

Lehrstuhl für Metallurgie
Montanuniversität Leoben

Untersuchung der Fehlerbildung während der Anfangserstarrung von Fe-Ni und Fe-Ni-Cr Legierungen



vorgelegt von Martina Hanel
Leoben, September 2009

Eidesstattliche Erklärung

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Martina Hanel

Leoben, September 2009

Inhaltsverzeichnis

Abbildungsverzeichnis	VI
Tabellenverzeichnis	VIII
1. Einleitung	1
2. Literaturübersicht	5
2.1. Überblick über die Eigenschaften und Anwendungen von Fe-Ni und Fe-Ni-Cr Werkstoffen	6
2.2. Beschreibung der Heißrissproblematik	10
2.2.1. Definition des Begriffs Heißriss	13
2.2.2. Kritischer Bereich des Erstarrungsintervalls	16
2.2.3. Primäre Korngröße	18
2.2.4. Primäre Erstarrungsform	19
2.2.5. Prozesstechnische Einflussfaktoren	22
2.2.6. Abschätzung der (Heiß-) Rissanfälligkeit	24
2.3. Zusammenfassung des Literaturteils	26
3. Praktische Versuchsdurchführung	28
3.1. Beschreibung der Differenzthermoanalyse	29
3.1.1. Detaillierte Darstellung des Verfahrens	29
3.1.2. Probenherstellung und Versuchsdurchführung	32

3.2. Beschreibung des Heißzug- bzw. Schrumpfversuchs	35
3.2.1. Versuchsaufbau- und Durchführung des SSCT-Tests	36
3.2.2. Versuchsaufbau- und Durchführung des SSCC-Tests	39
3.2.3. Metallographische Aufbereitung der Proben	41
3.2.4. Auswertungskriterien	42
4. Darstellung der Ergebnisse	45
4.1. Ergebnisse für Liquidus- und Solidustemperaturen	45
4.1.1. Berechnungen und Werte aus der Literatur	46
4.1.2. Darstellung der Ergebnisse der DTA	48
4.1.3. Vergleich der Messungen mit den Berechnungen	50
4.2. Ergebnisse der Heißzug- und Schrumpfversuche	52
4.2.1. Heißzugversuche (Versuchsserie A)	52
4.2.2. Schrumpfversuche (Versuchsserie B)	57
4.3. Vergleich mit Kohlenstoffstählen	65
5. Zusammenfassung	70
A. Anhang	79
A.1. Chemische Analysen	79
A.2. Metallographische Auswertung	81
A.3. Aufgezeichnete Daten	82
A.4. Aufgenommene Bilder	87

Abbildungsverzeichnis

1-1. Produktionsmengen von a) Rohstahl ¹ und rostfreiem Stahl ² und b) von Nickel ³ der letzten Jahre.	2
2-1. 100 000 h-Zeitstandfestigkeit a) einiger Stähle und 10 000 h-Zeitstandfestigkeit b) verschiedener Nickelbasislegierungen in Abhängigkeit der Temperatur nach Brill. ^{4,5}	8
2-2. Zeit-Temperatur-Sensibilisierungsdiagramm einiger Nickel-Chrom Legierungen nach Heubner und Köhler. ⁶	9
2-3. Verschiedene Phasen der Erstarrung ⁷ und charakteristische Temperaturen. ^{8,9}	17
2-4. Heißrisswahrscheinlichkeit als Funktion des Verhältnisses Cr_{eq}/Ni_{eq} und P + S Gehalts. ¹⁰	21
2-5. Erstarrungsmodus und die daraus folgende Rissempfindlichkeit verschiedener Stähle nach Lindenberg <i>et al.</i> ¹¹	22
2-6. Schematische Darstellung des MVT-Tests und Ergebnisse für einige Legierungen nach Heubner. ¹²	24
2-7. Einfluss der unterschiedlichen Dehnungen auf die Heißrissempfindlichkeit verschiedener Nickellegierungen nach Naffakh <i>et al.</i> ¹³	25
2-8. Gesamte Risslänge verschiedener nickel- und chromhaltiger Stähle für unterschiedliche Dehnungen nach Varol und Baeslack. ¹⁴	26

3-1. a) Idealisierter Temperatur-Zeit-Verlauf einer Differenzthermoanalyse und b) resultierende DTA-Messkurve, d.h. Temperaturdifferenz in Abhängigkeit der Zeit. ¹⁵	31
3-2. Gesamtes durchlaufenes Temperaturprogramm (mit abgekürzter Darstel- lung der beschleunigten Aufheiz- und Abkühlphase).	32
3-3. a) Erhaltenes DTA-Signal der Legierung 03 für den gesamten Messzyklus und b) herauslesen der Ergebnisse am Beispiel des zweiten Messzyklus der Legierung 04.	34
3-4. Schematische Darstellung der Versuchsanordnung des SSCT-Versuchs und der Erstarrungsbedingungen sowohl im Laborversuch als auch im Strang- gießprozess. ¹⁶	36
3-5. Während des Versuchs aufgezeichnete Daten der a) Temperatur der insge- samte vier Thermoelemente und b) der Kraft und der Verlängerung für die Probe A 04.	38
3-6. Schematische Darstellung des modifizierten Prüfkörpers des SSCC-Versuchs. ¹⁷	39
3-7. Während des Versuchs aufgezeichnete Daten der a) Temperatur der insge- samte drei Thermoelemente und b) Schrumpfkraft für die Probe B 06. . . .	40
3-8. Darstellung der Vorgehensweise der Probenpräparation und Beispiel eines Schliffbildes mit Heißriss.	41
3-9. Darstellung des Auswertevorgangs für a) die Schalendicke und b) die An- rissfläche sowie Länge am Beispiel des Schliffs Nr. 03 der Probe A 01. . . .	43
3-10. Darstellung der Heißrissauswertung am Beispiel des Schliffs Nr. 11 der Pro- be B 03.	43
4-1. a) Binäres Phasendiagramm des Systems Fe-Ni und c) quasi-binäres System mit Begleitelementen, quasi-binäre Phasendiagramme des Systems Fe-Ni- 20 %Cr b) ohne und d) mit Begleitelementen berechnet mit <i>ThermoCalc</i> . .	47
4-2. Vergleich der Gleichgewichtsberechnungen laut <i>ThermoCalc</i> mit Werten von a) Wever, ¹⁸ b) Kato ¹⁹ und c) Seifert. ²⁰	48

4-3. Vergleich der Gleichgewichtsberechnungen laut <i>ThermoCalc</i> mit den Werten der DTA Messung in a) für das System Fe-Ni und in b) für das System Fe-Ni-20 %Cr.	51
4-4. Graphische Darstellung der Abweichung von <i>ThermoCalc</i> und DTA für a) die Liquidustemperatur und b) die Solidustemperatur.	51
4-5. Ergebnis der Auswertung der Schalendicke der SSCT-Versuchsserie, getrennt für Werkstoffe a) ohne und b) mit Chrom.	53
4-6. Vom Prüfkörper getrennte Halbschalen und die daraus entstandenen 16 Teilstücke der Probe A 01.	54
4-7. a) Gemittelte Anrissfläche und b) -länge als Ergebnis der Versuchsserie A in Abhängigkeit des Nickelgehalts.	55
4-8. Aufgezeichnete Daten der Kraft und der Verlängerung für a) Werkstoffe ohne Chrom und b) Werkstoffe mit Chrom der Versuchsserie A.	56
4-9. Ergebnis der Auswertung der Schalendicke der SSCC-Versuchsserie, getrennt für Werkstoffe a) ohne und b) mit Chrom.	58
4-10. Abgetrennte Halbschale und Teilstücke der Probe B 01.	59
4-11. Rasterelektronische Aufnahme der Rissfläche des Versuchs B 05 (60-20-20).	60
4-12. a) Mittlere Anzahl und b) Länge der Heißrisse der Versuchsserie B in Abhängigkeit des Nickelgehalts.	61
4-13. Aufgezeichnete Daten der Kraft während der Versuchsdauer der Versuchsserie B für die Werkstoffe B 01 – 03.	62
4-14. Aufgezeichnete Daten der Kraft während der Versuchsdauer der Versuchsserie B für die Werkstoffe B 04 – 07.	63
4-15. Wärmestromdichten beider Versuchsserien für die a) Legierung 01 und b) Legierung 03.	64
4-16. Vergleich der Anzahl und Länge der Heißrisse der a) und c) durchgeführten Versuchsserie B mit den b) und d) Versuchsergebnissen von Kohlenstoffstählen, durchgeführt am Lehrstuhl für Metallurgie von Bernhard. ²¹	65
4-17. Vergleich der aufgezeichneten Schrumpfkraftverläufe der a) durchgeführten Versuchsserie B mit b) den Versuchsergebnissen von Bernhard. ²¹	67

