



In situ Untersuchung der Keimung von Azikularferrit an nichtmetallischen Einschlüssen in verschiedenen Stahlgüten

Masterarbeit

eingereicht von

Alexander Mayerhofer

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

Diplomingenieur

in der Studienrichtung Metallurgie



Kurzfassung

Je komplexer die Anforderungen von Stählen werden, desto wichtiger wird das Zusammenspiel von Gefüge und Reinheitsgrad. Durch seine feine und chaotische Ausprägung bietet Azikularferrit bei niedriglegierten, hochfesten Stählen die Möglichkeit die Mikrostruktur hinsichtlich besserer mechanischer Eigenschaften zu modifizieren. Das Ziel dieser Masterarbeit war es, zu untersuchen, welche nichtmetallischen Einschlüsse in HSLA- (High Strength Low Alloy) und Schienenstählen das Potenzial haben, als Keimstelle für azikularen Ferrit zu fungieren und wie sich Änderungen der Legierungselemente Chrom, Nickel, Mangan, Titan oder des Tiegelmaterials auswirken. Der erste Teil der Arbeit umfasst eine Literaturstudie und beschreibt, welche nichtmetallischen Einschlüsse prinzipiell als Keimstelle wirken können und wie diese Fähigkeit durch Elemente wie Aluminium, Silizium, Mangan oder Bor beeinflusst wird. Im zweiten Teil werden durch praktische Versuche Erkenntnisse aus der Literatur überprüft und noch offene Fragen wie das Azikularferritpotential unterschiedlicher Stahlgüten geklärt. Die hergestellten HSLA – Referenzproben wandelten in über 70 % Azikularferrit um und zeigten $(\text{Ti,Al,Mn})\text{O}_x\text{S}_y$ und $(\text{Ti,Al,Mn})\text{O}_x$ Einschlüsse als hauptverantwortliche Keimstellen. Durch Legieren von Chrom und Nickel wurde die Azikularferritumwandlung unterdrückt. Eine Reduktion von Mangan oder die versuchte Substitution von Mangan durch Nickel reduzierte den Azikularferritgehalt auf unter 10 %. Bei Schienenstählen mit unterschiedlichen Titangehalten konnte kein Azikularferrit erzeugt werden. Eine Einschlussmodifikation mit Magnesium bei der Herstellung des Grundmaterials erzeugte über 70 % Azikularferrit. Den resultierenden Partikeln der Form $(\text{Ti,Al,Mn,Mg})\text{O}_x\text{S}_y$ und $(\text{Ti,Al,Mg})\text{O}_x$ konnte großes Potenzial der Azikularferritkeimung zugesprochen werden. Die Masterarbeit macht einen wichtigen Schritt zum besseren Verständnis der zielgerichteten Verwendung von nichtmetallischen Einschlüssen als Keimstellen und Kontrolle der azikularferritischen Umwandlung.

Abstract

Increasing requirements regarding steel quality, involve a better understanding of the interaction between microstructure and steel cleanliness. The specific use of non – metallic inclusions as nuclei for acicular ferrite can modify the steel microstructure, resulting in better mechanical properties. Because of its fine and chaotic shape, acicular ferrite enables this kind of modification in low alloyed high strength steels. The aim of the master thesis was to investigate non – metallic inclusions in HSLA (High Strength Low Alloyed) and rail steels regarding their potential for acicular ferrite. Furthermore, the effects of alloying elements and crucible material on acicular ferrite were evaluated. The first part includes a literature study and describes the acicular ferrite nucleation potential of selected inclusion types and the influence of alloying elements like aluminum, silicon, manganese or boron on the nucleation behavior. In the second part the results of practical tests verify the literature and reply unanswered questions, like how different steel grades can influence the acicular ferrite formation. The HSLA reference samples transformed to over 70 % acicular ferritic and the inclusions with the highest potential for acicular ferrite nucleation were $(\text{Ti,Al,Mn})\text{O}_x\text{S}_y$ and $(\text{Ti,Al,Mn})\text{O}_x$ particles. Alloying chromium and nickel suppresses the acicular ferrite formation completely. The reduction of manganese and the substitution of manganese with nickel decreased the acicular ferrite amount below 10 %. By using a rail steel composition with different titanium contents no acicular ferrite formed. A magnesium modification by using a MgO – crucible produced $(\text{Ti,Al,Mn,Mg})\text{O}_x\text{S}_y$ and $(\text{Ti,Al,Mg})\text{O}_x$ inclusions which showed a high potential for acicular ferrite formation. The master thesis contributes to a better understanding of the use of non – metallic inclusions as nucleation sites, which may lead to a better controllable acicular ferrite formation in future.

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende 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.

.....
Alexander Mayerhofer

Danksagung

Der österreichischen Bundesregierung, insbesondere dem Bundesministerium für Verkehr, Innovation und Technologie (bmvit) und dem Bundesministerium für Wirtschaft, Familie und Jugend, dem Land Steiermark, vertreten durch die Österreichische Forschungsförderungsgesellschaft mbH und die Steirische Wirtschaftsförderungsgesellschaft mbH, sowie des österreichischen Wissenschaftsfonds FWF [TRP:266-N19] wird für die finanzielle Unterstützung der Forschungsarbeiten im Rahmen des von der Materials Center Leoben Forschung GmbH abgewickelten K2 Zentrums für „Materials, Processing und Product Engineering“ im Rahmen des Österreichischen COMET Kompetenzzentren Programms sehr herzlich gedankt.



Competence Centers for
Excellent Technologies



Der Wissenschaftsfonds.



*Bundesministerium
für Verkehr,
Innovation und Technologie*

Inhaltsverzeichnis

Kurzfassung	II
Abstract.....	III
Eidesstattliche Erklärung	IV
Danksagung.....	V
Inhaltsverzeichnis	VI
Akronyme.....	IX
Abbildungsverzeichnis	X
Tabellenverzeichnis	XIII
1 Einleitung und Motivation.....	1
2 Die azikularferritische Phasenumwandlung, ihre Keimung und Einflussparameter	3
2.1 Einfluss der Austenitkorngröße auf die Keimung von Azikularferrit	5
2.2 Unterschiedlichen Ausprägung der Ferritphase in Bezug auf die Kühlrate.....	6
2.3 Direkte und indirekte Wirkung verschiedener Legierungselemente auf die Azikularferritbildung.....	9
2.4 Fähigkeit nichtmetallischer Einschlüsse zur Azikularferritkeimung	14
2.5 Zusammenfassung der Voraussetzungen für Untersuchungen von Azikularferrit am Hochtemperatur – Laserscanning Konfokalmikroskop.....	18
3 Versuchsmethodik.....	20
3.1 Versuchschronologie der gestellten Fragen	20

3.2	Probenherstellung.....	22
3.3	HT-LSCM.....	23
3.3.1	Anwendung HT-LSCM zur Beobachtung von Phasenumwandlungen.....	24
3.3.2	Temperaturreferenzierung.....	26
3.3.3	HT-LSCM Versuchsablauf.....	27
3.4	Probenanalyse.....	32
3.4.1	Metallographische Analyse.....	32
3.4.2	Analyse der nichtmetallischen Einschlüsse.....	34
4	Ergebnisse und Diskussion.....	37
4.1	Referenzprobe HR.....	37
4.1.1	Wärmebehandlung	37
4.1.2	Gefügeanalyse & HT – LSCM Aufnahme.....	38
4.1.3	Einschlussanalyse	39
4.2	Auswirkung des Zulegierens von Chrom und Nickel	42
4.2.1	Wärmebehandlung	43
4.2.2	Gefügeauswertung	43
4.2.3	Einschlussanalyse	44
4.3	Auswirkung des Tiegelmaterials (MgO) auf die Fähigkeit der Azikularferritkeimung der NME.....	45
4.3.1	Wärmebehandlung	46
4.3.2	Gefügeauswertung	46
4.3.3	Einschlussanalyse	47
4.4	Auswirkungen von Mangan und Nickel auf die Fähigkeit der azikularferritischen Keimung an nichtmetallischen Einschlüssen	51
4.4.1	Wärmebehandlung mit 0,07%Mn	51
4.4.2	Gefügeanalyse mit 0,07 % Mn	53
4.4.3	Einschlussanalyse mit 0,07 % Mn.....	54
4.4.4	Austenitisierung mit 2,4 % Nickel	55
4.4.5	Gefüge mit 2,4% Nickel.....	56
4.4.6	Einschlussanalyse mit 2,4% Nickel	57
4.5	Erzeugung von Azikularferrit bei Schienenstahllegierungen möglich ?.....	58
4.5.1	Wärmebehandlung S1, S2 und S3.....	59
4.5.2	Gefügeauswertung S1	60
4.5.3	Einschlussanalyse S1.....	61
4.5.4	Gefügeauswertung S2.....	62

4.5.5	Einschlussanalyse S2.....	63
4.5.6	Gefügeauswertung S3.....	64
4.5.7	Einschlussanalyse S3.....	65
5	Zusammenfassung und Ausblick.....	67
6	Literaturverzeichnis.....	72
7	Lebenslauf.....	77

Akronyme

α	Alpha – Phase (Ferrit)
γ	Gamma – Phase (Austenit)
AF	Azirkularferrit
B	Bainit
ECD	Equivalent Circle Diameter (äquivalenter Kreisdurchmesser)
EDX	Energiedispersive Röntgenstrahlungsmessung
F	Ferrit
HT – LSCM	Hochtemperatur – Laserscanning Konfokalmikroskop
HSLA	High Strength Low Alloyed (Hochfest niedriglegierter Stahl)
KR	Kühlrate
LC	Low Carbon
LIMI	Lichtmikroskop
M	Martensit
NME	Nichtmetallischer Einschluss
P	Perlit
REM	Rasterelektronenmikroskop
T_{AUST}	Austenitisierungstemperatur
t_{AUST}	Austenitisierungszeit

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1: Energiebarrieren für unterschiedliche Keimstellen nach [7].....	4
Abbildung 2-2: Vergleich AF-Anteil bei unterschiedlichen Austenitisierungstemperaturen und Abkühlbedingungen [3].....	6
Abbildung 2-3: Ferritphasen in LC – Stählen [5].....	7
Abbildung 2-4: Azikularferritische und bainitische Mikrostruktur, nach Madariaga et al. [6]..	8
Abbildung 2-5: ZTU-Schaubild mit perlitischem (P), ferritischem (F), azikularferritischem (AF), bainitischem (B) und martensitischem (M) Umwandlungsbereich, nach [12]	8
Abbildung 2-6: a) Wahrscheinlichkeit der ferritischen Keimung an NME; b) Einfluss C auf aktiven Einschlussradius, nach [14]	10
Abbildung 2-7: Einfluss des Titangehalts auf den Azikularferritumwandlung nach [19]	11
Abbildung 2-8: Schemazeichnung bor- und manganverarmte Zonen rund um nichtmetallischen Einschluss nach [24]	11
Abbildung 2-9: Absorbierte Energie des Charpy – V Tests abhängig vom Mangangehalt [26]	12
Abbildung 2-10: Einfluss Al auf Stabilität der Oxide und deren Titangehalt [27]	12
Abbildung 2-11: Einfluss Si auf Ti_2O_3 Bildung und Mn-Gehalt von Titanoxiden [27]	13
Abbildung 2-12: Auswirkungen von Cr und Mo auf das Umwandlungsgefüge [30]	14
Abbildung 2-13: Aktive nichtmetallische Einschlüsse (a) REM [32], b) LIMi [3]).....	15

Abbildung 2-14: Voraussetzungen für Azikularferrit	19
Abbildung 3-1: Herstellung des Grundmaterials im Tammanofen	22
Abbildung 3-2: HT-LSCM Probenherstellung	23
Abbildung 3-3: Strahlengang im HT – LSCM nach Zhang et al. [42] und geöffneter Probenraum der Hochtemperaturkammer des HT – LSCM am Lehrstuhl für Eisen- und Stahlmetallurgie	24
Abbildung 3-4: Azikularferritbildung im HT – LSCM [16]	25
Abbildung 3-5: Phasenumwandlungen im HT – LSCM [6,16]	25
Abbildung 3-6: a) Konfokalmikroskop Wärmeübertragung, b) System Temperaturreferenzierung	26
Abbildung 3-7: Temperaturunterschied zwischen Probenträger und Referenzierungsprobe für Temperaturreferenzierung 1 und Temperaturreferenzierung 2	27
Abbildung 3-8: Versuchsaufbau HT-LSCM	28
Abbildung 3-9: Sauerstoff- und Temperaturverlauf während eines HT-LSCM Versuchs	29
Abbildung 3-10: Temperaturkurve der Wärmebehandlung nach Bachelorarbeit Mayerhofer [3] und Grundlage der Wärmebehandlungsversuche dieser Masterarbeit	30
Abbildung 3-11: Fe ₃ C – Diagramm für einen HSLA – Stahl mit 1,5 %Mn, 0,02 % Si, 0,05% Ti	31
Abbildung 3-12: Fe ₃ C – Diagramm für einen Schienenstahl mit 1,0 %Mn, 0,5 % Si, 0,02% Ti	31
Abbildung 3-13: Abfolge Bildauswertung Austenitkorngröße: a) Aufnahme Lichtmikroskop; b) nachgezeichnete Oberfläche der Probe; c) gezählte Körner in rot nach der Clemexauswertung	32
Abbildung 3-14: a) HR.1 Nitalätzung und b) S1.1 Pikrinätzung	33
Abbildung 3-15: Computerunterstützte AF-Auswertung (AF = 71,5%)	33
Abbildung 3-16: Spektren von aktivem und inaktivem Einschluss	36
Abbildung 4-1: Austenitkornverteilung von Referenzproben HR.1 und HR.2	38
Abbildung 4-2: Mikrostruktur der Referenzproben	39
Abbildung 4-3: HT – LSCM Bildfolge der γ – α Umwandlung bei HR.1	39
Abbildung 4-4: Einschlusslandschaft Referenzprobe	40

Abbildung 4-5: Aktiver (Al,Ti)O _x .MnS Einschluss in HR	42
Abbildung 4-6: Inaktiver (Ti,Al)O _x – Einschluss in HR	42
Abbildung 4-7: Temperaturbehandlung HR, H.1 und H.2.....	43
Abbildung 4-8: Vergleich Mikrostruktur der Proben H1.1 und H1.2	44
Abbildung 4-9: Einschlusslandschaft der Probe H1	45
Abbildung 4-10: Mikrostruktur der Probe H2.1	46
Abbildung 4-11: HT – LSCM Aufnahme der Phasenumwandlungen in H2.1.....	46
Abbildung 4-12: Einschlusslandschaft der Probe H 2	48
Abbildung 4-13: Identifikation Einschlussmorphologie eines (Ti,Mn,Al,Mg) – Oxisulfids in H2	50
Abbildung 4-14: Aktiv wirkender (Ti,Al,Mn,Mg)O _x S _y – Partikel in H2.....	50
Abbildung 4-15: Wärmebehandlung Proben H3.1, H3.2 und H3.3.....	52
Abbildung 4-16: Austenitkornverteilung bei 1400°C für Proben HR.1 und H3 mit unterschiedlichen Haltezeiten	53
Abbildung 4-17: Mikrostruktur der Proben H3.....	54
Abbildung 4-18: Einschlusslandschaft der Proben H3	55
Abbildung 4-19: Wärmebehandlung der Proben H 4.2, H 4.2 und H 4.3.....	56
Abbildung 4-20: Mikrostruktur der Proben H4	57
Abbildung 4-21: Einschlusslandschaft der Proben H 4	58
Abbildung 4-22: Austenitkornverteilung der Serie S und HR.2.....	59
Abbildung 4-23: Wärmebehandlung HR.2 und Serie S.....	60
Abbildung 4-24: Mikrostruktur der Proben S1.1 und S1.2.....	60
Abbildung 4-25: Einschlusslandschaft der Probe S1	62
Abbildung 4-26: Mikrostruktur der Proben S2.1, S2.2.....	63
Abbildung 4-27: Einschlusslandschaft der Proben S2	64
Abbildung 4-28: Mikrostruktur der Proben S3.1 bis S3.3	65
Abbildung 4-29: Perlitisch/bainitische Umwandlung der Probe S3.2.....	65
Abbildung 4-30: Einschlusslandschaft der Probe S3	66

Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-I: Wirkungsweise verschiedener Legierungselemente auf die AF – Keimung [4,8,10,14-27,29-31].....	9
Tabelle 2-II: Auflistung aktiver und inaktiver NME der azikular ferritische Keimung	17
Tabelle 3-I: Chemische Analysen der verwendete Legierungen der Masterarbeit.....	23
Tabelle 4-I: Auflistung aktivster und häufigster nichtmetallischer Einschlüsse in HR.....	41
Tabelle 4-II: Auflistung aktivster und häufigster nichtmetallischer Einschlüsse in H2	49
Tabelle 5-I: Gegenüberstellung AF, Kühlrate, Einschlusslandschaft und aktive Einschlüsse	70

1 Einleitung und Motivation

In der Forschung der Metallurgie und Materialphysik werden laufend Phasenumwandlungsprozesse in Stählen weiter untersucht, um so bei der Herstellung von Stahlprodukten die Endigenschaften im Gebrauch besser einzustellen. Eine besondere Form der Phasenumwandlung ist jene des Azikularferrits aus dem Austenitgebiet. Durch die nadelige, chaotische, aber feine Struktur von azikularem Ferrit erhöhen sich die Festigkeits- und Bruchzähigkeitswerte besonders bei tiefen Temperaturen. [1]

Neben der chemischen Zusammensetzung, der Abkühlbedingung und der passenden Austenitkorngröße ist das Vorhandensein aktiver nichtmetallischer Einschlüsse die Voraussetzung für die Umwandlung zu einer azikularferritischen Struktur [2]. Richtige chemische Zusammensetzung und Größe der Einschlüsse sind Voraussetzungen für deren Wirkung als Keimstelle der Azikularferritnadeln. Die Fähigkeit der Keimung kann durch Legierungselemente positiv wie negativ beeinflusst werden. Laut Literatur kann durch Zugabe von Elementen wie Bor [24] und Mangan [19] die azikularferritische Keimung begünstigt werden. Andere Elemente wie Kohlenstoff [14], Silizium [27] oder Aluminium [27] haben negative Auswirkungen auf die gewünschte Umwandlung. Ungeklärt bleibt beispielsweise, in wie weit eine Reduktion oder ein Austausch von für die Azikularferritumwandlung wichtigen Elementen ausgereizt werden kann und wie eine Änderung des Tiegelmaterials einen azikularferritischen Stahl beeinflusst.

In der Arbeit wird das Potenzial zweier Stahlgüten, einen High Strength Low Alloy – Stahl und einen Schienenstahl, zur Azikularferritumwandlung untersucht. Die Wirkungsweisen von Chrom, Nickel, Mangan, Titan und Magnesium auf die Fähigkeit des Gefüges azikularferritisch umzuwandeln, wird durch Ändern der Gehalte aufgezeigt. Die Proben werden metallographisch präpariert und mit Hilfe eines Hochtemperatur –

Laserscanning Konfokalmikroskops (HT – LSCM) einer definierten Wärmebehandlung zur azikularferritischen Umwandlung unterzogen.

Die Besonderheit des HT – LSCM liegt in der Möglichkeit der in situ – Beobachtung von Hochtemperaturvorgängen in Stählen, so können γ – α – Umwandlungen wie die Azikularferritkeimung untersucht werden. Durch die genau regelbare Temperaturführung, können gezielt unterschiedliche Wärmebehandlungs- und Abkühlungsbedingungen eingestellt werden. Durch den Vergleich der in situ – Aufnahmen mit metallographisch aufbereiteten Schlibbildern kann die entstandene Mikrostruktur eindeutig bestimmt werden. Die Auswirkungen von Stahlgüte, Chrom, Nickel, Mangan oder Magnesium auf die azikularferritische Umwandlung können mit einer computerunterstützten Schlibbildauswertung quantifiziert werden. Die Analysen der Proben mit automatisierten und manuellen REM/EDX – Messungen geben Aufschluss über die Einschlusslandschaft der einzelnen Proben und welche nichtmetallischen Einschlüsse die Fähigkeit der Azikularferritkeimung haben.

Durch die Auswertung der Fähigkeit nichtmetallischer Einschlüsse zur Azikularferritkeimung, können Vorschläge hinsichtlich Modifikation und Herstellung von Stählen gemacht werden. Ziel ist es den Einschlussgehalt niedrig zu halten und gleichzeitig eine auf die Anwendung eingestellte Mikrostruktur zu erzeugen.

2 Die azikularferritische Phasenumwandlung, ihre Keimung und Einflussparameter

Dieses Kapitel gibt einen Überblick über die Bildungsparameter und die Ausprägungen des Ferrits, mit besonderem Augenmerk auf die azikulare Umwandlung. Bhadeshia [4] definiert azikularen Ferrit (AF) als heterogen entstandenen Ferrit, der an intragranularen nichtmetallischen Einschlüssen keimt. Die räumlich stark unterschiedliche Orientierung und Verfeinerung des Gefüges durch die Azikularferritnadeln bewirkt gerade bei niedrigen Temperaturen eine Erhöhung der Zähigkeit. In der Arbeit von Zuo und Zhou [1] zeigt sich eine Erhöhung im Bereich der Streckgrenze und Schlagzähigkeit bei gleichzeitigem Erhalt der Zugfestigkeit und Plastizität bei Vorhandensein von AF, im Vergleich zu einem bainitischen Gefüge. Der Ausdruck azikular bedeutet nadelig geformt, wobei Bhadeshia [4] eher von linsenförmigen Ferritplatten spricht, wobei aber ein ungefähres Seitenverhältnis von 10 μm zu 1 μm auf alle Fälle auch eine nadelige Interpretation zulässt. [1,4]

Zhao et al. [5] beschreiben Azikularferrit durch seine charakteristische Mikrostruktur als geeignete Wahl für Öl – und Gas – Pipelines als beispielsweise perlitische oder bainitische Stähle. Vor und während der Phasenumwandlung muss eine Vielzahl von Parametern mit ihren metallphysikalischen gegenseitigen Beeinflussungen erfüllt sein, um AF zu bilden. Diese werden in vier Haupteinflussparametern zusammengefasst,[2]:

- Kühlrate
- Austenitkorngroße
- Chemische Zusammensetzung der Matrix
- Einschlusslandschaft

Die Hauptparameter beeinflussen die aufzuwendenden Energien für $\gamma - \alpha$ Umwandlungen an den verschiedenen Keimungsorten. Um ein feines an nichtmetallischen Einschlüssen (NME) gekeimtes AF-Gefüge zu erzeugen, müssen diese am energetisch günstigsten werden. **Abbildung 2-1** zeigt die Energieniveaus der verschiedenen Keimungsarten. Durch Änderung der chemischen Zusammensetzung lassen sich unterschiedlich aktive Einschlusstypen einstellen oder durch Elemente wie Bor die Fähigkeit von Korngrenzen hinsichtlich der Ferritkeimung hemmen [6]. Große Austenitkörner verringern den Anteil an Korngrenzenphasen und die $\gamma - \alpha$ -Umwandlung wird azikularferritisch. Je höher die Energiebarriere desto schwieriger läuft die Art der Umwandlung ab. Passen alle Parameter zusammen, steigt das Verhältnis der Gibb'schen Freien Enthalpien ($\Delta G^\circ_{\text{het}} / \Delta G^\circ_{\text{hom}}$) der unerwünschten Umwandlungen an und die Keimung an feinen Partikeln für Azikularferrit wird bevorzugt.

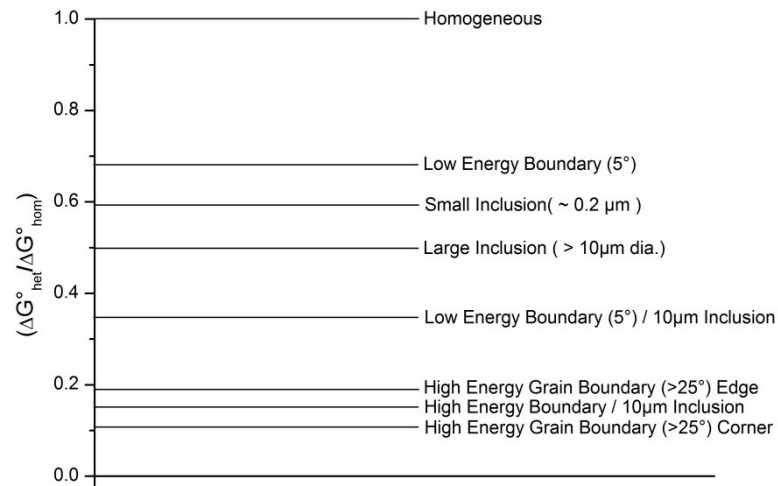


Abbildung 2-1: Energiebarrieren für unterschiedliche Keimstellen nach [7]

In der dieser Arbeit vorangegangenen Bachelorarbeit Mayerhofer [3] sind die verschiedenen grundlegenden Bildungsmechanismen ausführlich erklärt und untersucht worden. Die folgenden Unterkapitel rekapitulieren diese Untersuchungen und geben einen Überblick über den Stand der Azikularferrit – Forschung, womit ein definierter Startpunkt für die im Rahmen der vorliegenden Arbeit durchgeführten Versuchsreihen gegeben wird.

2.1 Einfluss der Austenitkorngröße auf die Keimung von Azikularferrit

Für die azikularferritische Phasenumwandlung muss, wie erwähnt, die Keimung an nichtmetallischen Einschlüssen am energetisch günstigsten sein. Eine Phasenumwandlung startet am wahrscheinlichsten an Korngrenzen, da die dafür aufzuwendende Energie an großen Fehlstellen am geringsten ist. Bei einem kleinen mittleren Austenitkorndurchmesser ist die Korngrenzendichte im Gefüge hoch, somit steigt die Wahrscheinlichkeit der korngrenzengesteuerten Umwandlung [8]. Dies bestätigten Krauklis et al. [9] mit einem Anstieg des Azikularferritanteils bei steigender Austenitkorngröße. Um ein schnelles Anwachsen der Korndurchmesser zu erhalten und den Pinning – Effekt der nichtmetallischen Einschlüsse zu unterbinden, muss der Stahl einen hohen Reinheitsgrad besitzen. Da Azikularferrit Partikel als Keimstellen benötigt, welche aber das Kornwachstum behindern, ergibt die maximale Korngröße bei zu Verfügung stehenden Keimstellen im Gefüge ein Optimum. Bei den Versuchen von Lee et al. [10] lag der optimale Austenitkorndurchmesser bei 185 μm für einen titandesoxidierten Stahl.

Die Austenitisierungstemperatur ist einer der Hauptparameter, die bei einer Wärmebehandlung zur Verfügung stehen, um das Wachstum der Körner zu beeinflussen. Eine höhere Temperatur führt zu einem schnelleren Wachstum und einer besseren Homogenisierung des Erstarrungsgefüges. Aus diesem Grund werden Austenitisierungsbehandlungen laut Literatur knapp unter der Solidustemperatur des jeweiligen Stahles durchgeführt [11].

In der Bachelorarbeit [3] wurde der Einfluss der Austenitkorngröße auf das Potenzial der intragranularen azikularferritischen Keimung untersucht. **Abbildung 2-2** zeigt, dass nicht die Austenitisierungstemperatur bei der untersuchten Legierungslage der reglementierend Faktor ist, sondern die gewählte Abkühlgeschwindigkeit den größeren Einfluss auf das Umwandlungsgefüge aufweist. In nachfolgender Darstellung weisen jene Proben mit schneller Abkühlung (425 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$) geringere Azikularferritanteile auf als jene Versuche mit langsamerer Abkühlung (120 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$). Außerdem konnte durch die Videoanalyse verdeutlicht werden, dass nach ca. 100 von 300 Sekunden der Austenitisierungszeit das Kornwachstum bereits stark abgenommen hatte.

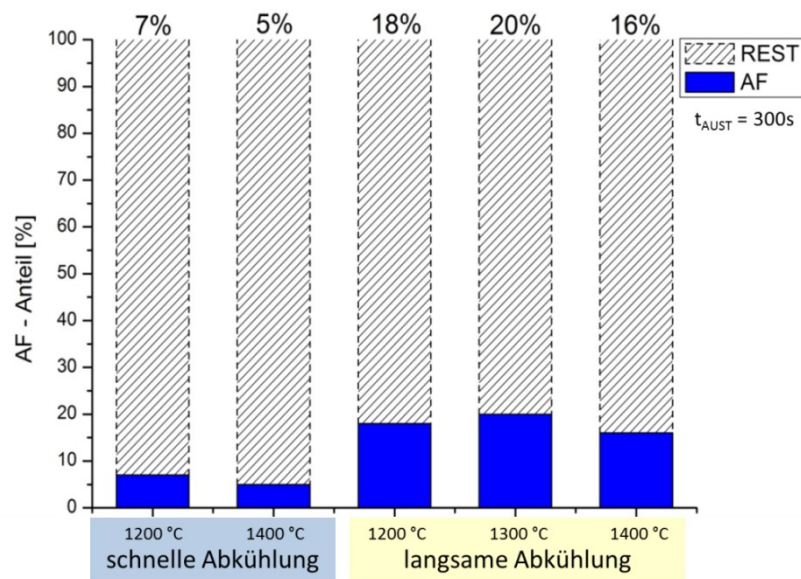


Abbildung 2-2: Vergleich AF-Anteil bei unterschiedlichen Austenitierungstemperaturen und Abkühlbedingungen [3]

Für die vorliegende Arbeit wurde die in [3] als optimal definierte Austenitierung von 1400 °C und 100 s als Ausgangsbasis herangezogen. Für alle Stähle wurden hohe Austenitierungen nahe der $\gamma - \delta$ -Umwandlung gewählt, um bei den Versuchen der Masterarbeit nicht nur genügend große Körner, sondern auch eine Homogenisierung des Gefüges der unterschiedlichen Legierungen zu gewährleisten.

2.2 Unterschiedlichen Ausprägung der Ferritphase in Bezug auf die Kühlrate

Die Abkühlgeschwindigkeit von Stählen beeinflusst die Art der $\gamma - \alpha$ -Umwandlung und somit die Ausprägung des Gefüges bei Raumtemperatur. Je nach chemischer Zusammensetzung zeigen Phasen im Zeit – Temperatur – Umwandlungsschaubild eine andere Position, wodurch sich die Ferritphase (α) unterschiedlich ausbildet. In der Literatur werden fünf verschiedene Formen der α -Phase beschrieben. Zu diesen zählen die in **Abbildung 2-3** gezeigten Strukturen [6]:

- Korngrenzenferrit (α_2) entsteht an ehemaligen Austenitkorngrenzen bei langsamen Kühlraten.

