für Ergänzungsversuche 1.

Proben NR.	Legierung	Ausgangszustand	Lage	Position	Dicke	Darstellung
1.	Fe015C	*UT	Seite	Innen	1,8	
2.	Fe015C003Al	*UT	Seite	Innen	1,8	

\*UT= Umgeformtes Material.

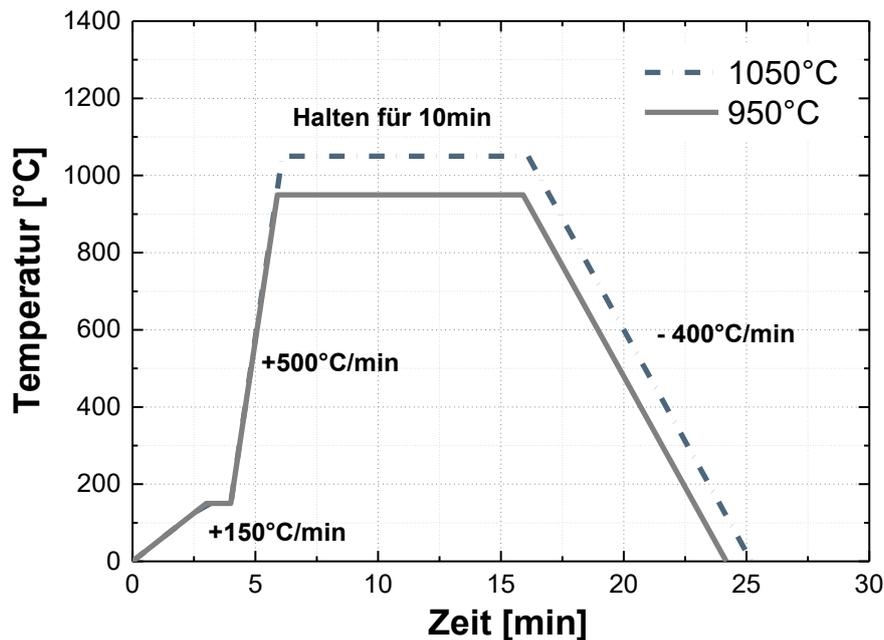
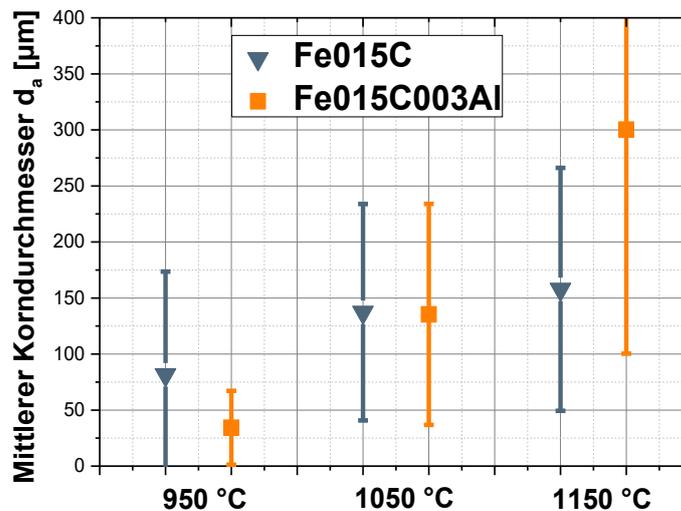
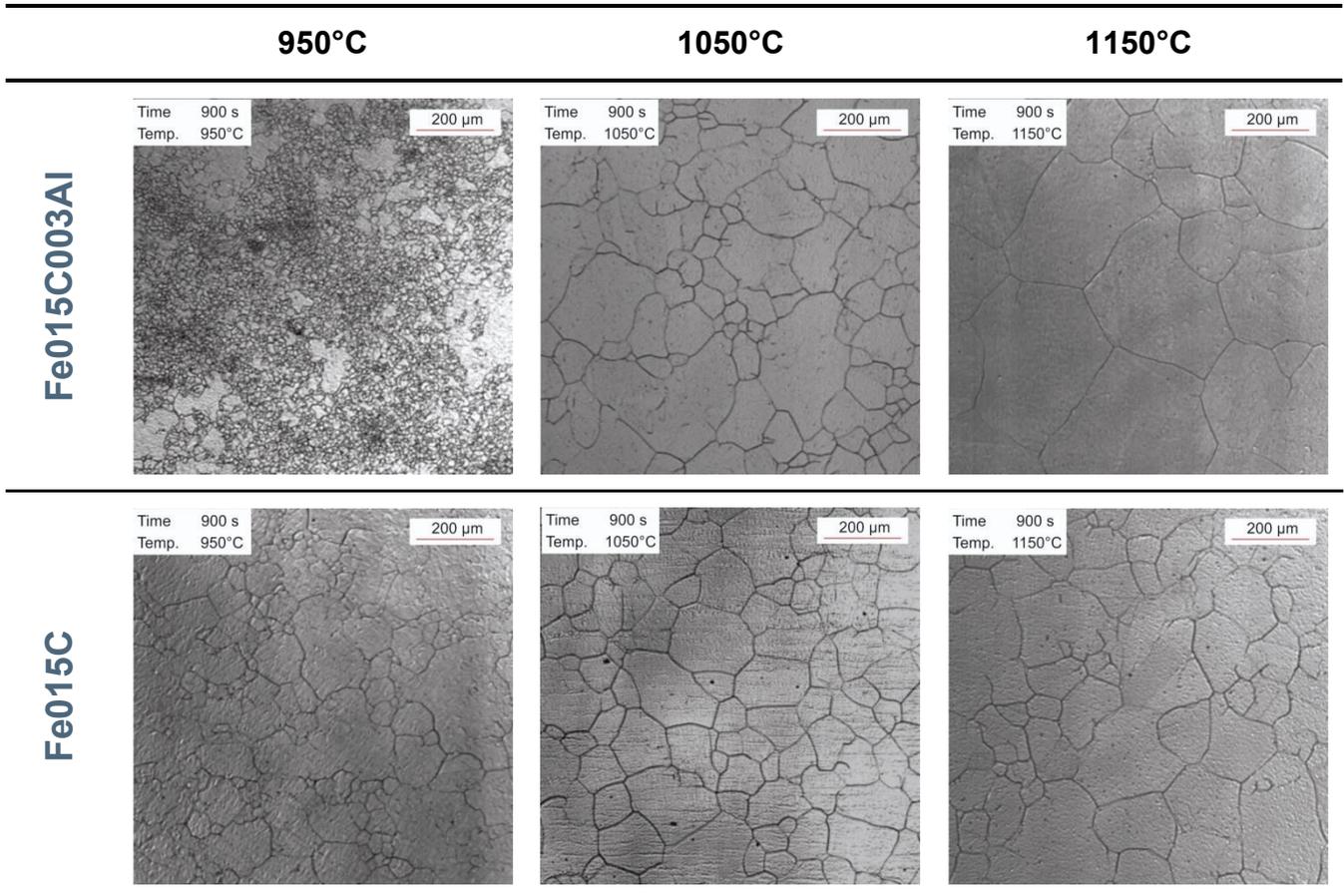


Abbildung 3-20: HT-LSCM Temperaturzyklen mit verminderten Haltetemperaturen.

Beim eingesetzten Material handelt es sich also immer um Proben aus den umgeformten Legierungen, wobei der innenliegende Teil der Seitenfläche die untersuchte Oberfläche darstellt. In **Tabelle 3-4** sind für jede der drei Austenitisierungstemperaturen repräsentative HT-LSCM Aufnahmen für beide Legierungen dargestellt. Dabei ist der Einfluss der AlN mit tiefer werdender Temperatur immer deutlicher zu erkennen. Während sich, wie zuvor beschrieben, bei 1150°C für die Fe015C003Al Proben eine doppelt so große Korngröße einstellt, zeigen bei 1050°C beide Proben eine idente mittlere Korngröße von 150µm +/- 100 µm. Wird die Temperatur im nächsten Versuch nun noch einmal um 100°C auf 950°C verringert, sinkt die Korngröße für Fe015C003Al um ein Vielfaches stärker als in der Legierung Fe015C. So ergibt sich für Fe015C eine Korngröße von ~ 75 µm und für Fe015C003Al nur ein Wert von ~ 30 µm. Die ermittelten Werte sind in **Abbildung 3-19** in einem Diagramm zusammengefasst. Dazu sei noch erwähnt, dass die Austenitkörner der Al-legierten Proben teilweise so klein sind, dass sie unter der Grenze des noch messbaren Durchmessers mittels Linienschnittver-

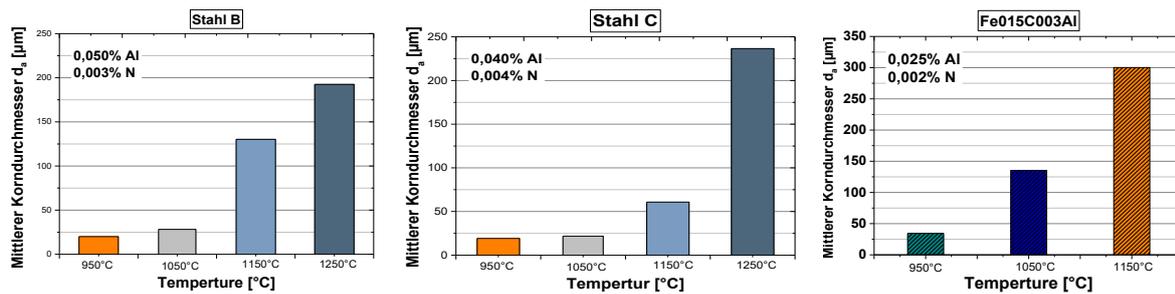
fahren liegen. Der tatsächliche Durchschnittswert für 950°C liegt somit wohl noch unter dem in **Abbildung 3-20** angegebenen Wert.

**Tabelle 3-4:** HT-LSCM Aufnahmen bei verschiedenen Haltetemperaturen.



**Abbildung 3-21:** Mittlerer Korndurchmesser der Legierungen Fe015C und Fe015C003Al bei den drei verschiedenen Haltetemperaturen.

Zusammenfassend lässt sich also über die ergänzende Versuchsreihe sagen, dass bei 950°C ein eindeutiger Pinningeffekt zu erkennen ist, was wiederum zu einer größeren durchschnittlichen Korngröße in der Probe ohne Al führt. Zwischen 950°C und 1050°C findet eine Auflösung der AlN statt, sodass es zu einer Annäherung der Korngröße zwischen beiden Legierungen kommt. Wird nun die Maximaltemperatur während des Versuches noch weiter gesteigert, kommt es erneut zu einem erheblichen Unterschied in der Korngröße der Legierungen, jedoch drehen sich hierbei die Verhältnisse um. Die mit Al legierte Probe liefert dann beinahe 2-fach größere Austenitkörner am Ende der Haltedauer als die reine Fe-C Legierung. Werden die erhaltenen Ergebnisse nun mit denen der Literatur verglichen, lassen sich eindeutige Übereinstimmungen finden. Zum Beispiel haben Militzer et al. [2], wie schon in Kapitel 2.1.2 beschrieben, an Al-desoxidierten, niedriglegierten Stählen isotherme Halteversuche durchgeführt um das Auflösungsverhalten von AlN zu beschreiben. Dabei konnten sie feststellen, dass bis zu einer Temperatur von 1050°C die mittlere Austenitkorngröße 40µm nicht überschreitet. Bei der Erhöhung der Temperatur auf 1100°C konnte in den ersten Sekunden nach Erreichen der Haltetemperatur noch ein Pinningeffekt erkannt werden, der aber nach kurzer Zeit plötzlich in normales Wachstum überging, was durch das Auflösen von AlN erklärt wird. Bei 1150°C konnte schließlich keine Hemmung des Kornwachstums mehr erkannt werden, da sich alle AlN schon während des Aufheizvorganges aufgelöst haben. Dabei war die sich einstellende Korngröße am Ende der Haltezeit 200 µm. Diese Beobachtungen stimmen qualitativ sehr gut mit den vorliegenden überein, ein direkter Vergleich von Auflösungspunkten und sich einstellenden Korngrößen ist zwischen den Ergebnissen von Militzer und denen der vorliegenden Arbeit jedoch nicht zulässig. Zum einen waren die Grundzusammensetzungen der Stähle sehr unterschiedlich, aber auch der Gehalt an Al und N war für die Versuchsreihen nicht derselbe. Während in der Masterarbeit mit Al-Gehalten von 0,025% bzw. Stickstoffgehalten von 0,002% gearbeitet wurde, betragen jene der besagten Veröffentlichung 0,04% Al und 0,05% N. Eine weitere Vergleichsmöglichkeit bieten der Masterarbeit vorhergegangene Austenitkornwachstumsuntersuchungen am LSCM, wie sie in [12] beschrieben sind. Auch hier wurden unter anderem für zwei Al-desoxidierte, niedriglegierte Stähle Kornwachstumsverläufe bei isothermen Halteversuchen aufgezeichnet. Der Vergleich der dort ermittelten Ergebnisse mit denen der Legierung Fe015C003Al ist in Form von Balkendiagrammen in **Abbildung 3-22** dargestellt.



**Abbildung 3-22:** Vergleich der Korngröße von 3 Stählen mit unterschiedlichen Al- und N-Gehalten am Ende von isothermen Halteversuchen.

Auch in diesem Fall ist zu erkennen, dass der Trend in allen drei Untersuchungen derselbe ist. Während bei 950°C noch sehr geringe Korngrößen gemessen werden, ändert sich dies mit höher werdender Temperatur durch die Auflösung von AlN. Ein eindeutiger Vergleich von Korngröße und Auslösungszeitpunkt ist jedoch auch hier aus den schon oben beschriebenen Gründen nicht erlaubt. Eine Begründung für das gesteigerte Kornwachstum der Legierung Fe015C003Al im Vergleich mit der Legierung Fe015C bei 1150°C konnte im Laufe der Arbeit nicht geklärt werden.

Werden die bisher durchgeführten Ergebnisse zusammengefasst lässt sich sagen, dass Lage, Geometrie, Ansichtsfläche und Umformung keinen Einfluss auf das Versuchsergebnis haben und der Einfluss einzelner Legierungselemente eindeutig über das HT-LSCM dargestellt werden kann. Dennoch muss beachtet werden, dass alle bisher untersuchten Materialien schon vor den LSCM Versuchen eine ideale Homogenität des Gefüges aufwiesen. Die Frage wie sich ein inhomogener Gefügezustand in Form von Seigerung auf das Kornwachstum auswirkt, wird anhand einer zusätzlichen Versuchsreihe hinterfragt die im Folgenden beschrieben ist.

### 3.5.4 HT-LSCM Ergänzungsversuche: Einfluss Gefügeinhomogenitäten

Um den Einfluss des Ausgangszustandes weiter analysieren zu können, werden weitere Vergleiche mit Proben, die bereits im Vorfeld der Masterarbeit erzeugt wurden, getätigt. Die entsprechenden Proben wurden dabei ebenfalls über eine Hochfrequenzschmelzanlage erzeugt, allerdings mit einem geringeren Endgewicht von ~ 60 g. Ansonsten sind Herstellungsweg und Probenpräparation ident mit der unter 3.1 beschriebenen Methodik. Die Zusammensetzungen der ergänzenden Legierungen sind in **Tabelle 3-5** angegeben. Dabei handelt es sich um eine Fe-C-Mn Referenzlegierung, sowie um zwei weitere Proben die sich in ihrer Zusammensetzung von der Referenzlegierung je um ein zusätzliches Legie-

rungelement unterscheiden. So wurde die Probe Fe-C-Cr im Vergleich zu Fe-C-Ref um 2,5% Chrom erweitert und die Legierung Fe-C-Mo um 1% Molybdän.

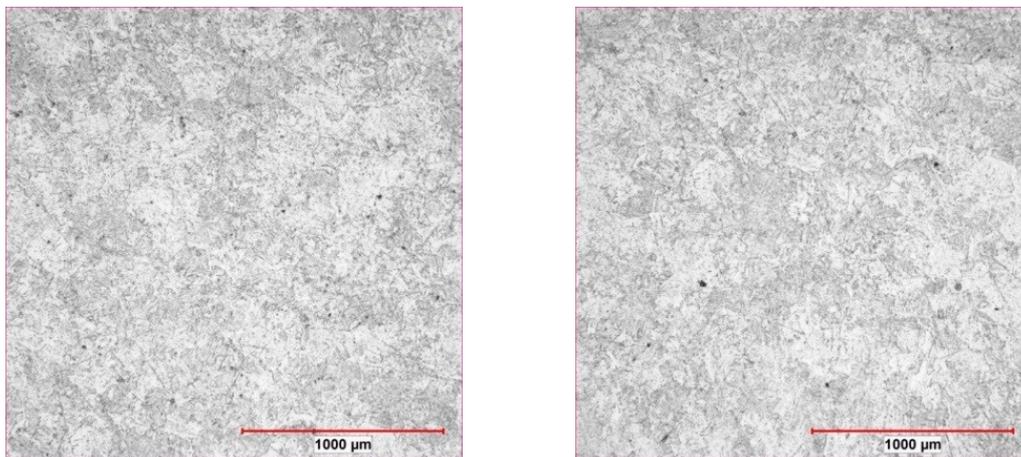
**Tabelle 3-5:** Zusammensetzung der Ergänzungslegierungen.

Bezeichnung	Kohlenstoff Gew.-% SOLL	Kohlenstoff Gew.-% IST	Mangan Gew.-% SOLL	Mangan Gew.-% IST	Chrom Gew.-% SOLL	Chrom Gew.-% IST
Fe-C-Ref	0,05	0,05	0,5	0,55	0,0	0,0
Fe-C-Cr	0,05	0,052		0,56	2,5	2,53

Bezeichnung	Kohlenstoff Gew.-% SOLL	Kohlenstoff Gew.-% IST	Mangan Gew.-% SOLL	Mangan Gew.-% IST	Molybdän Gew.-% SOLL	Molybdän Gew.-% IST
Fe-C-Mo	0,05	0,052	0,5	0,52	1,0	1,03

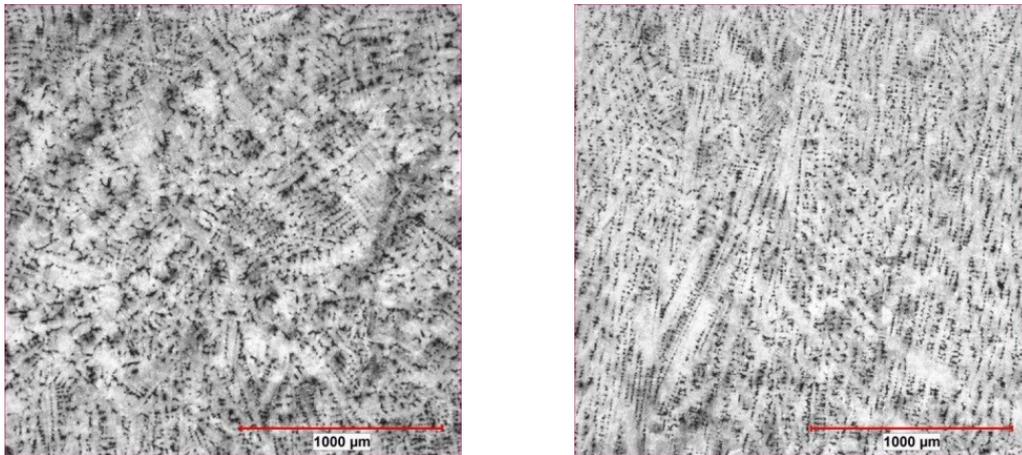
Um eventuelle Ungleichmäßigkeiten im Gefüge wie Seigerungen vor den Versuchen sichtbar zu machen, werden die Proben mit Pikrin-Säure geätzt und mittels Lichtmikroskopie untersucht. Die Aufnahmen der Mikrostruktur der drei Proben sind in **Abbildung 3-23** bis **Abbildung 3-25** dargestellt. Dabei zeigt die Referenzlegierung, wie auch die beiden oben beschriebenen Legierungen, schon vor dem Versuch ein sehr homogenes Ausgangsgefüge ohne Unterschiede zwischen Rand und Mitte der Probe. (**Abbildung 3-23**)



**Abbildung 3-23:** Mikrostruktur des Mitten- (links) und Randbereiches (rechts) der Referenzlegierung Fe-C-Ref.

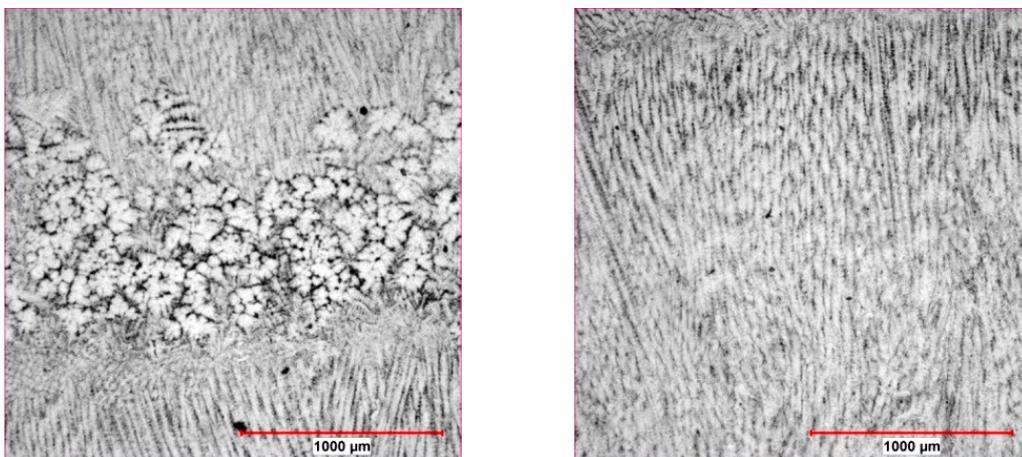
Wird hingegen die Probe Fe-C-Cr einer Pikrinätzung unterzogen, werden dadurch deutlich die stängeligen Dendriten im Randbereich sichtbar, die im Verlauf zur Mitte hin in einen mehr oder weniger äquiauxialen Zustand übergehen. Zwischen den Dendriten sind sowohl am

Rand als auch in der Mitte geseigerte Bereiche erkennbar, die sich als schwarze Flecken äußern.