4-18. Vergleich der Anrissfläche der a) durchgeführten Versuchserie A mit den b) Versuchsergebnissen von Kohlenstoffstählen, durchgeführt am Lehrstuhl für Metallurgie von Pierer. ²²	67
4-19. Vergleich der Aufgezeichneten Kraft-Verlängerungs-Kurven der a) Versuchserie A mit den b) Versuchsergebnissen von Pierer. ²²	68
A-1. DTA-Kurven aller untersuchten Legierungen.	82
A-2. Aufgezeichnete Temperaturverläufe der Versuchsserie A.	83
A-3. Aufgezeichnete Temperaturverläufe der Versuchsserie B.	84
A-4. Berechnete Wärmestromdichten der Versuchsserie A.	85
A-5. Berechnete Wärmestromdichten der Versuchsserie B.	86
A-6. Halbschalen und die 16 Teilstücke der Prüfkörper A 01 – 03, geätzte Probenstücke die zur Auswertung herangezogen wurden.	87
A-7. Halbschalen und die 16 Teilstücke der Prüfkörper A 04 – 07, geätzte Probenstücke welche zur Auswertung herangezogen wurden.	88
A-8. Halbschalen und die 16 Teilstücke der Prüfkörper B 01 – 03, geätzte Probenstücke die zur Auswertung herangezogen wurden.	89
A-9. Halbschalen und die 16 Teilstücke der Prüfkörper B 04 – 07, geätzte Probenstücke welche zur Auswertung herangezogen wurden.	90
A-10. Detailaufnahmen der geätzten Probenstücke der Legierung 01.	91
A-11. Detailaufnahmen der geätzten Probenstücke der Legierung 02.	92
A-12. Detailaufnahmen der geätzten Probenstücke der Legierung 03.	93
A-13. Detailaufnahmen der geätzten Probenstücke der Legierung 04.	94
A-14. Detailaufnahmen der geätzten Probenstücke der Legierung 05.	95
A-15. Detailaufnahmen der geätzten Probenstücke der Legierung 06.	96
A-16. Detailaufnahmen der geätzten Probenstücke der Legierung 07.	97

Tabellenverzeichnis

1-I. Chemische Analyse der ursprünglich vorgeschlagenen Legierungen, Angaben in Gew.-%.	3
1-II. Chemische Zusammensetzung der in dieser Arbeit untersuchten Legierungen, Angaben in Gew.-%.	4
2-I. Chemische Zusammensetzung und Anwendungen einiger ausgewählter Stähle und Nickellegierungen, Angaben in Gew.-%.	11
2-II. Chemische Zusammensetzung und Anwendungen einiger ausgewählter Nickel- und Nickel-Chrom-Legierungen, Angaben in Gew.-%	12
2-III. Zusammenfassung einiger Mechanismen der Heißrissbildung nach Eskin und Katgerman ²³	15
3-I. Chemische Zusammensetzung Legierungen, Angaben in Gew.-%.	28
4-I. T_L und T_S , resultierender Mittelwert sowie Standardabweichung aller Zyklen, Temperaturen in °C angegeben.	49
4-II. Resultierende Anrissfläche und Länge der Probe A 01	54
4-III. Anzahl und Länge der Heißrisse der Probe B 01.	59
A-I. Chemische Zusammensetzung der Vorproben, ermittelt mittels Funken-spektrometeranalyse, Angaben in Gew.-%.	79

A-II. Chemische Zusammensetzung der Schlussprobe der Versuchsserie A, ermittelt mittels Funkenspektrometeranalyse Angaben in Gew.-%, sowie die Temperatur des Stahlbades zum Zeitpunkt des Eintauchens, Angegeben in °C.	80
A-III. Chemische Zusammensetzung der Schlussprobe der Versuchsserie B, ermittelt mittels Funkenspektrometeranalyse, Angaben in Gew.-%, sowie die Temperatur des Stahlbades zum Zeitpunkt des Eintauchens, Angegeben in °C.	80
A-IV. Ergebnisse der metallographischen Auswertung der Versuchsserie A, gemessene Anrisslänge [<i>mm</i>], gemessene Anrissfläche [<i>mm</i> ²], resultierende Anrissbreite [<i>mm</i>], Mittelwert der gemessenen Schalendicke [<i>mm</i>] und dazugehörige Standardabweichung	81
A-V. Ergebnisse der metallographischen Auswertung der Versuchsserie B, gesamte Rissanzahl [], gesamte Risslänge [<i>mm</i>], Fläche der vorhandenen Einziehung [<i>mm</i> ²], Mittelwert der gemessenen Schalendicke [<i>mm</i>] und dazugehörige Standardabweichung	81

1. Einleitung

Die Gruppe der rostfreien Stähle nimmt heute einen wichtigen Bestandteil in der weltweiten Produktion von Stahl ein. Durch die hervorragenden Eigenschaften und die Möglichkeit zur immer preiswerteren Herstellung ist der rostfreie Stahl längst ein Massenprodukt geworden. Von den weltweit jährlich produzierten 1,3 Milliarden Tonnen Stahl (Stand 2008¹) entfallen 26 Millionen Tonnen auf die Produktion von rostfreien Stählen und Edelstählen, was etwa 2 % der gesamten Produktion entspricht. 80 % dieser 26 Millionen Tonnen entfallen auf den klassischen 18/8 rostfreien Stahl, der aufgrund seiner hervorragenden Korrosionseigenschaften bei gleichzeitig guter Verform- und Schweißbarkeit sehr vielseitige Anwendungen besitzt. Diese sind vor allem der Fassadenbau sowie Haushalts- und Sanitärindustrie zu suchen. Um einen Überblick zu geben, sind in **Abbildung 1-1a** die Produktionsmengen sowohl allgemein für Rohstahl, als auch für rostfreie Stähle der letzten Jahre aufgetragen. Es zeigt sich eine stetige Zuwachsrate, welche nur durch den Einbruch des Finanzmarktes 2007 unterbrochen wurde. Mit dem stetigen Zuwachs der Edelstahlproduktion nimmt auch die Produktion von Nickel im Allgemeinen stetig zu, so wurden 2007 1,66 Millionen Tonnen Nickel erzeugt.² Zwei Drittel dieser Menge werden dabei in der Produktion von rostfreien Stählen und Edelstählen eingesetzt. Weiters wird Nickel in hohem Maße in Form von Nickel- und Nickelbasislegierungen eingesetzt, vor allem dort wo die Ansprüche in Hinblick auf Korrosion- und Hochtemperaturbeständigkeit jene von Stahl übersteigen. Diese Anwendungen reichen von chemischer und petrochemischer Industrie bis zu Kernkraftwerkskomponenten und Turbinenteilen. Die jährliche

Gesamtproduktionsmenge von Nickel der letzten Jahr ist in **Abbildung 1-1b** aufgetragen.

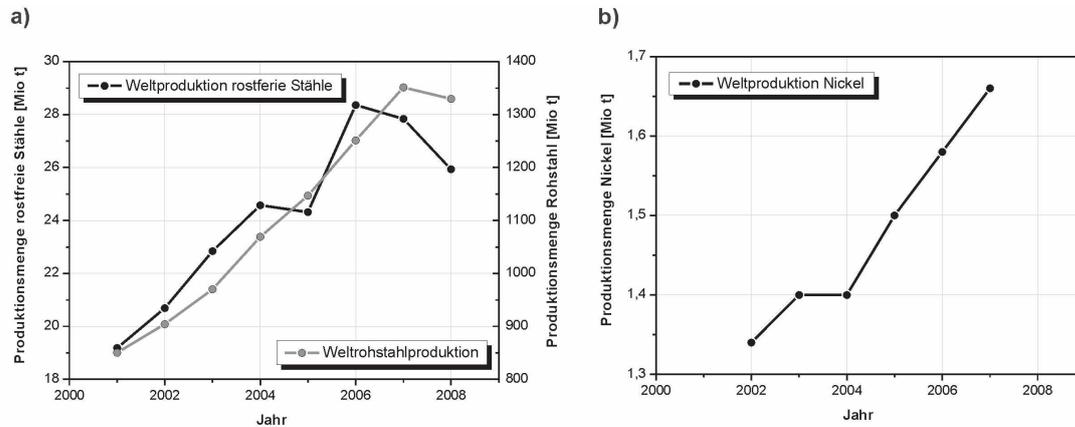


Abbildung 1-1.: Produktionsmengen von a) Rohstahl¹ und rostfreiem Stahl² und b) von Nickel³ der letzten Jahre.