- Widmannstättenferrit (b2) beginnt an ehemaligen austenitischen Korngrenzen oder an bereits an umgewandeltem Korngrenzenferrit zu keimen und wächst bei langsamen bis moderaten Abkühlbedingungen ins Korn (c2).
- Bainitischer Ferrit (d2) oder auch Bainit genannt, wandelt großflächiger in Paketen und bei raschen Abkühlbedingungen um.
- Polygonaler Ferrit (e2) nutzt auch andere Fehl- und Keimstellen im Korn als Umwandlungsstartpunkt, an denen die Bildungsenergie für die Keimung bei langsamen bis moderaten Abkühlbedingungen herabgesetzt ist, aus.
- Eine Besonderheit ist azikularer Ferrit (f2), da dieser eine markant nadelig und chaotische Struktur hat und nichtmetallische Einschlüsse benötigt, um entsprechend gebildet zu werden. Seine Abkühlbedingung ist mit jener vom Widmannstättenferrit vergleichbar.

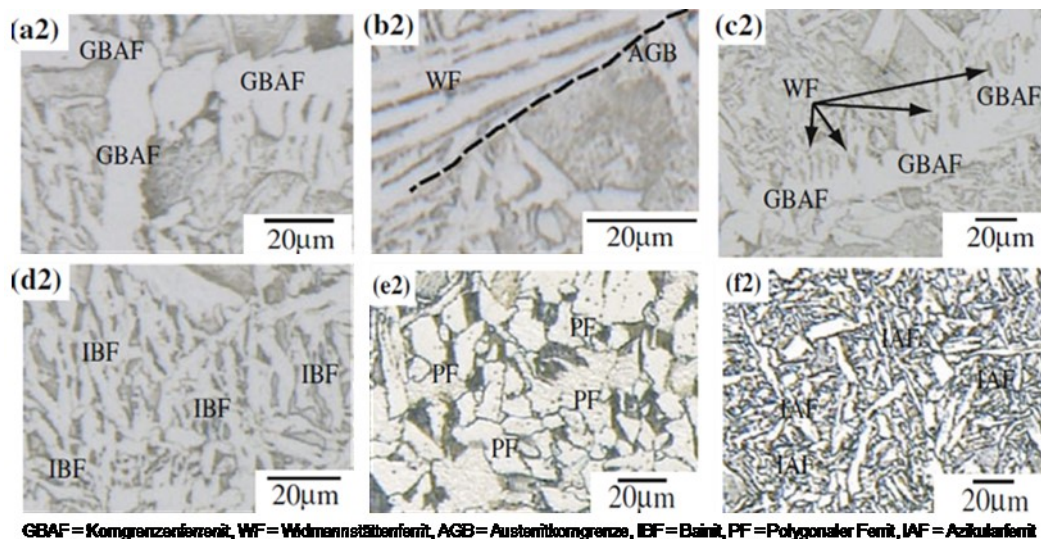


Abbildung 2-3: Ferritphasen in LC – Stählen [5]

Die Unterscheidung zwischen Bainit und Azikularferrit ist oft schwierig, da beide im Schnitt nadelige Strukturen abbilden. Die bainitischen Nadeln entstehen aus geschnittenen parallelen Platten. Azikularferrit formt tatsächlich in den Raum hineinwachsende Nadeln bzw. linsenförmige Platten aus [4]. Markantester Unterschied ist der Grad der Ordnung der Nadeln zueinander. **Abbildung 2-4** zeigt die unterschiedlichen Ausprägungen dieser ähnlichen Ferritphasen. In den bainitischen Bereichen (c – d) ist die sichtbare Orientierung in Paketen rot markiert. Diese Fernordnung macht Azikularferrit (a – b) in Schliiffbildern von Bainit unterscheidbar.

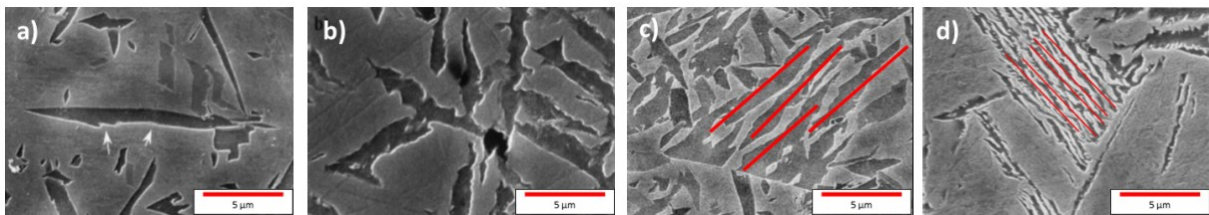


Abbildung 2-4: Azikularferritische und bainitische Mikrostruktur, nach Madariaga et al. [6]

Beim azikularferritischen Gefüge handelt es sich um ein Umwandlungsgefüge zwischen Perlit und Bainit. **Abbildung 2-5** (blauer AF – Bereich) zeigt, dass dessen Ausprägung stark von der herrschenden Kühlbedingung abhängig ist. Diese muss auf die vorhandene chemische Zusammensetzung und Austenitkorngröße angepasst werden. [12]

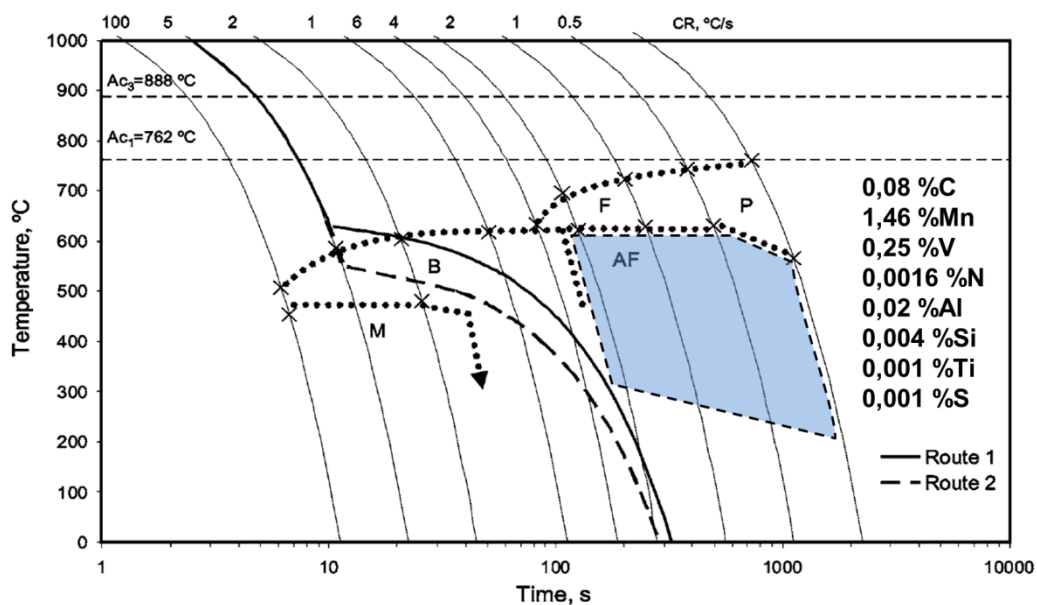


Abbildung 2-5: ZTU-Schaubild mit perlitischem (P), ferritischem (F), azikularferritischem (AF), bainitischem (B) und martensitischem (M) Umwandlungsbereich, nach [12]

Ist prozessbedingt die chemische Zusammensetzung und Abkühlbedingung vorgegeben, kann wie in der Arbeit von Xiao et al. [13] auch mit thermomechanischer Behandlung das azikularferritische Umwandlungsfenster beeinflusst werden. Die Bachelorarbeit [3] definierte ohne mechanische Behandlung für den Bereich von 800 °C bis 500 °C, 200 °C/min als optimale Abkühlbedingung für einen 0,2 % C, 0,07 % Si, 1,5 % Mn und 0,05 % Ti HSLA – Stahl.

2.3 Direkte und indirekte Wirkung verschiedener Legierungselemente auf die Azikularferritbildung

Die chemische Zusammensetzung der Stähle wird oft durch zu erfüllende Normen vorgegeben und bringt nur einen schmalen Spielraum für Änderungen mit sich. Verschiedene Legierungselemente beeinflussen die azikularferritische Umwandlung positiv wie negativ. Legierungselemente ändern den chemischen Aufbau der Einschlüsse oder beeinflussen die umgebende Matrix. Die nachfolgende **Tabelle 2-1** zeigt die unterschiedlichen Wirkungsweisen ausgewählter Elemente. Es ist veranschaulicht inwiefern das Element über den nichtmetallischen Einschluss oder die Matrix auf die Keimung der Ferritphase wirkt.

Tabelle 2-1: Wirkungsweise verschiedener Legierungselemente auf die AF – Keimung [4,8,10,14-27,29-31]

Wechselwirkung	C	S	Ti	Mn	Al	Si	B	P	Cr	Mo	Ce
NME	X	X	X	X	X	X	X				X
Matrix	X			X				X	X	X	X

Kohlenstoff wirkt durch die bekannte Wirkung der Austenitstabilisation allgemein negativ. Abhängig von der Abkühlbedingungen begünstigt C eher bainitische Mikrostrukturen. In den Versuchsreihen zu **Abbildung 2-6 a)** sind mehrere Arten von nichtmetallischen Einschlüssen auf ihre Wahrscheinlichkeit der α -Keimung untersucht worden. Es zeigt sich, dass eine Steigerung des Kohlenstoffgehalts von 0,2 % auf 0,4 %, bei gleicher Einschlusslandschaft und gleicher chemischen Zusammensetzung, eine Verschlechterung der Keimungswahrscheinlichkeit mit sich bringt, da der kritische aktive Einschlussradius größer wird. [14]

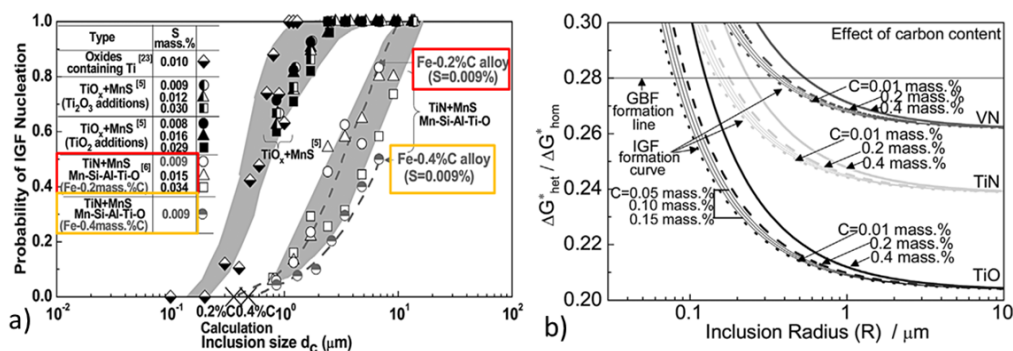
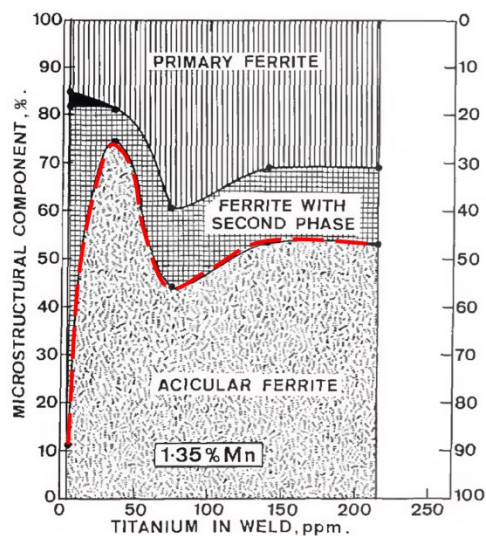


Abbildung 2-6: a) Wahrscheinlichkeit der ferritischen Keimung an NME; b) Einfluss C auf aktiven Einschlussradius, nach [14]

Im Gegensatz dazu sind Gregg und Bhadeshia [15] der Meinung, dass geringste Mengen Kohlenstoff mitunter positiv wirken können. Sie vertreten die Theorie, dass durch die Aufnahme von Kohlenstoff in nichtmetallischen Einschlüssen eine an C verarmte Zone um Einschlüsse entsteht. Dieser erzeugte Kohlenstoffmangel stabilisiert Ferrit gegenüber Austenit und begünstigt somit lokal die AF-Umwandlung. Vergleicht man die Ergebnisse von Gregg und Bhadeshia mit jenen von Mu et al. [14] lässt sich erklären, dass bei höherem Kohlenstoff der NME eine gewisse Größe aufweisen muss, um eine ausreichend an Kohlenstoff verarmte Zone erzeugen zu können. **Abbildung 2-6** zeigt, dass mit höherem C – Gehalt der aktive Einschlussradius zunimmt. Dadurch wird jedoch auch die Wahrscheinlichkeit der Keimung reduziert, da die effektive Zahl der wirkenden Keimstellen verringert wird. [14,15]

Schwefel beeinflusst die azikularferritische Umwandlung durch Bildung von Mangansulfiden, welche in weiterer Folge aktiv wirken können [16]. Die Untersuchung von Lee und Pan [10] verweist auf Ergebnisse in denen eine Schwefelzunahme auf 40 ppm (kalziumbehandelt) und 80 ppm (nicht kalziumbehandelt) zu einer Steigerung des intragranularen Ferrits führt. Vergleichbares haben Mu et al. [17] entdeckt. Bei ähnlichen Stahlzusammensetzungen erreicht der Azikularferritanteil ein Maximum bei 80 – 90 ppm S. Höhere Gehalte von 300 ppm lassen den Gefügeanteil des azikularen Ferrits stark abnehmen, da ein zu hoher S - Gehalt zu einer Inhibierung der Keimungswirkung führen kann. [4,10,16,17]

Yang et al. [18] zeigt den Einfluss einer Zugabe von **Titan** auf das Umwandlungsschaubild und die somit geänderten Bedingungen für Azikularferrit. Eine Erhöhung des Titangehaltes resultiert in einer allgemeinen Aufweitung des ferritischen Umwandlungsfensters. Es ist sowohl mehr Anteil an Ferritphase im Raumtemperaturgefüge zu finden, als auch bei schnelleren Abkühlbedingungen erzeugbar. Dies korreliert mit den Ergebnissen von Evans [19], welcher den Anteil an Azikularferrit in titanhaltigen Schweißnähten untersuchte. Wie in **Abbildung 2-7** zu sehen, wirken schon geringste Mengen an Titan positiv. Durch die hohe Sauerstoffaffinität des Titans und dem somit erzeugten Titanoxiden, werden ausreichend Keimstellen zur Verfügung gestellt. Ein Maximum wird nahe 50 ppm Titan und 1,35 % Mangan erreicht. Eine weitere Erhöhung des Titans resultiert nicht zwingend in einer Vermehrung des Azikularferritgehalts. Hierbei spielen Änderungen der Einschlusszusammensetzung und Einschlussgrößen in Zusammenspiel mit dem passenden Mangengehalt eine Rolle, mehr dazu im **Kapitel 2.4** über die Aktivität nichtmetallischer Einschlüsse. [17–21]



primary ferrite = Korngrenzenferrit; ferrite with second phase = Widmannstättenferrit oder Bainit; acicular ferrite = Azikularferrit

Abbildung 2-7: Einfluss des Titangehalts auf den Azikularferritumwandlung nach [19]

Mangan, in der Matrix gelöst, wirkt prinzipiell negativ für die ferritische Keimung, da es als Austenitstabilisator fungiert und somit andere Umwandlungsformen der Ferritkeimung bevorzugt. Es beeinflusst die Umwandlung zu Azikularferrit jedoch durch die Bildung von Mangansulfiden (**Abbildung 2-8**) positiv. Dank deren Entstehung wird eine Mn – verarmte Zone erzeugt, welche dann in weiterer Folge die ferritischen Keimung begünstigt. [19,22–24]

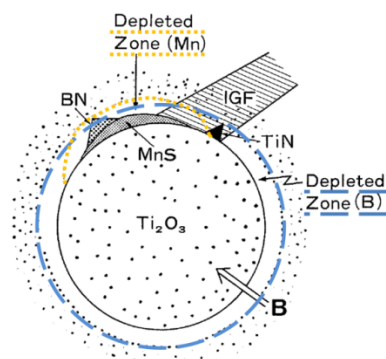


Abbildung 2-8: Schemazeichnung bor- und manganverarmte Zonen rund um nichtmetallischen Einschluss nach [24]

Durch dieses gegenläufige Verhalten ergibt sich ein optimaler Mangangehalt für die AF-Keimung. Der Mehranteil von AF in der Mikrostruktur spiegelt sich in den gesteigerten Zähigkeitswerten bei tiefen Temperaturen in **Abbildung 2-9** wieder. Diese nehmen ab einem bestimmten Gehalt wieder ab, was auf eine Versprödung des Gefüges auf eine Änderung der Phasenumwandlung hindeutet. [24–26]

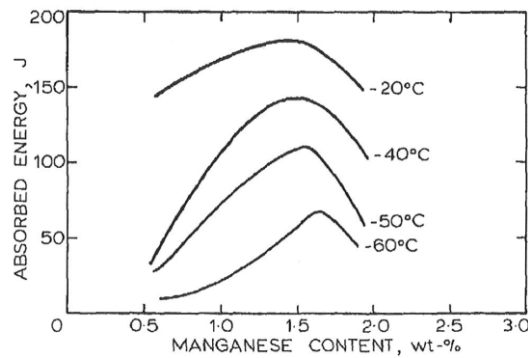


Abbildung 2-9: Absorbierte Energie des Charpy – V Tests abhängig vom Mangangehalt [26]

Aluminium ist ein weitaus stärkeres Oxidationsmittel als Titan, was dazu führt, dass der Sauerstoffgehalt in der Schmelze sinkt und das Potenzial der Titanoxidbildung stark abnimmt. Durch den geringeren Anteil der Titanoxide an der Einschlusslandschaft reduzierte sich auch der Anteil an Azikularferrit. Untersuchungen von Shim et al. [27] zeigen in **Abbildung 2-10**, dass bei einem Stahl mit 0,1 % C, 1,8 % Mn, 1,7 % Si und 0,013 % Ti ab einem Gehalt von 40 ppm Al weniger Titanoxide als Aluminiumoxide gebildet werden. Ab einem Gehalt von 60 ppm sind nurmehr Aluminiumoxide und Titancarbonitride stabil. Das zweite Diagramm bestätigt die berechnete Tendenz. Ab 40 ppm Al lässt sich nur mehr eine geringe Anzahl an Titanoxiden in der Einschlusslandschaft finden. [27]

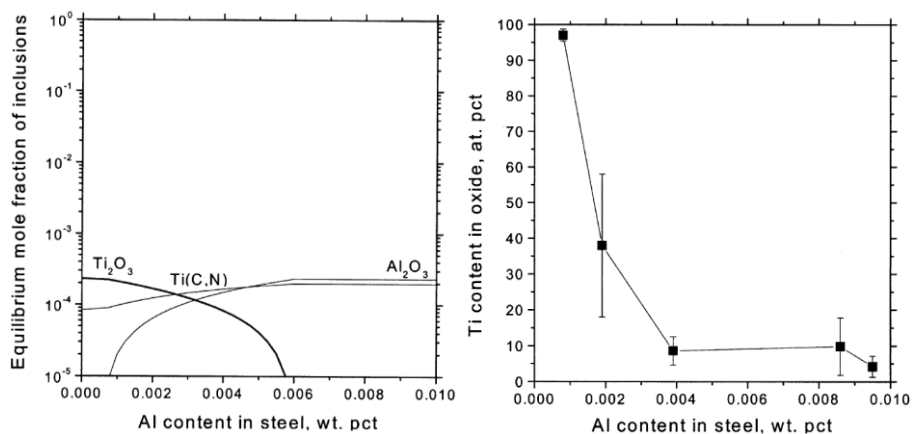


Abbildung 2-10: Einfluss Al auf Stabilität der Oxide und deren Titangehalt [27]

Durch die Änderung der Zusammensetzung der nichtmetallischen Einschlüssen wird direkt der Azikularferritanteil beeinflusst. Die erwähnte an Mn verarmte Zone beruht auf der Aufnahme von Mn – Atomen in Fehlstellen des Titanoxides. Durch den unterschiedlichen Atomaufbau des Al_2O_3 ändert sich die Löslichkeit für Mn im Einschluss. Der Effekt kommt somit nicht mehr zu tragen, was hinsichtlich der AF-Keimung negativ wirkt. Somit wird bei

Zugabe von Aluminium die Umwandlung zu Bainit oder Widmanstättenferrit begünstigt, weil keine günstigen Keimstellen mehr zur Verfügung stehen. [27,28]

Silizium beeinflusst die Azikularferritbildung indem es die Effektivität der Einschlüsse reduziert. Der berechnete Bildungsbereich der Titanoxide bleibt mit Zugabe von Silizium konstant, jedoch nimmt mit steigendem Gehalt an Silizium der Anteil an gelöstem Mangan im nichtmetallischen Einschluss ab. Die Siliziumatome nehmen die Stellen der Mn – Atome im Gitter ein, was hinsichtlich Begünstigung der AF – Keimung jedoch hinderlich ist (**Abbildung 2-11**). Die dadurch schwächer ausgeprägte an Mn verarmte Zone hat nicht mehr die Möglichkeit die azikularferritische Keimung zu initiieren. [27]

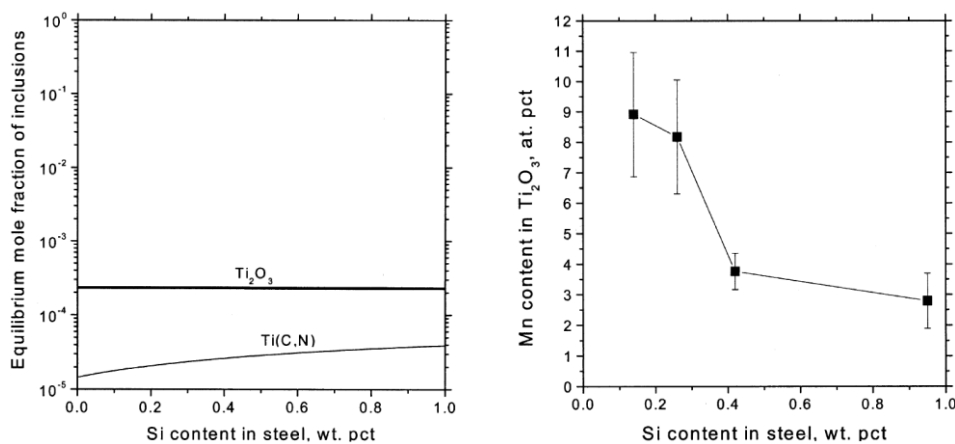
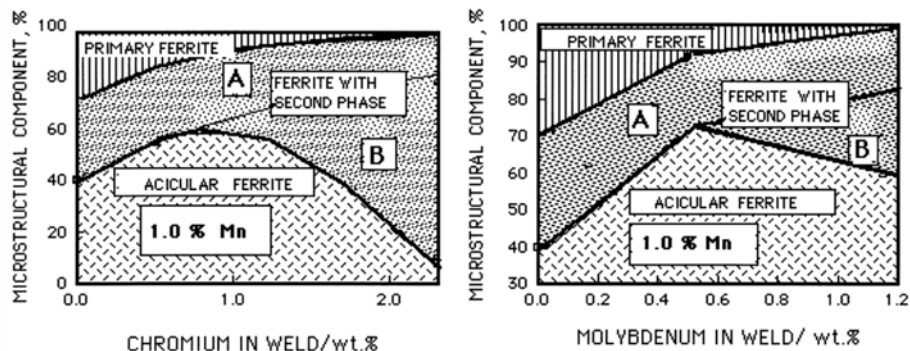


Abbildung 2-11: Einfluss Si auf Ti_2O_3 Bildung und Mn-Gehalt von Titanoxiden [27]

Bor hat zwei Eigenschaften, einerseits seigert in der Matrix gelöstes B an Korngrenzen, was die dortige Keimung für γ – Umwandlungen erschwert, andererseits diffundiert es in Ti_2O_3 – Einschlüsse, wodurch eine borarme Zone runde um den Einschluss erzeugt wird (**Abbildung 2-8**). Die dadurch unterstützte AF – Keimung (IGF) an nichtmetallischen Einschlüssen und die unterbundene Keimung an Korngrenzen bewirken eine Erhöhung des Azikularferritgehalts in Stählen. [24,29]

Phosphor hat keine direkte Wirkung auf die Aktivität der nichtmetallischen Einschlüsse, aber allgemein die Eigenschaft der Korngrenzenversprödung. Er seigert zwischen δ – Ferrit Dendriten. Durch die folgende γ – Umwandlung beginnend an den Stellen, wo der Phosphor seigerte und somit die Keimungsenergie erhöhte, würde Phosphor in weiterer Folge sogar die AF – Umwandlung erleichtern. Durch das fortschreitende γ – Kornwachstum liegen der geseigerte Phosphor und die γ – Grenzen jedoch nicht mehr an derselben Stelle. Die Keimungshemmung an den Austenitkorngrenzen bleibt aus und somit ist die korngrenzengesteuerte Umwandlung mit einer geringeren Bildungsenergie verknüpft. [4]

Chrom und **Molybdän** haben die Eigenschaft bei der $\gamma - \alpha$ -Umwandlung Bainit zu begünstigen. Ab einem Gehalt von $> 1,5\%$ Cr und $> 0,5\%$ Mo nimmt der Anteil von Korngrenzenferrit und Azikularferrit kontinuierlich ab (**Abbildung 2-12**). Dadurch tritt vermehrt die bainitische Umwandlung an den Korngrenzen in Kraft, welche in weiterer Folge die azikularferritische Umwandlung unterdrückt. Bei sehr geringen Gehalten an Cr und Mo scheinen diese die Azikularferritbildung zu erleichtern. [30]



primary ferrite = Korngrenzenferrit; ferrite with second phase A = Widmannstättenferrit; ferrite with second phase B = Bainit; acicular ferrite = Azikularferrit

Abbildung 2-12: Auswirkungen von Cr und Mo auf das Umwandlungsgefüge [30]

Untersuchungen von Bin und Bo [8] zeigen, dass die Zugabe von $0,02\%$ **Cer**, in einen 16Mn Stahl, eine Änderung der Einschlusszusammensetzung mit sich bringt. Durch das Spurenelement verändert sich der chemische Aufbau zu AlCeO_3 und $\text{Ce}_2\text{O}_2\text{S}$, was eine Erhöhung des Azikularferritanteils zur Folge hat. Die Zugabe von Ce dürfte die Ferritkeimung dadurch begünstigen, dass durch den Einbau von Ce-Atomen der Gitterunterschied zwischen NME und Ferritphase auf $< 1\%$ reduziert wird. [8,31]

Durch das Zusammenspiel der einzelnen Legierungs- und Begleitelemente stellt sich ein bestimmtes System aus Einschlusslandschaft und in der Matrix gelösten Elementen ein. Das nächste Kapitel beschreibt die Aktivität bestimmter nichtmetallischer Einschlüsse resultierend aus den genannten positiven und negativen Konkurrenzreaktionen.

2.4 Fähigkeit nichtmetallischer Einschlüsse zur Azikularferritkeimung

Dieses Kapitel umfasst eine Literaturstudie zum Potential nichtmetallischer Einschlüsse für die Keimung azikularferritischer Nadeln. Zu Beginn wird kurz auf die Klassifizierung und Voraussetzungen der Keimung eingegangen. Danach werden nichtmetallische Einschlüsse

entsprechend der Literatur als aktiv oder inaktiv gewertet, um diese mit den späteren Ergebnissen der praktischen Auswertung vergleichen zu können.

In der Metallurgie werden nichtmetallische Einschlüsse nicht mehr als reine Fehlstellen gesehen, sondern können auch der Keimung von gewünschten Phasen dienen. Bereits in den 80er Jahren wurden gezielt Schweißnähte mit Hilfe bestimmter Schweißzusätze zur Bildung von speziell für den Azikularferrit notwendiger Keime modifiziert. Folgende **Abbildung 2-13** zeigt aktiv wirkende nichtmetallische Einschlüsse. [32]

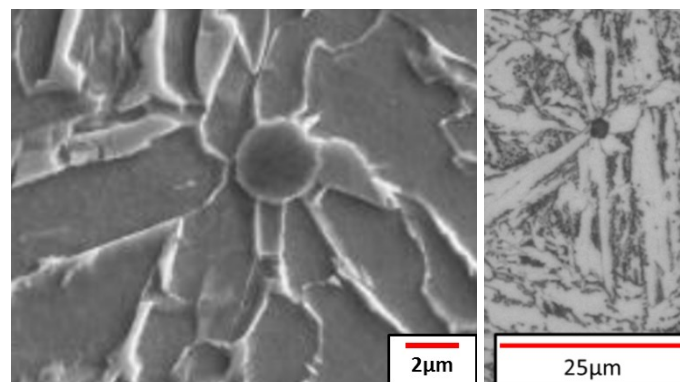


Abbildung 2-13: Aktive nichtmetallische Einschlüsse (a) REM [32], b) LIM [3]

Durch verschiedenste Stahlbehandlungen wie Desoxidation mit Titan oder Silizium und unterschiedliche Legierungskonzepte ist die Einschlussvariation, welche der Keimung zur Verfügung steht, sehr vielfältig, jedoch wirkt nicht automatisch jeder Einschluss als aktiver Nukleus. Um für intragranulare Ferritkeimung aktiv zu sein, muss ein NME mehrere Eigenschaften erfüllen. Die Literatur beschreibt vier wichtige Eigenschaften:

- Reduktion der Oberflächenenergie [2,33]
- Reduktion der Gitterfehlpassung [2,34]
- Spannungen durch unterschiedliche thermische Ausdehnungskoeffizienten [2,25]
- Chemische Veränderung der Matrix rund um den Einschluss [2,35,36]

Diese Haupteigenschaften werden durch die chemische Zusammensetzung des Einschlusses und die im vorigen **Kapitel 2.3** beschriebenen Effekte definiert. Eine Literaturstudie über die Keimungsfähigkeit verschiedenster nichtmetallischer Einschlüsse, ergab folgende Gegenüberstellung in **Tabelle 2-II**. In der Spalte „Literatur + Zusatzinformation“ befindet sich die recherchierte Literaturstelle mit kurzer Angabe gewisser Versuchsmodifikationen hinsichtlich Legierungszusammensetzungen („± Me“ Änderung Einzelelement in der Legierung) in den Versuchsreihen. „(+Mn)“ bei aktiver Markierung bedeutet beispielsweise, dass mit Erhöhung des Elements die Fähigkeit der Keimung des betreffenden Einschlusses verbessert wurde. Ein tiefgestelltes „BP“ steht für

Bildungspartner und verweist auf die Verbesserung der Keimungseigenschaft, durch bilden eines mehrphasigen Einschlusses mit dem genannten Partner.