**Abbildung 3-24:** Mikrostruktur des Mitten- (links) und Randbereiches (rechts) der Legierung Fe-C-Cr.

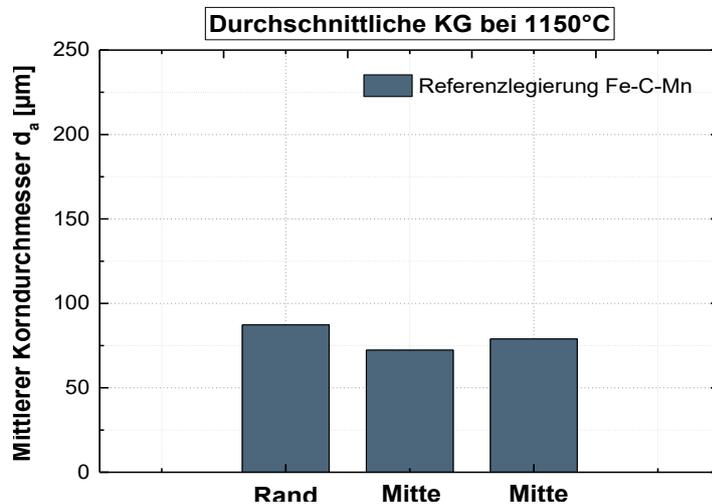
Ein wieder anderes Bild stellt sich ein, wenn die Probe Fe-C-Mo betrachtet wird. Besonders auffällig ist die starke Seigerung im Zentrum der Probe, zu erkennen als blumenartige Struktur. Der Randbereich weist eine ähnliche Struktur wie jener der Fe-C-Cr Legierung auf, dh. stängelige Dendriten mit leichten Seigerungen in den interdendritischen Bereichen.



**Abbildung 3-25:** Mikrostruktur des Mitten- (links) und Randbereiches (rechts) der Legierung Fe-C-Mn-Mo.

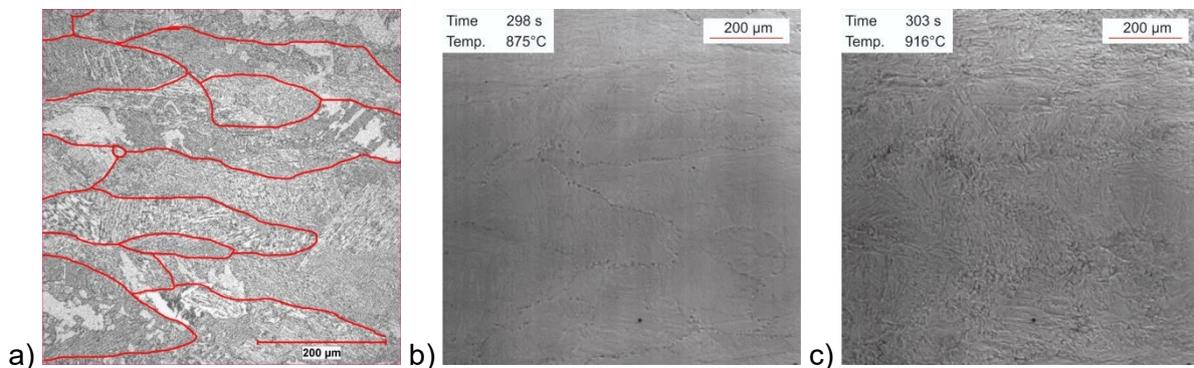
Die Durchführung bzw. Auswertung der ergänzenden Untersuchungen unterscheidet sich nicht von den zuvor durchgeführten, wobei der in **Abbildung 3-7** angegebene Temperaturzyklus genutzt wurde um das Material zu austenitisieren. Die Ergebnisse der Korngrößenmessungen sind im Folgenden in Form von Balkendiagrammen dargestellt. Für die Referenzlegierung ergeben sich im Laufe des Versuches keinerlei Auffälligkeiten und die durchschnittliche Korngröße von drei Versuchen beträgt 81 µm. Unterschiede zwischen Rand und

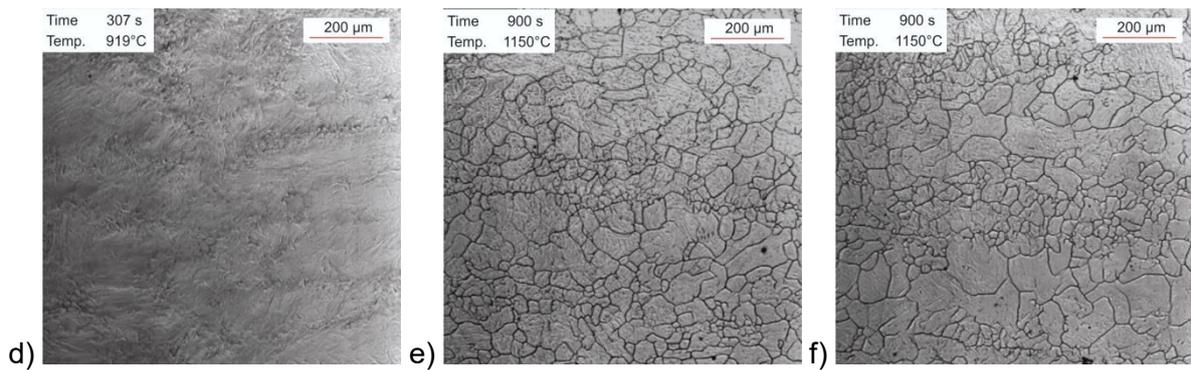
Zentrum der Proben sind weder während des Versuches noch hinterher in der Auswertung zu erkennen.



**Abbildung 3-26:** Durchschnittliche KG bei 1150°C der Referenzlegierung Fe-C-Mn.

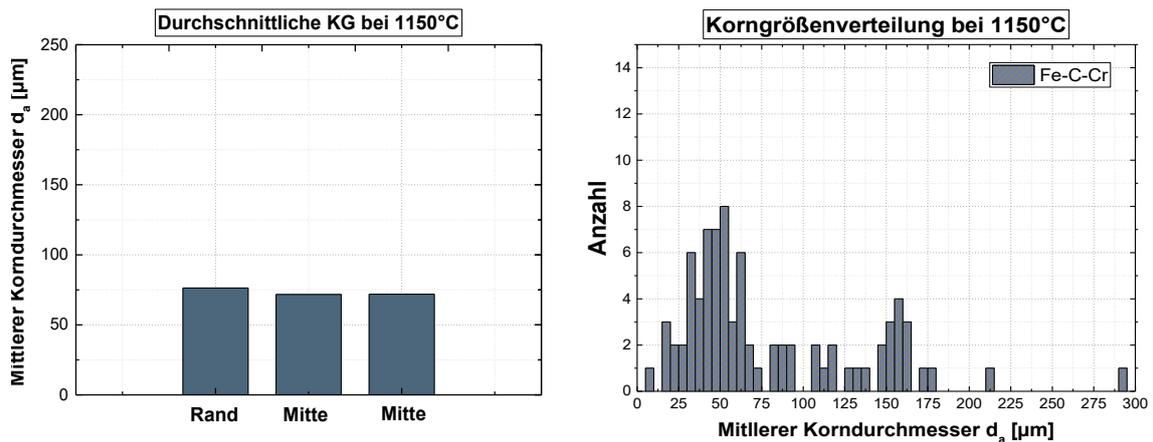
Anders bei der Legierung Fe-C-Mn-Cr, bei der erste Auffälligkeiten (**Abbildung 3-27**) schon während des Aufheizvorganges zu erkennen sind. **Abbildung 3-27 a)** stellt dabei das Ausgangsgefüge, sichtbar gemacht mit Nital, dar. Es zeigt die stängeligen, primären Austenitkörner der Probe vor dem Versuch. Beim Erhitzen der Probe kann nun eindeutig erkannt werden, dass die Phasenumwandlung in den Säumen um die Korngrenzen deutlich später erfolgt als die Umwandlung im Korninneren (**Abbildung 3-27 b) – d)**), was auf Unterschiede in der Zusammensetzung der einzelnen Bereiche schließen lässt. Neben den unterschiedlichen Umwandlungstemperaturen haben sich zudem deutlich ersichtliche Differenzen in der Korngröße in und um die ehemaligen Austenitkörner ergeben. Entlang der primären Austenitkorngrenzen kam es im Laufe der Versuche zu einer Bildung von Säumen kleinerer Austenitkörner, wie es in **Abbildung 3-27 e) und f)** zu sehen ist.





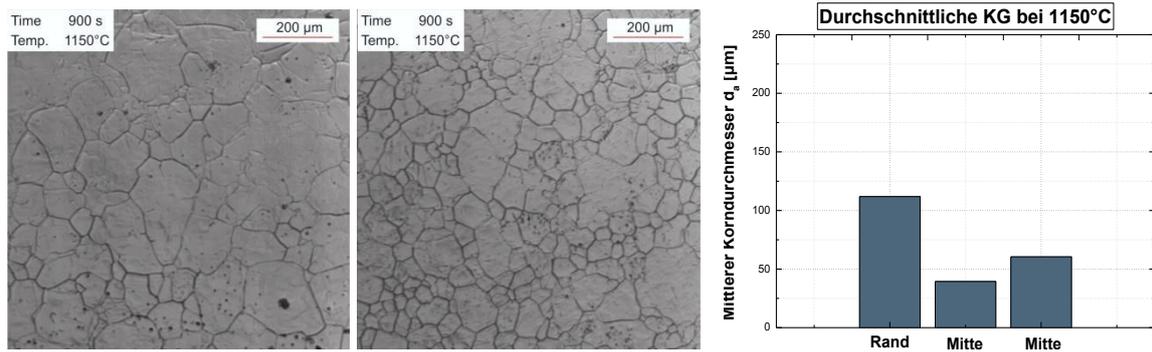
**Abbildung 3-27:** Phasenumwandlung und Kornwachstum während des Aufheizvorganges der Probe Fe-C-Mn-Cr.

Die beschriebenen Vorgänge können sowohl am Rand als auch im Zentrum der Probe beobachtet werden, was in beiden Bereichen zur selben durchschnittlichen Korngröße von 72  $\mu\text{m}$  führte. Wird nun die Korngrößenverteilung betrachtet, so ergibt sich gemäß den zwei Kornfraktionen eine Verteilung mit zwei Maxima die bei 50  $\mu\text{m}$  bzw. 150  $\mu\text{m}$  liegen.



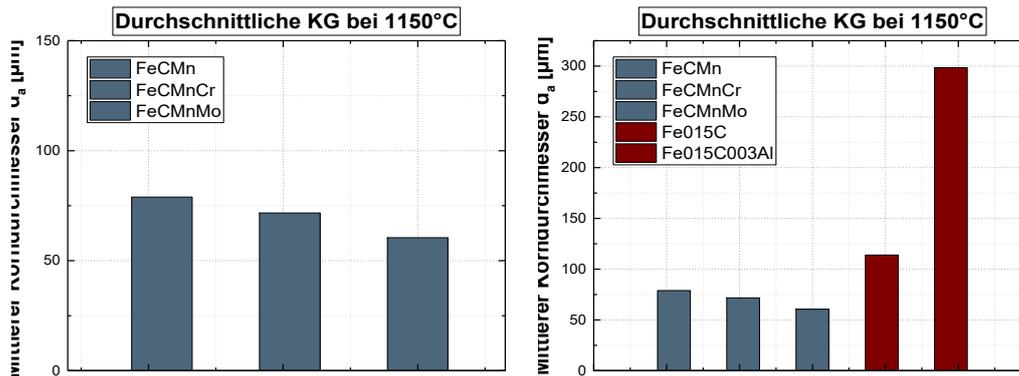
**Abbildung 3-28:** Korngrößenverteilung und durchschnittliche Korngröße aus drei Versuchen Fe-C-Cr für 1150°C.

Ein nochmal anderes Bild ergibt sich bei der Betrachtung der Fe-C-Mn-Mo Legierung. Diese weist von allen untersuchten Proben die deutlichsten Unterschiede in Abhängigkeit von Probenposition bei Raumtemperatur auf, was wiederum zu großen Unterschieden in den Versuchsergebnis führt. Während die alle bisher beschriebenen Legierungen die gleiche mittlere Korngrößen für alle Positionen auf der Proben aufzeigen, ist an den Fe-C-Mn-Mo Proben eine eindeutige Tendenz hin zu kleineren Körnern in der Mitte zuerkennen.



**Abbildung 3-29:** HT-LSCM Aufnahmen für Rand (links) und Zentrum (rechts) der Fe-C-Mn-Mo Probe sowie die mittlerer Korngrößen in aus drei Versuchen.

Erklären lässt sich dieses Verhalten durch die zuvor sichtbar gemachten Seigerungen im Probenzentrum. Da die stark geseigerten Bereiche auch gleichzeitig als der Bereich höchster Mo-Konzentration angenommen werden, scheint Mo eine eindeutige, kornwachstumshemmende Wirkung zu haben. Ähnliches gilt auch für die Fe-C-Mn-Cr Legierung. Die ehemaligen Austenitkorngrenzen scheinen in dieser Legierung die Bereiche größter Cr-Konzentration darzustellen. Eben diese Bereiche stellen sich im Versuch als die Bereiche kleinerer Korngrößen dar, so dass auch in diesem Fall angenommen werden kann, dass Cr eine Hemmung für das Wachstum der Austenitkörner darstellt. Somit ergibt sich im direkten Vergleich der Ergänzungsversuche das in **Abbildung 3-30** (links) dargestellte Bild. Dieses zeigt, dass sowohl die Zugabe von Cr als auch Mo zu einer Verringerung der Korngröße führt, wobei der Effekt von Mo ausgeprägter zu sein scheint. Ebenfalls in **Abbildung 3-30** zu sehen ist der Vergleich der ergänzenden Versuche mit den in Abschnitt 3.5.2 beschriebenen Legierungen (rechtes Diagramm). Die Gegenüberstellung zeigt, dass das Kornwachstum der Probe FeCMn gegenüber der Probe Fe015C gehemmt ist. Damit dürften sowohl Mn, als auch Cr und Mo als Kornwachstumshemmer wirken. Dies bestätigt Ergebnisse aus der Literatur [29] und die bereits in Abschnitt 2.1.1 beschriebene Rolle als Schleppkraft in Kornwachstumsprozessen.



**Abbildung 3-30:** Vergleich der Proben der ergänzende Versuchsreihe (links), sowie der Vergleich aller durchgeführten Untersuchungen (rechts).

Die gelösten Legierungselemente lagern sich in Korngrenznähe ab und vermindern dadurch ihre Mobilität. Ähnliches geschieht wenn sich die zugegebenen Legierungsstoffe als Karbide oder Nitride ausscheiden und so durch die Erzeugung eines Pinningeffektes die Korngrenze bremsen [30,31]. Einige semi-empirische Modelle beschreiben den Einfluss der zugegebenen Legierungselemente auf die resultierende Austenitkorngröße. Im Folgenden werden diese Modelle mit den Ergebnissen der vorliegenden Versuche verglichen. Lee et al. [29] haben in ihrer Arbeit Stähle mit unterschiedlichen Gehalten an Cr, Ni und Mo hergestellt und daran Glühbehandlungen zwischen 850°C und 1300°C durchgeführt. Aus den Ergebnissen der Korngrößenmessung nach den Glühversuchen haben sie folgendes Austenitkornwachstumsmodell erstellt:

$$d = 76671 * \exp\left(-\frac{89098+3581C+1211Ni+1443Cr+4031Mo}{RT}\right) * t^{0,211} \quad 3-1$$

Dabei ist  $d$  gleich dem in dieser Arbeit beschriebenen  $d_a$  (Mean Area Diameter) in  $\mu\text{m}$ ,  $R$  ist die Gaskonstante (8,314 J/molK),  $T$  die Austenitisierungstemperatur in Kelvin und  $t$  die Austenitisierungsdauer in Sekunden. Die Konzentrationen sind alle in % einzugeben. Wird diese Formel nun auf die Legierungen aus **Tabelle 3-3** und die entsprechenden Parameter der Versuche angewandt, ergeben sich folgende Werte für die Korngrößen: Für die Referenzlegierung Fe-C-Mn führt die Berechnung zu einer Korngröße von 156,3  $\mu\text{m}$ , für die Fe-C-Mn-Cr Legierung zu 115,2  $\mu\text{m}$  und für die Fe-C-Mn-Mo Proben zu einem  $d_a$  von 66  $\mu\text{m}$ . Im Vergleich mit den vorliegenden Versuchsergebnissen kann erkannt werden, dass das Modell und die Versuche zur selben Tendenz führen, nach der die Zugabe von Cr sich in einer Verringerung der Korngröße auswirkt, die jedoch geringer ist als jene von Mo. Da dem Modell nicht eindeutig zu entnehmen ist, welchen Einfluss der Mn-Gehalt auf die Berechnung hat, könnten die Unterschiede in den Absolutwerten auf Unterschiede im Mn-Gehalt zurückgeführt werden. Des Weiteren waren die Legierungen auf deren Basis das Modell erstellt wurde

zusätzlich noch mit Silizium legiert. Ein weiteres Modell zur Veranschaulichung des Einflusses von Legierungselementen wurde von Uhm et al. [3] erstellt, allerdings bezieht sich dieses Modell auf die Entwicklung der Korngröße in der Wärmeeinflusszone von Schweißnähten unter Berücksichtigung der Ausgangskorngröße. Da diese im Fall der vorliegenden Ergänzungsversuche nicht gemessen wurde, kann das Modell nur zur qualitativen Beurteilung herangezogen werden.

$$D_{0,2432}^{\frac{1}{}} - D_0^{\frac{1}{0,2432}} = 1,72 * 10^{21} * \exp\left(-\frac{(352185,31+21827,26C+19950,94Mn+7185,49Cr+7378,06Ni)}{RT}\right) \quad \mathbf{3-2}$$

D bzw.  $D_0$  repräsentieren End- und Anfangskorngröße in  $\mu\text{m}$ , alle anderen Parameter bzw. deren Einheiten entsprechen denen der **Formel 3-1**. Aus den Vorzeichen der einzelnen Terme ist direkt abzuleiten, wie sie sich auf das Wachstum auswirken würden. Da alle zugegebenen Legierungselemente mit einem positiven Vorzeichen in die Formel eingehen, sinkt mit steigendem Gehalt die finale Korngröße. Dies entspricht der Aussage von **Formel 3-1** und führt daher für den Vergleich von Fe-C-Mn-Ref und Fe-C-Mn-Cr zur selben abnehmenden Tendenz. Die Zugabe von Mo wird hier jedoch nicht berücksichtigt.

### 3.6 Zusammenfassung der Kornwachstumsuntersuchungen

Die durchgeführten Kornwachstumsuntersuchungen am HT-LSCM sollten aufzeigen, welchen Einfluss der Ausgangszustand der Proben auf die finale Austenitkorngröße hat, um daraus eine abgesicherte Versuchsmethodik ableiten zu können. Zudem wurde der Einfluss einzelner Legierungselemente auf das Kornwachstumsverhalten untersucht. Dazu wurden zwei Fe-C Modelllegierungen hergestellt, die sich nur durch die Zugabe von Al in einer der beiden Proben unterschieden, um so den Zustand einer voll-desoxidierten Stahlprobe zu simulieren und den Einfluss der sich bildenden Aluminiumnitride auf das Austenitkornwachstum zu beobachten. Eine Hälfte jeder Probe wurde nach der Herstellung verformt, um die Auswirkung von Gusszustand bzw. umgeformten Zustand analysieren zu können. Zudem wurden bei der Probenherstellung bewusste Unterschiede in der Ansichtsfläche (Seitenansicht/Draufsicht), der Lage (Innen/Außen) und der Dicke (1,8mm/1mm) eingestellt. Bei den nachfolgenden isothermen Halteversuchen konnten folgende Erkenntnisse gesammelt werden:

- Probengeometrie, -lage oder -position haben keinen Einfluss auf die sich einstellende Austenitkorngröße.

- Ein Umformvorgang äußert sich in einer Änderung des Ausgangszustandes der Probe vor allem der Ausgangsaustenitkorngröße.
- Unterschiede in der Ausgangsaustenitkorngröße vor den HT-LSCM Versuchen haben jedoch keinen signifikanten Einfluss auf die Größe der neugebildeten Austenitkörner.
- Der Einfluss des Al-Gehalts und der ausgeschiedenen Aluminiumnitride hängt von der Austenitisierungstemperatur ab. Dabei zeigt sich bei tiefen Temperaturen (950°C) ein eindeutiger Pinningeffekt der AlN auf die Korngrenzenbewegung, was zu einer stark verringerten Korngröße im Vergleich zur reinen Fe-C Legierung führt. Bei höher werdenden Temperaturen (1050°C) gleicht sich die Austenitkorngröße der beiden Legierungen zuerst einander an bis schließlich bei 1150°C die Fe-C-Al Legierung deutlich größere durchschnittliche Korngrößen aufweist als die Fe-C Vergleichslegierung.