Mit dem stetigen Zuwachs des Verbrauchs von Edelstahl und Nickellegierungen werden auch die Anforderungen an die Produktion stark erhöht. So soll es möglich sein, ein Produkt guter Qualität bei gleichzeitig hoher Wirtschaftlichkeit zu erzeugen. Die herausragendste Verfahrensvariante zur Vereinigung dieser beiden Punkte stellt das Verfahren des Stranggießens dar. Mit einer weltweiten Produktion von 1,24 Milliarden Tonnen (dies entspricht 92 % der weltweiten Rohstahlproduktion) stranggegossenen Stahls jährlich (Stand 2007) hat sich dieses Verfahren zum mit Abstand bedeutensten etabliert und auch bei der Produktion von Nickel nimmt der Strangguss eine immer wichtigere Rolle ein.

Da die Kenntnis des Erstarrungsverhaltens einer Legierung beim Stranggießen von großer Wichtigkeit ist, können Experimente herangezogen werden um dieses unter stranggußähnlichen Bedingungen zu untersuchen. In der Vergangenheit wurden solche Versuche vor allem für Kohlenstoffstähle durchgeführt, für hochlegierte Stähle und Nickellegierungen gibt es nur wenige Erkenntnisse bezüglich dem Verhalten während der Anfangserstarrung. Um das, damit eng verbundene, Problem der Rissanfälligkeit für Fe-Ni und Fe-Ni-Cr Werkstoffe abschätzen zu können, wurden vom Industriepartner Siemens VAI für den Rahmen dieser Untersuchung folgende, in **Tabelle 1-I** aufgelistete, Legierungen vorgeschlagen. Diese Werkstoffe sind in ihrer Zusammensetzung sehr unterschiedlich, sie enthal-

Tabelle 1-I.: Chemische Analyse der ursprünglich vorgeschlagenen Legierungen, Angaben in Gew.-%.

	Bezeichnung ¹	C	Mn	S	P	Si	Ni	Cr	Al	Ti	Cu	Fe	Mo	W
01	Gh3600	0,05	0,08	0,003	0,005	0,09	77,13	15,02	0,18	0,18	0,01	7,25	–	–
02	GH1140	0,08	0,5	0,002	0,02	0,41	37,18	20,98	0,44	1,20	0,05	Rest	2,28	1,51
03	GH3030	0,05	0,33	0,003	0,005	0,43	Rest	20,31	0,06	0,31	0,01	0,53	–	–
04	new 13	0,01	1,08	0,003	0,004	0,54	35,35	25,55	0,43	0,51	0,02	Rest	0,02	0,03
05	1Cr25Ni20Si2	0,12	0,92	0,003	0,025	2,11	19,18	24,80	0,09	0,06	0,08	Rest	0,06	0,04
06	17-4PH ²	0,04	0,25	0,004	0,025	0,51	4,24	15,54	0,02	0,01	3,15	Rest	0,09	0,07
07	2205	0,02	1,21	0,002	0,018	0,55	5,52	22,74		0,02	0,11	Rest	3,29	0,03
08	HFNi36	0,00	0,43	0,003	0,004	0,19	35,82	–	–	–	–	Rest	–	–
09	1J79	0,00	0,83	0,003	0,004	0,37	79,4	–	–	–	0,02	Rest	4,01	–
10	Ni20Mn6	0,03	6	0,003	0,02	0,22	20,00	–	–	–	–	Rest	–	–

¹ teilweise firmeninterne Bezeichnung² zusätzlich 0,25 %Nb legiert

ten verschiedenste Mengen an Hauptlegierungselementen, sowie eine große Bandbreite an Elementen mit geringeren Gehalten, so beispielsweise Wolfram, Molybdän und Kupfer, sowie in geringerem Maße Aluminium und Niob. Diese extreme Vielzahl an Elementen machte es nötig, Überlegungen zu treffen, sich auf einige wenige Legierungselemente zu beschränken, um dadurch den Einfluss dieser auf die Rissbildungswahrscheinlichkeit deutlicher herausheben zu können. So liegt es auf der Hand, sich eine Legierung der jeweiligen Nickellage herauszugreifen, das heißt, Legierungen mit 5, 20, 35 und 80 Gew.-% Nickel. Eine weitere Überlegung zur Auswahl der Legierungen stellt die, für Eisen-Nickel-Systeme positive, Wirkung des Chroms dar. Chrom verbessert deutlich die Korrosionseigenschaften und führt zu besserem Verhalten in Bezug auf Hochtemperaturanwendungen. Beim Betrachten der Legierungen in **Tabelle 1-I** ist zu erkennen, dass sich der Chrom-Gehalt zwischen 15 und 25 Gew.-% bewegt.

Daher wurde entschieden, für jede zu untersuchende Lage des Systems Fe-Ni eine Legierung mit zusätzlich 20 Gew.-%Cr als weiteres Legierungselement heranzuziehen. In **Tabelle 1-II** sind die chemischen Zusammensetzungen der in dieser Arbeit zu untersuchenden Legierungen aufgelistet. Um den Einfluss der beiden Hauptlegierungselemente Nickel und Chrom auf die Rissbildungseigenschaften nicht zu verfälschen, wurde für die restlichen enthaltenen Begleitelemente der Mittelwert (für Kohlenstoff, Silizium und Man-

gan), beziehungsweise der kleinstmöglich herstellbare Gehalt (für Phosphor und Schwefel) gewählt.

Tabelle 1-II.: Chemische Zusammensetzung der in dieser Arbeit untersuchten Legierungen, Angaben in Gew.-%.

Legierungsnummer	Fe	Ni	Cr	C	Si	Mn	P	S
01	80	20	–	0,05	0,5	0,5	0,01	0,01
02	65	35	–	0,05	0,5	0,5	0,01	0,01
03	20	80	–	0,05	0,5	0,5	0,01	0,01
04	75	5	20	0,05	0,5	0,5	0,01	0,01
05	60	20	20	0,05	0,5	0,5	0,01	0,01
06	45	35	20	0,05	0,5	0,5	0,01	0,01
07	0	80	20	0,05	0,5	0,5	0,01	0,01

Von dieser Situation ausgehend werden insgesamt 3 Versuchsserien durchgeführt um das Verhalten dieser Legierungen während der Anfangserstarrung besser beschreiben zu können. Diese umfassen als erstes eine Differenzthermoanalyse. Dabei werden Solidus- und Liquidustemperaturen bestimmt, welche als Ausgangstemperatur der Schmelze für die folgenden Heißzug- und Schrumpfversuche dienen sollen und weiters mit Literaturdaten und *ThermoCalc*-Berechnungen verglichen werden. Darauf folgend werden in zwei Versuchserien alle Werkstoffe mittels Heißzug- und Schrumpfversuch untersucht, um die so gewonnen Proben anschließend metallographisch in Bezug auf Risse und Heißrisse beurteilen zu können. All die gewonnen Ergebnisse werden ausgewerten und diskutiert sowie mit Ergebnissen für Kohlenstoffstählen verglichen, um damit Auskunft über das Verhalten von Fe-Ni und Fe-Ni-Cr Werkstoffen während der Anfangserstarrung unter stranggussähnlichen Bedingungen geben zu können.

2. Literaturübersicht

Hochlegierte Stähle und Nickelbasislegierungen sind für eine weite Bandbreite an Anwendungen von großer Bedeutung. Austenitische Chrom-Nickel-Stähle beispielsweise stellen heute eine wichtige Gruppe unter den rost- und säurebeständigen Stählen dar. Weiters finden Fe-Ni-Cr Legierungen und Nickelbasislegierungen Anwendung in der chemischen Industrie, Umwelttechnik, Schiffsbau und vielen mehr. Verantwortlich dafür zeigen sich neben den guten Festigkeitseigenschaften bei ausreichender Duktilität vor allem, die für diese Legierungen typischen, ausgezeichneten Eigenschaften in Bezug auf Korrosions- und Hochtemperaturverhalten.²⁴ In den folgenden Kapiteln wird auf die wichtigsten Eigenschaften wie Hochtemperaturverhalten, Riss- bzw. Heißrissanfälligkeit und Möglichkeiten der Eigenschaftsbeeinflussung durch gezieltes Legieren eingegangen und die daraus resultierenden Anwendungen beschrieben.