Besteht ein nichtmetallischer Einschluss zum Großteil aus einem Aluminiumoxid, ist dieser in allen Referenzen inaktiv. Es zeigt sich, dass auch bei Zunahme von Titan und der Einschlussmodifikation mit MnS, um eine Mn – Mangelzone zu erzeugen, die Inaktivität bleibt. Einschlüsse, die auf einer titanoxidischen Basis aufgebaut sind, wirken prinzipiell aktiv. Mit einer Anteilsänderung an Matrixelementen wie Mangan, Bor oder anderen in **Tabelle 2-II** ersichtlichen Elementen, konnte bei verschiedenen Untersuchungen eine Verbesserung der Keimungsfähigkeit unter den jeweiligen Versuchsbedingungen erzielt werden. Trotz einer an Mn verarmten Zone, scheinen Mangansulfide alleinstehend nicht immer zwingend aktiv zu wirken. Nur unter Voraussetzung der Wechselwirkung mit anderen Phasen, wie Oxiden oder Nitriden, haben MnS laut Literatur einen vorteiligen Einfluss auf die AF – Umwandlung. Untersuchungen mit reinen Siliziumoxiden zeigen eine eindeutige Inaktivität. Vereinzelt Versuche mit Cer deuten auf ein vorhandenes Potenzial der azikularferritischen Keimung hin, jedoch ist durch die Seltenheit und den Preis des Elements, die großtechnische Realisierung nur schwer vorstellbar [8]. In der Literatur spiegelt sich wider, dass gerade mehrphasige Einschlüsse ihre guten Eigenschaften kombinieren und somit verstärkt, positive Wirkungen auf die Bildung von AF haben. Bei Mehrphasigkeit ist jedoch das Vorhandensein von Titan und Mangan laut Literaturstudie im nichtmetallischen Einschluss eine Voraussetzung für die Keimung. Manche Keime wirkten in mehreren Veröffentlichungen unterschiedlich, was mit dem Gesamtsystem der Einflussparameter zu tun haben könnte. Es reflektiert, dass nicht nur der Einschluss allein, sondern auch die anderen Bildungsparameter gravierenden Einfluss auf die AF-Keimung nehmen.

Tabelle 2-II: Auflistung aktiver und inaktiver NME der azikular ferritische Keimung

Chemische Zusammensetzung NME	aktiv	Literatur + Zusatzinformation	inaktiv	Literatur + Zusatzinformation
Al_2O_3			X	[20] [37] [15] [27] (+Al,+Ti) [32]
$\text{Al}_2\text{O}_3\text{-MnS}$			X	(+Al,+Ti) [32]
TiO	X	[31] [16] [38]		
TiO ₂	X	(+Mn) [15] [24] [38]		
Ti ₂ O ₃	X	(+Mn) [37] [39] [15] [26] (+B) [24] (+Al) [27]	X	(-Mn) [37] (+Si) [27]
TiO _x	X	(-Al, +Ti) [32] (BN) _{BP} [6,16] (MnO,SiO ₂) _{BP} [40] [20]		
TiO _x -MnS	X	(TiN) _{BP} [21] (-S) [17]		
TiO _x -Al ₂ O ₃ -MnO-SiO ₂	X	(-Al, +Ti) [32]	X	(+Al,+Ti) [32]
TiN	X	[31] [15] [38]	X	[20] [37]
SiO ₂			X	[37]
MnS	X	[16] [38]	X	[20]
MnS-VN	X	[37]		
MnO-Al ₂ O ₃	X	[31]	X	[15]
MnO-SiO ₂			X	[37]
AlCeO ₃	X	[8]		
Ce ₂ O ₂ S	X	[8]		
TiN-MnS-(Mn-Si-Al-Ti)Ox	X	(-C) [14]		
MnO-TiO ₂	X	[38]		

2.5 Zusammenfassung der Voraussetzungen für Untersuchungen von Azikularferrit am Hochtemperatur – Laserscanning Konfokalmikroskop

Die Literaturstudie zeigt, dass eine kurze, aber intensive Austenitisierung am wirksamsten ist. Es sollen in kürzester Zeit genügend große Körner gebildet werden und eine Homogenisierung der Probe stattfinden. Die Abkühlbedingung ist prinzipiell von der Legierung abhängig, liegt aber generell Bainit und Perlit, im Bereich der Korngrenzenferritbildung. In der Bachelorarbeit Mayerhofer [3] stellte sich eine Abkühlgeschwindigkeit von 200 °C/min zwischen 800 °C und 500 °C für einen 0,2 % C, 1,5 % Mn, 0,07 % Si und 0,05 % Ti – Stahl als optimal heraus.

In den verwendeten Stählen müssen aufeinander abgestimmte Mengen an Sauerstoff, Mangan und Titan passende Einschlüsse zur Azikularferritkeimung erzeugen. Spuren von Keimungsinhibitoren wie Al oder Si sollen vermieden werden. Die Partikel, an denen die azikularferritische Phase keimt, sollten klein (ca. 1 – 3 µm) und möglichst homogen verteilt sein. Eine auf der Literaturrecherche basierend vielversprechende Einschlusslandschaft bestehend aus Titanoxiden, Titan – Mangan – Oxisulfiden und Mangansulfiden, eventuell auch in Kombination mit anderen Trägerpartikeln an denen MnS keimen können, soll in den Referenzproben der Masterarbeit eingestellt werden. Laut Literatur haben (Ti,Al,Mn)O_xS_y Partikel ein besonders hohes Potenzial zur AF – Keimung. Der Einfluss verschiedener Legierungselemente auf die aktive Keimungswirkung der gebildeten Einschlusslandschaft soll im Zuge der Arbeit untersucht werden. Mit diesen Grundvoraussetzungen (**Abbildung 2-14**) fällt die Wahl der Untersuchungsmethode auf das Hochtemperatur – Laserscanning Konfokalmikroskop (HT – LSCM) [41] in Kombination mit Untersuchungen am Rasterelektronenmikroskop.

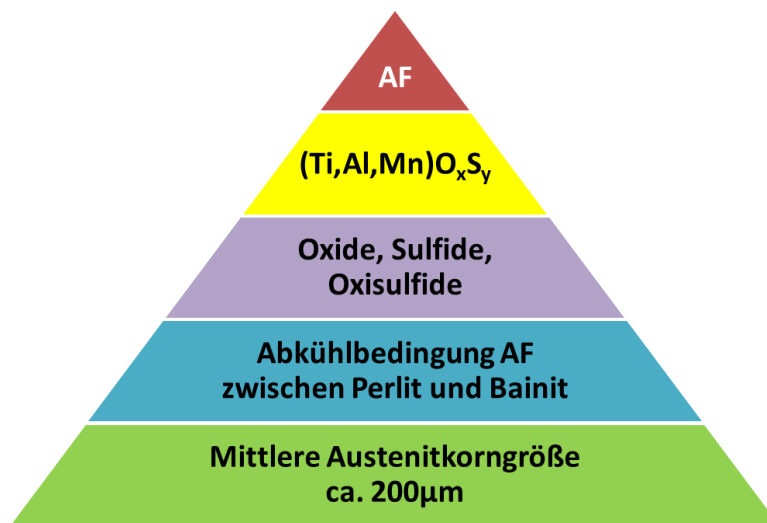


Abbildung 2-14: Voraussetzungen für Azikularferrit

Das HT – LSCM wurde bereits bei Untersuchungen zur Bachelorarbeit Mayerhofer [3] verwendet und lieferte aufschlussreiche Ergebnisse. In einer mit Argon gespülten Probenkammer können die eigens hergestellten Proben austenitisiert und gezielt für die Azikularferritumwandlung abgekühlt werden. Verschiedene Untersuchungen hinsichtlich Kornwachstum oder Phasenumwandlungen wurden mit ähnlichen Geräten von Zhang et al [6,11,16,16], Bin et al. [8], Terasaki [42] oder Komizo et al. [43] durchgeführt.

Ein Vorteil der Untersuchung mittels HT-LSCM liegt in der flexiblen Parametereinstellung. Durch die kleinen Probenmassen und die frei wählbare Temperaturführung kann immer die beste Abkühlbedingung für die azikularferritische Umwandlung eingestellt werden. Weiters lassen sich durch die Verwendung eines Helium – Neonlasers zur Bilderzeugung Hochtemperturvorgänge wie Phasenumwandlungen oder das Austenitkornwachstum in situ beobachten und digital speichern. Kombiniert man diese Aufnahmen mit den Ergebnissen der rasterelektronenmikroskopischen Untersuchungen können Phasenumwandlungen eindeutig identifiziert und untersucht werden.

3 Versuchsmethodik

Dieses Kapitel beschreibt die praktischen Arbeiten und Untersuchungen der Masterarbeit. Es wird ein Überblick von der Chronologie der gestellten Fragen, über die Herstellung des Grundmaterials im Tammannofen, die Probenpräparation vor und nach den HT – LSCM Versuchen, bis zur Versuchsdurchführung am Konfokalmikroskop und der Auswertung der Daten gegeben.

3.1 Versuchschronologie der gestellten Fragen

Aus den der Masterarbeit vorangegangenen Versuchen der Bachelorarbeit Mayerhofer [3] und der Literaturstudie ergaben sich weiterführende Fragen. Diese sollen durch die Ausführungen dieser Arbeit beantwortet werden.

Laut der Literatur, beschrieben in **Kapitel 2.3**, wirken sich verschiedene Elemente unterschiedlich auf die Umwandlung zu Azikularferrit aus. Das Element Chrom scheint in geringen Mengen einen positiven Beitrag zu leisten, welcher ab einem Gehalt von ca. 1 % wieder abnimmt. Da Chrom in vielen Legierungssystemen Bestandteil ist, könnte eine angepasste Stahlzusammensetzung mit der Hilfe von Chrom eventuell mehr Azikularferrit und somit höhere Festigkeiten erzeugen.

FRAGE 1: Auswirkung des Legierens von Chrom zur Referenzprobe?

Das Modifizieren von nichtmetallischen Einschlüssen ist eine schwierige Aufgabe, Änderungen der Tiegelmateriale oder des Legierungskonzeptes können bereits massive Auswirkungen auf die Zusammensetzung und somit in weiterer Folge auf die Keimungswirkung der NME haben. Es stellt sich die Frage, ob eine Änderung des Tiegelmateriale von Al_2O_3 auf MgO bei der Herstellung des Probenmateriale die Einschlusszusammensetzung hinsichtlich ihrer Fähigkeit als Keimstellen zu wirken beeinflusst.

FRAGE 2: Auswirkung des Tiegelmateriale auf die Keimwirkung für AF der NME?

Zur Ausbildung von azikularferritischen Nadeln muss laut **Kapitel 2.3** einerseits die chemische Zusammensetzung des nichtmetallischen Einschlusses passen, als auch eine verarmte Zone an Mangan vorhanden sein, um an dieser Stelle die AF-Keimung zu gewährleisten. Es stellt sich die Frage, in wie weit Änderungen des Mangangehalts die Azikularferritumwandlung beeinflussen, wenn der Titangehalt unangetastet bleibt. Weiters kann neben Mangan auch Nickel als γ – stabilisierendes Element in Legierungen verwendet werden. Beide sind chemisch sehr ähnlich, mit nur geringem Unterschied in der Ordnungszahl (^{25}Mn bzw. ^{28}Ni). Wenn Mangan in der Matrix durch Nickel ersetzt wird, könnte rund um nichtmetallische Einschlüsse eine an Ni verarmte Zone entstehen, die ähnlich dem Mn ferritstabilisierend wirkt und somit die Azikularferritbildung begünstigt.

FRAGE 3: Auswirkung der Reduktion von Mn bei gleichem Titangehalt?

FRAGE 4: Auswirkung der Verwendung von Ni statt von Mn im Legierungssystem?

Schienenstähle haben durch deren Anwendungsbereich und deren Zusammensetzung mit geeigneter Einschlussmodifikation ein gutes Potenzial zur Azikularferritumwandlung. Eine angepasste Wärmebehandlung könnte AF neben der perlitischen Umwandlung erzeugen. Diese gezielt eingestellten Bereiche wirken im Perlit günstig, um höhere Zähigkeiten und somit höhere Sicherheiten gerade bei tiefen Temperaturen zu gewährleisten.

FRAGE 5: Ist Erzeugung von Azikularferrit in Schienenstahllegierungen möglich?

3.2 Probenherstellung

Die Herstellung des Grundmaterials erfolgte im Vorfeld der Masterarbeit. Mittels Tammannofen des Lehrstuhls für Eisen- und Stahlmetallurgie wurden 150 g Schmelze bestehend aus unlegiertem Ultra Low Carbon (ULC) – Stahl und sauerstoffreicher Vorschmelze, zum Einstellen des definierten Anfangssauerstoffgehalt, hergestellt. Nach Erreichen der Liquidustemperatur konnte schrittweise legiert und durch Rühren mit einem Aluminiumoxidstab homogenisiert werden. Der gesamte Herstellungsprozess verlief unter Argonspülung. Durch Verwenden einer dem Ofen aufgesetzten Schleuse konnte der Tiegel entnommen und beschleunigt abgekühlt werden. Nichtmetallische Einschlüsse haben durch diese beschleunigte Abkühlung nicht genügend Zeit, um aufzuschwimmen oder abzusinken, außerdem werden Seigerungen mittels fein dendritischer Struktur verringert. Die so erzeugte homogene Probe ist Voraussetzung für repräsentative Konfokalmikroskopversuche. Der Ablauf der Herstellung des Probenmaterials ist in folgender **Abbildung 3-1** illustriert. Nähere Informationen zur Probenherstellung und Einschlussmodifikation finden sich in Loder und Michelic [44].

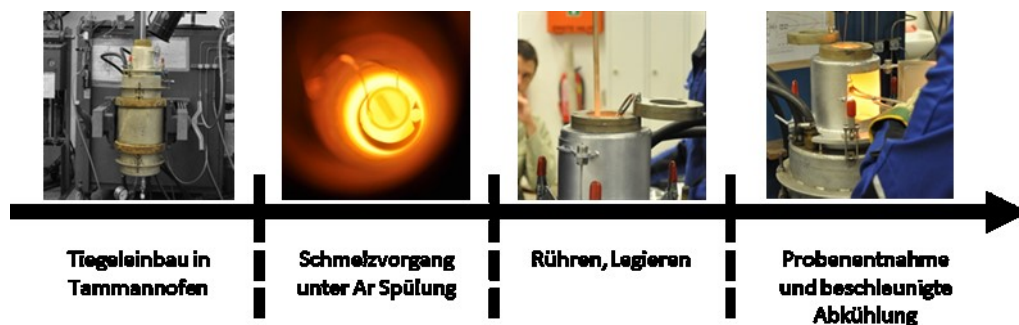


Abbildung 3-1: Herstellung des Grundmaterials im Tammanofen

Die verwendeten Legierungen für die nachfolgenden Untersuchungen sind in **Tabelle 3-1** gelistet. Die Untersuchungen belaufen sich auf zwei Stahlgüten, einerseits mittelkohlige HSLA – Stähle (Serie H) mit ca. 0,2 % C und andererseits auf hochkohlige Schienenstähle (Serie S) mit ca. 0,6 % C. Es werden bis auf Schmelze H2 (MgO Tiegel), alle Legierungen in Al_2O_3 Tiegeln hergestellt. Diese acht Stähle dienen in weiterer Folge zur Charakterisierung der Einschlusslandschaft durch automatisierte REM/EDX – Messungen und als Grundmaterial für die HT – LSCM – Versuche.

Tabelle 3-I: Chemische Analysen und Wärmebehandlungsparameter der verwendeten Legierungen der Masterarbeit

Probenbezeichnung			Stahlzusammensetzung											Wärmebehandlung		
Serie	Grundmaterial	Probe	Tiegel	C [%]	Mn [%]	Si [%]	Ti [%]	Al [%]	Cr [%]	Ni [%]	S [%]	O [%]	N [%]	T _{AUST} [°C]	t _{AUST} [s]	KR [°C/min]
H	R	.1	Al ₂ O ₃	0.23	1.48	0.02	0.05	0.01	0.01	0.01	0.007	0.007	0.005	1400	100	200
		.2												1300		
	1	.1	Al ₂ O ₃	0.24	1.64	0.02	0.06	0.01	0.14	0.10	0.006	0.004	0.002	1400	100	200
		.2														20
	2	.1	MgO	0.24	1.41	0.02	0.05	0.01	0.01	0.01	0.006	0.006	0.004	1400	100	200
		.2														
	3	.1	Al ₂ O ₃	0.21	0.07	0.02	0.04	0.01	0.01	0.01	0.007	0.030	0.003	1400	100	200
		.2													100	
		.3													500	
	4	.1	Al ₂ O ₃	0.18	0.07	0.02	0.05	0.00	0.01	2.41	0.007	0.060	0.003	1400	100	200
		.2														250
		.3														150
S	1	.1	Al ₂ O ₃	0.64	0.99	0.51	0.00	0.00	0.01	0.01	0.007	0.004	0.004	1300	100	200
		.2														400
	2	.1	Al ₂ O ₃	0.63	0.94	0.49	0.02	0.00	0.01	0.01	0.006	0.004	0.004	1300	100	200
		.2														400
	3	.1	Al ₂ O ₃	0.65	0.97	0.49	0.05	0.01	0.02	0.01	0.006	0.002	0.002	1300	100	200
		.2														400
		.3													20	

Aus den Tammanofenproben werden zwei Scheiben, eine für die rasterelektronen- und eine für konfokalmikroskopische Untersuchungen, geschnitten. Nach Bestimmung der Einschlusslandschaft durch automatisierte REM/EDX – Messungen wird die HT – LSCM Scheibe in 5 x 5 mm Quadrate geteilt. Die Proben werden mit 9 µm, 3 µm, 1 µm und OPS Politur bearbeitet und nach einem gründlichen Reinigungsschritt ins Konfokalmikroskop eingebaut. Nachfolgende **Abbildung 3-2** beschreibt die Verfahrensschritte der HT – LSCM Probenherstellung. Pro Scheibe können ca. vier bis sechs repräsentative LSCM – Proben (grüne Quadrate) gewonnen werden.

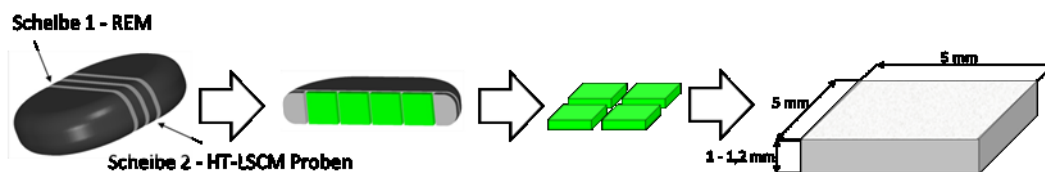


Abbildung 3-2: HT-LSCM Probenherstellung

3.3 HT-LSCM

Ein wichtiges Werkzeug in der Analyse nichtmetallischer Einschlüsse und ihrer Wirkung auf Phasenumwandlungen ist das Hochtemperatur – Laserscanning Konfokalmikroskop (HT – LSCM). Es ermöglicht die in situ Beobachtung verschiedener metallurgischer Hochtemperaturvorgänge bis in den schmelzflüssigen Bereich. Die Bildbelichtung erfolgt

über einen Helium – Neon Laser (Wellenlänge 408 nm), wodurch die Eigenstrahlung der Probe bei hohen Temperaturen großteils ausgeblendet werden kann. Die Durchführung der konfokalmikroskopischen Untersuchungen erfolgten mittels des Mikroskops Typ VL2000DX (Lasertec) mit zugehöriger Hochtemperaturkammer SVF17-SP und geeigneter Yonekura Software des Lehrstuhls für Eisen- und Stahlmetallurgie. Die maximale Heizrate beträgt 1200 °C/min und die maximale Kühlrate bei Standardfahrweise 1000 °C/min. Nachfolgende **Abbildung 3-3** zeigt den schematischen Strahlengang der Bildaufnahme und Probenposition, sowie eine eingebaute Probe mit Tiegel im HT-LSCM des Lehrstuhls. Genauere technische Angaben zu anlagentechnischen Details sind in Bernhard et al. [41] und Michelic et al. [45] zu finden. [3,6,16,41,45]

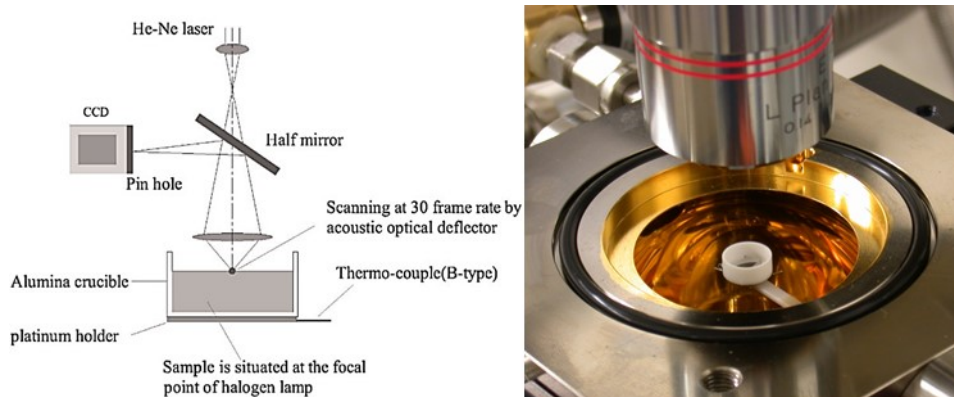


Abbildung 3-3: Strahlengang im HT – LSCM nach Zhang et al. [42] und geöffneten Probenraum der Hochtemperaturkammer des HT – LSCM am Lehrstuhl für Eisen- und Stahlmetallurgie

3.3.1 Anwendung HT-LSCM zur Beobachtung von Phasenumwandlungen

Durch die glatte Oberfläche und den planparallelen Einbau der Probe werden geringste Orientierungsunterschiede sichtbar. Die beobachteten Phasenumwandlungen geschehen direkt an bzw. knapp unter der Phasengrenze Metall-Atmosphäre. Dadurch zeichnen sich Orientierungsänderungen an der Oberfläche ab, welche durch die Auflichtmikroskopie des Konfokalmikroskops in Kontrastunterschieden sichtbar werden. Somit lassen sich Keimungsvorgänge [8,42], Umwandlungsvorgänge [6,16] und Erstarrungsvorgänge [46,47] in situ beobachten. Eine digitale Videoaufnahme ermöglicht eine nachträgliche Analyse der beobachteten Vorgänge. Bei Zhang et al. [6,16] lassen sich Untersuchungen der azikularferritischen Keimung finden, bei denen ebenfalls ein Konfokalmikroskop verwendet wurde. **Abbildung 3-4** zeigt mögliche Umwandlungen aus dem Austenitgebiet beim Abkühlen auf Raumtemperatur. Die Aufnahmen wurden während der Wärmebehandlung in einem HT – LSCM aufgenommen. Es kann zwischen an Korngrenzen und an

nichtmetallischen Einschlüssen gekeimten Phasen (IAF = Intragranularer Azikularferrit) unterschieden werden.

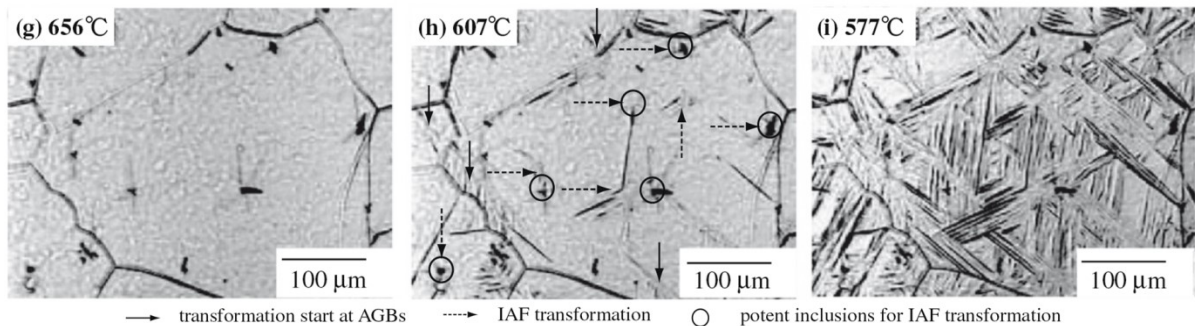


Abbildung 3-4: Azikularferritbildung im HT – LSCM [16]

Terasaki et al. [42] sowie Bin und Bo [8] untersuchten die Keimung von azikularferritischer Strukturen an nichtmetallischen Einschlüssen mittels HT – LSCM, genauso wie Zhang und Terasaki [16]. **Abbildung 3-5** zeigt ferritische Phasenumwandlungen im Konfokalmikroskop. Durch die unterschiedlichen Keimungsorte, Ausprägungen und Umwandlungsgeschwindigkeiten lassen sich die Phasen voneinander differenzieren. Korngrenzenferrit keimt als erste Phase an den Austenitkorngrenzen (AKG) und wandelt entlang dieser um. Perlit beginnt an AKG oder Fehlstellen im Korn umzuwandeln und wächst mit einer im HT – LSCM Bild markant sichtbaren fächerartigen Struktur. Azikularferrit keimt ausschließlich an NME und zeigt eine nadelige Umwandlungsstruktur. Bainitbereiche zeigen schnelle Umwandlungsnadeln parallel nebeneinander, die gleichmäßig bestimmte Bereiche füllen. Widmanstättenferrit keimt an Korngrenzen und wächst in Form von großen einzelnen Ferritlatten in das Austenitkorn hinein. [4,6,16,16]

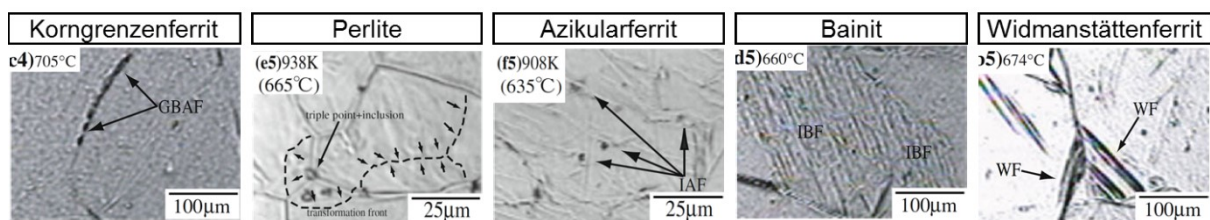


Abbildung 3-5: Phasenumwandlungen im HT – LSCM [6,16]

Die aktiv wirkenden Keime an der Oberfläche für die Azikularferritumwandlung können anschließend mittels REM/EDX – Messungen charakterisiert werden.

3.3.2 Temperaturreferenzierung

Die Wärmeübertragung am Laserscanning Konfokalmikroskop basiert auf einem Zusammenspiel von Konvektion und Strahlung. Die Strahlungsquelle sitzt unter dem Probenträger, wodurch das Maximum an Wärmeenergie auf die Probe eingebracht wird. **Abbildung 3-6 a)** zeigt die Position des Probenträgers im Ofenraum und veranschaulicht die Komplexität der Wärmeübertragung. **Abbildung 3-6 b)** beschreibt den Aufbau einer Temperaturreferenzierung. Durch die unterschiedliche Position des zur Steuerung des Ofens verwendeten Thermoelements und der Probe, muss der tatsächliche Temperaturwert im Versuchstiegel referenziert werden. Dieser weicht abhängig von der vorherrschenden Wärmeübertragung (Konvektion oder Strahlung) minimal von dem während des Versuchs gemessenen Werts ab. Bei der Referenzierung wird eine für die Versuchsserie in Dicke und Homogenität repräsentative Probe mit einem Thermoelement vom Typ R (Pt/Pt13Rh) bestückt. Dieses wird in der Referenzierungsprobe eingekörnt, um den ständigen Kontakt zu gewährleisten. Die Referenzierung selbst muss vergleichbar mit dem tatsächlichen Versuch im Tiegel vollzogen werden. Das Zusammenspiel von Probenmaterial, - dicke, Tiegelmateriale und Ofenzustand beeinflusst merklich die Temperaturmessung.

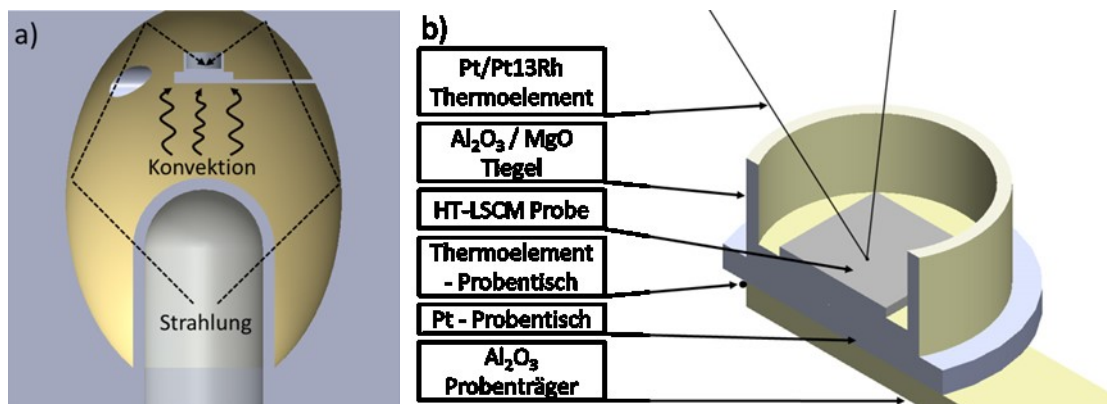


Abbildung 3-6: a) Konfokalmikroskop Wärmeübertragung, b) System Temperaturreferenzierung

Die Aufzeichnung der Temperaturkurve erfolgt über eine OMEGA©-Thermoelement/PC Schnittstelle. Die Temperaturkurve weist 1,5 min lange Halteperioden bei versuchsrelevanten Temperaturen auf. Diese Haltedauer ist notwendig, da das System Ofen/Lampe träge ist und am Beginn der jeweiligen Halteperiode ein wenig überschwingt.

Sollte eine bestimmte Temperatur bei nachfolgenden Versuchen benötigt werden, kann diese wahlweise angesteuert und somit referenziert werden. Beim Versuchsablauf ändert sich je nach Temperatur der Anteil an konvektiver und strahlungsbedingter Wärmeübertragung, wodurch ein Wechsel im Wärmeunterschied Probe/Ofenraum entsteht.

Die in **Abbildung 3-7** ersichtliche Referenzierungskurve zeigt diesen Wechsel: Zu Beginn ist die Probe wärmer als der Probenträger, im Gegensatz dazu ist bei höheren Temperaturbereichen die Probe kälter als die Umgebung. Somit muss im Fall der Referenzierung 1 eine Ofentemperatur von 1424 °C vorgegeben werden, um auf der Probe eine Austenitisierungstemperatur von 1400 °C über die gesamte Wärmebehandlungsdauer hin zu garantieren. Für die gesamte Serie wurde Referenzierung 1 verwendet, ausgenommen H1.2 dafür wurde Temperaturreferenzierung 2 durchgeführt.