Während die kleineren Korngrößen bei 950°C, bzw. die sich angleichende Korngröße bei 1050°C der Fe-C-Al Legierung eindeutig dem Vorhandensein und Auflösen von AlN zuzuordnen können und auch in guter Übereinstimmung mit Daten aus der Literatur steht, kann für die kornwachstumsfördernde Wirkung des Al bei höheren Temperaturen im Zuge der Arbeit keine Erklärung in der Literatur gefunden werden.

Da in dieser Versuchsreihe beide Legierungen sowohl vor, als auch nach dem Umformen eine sehr gute Homogenität der Matrix aufwiesen, wurden weitere Versuche an Modelllegierungen durchgeführt, die vor Versuchsbeginn eindeutige Seigerungen im Gefüge zeigten. Im Zuge der zweiten Versuchsreihe wurde zudem der Einfluss von Cr und Mo auf das Kornwachstum untersucht und mit den Ergebnissen von Kornwachstumsmodellen verglichen. Dabei konnte gezeigt werden, dass:

- Inhomogenitäten im Ausgangsgefüge zu stark unterschiedlichen Korngrößen in der Probe führen können. Dies ist zurückzuführen auf die Anreicherung von Legierungselementen entlang ehemaliger Austenitkorngrenzen oder in Seigerungen, die anschließend zu einer Verminderung der Korngröße führen.
- Cr und Mo eine kornwachstumshemmende Wirkung haben, wobei jene von Mo ausgeprägter ist.
- Die Ergebnisse bezüglich der Wirkung von Cr und Mo in qualitativ guter Übereinstimmung mit verschiedenen Kornwachstumsmodellen aus der Literatur stehen.

Zusammenfassend lässt sich also sagen, dass das HT-LSCM eine reproduzierbare und effiziente Methode für systematische Untersuchungen des Austenitkornwachstums darstellt. Durch die Erstellung von Modelllegierungen kann es zudem gezielt genutzt werden, um den Einfluss verschiedener Legierungselemente auf das Austenitkornwachstum zu beschreiben und um dadurch eventuelle Anpassungen von Austenitkornwachstumsmodellen durchzuführen.

ren. Um dabei eine gute Homogenität der Probe und somit ein gleichmäßiges Wachstum der Austenitkörner garantieren zu können, empfiehlt sich eine Umformung der Modellegierungen vor der Verarbeitung zu HT-LSCM Proben. Dadurch kann ein optimales Ausgangsmaterial garantiert werden, was die Qualität und Reproduzierbarkeit der Messergebnisse verbessert.

## 4 Phasenumwandlungen

Die bewusste Steuerung von Phasenumwandlungen ist bei der Stahlherstellung unerlässlich, da über die Umwandlung eine Reihe von werkstoffrelevanten Eigenschaften wie Festigkeit, Zähigkeit, Härte etc. eingestellt werden. Starttemperatur und Art der Umwandlung werden dabei von chemischer Zusammensetzung, Abkühlgeschwindigkeit aber auch der Austenitkorngröße beeinflusst. In Abschnitt 2 wurde bereits erwähnt, dass Stähle beim Stranggießen und Warmumformen einen Temperaturbereich verminderter Duktilität zeigen, der unter anderem beeinflusst wird von der Austenitkorngröße, die wiederum Einfluss auf die  $\gamma$ - $\alpha$  Phasenumwandlung hat. Ein grobes Austenitkorn bietet weniger Keimstellen für die Ferritumwandlung, diese wird zu tieferen Temperaturen verschoben. Bildet sich der Ferrit als proeutektoider Ferrit entlang der Austenitkorgrenzen aus, konzentrieren sich Dehnungen auf Grund der einfacheren dynamischen Erholung und der niedrigeren Fließspannungen in diesem Ferritsaum. Je größer das Austenitkorn, desto weniger Ferritfilme entstehen und desto stärker ausgeprägt ist die Dehnungsüberhöhung. Ab einem Anteil von 45% Ferrit [32] endet dieses Verhalten, was bei groben Austenitkörnern bei entsprechend tieferen Temperaturen erfolgt. Grobkorn führt deshalb zu einem ausgeprägten und erweiterten Duktilitätsminimum. Temperatur und Dehnraten sind jedoch bei vorgegebener Prozessführung kaum zu beeinflussen, sodass die Kontrolle der Ausscheidungen im Ferritfilm in den Vordergrund rückt [32–34]. Eine weitere Möglichkeit wäre auch die Vermeidung des Auftretens eines Ferritfilms, durch die vermehrte Bildung von Ferrit innerhalb des Austenitkorns. Die Kontrolle über die Mikrostruktur soll dabei über das Einstellen entsprechender Kühlstrategien in der Stranggießanlage erreicht werden. Diese Kühlstrategien unterscheiden sich von den konventionellen Abkühlkurven einer Stranggießanlage durch das schnelle Abkühlen der Strangoberfläche vom reinen Austenitgebiet bis unter die  $A_{r3}$  Temperatur. Durch das schnelle Abkühlen soll es zu

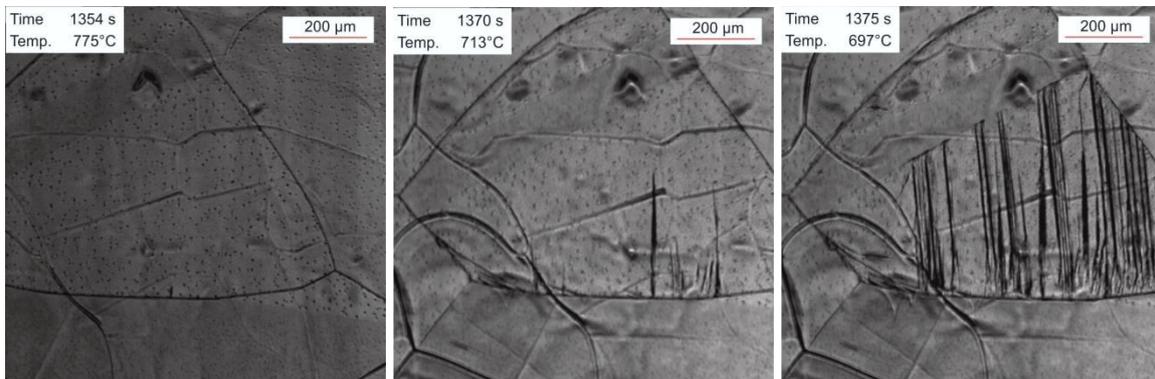
einer Bildung von Ferrit nicht nur entlang der Korngrenzen, sondern auch im Korninneren kommen. Aufgrund der geringeren Löslichkeit von Ferrit im Gegensatz zum Austenit soll es gleichzeitig zu einer Ausscheidung von  $(\text{Ti,Nb})(\text{C,N})$  kommen. Anschließend wird der Strang wieder erwärmt und dadurch der gesamte Ferrit wieder in Austenit umgewandelt. Feine Ausscheidungen bleiben dabei im neu gebildeten Austenit zurück, die im weiteren Verlauf der Abkühlung als Keimstellen für die Ferritumwandlung wirken wodurch die Bildung eines durchgehenden Ferritfilms an den Korngrenzen vermieden wird [35–37]. Ein weiterer Benefit dieser Kühlstrategie soll zudem eine auftretende Austenitkornfeinung durch die zweifache Phasenumwandlung sein [38]. Der positive Effekt dieser Unterkühlung auf die Warmverformbarkeit wurde bereits von mehreren Seiten überprüft [35,37,39,40], jedoch mit unterschiedlichen Resultaten. Gemeinsam haben alle diese Arbeiten zum Einfluss der Mikrostruktur auf die Ausprägung des Duktilitätsminimums jedoch, dass die Auswirkung der Kühlkurve auf das Gefüge erst im Nachhinein bei Raumtemperatur analysiert werden konnte. Dadurch wird jedoch die Interpretation erschwert und auftretende Änderungen der Mikrostruktur können oft keinem exakten Mechanismus oder auch bestimmter Temperatur mehr zugeordnet werden. Daher beschäftigen sich die folgenden Kapitel mit der Möglichkeit, das HT-LSCM für die in-situ Beobachtung von Phasenumwandlungen zu nutzen. Durch den thermischen Ätzeffekt bietet es dabei nicht nur die Möglichkeit der Bestimmung eines Umwandlungspunktes, sondern auch die der Untersuchung der auftretenden Phasen.

## 4.1 Phasenumwandlungen in der Hochtemperaturmikroskopie

Wie bereits beschrieben, lässt das HT-LSCM durch seinen Aufbau und die besondere Bildbelichtung Beobachtungen von kontrastreichen Vorgängen bis in den schmelzflüssigen Bereich von Stählen zu. Die Erzeugung von Kontrasten im Zuge von Phasenumwandlungen ist einmal mehr der thermischen Ätzung zuzuschreiben.

Neben der Korngrenzenfurchung (Abschnitt 2.2.2) zählen auch Oberflächendeformationen auf Grund des dadurch entstehenden Kontrastes in der Hochtemperaturmikroskopie zum Bereich der thermischen Ätzung [14]. Typische Vorgänge die mit einer Änderung des Volumens und somit mit einer Oberflächendeformation einhergehen sind z.B. die Phasenumwandlungen des Stahls. Als Beispiel einer sehr großen Volumensänderung bei der Umwandlung sei z.B. auf die bainitische Umwandlung hingewiesen, wie sie **Abbildung 4-1** zeigt. Zu Beginn der Bainitumwandlung bilden sich erste Nadeln meist an den Korngrenzen und wachsen über die ganze Kornlänge bzw. bis sie auf andere Nadeln oder Zwillingsgrenzen treffen. Durch die starke Oberflächendeformation zählt die Bainitumwandlung zu den beson-

ders kontrastreichen, wie auch die Martensitumwandlung oder die Bildung von Widmanstättenferrit.



**Abbildung 4-1:** Ablauf der Bainitbildung beim Abkühlen im HT-LSCM.

Zu den weniger kontrastreich verlaufenden Umwandlungen zählt die perlitische, aber auch die rein ferritische Umwandlung des Stahls aus dem  $\gamma$ -Gebiet. Das entstehende Oberflächenrelief ist so flach und fein, dass es oft Schwierigkeiten bereitet die Umwandlung während des Versuches zu erkennen. Für die Hochtemperatur-Laser-Scanning-Konfokal-Mikroskopie ist dies allerdings von geringerer Bedeutung, da zum einen die Kontrastherstellung besonders gut ist und zum anderen, wie oben beschrieben, während des gesamten Versuches bis zu 30 Bilder pro Sekunde aufgenommen werden und so eine sehr exakte Video-Analyse nach Beendigung des Versuches durchgeführt werden kann. Durch diese Vorzüge der HT-LSCM können gewisse Probleme der konventionellen Hochtemperaturmikroskopie vermieden werden, die darin begründet sind, dass sich die erzeugten Reliefs mancher Umwandlung stark ähneln und so ohne nachfolgende Untersuchungen mittels chemischer Ätzlösungen oft nicht ausreichend voneinander unterscheidbar sind [10,14]. Eine weitere wichtige Frage ist, neben der reinen Erkennbarkeit der Phasen, inwieweit die Oberflächenvorgänge die Vorgänge im Inneren der Probe abbilden. Gemäß dem Prinzip von Le-Chatelier müssten an der Probenoberfläche infolge des geringeren Druckes all jene Phasenumwandlungen leichter ablaufen, die mit einer Volumsvergrößerung verbunden sind [14]. Trotz der großen Relevanz dieses Themas für die Hochtemperaturmikroskopie, gibt es nur eine geringe Anzahl von Arbeiten über den Einfluss von Oberflächen auf den Beginn von Phasenumwandlungen. Eine dieser Arbeiten wurde bereits 1964 von Klostermann und Burgers [41] durchgeführt, die im Zuge ihrer Untersuchung über die Bildung von Oberflächenmartensit in Fe-Ni Legierungen erkannten, dass die Martensitbildung an der freien Oberfläche 5-30°C über der Umwandlungsstarttemperatur im Inneren der Probe liegt, was sie auf das fehlende Hindernis an der Oberfläche zurückführen. Zu ähnlichen Ergebnissen, aber in einer bedeutend anderen Größenordnung, kommen auch Pak et al. [42]. Durch den Ver-

gleich der Martenstarttemperatur gemessen mit Dilatometer und HT-LSCM konnten sie zeigen, dass die im LSCM an der Oberfläche der Probe beobachtete Martensitumwandlung  $387^{\circ}\text{C}$  vor der Umwandlung im Dilatometer beginnt. Sie erklären diesen Unterschied der Temperaturen damit, dass die Formänderungsenergie die mit der Volumenänderung der Martensitbildung einhergeht, an der Oberfläche deutlich geringere Werte aufweist. Ein anderes Bild zeigt sich jedoch, wenn Bezug auf weniger kontrastreich verlaufende Umwandlung wie z.B. die Ferrit-Umwandlung genommen wird. Wird die Temperaturverschiebung für die besagte Umwandlung infolge des fehlenden Druckes berechnet, wie es Jeglitsch in seiner Arbeit getan hat, so erhält man nur einige Hundertstel Grade als Unterschied [10]. Für das HT-LSCM hieße dies, dass bei dieser Art von Umwandlung die Oberfläche fast exakt die Vorgänge im Inneren widerspiegelt. Dies konnte auch von Zhao et al. [43] bestätigt werden, indem sie die Starttemperaturen der  $\gamma$ - $\alpha$  von HT-LSCM und Dilatometer verglichen. Das sich einstellende Gefüge der Untersuchungen dabei war eine Mischung aus pro-eutektoidem Korngrenzenferrit, polygonalem Ferrit und Widmanstättenferrit. Diese Phasen ziehen eine geringere Volumensvergrößerung mit sich, als die zuvor beschriebene Martensitumwandlung. Es konnte daher eine sehr gute Übereinstimmung von Dilatometer- und HT-LSCM-Ergebnisse festgestellt werden, was mit den theoretischen Berechnungen von Jeglitsch im Einklang steht.

## 5 Phasenumwandlungsuntersuchungen

Ziel des zweiten Teils der Masterarbeit ist es, zu untersuchen inwieweit sich das HT-LSCM für die Beobachtung von Phasenumwandlungen eignet bzw. welche Einschränkungen und Limitierungen hinsichtlich der Methode bestehen. Für die folgenden Phasenumwandlungsversuche werden keine zusätzlichen Legierungen mehr erstellt, sondern alle Proben aus den schon in Abschnitt 2 verwendeten Legierungen hergestellt. Erneut wird dabei der Einfluss des Ausgangszustandes, der Ansichtsfläche und Position auf die Versuchsergebnisse überprüft (siehe Tabelle 3-2). Allerdings kommen für die Untersuchungen andere Temperaturzyklen und Auswertemethoden zum Einsatz, wie sie im Folgenden beschrieben sind.

### 5.1 Temperaturzyklen

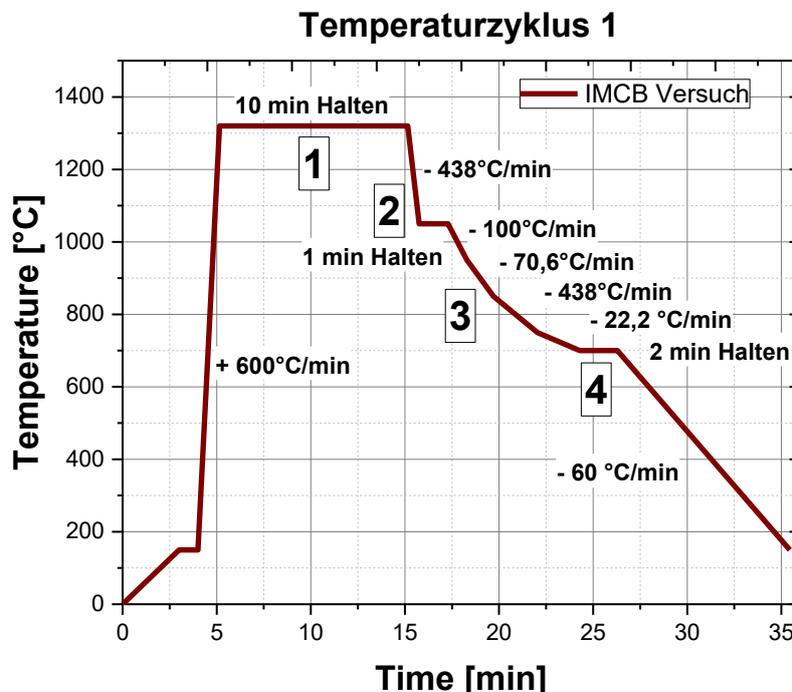
Während der Temperaturzyklus für die Austenitkornwachstumsuntersuchungen aus einer einfachen Austenitisierung bei 1150°C mit konstanten Heiz- und Kühlraten besteht, ist der Ausgangstemperaturzyklus für die Phasenumwandlungsuntersuchungen eine Annäherung an den IMC-B Versuchsablauf, wie er am Lehrstuhl für Metallurgie durchgeführt wird. Eine genauere Beschreibung von Ziel, Ablauf und Auswertung des IMC-B Versuches ist der Masterarbeit von Kroboth [44] zu entnehmen. Der Versuchsablauf besteht dabei aus 4 Schritten die wie folgt am HT-LSCM abgebildet werden:

1. Probenherstellung: Beim IMC-Test wird das Probenmaterial in einem Induktionsofen erschmolzen und von dort direkt in die Kokille abgegossen. Dieser Schritt wird im HT-LSCM von einer Austenitisierung bei 1320°C repräsentiert, da ein Auf-

schmelzen und Erstarren mit gleichzeitig idealer Beobachtbarkeit der Phasenumwandlung aufgrund der entstehenden Tropfenform der Probe im LSCM nicht möglich ist. Bei 1320°C kann dennoch garantiert werden, dass es zu einer vollkommenen Auflösung aller Ausscheidungen der vorliegenden Legierung, sowie einer genügend großen Korngröße kommt, um die Phasenumwandlung genau beobachten zu können.

2. Die Probe wird anschließend an Luft auf 1050°C abgekühlt und für 1min gehalten. Dieser Schritt des IMC-Versuches wird im Mikroskop durch eine rasche Abkühlung mit -438°C/min auf 1050°C und einem Halten für 1 Minute simuliert.
3. Nach dem Homogenisieren der Probe bei 1050°C erfolgt im IMC-Versuch ein Abkühlen auf Biegetemperatur in einem separaten Ofen. Die entsprechende Abkühlkurve ist im HT-LSCM durch vier Kühlsschritte mit unterschiedlichen Kühlraten abgebildet.
4. Der finale Drei-Punkt-Biegeversuch wird in einem weiteren Ofen bei 700°C durchgeführt, im HT-LSCM dargestellt durch ein zwei-minütiges Halten bei der entsprechenden Temperatur. Die weitere Abkühlung erfolgt mit -80°C/min bis auf Raumtemperatur.

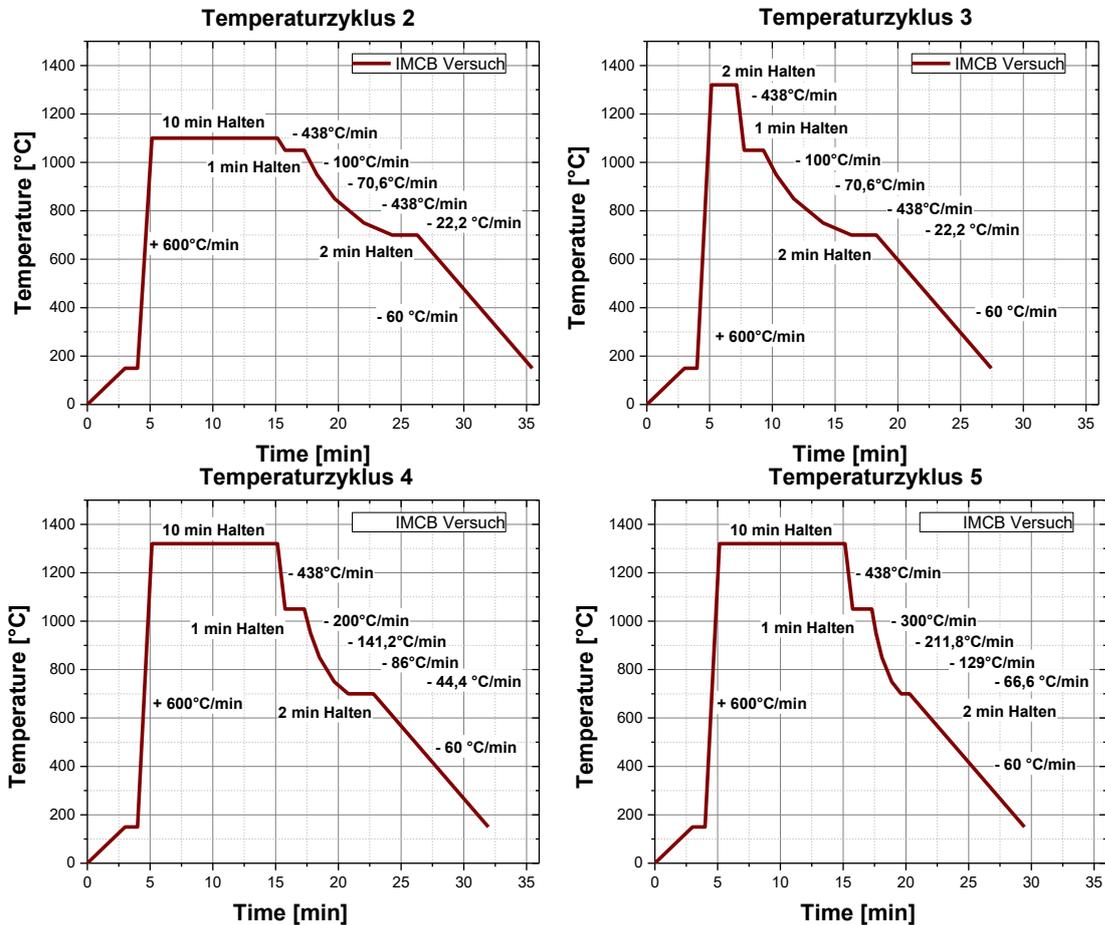
Der gesamte Versuchszyklus ist **Abbildung 5-1** zu entnehmen.