Die Hauptidegungsrouten dieser Werkstoffe stellt der Strangguss dar, dies gilt vor allem für hochlegierte Stähle, aber auch Nickelwerkstoffe werden zunehmend auf dieser Weise hergestellt. Damit kann auch das Problem der Heißrissbildung nicht außer Acht gelassen werden. Vor allem beim Stranggießen von konventionellen Kohlenstoffstählen gibt es bereits einige Erkenntnisse über die Ursache der Entstehung von (Heiß-) Rissen, Mechanismus der Ausbreitung und begünstigende Bedingungen. Obwohl das Problem der Heißrissbildung sowohl beim Formguss von Eisen- und Nichteisenlegierungen, als auch beim Schweißen solcher eine wesentliche Rolle spielt, gibt es deutlich weniger Untersuchungen zu diesem Thema in Bezug auf Fe-Ni und Fe-Ni-Cr Legierungen.

2.1. Überblick über die Eigenschaften und Anwendungen von Fe-Ni und Fe-Ni-Cr Werkstoffen

Vor den 1950er Jahren war die Auswahl an geeigneten Legierungen für den Einsatz in korrosiven Medien und bei hohen Temperaturen sehr beschränkt. Mit zunehmendem Verständnis für die Effekte der Legierungselemente sowohl in Hinsicht auf Korrosion als auch auf die physikalischen Eigenschaften, ist es heute möglich aus einer breiten Palette an Legierungen für Anwendungen aller Art zurückzugreifen. Nachstehend werden die Effekte der wichtigsten Legierungselemente in Stählen und Nickelbasislegierungen beschrieben.

- *Wirkungsweise der Legierungselemente und resultierende Verbesserung der Eigenschaften*

Nickel als Legierungselement in rostfreien Stählen und Spezialstählen verbessert vor allem die thermische Stabilität und Verarbeitbarkeit eines Produkts bei gleichzeitiger Erhöhung der Korrosionsbeständigkeit in schwach reduzierenden und alkalischen Medien.²⁵ Chrom, als zweites wesentliches Legierungselement, wird vor allem aufgrund der Verbesserung der Korrosionseigenschaften zulegiert. So bietet zunehmender Chromgehalt Schutz vor Oxidation, wenn Temperaturen von 950 °C nicht dauerhaft überschritten werden, und verbessert die Hochtemperaturfestigkeit wesentlich.²⁶ Weiters wird die Resistenz gegenüber lokaler Korrosion verbessert.

Umgekehrt werden Nickel- und Nickellegierungen in großem Maße mit Eisen legiert, mehr als mit jedem anderen Metall. Gründe dafür sind vor allem die daraus resultierende Kostenminimierung bei gleichzeitiger Festigkeitssteigerung. So bietet Eisen eine kostengünstigere Matrix, die Nickel ersetzt und ebenfalls einen höheren Schrotteinsatz bei der Herstellung ermöglicht. Durch die Zugabe von Chrom zu Nickellegierungen werden dieselben Effekte erzielt, wie es bei Stahl der Fall ist: Reduzierung der Oxidation und anderer Reaktionen auch bei hohen Temperaturen. Typischerweise ist der Gehalt an Kohlenstoff in Nickellegierungen niedrig gehalten.

Als Gründe ergeben sich die teilweise negativen Auswirkungen auf die Korrosionsbeständigkeit, die mechanischen Eigenschaften und die Verarbeitbarkeit durch das Auftreten von Karbiden und intermetallischen Phasen.²⁷

Vor allem in Bereichen wie Kraftwerksbau, Heiztechnik, chemische und petrochemische Industrie und Turbinen für Flugzeugbau ist der Gebrauch von hochtemperaturbeständigen Materialien von großer Bedeutung. Dort, wo die Ansprüche an Hochtemperaturfestigkeit und Korrosionsbeständigkeit jene von korrosionsbeständigen Stählen übersteigen, wird zunehmend auf Nickellegierungen zurückgegriffen.²⁷

- ***Verhalten bei hohen Temperaturen***

Als kritischer Temperaturbereich, in welchem Legierungen Ansprüchen wie Hochtemperaturfestigkeit und Kriechbeständigkeit genügen müssen, werden Temperaturen zwischen 550 und 1100 °C angesehen.⁶ Bereits bei Temperaturen über 550 °C beginnen die mechanischen Eigenschaften von ferritischen, hitzebeständigen Stählen drastisch abzusinken, insbesondere die Kriechbeständigkeit. Diese Effekte sind vor allem auf das raumzentrierte Gitter und die damit resultierende größere Beweglichkeit der Atome zurückzuführen. Um diesen negativen Effekten entgegenzuwirken und auch bei höheren Temperaturen ausreichende mechanische Eigenschaften gewährleisten zu können, weicht man auf austenitisch erstarrende Stähle und Nickelbasislegierungen aus. Klassische Beispiele sind nickellegierte austenitische Stähle mit 16-25 Gew.-%Cr und 8-20 Gew.-%Ni, die aufgrund des flächenzentrierten Gitters eine deutliche Verbesserung in Bezug auf Hochtemperaturfestigkeit und Korrosionsbeständigkeit aufweisen. Weiters ist es möglich, durch Teilchenhärtung einen weiteren Anstieg zu erzielen, andernfalls wird auf Nickelbasis- bzw. Nickelbasissuperlegierungen zurückgegriffen. **Abbildung 2-1a** zeigt die 100.000 h Kriechbeständigkeit bzw. Standfestigkeit verschiedener Werkstoffe, angefangen vom unlegierten Kohlenstoffstahl über ferritische und ferritisch-martensitische Cr-Stähle, austenitische Edelstähle, bis hin zu einer hochwarmfesten Nickelbasislegierung (von links nach

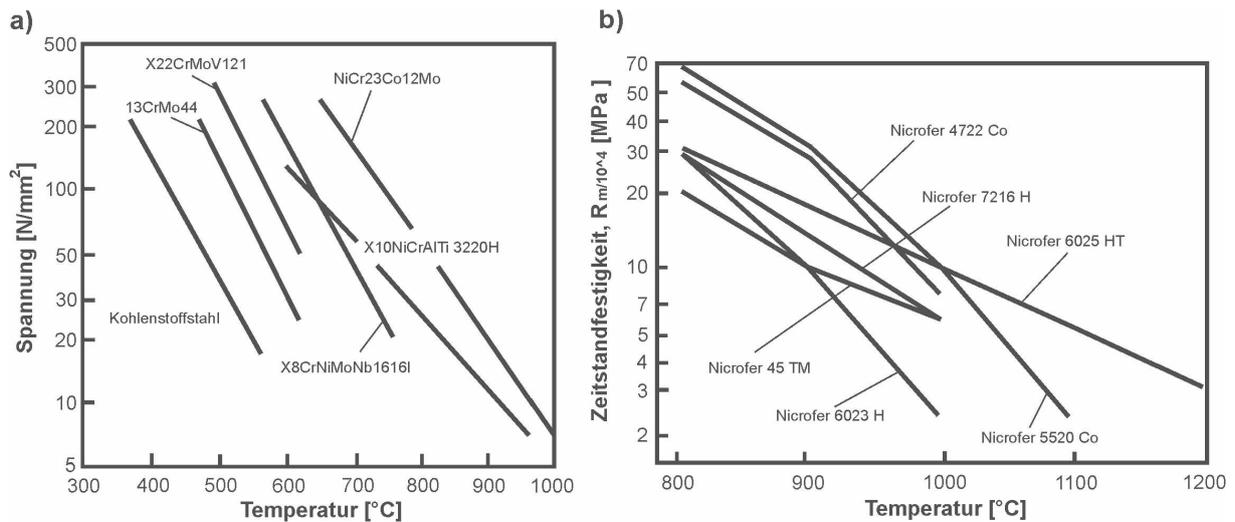


Abbildung 2-1.: 100 000 h-Zeitstandfestigkeit a) einiger Stähle und 10 000 h-Zeitstandfestigkeit b) verschiedener Nickelbasislegierungen in Abhängigkeit der Temperatur nach Brill.^{4,5}

rechts). Weiters zeigt **Abbildung 2-1b** die Zeitstandfestigkeit aufgetragen gegen die Temperatur für einige ausgewählte Nickellegierungen.⁴

Um beispielhaft die herausragenden Eigenschaften von Nickelwerkstoffen anzuführen, muss erwähnt werden, dass einkristallin erstarrte Nickelbasissuperlegierungen im heißesten Bereich von Turbinenmotoren eingesetzt werden können, wobei dort hochkorrosive Abgase Temperaturen bis zu $1500\text{ }^{\circ}\text{C}$ erreichen können.²⁸

- **Verhalten unter Anwesenheit korrosiver Medien**

Um sich ausreichender Korrosionsbeständigkeit sicher sein zu können, müssen neben der richtigen Legierung auch viele weitere Faktoren beachtet werden. So können sich diverse Umform- oder Schweißbehandlungen nachteilig in Bezug auf korrosiven Angriff auswirken, ebenso muss die richtige Bauteilgestaltung eines Werkstücks berücksichtigt werden.²⁷ Da diese Faktoren aber erst bei der Herstellung eines Bauteils von Bedeutung sind, werden diese nachstehend nicht weiter erwähnt und ausschließlich auf die Korrosionseigenschaften der Legierungen eingegangen.