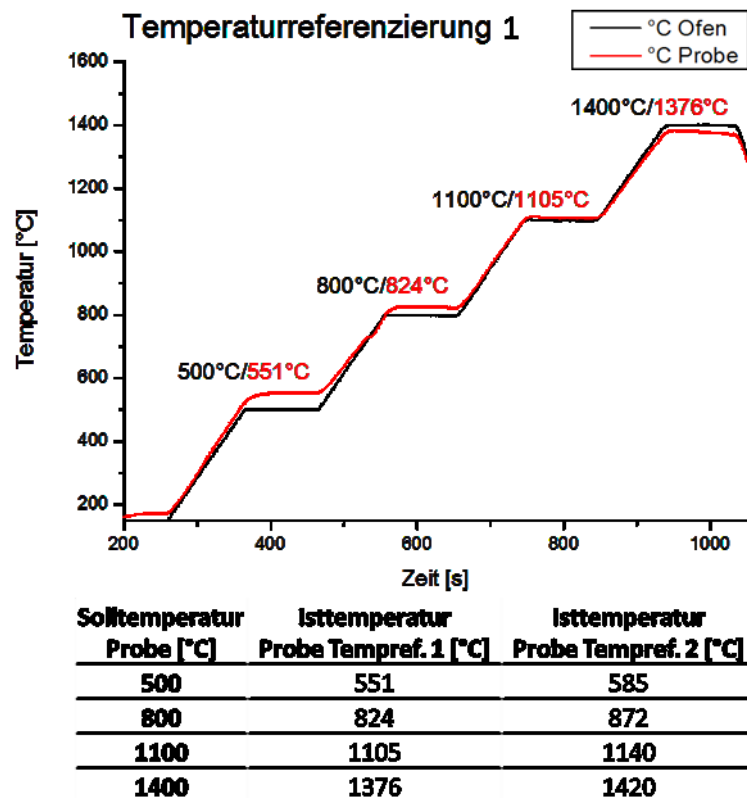


Abbildung 3-7: Temperaturunterschied zwischen Probenträger und Referenzierungsprobe für Temperaturreferenzierung 1 und Temperaturreferenzierung 2

3.3.3 HT-LSCM Versuchsablauf

Der Einbau der Probe erfolgt über den abschraubbaren Deckel des Ofenraums. Darin wird die Probe in einem Al₂O₃ Tiegel auf dem fixen Probenhalter des Mikroskops positioniert (**Abbildung 3-8**). Nach Verschließen des Ofenraums wird eine Vakuumpumpe genutzt, um den gesamten Ofenraum mindestens zwei Mal auf ca. 2*10⁻⁴ mbar zu evakuieren. Zwischen den Evakuierungsschritten und während des gesamten Versuchs wird der Reaktionsraum mit Argon 6.0 gespült, um die Sauerstoffkonzentration so gering wie möglich zu halten. Der Hochtemperaturkammer ist ein Ofen mit Titanspänen vorgeschaltet, um den eventuellen

Restsauerstoff im Gas aufzunehmen. Im Verlauf des Versuchs nimmt der Sauerstoffgehalt weiter ab, da die Probe bei höheren Temperaturen ebenfalls als O_2 – Getter wirkt. Ein Gehalt von 1 – 10 ppm vor Versuchsbeginn garantiert, dass später keine Oberflächenoxidationen sichtbar werden.

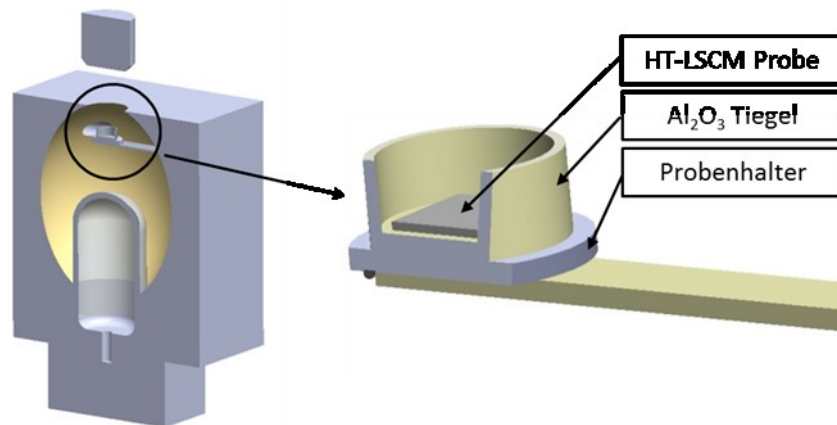


Abbildung 3-8: Versuchsaufbau HT-LSCM

Abbildung 3-9 zeigt den Verlauf des Sauerstoffgehalts der Ofenatmosphäre während der Spülphase und der Wärmebehandlung mit gezielter Abkühlung auf AF. Nach dem ersten Evakuationsschritt sinkt der O_2 – Gehalt mit laufender Ar – Spülung. Der darauffolgende Peak zeigt den zweiten Evakuationsschritt und die wieder einsetzende Ar – Spülung bis in einen Bereich von ca. 1 ppm O_2 . Sobald ein Sättigungswert erreicht wird, kann mit dem Konfokalmikroskopversuch begonnen werden. Bei Temperaturerhöhung wirkt wie bereits erwähnt, die Probe selbst als O_2 – Getter und reduziert den bereits minimalen Sauerstoffgehalt unter die Messschwelle des Rapidox® Messgeräts.

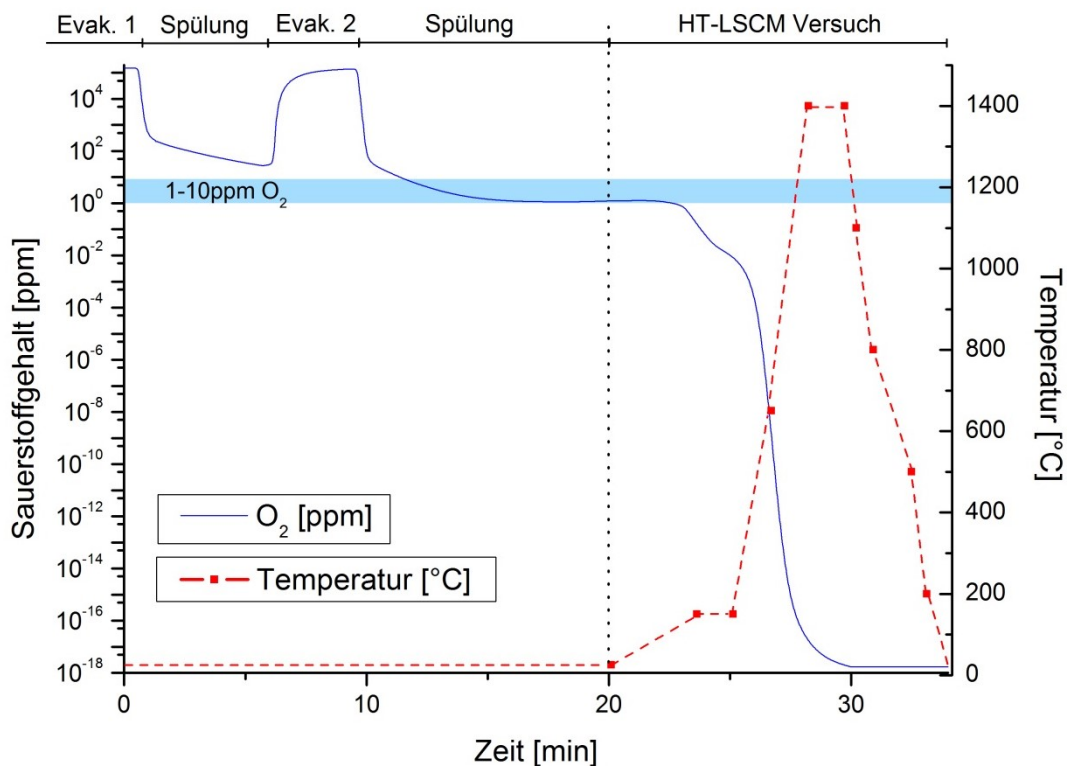


Abbildung 3-9: Sauerstoff- und Temperaturverlauf während eines HT-LSCM Versuchs

Als Ausgangspunkt für die Temperaturbehandlung der Proben, wurde die bei der Bachelorarbeit Mayerhofer [3] (**Abbildung 3-10**) als optimal für azikularferritische Umwandlung bezeichnete Wärmebehandlung verwendet. Unter Verwendung des thermodynamischen Programms Factsage 7.0, Modul Equilib können die Liquidustemperatur der HSLA – Zusammensetzung und Schienenstahlzusammensetzung berechnet werden. Diese beläuft sich auf 1463 °C für eine HSLA – Stahl mit 0,2 % C, 1,5 % Mn, 0,02 % Si und 0,05 % Ti und auf 1382 °C für einen Schienenstahl mit 0,6 % C, 1,0% Mn, 0,5% Si und 0,02%Ti.

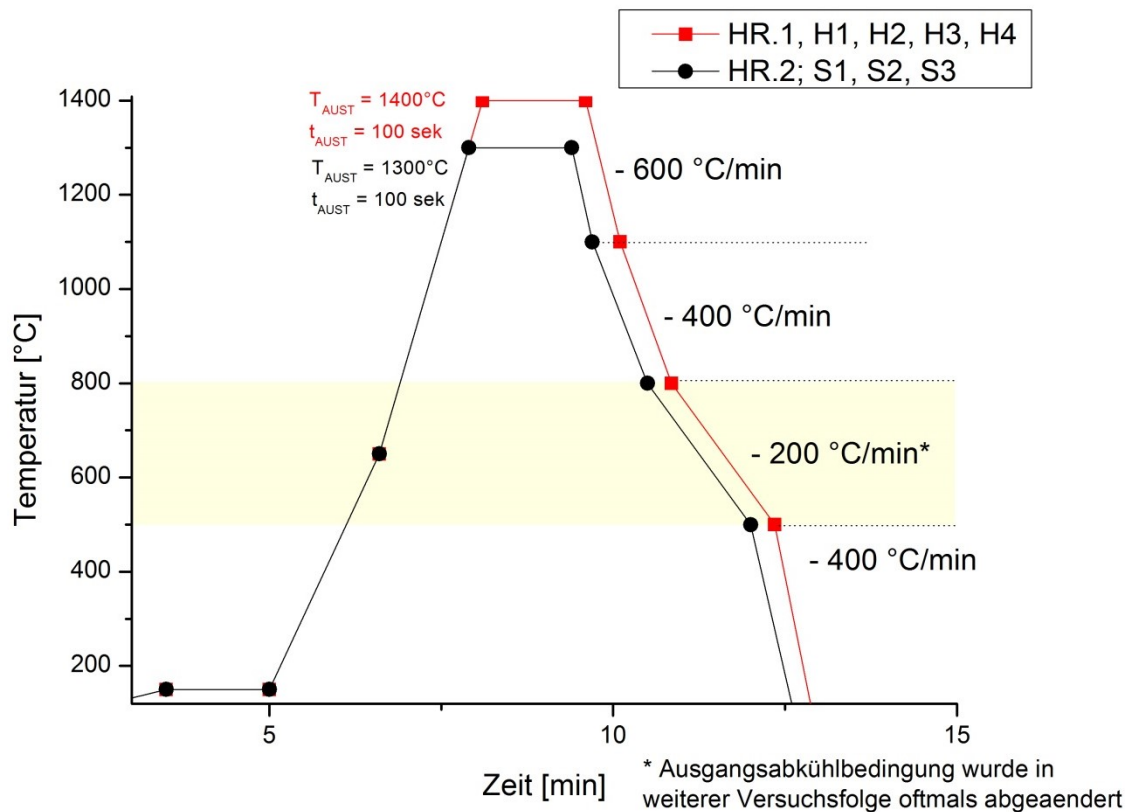


Abbildung 3-10: Temperaturkurve der Wärmebehandlung nach Bachelorarbeit Mayerhofer [3] und Grundlage der Wärmebehandlungsversuche dieser Masterarbeit

Bei den Versuchen im Rahmen dieser Masterarbeit werden die Auswirkungen verschiedener Elemente wie Chrom und Mangan oder nichtmetallischer Einschlüsse auf die Azikularferritbildung untersucht. Hierfür wird die Temperaturkurve auf die geänderten Rahmenbedingung angepasst, um weiterhin wenn möglich Azikularferrit zu erzeugen. **Abbildung 3-11** zeigt das Eisen – Kohlenstoff – Diagramm für die hergestellte Referenzlegierung mit dem eingezeichneten Kohlenstoffwert der Proben. Es zeigt sich bereits hier ein hohes Potenzial zur Ausbildung ferritischer Phasen. Im Gegensatz dazu ist im Phasendiagramm in **Abbildung 3-12** für die angegebene Schienenstahllegierung ein geringes ferritisches Potenzial sichtbar. Zusätzlich sind die zugehörigen Austenitierungstemperaturen eingezeichnet. Die Diagramme wurden mit Factsage 7.0, Modul PhaseDiagram unter Auswahl der Datenbanken FSstel und FactPS erstellt.

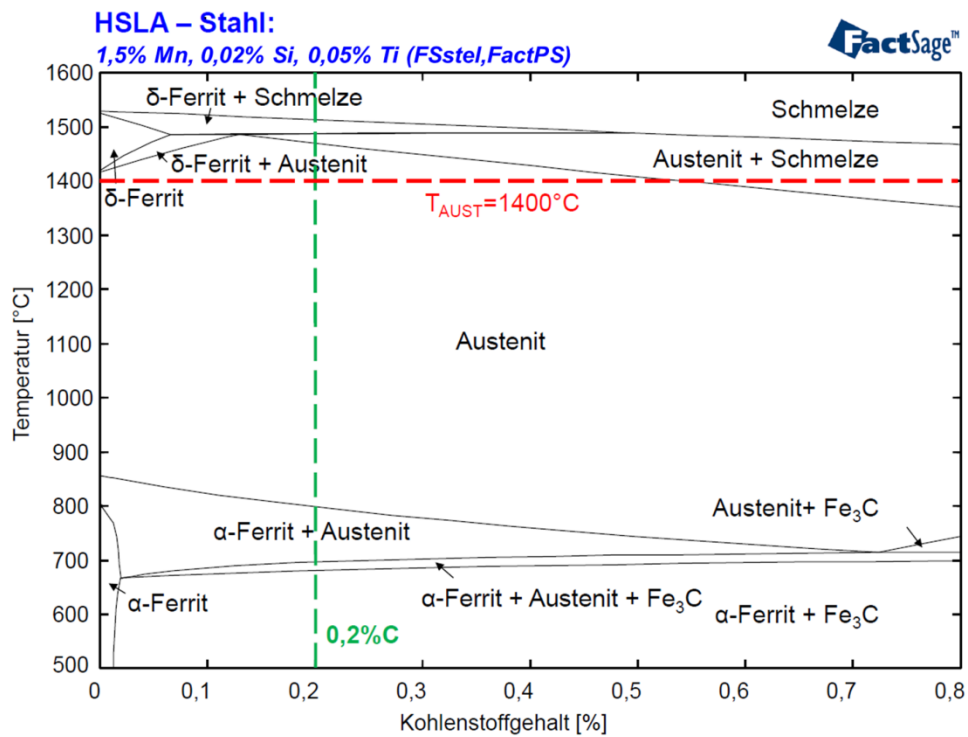


Abbildung 3-11: Fe₃C – Diagramm für einen HSLA – Stahl mit 1,5 %Mn, 0,02 % Si, 0,05% Ti

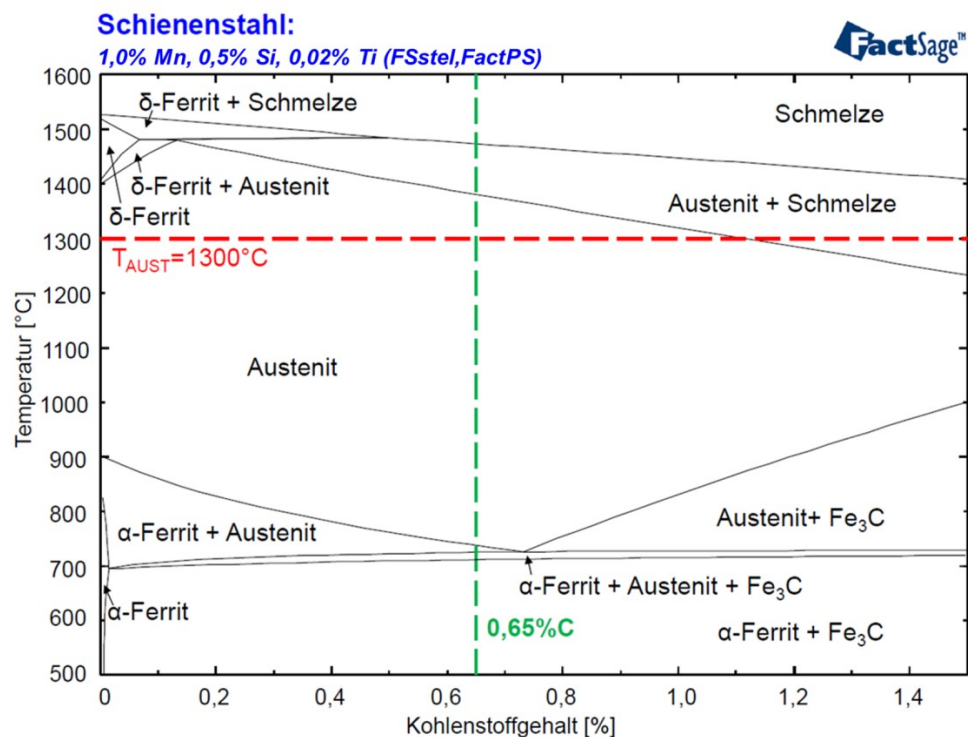


Abbildung 3-12: Fe₃C – Diagramm für einen Schienenstahl mit 1,0 %Mn, 0,5 % Si, 0,02% Ti

Die verwendeten Temperaturkurven sind im **Kapitel 4 Ergebnisse** detailliert beschrieben. Die Bildaufnahmen des Konfokalmikroskops geben erste Informationen über das erzeugte

Gefüge. Für eindeutige Identifikation müssen die Proben jedoch metallographisch untersucht werden.

3.4 Probenanalyse

Nach der Durchführung der Versuche am HT-LSCM werden die Proben im metallographischen Labor des Lehrstuhls für Eisen- und Stahlmetallurgie ausgewertet. Betrachtete Gesichtspunkte sind Austenitkorngröße, Gefüge und Seigerungen sowie die Auswertung der Fähigkeit als Keimstelle von Einschlüssen für Azikularferrit.

3.4.1 Metallographische Analyse

Durch die Untersuchungen im HT-LSCM wird ein Aufklaffen der Austenitkorn Grenzen erzeugt, welche dadurch optisch sichtbar werden. Bei der darauffolgenden Untersuchung im Lichtmikroskop können Unebenheiten der Probe, in diesem Fall die Korngrenzen, hervorgehoben werden. Dieses Korngrenzenbild wird händisch nachgezeichnet und über eine Clemex®-Routine ausgewertet. Durch die gesamte Abbildung der Probe und darauffolgender Auswertung hinsichtlich Größe, Anzahl, Verteilung und Aufteilung, können wichtige Zusammenhänge zwischen Korngröße und beobachteter Phasenumwandlungen erkannt werden (**Abbildung 3-13**).

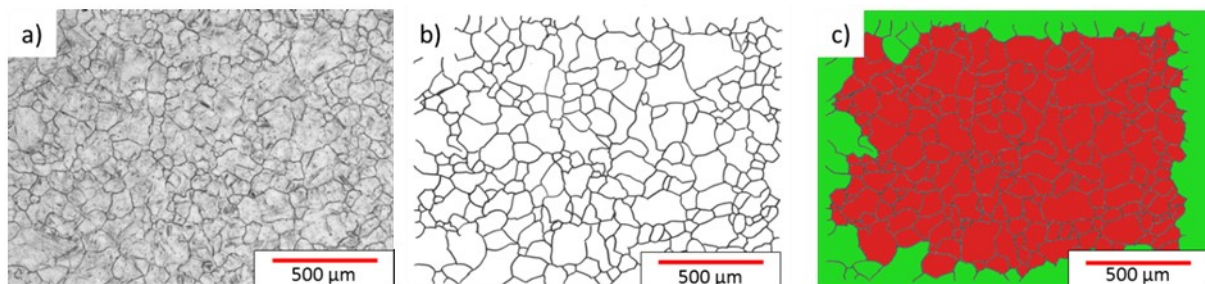


Abbildung 3-13: Abfolge Bildauswertung Austenitkorngröße: a) Aufnahme Lichtmikroskop; b) nachgezeichnete Oberfläche der Probe; c) gezählte Körner in rot nach der Clemexauswertung

Ein weiterer wichtiger Schritt ist die Auswertung der Gefügebestandteile. Bei den Versuchen wurden zwei Ätzlösungen verwendet, einerseits Nital 3% zur Sichtbarmachung des Umwandlungsgefüges und andererseits Pikrin (**Abbildung 3-14**), um Seigerungen und dadurch erzeugte Umwandlungsbeeinflussungen zu zeigen.

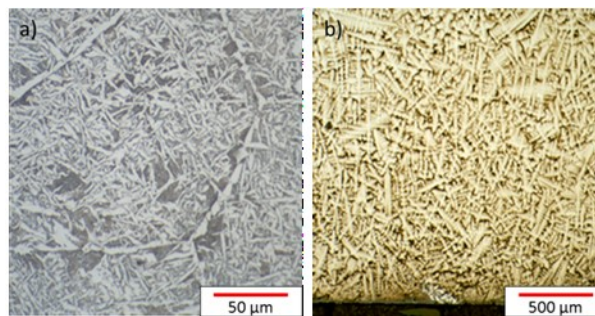


Abbildung 3-14: a) HR.1 Nitalätzung und b) S1.1 Pikrinätzung

Die mit Nital geätzten Proben werden mit Hilfe einer Clemex-Routine quantitativ auf die Menge an azikularferritischen Gefügebestandteilen ausgewertet. Die Routine unterscheidet im ersten Schritt kontrastbedingt zwischen perlitischen und ferritischen Bereichen (a). In weiterer Folge werden durch geometrische Beziehungen (Längen/Breitenverhältnisse, Fläche und Globularität) Korngrenzenferrit, Widmanstättenferrit und Bainit ausgesondert (b-c). Mittels Ausschlussverfahren wird die Menge an Azikularferrit (rot) für jede Probe ermittelt (d). Ein Vorteil dieser Methodik ist der geringere Zeitbedarf im Vergleich zur händischen Punktzählmethode nach ASTM E562-11 [48], somit lassen sich viel mehr Aufnahmen in kürzerer Zeit auswerten, was zu einer größeren Grundgesamtheit der Analyse führt. Ausserdem wird der Interpretationsspielraum bei unterschiedlichen Bedienern minimiert.

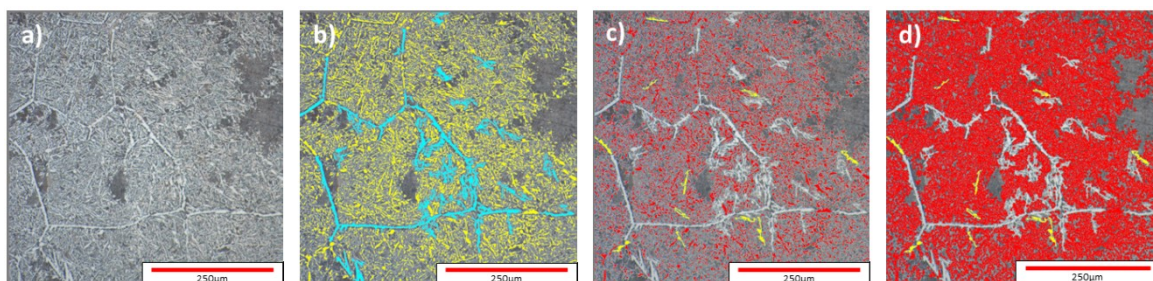


Abbildung 3-15: Computerunterstützte AF-Auswertung (AF = 71,5%)

Für Proben die umwandlungsbedingt ein sehr feines Gefüge oder ähnliche geometrische Dimensionen aufweisen, kann keine eindeutige geometrische Beziehung aufgestellt werden. Diese Proben werden in einem manuellen Verfahren mittels Gitterpunktauszählung ausgewertet. Dafür wird ein Gitter über das aufgenommene Schlibbild gelegt und händisch die Anzahl an azikularferritischen Strukturen an den Schnittpunkten nach ASTM E562-11 [48] verifiziert. Näheres zum Verfahren in der Bachelorarbeit Mayerhofer [3].

3.4.2 Analyse der nichtmetallischen Einschlüsse

Bei der Rasterelektronenmikroskopie (REM) wird ein Elektronenstrahl in Rasterbahnen über das anvisierte Sichtfeld geführt. Durch die Wechselwirkung der Elektronen mit dem untersuchten Material zeichnet sich ein hochauflösendes Bild ab. Zur Bilderstellung werden dabei die Rückstreuielektronen genutzt, die eine ordnungszahlspezifische Kontrastierung der Elemente auf der Versuchsoberfläche ermöglichen. Aluminiumoxide und Titanoxide wirken beispielsweise im Bild dunkel. Durch Anregung mittels Elektronenstrahl und Verwendung eines energiedispersiven Röntgendetektors (EDX), kann die charakteristische Röntgenstrahlung der einzelnen Elemente für deren Identifikation genutzt werden. [21,49]

Anwendung von REM/EDX – Messungen zur Bestimmung der Einschlusszusammensetzung findet man in vielen Veröffentlichungen, wie zum Beispiel bei Chai et al. [26]. Automatisierte REM/EDX – Messungen der einzelnen Proben zeigen ein Überblicksbild der erzeugten Einschlusslandschaft. Es werden auf Basis von mindestens 5000 vermessenen Partikeln oder 100 mm² zehn verschiedene Einschlussmodifikationen für die H – Serie unterschieden:

- Titanoxid = TiO_x
- Titan – Aluminiumoxid = (Ti,Al)O_x
- Titan – Manganoxid = (Ti,Mn)O_x
- Titan – Aluminium-Manganoxid = (Ti,Al,Mn)O_x
- Titan – Aluminium – Magnesiumoxid = (Ti,Al,Mg)O_x
- Mangansulfid = MnS
- Titan – Aluminiumoxisulfid = (Ti,Al)O_xS_y
- Titan – Manganoxisulfid = (Ti,Mn)O_xS_y
- Titan – Aluminium – Manganoxisulfid = (Ti,Al,Mn)O_xS_y
- Andere Zusammensetzung = Rest

Die oxidische Einschlussklasse unterteilen sich in verschiedene Einschlusstypen aus Sauerstoff mit Titan, Aluminium, Mangan und/oder Magnesium. Die Klasse der Sulfide beschränkt sich auf Mangansulfide (MnS). Durch die laut Literatur große Wichtigkeit der Oxisulfide, werden diese als eigene Klasse mit ähnlichem Aufbau wie bei den Oxiden angeführt. Alle gemessenen NME, die nicht in dieses Klassifizierungsschema passen, werden als Rest mit anderer Zusammensetzung eingeteilt.

Durch die Änderung der Stahlzusammensetzung bei den Schienenstählen wird auch der Typ der Einschlüsse verändert, wodurch eine andere Klassifizierung notwendig wird. Im Unterschied zu den HSLA – Legierungen ist neben Titan, Aluminium und Mangan, Silizium

einer der Hauptbestandteile mehrerer Einschlusstypen bei den oxidischen und oxisulfidischen Klassen:

- Titan – Aluminiumoxid = $(\text{Ti,Al})\text{O}_x$
- Aluminium – Mangan – Siliziumoxid = $(\text{Al,Mn,Si})\text{O}_x$
- Titan – Aluminium – Mangan – Siliziumoxid = $(\text{Ti,Al,Mn,Si})\text{O}_x$
- Mischoxide = Mischoxide
- Mangansulfid = MnS
- Titan – Manganoxisulfid = $(\text{Ti,Mn})\text{O}_x\text{S}_y$
- Mangan – Siliziumoxisulfid = $(\text{Mn,Si})\text{O}_x\text{S}_y$
- Titan – Aluminium – Manganoxisulfid = $(\text{Ti,Al,Mn})\text{O}_x\text{S}_y$
- Aluminium – Mangan – Siliziumoxisulfid = $(\text{Al,Mn,Si})\text{O}_x\text{S}_y$
- Andere Zusammensetzung = Rest

Unter Mischoxide, fallen jene oxidischen Modifikationen, die nicht aus den erwähnten oxidischen Kombinationen bestehen ($(\text{Ti,Si})\text{O}_x$, $(\text{Ti,Mn})\text{O}_x$, etc.). Reine Sulfide setzen sich nahezu nur aus Mangan und Schwefel zusammen. Die Gruppe der Oxisulfide wird um einen Einschlusstyp erweitert, um die Modifikationen mit Silizium zu berücksichtigen. In der Gruppe der anderen Zusammensetzung fallen alle Einschlusstypen, die nicht durch jene der Oxide, Sulfide, bzw. Oxisulfide berücksichtigt werden.

Im weiteren Prozedere der Versuchsdurchführung wird eine repräsentative Menge an aktiven nichtmetallischen Einschlüssen manuell untersucht. Zur Bestätigung der keimenden Wirkung der NME, werden die Proben nach der Ätzung erneut ins Rasterelektronenmikroskop eingelegt. Durch die chemischen Kontrastierung können aktive Keime von inaktiven eindeutig unterschieden und in weiterer Folge manuell mittels EDX – Messung charakterisiert werden. **Abbildung 3-16** zeigt dies mit zwei untersuchten nichtmetallischen Einschlüssen. Partikel 1 (Spektrum 1) ist inaktiv, Partikel 2 (Spektrum 2) mit markierten AF – Nadeln, ist als aktiv gewertet. Beide Einschlüsse bestehen zu einem großen Teil aus Mangan und Schwefel, jedoch weist Spektrum 2 eindeutig auf einen titan- und stickstoffhaltigen Einschluss hin.