**Abbildung 5-1:** Phasenumwandlungs-Temperaturzyklus für LSCM Untersuchungen.

Neben Temperaturzyklus 1 kommen noch vier weitere Zyklen zum Einsatz, mit dem Ziel die Einflussfaktoren Haltetemperatur, Haltedauer und beschleunigte Abkühlung zu charakterisie-

ren (**Abbildung 5-2**). Temperaturzyklus 2 weist dabei eine um 250°C reduzierte Haltetemperatur auf, Zyklus 3 eine auf zwei Minuten reduzierte Haltedauer aber bei einer Haltetemperatur von 1320°C. Temperaturzyklus 4 und 5 unterscheiden sich vom Referenzzyklus 1 durch eine doppelt bzw. dreifach so hohe Abkühlrate zwischen 1050°C und 700°C.

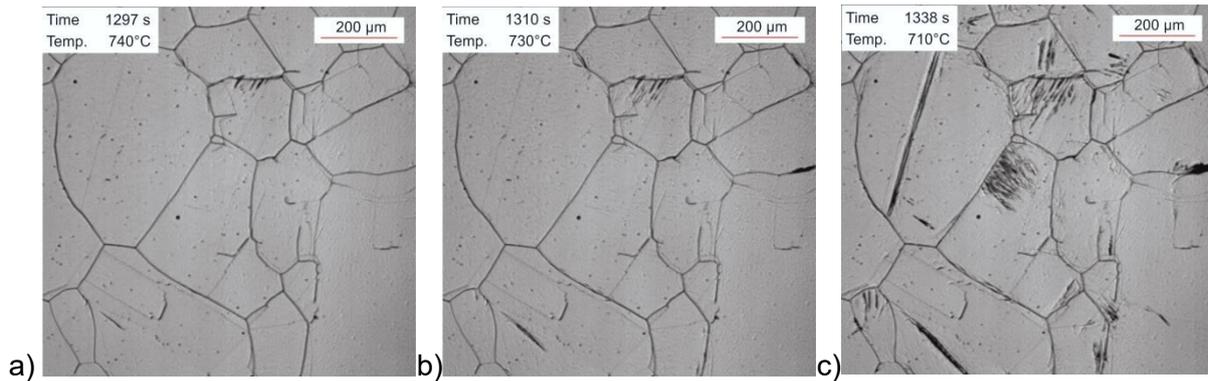


**Abbildung 5-2:** Erweiterte Temperaturzyklen für Phasenumwandlungsuntersuchungen am LSCM. 2) Verringerte Haltetemperatur von 1100°C. 3) Verringerte Haltedauer von 2 Minuten. 4) Um den Faktor 2 beschleunigte Abkühlung zwischen 1050°C und 700°C. 5) Um den Faktor 3 beschleunigte Abkühlung zwischen 1050°C und 700°C.

## 5.2 Versuchsdurchführung und Auswertung der Phasenumwandlungsuntersuchungen

Bis auf die geänderten Temperaturzyklen gibt es im Versuchsablauf keinen Unterschied zu dem in Abschnitt 3.2 erklärten. Die Auswertung findet nach Beendigung der Versuche mithilfe der aufgenommenen Videos statt, da der Start der Phasenumwandlung durch das Abspielen der Videos mit doppelter Geschwindigkeit leichter erkannt werden kann. Die Gesichtsfelder

werden dabei hinsichtlich Umwandlungsstarttemperatur, sowie der zuerst auftretenden Phase analysiert. In **Abbildung 5-3** ist der Start einer Phasenumwandlung, wie er im LSCM erkannt wird, abgebildet. Dabei ist in Abbildung a) das Auftreten der ersten Widmanstättenplatten zu erkennen. Bei weiterer Abkühlung (Abbildung b)) beginnt sich nun auch entlang anderer Korngrenzen Ferrit zu bilden, bis schließlich in Abbildung c) schon große Teile der Matrix umgewandelt sind.



**Abbildung 5-3: Start einer Phasenumwandlung im LSCM.**

Für jeden Probenzustand wird der Versuch mindestens viermal wiederholt und aus den erhaltenen Umwandlungstemperaturen ein Mittelwert sowie die Standardabweichung gebildet. Zur Überprüfung der Ergebnisse werden zusätzlich zu den HT-LSCM Untersuchungen Dilatometermessungen durchgeführt.

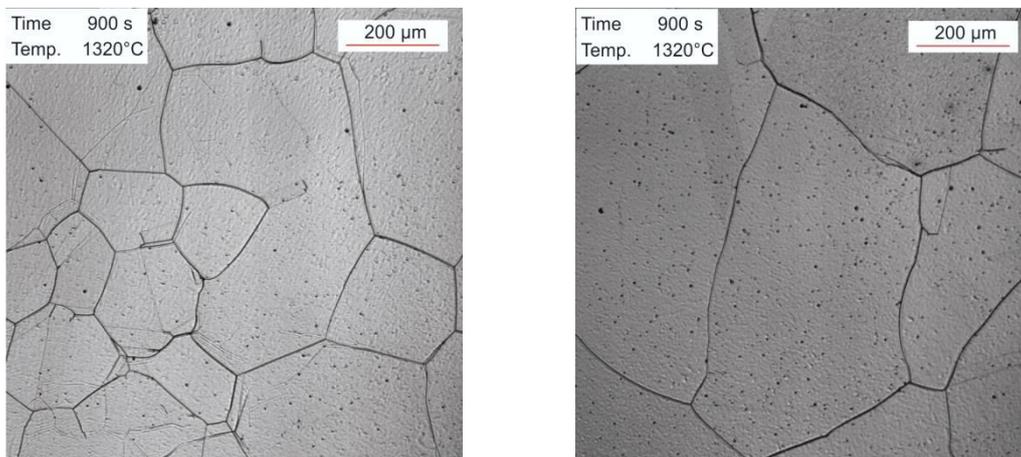
## 5.3 Ergebnisse und Diskussion

Für alle Untersuchungen betreffend den Einfluss des Ausgangszustandes der Proben wird Temperaturzyklus 1 angewendet. Für die Untersuchungen mit Temperaturzyklus 2 & 3 werden jeweils nur noch Proben von der Oberseite des verformten Materials verwendet, um die Anzahl an Einflussfaktoren so gering wie möglich halten zu können. Eine weitere Einschränkung wird für Temperaturzyklus 4 & 5 getroffen, deren Auswirkung nur noch an Proben aus der Oberseite der Legierung Fe015C\_UT untersucht werden um die Anzahl der Versuche der Masterarbeit in einem geeigneten Rahmen halten zu können.

### 5.3.1 Ergebnisse Temperaturzyklus 1

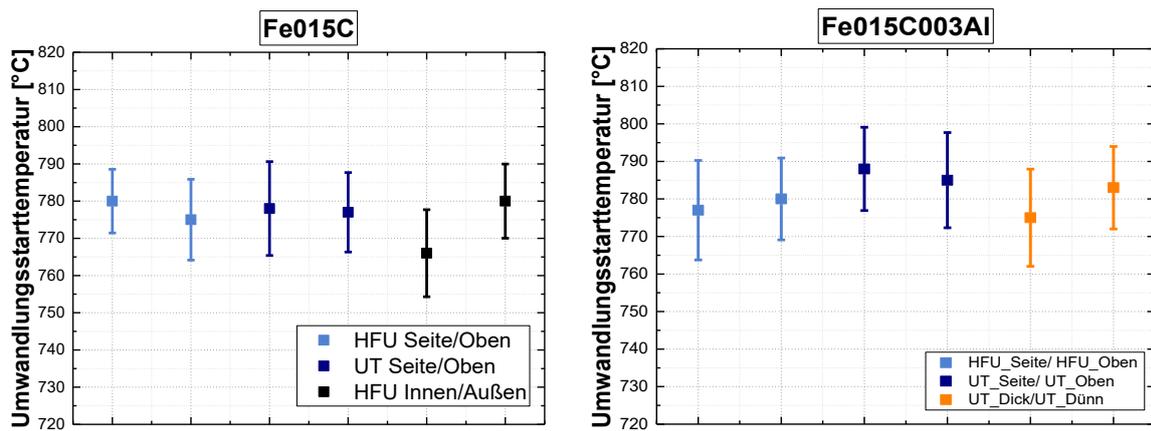
Wie bereits beschrieben dient Temperaturzyklus 1 einerseits als Referenztemperaturzyklus und andererseits zur Bestimmung des Einflusses des Ausgangszustandes auf den Beginn

und die Art der Phasenumwandlung. Die Charakteristika der eingesetzten Proben sind ident mit jenen in **Tabelle 3-2** (Abschnitt 3.1). Es ergeben sich daher pro Legierung wieder 3 Vergleiche wobei Unterschiede zwischen Guss- und ungenormter Probe, verschiedene Ansichtsseiten, unterschiedliche Lagen der Proben und der Einfluss der Probenhöhe untersucht werden. In **Abbildung 5-4** sind zwei repräsentative Gefügeaufnahmen am Ende der Haltezeit bei 1320°C für beide Legierungen dargestellt. Hinsichtlich der Austenitkorngröße können innerhalb der Legierungen erneut keine Unterschiede festgestellt werden, alle Proben derselben Zusammensetzung weisen demnach vor Beginn der Umwandlung eine einheitliche mittlere Korngröße auf. Diese beträgt für den Stahl Fe015C ~290µm und für die Legierung Fe015C003Al etwa 460 µm. Somit kann der Trend, dass die Al-legierte Probe im Vergleich zur Referenzprobe zu einer beinahe doppelt so großen Korngröße führt, erneut bestätigt werden.



**Abbildung 5-4:** Vergleich der Korngröße am Ende des Austenitisierungsschrittes bei 1350°C für Fe015C (links) bzw. Fe015C003Al (rechts).

Werden nun die gemessenen Umwandlungstemperaturen miteinander verglichen, zeigt sich, dass auch im Fall der Phasenumwandlungsstarttemperatur keine Unterschiede durch den Ausgangszustand der Probe verursacht werden. Die Untersuchungen haben demnach ergeben, dass eine Umformung, die Änderung von Ansichtsfläche, Position sowie der Dicke der LSCM-Proben keine Änderung in der Umwandlungsstarttemperatur mit sich bringen. Bei allen Versuchen hat sich eine mittlere Umwandlungsstarttemperatur von 780°C ergeben. Zudem ist kein signifikanter Unterschied zwischen den beiden Legierungen zu erkennen, obwohl die Austenitkorngröße am Ende der Haltezeit um fast 200 µm verschieden ist.

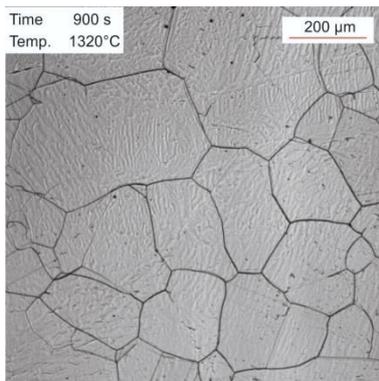


**Abbildung 5-5:** Durchschnittlich ermittelte Phasenumwandlungsstarttemperatur.

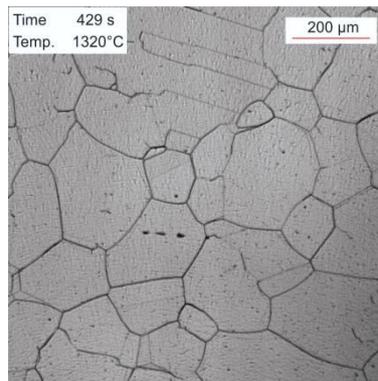
Die zuerst auftretende Phase wird in allen Versuchen als Korngrenzenferrit und/oder Widmanstättenplatten identifiziert, wobei auch hierbei kein Unterschied zwischen den einzelnen Proben festzustellen ist.

### 5.3.2 Ergebnisse Temperaturzyklus 2 & 3

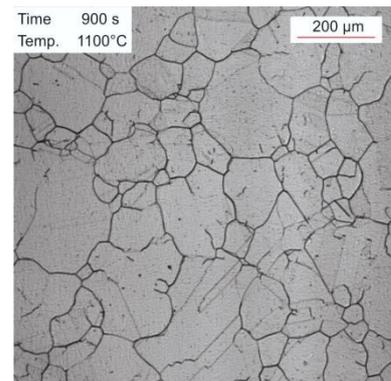
Die Auswirkungen der veränderten Temperaturzyklen 2 und 3 auf die Austenitkörner nach Ende der Haltezeit ist in **Abbildung 5-6** bis **Abbildung 5-8**. Für Temperaturzyklus 1 stellt sich wie auch schon zuvor beschrieben eine mittlere Korngröße von 290  $\mu\text{m}$  ein. Wird nun die Haltezeit auf 2 Minuten verkürzt (Temperaturzyklus 2) ergibt sich für die mittlere AKG der Wert 269  $\mu\text{m}$ , was darauf schließen lässt, dass sich das Kornwachstum schon kurz nach Erreichen der Haltetemperatur stark verlangsamt und so keine nennenswerte Änderung der Korngröße bei Vergleich der Temperaturzyklen zu erwarten ist. Dies deckt sich mit den Ergebnissen der Untersuchungen von Fuchs et al. [12] und Maalekian et al. [45]. Wird hingegen die Haltezeit verringert, resultiert dies auch in einer Verringerung der AKG wie es **Abbildung 5-8** zu entnehmen ist. Für Temperaturzyklus 3 hat sich im Gegensatz zu den beiden anderen eine Korngröße von nur 109  $\mu\text{m}$  eingestellt.



**Abbildung 5-6:** Austenitkorngröße nach 10min Halten bei 1350°C.

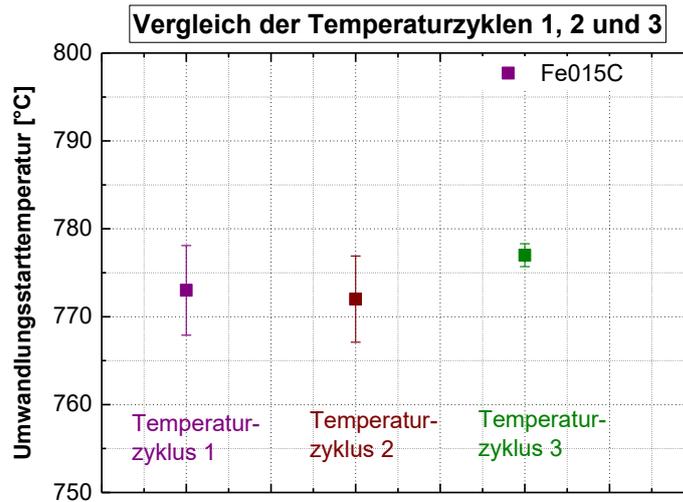


**Abbildung 5-7:** Austenitkorngröße nach 2min Halten bei 1350°C.



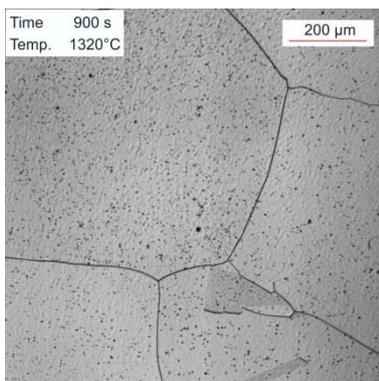
**Abbildung 5-8:** Austenitkorngröße nach 10min Halten bei 1100°C.

Werden nun die gemessenen Umwandlungstemperaturen für die drei Temperaturzyklen verglichen, ergibt sich das in **Abbildung 5-9** dargestellte Bild. Für Temperaturzyklus 1 und 2 zeigt sich in je fünf Versuchen eine sehr ähnliche mittlere Umwandlungstemperatur von 772°C +/- 5°C. Mit 777°C liegt die mittlere Umwandlungstemperatur von Temperaturzyklus 3 nur geringfügig höher als die der beiden anderen Zyklen, jedoch zeigt sich eine deutlich geringere Standardabweichung von nur +/- 1°C. Zu erklären ist diese Änderung der Standardabweichung durch das Zusammenspiel von Vergrößerung im Mikroskop und Korngröße. Wie in [12] beschrieben, lässt sich der thermische Ätzeffekt mit einer Vergrößerung von 5 bestmöglich visualisieren. Dadurch ergibt sich ein Gesichtsfeld der Größe 955x955 μm. Sind nun die auftretenden Austenitkörner klein, können im Gesichtsfeld mehr Korngrenzen beobachtet werden, die wiederum als bevorzugte Keimstellen für Phasenumwandlungen wirken. Dadurch steigt die Wahrscheinlichkeit die erste Keimstelle beobachten zu können, wodurch wiederum die Standardabweichung sinkt.

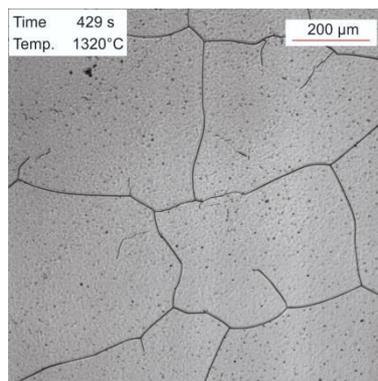


**Abbildung 5-9:** Ermittelte Umwandlungstemperaturen der Legierung Fe015C in Abhängigkeit der Austenitisierungsbedingungen.

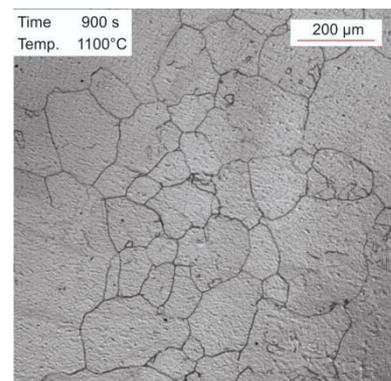
**Abbildung 5-10** bis **Abbildung 5-12** zeigen die Austenitkorngrößen während der Phasenumwandlungsversuche der Legierung Fe015C003Al. Erneut stellt sich in allen drei Fällen eine bedeutend größere Korngröße als bei den Proben der Legierung Fe015C ein, allerdings bleibt die Tendenz der Ergebnisse von Fe015C erhalten. Während sich für die Austenitkorngrößen am Ende der Haltetemperatur für die Temperaturzyklen 1 und 2 mit 456  $\mu\text{m}$  und 412  $\mu\text{m}$  wieder sehr ähnliche Größenverhältnisse einstellen, führt Zyklus 3 auch in diesem Fall zu einer eindeutig geringeren Korngröße von 183  $\mu\text{m}$ .



**Abbildung 5-10:** Austenitkorngröße nach 10min Halten bei 1350°C.



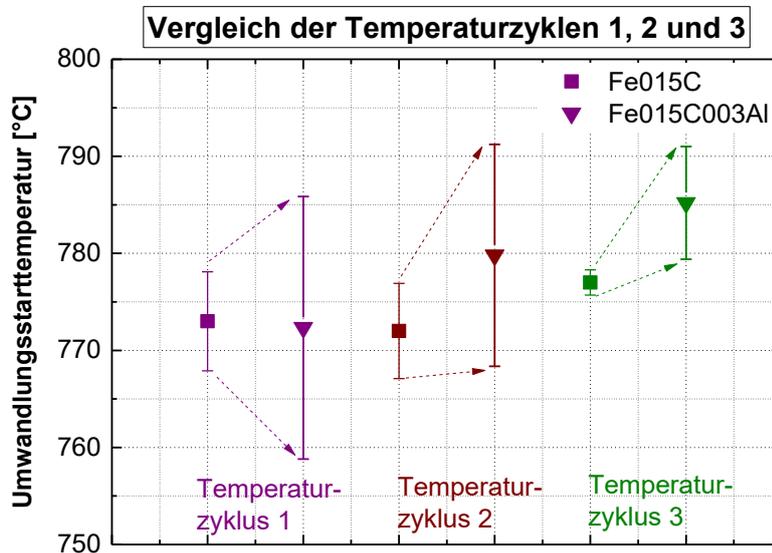
**Abbildung 5-11:** Austenitkorngröße nach 2min Halten bei 1350°C.