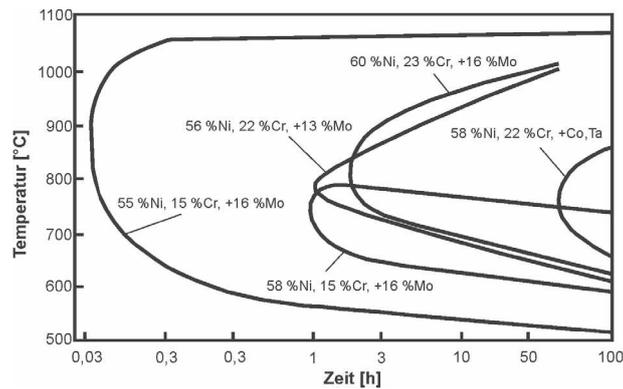


Abbildung 2-2.: Zeit-Temperatur-Sensibilisierungsdiagramm einiger Nickel-Chrom Legierungen nach Heubner und Köhler.⁶

Genau genommen ist Korrosionsbeständigkeit keine Werkstoffeigenschaft, sondern die Reaktion eines Materials mit dem ihm umgebenden Medium, ausgehend von der Oberfläche.²⁹ Damit spielt das Medium eine ebenso große Rolle wie der Werkstoff selbst, das heißt, jeder Werkstoff muss für verschiedene, ihn umgebende Medien getrennt betrachtet werden. Nickel selbst liegt in der elektrochemischen Spannungsreihe rechts von Eisen und links von Kupfer und ist somit unedler als Kupfer. Allerdings besitzt reines Nickel die Fähigkeit, sich selbst vor korrosivem Angriff zu schützen, in dem es eine Passivschicht ausbildet und verhält sich damit in der Praxis teilweise edler als Kupfer.³⁰ Wie oben erwähnt, wird vor allem durch die Zugabe von Chrom die Korrosionsbeständigkeit deutlich erhöht. Ab einem Chromgehalt von 10 Gew.-% besteht Resistenz gegenüber Salpetersäure, Chromsäure und sauren Lösungen mit oxidierenden Salzen, für höhere Temperaturen und saure Lösung unter Luftzufuhr sind 18 Gew.-% Chrom notwendig. Als Abschätzung der Korrosionsbeständigkeit und als Vergleich für verschiedene Legierungen kann ein Zeit-Temperatur-Sensibilisierungsdiagramm herangezogen werden, wie es in **Abbildung 2-2** für verschiedene Nickel-Chrom Legierungen dargestellt ist. Es ist offensichtlich, dass die Legierung links im Bild (eine Legierung mit 15 Gew.-%Cr und 16 Gew.-%Mo) deutlich anfälliger für interkristalline Korrosion bei diesen Bedingungen ist, als beispielsweise jene Legierung mit 22 Gew.-%Cr und zusätzlich Co und Ta, dargestellt rechts im Bild.

Zusammenfassend muss wiederholt werden, dass hochlegierte Stähle und Nickel-Basis-Legierungen durch ihre herausragenden Eigenschaften in den Punkten Hochtemperaturverhalten und Korrosionseigenschaften ein sehr weit gefächertes Gebiet von Anwendungen besitzen. In **Tabelle 2-I** und **Tabelle 2-II** sind einige der wichtigsten Fakten zusammengefasst. Dabei werden für jede, in dieser Arbeit untersuchte, Legierungslage einige, in der chemischen Zusammensetzung entsprechende, Legierungen angeführt. Es werden sowohl die kommerziellen Legierungsbezeichnungen als auch vorhandene weitere Begleitelemente genannt, vor allem aber sind die wichtigsten Anwendungsgebiete jeder Legierungslage dargestellt.

2.2. Beschreibung der Heißrissproblematik

Das Phänomen der Heißrissbildung ist seit langem Gegenstand vieler wissenschaftlicher Untersuchungen. Dabei wurden auch am Lehrstuhl für Metallurgie diverse Untersuchungen durchgeführt, allerdings im Rahmen von niedriglegierten Kohlenstoffstählen. Für Stähle mit höheren Legierungsgehalten, vor allem im Bereich der korrosionsbeständigen Stähle, gab es diverse Versuche das Problem der Heißrissbildung zu beschreiben, meistens aber in Verbindung mit dem Schweißprozeß. Über die Heißrissproblematik beim Strangguss von Fe-Ni und Fe-Ni-Cr Legierungen, vor allem mit hohen Nickelgehalten, sind in der Literatur nur wenige Ergebnisse verfügbar. Daher werden im Folgenden Erkenntnisse aus verschiedenen Gebieten wiedergeben um einen Überblick über Beschreibung der Heißrissproblematik geben zu können. So stammen die Definition für den Begriff Heißriss und die Beschreibung des als kritisch angesehenen Bereichs des Erstarrungsintervalls vorwiegend aus Untersuchungen an Kohlenstoffstählen. Die Untersuchungen über die primäre Erstarrungsmodifikation und die Abschätzung der Heißrissanfälligkeit dagegen finden ihren Ursprung vor allem im Bereich des Schweißens von hochlegierten Stählen und Nickellegerungen. Mit Hilfe dieser Erkenntnisse aus verschiedenen anderen Bereichen sollte es möglich sein, einige Rückschlüsse auf das Verhalten der zu untersuchenden Fe-Ni und Fe-Ni-Cr Legierungen zu ziehen.

Tabelle 2-I.: Chemische Zusammensetzung und Anwendungen einiger ausgewählter Stähle und Nickellegierungen, Angaben in Gew.-%.

Entsprechende eigene Legierungslage	Nickel/Chrom-Gehalt	weitere Elemente	Legierungsbezeichnung	Anwendungen
5 %Ni 20 %Cr	6 %Ni 20 %Cr	3 %Mo	Cronifer 2205L CN	<i>Super Duplex Stainless Steels</i> Zellstoff- und Färbeindustrie, petrochemische Industrie, seewasserbeanspruchte Maschinenteile
	8 %Ni, 18 %Cr		Alloy 304	Apparatur- und Behälterbau in chemischer Industrie und Nahrungsmittelindustrie
	5 %Ni, 22 %Cr	3 %Mo	22 CrDuplex	
20 %Ni, 20 %Cr	25 %Ni, 20 %Cr	4,8 %Mo	Cronifer 1925 LC	<i>Austenitische Edelmstähle</i> Einsatz in Mineralsäuren
	25 %Ni, 21 %Cr		Alloy 904L	Umwelttechnik, Harnstoffindustrie Meerwassertechnik, Wasserwirtschaft
	18 %Ni, 20 %Cr	6 %Mo	254-SMO	
35 %Ni	36 %Ni,		Nilo 36	<i>Sonderstähle mit niedrigem Ausdehnungskoeffizienten</i> Telekommunikation, Raumfahrt, Laserkomponenten
	42 %Ni		Nilo 42	Thermostatdrähte

Tabelle 2-II.: Chemische Zusammensetzung und Anwendungen einiger ausgewählter Nickel- und Nickel-Chrom-Legierungen, Angaben in Gew.-% .