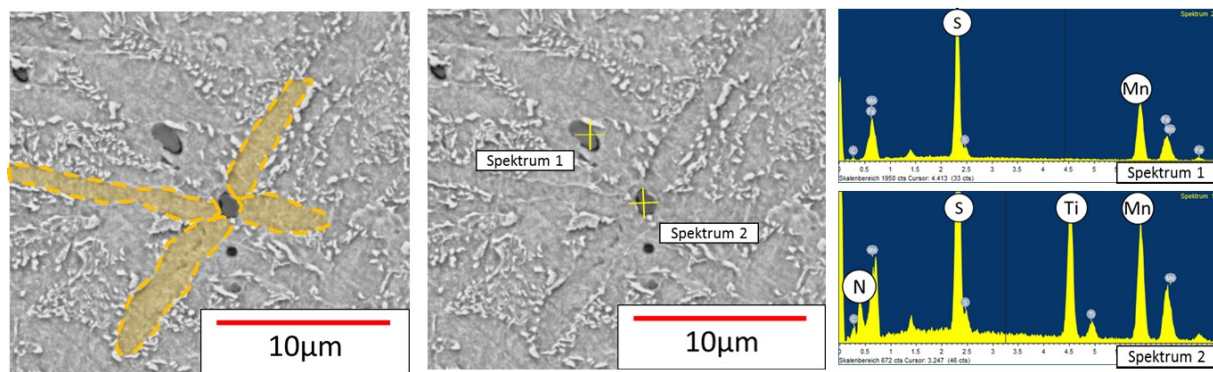


Abbildung 3-16: Spektren von aktivem und inaktivem Einschluss

Die manuelle Analyse klärt die Frage der Zusammensetzung der aktiven nichtmetallischen Einschlüsse. In dem die Anzahl an einzelnen aktiven Einschlusstypen aller gemessenen aktiven Einschlüssen gegenübergestellt wird, kann die am häufigsten vorkommenden Einschlussmodifikationen für die aktive Keimung ermittelt werden. Somit lässt sich abschätzen welche Legierungs- bzw. Einschlussmodifikation Potenzial für weitere Forschung oder großtechnische Anwendung haben. Es besteht die Möglichkeit am Elektronenmikroskop elementspezifische Bildaufnahmen (Mappings) von mehrphasigen Einschlüssen zu erstellen. Hierbei wird den gemessenen Elementen der abgerastereten Messfläche die ursprüngliche Position auf der Probe zugeschrieben. Dadurch entsteht eine Elementkonzentrationskarte des Partikels, wodurch auf die Morphologie rückgeschlossen werden kann. Ein Vergleich des Ergebnisses des Mappings mit der REM-Aufnahme, lässt ein zweidimensionales qualitatives Modell des Aufbaus erstellen. [21,26,50]

4 Ergebnisse und Diskussion

Dieses Kapitel beinhaltet die Ergebnisse der verschiedenen Auswertungsschritte der Masterarbeit mit Diskussion der beobachteten Effekte. Es werden in Summe acht Legierungskonzepte untersucht, welche folgend die in **Kapitel 3.1** gestellten Fragen beantworten.

4.1 Referenzprobe HR

Die Gruppe der H – Legierungen ist an typische Zusammensetzungen von HSLA – Stählen angelehnt, bestehend aus vier unterschiedlichen Stählen und einer Referenzlegierung. Durch die Desoxidation und Entschwefelung mit Titan und Mangan wird eine optimale Einschlusslandschaft für die Azikularferritbildung gewährleistet.

4.1.1 Wärmebehandlung

Für die Serie H ist die Austenitierungstemperatur aus der Bachelorarbeit Mayerhofer unverändert bei 1400°C. Bei der Schienenstahlversuchsserie muss durch die geänderte Legierungslage die Austenitierungstemperatur, wie in **Abbildung 3-10** ersichtlich, auf 1300°C gesenkt werden, um nicht über das γ – Gebiet hinaus zu erhitzen. Um zu überprüfen, ob auch bei einer geringeren Austenitierungstemperatur das gewünschte azikularferritische Gefüge produzierbar bleibt, werden beide Austenitierungszyklen an der H – Referenzprobe durchgeführt. Durch die geringere Temperatur verschiebt sich die

Kornverteilung der Referenzierungsprobe HR.2 (**Abbildung 4-1**) zu niedrigeren Austenitkorndurchmessern. Markantester Unterschied ist der Mehranteil von Körnern $\leq 50 \mu\text{m}$ bei HR.2. Dieser entsteht durch die geringere in das System eingebrachte Energie, welche in einem mäßigeren Kornwachstum resultiert.

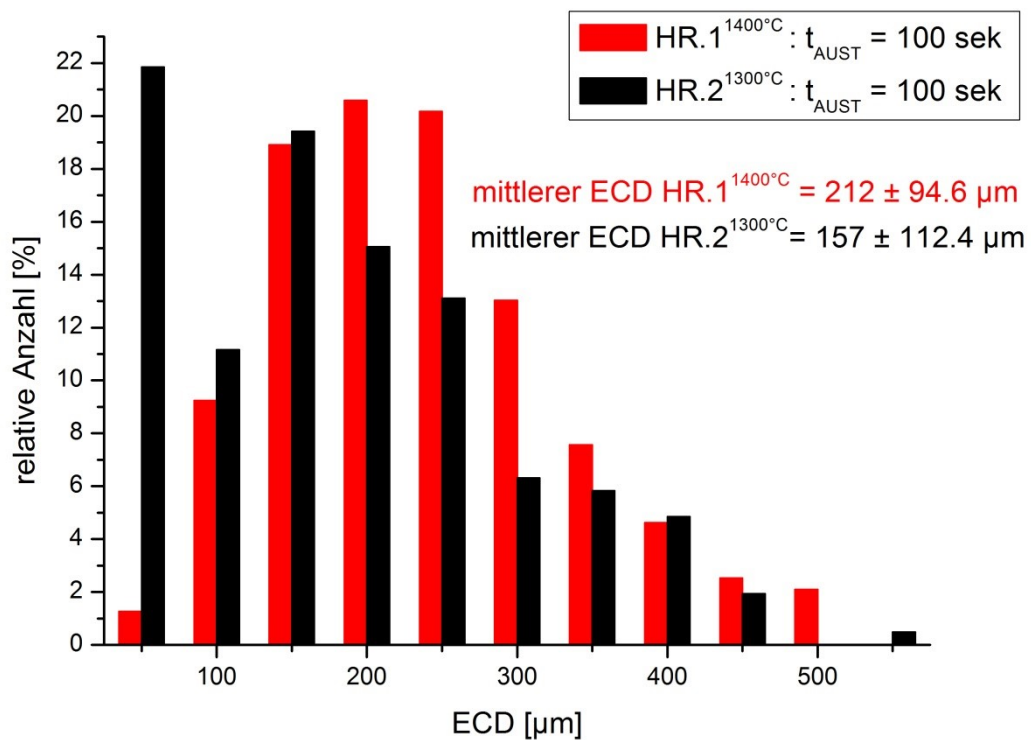


Abbildung 4-1: Austenitkornverteilung von Referenzproben HR.1 und HR.2

4.1.2 Gefügeanalyse & HT – LSCM Aufnahme

Die Abkühlung beider Proben erfolgt laut der Vorgabe aus der BA Mayerhofer [3] mit $200 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ zwischen 800 und $500 \text{ }^\circ\text{C}$ (**Abbildung 3-10**). In der **Abbildung 4-2** sind die Gefügebilder der beiden Referenzproben dargestellt. Die Mikrostrukturbilder beider Proben sind sehr ähnlich. Beide Male entsteht Korngrenzenferrit und Azikularferrit begleitet von Perlit. Es zeigt sich auch mit geringerer Austenitisierung und somit kleineren Körnern Azikularferrit. Die Auswertung der Gefügebestandteile mittels Clemex® - Routine ergibt über 70% der AF-Phase für beide Referenzen.

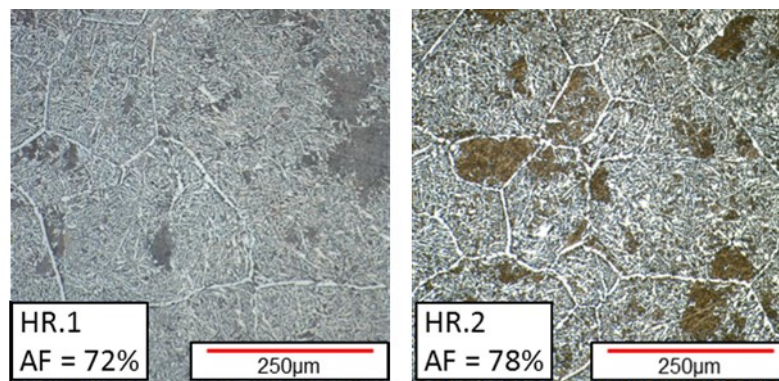


Abbildung 4-2: Mikrostruktur der Referenzproben

Die Entstehung des azikularferritischen Gefüges in den Referenzproben ist in **Abbildung 4-3** mit einer Bildfolge aus den Konfokalmikroskopaufnahmen dargestellt. Neben den erwähnten Umwandlungen zu Korngrenzenferrit, Bainit und Perlit, sind einige azikularferritischen Nadeln an ihren Keimstellen mit roten Kreisen markiert. Durch das gleichzeitige Wegwachsen an verschiedenen nichtmetallischen Einschlüssen entsteht das chaotische AF – Gefüge.

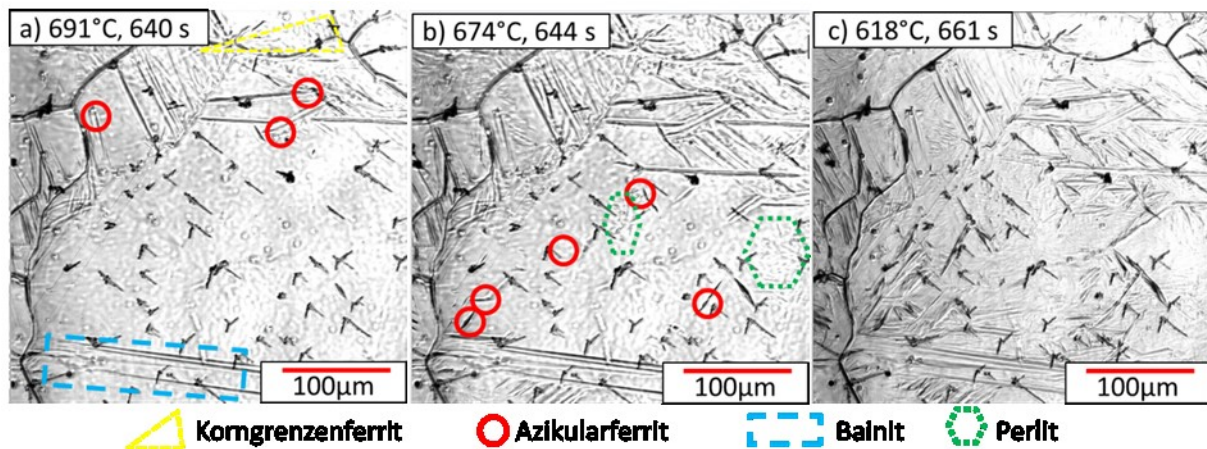


Abbildung 4-3: HT – LSCM Bildfolge der $\gamma - \alpha$ Umwandlung bei HR.1

Die hohen Anteile von AF lassen auf eine günstige Keimungsfähigkeit der nichtmetallischen Einschlüsse hin schließen.

4.1.3 Einschlussanalyse

In dem folgenden Diagramm in **Abbildung 4-4** wird die Zahl der Einschlüsse pro mm^2 Messfläche dargestellt. Die Struktur der Einschlüsse wird durch die automatische REM/EDX – Messung nicht berücksichtigt, diese wird daher mit manuellen Analysen

einzelner NMEs untersucht. Die nachfolgende **Abbildung 4-4** zeigt das Ergebnis der in die zehn Einschlusstypen eingeteilten Featuremessung. Darin werden die Einschlusstypen ihrer Zahl und dem mittleren äquivalenten Kreisdurchmesser (ECD). gegenübergestellt

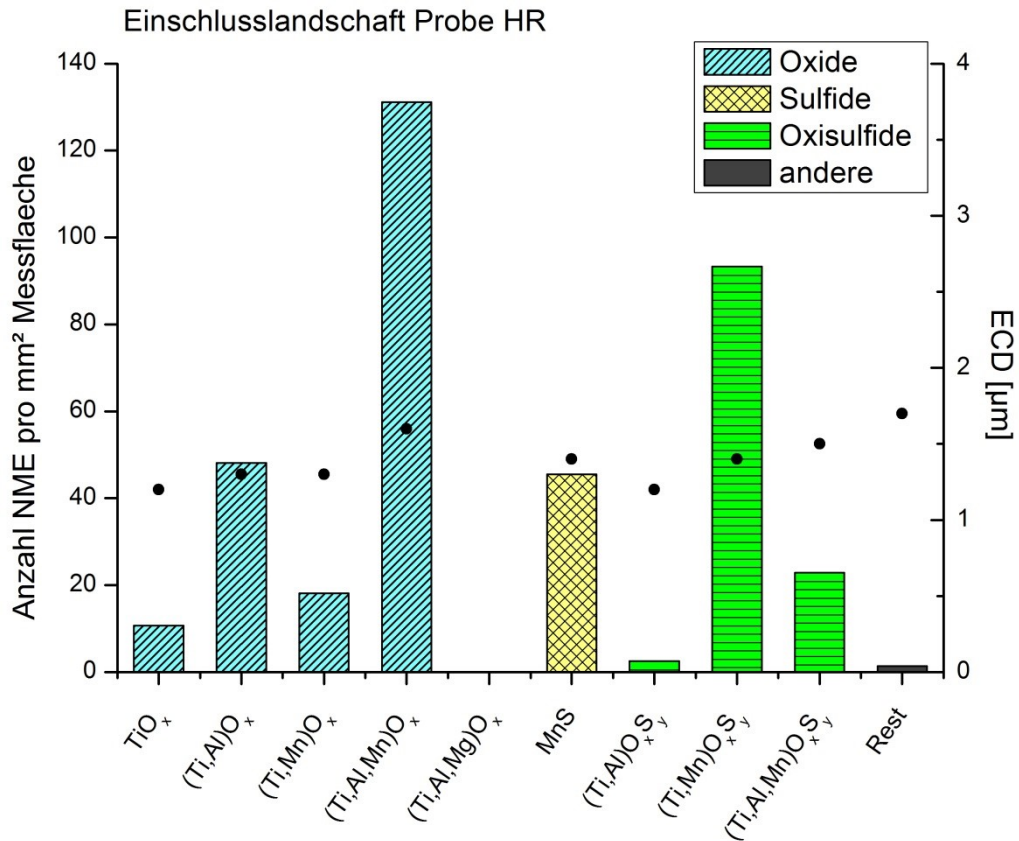


Abbildung 4-4: Einschlusslandschaft Referenzprobe

Oxide und Oxisulfide haben den größten Anteil an der Einschlusszahl. Dies weist auf eine gute Voraussetzung für aktiv wirkende Keime hin, da in der Literatur (**Kapitel 2.4**) hauptsächlich Oxide in Kombination mit einer Mangan Mangelzone als wichtigste Partikel für die azikularferritische Keimung beschrieben werden. Die durchschnittlich Einschlussgröße von 1 – 2 µm der Einschlüsse kombiniert mit der hauptsächlich oxidischen und oxisulfidischen chemischen Zusammensetzung, erklärt das hohe Potenzial der intrakristallinen azikularferritischen Keimung. Die vier häufigsten NME der Referenzproben HR.1 und HR.2 gereiht nach ihrer Häufigkeit, beginnend mit dem am meisten vertretenen, sind:

- (Ti,Al,Mn)O_x
- (Ti,Mn)O_xS_y
- (Ti,Al)O_x
- MnS

Einen Hinweis auf die in **Kapitel 2.4** beschriebenen Keimungstheorien findet sich im Vorhandensein von Ti und Mn in den beiden häufigsten nichtmetallischen Einschlüssen. Durch diese Zusammensetzung kann die Gitterkohärenz und eine eventuell erzeugte Mn – Mangelzone positiv für die Keimungsfähigkeit wirken.

Die manuelle Einschlussanalyse zeigt den Anteil unterschiedlicher Einschlusstypen an den als aktiv wirkenden Keimstellen, siehe **Tabelle 4-I**. Eine offensichtliche Keimstelle ist ein nichtmetallischer Einschluss mit einem klar messbaren NME und mindestens einer daran keimenden AF – Nadel (bspw. **Abbildung 4-5**). Der am häufigsten vorkommende Typ mit ca. 38 % aller untersuchten aktiven NME ist $(Ti,Al,Mn)O_xS_y$. Es zeigt sich das trotz mehrheitlich azikularferritischem Gefüge nicht zwingend der am öftesten vorkommende auch der keimungsaktivste Einschluss sein muss. Die Ergebnisse der Auswertungen von Keimungsverhalten und Anzahl überschneiden sich jedoch in einigen Einschlusstypen, sechs der häufigsten zehn Einschlusstypen lassen sich auch in der Liste der aktiven NME finden. $(Ti,Al,Mn)O_x$ sind beispielsweise die zweitaktivste Gruppe und der häufigste gemessene Einschlusstyp. Neben den bereits bekannten Typen können neue Modifikationen in den Auswertungen der aktiven nichtmetallischen Einschlüsse registriert werden. [15,31,38].

Tabelle 4-I: Auflistung aktivster und häufigster nichtmetallischer Einschlüsse in HR

Typ	Anteil an aktiven NME [%]	Häufigkeit [Partikel/mm ²]
$(Ti)O_xN$	2	
$(Ti,Al)O_x$	10	48,1
$(Ti,Mn)O_x$	10	18,1
$(Ti,Mn)O_xN$	2	
$(Ti,Mn)O_xS_y$	7	93,3
$(Ti,Mn)O_xSyN$	7	
$(Ti,Al,Mn)O_x$	14	131,1
$(Ti,Al,Mn)O_xS_y$	38	22,8
$(Ti,Al,Mn)O_xSyN$	2	
MnS	7	45,5

Abbildung 4-5 zeigt beispielsweise einen aktiv wirkenden $(Ti,Al,Mn)O_xS_y$ – Partikel. Durch Mappings wird deutlich, dass dieser aktiv wirkende Einschlusstyp meist mehrphasig ist. Wie in der Theorie postuliert, wirken (Al,Ti) – Oxide als Keimstellen für Mangansulfide. Das gekeimte MnS kann eine Mn – Manganmangelzone erzeugen, welche eine AF – Stabilisation hervorruft und in einer aktiven Keimung einer Azikularferritnadel am NME resultiert. [4]

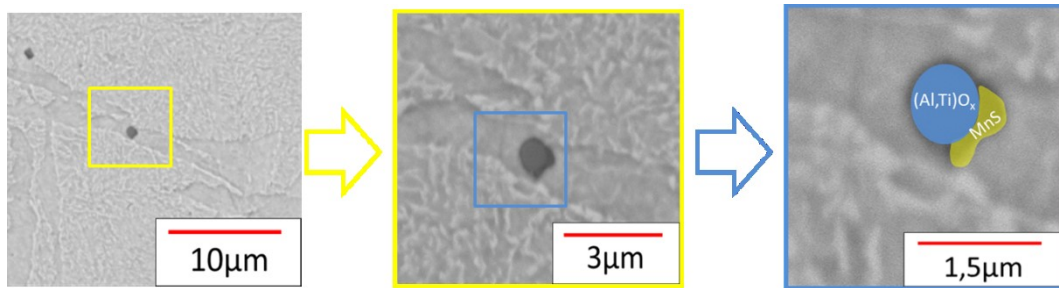


Abbildung 4-5: Aktiver (Al,Ti) O_x -MnS Einschluss in HR

Schlussfolgernd bleibt jedoch zu sagen, dass um ein großteils azikularferritisches Gefüge zu erzeugen, genügend viele nichtmetallische Einschlüsse aktiv wirken müssen und das in **Abbildung 3-11** ersichtliche Potenzial zur ferritischen Umwandlung ausschöpfen zu können.. Die Inaktivität verschiedener Einschlüsse kann einerseits chemische Gründe (**Kapitel 2.4**) aber auch physikalische Gründe (Größe, thermische Ausdehnung) haben. Auch in der azikularferritischen Probe HR, **Abbildung 4-6**, lassen sich chemisch passende, aber inaktive Einschlüsse finden. Bei dem gezeigten NME könnte der Durchmesser zu groß für AF –Keimung sein.

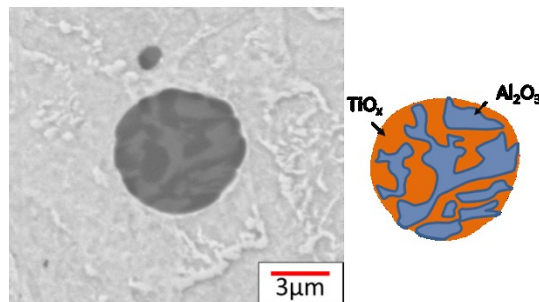


Abbildung 4-6: Inaktiver (Ti,Al) O_x – Einschluss in HR

4.2 Auswirkung des Zulegierens von Chrom und Nickel

In vielen Legierungen ist Chrom ein wichtiger Bestandteil im Stahl, kann aber auch durch Legierungselemente als Verunreinigung in die Schmelze miteingebracht werden. Laut Theorie wirken sich geringe Mengen Chrom positiv auf die Azikularferritbildung aus. In Serie H1 wird das Legierungssystem auf ca. 0,1 % Cr und ca. 0,1% Ni erhöht und deren Einfluss auf die Azikularferritumwandlung untersucht.

4.2.1 Wärmebehandlung

Zu Beginn der Untersuchung (H1.1) erfolgt die Wärmebehandlung gleich jener der Referenzproben (**Abbildung 4-7**) mit 200 °C/min Abkühlgeschwindigkeit zwischen 800 und 500 °C. Zusätzlich beinhaltet diese Versuchserie eine Abkühlung mit 20°C/min, um eventuelle Verschiebungen der azikularferritischen Umwandlungsbereiche aufzuzeigen.

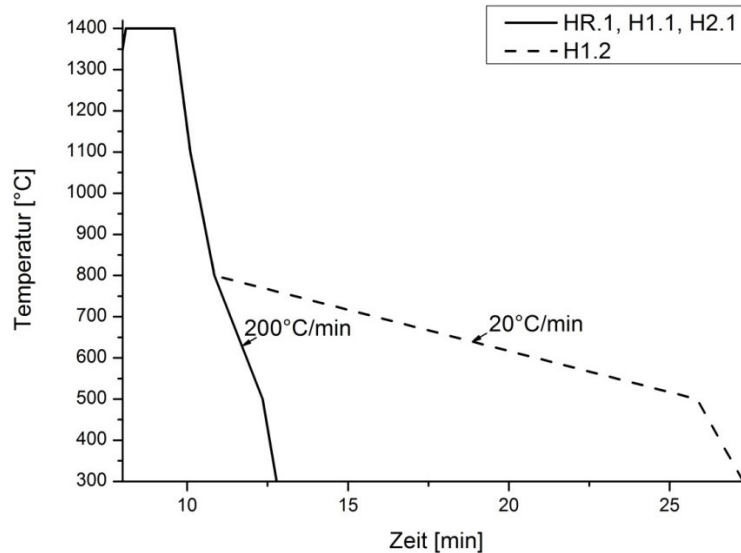


Abbildung 4-7: Temperaturbehandlung HR, H.1 und H.2

4.2.2 Gefügeauswertung

HR.1 zeigt wie bereits beschrieben azikularferritisches Gefüge begleitet von Perlit und Korngrenzenferrit. Bereits 0,14% Chrom verändern das Gefüge von H1.1 merklich. Nach Auswertung der Mikrostruktur (**Abbildung 4-8**) kann eine Änderung der Umwandlung in H1.1 zu voll bainitischer Struktur und etwas Korngrenzenferrit erkannt werden. Im zweiten Versuch wird die Abkühlbedingung bei H1.2 zwischen 800 und 500°C auf 20 °C/min verlangsamt. Dies resultiert zwar in einer stärkeren Ausprägung des Korngrenzenferrits, jedoch bleibt das restliche Gefüge vollkommen bainitisch.

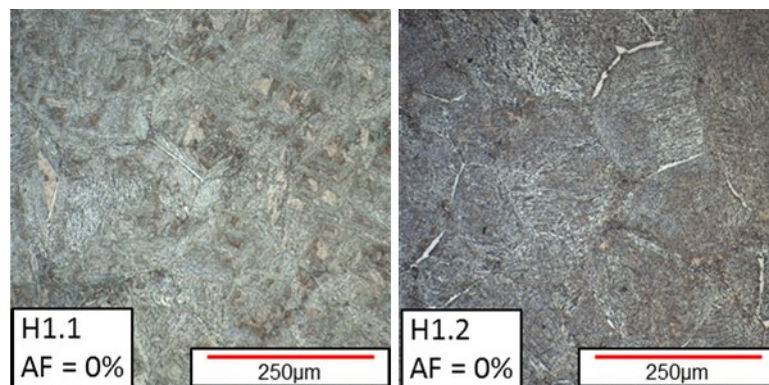


Abbildung 4-8: Vergleich Mikrostruktur der Proben H1.1 und H1.2

Das Legieren von Cr sollte laut Literatur bis 1 %, siehe **Kapitel 2.3**, positive Auswirkungen auf die AF – Umwandlung haben. Die vorliegenden Ergebnisse zeigen jedoch, dass Chrom den Umwandlungsbereich von Azikularferrit bei den durchgeführten Versuchen zu sehr viel langsameren Kühlraten verschieben muss oder gar unterdrückt, da auch bei 20 °C/min keine AF – Struktur auffindbar ist.

4.2.3 Einschlussanalyse

Die Auswertung der Featuremessung zeigt, dass die Einschlusszahl im Vergleich zur Referenzprobe zurück geht (**Abbildung 4-9**). Bei einer viel geringeren Anzahl an Keimstellen kann nur viel weniger Azikularferrit entstehen. Durch die ähnliche Zusammensetzung der vier Häufigsten Einschlusstypen müssten aber zumindest einige Keime aktiv wirken:

- $(\text{Ti,Al})\text{O}_x$
- $(\text{Ti,Mn})\text{O}_x\text{S}_y$
- $(\text{Ti,Al,Mn})\text{O}_x$
- MnS

Beim Miteinbeziehen der äquivalenten Kreisdurchmesser in die Auswertung zeigt sich eine stärkere Schwankung als bei den Ergebnissen der Referenzserie. In den Proben von H1 sind die in HR aktiv wirkenden $(\text{Ti,Al})\text{O}_x$ mehr als doppelt so groß, was laut Literatur [4] auch hinderlich wirken kann. Da Partikelwachstum stark an die zu Verfügung stehende Zeit gebunden ist, weist dies auf eine verfrühte Entstehung oder Agglomeration der nichtmetallischen Verbindungen hin. Diese haben somit mehr Zeit zu wachsen und der mittlere äquivalente Kreisdurchmesser der einzelnen Einschlüsse erhöht sich.

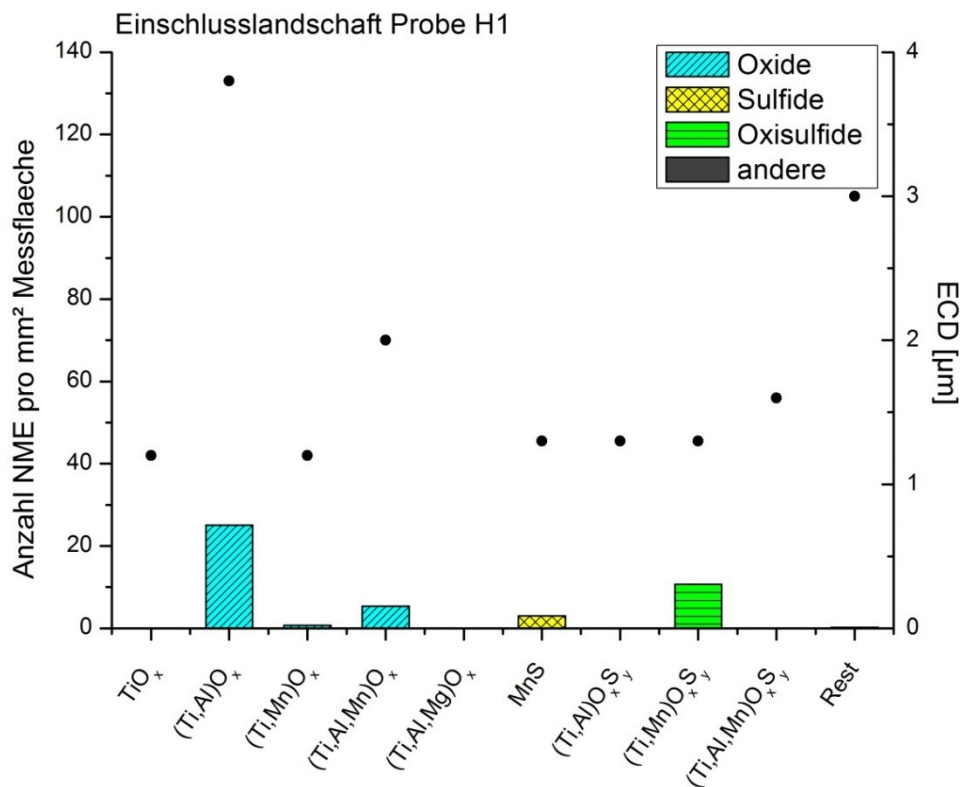


Abbildung 4-9: Einschlusslandschaft der Probe H1

Zusammengefasst resultiert die Chromzugabe in einer starken Umwandlungsverzögerung der AF-Umwandlung und einer massiven Reduktion der Zahl der potenziellen Keimstellen. Ergebnis ist ein vollständig bainitisch umgewandeltes Gefüge mit Anteilen von Korngrenzenferrit.

4.3 Auswirkung des Tiegelmaterials (MgO) auf die Fähigkeit der Azikularferritkeimung der NME

Die zweite Frage der Masterarbeit beschäftigt sich mit den Auswirkungen der Änderung des Tiegelmaterials auf die Zusammensetzung und Keimwirkung der nichtmetallischen Einschlüsse. Die Referenz wurde in einem Al₂O₃ Tiegel erschmolzen und beinhaltet Großteils (Ti,Al) -, (Ti,Al,Mn) - Oxide und - Oxisulfide. Das Grundmaterial der Probe H2 hat dieselbe chemische Zusammensetzung wie die Referenz, nur wird diese in einem Magnesiumoxidtiegel erschmolzen. Dadurch besteht die Möglichkeit der Reaktion des Magnesiums der Tiegelwand mit der Schmelze, was zu einer Änderung der Einschlusszusammensetzung führen kann.

4.3.1 Wärmebehandlung

Durch Verwendung derselben Wärmebehandlung von HR.1, in **Abbildung 4-7** ersichtlich, sind Änderungen im Mikrogefüge direkt auf Unterschiede in der Zusammensetzung der nichtmetallischen Einschlüsse zurück zu führen.

4.3.2 Gefügeauswertung

Abbildung 4-10 zeigt das durch eine Änderung des Tiegelmaterials die Aktivität der NME nicht negativ beeinflusst wird. Der Azikularferritanteil bleibt ähnlich jener der Referenzprobe und das restliche Gefüge wandelt bei ähnlichen Korngrenzenferritanteil teils widmanstättenferritisch, bainitisch und perlitisch um.

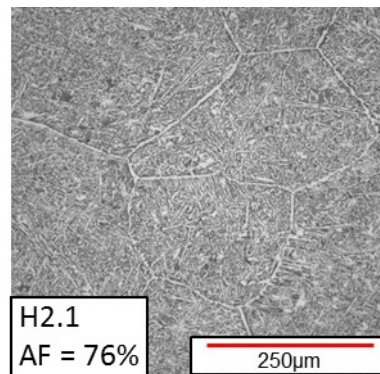


Abbildung 4-10: Mikrostruktur der Probe H2.1

In der Bildfolge der HT – LSCM – Aufnahme in **Abbildung 4-11** ist das Fortschreiten der einzelnen Umwandlungsphasen ersichtlich. Einige azikularferritische Nadeln sind an ihren Keimstellen mit roten Kreisen markiert, welche durch das gleichzeitige Umwandeln an verschiedenen Stellen ein feines AF – Gefüge entstehen lassen.