**Abbildung 5-12:** Austenitkorngröße nach 10min Halten bei 1100°C.

Dadurch ergibt sich auch für die gemessenen Phasenumwandlungstemperaturen und die dazugehörigen Standardabweichungen derselbe Trend wie zuvor. Die Umwandlungstemperaturen im Zuge der Temperaturzyklen 1 und 2 liegen mit 772° bzw. 780°C wieder in einem

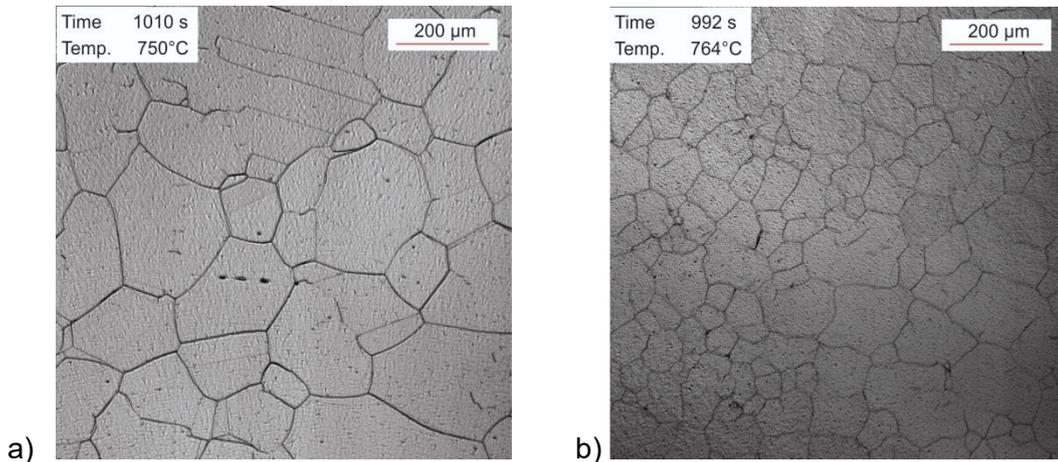
ähnlichen Bereich wie bei Fe015C, allerdings ist die Standardabweichung in diesem Fall mit  $\pm 10^\circ\text{C}$  deutlich höher. Für Temperaturzyklus 3 kann eine mittlere Phasenumwandlungstemperatur von  $785^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$  beobachtet werden, die somit erneut etwas über den Umwandlungsstarttemperaturen der Zyklen 1 und 2 liegt. Abermals lassen sich diese Ergebnisse direkt mit der Korngröße korrelieren. Bei allen drei Temperaturverläufen ergibt sich eine deutlich größere mittlere AKG für die Legierung Fe015C003Al als für Fe015C, wodurch sich aber auch eine geringere Anzahl an Korngrenzen im Gesichtsfeld einstellt und so eine deutlich höhere Standardabweichung auftritt. Innerhalb der Legierung Fe015C003Al ergibt sich aus denselben Gründen die minimalste Standardabweichung für Temperaturzyklus 3 mit der geringsten Haltetemperatur.



**Abbildung 5-13:** Ermittelte Umwandlungstemperaturen der Legierung Fe015C und Fe015C003Al in Abhängigkeit der Austenitisierungsbedingungen.

Der Einfluss der Kornanzahl im Gesichtsfeld auf die Genauigkeit der Messung soll nun noch einmal anhand der **Abbildung 5-14** veranschaulicht werden. Abbildung 5-14 a) zeigt ein Bild der beginnenden Phasenumwandlung der Legierung Fe015C aufgenommen mit 5-facher Vergrößerung, Abbildung 5-14 b) hingegen zeigt einen Versuch an derselben mit nur 2-facher Vergrößerung. Dadurch ergibt sich natürlich im rechten Bild eine deutlich größere Anzahl an beobachtbaren Körnern und Korngrenzen als im linken Bild, es ist auch deutlich zu erkennen, dass der thermische Ätzeffekt bei der höheren Vergrößerung einen merklich stärkeren Kontrast nach sich zieht. Zudem sind in beiden Abbildungen die ersten Keime neugebildeter Phasen markiert. Während in Abbildung b) mehrere Keimstellen der Phasenumwandlung gleichzeitig beobachtet werden können, beginnt die Phasenumwandlung in Abbildung a) einzig im linken oberen Eck des Gesichtsfeldes. Es ist in diesem Fall nicht aus-

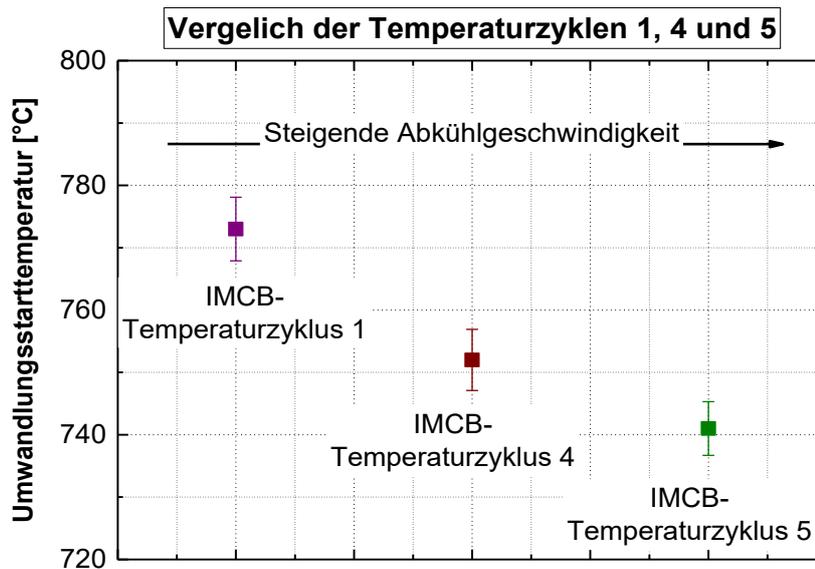
zuschließen, dass die Phasenumwandlung bereits ein paar Grad vor dem Sichtbarwerden im Gesichtsfeld begonnen hat, was eine möglicherweise zu tiefe gemessene Umwandlungstemperatur mit sich bringt. Das Resultat aus solchen Verhältnissen ist somit eine stärkere Schwankung in der gemessenen Temperatur und damit einhergehend eine höhere Standardabweichung.



**Abbildung 5-14:** Einfluss der Anzahl der Körner im Gesichtsfeld auf die Genauigkeit der Phasenumwandlung. a) Fe015C bei 5x Vergrößerung. b) Fe015C bei 2x Vergrößerung.

### 5.3.3 Ergebnisse Temperaturzyklus 4 & 5

Neben den Austenitisierungsbedingungen hat auch die Kühlrate einen wesentlichen Einfluss auf die Parameter der Phasenumwandlung. So führt eine beschleunigte Phasenumwandlung nicht nur zu einer Änderung in der Umwandlungsstarttemperatur, sie ist auch ausschlaggebend für die Art der zuerst auftretenden Phasen. Um zu untersuchen inwieweit sich der Einflussfaktor Abkühlgeschwindigkeit im HT-LSCM sichtbar machen lässt, werden die Umwandlungsbedingungen der Temperaturzyklen 1, 4 und 5 miteinander verglichen, wobei alle Versuche an Proben der Legierung Fe015C\_UT\_Innen durchgeführt werden. Im Vergleich zu Temperaturverlauf 1 weist dabei der Zyklus 4 eine doppelt so hohe Kühlrate zwischen 1050°C und 700°C auf und Zyklus 5 eine dreifach erhöhte. In allen drei Temperaturzyklen wird die Austenitisierung dabei bei 1320°C für 10 Minuten durchgeführt, wodurch sich auch in allen Versuchen dieselbe durchschnittliche Austenitkorngröße von ~ 290 µm einstellt. Die gemessenen Umwandlungstemperaturen sowie die Standardabweichungen der Versuche sind in **Abbildung 5-15** dargestellt.



**Abbildung 5-15:** Gemessene mittlere Umwandlungstemperaturen für die Temperaturzyklen 1, 4 und 5.

Das Diagramm verdeutlicht dabei den starken Einfluss der Abkühlgeschwindigkeit auf die Phasenumwandlungstemperatur. Mit steigender Kühlrate sinkt die Starttemperatur fast linear. Somit ergibt sich für Temperaturzyklus 1 einmal mehr ein Umwandlungsstart bei 772°C, 752°C für Zyklus 4 und 741°C für die Abkühlung gemäß Zyklus 5. Die Standardabweichung beträgt dabei für alle Versuche +/- 5°C, ein weiteres Indiz dafür, dass diese primär von dem Zusammenspiel aus Korngröße und Gesichtsfeld abhängig ist.

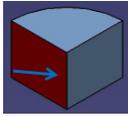
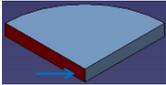
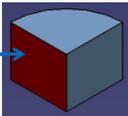
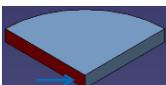
Der bisherige Vergleich von verschiedenen Temperaturzyklen und Legierungen hat gezeigt, dass das HT-LSCM sehr sensitiv auf Einflussfaktoren wie Temperaturführung, Korngröße und Kühlrate reagiert und sich daher gut für die Untersuchung von Phasenumwandlungen eignet. Mit der Frage inwieweit dabei die gemessenen Umwandlungstemperaturen mit anderen Untersuchungsmethodiken übereinstimmen, bzw. welchen Einfluss die Interaktion von Probenoberfläche und Gasatmosphäre auf das Ergebnis haben, beschäftigen sich die folgenden Kapitel.

### 5.3.4 Vergleich mit Dilatometermessungen

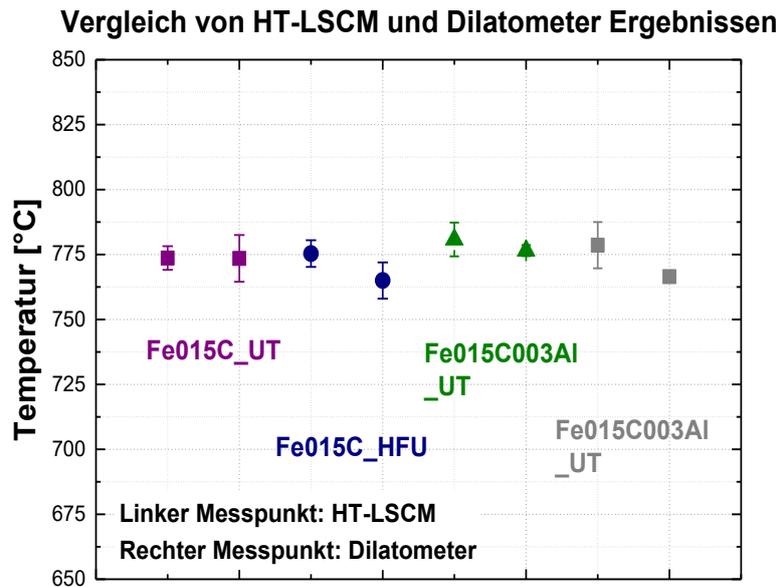
Wie in Abschnitt 4.1 beschrieben, kann die ermittelte Phasenumwandlungstemperatur an der Oberfläche der Probe von der im Inneren auftretenden abweichen. Abhängig ist dieser Unterschied vom Volumen der neu entstandenen Phase und variiert daher für die verschiedenen Phasenumwandlungen. Um zu überprüfen wie weit die mittels HT-LSCM beobachteten Temperaturen die Vorgänge im Inneren repräsentieren, werden zu den HT-LSCM Versuchen

ergänzende Dilatometermessungen durchgeführt. Die dabei untersuchten Proben sind **Tabelle 5-1** zu entnehmen. Pro untersuchter Probe wurden dabei je zwei Messungen am Dilatometer durchgeführt, also vier Messungen an Legierung Fe015C (2xFe015C\_HFU und 2xFe015C\_UT) bzw. vier Messungen an Fe015003Al (2xFe015C003Al\_HFU und 2xFe015C003Al\_UT). Die Erwärmung und Abkühlung der Probe findet dabei erneut gemäß Temperaturzyklus 1 (**Abbildung 5-1**) statt.

**Tabelle 5-1:** Mittels Dilatometermessungen überprüfte Proben.

Legierung	Ausgangszustand	Lage	Position	Dicke	Darstellung
Fe015C	*HFU	Seite	Innen	1,8	
Fe015C	*UT	Seite	Innen	1,8	
Fe015C003Al	*HFU	Seite	Innen	1,8	
Fe015C003Al	*UT	Seite	Innen	1,8	

Eine Gegenüberstellung der mittleren gemessenen Temperaturen der entsprechenden Proben ist in **Abbildung 5-16** gegeben. Für alle Proben ergibt sich dabei unabhängig von Legierung und vorhergehender Umformung eine ausgezeichnete Übereinstimmung der HT-LSCM- und Dilatometerergebnisse. Das HT-LSCM liegt in allen Untersuchungen nur knapp 1-2°C über der am Dilatometer gemessenen Umwandlungstemperatur und zeigt dabei eine etwas größere Standardabweichung. An dieser Stelle sei jedoch noch einmal darauf hingewiesen, dass sich jeder HT-LSCM Messpunkt aus mindestens vier Einzelmessungen ergibt, wohingegen pro Legierung nur zwei Dilatometermessungen durchgeführt wurden. Die kleinere Standardabweichung des Dilatometers kann sich somit auch aus die geringere Anzahl an Wiederholungsmessungen ergeben.

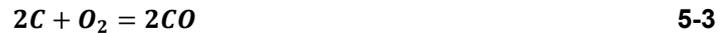


**Abbildung 5-16: Vergleich von Dilatometerergebnissen und HT-LSCM Ergebnissen**

Aus den konsistenten Ergebnissen der beiden Methoden kann geschlossen werden, dass im Falle der vorliegenden Phasenumwandlung die bevorzugte Umwandlung an der freien Oberfläche keine bzw. nur eine untergeordnete Rolle spielt. Dies deckt sich auch mit den Ergebnissen der Literaturrecherche, die signifikante Unterschiede zwischen der freien Oberfläche und dem Inneren des Materials erst für Umwandlungen größerer Volumendifferenz wie z.B. der Martensitumwandlung vorhersagt.

### 5.3.5 Konzentrationsprofile der Elemente C und Mn

Als essenzieller Parameter der HT-LSCM Untersuchungen ist die Reaktion zwischen Probenoberfläche und Gasatmosphäre, sowie die selektive Verdampfung von Legierungskomponenten anzusehen. Diese Vorgänge können zu einer Änderung der oberflächennahen Zusammensetzung führen und so in einer Verschiebung der Umwandlungspunkte und entstehenden Phasen, aber in einer Änderung der Korngrenzenmobilität resultieren. Das Verständnis und Wissen über die Änderung der Oberfläche sind daher eine zwingende Voraussetzung für die gezielte Nutzung des LSCM für die Beobachtung metallurgischer Vorgänge. Ein Beispiel für den Prozess der selektiven Oxidation/Reaktion ist die Entkohlung. Entkohlung ist ein Prozess der immer dann auftritt, wenn eine Stahlprobe einer genügend hohen Temperatur und der entsprechenden Atmosphäre ausgesetzt wird, die die Oxidation von Kohlenstoff an der Oberfläche fördert. Typischerweise enthalten diese Atmosphären Wasserdampf, Wasserstoff oder bestimmte Gehalte an Sauerstoff. Die dadurch auftretenden Reaktionen mit der Oberflächenlauten wie folgt [10,46,47]:



Entkohlungsvorgänge können in drei grundlegende Teilschritte zerlegt werden, die Zersetzung von Karbiden, die Diffusion von Kohlenstoff durch die Matrix und schließlich die Reaktion von Kohlenstoff an der Oberfläche. All diese Prozesse sind stark abhängig von Temperatur und Behandlungsdauer [46].

Im Gegensatz dazu ist die Grundlage der selektiven Verdampfung die Tatsache, dass Elemente verschiedene Dampfdrücke aufweisen, wobei ihre Partialdrücke in idealen Lösungen über das Raoult'sche Gesetz berechnet werden können,

$$p_a = n_a + p_a^0 \quad 5-4$$

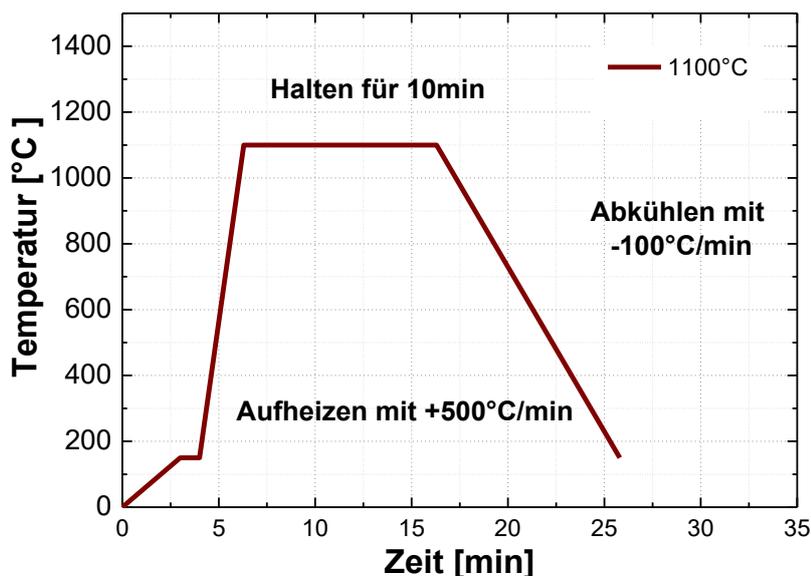
wobei  $p_a$  und  $n_a$  Partialdruck und Molenbruch der Komponente a darstellen und  $p_a^0$  der Dampfdruck der reinen Komponente A ist. Die selektive Verdampfung der Oberflächenschicht weist also eine Reihenfolge auf, die jener der Dampfdrücke der reinen Komponenten entspricht. Für Stähle stellt diese einfache Beziehung natürlich nur eine Annäherung dar, da diese für gewöhnlich Vielkomponenten-Systeme sind und so von einer idealen Lösung deutlich abweichen. Dies macht es schwierig, den Dampfdruck der einzelnen Komponenten zu bestimmen und die Änderung der Oberflächenzusammensetzung bei Glühprozessen genau zu berechnen. Nichtsdestotrotz wurde die Veränderung der selektiven Verdampfung schon zu Beginn der konventionellen Hochtemperaturmikroskopie festgestellt und tiefergehend untersucht. Als Beispiel sei hier Jeglitsch [10] genannt, der eine Reihe von Stahl-Proben in Vakuum erhitze um den Einfluss der Glüh Temperatur, –dauer und Atmosphäre auf die Verarmung an Mn in den Oberflächenschichten zu untersuchen. Dabei wurde festgestellt, dass die selektive Verdampfung mit steigender Glüh Temperatur und Glühdauer deutlich zunimmt, der absolute Verlust von Mn dabei aber von der umgebenden Atmosphäre abhängt. So hat sich gezeigt, dass durch die Anwendung von Ar (mit einem Ausgangsdruck von 500 Torr) die selektive Verdampfung bis zu einem gewissen Grad eingedämmt werden konnte. Erklärt wurde diese Beobachtung durch das Einstellen eines Sättigungsdampfdrucks an der Probenoberfläche, durch den ein weiterer Substanzverlust durch Verdampfung verringert wird. Dieser stellt sich im Gegensatz zu den Versuchen unter Vakuum deswegen ein, weil die entstehenden Dämpfe und Gase nicht laufend abgesaugt werden.

Inwieweit sich Kohlenstoff und Mangangehalt im Zuge der HT-LSCM Versuche ändern, soll in einer weiteren Versuchsreihe geprüft werden. Dazu werden Proben unterschiedlichen Mn-

Gehaltes aber desselben Kohlenstoffgehaltes einem bestimmten Temperaturzyklus im LSCM unterworfen und anschließend mittels GDOES-Analyse Tiefen-Konzentrationsprofile der entsprechenden Legierungselemente erstellt. Die im LSCM ermittelten Phasenumwandlungstemperaturen werden dabei erneut mit ergänzend durchgeführten Dilatometeruntersuchungen verglichen, um den Einfluss der möglichen Änderung in der Oberflächensatzensetzung auf die Umwandlungstemperatur im LSCM zu untersuchen. Des Weiteren werden den Zusammensetzungen der Legierungen entsprechende Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubilder (ZTU-Diagramm) unter Nutzung der Software JMatPro berechnet um einen weiteren Vergleichswert zu generieren. Die Zusammensetzung der Legierungen sind dabei **Tabelle 5-2** zu entnehmen, der für alle Untersuchungen angewendete Temperaturzyklus ist in **Abbildung 5-17** dargestellt und die berechneten ZTU-Diagramme sind dem Anhang zu entnehmen.

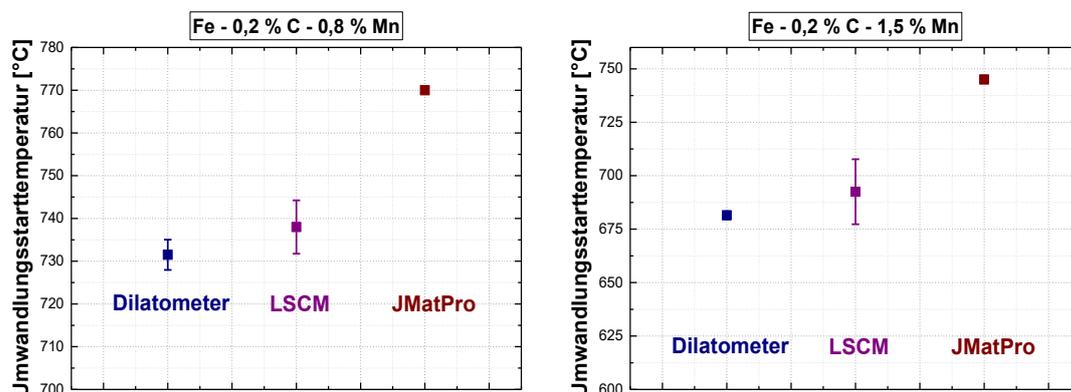
**Tabelle 5-2:** Ergänzende Mn-Legierungen.