Entsprechende eigene Legierungslage	Nickel/Chrom-Gehalt	weitere Elemente	Legierungsbezeichnung	Anwendungen
35 %Ni, 20 %Cr	31 %Ni, 20 %Cr		Alloy 800/800H	<i>Hitzebeständige Nickelbasislegierungen</i> Ofenbauteile, Hochtemperaturteile in Chemie und Petrochemie
	38 %Ni, 20 %Cr	2,4 %Mo	Alloy 20	Chemischer Apparatebau (Schwefelsäure), Wärmetauscher
80 %Ni	80 %Ni	4 %Mo	Hy-Mu 80	Transformatorenkerne, Schutzschilde gegen Magnetfelder
	77 %Ni	1,5 %Cr, 4,5 %Cu	Mu Metall	Magnetische Schutzschilder
80 %Ni, 20 %Cr	75 %Ni, 20 %Cr	9 %Co	Nimonic 80A	Gasturbinen, Flugzeugmotorenteile
	75 %Ni, 16 %Cr		Alloy 600	Wärmetauscherturbinen, Chemische- und Nahrungsmittelindustrie
	66 %Ni, 22 %Cr	9 %Mo	Alloy 625	Bauteile in Gasturbinen, Chemieanlagen und Kernkraftwerken

2.2.1. Definition des Begriffs Heißriss

Die Gemeinsamkeit der Prozesse, in denen das Auftreten von Heißrissen eine Rolle spielt, besteht darin, dass flüssiges Metall in den festen Zustand überführt wird. Dabei muss der Werkstoff während der Erstarrung das Zweiphasengebiet fest/flüssig durchlaufen. Die Anwesenheit flüssiger Phase ist daher ein wesentliches Merkmal für die Heißrissbildung. Heißrisse entstehen bei Temperaturen, die über der effektiven Solidustemperatur sind.¹⁷ In manchen Arbeiten⁷⁻⁹ zum Thema Heißrissbildung wird davon ausgegangen, dass ausgehend vom flüssigen Schmelzefilm zwischen den Dendriten, mit zunehmender Erstarrung die Erstarrungsschrumpfung nicht mehr ausgeglichen werden kann. Durch das fehlende nachfließen der Schmelze werden erste Poren geformt, welche als Ausgangspunkt für Risse dienen können. Eine weitere Studie³¹ zeigt, dass Heißrisse vor allem in der späteren Phase der Erstarrung auftreten. Dabei wird ein Festkörperanteil zwischen 98 und 100 % angegeben, wobei zu diesem Zeitpunkt das Material bereits aus einem festen Netzwerk von Körnern besteht.

Viele Forschungsarbeiten haben sich bereits mit dem Thema der Heißrissbildung beschäftigt und versucht, ein allgemein gültiges Kriterium für das Auftreten von Heißrissen zu finden. Bernhard,³² beispielsweise, gelangt in einer Arbeit über die Bildung von Heißrissen von Kohlenstoffstählen beim Stranggießen zu folgender Aussage:

„Der Begriff Heißriss beschränkt sich auf Risse, die während der Erstarrung gebildet werden, also auf den Mechanismus der Rissbildung und des Risswachstums entlang von interdendritischen Zwischenräumen und primären Korngrenzen.“

Hier wird also als weiteres Kriterium für das Auftreten von Heißrissen das Vorhandensein, bzw. Überschreiten einer kritischen Spannung und Dehnung gesehen. Mit zunehmend fortschreitender Erstarrung muss das bereits teilweise erstarrte Material verschiedene Spannungen und Dehnungen aufnehmen. Diese können zum Teil prozessbedingt sein durch Biegen, Richten, Ausbauchen usw. oder thermisch bedingt durch Phasenumwandlungen und die daraus resultierende Volumensänderung. Unter Berücksichtigung dieser Punkte wird folgende Definition, welche die Bildung von Heißrissen im Stranggießprozess detaillierter beschreibt, vorgeschlagen:³³

„Beim Stranggießen von Stahl entstehen Heißrisse im Allgemeinen durch eine überkritische Verformung senkrecht zur dendritisch-gerichteten Erstarrung. Im Zweiphasengebiet fest/flüssig bilden sich sowohl offene Heißrisse als auch Heißrisseigerungen aus, welche sich bevorzugt entlang von primären Korngrenzen ausbreiten.“

In dieser Definition wird erstmals der Begriff der Heißrisseigerung eingeführt. Als Heißrisseigerung wird ein Riss verstanden, welcher während einer Verformung im Zweiphasengebiet entsteht aber durch nachfließende Schmelze wieder aufgefüllt wird und als Seigerung im Gussprodukt zurückbleibt.^{17,34} Diese Art von Heißrissen stellt ebenfalls einen Fehler im Gussprodukt dar, allerdings wird in den weiteren Kapiteln bei Verwendung des Begriffs Heißriss stets ein offener Heißriss verstanden. Da das Thema der Heißrissbildung schon seit langem einen wichtigen Forschungsschwerpunkt auf dem Gebiet des Gießens darstellt, gibt es viele weitere unterschiedliche Theorien zur Entstehung, Ausbreitung und beeinflussenden Faktoren von Heißrissen. Einige der in der Literatur vorgeschlagen Konzepte wurden von Eskin und Katgerman²³ zusammengefasst. **Tabelle 2-III** gibt diese Zusammenfassung wieder. Die angeführten Literaturstellen sind dem Artikel zu entnehmen und werden des Weiteren nicht mehr angeführt. In der Auflistung werden verschiedene Mechanismen genannt, die als Ursache für die Bildung von Heißrissen gesehen werden. Thermische Kontraktion oder Druckabfall in der Schmelze beispielsweise können zur Entstehung beitragen, ebenso spielt die Verteilung des Flüssigkeitsfilms und damit in weiterer Folge die Korngröße und -anordnung eine Rolle. Als Ausgangspunkt eines Heißrisses wird vor allem der Flüssigkeitsfilm und damit verbundene Erscheinungen wie Poren, Oxide und Leerstellencluster gesehen, ebenso wird der entstandene Flüssigkeitsfilm mit den verschiedenen Mechanismen der Rissausbreitung in Verbindung gebracht. Als Bedingungen, welche für das Auftreten und Ausbreiten eines Heißrisses nötig sind, werden vor allem folgende gesehen: Einerseits darf eine auftretende Dehnung einen kritischen Wert nicht überschreiten, weil durch die fehlende Möglichkeit der Nachspeisung offene Heißrisse initialisiert werden können. Ebenso führen Spannungen, welche über einen kritischen Wert hinausgehen, zu Heißrissen, beispielsweise durch lokales Aufbrechen des Flüssigkeitsfilms.

Einige dieser hier beschriebenen Faktoren werden im Folgenden genauer ausgeführt. So wird das Erstarrungsintervall, bzw. der als kritisch angesehene Bereich des Erstarrungs-

Tabelle 2-III.: Zusammenfassung einiger Mechanismen der Heißrissbildung nach Eskin und Kagerman²³

Mechanismen und Bedingungen	Vorgeschlagen und Entwickelt von
Ursache der Entstehung von Heißrissen	
Thermische Kontraktion	Heine (1953); Pellini (1952); Dobatkin (1948)
Verteilung des Flüssigkeitsfilms	Verö (1936)
Druckabfall in der Schmelze	Prokhorov (1962); Niyama (1077)
Leerstellenübersättigung	Fredriksson <i>et al.</i> (2006)
Heißrissinitialisierung	
Flüssigkeitsfilm oder Pore als Ausgangspunkt der Spannungskonzentration	Patterson <i>et al.</i> (1953, 1967); Nimaya (1977); Rappaz <i>et al.</i> (1999); Braccini <i>et al.</i> (2000); Suyitno <i>et al.</i> (2002)
Mitgerisse oxidische Filme im Zweiphasengebiet	Campell (1991)
Leerstellencluster an Korngrenzen oder der Grenzschicht fest/flüssig	Fredriksson <i>et al.</i> (2005)
Heißrissausbreitung	
durch Korngrenzgleiten am Flüssigkeitsfilm	Patterson (1953); Novikov and Novik (1963); Williams und Singer (1960, 1966)
durch Aufreißen des Flüssigkeitsfilms	Pellini (1952); Patterson (1953); Saveiko (1961); Dickhaus (1994)
durch niedrigschmelzende Phasen an Korngrenzen (<i>liquid metal embrittlement</i>)	Novikov (1966); Sigworth (1996)
durch den Flüssigkeitsfilm oder der festen Phase abhängig vom Temperaturbereich	Güven und Hunt (1988)
Leerstellendiffusion von der festen Phase in den Riss	Fredriksson <i>et al.</i> (2005)
Bedingungen	
Thermische Dehnung kann nicht durch Nachfließen der Schmelze und der Duktilität des Zweiphasengebiets kompensiert werden	Pellini (1952); Prokhorov (1962); Novikov (1966); Magnin <i>et al.</i> (1996)
Thermische Spannungen überschreiten Bruchspannung oder lokale kritische Spannungswerte	Lees (1946); Langlais und Gruizleski (2000); Lahaie und Bauchard (2001); Suyitno <i>et al.</i> (2002)
Thermische Spannungen erreichen die Bruchspannung des Flüssigkeitsfilms	Saveiko (1961)
Druckabfall im Zweiphasengebiet unterschreitet einen kritischen Wert der Heißrissinitialisierung	Niyama (1977); Rappaz <i>et al.</i> (1999); Güven und Hunt (1988); Farup und Mo (2000)
Dehnrateschreitet kritischen Wert für die Nachspeisung und ausreichende Duktilität	Pellini (1952); Rappaz <i>et al.</i> (1999); Prokhorov (1962); Braccini <i>et al.</i> (2000)
Spannungen und unzureichende Nachspeisung im gefährdeten Temperaturbereich	Bochvar (1942); Lees (1946); Pumphrey und Lyons (1948); Clyne und Davies (1975); Feurer (1977); Kagerman (1982)

tervals erläutert und der Einfluss der Korngröße und -anordnung herausgearbeitet. Weiters wird die bei Fe-Ni und Fe-Ni-Cr Legierungen auftretende Änderung der primären Erstarrungsform und einige aus dem Stranggießprozeß resultierende Einflussfaktoren beschrieben.