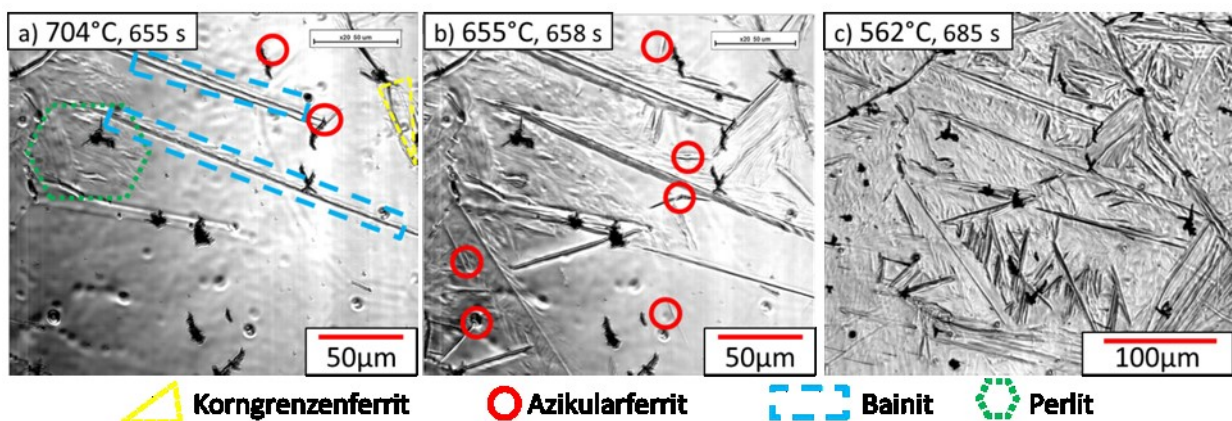


Abbildung 4-11: HT – LSCM Aufnahme der Phasenumwandlungen in H2.1

Die Auswertung des Gefüges mit Videoanalyse und metallographischer Ätzung zeigt ein hohes Potenzial der Einschlusslandschaft zur Keimung von AF – Nadeln auf. Durch Erzeugen von über 70 % AF wird keine weitere Änderung der Abkühlbedingung unternommen.

4.3.3 Einschlussanalyse

Der Magnesiumtiegel erzeugt nachweisbar eine Einschlusslandschaft mit einem Mehranteil an oxidischen Partikeln. Die beiden häufigsten Modifikationen sind oxidisch:

- $(\text{Ti,Al})\text{O}_x$
- $(\text{Ti,Al,Mn})\text{O}_x$
- $(\text{Ti,Mn})\text{O}_x\text{S}_y$
- MnS

Angezeigt durch den starken Anstieg der oxidischen Partikel muss es zu einer Reaktion zwischen Tiegelmateriale und der Schmelze gekommen sein, welche die Ausprägung der nichtmetallischen Einschlüsse verändert hat. Eine weitere Darstellung der verschiedenen Modifikationen in **Abbildung 4-12** zeigt das Auftreten einer zusätzlichen oxidischen Phase: $(\text{Ti,Al,Mg})\text{O}_x$. Durch die Tiegelreaktion erfolgt ein Miteinbinden von Magnesium in Teile der oxidischen Phase. Der Rückgang der Anzahl der als aktiv wirkenden (Ti,Mn) – bzw. (Ti,Al,Mn) – Oxisulfide würde eigentlich einen Rückgang der azikularferritischen Umwandlung vermuten lassen, dem ist aber laut der Gefügeauswertung in **Abbildung 4-10** nicht so. Prinzipiell ist die gesamte Einschlusszahl geringer als in der Referenzprobe was ebenfalls einem Rückgang in der azikularferritischen Phase bedeuten sollte.

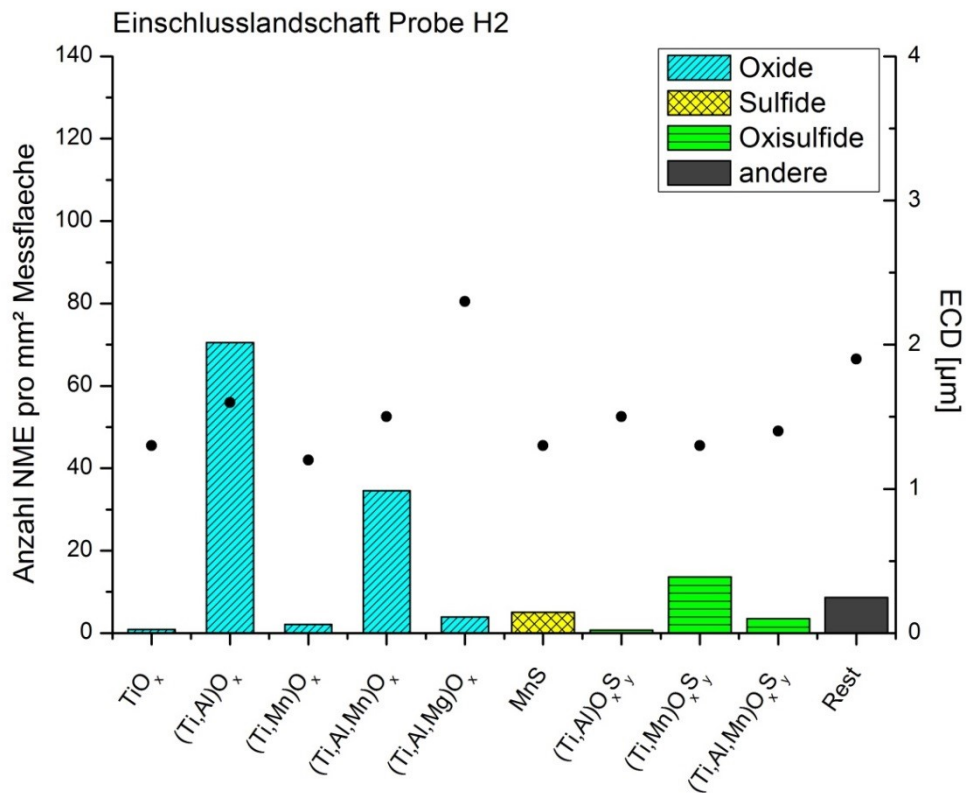


Abbildung 4-12: Einschlusslandschaft der Probe H 2

Die Änderung der Einschlusslandschaft bei gleichbleibendem AF – Gehalt weist auf ein hohes Keimungspotenzial der vorhandenen Einschlüsse. In **Tabelle 4-II** sind die aktiven Keimstellen der Probe H2 angeführt. Wie bereits in der automatischen Featuremessung ersichtlich ändert sich auch bei den aktiven Einschlüssen der wirksamste NME zu einem rein oxidischen Partikel. Bei HR beträgt der Anteil an der aktiven Keimung von $(\text{Ti,Mn,Al})\text{O}_x$ noch 14 %, wogegen er bei H1 auf 41 % ansteigt. Im Gegensatz dazu sinkt der Anteil der zuvor aktive Oxisulfide $(\text{Ti,Mn,Al})\text{O}_x\text{S}_y$ von 38 % auf 8 %. Durch Auftreten zusätzlicher aktiver Einschlusstypen mit Magnesium verringert sich der Anteil der aktiven magnesiumfreien nichtmetallischen Einschlüsse.

Tabelle 4-II: Auflistung aktivster und häufigster nichtmetallischer Einschlüsse in H2

Typ	Anteil an aktiven NME H2 [%]	Anteil im Vergleich zu HR [-]	Häufigkeit HR [Partikel/mm ²]
(Ti)O _x N	-	↓	
(Ti,Al)O _x	4%	↓	70,5
(Ti,Mn)O _x	-	↓	2,1
(Ti,Mn)O _x N	-	↓	
(Ti,Mn)O _x S _y	2%	↓	13,6
(Ti,Mn)O _x S _y N	4%	↓	
(Ti,Al,Mn)O _x	41%	↑↑	34,5
(Ti,Al,Mn)O _x S _y	8%	↓↓	
(Ti,Al,Mn)O _x S _y N	-	↓	
MnS	8%	↑	5,0
(Ti,Al,Mg)O _x	8%	-	3,9
(Ti,Al,Mn,Mg)O _x	2%	-	
(Ti,Al,Mn,Mg)O _x S _y	16%	-	
(Ti,Al,Mn,Mg)O _x S _y N	6%	-	
Rest	2%	↑	

Um die Frage zu klären, ob Magnesium gelöst, als einzelnes Oxid oder als Spinell vorliegt wird von aktiven nichtmetallischen Einschlüssen ein Element-Mapping aufgenommen. **Abbildung 4-13** zeigt beispielhaft die Aufteilung der Elemente in einem aktiven NME. Es können drei Phasen in diesem Einschluss unterschieden werden. Da Aluminium und Magnesium im selben Bereich vorkommen, bilden diese einen MA-Spinell. Titan ist gesondert vorhanden, jedoch zeigen alle drei mit der Sauerstofffläche denselben Ursprungsort des Messwertes, womit die oxidische Phase definiert wäre. Durch das Vorhandensein von Mn und S am selben Ort und der starken Affinität der Elemente zueinander kann von einem MnS-Partikel ausgegangen werden, welches sich nachträglich an der Oberfläche ausscheidete.

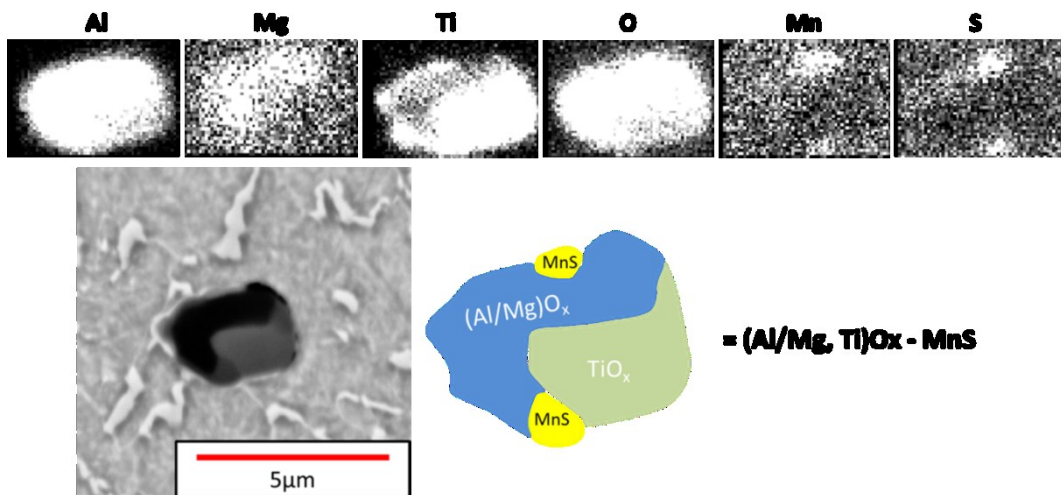


Abbildung 4-13: Identifikation Einschlussmorphologie eines (Ti,Mn,Al,Mg) – Oxisulfids in H2

Die Aufnahmen des Einschlusses in **Abbildung 4-14**, lässt mehrere keimende AF – Nadeln erkennen. Legt man diese Keimungsposition mit dem Elementaufbaumodell übereinander, deckt sich dies mit der Theorie aus **Kapitel 2.3**, in der die Ausbildung eines Mangansulfids an einem nichtmetallischen Einschluss zur Ferritstabilisierung positiv beiträgt. Eventuell setzt die Bildung des Al/Mg Spinells die nötige Keimungsenergie herab, wodurch mehr Einschlüsse als Keimstelle wirken könnten.

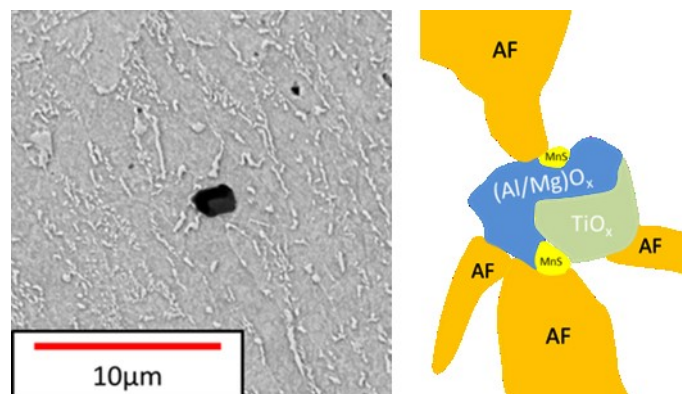


Abbildung 4-14: Aktiv wirkender (Ti,Al,Mn,Mg)O_xS_y – Partikel in H2

Die Einschlussmodifikation mit Magnesium zeigt somit ein neues Potenzial der Azikularferritkeimung auf. Trotz einer viel geringeren Zahl an nichtmetallischen Partikeln im Gefüge bleibt der AF Gehalt über 70 %, was dadurch zu erklären ist, dass mehr Partikel des Gesamteinschlussgehalts aktiv sein müssen. Die Versuche der Probe H2 zeigen, dass dies eventuell durch die MA – Spinellbildung hervorgerufen wird. Um dies genauer zu untersuchen, könnte über weitere Tests wie EBSD und Röntgendiffraktomie ermittelt werden,

ob AF – Nadel leichter bzw. vermehrt an Spinellen keimen, als an simplen Oxiden und Oxisulfiden.

4.4 Auswirkungen von Mangan und Nickel auf die Fähigkeit der azikularferritischen Keimung an nichtmetallischen Einschlüssen

Die Fähigkeit nichtmetallischer Einschlüsse zur azikularferritischen Keimung, ersichtlich beispielsweise durch aktive reine TiO_x in **Tabelle 2-II**, setzt nicht zwingend Mangan als Bindungspartner voraus. Die Arbeiten von Shim et al. [37] oder Mabucchi et al. [22] hingegen beschreiben die Wichtigkeit von Mn im Gefüge und im nichtmetallischen Einschluss zur Förderung der Keimung. Um die Bedeutung dieses Legierungselements bei der vorliegenden HSLA – Legierung zu überprüfen wird bei den Proben H3 der Mn-Gehalt von 1,4 % auf 0,07 % reduziert. Dadurch kann ermittelt werden welchen Stellenwert Mangan für die Azikularferritkeimung in der vorliegenden Stahlgüte hat.

4.4.1 Wärmebehandlung mit 0,07%Mn

Im ersten Versuch der Serie wird bei H3.1 die Referenzwärmbehandlung durchgeführt. **Abbildung 4-15** zeigt die Austenitisierungsbedingungen für H3.1, H3.2 und H3.3 mit zwei unterschiedlichen Abkühlbedingungen. 200 °C/min für den Vergleichsversuch und 100 °C/min, um die Auswirkungen einer langsameren Abkühlung zu zeigen und eine etwaige Verschiebung der Umwandlungsbereiche zu kompensieren. Dadurch kann dem Azikularferrit mehr Zeit zur Keimung an Partikeln und Wachstum zur Verfügung gestellt werden. Zur Verbesserung des Potenzials zur azikularferritischen Keimung kann eine Vergrößerung des durchschnittlichen Austenitkorndurchmessers durch eine Verlängerung der Austenitisierungszeit beitragen. Bei H3.3 wird diese auf das fünffache verlängert, um mehr Energie in das System einzubringen, was in einer Kornvergrößerung resultieren sollte. Durch Reduktion der Grenzflächendichte kann das Potential der grenzflächenbestimmten Keimung verringert und somit die Keimung der intrakristallinen Umwandlung erleichtert werden.

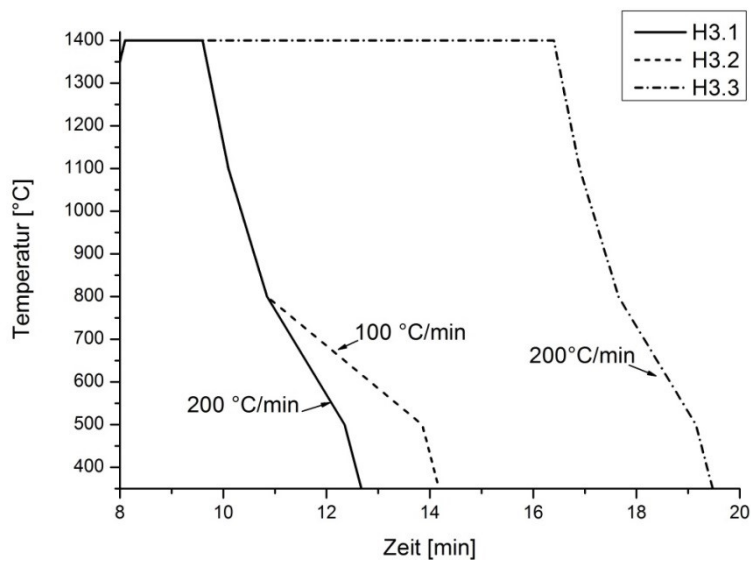


Abbildung 4-15: Wärmebehandlung Proben H3.1, H3.2 und H3.3

Die Auswertung der Austenitkorngröße zeigt, dass bereits durch die Änderung der Legierung größere Körner bei gleicher Wärmebehandlung entstehen. Wie in **Abbildung 4-16** dargestellt, erhöht sich der mittlere ECD von 212 μm auf 367 μm und weiter auf 394 μm bei längerer Austenitisierungszeit. Die Verschiebung der Verteilung zu höheren Durchmessern untermauert auch Anstieg des relativen Flächenanteils der Körner über 300 μm Durchmesser von 30 % (HR.1) auf 79 % (H3.1). Durch geringere Mangengehalte unterliegt das Kornwachstum scheinbar einer geringeren Kornwachstumsbehinderung. Mehr Aufschluss darüber kann die Auswertung der Zahl der nichtmetallischen Einschlüsse im Laufe dieses Kapitels bringen. Mit einer Verlängerung der Austenitisierung bei H3.3 konnte in weiterer Folge nur eine geringe weitere Vergrößerung der Austenitkorngröße erzielt werden, scheinbar ist bereits ein Plateau des Kornwachstums erreicht.

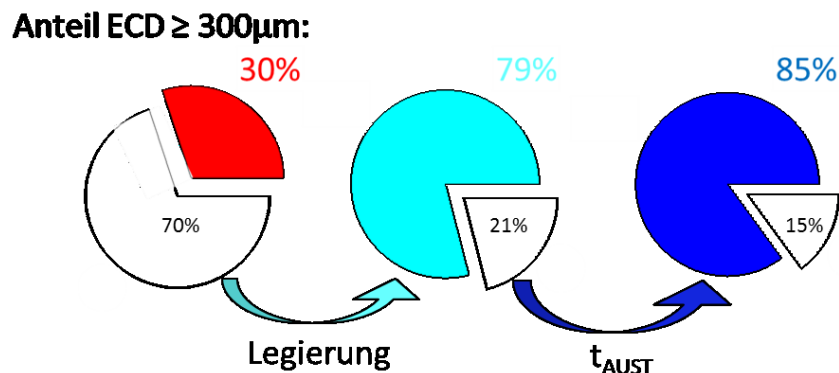
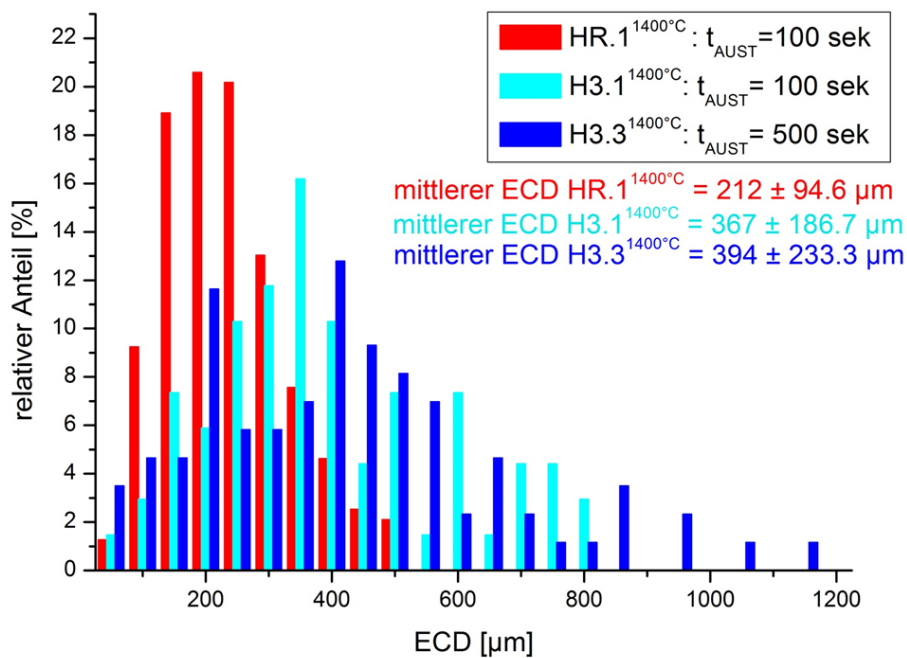


Abbildung 4-16: Austenitkornverteilung bei 1400°C für Proben HR.1 und H3 mit unterschiedlichen Haltezeiten

4.4.2 Gefügeanalyse mit 0,07 % Mn

Eine Auswertung der Gefügebilder aus **Abbildung 4-17** hinsichtlich AF – Anteil wird mittels des Gitterauszählverfahrens durchgeführt, um Verwechslungen zwischen Widmanstättenferrit und Azikularferrit zu vermeiden. Es können einige chaotisch nadelige Bereich identifiziert werden, direkt keimende Nadeln an Partikeln können in der Serie H3.1 jedoch nicht ausgemacht werden. Der gemessene Azikularferritgehalt beläuft sich auf ca. 6 %. Korngrenzenferrit bleibt erhalten, was auf eine angemessene Abkühlbedingung für eventuelle azikularferritische Umwandlung hindeutet. Das Potenzial zur nadeligen Ferritkeimung ist vorhanden, nur keimen diese an den Korngrenzen und nicht an den zur Verfügung gestellten NME. Die Verringerung der Kühlrate bei H3.2 bewirkt nicht den gewünschten Effekt, da sich das Umwandlungsgefüge nur in einer großflächigeren

Ausprägung der α -Phase an den Korngrenzen äußert. Das Restgefüge wandelt in Widmanstättenferrit, mit geringen Bereichen an Perlit in den umwandlungsbedingt, kohlenstoffgesättigten Zwischenräumen, um. Die Triebkraft zur interkristallinen Keimung kann somit nur durch langsamere Abkühlung nicht erreicht werden. Der Azikularferrit – Gehalt bleibt bei ca. 6 %. **Abbildung 4-17** zeigt, dass bei Versuch H3.3 ebenso nicht merklich mehr an azikularferritischem Gefüge erzeugt werden kann. Die Gefügestruktur ist ähnlich wie bei H3.1, mit einem gemessenen Anteil von ca. 9 % AF.

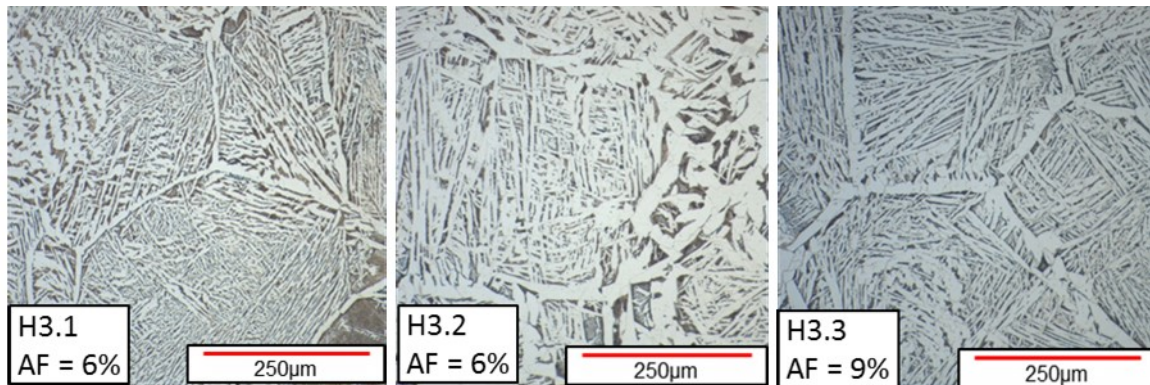


Abbildung 4-17: Mikrostruktur der Proben H3

4.4.3 Einschlussanalyse mit 0,07 % Mn

Die Einschlusslandschaft der vier häufigsten nichtmetallischen Verbindungen in der Matrix zeigt, dass viel mehr Oxide als Oxisulfide und Sulfide gebildet werden. Trotz des geringen Gehaltes an Mangan sind zwei der vier häufigsten Einschlüsse in Verbindung mit Mn:

- $(\text{Ti,Al,Mn})\text{O}_x$
- $(\text{Ti,Al})\text{O}_x$
- $(\text{Ti,Mn})\text{O}_x$
- TiO_x

In Summe gibt es einen leichten Rückgang an nichtmetallischen Einschlüssen, was das erhöhte Kornwachstum bei gleicher Austenitisierung erklären könnte. Durch den geringeren Mn – Gehalt geht der MnS – Gehalt sowie die Zahl der manganhaltigen Oxisulfide wie in **Abbildung 4-18** dargestellt, auf ein Minimum zurück. Es werden trotz der geringen Konzentrationen an Mn oxidische NME gebildet. Die Modifikation (Ti,Al,Mn) – Oxid ist sogar der häufigste Einschlusstyp in der Probe H3. Der mittlere Einschlussdurchmesser der einzelnen Einschlusstypen bleibt denen der Vergleichsprobe mit 1 – 2,5 μm recht ähnlich.

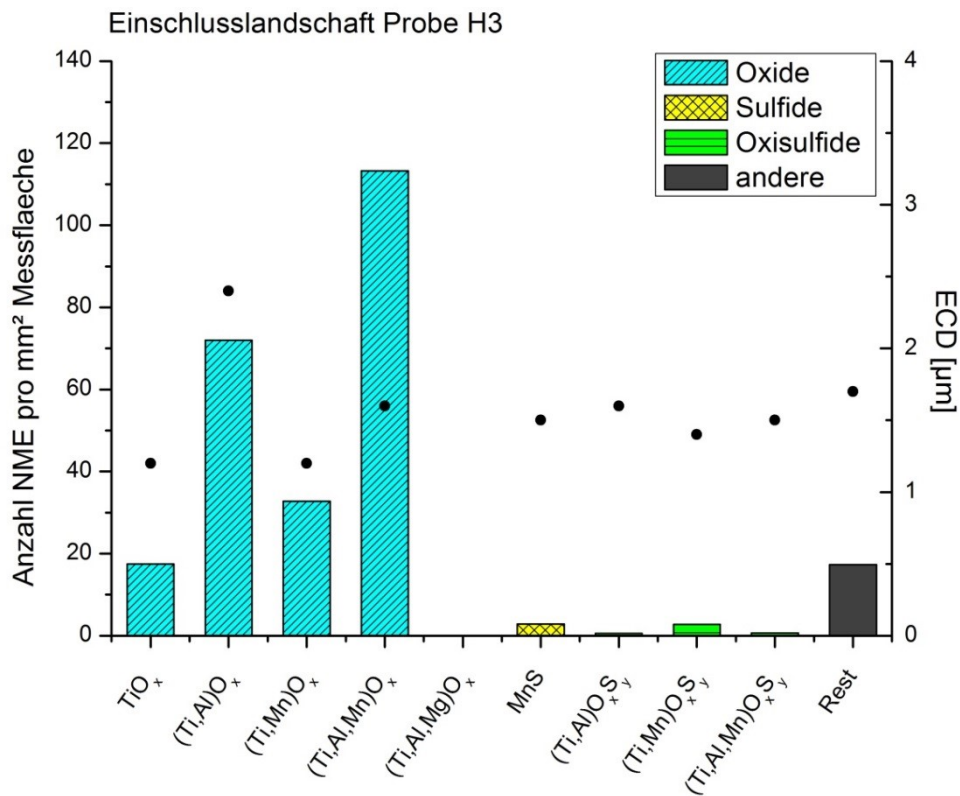


Abbildung 4-18: Einschlusslandschaft der Proben H3

Trotz der vielen Oxiden kam es zu keiner aktiven Keimung von Azikularferrit an den nichtmetallischen Einschlüssen. Diese können Mn in gelöster Form aufgenommen haben, was zwar zu einer Detektion führt, jedoch eine noch zu geringe an Mangan verarmte Zone entwickelt haben kann, um ferritstabilisierend zu wirken. Das restliche Gefüge ist eventuell durch den gesamten geringen Mn-Gehalt zu wenig umwandlungsverzögert. Das Resultat ist das gezeigte stark von Widmanstättenferrit und Bainit geprägte Gefüge. Durch die Versuche der Serie H3 wird gezeigt, dass Mangan ein sehr wichtiges Element zur aktiven Keimbildung von Azikularferrit in HSLA – Stähle ist. Es muss vor allem auch in gelöster Form vorkommen und nicht nur wie in der Literatur beschrieben in den nichtmetallischen Einschlüssen.

4.4.4 Austenitisierung mit 2,4 % Nickel

Es stellt sich die Frage, ob Mangan durch ein anderes chemisch ähnliches Element wie Nickel ausgetauscht werden kann. Nickel und Mangan sind hinsichtlich der Ordnungszahl und der Wirkungsweise im Gefüge (γ -Stabilisation) vergleichbar. Wenn nun nichtmetallische Einschlüsse Nickelatome aufnehmen, eine an Nickel verarmte Zone erzeugen und somit ähnlich wie Mangan wirken, könnte dies auch zu einer Bildung von Azikularferrit führen.

In den Versuchen H4.1, H4.2 und H4.3 wird die Thematik des Ersetzens von Mangan durch 2,4 % Nickel untersucht. H3.4 wird erneut an die Referenzwärmebehandlung angelehnt (**Abbildung 4-19**), dies ermöglicht den direkten Einflussvergleich von Ni und Mn bei gleicher Wärmebehandlung. Außerdem wird durch eine Änderung der Abkühlrate auf 150 °C/min bzw. 250 °C/min bei H4.2 und H4.3 versucht, Änderungen in der Umwandlung bei der bereits vielversprechenden Abkühlbedingung von 200 °C/min zu untersuchen.