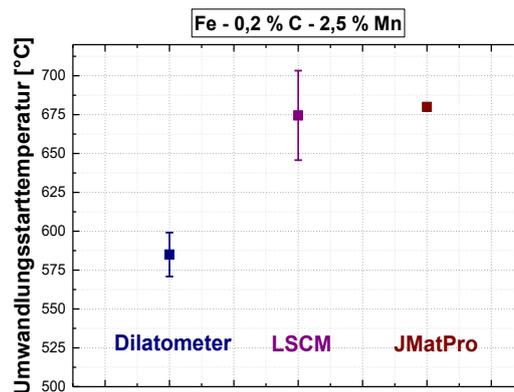
Bezeichnung	Kohlenstoff Gew.-% SOLL	Kohlenstoff Gew.-% IST	Mangan Gew.-% SOLL	Mangan Gew.-% IST
Fe02C08Mn	0,2	0,2	0,8	0,82
Fe02C15Mn	0,2	0,2	1,5	1,5
Fe02C25Mn	0,2	0,15	2,5	2,5



**Abbildung 5-17:** Temperaturzyklus für Versuche an Fe-C-Mn Proben.

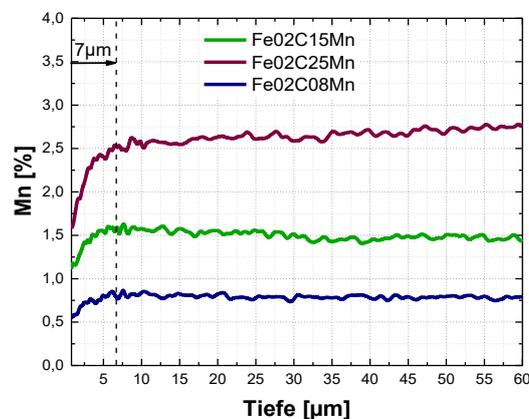
**Abbildung 5-18** zeigt den Vergleich der Umwandlungsstarttemperaturen ermittelt über LSCM, Dilatometer und JMatPro für die drei Fe-C-Mn Legierungen. Dabei zeigt sich für die Legierungen Fe02C08Mn und Fe02C15Mn erneut eine gute Übereinstimmung der Methoden LSCM und Dilatometer, wobei in beiden Fällen der HT-LSCM Wert wenige Grad über dem Dilatometermesspunkt liegt. Eine große Abweichung von den gemessenen Umwandlungs-temperaturen zeigt hingegen jeweils der berechnete Wert, der im Falle der Legierung Fe02C08Mn mit 770°C etwa 45°C über den tatsächlichen Messwerten liegt und für die Legierung Fe02C15Mn mit 745°C sogar mehr als 50°C Differenz aufweist. An dieser Stelle muss allerdings erwähnt werden, dass für die JMatPro-Berechnung eine Austenitkorngröße von 30 µm angenommen wurde, was jedoch nicht mit der im LSCM beobachteten übereinstimmt. Diese war für die drei Legierungen leicht unterschiedlich, jedoch immer im Bereich zwischen 70 und 150 µm. Für die JMatPro Berechnungen bedeutet eine größere Korngröße eine Verschiebung des Umwandlungsstartes hin zu tieferen Temperaturen, so dass angenommen werden kann, dass der den Versuchsbedingungen tatsächlich entsprechende JMatPro Wert noch um ein paar Grad tiefer liegen würde. Für die Legierung Fe02C25Mn stellt sich ein etwas anderes Bild ein. Im Gegensatz zu den bisherigen Legierungen zeigt sich hier erstmals eine deutliche Abweichung zwischen LSCM- und Dilatometerergebnissen, wobei der über das HT-LSCM ermittelte Umwandlungspunkt ~85°C über dem des Dilatometers liegt. Da Dilatometermesswert und JMatPro-Umwandlungspunkt auch diesmal etwa 90°C Abweichung voneinander aufweisen, kommt es zu einer Annäherung des LSCM-Messwertes an den berechneten Wert. Auch hier sei noch einmal darauf hingewiesen, dass der JMatPro Messwert unter Berücksichtigung der wahren Korngröße etwas tiefer liegen würde, was eine weitere Annäherung von LSCM- und JMatPro-Wert zur Folge hätte.





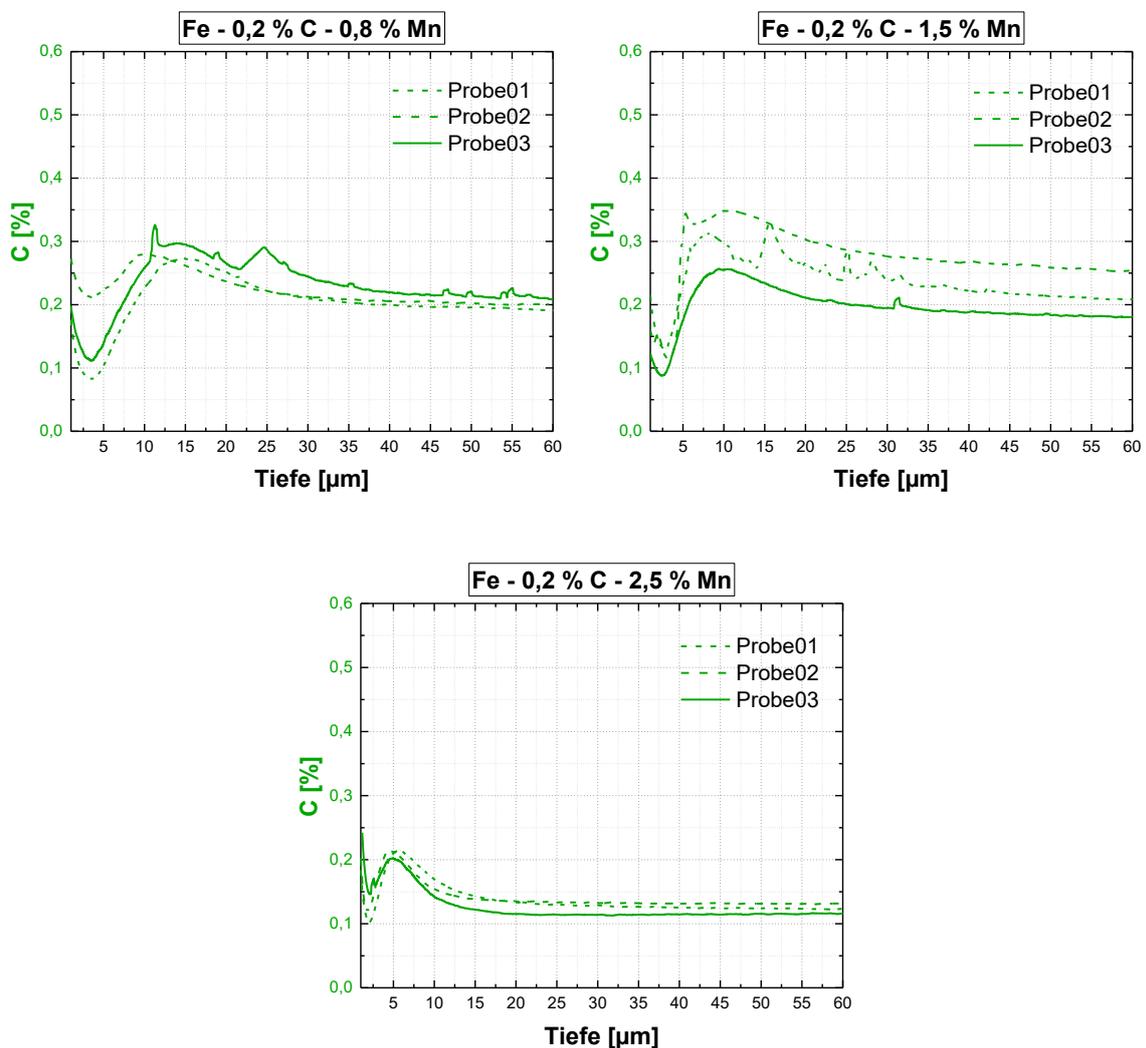
**Abbildung 5-18:** Vergleich der über HT-LSCM, Dilatometer und JMatPro ermittelten Umwandlungstemperaturen für die drei FeCMn-Legierungen.

Um nun genauere Informationen über das Verhalten von Mn und C in den oberflächennahen Schichten zu erhalten, werden die Konzentrationsverläufe über die Höhe der Probe mittels GDOES aufgenommen. Genauere Informationen zu dieser Methode sind [48–50] zu entnehmen. Die so entstandenen Manganverläufe (Mittelwerte aus je drei Messungen pro Legierung) sind in **Abbildung 5-19** wiedergegeben und zeigen in allen drei Fällen eine an Mangan verarmte Zone an der Oberfläche. Unabhängig von der Legierung zeigt diese Zone eine Tiefe von 7  $\mu\text{m}$ , allerdings ist dabei der Betrag der Mn-Verarmung jeweils unterschiedlich. So stellt sich für die Legierung Fe02C08Mn ein minimaler Gehalt von 0,5 % Mn an der Oberfläche ein, was einem Verlust von 0,3 Prozentpunkten im Vergleich zum Matrix-Gehalt entspricht. Ein ähnlich ausgeprägter Verlust zeigt sich auch für die Proben Fe02C15Mn die im Mittel ebenfalls 0,3-0,4% zur Oberfläche hin verlieren. Der stärkste Abfall in der Mn-Konzentration ist schließlich für die Legierung Fe02C25Mn zu erkennen, bei der sich ein  $\Delta\text{Mn}$  von fast 1% feststellen lässt.



**Abbildung 5-19:** Mn-Konzentrationsprofilen der FeCMn-Legierungen nach den LSCM Untersuchungen.

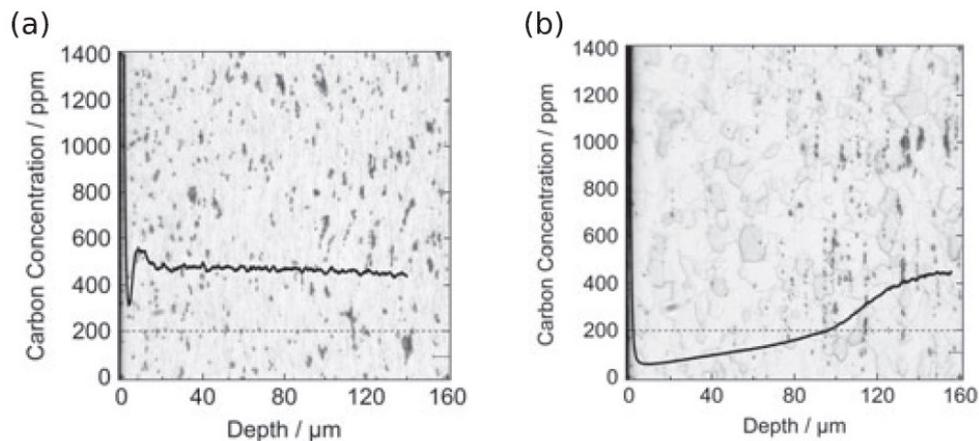
Neben den Mn-Tiefenprofilen werden im Zuge der GDOES-Untersuchungen auch die Kohlenstoff-Verläufe über die Höhe der Probe gemessen. Dabei ergeben sich die in **Abbildung 5-20** gezeigten Diagramme, in denen der Kohlenstoffgehalt über die Höhe der Proben aufgetragen ist. Bei Betrachtung der Verläufe können folgende Einzelheiten festgestellt werden: Alle Verläufe weisen auf den ersten 10  $\mu\text{m}$  ein Minimum und ein Maximum im C-Gehalt auf, wobei der minimale Gehalt 0,1% C und der maximale 0,2-0,3% beträgt. Im weiteren Verlauf stellt sich ein konstanter Kohlenstoffgehalt ein, wobei die Proben Fe02C08Mn und Fe02C15Mn eine Gehalt von 0,2% in der Matrix aufweisen und Fe02C25Mn einen geringeren Gehalt von etwas über 0,1%.



**Abbildung 5-20:** C-Konzentrationstiefenprofile der FeCMn Legierungen nach LSCM Versuchen.

Um mehr Informationen über Ursache und Konsequenz des Kohlenstoffpeaks auf den ersten 10  $\mu\text{m}$  zu erfahren, werden die gemessenen Verläufe mit Daten aus der Literatur verglichen. In **Abbildung 5-21** sind zwei dieser Verläufe dargestellt, wobei es sich links um eine nicht

entkohlte und rechts um eine entkohlte Probe handelt [48]. Der Verlauf der nicht entkohlten Probe entspricht dabei exakt denen der vorliegenden Arbeit. Das Auftreten des Kohlenstoffpeaks zu Beginn der Messung, dh. an der Oberfläche der Probe wird dabei als eine Charakteristik der GDOES Kohlenstoff-Messung beschrieben. Grund dafür ist die Kontamination der Oberfläche mit Kohlenstoff, der im Zuge der Messung ebenfalls angeregt wird und somit zu einer Verfälschung des Messergebnisses in den oberflächennahen Schichten führt. Als Quellen für die Oberflächenkontamination sind dabei flüchtige Kohlenwasserstoffe an der Oberfläche, Ölnebel der Vakuumpumpe aber auch Schleif- und Polierrückstände anzusehen. Begünstigt wird diese Fehlmessung zudem durch kurze Sputter-Zeiten sowie hohe Spannungen wie sie vor allem bei kleinen Proben benötigt werden.



**Abbildung 5-21:** GDOES Messungen einer nicht entkohlten Probe (a) und einer entkohlten Probe (b).

Zusammenfassend lässt sich über das Verhalten von Kohlenstoff und Mangan im HT-LSCM also folgendes Festhalten: Durch das Evakuieren des Ofenraums vor Versuchsbeginn und das dauerhafte Spülen der Infrarotkammer mit Argon scheint eine Reaktion von Kohlenstoff und Umgebungsmedium an der Probenoberfläche vollkommen unterdrückt werden zu können. Der ausgeprägte Peak zu Beginn der C-Messung ist eine Eigenschaft der Messung und spiegelt nicht den wahren Verlauf des C-Gehaltes der ersten 10 µm wieder. Im Gegensatz zum Kohlenstoff kann eine vollständige Unterdrückung der selektiven Verdampfung von Mn im LSCM durch dieselbe Verfahrensweise nicht erreicht werden. Unabhängig vom Mn-Matrixgehalt hat sich bei allen Proben eine 7µm verarmte Zone eingestellt, wobei die Differenz von den Mn-Gehalten in Matrix und an der Oberfläche vom absoluten Mn-Gehalt der Legierung abzuhängen scheint. Höhere Mn-Matrixgehalte führen zu höheren Verlusten an der Oberfläche. Trotz der gewonnenen Erkenntnisse durch die GDEOS-Messungen können keine eindeutigen Rückschlüsse von Mn-Verlust auf den Startpunkt der auftretenden Phasenumwandlung gezogen werden. Der Vergleich von LSCM und Dilatometer hat gezeigt, dass die Methoden bis 1,5% Mn konsistente Ergebnisse liefern, bei 2,5% Mn die beiden

Messmethoden jedoch voneinander abweichen, wobei das LSCM den höheren Wert liefert. Alle Proben zeigen dabei aber eine an Mn verarmte Zone. Um die genauen Einflussfaktoren und vor allem die Auswirkung der Mn-Verarmung genauer definieren zu können, bedarf es eine Reihe weiterer Versuche.

### 5.3.6 Nb-Stähle

Alle bisher durchgeführten Phasenumwandlungsversuche, mit Ausnahme der FeCMn-Proben, wurden mithilfe des IMCB-Temperaturzyklus oder einer Modifikation dessen untersucht. Wie bereits beschrieben, handelt es sich dabei um den thermischen Verlauf von Proben während des sogenannten In-Situ-Material-Characterization-Bending Test bei dem Proben vergossen und anschließend gebogen werden, um Einflussfaktoren auf das zweite Duktilitätsminimum und so die Oberflächenrissbildung untersuchen zu können. Es liegt daher nahe, dass als Abschluss der Phasenumwandlungsversuche noch eine weitere Versuchsreihe durchgeführt wird, deren Ziel es ist festzustellen, ob und wenn ja welche Phasenumwandlung vor oder während des Biegeversuches auftritt. Hierzu werden HT-LSCM Proben direkt aus dem Gussmaterial der IMC-Versuche gefertigt und der thermische Verlauf des IMC-Versuchs am HT-LSCM nachempfunden. Die chemische Zusammensetzung der Stähle unterscheidet sich rein im Niob-Gehalt und ist **Tabelle 5-3** zu entnehmen.

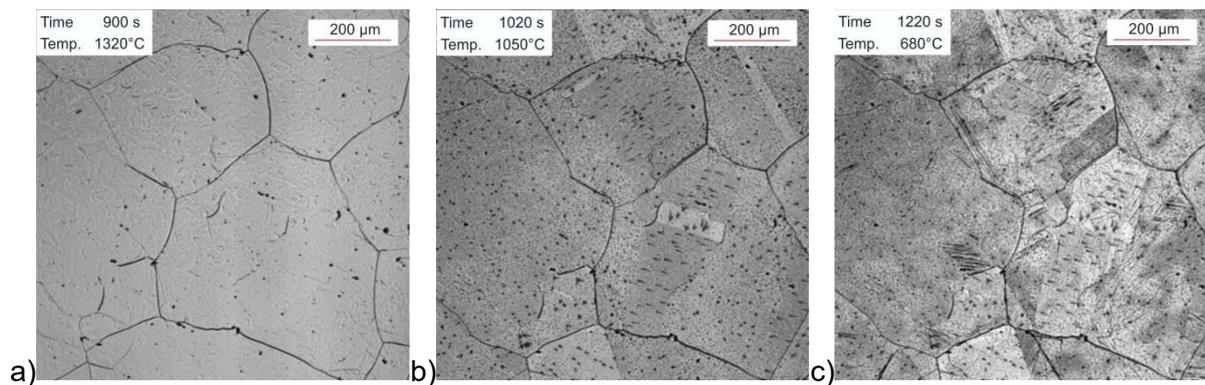
**Tabelle 5-3:** Zusammensetzung der IMCB-Proben.

Bezeichnung	C [wt%]	Si [wt%]	Mn [wt%]	P [wt%]	Al [wt%]	Nb [wt%]
<b>0Nb</b>	0,17	0,40	1,50	0,01	0,03	0
<b>002Nb</b>	0,17	0,40	1,50	0,01	0,03	0,02
<b>004Nb</b>	0,17	0,40	1,50	0,01	0,03	0,04

Wie beschrieben ist das Ziel der Versuche den  $\gamma$ - $\alpha$  Phasenumwandlungspunkt zu bestimmen, aber auch die Bestimmung der zuerst auftretenden Phase, um zu klären, ob beim Biegeversuch bereits ein Ferritfilm vorhanden ist oder nicht. Auch zu dieser Versuchsreihe werden ergänzende Dilatometerversuche durchgeführt.

**Abbildung 5-22** zeigt die Probenoberfläche im Verlauf des IMC-Versuches. Es ist dabei klar zu erkennen, dass eine Veränderung der Oberflächenbedingungen im Verlauf der Abkühlung eintritt. Der Vorgang der Oberflächenveränderung kann bei allen drei Stahlgüten beobachtet werden und entspricht einer Änderung die schon des Öfteren an Brammenproben im HT-

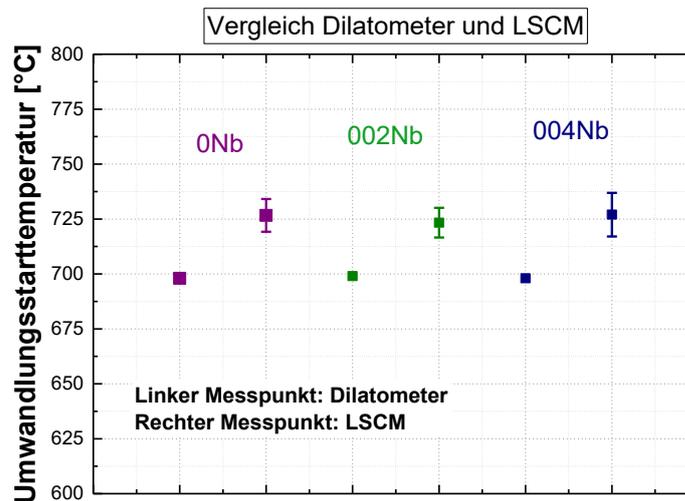
LSCM beobachtet werden konnte. In Abbildung a) ist das Gefüge am Ende der Austenitisierung dargestellt, zu dessen Zeitpunkt es noch zu keiner Änderung der Oberflächenbeschaffenheit gekommen ist. Wird die Probe nun allerdings abgekühlt (Abbildung b)), beginnt sich die Oberfläche schließlich dunkel zu verfärben und im Korninneren offensichtlich orientierte Flecken aufzuwachsen. Der schlussendliche Austenit-Ferrit Umwandlung ist in Abbildung c) dargestellt und aufgrund der dunklen, veränderten Oberfläche nur noch schwer zu erkennen. Jeglitsch [14] beschreibt in seiner Arbeit ein sehr ähnliches Phänomen und beschreibt dieses als Aufwachsen orientierter Eisenoxide an der Probenoberfläche.