2.2.2. Kritischer Bereich des Erstarrungsintervalls

Da Heißrisse unter Anwesenheit noch flüssiger Phase entstehen, das heißt unter Vorhandensein eines Restschmelzefilms zwischen den Dendriten, ist der Bereich zwischen dem ersten Auftreten erstarrten Materials, bis zur vollständigen Durcherstarrung, von Relevanz. Dieses Zweiphasengebiet fest/flüssig kann in unterschiedliche Bereiche eingeteilt werden, abhängig vom Anteil an fester Phase, dem sogenannten Festkörperanteil (im Englischen als *fraction of solid* bzw. f_s bezeichnet). Borland⁷ beispielsweise beschreibt in seiner „Allgemeinen Theorie der Heißrisbildung“ diese Gebiete wie folgt:

- *Gebiet 1:* In der Schmelze haben sich erste Dendriten gebildet die einander noch nicht berühren, der Festkörperanteil liegt zwischen 0 und 0,65-0,8.
- *Gebiet 2:* Das Dendritenwachstum ist soweit fortgeschritten, dass die entstandenen Dendriten einander berühren. In bestehenden Zwischenräumen kann jedoch noch Schmelze nachfließen (bis zu einem Festkörperanteil von 0,9).
- *Gebiet 3:* Zwischen den Dendriten befindet sich immer noch Restschmelze, ein Nachfließen der Schmelze ist jedoch nicht mehr möglich.
- *Gebiet 4:* Die Legierung ist vollständig erstarrt, der Anteil an fester Phase beträgt 100 %.

Abbildung 2-3 zeigt diese vier beschriebenen Gebiete an schematisch abgebildeten Dendriten. Während rechts im Bild das Material noch vollständig flüssig ist, wird nach links der Anteil an fester Phase immer größer bis schließlich, nach Überschreitung der Solidustemperatur, nur mehr festes Material vorhanden ist. Untersuchungen diverser Autoren haben unterschiedliche Festkörperanteile als besonders kritisch gezeigt. Manche Studien³⁵³¹ gehen von einer Initialisierung des Heißrisses an der mit Schmelze überzogenen

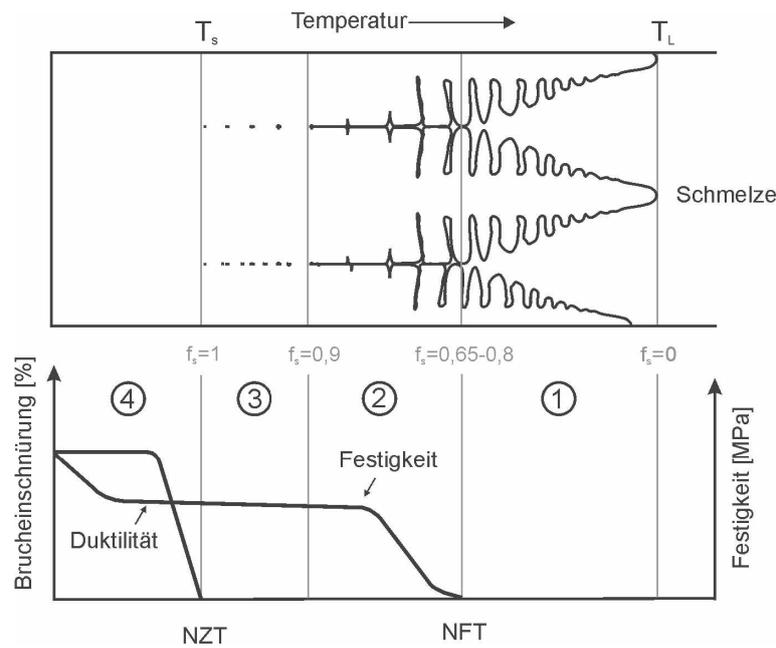


Abbildung 2-3.: Verschiedene Phasen der Erstarrung⁷ und charakteristische Temperaturen.^{8,9}

Korngrenze aus, dies geschieht bei 50 bis 80 % Anteil an fester Phase (entspricht Gebiet 2 in **Abbildung 2-3**). Borland⁷ beschreibt, dass sich offene Heißrisse nur in Gebiet 3 bilden können, wenn eine auftretende Spannung einen kritischen Wert übersteigt, da hier Risse nicht mehr durch nachfließende Schmelze aufgefüllt werden können. Damit beschreibt Borland das kritische Temperaturintervall als den Bereich des Festkörperanteils zwischen 0,9 und 1,0. Auch andere Autoren^{8,9} sehen, übereinstimmend damit, den Bereich zwischen 0,8 und 0,99 Festkörperanteil als kritischen Bereich durch die dortige Anwesenheit eines Restschmelzefilms. Schließlich wird noch der Bereich nahe der Solidustemperatur (Festkörperanteil zwischen 98 und 100 %) genannt.³¹ So können Spannungskonzentrationen an Poren oder Korngrenzseigerungen (durch niedrigschmelzende Phasen) zur Rissbildung führen.

Übereinstimmend mit den verschiedenen Bereichen des Zweiphasengebiets fest/flüssig haben sich bei Stählen weitere Begriffe zur Beschreibung des als kritisch erachteten Bereichs durchgesetzt, ebenfalls in **Abbildung 2-3** eingetragen. Diese Begriffe stammen aus Heißzugversuchen, die Null-Zähigkeits-Temperatur (NZT) beschreibt jenen Zeitpunkt, ab welchem ein sprunghafter Anstieg der Bruchdehnung zu verzeichnen ist. Dies geschieht erst nach vollständiger Durcherstarrung und damit ist die NZT jene Temperatur,

bei der die Brucheinschnürung noch gleich Null ist. Im Gegensatz dazu, ist das Zwei-Phasen-Gebiet sehr wohl in Lage Kräfte zu übertragen. Beginnend mit der ersten Berührung zweier Dendriten steigt somit die Festigkeit ab dem Erreichen der Null-Festigkeits-Temperatur (NFT) über das gesamte Zwei-Phasen-Gebiet kontinuierlich an. Die sich so ergebende Differenz zwischen NFT und NZT wird in der Literatur^{8,9} als Maß für die Rissempfindlichkeit von Stählen verwendet.

Während die Zeit, die zum Durchschreiten des Erstarrungsintervalls aufgebracht wird, und die zur Rissbildung nötige Dehnung bzw. Dehngeschwindigkeit prozessbedingt ist, ist die Aufweitung des Zweiphasengebiets vor allem von den Legierungs- und Begleitelementen des Materials abhängig. So findet eine deutliche Aufweitung des Gebiets zwischen Liquidus- und Solidustemperatur mit zunehmendem Gehalt an Legierungselementen statt. Durch die so verlängerte Verweilzeit im Filmstadium können bereits geringere Dehngeschwindigkeiten ausreichen, um Heißrisse zu bilden.^{35,36} Damit verbunden stellt die Problematik der auftretenden Seigerungen einen weiteren entscheidenden Faktor dar.^{36,37} Stark seigernde Elemente, wie beispielsweise Schwefel oder Phosphor werden, sich im Laufe der Erstarrung bevorzugt an Korngrenzen anreichern. Durch diese Anreicherung und damit verbundenen Absenken der Solidustemperatur wird der verbleibende Flüssigkeitsfilm deutlich länger existieren und damit die Wahrscheinlichkeit zum Auftreten eines Heißrisses deutlich steigern. Da mit zunehmender Aufweitung des Zweiphasengebiets eine Vergrößerung sämtlicher als kritisch beschriebenen Temperaturintervalle einhergeht. Daher wird davon ausgegangen, dass durch Vergrößerung des, vom erstarrenden Material zu durchschreitenden, Erstarrungsintervalls die Wahrscheinlichkeit für das Auftreten eines Heißrisses zunimmt.^{38,39}