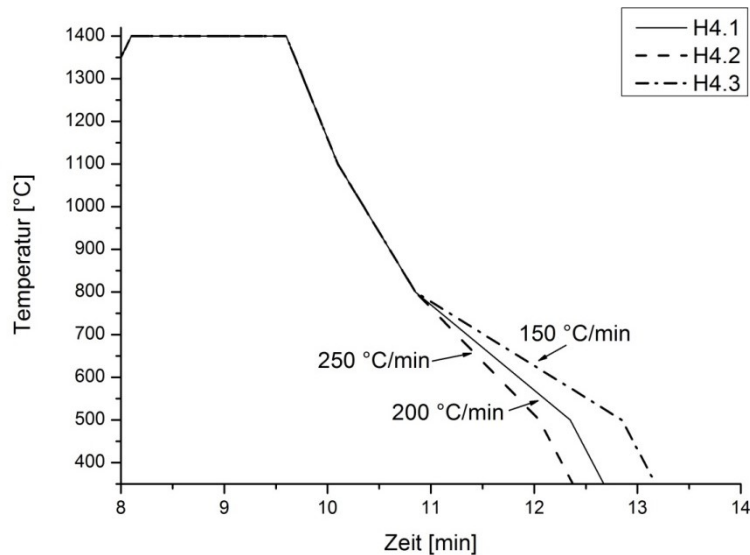


Abbildung 4-19: Wärmebehandlung der Proben H 4.2, H 4.2 und H 4.3

4.4.5 Gefüge mit 2,4% Nickel

Die Änderung der Mikrostruktur in **Abbildung 4-20** von HR.1 zu H 3.4 äußert sich durch eine Verschiebung zu einem hauptsächlich perlitischem Gefüge mit entarteten Korngrenzenferritbereichen und etwas Widmanstättenferrit. Eine Zugabe von 2,4% Nickel als Substituent bringt somit nicht den gewünschten Erfolg bei gleicher Abkühlbedingung die Funktionsweise des Mangans zu ersetzen. Nadelige ferritische Strukturen sind vereinzelt ausgeprägt und Perlit bzw. Korngrenzenferrit sind ebenso vorhanden. Aus diesem Grund werden zwei weitere Abkühlbedingungen mit 150 °C/min und 250 °C/min untersucht. Die Beschleunigung der Abkühlung bei H4.2 erzeugt tendenziell mehr bainitische Bereiche und Korngrenzenferrit scheint stärker entartet. Eine Verringerung zu 150 °C/min zwischen 800 °C und 500 °C führt zu einem ähnlichen Bild, wie aus Versuch H4.1. Es lassen sich vereinzelt alleinstehende Nadeln finden, jedoch bei weitem nicht mit dem Ausmaß von HR.1 zu vergleichen. Außerdem ist es nicht möglich aktiv wirkende Keime in diesen Proben zu identifizieren.

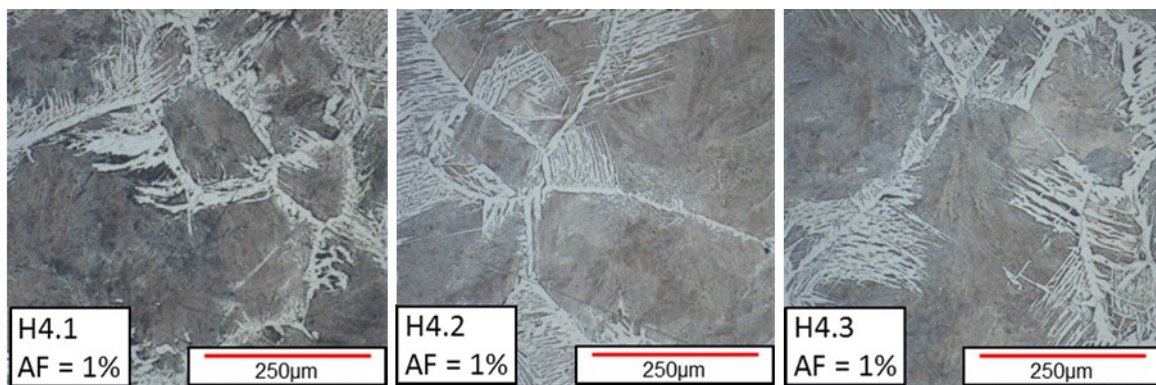


Abbildung 4-20: Mikrostruktur der Proben H4

Die Versuche H4.1 bis H4.3 zeigen, dass Mangan durch Nickel nicht ersetzt werden kann. Durch das fehlende Mangan in der Legierung sind keine sichtbaren nichtmetallischen Einschlüsse aktiv. Nickel besitzt nicht wie Mangan die hohe Tendenz in Lösung von nichtmetallischen Einschlüssen zu gehen. Dadurch lässt sich keine an γ -Stabilisatoren verarmte Zone erzeugen, welche den azikularferritischen Umwandlungsprozess begünstigt.

4.4.6 Einschlussanalyse mit 2,4% Nickel

Die Einschlussanalyse der Serie H4 bestätigt die These, dass Nickel unbeteiligt an der Einschlussbildung bleibt, bereits mit den vier häufigsten Modifikationen:

- $(\text{Ti,Al})\text{O}_x$
- TiO_x
- $(\text{Ti,Al,Mn})\text{O}_x$
- $(\text{Ti,Al})\text{O}_x\text{S}_y$

Auch **Abbildung 4-21** verzeichnet keinen Anstieg an der Zahl der „anderen“ Einschlüsse. Hätten sich Partikel mit Nickel gebildet, müsste der Wert der „Rest“-Einschlüsse stark ansteigen. Das heißt, dass Nickel chemisch anders reagiert als Mangan und eine höhere Neigung dazu hat in der Matrix gelöst zu bleiben. Hingegen ist ein massiver Anstieg an $(\text{Ti,Al})\text{O}_x$ - Partikeln zu erkennen. Der Gehalt an Mangansulfiden und Oxisulfiden ist im Vergleich dazu äußerst gering. Durch die Nickellegierung scheint auch die Auscheidung von schwefelhaltigen Einschlüssen im Vergleich zur Serie H3 geringer auszufallen.

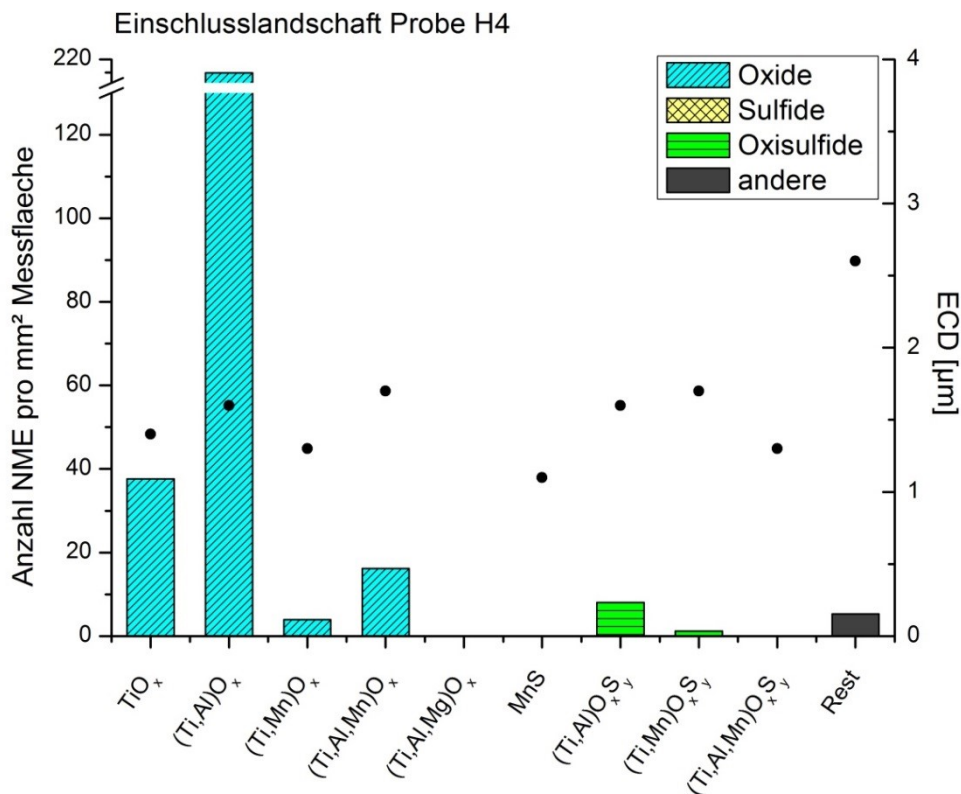


Abbildung 4-21: Einschlusslandschaft der Proben H 4

Die mittleren Durchmesser der einzelnen Einschlüsse entsprechen jenen der Referenzen und liegen größtenteils im Bereich von 1 – 2 µm. Durch die Versuchsserie H3 kann gezeigt werden, dass Mn essentiell ist und prinzipiell nicht durch Nickel ersetzbar ist. Nähere Untersuchungen betreffend die Fähigkeit der aktiven Keimungswirkung werden nicht durchgeführt, da keine aktiven nichtmetallischen Einschlüsse in den Schlibbildern im Gefüge zu finden sind.

4.5 Erzeugung von Azikularferrit bei Schienenstahllegierungen möglich ?

Im nächsten Schritt der Untersuchungen wird das Legierungskonzept grundlegend verändert. Auf Basis der typischen Zusammensetzung von perlitischen Schienenstählen wird untersucht, ob mit Anpassung der Legierung und Abkühlbedingung eine AF-Umwandlung gebildet werden kann. Hierfür werden drei Versuchsserien auf Basis einer Schienenstahlzusammensetzung durchgeführt. S1 repräsentiert Stähle mit ca. 0,6 % Kohlenstoff, 1,0 % Mangan aber keinem Titan. Bei S2 wird der Titangehalt auf ca 0,02 %

angehoben, um die als aktiv gefundenen titanhaltigen Oxide zu erzeugen. Bei S3 wird der Titangehalt auf 0,05 % erhöht und mit unterschiedlichen Abkühlbedingungen auf versucht AF zu bilden.

4.5.1 Wärmebehandlung S1, S2 und S3

Mit der geänderten Zusammensetzung der Stähle muss die Austenitisierung angeglichen werden. Die Liquidustemperatur der Schienenstähle liegt bei ca. 1382 °C (Factsage 7.0, Modul Equilib), weshalb die T_{AUST} auf 1300 °C gesenkt werden muss. Um die Auswirkung der geänderten Austenitisierung auf die Austenitkornverteilung darzustellen, wird hierfür die Referenz HR.2 ebenso mit 1300 °C wärmebehandelt und gleich abgekühlt. **Abbildung 4-22** zeigt die Korngrößenverteilungen der einzelnen Proben.

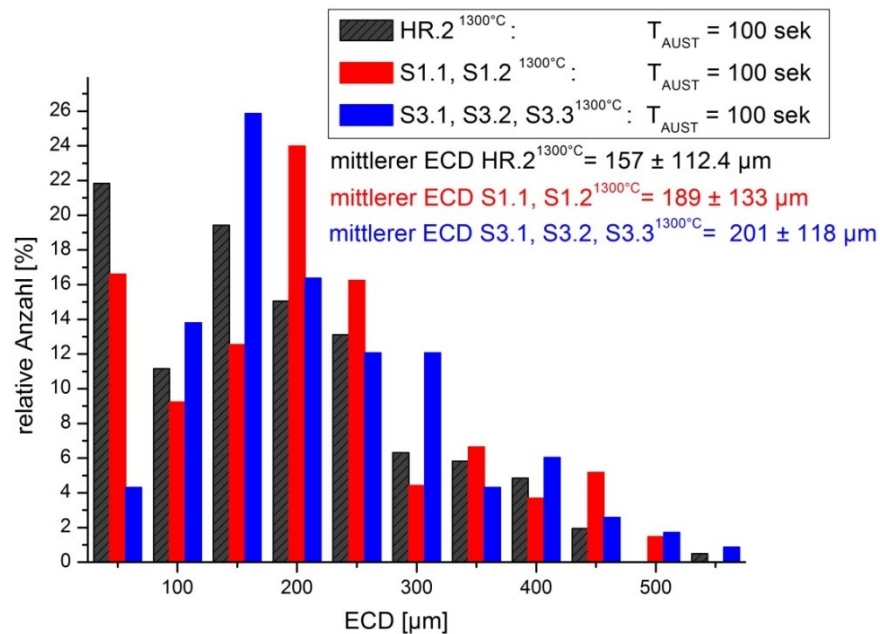


Abbildung 4-22: Austenitkornverteilung der Serie S und HR.2

Zu Beginn jeder Serie wird zum Vergleich die Wärmebehandlung aus HR.2 mit 100 Sekunden Austenitisierung und 200 °C/min Abkühlgeschwindigkeit zwischen 800 °C und 500 °C durchgeführt. **Abbildung 4-23** zeigt die unterschiedlichen Temperaturkurven zu den Versuchen der Schienenstahllegierungen. Es werden drei unterschiedliche Abkühlbedingungen mit 400 °C/min, 200 °C/min und 20 °C/min eingestellt.

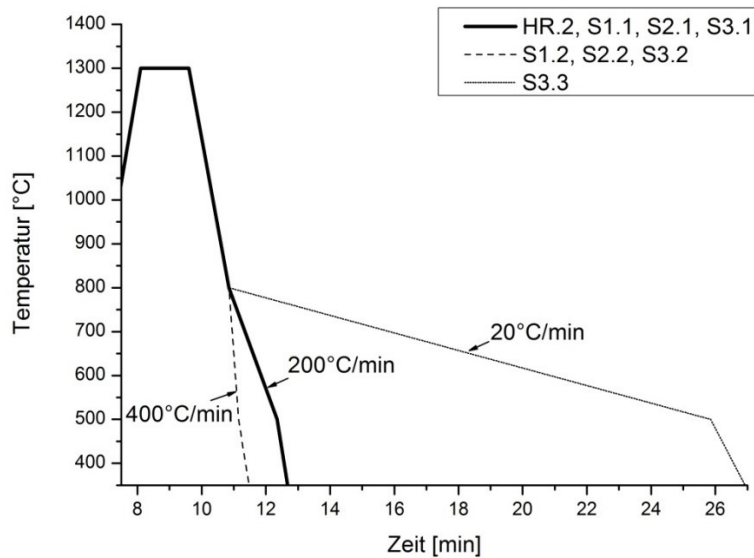


Abbildung 4-23: Wärmebehandlung HR.2 und Serie S

4.5.2 Gefügeauswertung S1

Nach Auswertung der Mikrostruktur in **Abbildung 4-24** zeigt sich die Auswirkung des hohen Kohlenstoffgehalts. Das gesamte Gefüge wandelt bei Probe S.1 nahezu vollständig perlitisch um. Es sind vereinzelt Anteile an Korngrenzenferrit zu finden, jedoch viel weniger als jene der Referenz. Die Schienenstahllegierung hat mit dem höheren C – Gehalt (ABBILDUNG Fe₃C) ein sehr geringes Potenzial ferritische Phasen zu bilden, wodurch auch relativ wenig Azikularferrit bei passender Einschlusslandschaft und Abkühlbedingung zu erwarten ist. Da der höhere Kohlenstoffgehalt die Umwandlungen zu früheren Zeiten verschiebt, wird versucht mit einer schnelleren Abkühlungsgeschwindigkeit in den Zwischenbereich von Perlit und Bainit zu gelangen.

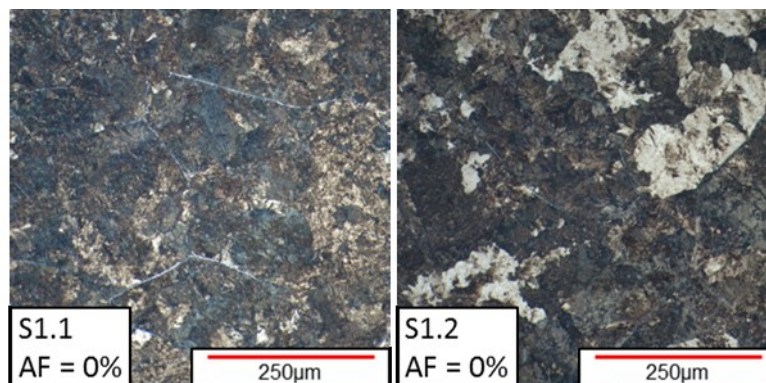


Abbildung 4-24: Mikrostruktur der Proben S1.1 und S1.2

Jedoch wird eine bainitische Umwandlung auch bei einer Kühlrate von 400 °C/min (S1.2) nicht erreicht. Schnellere Abkühlbedingungen zwischen 800 °C und 500 °C sind anlagentechnisch nicht zu realisieren.

4.5.3 Einschlussanalyse S1

Durch die Änderung der Einschlusslandschaft ist eine Änderung des Potenzials der Azikularferritkeimung möglich. Trotz der Legierungsänderung bleiben Oxide und Oxisulfide Hauptbestandteile der Partikel. Auffällige ist der Einbau von Silizium in zwei der vier häufigsten Einschlusstypen:

- $(Al,Mn,Si)O_x$
- MnS
- $(Al,Mn,Si)O_xS_y$
- Mischoxide

Die Einteilung der Einschlusslandschaft laut den in **Kapitel 3.4.2** bestimmten Klassen, dargestellt in **Abbildung 4-25**, weist einen markanten Mehranteil an Mangansulfiden auf. Bei den Untersuchungen der HSLA – Stählen konnte dieser Sulfidtyp als aktiv bezeichnet werden, was somit eigentlich einem hohen Anteil an azikularferritischer Keimung entsprechen sollte. Die oxidischen Partikel bestehen hauptsächlich aus $(Al,Mn,Si)O_x$ - Partikeln.

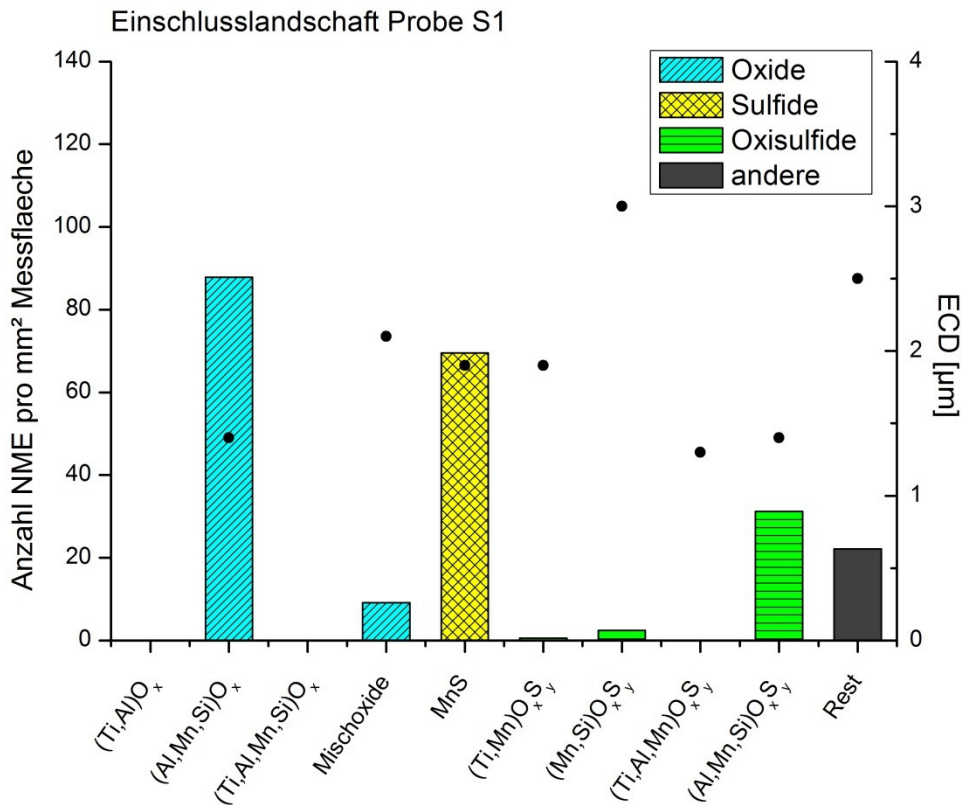


Abbildung 4-25: Einschlusslandschaft der Probe S1

Eine Analyse der häufigsten Einschlussmodifikationen zeigt, dass es trotz des in den Einschlüssen miteingebundenen Mangans zu keiner aktiven Azikularferritkeimung kommt. Die Einschlussmodifikationen weichen von denen der Referenzen insofern ab, dass Silizium in den nichtmetallischen Einschlüssen vorkommt. In der Literatur [27] wird Silizium eine negative Auswirkung auf die AF-Bildung zugesprochen, da es die Keimungsfähigkeit der nichtmetallischen Einschlüsse herabsetzt. Si kann die Position des Mangans in den NME einnehmen, wodurch sich die Manganmangelzone zu gering ausprägt. Der fehlende Titangehalt in der Schmelze äußert sich im Ausbleiben von titanhaltigen Einschlüssen. Dies kombiniert mit dem erwähnten relativ hohen Kohlenstoffgehalt lässt die Probe rein perlitisch umwandeln.

4.5.4 Gefügeauswertung S2

Im Zuge der Untersuchungen wird im nächsten Schritt der Titangehalt auf 0,02 % erhöht, um die Voraussetzung der Keimstellen zu ändern. Durch einen höheren Titangehalt in der Schmelze werden mehr Einschlüsse mit Ti entstehen. Diese können die Umwandlung zu Azikularferrit begünstigen. **Abbildung 4-26** zeigt keine gravierende Änderung der Mikrostruktur durch die Erhöhung des Titangehalts im Vergleich zu S1. Die Probe S2.1

besteht vollständig aus Perlit und auch eine Steigerung der Abkühlgeschwindigkeit auf 400 °C/min bei S2.2 erreicht keine Änderung im Gefüge.

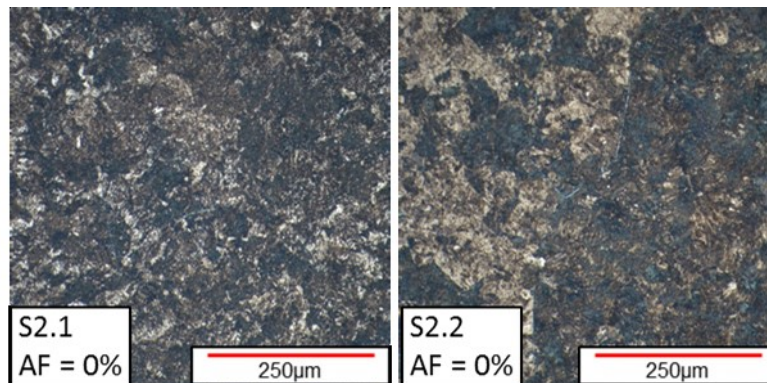


Abbildung 4-26: Mikrostruktur der Proben S2.1, S2.2

Auch bei diesen Proben scheint der Kohlenstoffgehalt im Vergleich zur restlichen Zusammensetzung zu hoch für AF sein.

4.5.5 Einschlussanalyse S2

Die Anteile der Partikel änderten sich vermehrt in potenziell aktive Keime durch die Bildung von Titan – Mangan – Oxisulfiden. Der hohe Anteil an Titan – Mangan – Oxisulfiden zeigt eigentlich eine vielversprechende Änderung der Einschlusslandschaft zu einer azikularferritischen Umwandlung. Die vier häufigsten Partikeltypen in der Probe sind:

- $(\text{Ti},\text{Mn})\text{O}_x\text{S}_y$
- $(\text{Al},\text{Si},\text{Ti},\text{Mn})\text{O}_x$
- $(\text{Ti},\text{Al},\text{Mn})\text{O}_x\text{S}_y$
- $(\text{Ti},\text{Al})\text{O}_x$

Der gesteigerte Gehalt an Titan hat zur Folge, dass die Einschlusslandschaft einen großen Anteil an $(\text{Ti},\text{Mn})\text{O}_x\text{S}_y$ – Partikeln ausbildet. Markantester Unterschied zur Probe S1 ist der stark reduzierte Anteil an MnS wodurch potenzielle Keime für AF ausbleiben.

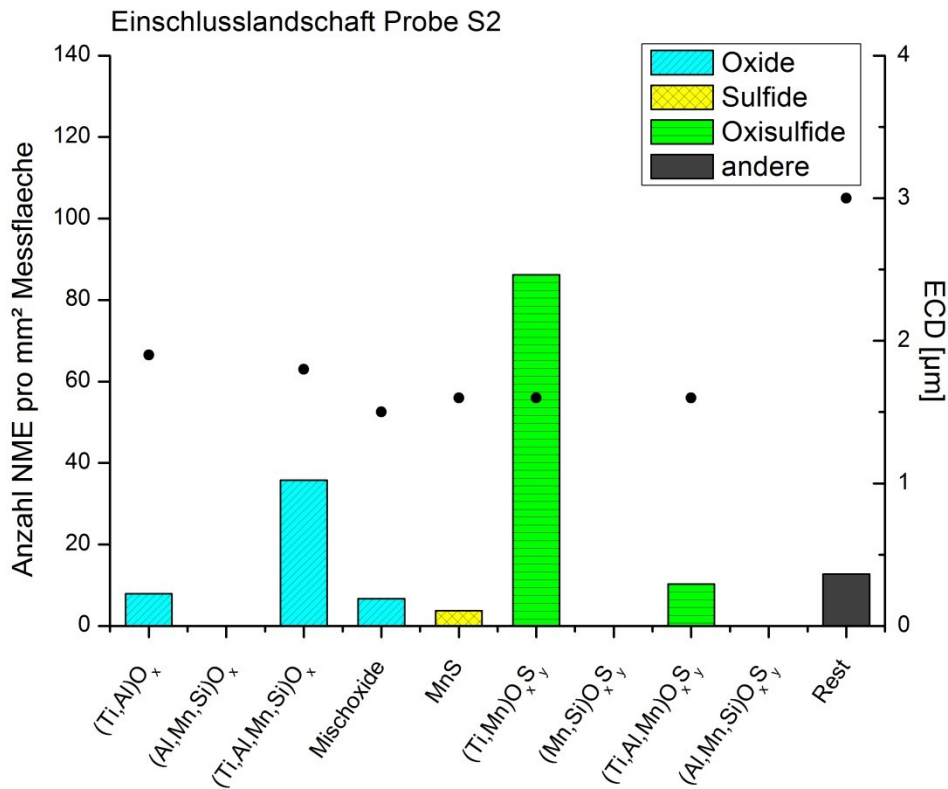


Abbildung 4-27: Einschlusslandschaft der Proben S2

Der Anteil an oxidischen Einschlüssen mit Titan nimmt im Vergleich zu S1 in **Abbildung 4-27** zu, wobei die Zahl der (Al,Mn,Si) – Oxide auf null abnimmt. Trotz der relativ vielversprechenden Einschlusslandschaft durch den hohen (Ti,Mn)O_xS_y - Gehalt kann kein Azikularferrit erzeugt werden.

4.5.6 Gefügeauswertung S3

Um die Zahl der keimungswirksamen nichtmetallischen Einschlüsse zu erhöhen, wird der Titangehalt in Serie S3 auf 0,05% angehoben. **Abbildung 4-28** zeigt die Auswirkungen bei gleich bleibender Wärmebehandlung (S3.1). Das Gefüge bleibt gänzlich perlitisch. Um in den Zwischenbereich von Perlit und Bainit zu gelangen wird die Abkühlungsbedingung auf 400 °C/min erhöht. Die Probe S3.2 in nachfolgender Abbildung zeigt, wie an den Korngrenzen eine perlitische Umwandlung beginnt (dunkle Bereiche), welche dann im Korninneren in Bainit übergeht (helle Bereiche). In diesem Gefüge wird nun Bainit und Perlit gleichzeitig erzeugt, jedoch kann keine Form von azikularferritischer Umwandlung hervorgerufen werden. Auch wenn mit 20 °C/min abgekühlt wird, wandelt die gesamte Probe vollkommen in Perlit um. Die Ausprägung der Perlitlamellen nimmt größere Dimensionen bei den Lamellenabständen an.

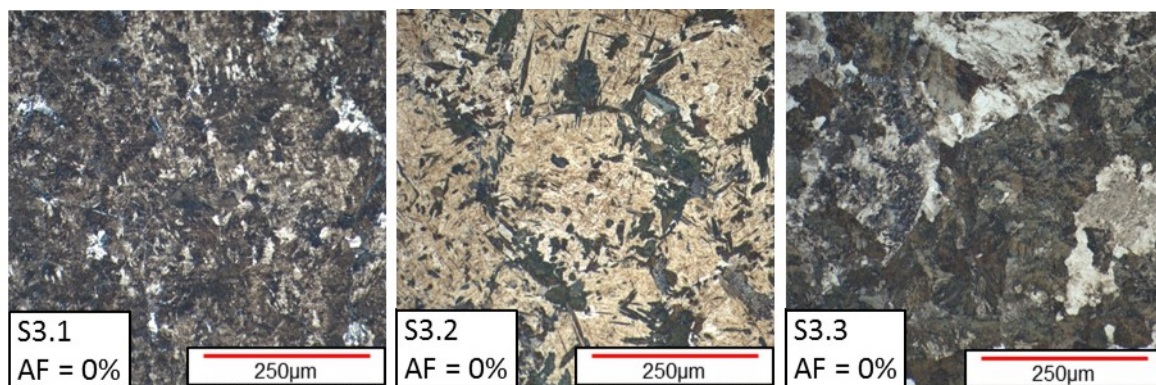


Abbildung 4-28: Mikrostruktur der Proben S3.1 bis S3.3

Um die Gefügeinterpretation von S3.2 zu bestätigen, zeigt **Abbildung 4-29** die Bildfolge der $\gamma - \alpha$ – Phasenumwandlung. Die rot strichlierten Linien zeigen jenen Bereich, wo die durch das Korn schreitende Umwandlungsfront von perlitische auf bainitische Umwandlung wechselt. Die Phasenänderung in der Mitte des ehemaligen Austenitkorns beschreibt ein wachen von bainitische Nadeln, womit es sich nicht um Martensit handeln kann.

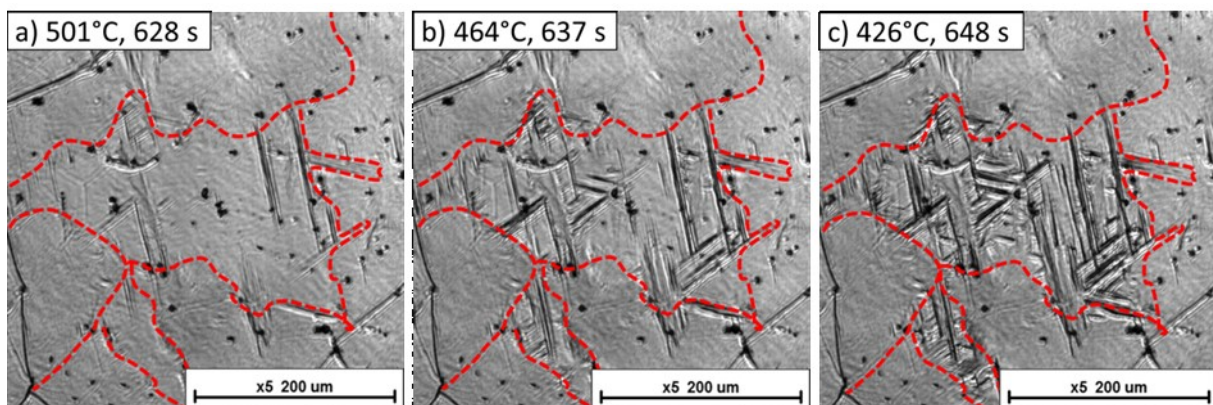


Abbildung 4-29: Perlitisch/bainitische Umwandlung der Probe S3.2

Mit 0,65 % Kohlenstoff scheint die maximal mögliche Grenze die AF – Erzeugung bereits überschritten zu sein.