**Abbildung 5-22:** Oberflächenveränderung im Zuge der Abkühlung der Nb-Stähle.

Um ausschließen zu können, dass die Veränderung als Folge von Mikroporositäten auftritt, wird das IMCB-Material vor Fortsetzung der Versuche in der Hochfrequenzumschmelzanlage umgeschmolzen und über Rotationsguss vergossen, um so höchste Dichte im Material einstellen zu können. Das so gewonnene Material wird erneut zu HT-LSCM Proben verarbeitet und mit den identen Parametern wie zuvor untersucht. Dabei zeigt sich jedoch keine Änderung gegenüber den zuvor durchgeführten Versuchen. Durch die Veränderung an der Oberfläche wird die Sichtbarkeit der Phasenumwandlung maßgeblich verschlechtert, weswegen zwar der Umwandlungszeitpunkt bestimmt, jedoch keine gültige Aussage mehr über die zuerst auftretende Phase getroffen werden kann. Trotz der Oberflächenveränderung werden pro Legierung drei Versuche durchgeführt und so die mittlere Umwandlungsstarttemperatur und Standardabweichung bestimmt. Die Messergebnisse sind in Abbildung 5-23 zusammen mit den Dilatometermessergebnissen aufgetragen. Da im Zuge der Dilatometermessungen Probleme auftreten sind, gibt es in diesem Fall pro Legierung nur einen gültigen Dilatometerversuch, weswegen keine Standardabweichung aufgetragen ist. Dennoch ist klar ersichtlich, dass auch hier Dilatometer und HT-LSCM zu sehr ähnlichen Umwandlungstemperaturen führen. Das HT-LSCM führt in allen drei Fällen zu einer etwa 15-20°C höheren Umwandlungstemperatur, was auf eine mögliche Änderung in der oberflächennahen Zusammensetzung schließen lässt. Da jedoch weder Art der Oberflächenschicht noch oberflä-

chennahe Zusammensetzung im Zuge der Arbeit im Detail analysiert werden können, kann darüber noch keine gültige Aussage getroffen werden. Zudem muss noch einmal darauf hingewiesen werden, dass je nur eine Dilatometermessung durchgeführt wurde, wodurch die Messergebnisse im Gegensatz zu den HT-LSCM Ergebnissen keine statistische Signifikanz aufweisen.



**Abbildung 5-23:** Vergleich von Dilatometer und HT-LSCM Messergebnissen.

Um das HT-LSCM gezielt für die Bestimmung der Vorgänge im Zuge des IMC-Versuches nutzen zu können, muss in weiterführenden Versuchen geklärt werden, was Ursprung und Folge der Oberflächenveränderung sind um ihr so gezielt entgegenwirken zu können. Wird dies erreicht kann neben der Umwandlungstemperatur auch die auftretende Phase exakt bestimmt werden und so wichtige Erkenntnisse über die Rolle der Phasenumwandlung an der Oberflächenrissbildung gesammelt werden.

## 5.4 Zusammenfassung der Phasenumwandlungsmessungen

Die durchgeführten Phasenumwandlungen sollten zeigen, welchen Einfluss der Probenzustand auf die ermittelten Phasenumwandlungstemperaturen im LSCM hat. Dazu wurde das schon für die Kornwachstumsuntersuchungen eingesetzte Probenmaterial einem Temperaturzyklus unterworfen, der den thermischen Verlauf des sogenannten IMC-Versuches darstellt. Der Temperaturzyklus wurde im Laufe der Versuche zu dem hinsichtlich der Austenitierungstemperatur, -dauer und Kühlrate leicht verändert und der Einfluss der Änderungen auf den Start der Phasenumwandlungen überprüft. Dabei konnte gezeigt werden, dass auch im Falle von Phasenumwandlungsuntersuchungen dem Ausgangszustand der Probe keine

bedeutende Rolle zukommt. Unabhängig von Verformung, Ansichtsfläche, Lage und Geometrie der Proben hat sich für die Legierungen derselbe mittlere Umwandlungspunkt ergeben. Die Änderungen in den Austenitisierungs- und Abkühlbedingungen des Temperaturzyklus führten zu dem Ergebnis, dass das HT-LSCM eine sehr sensitive Methode darstellt um die Auswirkungen dieser Einflussparameter sichtbar zu machen. Zudem konnte gezeigt werden, dass die Genauigkeit der Messung maßgeblich von der sich einstellenden Austenitkorngröße abhängt. Steigt die Austenitkorngröße, so fällt gleichzeitig die Anzahl beobachtbarer Korngrenzen und damit Keimstellen im Gesichtsfeld, was zu einer verringerten Wahrscheinlichkeit führt, den zuerst auftretenden Keim beobachten zu können. Dies äußert sich schließlich in einer Erhöhung der Standardabweichung der Versuchsergebnisse. Die ermittelten Umwandlungstemperaturen wurden anschließend mit Dilatometerergebnissen verglichen, mit dem Ergebnis, dass beide Methoden konsistente Umwandlungstemperaturen liefern.

Da das HT-LSCM eine Methode darstellt, bei der reine Oberflächenvorgänge beobachtet werden können, wurde eine weitere Versuchsreihe durchgeführt, um zu untersuchen ob im Laufe der LSCM Versuche eine Änderung der oberflächennahen Zusammensetzung auftritt und ob sich dies in einer Abweichung der ermittelten Umwandlungstemperatur von berechneten und Dilatometerergebnissen widerspiegelt. Die drei Legierungen wiesen dabei immer denselben Kohlenstoffgehalt von 0,2% auf, jedoch eine Abstufung im Mn-Gehalt. Zur Analyse der Zusammensetzung über die Probenhöhe wurden GDOES-Messungen durchgeführt. Dabei hat sich ergeben, dass alle Proben eine etwa 7  $\mu\text{m}$  tiefe Schicht verringerter Mn-Konzentration aufweisen. Eine Änderung im C-Gehalt über die Probenhöhe konnte im Zuge der GDOES-Messungen nicht festgestellt werden. Dieser Elementverlust konnte jedoch nicht eindeutig mit einer Änderung der gemessenen Umwandlungstemperatur in Verbindung gebracht werden, da bei Gehalten von 0,8 % und 1,5 % Mn keine Unterschiede in den Umwandlungstemperaturen ermittelt über Dilatometer und HT-LSCM festzustellen waren. Nur bei einem Gehalt von 2,5% Mn konnte eine Abweichung des HT-LSCM hin zu höheren Umwandlungstemperaturen verglichen zum Dilatometer festgestellt werden.

Zu guter Letzt wurde noch eine weitere Versuchsreihe an Nb-legierten Stählen aus dem IMC-Biegeversuch im HT-LSCM analysiert. Ziel des IMCB-Versuches ist es, Einflüsse auf das zweite Duktilitätsminimum unter möglichst stranggieß-ähnlichen Bedingungen zu untersuchen und so eine Optimierung der Produktionsparameter einer Stranggießanlage zu erreichen. In den HT-LSCM Versuchen wurde nun der thermische Ablauf des IMCB-Versuches am HT-LSCM dargestellt umso Aufschluss darüber zu gewinnen, wann und in welcher Weise die  $\gamma$ - $\alpha$ -Umwandlung der Stähle startet. Aufgrund einer Veränderung der Oberfläche im HT-

LSCM, wie sie bereits des Öfteren bei Versuchen an Brammenproben beobachtet wurden, konnte jedoch für die 3 Stähle je nur der Umwandlungspunkt, nicht aber die Art der neu gebildeten Phase bestimmt werden. Die Untersuchungen zur Umwandlungsstarttemperatur wurden trotz Oberflächenveränderung pro Legierung dreimal wiederholt und die gemittelten Versuchsergebnisse schließlich mit Dilatometerergebnissen verglichen. Dabei konnte gezeigt werden, dass das HT-LSCM trotz der Veränderung der Oberfläche eine gute Übereinstimmung mit den Dilatometerergebnissen liefert. In weiterführenden Versuchen muss also geklärt werden welchen Ursprung die Veränderung der Oberfläche hat, um dieser gezielt entgegenwirken zu können, umso neben der Umwandlungsstarttemperatur auch die auftretende Phase bestimmen zu können. Dann stellt das HT-LSCM die ideale Methode dar um die Phasenumwandlungen im Zuge des IMCB-Versuches abzubilden und um die Ergebnisse schlussendlich auf den Einfluss der Phasenumwandlung auf die Oberflächenrissbildung rückführen zu können

## 6 Resümee und Ausblick

Alle Hochtemperaturvorgänge der Stahlherstellung sind maßgeblich beeinflusst von der Kinetik von Austenitkornwachstum und Phasenumwandlungen. So ergibt sich z.B. im Stranggießprozess ein Bereich minimaler Duktilität, der unter anderem durch die Austenitkorngröße im jeweiligen Temperaturbereich und dem Vorhandensein eines Ferritfilms an den Korngrenzen beeinflusst wird. Ein grobes Austenitkorn führt dabei zu einer erweiterten Zone geringer Warmverformbarkeit ebenso wie das Auftreten eines Ferritfilms, wodurch die Gefahr der Oberflächenrissbildung signifikant erhöht wird. Die genaue Kenntnis über Austenitkornwachstumsvorgänge und den Ablauf von Phasenumwandlungen ist daher eine zwingende Voraussetzung zur Sicherstellung einer optimalen Produktqualität. Daher befasst sich die vorliegende Arbeit mit der Frage, inwieweit diese Hochtemperaturvorgänge über die Hochtemperatur-Laser-Scanning-Konfokal-Mikroskopie (HT-LSCM) verfolgt werden können und welche Einflussfaktoren bzw. Einschränkungen es bezüglich dieser Methode gibt. Die Arbeit gliedert sich dabei in die beiden Teile Austenitkornwachstum und Phasenumwandlungen am HT-LSCM.

Für die Kornwachstumsuntersuchungen wurden eine Reihe von Modellegierungen erstellt und zum Teil verformt, um den Einfluss von Ausgangszustand, Verformung und Homogenität auf das Ergebnis von isothermen Halteversuchen zu untersuchen. Zudem wurde der Effekt der Zugabe einzelner Elemente auf das Kornwachstumsverhalten untersucht. Aus den Messergebnissen konnten schließlich folgende Erkenntnisse gewonnen werden:

- Zeigen die Proben schon vor der Verformung eine gute Homogenität, so wirkt sich diese nicht auf das Ergebnis der HT-LSCM Ergebnisse aus. Die Umformung resultiert in diesem Fall in einer Änderung der Ausgangskorngröße vor Versuchsbeginn, dies

beeinflusst die sich einstellende Korngröße bei den isothermen Haltversuchen jedoch nicht.

- Unterschiede in betrachteter Fläche (Seite, Draufsicht), Lage (Zentrum, Außen) oder Höhe der Probe führen ebenfalls zu keinem Unterschied in den Kornwachstumsuntersuchungen.
- Die Zugabe von 0,03 % Al zu einer reinen Fe-C Legierung bewirkt bei niedrigen Haltemperaturen (950°C) einen Pinningeffekt durch das Vorhandensein von AlN. Wird die Haltemperatur erhöht (1050°C), gleichen sich die Korngrößen der Fe-C und Fe-C-Al Legierungen zuerst an, bis schließlich bei einer weiteren Steigerung der Temperatur auf 1150°C die Al-legierte Probe eine doppelt so große Korngröße aufweist wie jene ohne Aluminium.
- Ein inhomogenes Ausgangsgefüge (Seigerungen, Anreicherungen an Korngrenzen, etc.) führt zu stark unterschiedlichen Korngrößen über die Probe hinweg. Die Bereiche verminderter Korngröße haben sich in der vorliegenden Arbeit immer in Bereichen größter Anreicherung gezeigt.
- Die Zugabe von 2,5 % Cr bzw. 1% Mo äußert sich in einer kornwachstumshemmenden Wirkung. Die im LSCM ermittelten Ergebnisse decken sich dabei qualitativ gut mit Ergebnissen verschiedener Kornwachstumsmodelle.

Zur Durchführung der Phasenumwandlungsuntersuchungen wurden zum Teil die schon für die Kornwachstumsuntersuchungen erzeugten Modelllegierungen verwendet, es wurden jedoch auch Versuche an zusätzlichen Legierungen durchgeführt. Erneut war das Ziel der Untersuchungen aufzuzeigen, welchen Einfluss der Ausgangszustand der Probe auf die ermittelte Umwandlungstemperatur hat. Es wurde zudem geprüft, wie sich eine Änderung der Austenitisierungsbedingungen auf die auftretende  $\gamma$ - $\alpha$  Umwandlung auswirkt. Die mittleren Umwandlungstemperaturen wurden anschließend mit Dilatometermessungen verglichen. Im Zuge der Versuchsreihe konnte festgestellt werden, dass:

- Auch im Fall der Phasenumwandlungsuntersuchungen eine Umformung nicht in einer Änderung der Versuchsergebnisse resultiert. Zudem zeigte auch eine Änderung von Lage, Geometrie und Ansichtsfläche keinen Einfluss auf die ermittelten Umwandlungstemperaturen.
- Eine Änderung der Austenitisierungsbedingungen (Austenitisierungstemperatur und –dauer) resultierte primär in einer Änderung der Austenitkorngröße, was wiederum Einfluss auf die Genauigkeit der Messungen hat. Steigt die Austenitkorngröße, sinkt zugleich die Zahl der beobachtbaren Korngrenzen und damit Keimstellen im Gesichtsfeld. Dadurch fällt die Wahrscheinlichkeit den ersten Keim der neuen Phase zu

beobachten, was sich wiederum in einer Vergrößerung der Standardabweichung der Messungen auswirkt.

- Die Legierung Fe-C-Al lieferte im Fall der Phasenumwandlungsmessungen durchwegs größere Austenitkörner, wodurch die Messunsicherheit dieser Legierung deutlich über jener der Legierung Fe-C liegt. Die mittlere Umwandlungstemperatur der Stähle war jedoch ident.
- Der Vergleich von HT-LSCM und Dilatometer zeigt, dass beide Methoden konsistente Ergebnisse liefern.

Um des Weiteren noch Informationen darüber zu sammeln, inwieweit sich die Oberfläche im HT-LSCM aufgrund von selektiver Verdampfung und Oxidation verändert und wie sich dies auf das Umwandlungsverhalten auswirkt, wurden ergänzende Versuche an Fe-C-Mn Legierungen durchgeführt. Erneut wurden dabei Dilatometer-, LSCM- aber auch Berechnungsergebnisse mit einander verglichen. Zudem wurden GDOES-Messungen an den Proben nach den HT-LSCM Versuchen durchgeführt und so Kohlenstoff- und Mangan- Tiefenprofil-Konzentrationsverläufe aufgezeichnet. Dadurch konnte gezeigt werden, dass es im Laufe der Versuche zu keiner Änderung des C-Gehaltes an der Probenoberfläche kommt, aber ein Mn-Verlust stattfindet. Die Mn-verarmte Zone betrug unabhängig vom Mn-Gehalt der Probe  $7\mu\text{m}$ , der absolute Verlust an Mn in dieser Zone war jedoch beeinflusst vom Mn-Gehalt der Matrix. Dieser Elementverlust konnte jedoch nicht eindeutig mit einer Änderung der gemessenen Umwandlungstemperatur in Verbindung gebracht werden, da bei Gehalten von 0,8 % und 1,5 % Mn keine Unterschiede in den Umwandlungstemperaturen ermittelt über Dilatometer und HT-LSCM festzustellen waren. Nur bei einem Gehalt von 2,5% Mn konnte eine Abweichung des HT-LSCM hin zu höheren Umwandlungstemperaturen verglichen zum Dilatometer festgestellt werden.

Zusammenfassend lässt sich sagen, dass das HT-LSCM sowohl für Austenitkornwachstums- als auch Phasenumwandlungsuntersuchungen eine sehr geeignete, reproduzierbare Methode darstellt.

## Literaturverzeichnis

- [1] Giumelli, A.K., M. Militzer und E.B. Hawbolt, Analysis of the Austenite Grain Size Distribution in Plain Carbon Steels, *ISIJ International* 39 (1999), 3, 271–280.
- [2] Militzer, M., E.B. Hawbolt, T. Ray Meadowcroft und A. Giumelli, Austenite grain growth kinetics in Al-killed plain carbon steels, *Metallurgical and Materials Transactions A* 27 (1996), 11, 3399–3409.
- [3] Uhm, S., J. Moon, C. Lee, J. Yoon und B. Lee, Prediction Model for the Austenite Grain Size in the Coarse Grained Heat Affected Zone of Fe-C-Mn Steels: Considering the Effect of Initial Grain Size on Isothermal Growth Behavior, *ISIJ International* 44 (2004), 7, 1230–1237.
- [4] Moon, S.-C., The Influence of Austenite Grain Growth on Hot Ductility of Steels, Dissertation, Wollongong.
- [5] Crowther, D.N. und B. Mintz, Influence of grain size on hot ductility of plain C–Mn steels, *Materials Science and Technology* 2 (1986), 9, 951–955.
- [6] Gottstein, G. und L.S. Shvindlerman, Grain boundary migration in metals: Thermodynamics, kinetics, applications, 2. ed., CRC Press, Boca Raton u.a., 2010.
- [7] Burke, J.E. und D. Turnbull, Recrystallization and grain growth, *Progress in Metal Physics* 3 (1952), 220–292.
- [8] Lücke, K. und K. Detert, A quantitative theory of grain-boundary motion and recrystallization in metals in the presence of impurities, *Acta Metallurgica* 5 (1957), 11, 628–637.

- [9] Lücke, K. und H. Stüwe, On the theory of impurity controlled grain boundary motion, *Acta Metallurgica* 19 (1971), 10, 1087–1099.
- [10] Jeglitsch, F., Anwendung der Hochtemperaturmikroskopie in der Metalkunde unter besonderer Berücksichtigung von Oberflächenvorgängen, Dissertation, Leoben, Austria, 1963.
- [11] Bernhard, C., S. Schider, A. Sormann, G. Xia und S. Ilie, Erste Ergebnisse des neuen Hochtemperatur-Konfokalmikroskops am Lehrstuhl für Metallurgie, *Berg- und hüttenmännische Monatshefte* 156 (2011), 5, 161–167.
- [12] Fuchs, N., P. Krajewski und C. Bernhard, In-situ Observation of Austenite Grain Growth in Plain Carbon Steels by Means of High-temperature Laser Scanning Confocal Microscopy, *Berg- und hüttenmännische Monatshefte* 160 (2015), 5, 214–220.
- [13] Rosenhain, W. und J.C.W. Humfrey, The Crystalline Structure of Iron at High Temperatures, *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences* 83 (1910), 561, 200–209.
- [14] Jeglitsch, F., Körner und Korngrenzen im Hochtemperaturmikroskop, *Radex Rundschau* (1967), 3/4, 679–685.
- [15] Palizdar, Y., D. San Martin, M. Ward, R.C. Cochrane, R. Brydson und A.J. Scott, Observation of thermally etched grain boundaries with the FIB/TEM technique, *Materials Characterization* 84 (2013), 28–33.
- [16] Mullins, W.W., Theory of Thermal Grooving, *J. Appl. Phys.* 28 (1957), 3, 333.
- [17] Rabkin, E. und L. Klinger, The fascination of grain boundary grooves, *Materials Science and Technology* 17 (2001), 772–776.
- [18] Mullins, W., The effect of thermal grooving on grain boundary motion, *Acta Metallurgica* 6 (1958), 6, 414–427.
- [19] García de Andrés, C., F. Caballero, C. Capdevila und D. San Martín, Revealing austenite grain boundaries by thermal etching: Advantages and disadvantages, *Materials Characterization* 49 (2002), 2, 121–127.
- [20] Allen, D.J., Thermal Grooving at migrating grain boundaries, *Scripta Metallurgica* 16 (1982), 1, 5–9.
- [21] García de Andrés, C., M. Bartolomé, C. Capdevila, D. San Martín, F. Caballero und V. Lòpez, Metallographic techniques for the determination of the austenite

- grain size in medium-carbon microalloyed steels, *Materials Characterization* 46 (2001), 389–398.
- [22] Pöhl, C., E. Gamsjäger, H. Leitner und H. Clemens, Thermisches Ätzen zur Bestimmung der Austenitkorngröße in kohlenstoffarmen Stählen, *Praktische Metallographie* 46 (2009), 1, 9–23.
- [23] Mu, W., H. Shibata, P. Hedström, P.G. Jönsson und K. Nakajima, Combination of In Situ Microscopy and Calorimetry to Study Austenite Decomposition in Inclusion Engineered Steels, *steel research international* 87 (2016), 1, 10–14.
- [24] MA, H., S.-I. Liao und S.-f. Wang, Effect of Ti on Austenite Grain Growth Behavior in High Carbon Steels, *ISIJ International* 21 (2014), 7, 702–709.
- [25] Li, Y., G. Wen, L. Luo, J. Liu und P. Tang, Study of austenite grain size of microalloyed steel by simulating initial solidification during continuous casting, *Ironmaking & Steelmaking* 42 (2014), 1, 41–48.
- [26] Europäisches Komitee für Normung, Stahl - Mikrophotographische Bestimmung der scheinbaren Korngröße(EN ISO 643:2003), Europäisches Normungsinstitut, Brüssel, 2003.
- [27] VanderVoort, G.F., *Metallography: Principles and practice*, McGraw-Hill, New York, 1984.
- [28] Giumelli, A., M. Militzer und E. Hawbolt, Analysis of the Austenite Grain Size Distribution in Plain Carbon Steels, *ISIJ International* 39 (1999), 3, 271–280.
- [29] Lee, S.-J. und Y.-K. Lee, Prediction of austenite grain growth during austenitization of low alloy steels, *Materials & Design* 29 (2008), 9, 1840–1844.
- [30] Adamczyk, J., E. Kalinowska-Ozgowicz, W. Ozgowicz und R. Wusatowski, Interaction of carbonitrides V(C,N) undissolved in austenite on the structure and mechanical properties of microalloyed V-N steels, *Journal of Materials Processing Technology* 53 (1995), 1-2, 23–32.
- [31] Zhang, T., X. Zhang, Z. Guo, Y. Wang, C. Li und L. Lan, AlN precipitates and microstructure in non-oriented electrical steels produced by twin-roll casting process, *ACTA METALL SIN* 26 (2013), 4, 483–488.
- [32] Mintz, B., Understanding the low temperature end of the hot ductility trough in steels, *Materials Science and Technology* 24 (2013), 1, 112–120.