4.5.7 Einschlussanalyse S3

Durch den Mehranteil an Titan sind drei der vier häufigsten Einschlüsse titanhältig,:

- $(\text{Ti},\text{Mn})\text{O}_x\text{S}_y$
- MnS
- $(\text{Ti},\text{Al})\text{O}_x$
- $(\text{Ti},\text{Al},\text{Mn})\text{O}_x\text{S}_y$

Das Erhöhen des Ti in den Proben S3 bekräftigt die in S2 erkennbaren Tendenzen der Änderung der Einschlussmodifikation. **Abbildung 4-30** zeigt die Entwicklung der nichtmetallischen Einschlüsse im Vergleich zur Referenz. Die Ausprägungen der einzelnen Modifikationen scheint hinsichtlich der Zusammensetzung der NME durch Zulegieren von Titan modifizierbar zu sein. Die Einschlusslandschaft beinhaltet hauptsächlich nichtmetallische Einschlüsse die in anderen Proben bereits als aktiv gewertet worden sind.

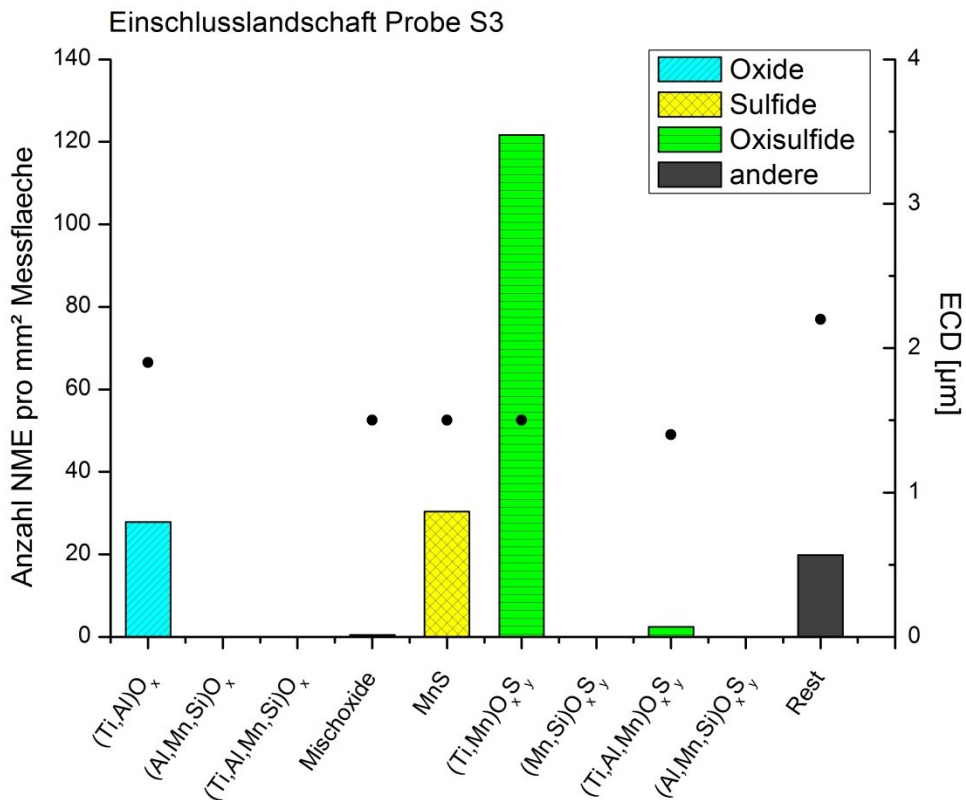


Abbildung 4-30: Einschlusslandschaft der Probe S3

Durch den stark erhöhten Kohlenstoffgehalt ist das Umwandelungspotenzial der azikularferritischen Keimung ungünstiger (**Abbildung 3-12**), als jenes der korngrenzengeprägten perlitischen Umwandlung. Um die AF - Keimung zu begünstigen, kann es hilfreich sein den Kohlstoffgehalt ein zu reduzieren. Eventuell kann bei Schienenstählen eine Zugabe von α - stabilisierenden Elementen hilfreich sein leichter AF auszubilden. Bei den HSLA – Stählen brachte dies zwar keine Verbesserung, jedoch könnten geringe chemische Änderungen die Umwandlungsbereiche hilfreich beeinflussen. Bei der verwendeten Legierung ist der Kohlenstoffanteil eindeutig zu hoch um AF auszubilden.

5 Zusammenfassung und Ausblick

Das Ziel der Masterarbeit war es die Fähigkeit der azikularferritischen Umwandlung zweier Stahlgüten, HSLA und Schienenstahl, zu untersuchen. Die Arbeit befasste sich mit dem Einfluss von Legierungselementen, Abkühlbedingungen, Austenitisierung und Änderungen in der Einschlusslandschaft auf die Fähigkeit des Gefüges zur Ausbildung nadeliger AF – Strukturen.

Vorab der praktischen Versuchsserie wurde eine Literaturstudie durchgeführt, sie zeigte, dass sich die vier Haupteinflussfaktoren Austenitkorngröße, Kühlrate, chemische Zusammensetzung der Matrix und Einschlusslandschaft gegenseitig beeinflussen. Je nach Legierungslage können unterschiedliche nichtmetallische Einschlüsse keimend wirken. Die Untersuchungen der Literatur zeigten das besonders oxidische, sulfidische und oxisulfidische Partikel wie TiO_x [16,31,32,38], MnS [16,38] und $(Ti,Mn)O_xS_y$ [17,20,21] in vielen Fällen zu einer azikularferritischen Umwandlung führten. Einerseits wird die Umwandlung der Matrix zu AF, andererseits die Wirkung der NME als Keimstelle zu fungieren, durch Änderungen des Gehalts von Legierungselementen positiv und negativ beeinflusst. Eine Beeinflussung der Matrix durch Elemente wie Cr [30], Mo [30], P [4] oder C[14] äußert sich in einer zeitlichen Verschiebung der AF-Umwandlung zu späteren oder früheren Zeitpunkten. Änderungen in den Gehalten von Ti [17–21], Al [27] oder Mn [19,22–24] äußern sich in einer direkten Wechselwirkung des Elements mit der Keimstelle, durch Beeinflussung der Zusammensetzung und somit einem Anstieg oder Rückgang der Zahl der positiv wirkenden Keimstellen. Durch die Zugabe von Si [27] wird andererseits die Keimungswirkung ohne Änderung der Einschlusschemie direkt negativ beeinflusst. In der Literatur bleibt die Antwort auf die Frage der Auswirkungen von höheren Konzentrationen an Kohlenstoff aus. Gerade

hinsichtlich der Festigkeit bei niedrigen Temperaturen von perlitischen Stählen könnte hier Azikularferrit einen Vorteil bringen. Ebenso bleiben einer Einschlussmodifikation mit Magnesium oder der Substitution von Mangan durch Nickel unbeantwortet.

Um die Auswirkungen von C, Cr, Ni, Mn und Mg auf die Einschlusslandschaft und somit die Azikularferritumwandlung eines azikularferritischen HSLA – Stahls und die Auswirkungen einer Legierungsänderung zu einer Schienenstahlzusammensetzung zu zeigen, wurden acht Legierungen am Lehrstuhl für Eisen- und Stahlmetallurgie hergestellt. Die Legierungen dienten als Einsatzmaterial für die Wärmebehandlung zur Azikularferriterzeugung am Hochtemperatur – Laserscanning Konfokalmikroskop. Die Proben wurden metallographisch präpariert, anschließend bei 1400 °C (HSLA) bzw. 1300 °C (Schiene) austenitisiert und kontrolliert abgekühlt. Danach konnten die Proben auf Austenitkorngröße und Azikularferritanteil beurteilt werden. Neben der Untersuchung der Gefügebilder wurden die Proben mittels automatisierter und manueller REM/EDX – Messung ausgewertet. Die Analyse der nichtmetallischen Einschlüsse brachte Aufschluss über die Einschlusslandschaft und ihre Entwicklung mit Änderung der chemischen Zusammensetzung des Rohmaterials bzw. des Tiegels. Die Güte der HSLA – Stähle (Serie H) untersuchte die Änderung des AF – Gefüges der Referenzprobe, mit Legieren von Chrom und Nickel, Herstellung in einem anderen Tiegelmateriale (MgO), Verringern des Mangangehalts und Austauschen von Mangan durch Nickel. Bei der Güte der Schienenstähle (Serie S) wurde versucht bei erhöhtem Kohlenstoffgehalt mit unterschiedlichen Ti – Gehalten Azikularferrit zu erzeugen. Die Änderung der chemischen Zusammensetzung des Stahls und somit der Einschlusslandschaft beeinflusste das Umwandlungsverhalten der Stähle. Mit einem Anpassen der Temperaturführung wurde versucht dies auszugleichen und weiterhin Azikularferrit zu erzeugen.

In den Referenzproben (HR.1 und HR.2) der HSLA – Stahlzusammensetzung konnten über 70 % Azikularferrit und verschiedenen aktive nichtmetallische Einschlusstypen gefunden werden. Die Proben wurden 100 Sek. bei 1400 °C austenitisiert und mit 200 °C/min zwischen 800 °C und 500 °C abgekühlt. Zu den aktivsten Partikel der Azikularferritkeimung zählten $(\text{Ti,Al,Mn})\text{O}_x\text{S}_y$, $(\text{Ti,Al,Mn})\text{O}_x\text{S}_y$, $(\text{Ti,Al})\text{O}_x$, $(\text{Ti,Mn})\text{O}_x$. Eine Zugabe an 0,1 % Chrom und 0,1 % Nickel (H1) führte entgegen Evans et al. [30] zu einer negativen Beeinflussung der AF – Keimung. Bereits diese geringen Mengen ließen das Gefüge vollständig bainitisch umwandeln und der Gehalt an nichtmetallischen Einschlüssen ging stark zurück. Die Änderung des Tiegelmateriale (H2) auf Basis Magnesiumoxid zeigte keine negativen Auswirkungen auf die AF – Keimung mit einem AF – Gehalt ähnlich jenem der Referenz von über 70 %. Es ergaben sich jedoch Änderungen zu einer vermehrt oxidischen

Einschlusszusammensetzung. Die vier attraktivsten Partikeltypen zur Keimung waren $(\text{Ti,Al,Mn})\text{O}_x$, $(\text{Ti,Al,Mn,Mg})\text{O}_x\text{S}_y$, $(\text{Ti,Al,Mg})\text{O}_x$ und MnS. Durch den Einbau von Magnesium in den Aufbau des nichtmetallischen Einschlusses scheint die Azikularferritbildung nicht negativ beeinflusst zu werden. Die Reduktion des Mangangehalts auf ein Minimum (H3) zeigte klar negative Auswirkungen auf die Keimungswahrscheinlichkeit. Die Zahl der (Ti,Al,Mn) – Oxide blieb hoch, jedoch dürfte dies allein nicht genügen, um AF zu erzeugen. Das Gefüge besitzt zwar ein Potenzial zur nadeligen Ferritbildung, jedoch lässt der Mangel an Mangan in der Legierung keine aktive Keimung von AF an Partikeln zu. Eine Substitution des Mangans mittels Nickel (H4) konnte nicht als positiv gewertet werden. Nickel wird von den erzeugten Partikeln nicht aufgenommen. Die so ausbleibende verarmte Zone eines γ – stabilisierenden Elements lässt keine Keimung von Azikularferrit auf den vorhandenen NME zu.

Wie bei Schienenstählen üblich, wandeln diese hauptsächlich perlitisch um. Da laut Literatur eine Azikularferritumwandlung bei Abkühlgeschwindigkeiten zwischen Perlit und Bainit stattfindet, wurde durch Variieren der Abkühlbedingung zwischen 800 °C und 500 °C versucht, eine azikularferritische Umwandlung einzustellen (S1). Mit der Änderung der Legierungszusammensetzung zu Schienenstählen mit 0,65 % Kohlenstoff änderte sich auch das Bild der Einschlusszusammensetzungen und die Austenitisierung musste auf 100 Sek. bei 1300 °C angepasst werden. Die Ausgangslegierung (S1) wies keinerlei titanhaltige Einschlüsse auf, hingegen enthielt diese Probe den höchsten MnS Anteil. Die Probe wandelte immer perlitisch um. Auch einer Erhöhung des Titangehalts auf 0,02 % (S2) brachte nicht die gewünschte Umwandlung. Die Einschlusslandschaft zeigte die Ausbildung von titanhaltigen Oxiden und Oxisulfiden welche laut **Kapitel 2.4** in vielen Fällen [17,20, Voraussetzung für AF Keimung sind. Die Probe selbst blieb jedoch perlitisch. Eine weitere Erhöhung auf 0,05 % Ti (S3) ließ die Umwandlung bei 20 °C/min und 200 °C/min perlitisch ablaufen und bei 400°C/min grþsteils in Bainit umwandeln. Außerdem stieg der Gehalt an $(\text{Ti,Mn})\text{O}_x\text{S}_y$ und MnS weiter an. Trotz verschiedener Abkühlbedingungen konnte kein Azikularferrit erzeugt werden. Mit ca. 0,65 % C dürfte die Grenze des maximal Kohlenstoffgehalts für die AF – Bildung bereits überschritten worden sein. Eine Reduktion könnte die Keimung der Azikularferritnadeln begünstigen.

Die nachfolgende **Tabelle 5-1** fasst die Ergebnisse nochmals kurz zusammen. Die erste Spalte zeigt die Austenitisierungstemperaturen der einzelnen Probenserien aus Spalte 2. Alle Proben wurden für 100 Sek. (ausgenommen H3.3 = 500 Sek.) der Wärmebehandlung ausgesetzt. Die dritte und vierte Spalte zeigen graphisch wie numerisch den erreichten höchsten Azikularferritgehalt bei der verwendeten Kühlrate. In der Spalte „häufigste NME“

erfolgte eine Reihung der am zahlenmäßig häufigsten gemessenen Einschlusstypen. Nach der manuellen EDX – Auswertung der Einschlüsse, konnte dies mit der Spalte „aktive NME“ verglichen werden. Zusätzlich sind die auf den AF Gehalt positiv wirkenden Partikel mit ihrem Anteil an 100% der keimungsaktiven NME angegeben.

In vier von acht Legierungen konnte Azikularferrit erzeugt werden. Die Herstellung der Probe im Magnesiumoxidtiegel hatte keine negativen Auswirkung auf die Umwandlung und erzeugte ein abgeändertes Einschlussbild durch den Einbau von Mg – Atomen in die nichtmetallischen Einschlüsse. Legieren von Chrom und Nickel, Einsparen von Mangan oder der Tausch von Mangan und Nickel hatte einen stark negativen Effekt auf die AF – Keimung in den untersuchten Proben. Die Erzeugung von Azikularferrit konnte bei den Schienenstahlproben mit 0,65 % C nicht verwirklicht werden.

Tabelle 5-I: Gegenüberstellung AF, Kühlrate, Einschlusslandschaft und aktive Einschlüsse

T _{Ausst}	Serie	AF – Anteil 0 20 40 60 80 100 [%]	opt. KR [°C/min]	Häufigste NME [-]	Anteil an 100% Keimstellen für AF		
					[-]	[%]	
1400°C	HR		71	200	(Ti,Al,Mn)O _x	(Ti,Al,Mn)O _x S _y	38
					(Ti,Mn)O _x S _y	(Ti,Al,Mn)O _x	14
					(Ti,Al)O _x	(Ti,Al)O _x	10
					MnS	(Ti,Mn)O _x	10
	H2		76	200	(Ti,Al)O _x	(Ti,Al,Mn)O _x	41
					(Ti,Al,Mn)O _x	(Ti,Al,Mn,Mg)O _x S _y	16
					(Ti,Mn)O _x S _y	MnS	8
					MnS	(Ti,Al,Mg)O _x	8
H3 #500mat		9	200	(Ti,Al,Mn)O _x	-	-	
				(Ti,Al)O _x	-	-	
				(Ti,Mn)O _x	-	-	
				TiO _x	-	-	
H4		1	200	(Ti,Al)O _x	-	-	
				TiO _x	-	-	
				(Ti,Al,Mn)O _x	-	-	
				(Ti,Al)O _x S _y	-	-	
1300°C	S1	0	-	(Al,Mn,Si)O _x	-	-	
				MnS	-	-	
				(Al,Mn,Si)O _x S _y	-	-	
				Mischoxide	-	-	
	S2	0	-	-	(Ti,Mn)O _x S _y	-	-
					(Al,Si,Ti,Mn)O _x	-	-
					(Ti,Al,Mn)O _x S _y	-	-
					(Ti,Al)O _x	-	-
S3	0	-	-	(Ti,Mn)O _x S _y	-	-	
				MnS	-	-	
				(Ti,Al)O _x	-	-	
				(Ti,Al,Mn)O _x S _y	-	-	

Die Auswertung der Einschlusslandschaft zeigte, dass nicht die Zahl der Partikel ausschlaggebend für AF – Keimung ist. Es wird zwar die Wahrscheinlichkeit der Keimung erhöht, wenn die richtigen Partikel vermehrt auftreten, dies gehe aber auf Kosten des Reinheitsgrades. Sind die aktivsten Partikel einer bestimmten Legierung bekannt, kann

versucht werden, dass nur diese bei der Stahlherstellung gebildet werden, womit der Einschlussgehalt gesenkt und die Phasenumwandlung gezielt gesteuert wird. Bei den untersuchten Proben waren dies hauptsächlich (Ti,Al,Mn) – Oxide und Oxisulfide. Um diese gewünschte Einschlusslandschaft zu erhalten muss ein genau eingestelltes Verhältnis von Legierungselementen, Desoxidationsmittel, Schwefelgehalt und Sauerstoffgehalt vorliegen.

In weiteren Versuchen könnte versucht werden nur mehr die aktiven nichtmetallische Einschlüsse zu erzeugen. Außerdem sollten Schienenstahllegierungen mit etwas geringerem Kohlenstoffgehalt untersucht werden. Das Potenzial der Azikularferritumwandlung in diesen Stahltypen ist laut Einschlusszusammensetzung vorhanden jedoch ist das Potenzial der azikularferritisch Umwandlung bei 0,65 % C bereits viel zu gering. Weitere Untersuchungsmethoden wie Röntgenbeugungsdiffraktomie können klären welche Anordnung die Atome der nichtmetallischen Einschlüsse mit Mg vermuteten annehmen und ob die Aufnahme von Mg – Atomen die Gitterparameter zugunsten einer Azikularferritkeimung verändern.

Die Masterarbeit konnte einen wichtigen Schritt in Richtung des besseren Verständnisses der Azikularferritkeimung machen. Sie zeigt, wie bereits geringe Mengen an Legierungselementen das System der Azikularferritkeimung beeinflussen. Die Arbeit zeigt Schienenstähle mit 0,65 % C sind nicht für eine AF – Umwandlung geeignet, aber bei Berücksichtigung der Erkenntnisse der HSLA – Serie und weiteren Untersuchungen könnte in Zukunft die Umwandlung von Azikularferrit in Stählen besser kontrolliert werden.

6 Literaturverzeichnis

- [1] Zuo, X. and Z. Zhou, Study of Pipeline Steels with Acicular Ferrite Microstructure and Ferrite-Bainite Dual-phase Microstructure, *Mat. Res.* 18, (2015), 1, 36–41.
- [2] Sarma, D.S., A.V. Karasev and P.G. Jönsson, On the Role of Non-metallic Inclusions in the Nucleation of acicular Ferrite in Steels, *ISIJ Int*, 1063-1074.
- [3] Mayerhofer, A., In situ Beobachtung der Azikularferritbildung an nichtmetallischen Einschlüssen am HT - LSCM, Bachelorarbeit, 2014.
- [4] Bhadeshia, H. K. D. H., *Bainite in Steels: Transformation, Microstructure and Properties*, 2.th ed., IOM Communications Ltd, London, UK, 2001.
- [5] Zhao, M.-C., K. Yang and Y.-Y. Shan, Comparison on Strength and Toughness Behaviors of Microalloyed Pipeline Steels with Acicular Ferrite and Ultrafine Ferrite, *Materials Letters* 57, (2003), 9-10, 1496–1500.
- [6] Zhang, D., Y. Shintaku, S. Suzuki and Y.-i. Komizo, In Situ Observation of Phase Transformation in Low-Carbon, Boron-Treated Steels, *Metallurgical and Material Transactions A* 43, (2012), 2, 447–458.
- [7] Koseki, T. and G. Thewlis, Overview Inclusion Assisted Microstructure Control in C–Mn and Low Alloy Steel Welds, *Materials Science and Technology* 21, (2005), 8, 867–879.

- [8] Bin, W. and S. Bo, In Situ Observation of the Evolution of Intragranular Acicular Ferrite at Ce-Containing Inclusions in 16Mn Steel, *Steel Research International* 83, (2012), 5, 487–495.
- [9] Krauklis, P., F.J. Barbaro, K.E. Easterling (Eds.), *Proc. Of Int. Conf. On Martensitic Transformations*, 1992
- [10] Lee, J.L. and T. Pan, The Formation of Intragranular Acicular Ferrite in Simulated Heat-affected Zone, *ISIJ Int* 35, (1995), 8, 1027–1033.
- [11] Di Zhang, Y. Shintaku, S. Suzuki and Y.-i. Komizo, Effect of Cooling Rate on Phase Transformation in the Low-Carbon Boron-Treated Steel, *J Mater Sci* 47, (2012), 14, 5524–5528.
- [12] Capdevila, C., C. García-Mateo, J. Chao and F.G. Caballero, Effect of V and N Precipitation on Acicular Ferrite Formation in Sulfur-Lean Vanadium Steels, *Metall and Material Transactions A* 40, (2009), 3, 522–538.
- [13] Xiao, F.-R., B. Liao, Y.-Y. Shan, G.-Y. Qiao and Y. Zhong et al., Challenge of Mechanical Properties of an Acicular Ferrite Pipeline Steel, *Materials Science and Engineering: A* 431, (2006), 1-2, 41–52.
- [14] Mu, W., H. Mao, P.G. Jönsson and K. Nakajima, Effect of Carbon Content on the Potency of the Intragranular Ferrite Formation, *Steel research int.*, (2015).
- [15] Gregg, J.M. and H. K. D. H.; Bhadeshia, Solid-state Nucleation of Acicular Ferrite on Minerals Added to Molten Steel, *Acta Materialia* 45, (1997), 2, 739–748
- [16] Zhang, D., H. Terasaki and Y. Komizo, In Situ Observation of the Formation of Intragranular Acicular Ferrite at Non-Metallic Inclusions in C-Mn steel, *Acta Materialia* 58, (2010), 1369–1378.
- [17] Mu, W., P.G. Jönsson and K. Nakajima, Effect of Sulfur Content on Inclusion and Microstructure Characteristics in Steels with Ti_2O_3 and TiO_2 Additions, *ISIJ International* 54, (2014), 12, 2907–2916.
- [18] Yang, Z., F. Wang, S. Wang and B. Song, Intergranular Ferrite Formation Mechanism and Mechanical Properties of Non-Quenched-and-Zempered Medium Carbon Steels, *Steel Research int.* 79, (2008), 5, 390–395.
- [19] Evans, G., The Effect of Titanium in Manganese Containing SMA Weld Deposits, *Welding Research Supplement* 72, (1993), 3, 123–133.

- [20] Zheng, C., X. Wang, S. Li, C. Shang and X. He, Effects of inclusions on Microstructure and Properties of Heat-Affected-Zone for Low-Carbon Steels, *Sci. China Technol. Sci.* 55, (2012), 6, 1556–1565.
- [21] Van der Eijk, C., O. Grong and J. Hjelen, Quantification of Inclusion-Stimulated Ferrite Nucleation in Wrought Steel Using the SEM-EBSD Technique, *Proceedings of the International Conference on Solid-Solid-Phase Transformations*, (1999), 1573–1576.
- [22] Mabuchi, H., R. Uemori and M. Fujioka, The Role of Mn Depletion in Intra-GRanular Ferrite Transformation in the Heat Affected Zone of Welded Joints with Large Heat Input in Structural Steels, *ISIJ Int* 36, (1996), 11, 1406–1412.
- [23] Farrar, R.A. and P.L. Harrison, Review: Acicular Ferrite in Carbon-Manganese Weld Metals: An Overview, *Journal of Materials Science*. Vol.17 22, (1987), 3820.
- [24] Yamamoto, K. and Hasegawa, T: Takamura, J., Effect of Boron on Intragranular Ferrite Formation in Ti-Oxide Bearing Steels, *ISIJ Int Vol* 36, (1996), 1, 80–86.
- [25] Grong, O. and D.K. Matlock, Microstructural Development in Mild and Low-Alloy Steel Weld Metals, *International Materials Reviews* 31, (1986), 1, 27–48.
- [26] Chai, F., H. Su, C.F. Yang and D.M. Xue, Nucleation Behavior Analysis of Intragranular Acicular Ferrite in a Ti-killed C-Mn Steel, *Journal of Iron and Steel research Int.*, (2014), 21(3), 369–374.
- [27] Shim, J., J.-S. Byun, W.J., Cho and Y.J. Oh, Effects of Si and Al on Acicular Ferrite Formation in C-Mn Steel, *Metallurgical and Material transactions*, 32A, (2001), 75–83.
- [28] Takamura, J. and S. Mizoguchi (Eds.), *Roles of Oxides in Steels Performance: Metallurgy of Oxides 1*, JPN, 1990.
- [29] Devillers, L., D. Kaplan, B. Marandet, A. Ribes and P.V. Riboud, The Effect of Low Level Concentration of Some Elements on the Toughness of Submerged-Arc Welded C-Mn Steel Welds, (1983).
- [30] Evans, G. and N. Bailey, *Metallurgy of Basic Weld Metal*, Abington Publishing, Cambridge, England, 1997.
- [31] Koseki, T. and G. Thewlis, Inclusion Assisted Microstructure Control in C-Mn and Low Alloy Steel Welds, *Materials Science and Technology* 21, 8, 867–879.

-
- [32] Wang, X, Z. Hu, M. Jiang, W. Wang, C. Yang and L. Shurui (Eds.), Investigations on Non-Metallic Inclusions Acting as Nucleation Sites of Intra-Granular Acicular Ferrites in Al and Ti Deoxidized HSLA Steels, 5th International Congress on the Science and Technology of Steelmaking, 2012.
- [33] Ricks, R.A., P.R. Howell and G.S. Barritte, The Nature of Acicular Ferrite in HSLA Steel Weld Metals, *J Mater Sci* 17, (1982), 732–740.
- [34] Bramfitt, B.L., The Effect of Carbide and Nitride Additions on the Heterogeneous Nucleation Behavior of Liquid Iron, *Metallurgical Transactions* 1, (1970), 1987–1995.
- [35] Ohkita, S. and Y. Horii, Recent Development in Controlling the Microstructure and Properties of Low Alloy Steel Weld Metals, *ISIJ International* 35, (1995), 10, 1170–1182.
- [36] Suzuki, T. and T. Koseki, Effect of Steel Composition on the Dispersion of Oxide Inclusions in Steel Melts, *Proceedings of the 7th International Conference on Trends in Welding Research*, (2005), 981–983.
- [37] Shim, J.H., Y.J. Oh, J.Y. Suh, Y.W. Cho and J.D. Shim, Ferrite Nucleation Potency of Non-Metallic Inclusions in Medium Carbon Steels, *Acta Materialia* 49, (2001), 2115–2122.
- [38] Kikuchi, N., S. Nabeshima, T. Yamashita, and Y. Kishimoto, Microstructure Refinement in Low Carbon High Manganese Steels Through Ti - Desoxidation, Characterization and Effect of Secondary Deoxidation Particles, *ISIJ Int*, (2011), 51 (12), 2019–2028.
- [39] Byun, J.S., J.H. Shim, Y.W. Cho and D.N. Lee, Non-metallic Inclusion and Intragranular Nucleation of Ferrite in Ti-Killed C-Mn Steel, *Nano-Materials Research Centre, Korea*, (2002).
- [40] Kong H., Y.F. Shen, Y.H. Zhou., Q. Yue, L. Tong, and Z.Y. Cai, Effects of Titanium Oxide Precipitates on the Acicular Ferrite Nucleation in Carbon Structural Steel, *Materials Testing*, (2014), 56 (2), 131–135.
- [41] Bernhard, C., Schider S., A. Sormann, G.Xia and S. Ilie, Erste Ergebnisse des neuen Hochtemperatur-Konfokalmikroskops am Lehrstuhl für Metallurgie, *BHM* 156, (2011), 161–167.
- [42] Terasaki, H., T. Yamada and Y. Komizo, In-situ Observation of Nucleation and Growth of Acicular Ferrite in Weld Metal, *Tetsu-to-Hagané*, (2007), Vol.93, 27–32.

- [43] Komizo, Y. and H. Terasaki, Optical Observation of Real Materials Using Laser Scanning Confocal Microscopy Part 2 - Direct Observation of Ferrite Nucleation Sites in Weld Metal and Heat Affected Zone, *Science and Technology of Welding and Joining* 16, (2011), 1, 61–67.
- [44] Loder, D. and S. Michelic, Specific Use of Non-metallic Inclusions for the Formation of Acicular Ferrite Structures: Thermodynamic modeling and Laboratory Experiments 2015.
- [45] Michelic, S., J. Goriupp, S. Feichtinger, Y.B. Kang, and C. Bernhard, Study on Oxide Inclusion Dissolution in Secondary Steelmaking Slags using High Temperature Confocal Scanning Laser Microscopy, *Steel Research International* 86, (2015), 1–11.
- [46] Huang, F.X, X.H. Wang, J. Zhang, C.X. Ji and Y.Fang, In Situ Observation of Solidification Process of AISI 304 Austenitic Stainless Steel, *Journal of Iron and Steel Research Int.* 15(2), (2008), , 78-82
- [47] Phelan, D., M. Reid and R. Dipenaar, Kinetics of the Peritectic Phase Transformation: In-Situ Measurements and Phase Field Modeling, *Metallurgical and Materials Transactions* 37 A, (2006), 985–994.
- [48] ASTM International, Standard Test method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count (ASTM E562-11), West Conshohocken, PA, (2011), www.astm.org.
- [49] Rainer Ziel, Atom model for EDX DE, https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Atom_model_for_EDX_DE.svg#/media/File:Atom_model_for_EDX_DE.svg, Abgerufen am: 03.11.2015.
- [50] Shim, J.-H., Y.-J. Oh, J.-Y. Suh, Y. Cho and J.-D. Shim, Ferrite Nucleation Potency of Non-Metallic Inclusions in Medium Carbon Steels, *Acta Materialia* 49, (2001), 12, 2115–2122.

7 Lebenslauf

ALEXANDER MAYERHOFER

Josef-Heißl-Straße 43/2 · 8700 Leoben



PERSÖNLICHE ANGABEN

Familienstand	ledig
Staatsangehörigkeit	Österreich
Geburtsdatum	13.05.1989
Geburtsort	Wr. Neustadt

AUSBILDUNG

1995–1999	Volksschule Sta. Christiana Wr. Neustadt
1999–2007	Humanistisches Gymnasium der Diözese Eisenstadt
2008–2016	Studium Metallurgie an der Montanuniversität Leoben