- [33] Mintz, B. und A. Cowley, Deformation induced ferrite and its influence on the elevated temperature tensile flow stress–elongation curves of plain C–Mn and Nb containing steels, *Materials Science and Technology* 22 (2013), 3, 279–292.
- [34] Mintz, B. und D.N. Crowther, Hot ductility of steels and its relationship to the problem of transverse cracking in continuous casting, *International Materials Reviews* 55 (2013), 3, 168–196.
- [35] Kato, T., Y. Ito, M. Kawamoto, A. Yamanaka und T. Watanabe, Prevention of slab surface transverse cracking by microstructure control, *ISIJ International* 43 (2003), 11, 1742–1750.
- [36] Lee, U.H., T.E. Park, K.S. Son, M.S. Kang, Y.M. Won, C.H. Yim, S.K. Lee, I. Kim und D. Kim, Assessment of Hot Ductility with Various Thermal Histories as an Alternative Method of in situ Solidification, *ISIJ International* 50 (2010), 4, 540–545.
- [37] Baba, N., K. Ohta, Y. Ito und T. Kato, Prevention of slab surface transverse cracking at Kashima n° 2 caster with Surface Structure Control (SSC) cooling, *Rev. Met. Paris* 103 (2006), 4, 174–179.
- [38] Liu, J., G. Wen, Y. Li, P. Tang und L. Luo, Effect of  $\gamma \rightarrow \alpha$  Phase Transformation on Refining Austenite Grains of Microalloyed Steel in Continuous Casting by Simulation, *High Temperature Materials and Processes* 35 (2016), 7.
- [39] Lückl, M., O. Caliskanoglu, S. Ilie, J. Six und E. Kozeschnik, Impact of Surface Structure Control Cooling During Continuous Casting on Hot Ductility of Microalloyed Steel, *steel research international* 87 (2016), 7, 871–879.
- [40] LI, Y.-f., G.-h. Wen P. Tang, J.-q. LI und C.-l. Xiang, Effect of Slab Subsurface Microstructure Evolution on Transverse Cracking of Microalloyed Steel during Continuous Casting, *ISIJ International* 21 (2014), 8, 737–744.
- [41] Klostermann, J. und W. Burgers, Surface martensite in iron-nickel, *Acta Metallurgica* 12 (1964), 4, 355–360.
- [42] Pak, J., D.W. Suh und Bhadeshia, H. K. D. H., Displacive Phase Transformation and Surface Effects Associated with Confocal Laser Scanning Microscopy, *Metallurgical and Materials Transactions A* 43 (2012), 12, 4520–4524.
- [43] Zhao, S., D. Wei, R. Li und L. Zhang, Effect of Cooling Rate on Phase Transformation and Microstructure of Nb/Ti Microalloyed Steel, *Materials Transactions* 55 (2014), 8, 1274–1279.

- [44] Roman Krobath, Einfluss der Abkühlbedingungen auf die Bildung von Oberflächenrisen beim Stranggießen eines Nb - mikrolegierten Stahls, Masterarbeit, Leoben, Austria, 2014.
- [45] Maalekian, M., R. Radis, M. Militzer, A. Moreau und W.J. Poole, In situ measurement and modelling of austenite grain growth in a Ti/Nb microalloyed steel, *Acta Materialia* 60 (2012), 3, 1015–1026.
- [46] Grabke, H., Evidence on the surface concentration of carbon on gamma iron from the kinetics of the carburization in CH<sub>4</sub>-H<sub>2</sub>, *Metallurgical Transactions* 1 (1970), 10, 2972–2975.
- [47] Alvarenga, H.D., T. de van Putte, N. Van Steenberge, J. Sietsma und H. Terry, Influence of Carbide Morphology and Microstructure on the Kinetics of Superficial Decarburization of C-Mn Steels, *Metallurgical and Materials Transactions A* 46 (2015), 1, 123–133.
- [48] Alvarenga, H.D., N. Van Steenberge, C. Xhoffer, P. Steegstra, J. Sietsma und H. Terry, Quantitative determination of carbon concentration profiles by GD-OES for the study of decarburization in low-carbon steels, *Surface and Interface Analysis* 48 (2016), 2, 73–81.
- [49] Yasuhara, H., A. Yamamoto, K. Wagatsuma und F. Hiramoto, Development of Rapid Analytical Method of Carbon in Steels by Glow Discharge Optical Emission Spectrometry, *ISIJ International* 46 (2006), 7, 1054–1058.
- [50] Le Coustumer, P., M. Motelica-Heino, P. Chapon, H. François Saint-Cyr und R. Payling, Surface characterization and depth profile analysis of glasses by r.f. GDOES, *Surface and Interface Analysis* 35 (2003), 7, 623–629.

# Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1: Einfluss der Austenitkorngröße auf das Duktilitätsminimum [5].	4
Abbildung 2-2: Sprung in der Geschwindigkeit einer Korngrenze bei steigender Triebkraft (links) und Darstellung der KG-Position in einem Al-Bikristall (rechts). Bei $t_d$ kommt es zur Loslösung von der Fremdatomwolke und so zu einer freien Bewegung der KG [6].	8
Abbildung 2-3: Blick von oben auf den Probenhalter in der Hochtemperaturkammer (rechts) [12].	11
Abbildung 2-4: Schnitt einer Korngrenze mit der freien Oberfläche vor und nach dem Erhitzen [12].	13
Abbildung 2-5: Änderung der geometrischen Verhältnisse im Zuge der Wechselwirkung von KG und Korngrenzenfurche [12].	14
Abbildung 2-6: Schrumpfung eines Austenitkorns und dadurch entstehende ghost traces. ...	15
Abbildung 3-1: Reineisenzylinder mit Sackloch und Legierungselementen, schematische Darstellung des Schmelztiegels und erstarrte Proben.	19
Abbildung 3-2: Geteiltes Probenmaterial, Probenhälfte im Gusszustand, Probenhälfte nach Umformvorgang.	19
Abbildung 3-3: Weiterverarbeitung des Probenmaterials und Probengeometrie.	20
Abbildung 3-4: Schnitt durch die Hochtemperaturkammer (links) bzw. den Probenhalter (rechts). Im Bild rechts sind zudem die Lage des Ofen-Thermoelements sowie des Referenzierungs-Thermoelementes dargestellt [12].	22
Abbildung 3-5: Temperaturkurven von Pt-Probe und Ofenthermoelement während der Temperaturreferenzierung.	23
Abbildung 3-6: Verlauf von Sauerstoffgehalt und Temperatur eines typischen Versuchszyklus.	24
Abbildung 3-7: Temperaturzyklus für Kornwachstumsuntersuchungen.	25
Abbildung 3-8: Methodik des Linienschnittverfahrens.	26
Abbildung 3-9: Gefügebildaufnahme Fe015C HFU mit Nital geätzt. Links: Rand, Rechts: Mitte.	28

---

Abbildung 3-10: Gefügaufnahme Fe015C003Al HFU mit Nital geätzt. Links: Rand, Rechts: Mitte. ....	28
Abbildung 3-11: Gefügaufnahme Fe015C UT mit Nital geätzt. Links: Rand, Rechts: Mitte. ....	30
Abbildung 3-12: Gefügaufnahme Fe015C003Al UT mit Nital geätzt. Links: Rand, Rechts: Mitte. ....	30
Abbildung 3-13: Mittlere Korngrößen und Standardabweichungen der Legierung Fe015C nach einer Austenitisierung bei 1150°C. ....	32
Abbildung 3-14: Korngrößenverteilung vor und nach der LSCM Versuche für unterschiedliche Lagen der Legierung Fe015C_HFU. ....	32
Abbildung 3-15: Korngrößenverteilung vor und nach der LSCM Versuche für unterschiedliche Lagen der Legierung Fe015C_UT. ....	33
Abbildung 3-16: Mittlere Korngrößen und Standardabweichungen der Legierung Fe015C003Al nach einer Austenitisierung bei 1150°C. ....	33
Abbildung 3-17: Korngrößenverteilung vor und nach der LSCM Versuche für unterschiedliche Lagen der Legierung Fe015C003Al_HFU. ....	34
Abbildung 3-18: Korngrößenverteilung vor und nach der LSCM Versuche für unterschiedliche Lagen der Legierung Fe015C003Al_HU. ....	34
Abbildung 3-19: Vergleich der Legierungen Fe015C und Fe015C003Al. ....	35
Abbildung 3-20: HT-LSCM Temperaturzyklen mit verminderten Haltetemperaturen. ....	36
Abbildung 3-21: Mittlerer Korndurchmesser der Legierungen Fe015C und Fe015C003Al bei den drei verschiedenen Haltetemperaturen. ....	37
Abbildung 3-22: Vergleich der Korngröße von 3 Stählen mit unterschiedlichen Al- und N-Gehalten am Ende von isothermen Halteversuchen. ....	39
Abbildung 3-23: Mikrostruktur des Mitten- (links) und Randbereiches (rechts) der Referenzlegierung Fe-C-Ref. ....	40
Abbildung 3-24: Mikrostruktur des Mitten- (links) und Randbereiches (rechts) der Legierung Fe-C-Cr. ....	41
Abbildung 3-25: Mikrostruktur des Mitten- (links) und Randbereiches (rechts) der Legierung Fe-C-Mn-Mo. ....	41
Abbildung 3-26: Durchschnittliche KG bei 1150°C der Referenzlegierung Fe-C-Mn. ....	42

Abbildung 3-27: Phasenumwandlung und Kornwachstum während des Aufheizvorganges der Probe Fe-C-Mn-Cr.....	43
Abbildung 3-28: Korngrößenverteilung und durchschnittliche Korngröße aus drei Versuchen Fe-C-Cr für 1150°C. ....	43
Abbildung 3-29: HT-LSCM Aufnahmen für Rand (links) und Zentrum (rechts) der Fe-C-Mn-Mo Probe sowie die mittlerer Korngrößen in aus drei Versuchen. ....	44
Abbildung 3-30: Vergleich der Proben der ergänzende Versuchsreihe (links), sowie der Vergleich aller durchgeführten Untersuchungen (rechts). ....	45
Abbildung 4-1: Ablauf der Bainitbildung beim Abkühlen im HT-LSCM. ....	51
Abbildung 5-1: Phasenumwandlungs-Temperaturzyklus für LSCM Untersuchungen. ....	54
Abbildung 5-2: Erweiterte Temperaturzyklen für Phasenumwandlungsuntersuchungen am LSCM. 2) Verringerte Haltetemperatur von 1100°C. 3) Verringerte Haltedauer von 2 Minuten. 4) Um den Faktor 2 beschleunigte Abkühlung zwischen 1050°C und 700°C. 5) Um den Faktor 3 beschleunigte Abkühlung zwischen 1050°C und 700°C.....	55
Abbildung 5-3: Start einer Phasenumwandlung im LSCM. ....	56
Abbildung 5-4: Vergleich der Korngröße am Ende des Austenitisierungsschrittes bei 1350°C für Fe015C (links) bzw. Fe015C003Al (rechts). ....	57
Abbildung 5-5: Durchschnittlich ermittelte Phasenumwandlungsstarttemperatur. ....	58
Abbildung 5-6: Austenitkorngröße nach 10min Halten bei 1350°C. ....	59
Abbildung 5-7: Austenitkorngröße nach 2min Halten bei 1350°C. ....	59
Abbildung 5-8: Austenitkorngröße nach 10min Halten bei 1100°C. ....	59
Abbildung 5-9: Ermittelte Umwandlungstemperaturen der Legierung Fe015C in Abhängigkeit der Austenitisierungsbedingungen. ....	60
Abbildung 5-10: Austenitkorngröße nach 10min Halten bei 1350°C. ....	60
Abbildung 5-11: Austenitkorngröße nach 2min Halten bei 1350°C. ....	60
Abbildung 5-12: Austenitkorngröße nach 10min Halten bei 1100°C. ....	60
Abbildung 5-13: Ermittelte Umwandlungstemperaturen der Legierung Fe015C und Fe015C003Al in Abhängigkeit der Austenitisierungsbedingungen. ....	61
Abbildung 5-14: Einfluss der Anzahl der Körner im Gesichtsfeld auf die Genauigkeit der Phasenumwandlung. a) Fe015C bei 5x Vergrößerung. b) Fe015C bei 2x Vergrößerung. ....	62

---

Abbildung 5-15: Gemessene mittlere Umwandlungstemperaturen für die Temperaturzyklen 1, 4 und 5. ....	63
Abbildung 5-16: Vergleich von Dilatometerergebnissen und HT-LSCM Ergebnissen .....	65
Abbildung 5-17: Temperaturzyklus für Versuche an Fe-C-Mn Proben. ....	67
Abbildung 5-18: Vergleich der über HT-LSCM, Dilatometer und JMatPro ermittelten Umwandlungstemperaturen für die drei FeCMn-Legierungen.....	69
Abbildung 5-19: Mn-Konzentrationstiefenprofile der FeCMn-Legierungen nach den LSCM Untersuchungen. ....	69
Abbildung 5-20: C-Konzentrationstiefenprofile der FeCMn Legierungen nach LSCM Versuchen. ....	70
Abbildung 5-21: GDOES Messungen einer nicht entkohlten Probe (a) und einer entkohlten Probe (b). ....	71
Abbildung 5-22: Oberflächenveränderung im Zuge der Abkühlung der Nb-Stähle. ....	73
Abbildung 5-23: Vergleich von Dilatometer und HT-LSCM Messergebnissen.....	74
Abbildung A-1: ZTU Diagramm der Legierung Fe02C08Mn .....	1
Abbildung A-2: ZTU-Diagramm der Legierung Fe02C15Mn .....	2
Abbildung A-3: ZTU-Diagramm der Legierung Fe02C25Mn .....	2

---

# Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1: Triebkräfte für Korngrenzenbewegung [6].....	6
Tabelle 3-1: Soll- und Ist-Zusammensetzung der Modelllegierungen.....	18
Tabelle 3-2: Probennummer und Unterschiede in Legierung, Ausgangszustand, Ansichtsfläche, Position und Dicke.....	21
Tabelle 3-3: Probandaten für Ergänzungsversuche 1.....	36
Tabelle 3-4: HT-LSCM Aufnahmen bei verschiedenen Haltetemperaturen.....	37
Tabelle 3-5: Zusammensetzung der Ergänzungslegierungen.....	40
Tabelle 5-1: Mittels Dilatometermessungen überprüfte Proben.....	64
Tabelle 5-2: Ergänzende Mn-Legierungen.....	67
Tabelle 5-3: Zusammensetzung der IMCB-Proben.....	72

# A Anhang

## A.1 ZTU-Diagramme der Fe-C-Mn Legierungen

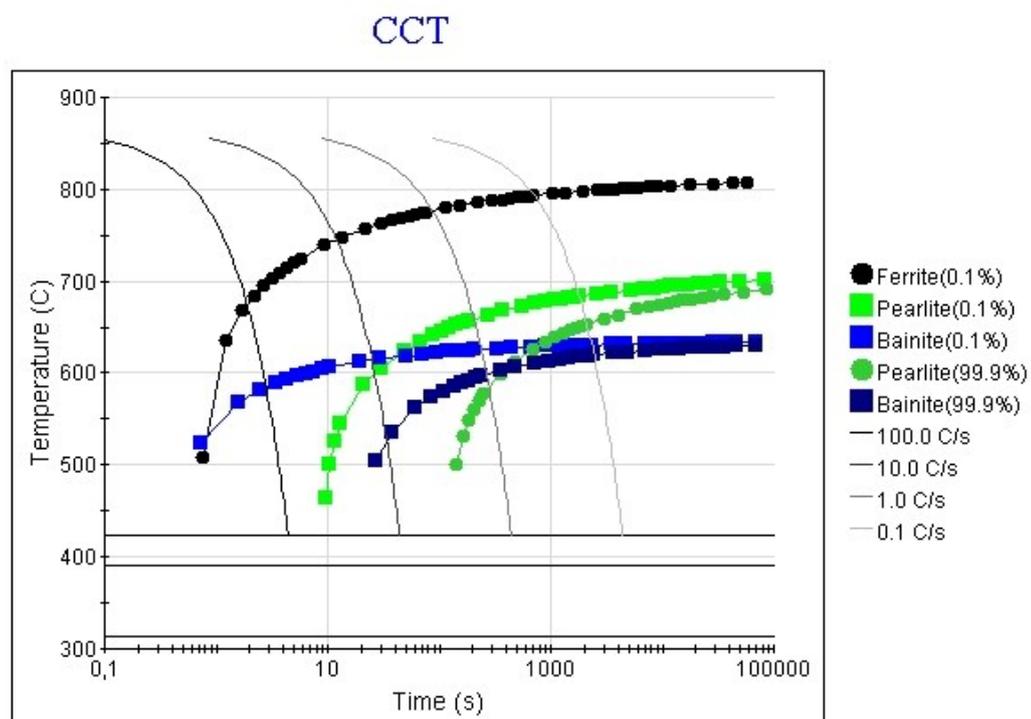
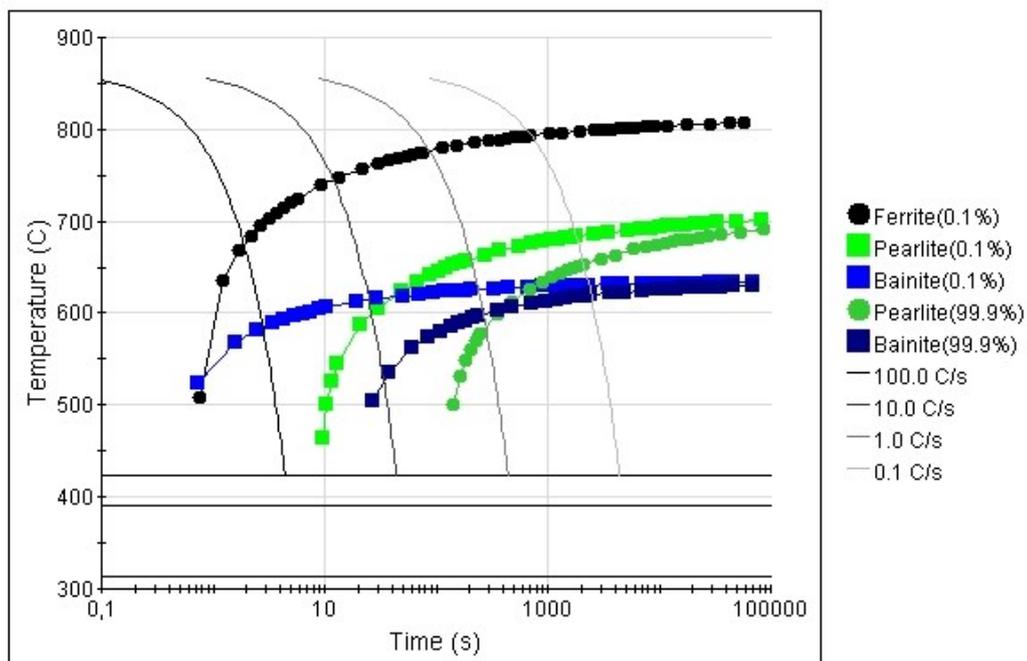
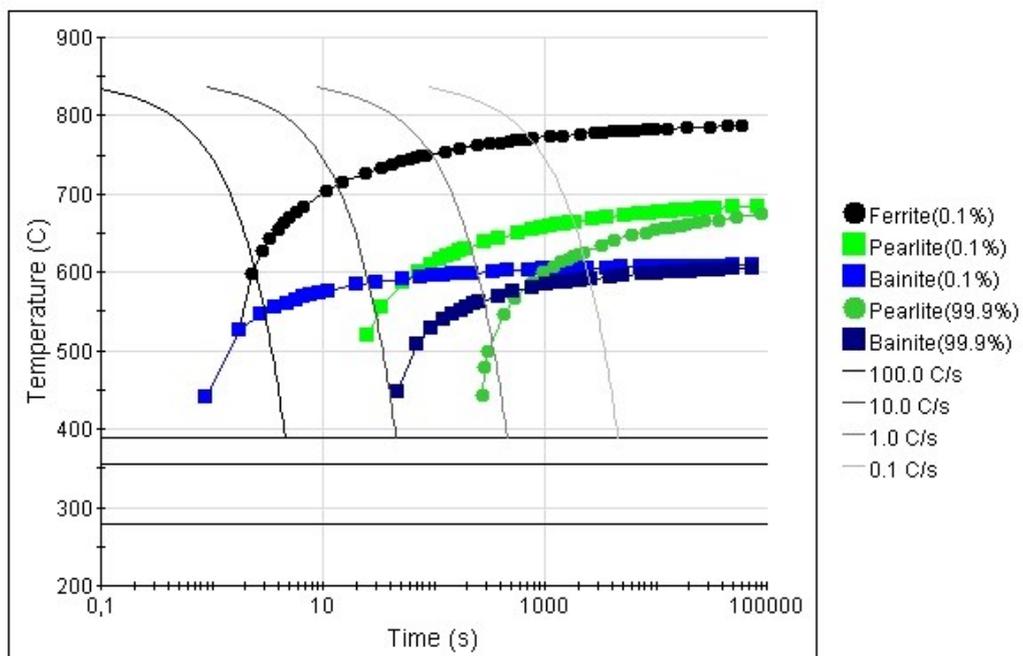


Abbildung A-1: ZTU Diagramm der Legierung Fe<sub>0.2</sub>C<sub>0.8</sub>Mn

## CCT

Abbildung A-2: ZTU-Diagramm der Legierung Fe<sub>0.2</sub>C<sub>15</sub>Mn

## CCT

Abbildung A-3: ZTU-Diagramm der Legierung Fe<sub>0.2</sub>C<sub>25</sub>Mn