2.2.3. Primäre Korngröße

Generell wird in der Literatur stets eine primäre Korngrenze als Ausgangspunkt eines Heißrisses gesehen. Als mögliche Erklärung hierfür wird als erster Punkt die unterschiedliche Vernetzung der Dendriten innerhalb eines Korns und an einer Primärkorngrenze genannt.^{40,41} Es wird davon ausgegangen, dass Dendriten innerhalb eines Korns bereits während der fortschreitenden Erstarrung, auch bei Anwesenheit von flüssiger Restschmel-

ze, fest miteinander verbunden sind. Dendriten benachbarter Körner zeigen keine solche Verbindung und folglich werden primäre Korngrenze bevorzugt als Ausgangspunkt eines Heißrisses dienen. Daher gilt ein Auftreten eines Heißrisses innerhalb eines Kornes unwahrscheinlich. Als weiteren Punkt wird die Spannungskonzentration an primären Korngrenzen als Ursache für Heißrisse gesehen.^{40,42} Dieser Theorie folgend, ist es offensichtlich, dass sich ein Riss ausschließlich an Korngrenzen bevorzugter Orientierung ausbreitet. Als bevorzugt orientiert werden jene Korngrenzen bezeichnet, deren Orientierung normal auf die Richtung der Belastung ist. Mit der Kenntnis dieser Mechanismen, der Rissinitialisierung und Rissausbreitung ausschließlich entlang primärer Korngrenzen, können folgende Rückschlüsse auf die Auswirkung der Korngröße getroffen werden: Mit zunehmender Vergrößerung, daher Zunahme der Korngröße des erstarrenden Materials, geht eine Abnahme der Anzahl von Korngrenzen einher. Durch das verminderte Vorhandensein von Korngrenzen verschiedenster Orientierung ist auch die Wahrscheinlichkeit für das Auftreten von günstig orientierten Korngrenzen kleiner. Im Gegensatz dazu besitzt ein feines Korn mehr bevorzugt orientierte primäre Korngrenzen. Durch die damit gegebene Möglichkeit der besseren Verteilung der auftretenden Spannungen auf mehrere Korngrenzen günstiger Orientierung ist es möglich, in Summe höhere Spannungen aufzunehmen. Damit kann davon ausgegangen werden, dass ein feineres Korn eine günstige Wirkung bezüglich der Rissempfindlichkeit hat.

2.2.4. Primäre Erstarrungsform

Einen weiteren wesentlichen Einflussfaktor stellt die primäre Erstarrungsform einer Legierung dar. So gibt es zum Beispiel für Eisen-Nickel und Eisen-Nickel-Chrom Legierungen zwei Möglichkeiten primär zu erstarren, ferritisch oder austenitisch. Während eine austenitische Erstarrung zu einem kubisch-flächenzentrierten Kristall führt, bedeutet eine ferritische Erstarrung kubisch-raumzentrierten δ -Ferrit. Verschiedene Autoren⁴³⁻⁴⁵ haben sich bereits mit dem Einfluss der Erstarrungsmodifikation beschäftigt und unter anderem können folgende Punkte angeführt werden um den günstigen Einfluss des δ -Ferrits auf die Heißrissbildung zu erklären:

- Die höhere Löslichkeit für Legierungs-, bzw. Verunreinigungselemente führt zu weniger Seigerungen und reduziert damit die Rissanfälligkeit.⁴⁶
- Die Verformbarkeit des δ -Ferrits bei höheren Temperaturen ist größer als jene des γ -Austenits, was einen besseren Abbau von Spannungen erlaubt.
- δ -Ferrit besitzt einen geringeren Wert des thermischen Ausdehnungskoeffizienten, wodurch weniger Kontraktionsspannungen während des Abkühlens entstehen.
- Die Anwesenheit von δ -Ferrit führt zu einer Kornfeinung und daraus resultierenden Verbesserung der mechanischen Eigenschaften.
- Durch den höheren Diffusionskoeffizienten des δ -Ferrits kann eine bessere und vor allem schnellere Homogenisierung der Verunreinigungselemente erreicht werden.

Der ursprüngliche Gedanke hinter all dieser Untersuchungen zum Einfluss der Erstarrungsmodifikation auf die Heißrissbildung ist im Bereich des Schweißens zu suchen. Die Bildung von Rissen und Heißrissen spielt beim Schweißprozeß eine wichtige Rolle, da mit dem Schweißen immer ein teilweises Aufschmelzen des Materials einhergeht. Durch das partielle Aufschmelzen und den aus der Abkühlung resultierenden Spannungen und Dehnungen, ist der Begriff der Heißrissempfindlichkeit als wesentliches Merkmal in Verbindung mit dem Schweißen zu sehen. Aufgrund der Forderung nach guter Schweißbarkeit von hochlegierten Stählen und Nickel-Legierungen für Anwendungen aller Art, haben verschiedene Autoren^{10,37,47} Äquivalente entwickelt, die vor allem den Einfluss des Nickels und Chroms, aber auch anderer Elemente wie Phosphor, Schwefel, Molybdän, Mangan, usw. in Verbindung mit der Erstarrungsmodifikation bringen. Beispielsweise geben Hammar und Svenson⁴⁸ ein Chrom-Äquivalent

$$Cr_{eq} = Cr + 1,37 \cdot Mo + 1,5 \cdot Si + 2 \cdot Mn + 3 \cdot Ti \quad (2-1)$$

und ein Nickel-Äquivalent

$$Ni_{eq} = Ni + 0,31 \cdot Mn + 22 \cdot C + 14,2 \cdot N + Cu \quad (2-2)$$

an, mit welchem die Erstarrungsform abgeschätzt werden kann. Dazu werden die beiden Äquivalente ins Verhältnis gesetzt und es ergibt sich ab einem Wert von 1,5 eine primär ferritische Erstarrung. **Abbildung 2-4** zeigt die Heißrissanfälligkeit verschiedenster Stähle in einem Diagramm welches sowohl das Verhältnis der Äquivalente Cr_{eq}/Ni_{eq} als auch den Gehalt von Phosphor + Schwefel berücksichtigt.

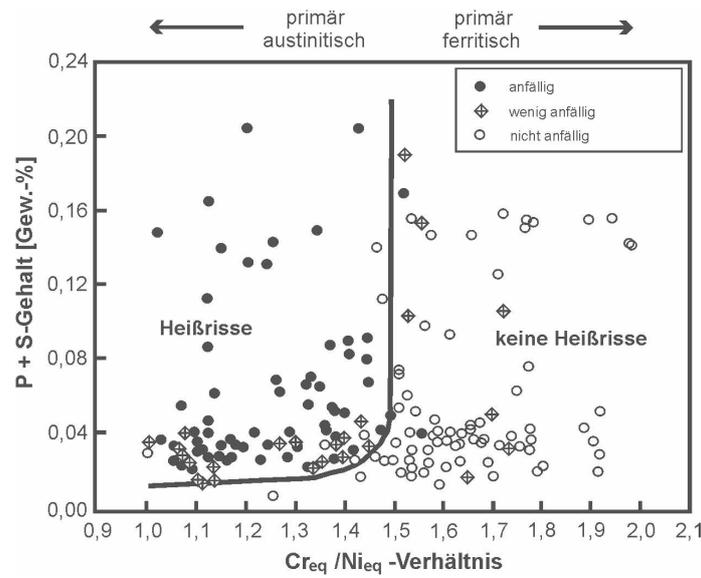


Abbildung 2-4.: Heißrisswahrscheinlichkeit als Funktion des Verhältnisses Cr_{eq}/Ni_{eq} und P + S Gehalts.¹⁰

Es ist ersichtlich, dass ab einem Cr_{eq}/Ni_{eq} -Verhältnis von 1,5 die Heißrissanfälligkeit deutlich abnimmt. Als Erklärung dafür wird das Wechseln des Erstarrungsmodus von primäre austenitisch zu primär ferritisch gesehen.¹⁰ Eine weitere Einordnung für die Heißrissempfindlichkeit von Stählen kann in einem für hohe Temperaturen modifiziertem Schöffler-Diagramm vorgenommen werden, wiedergegeben in **Abbildung 2-5**.¹¹ Auch dieses Diagramm resultiert aus einer Untersuchung über das Verhalten verschiedener Stähle während des Schweißprozesses. Es ist daraus ersichtlich, dass austenitische Werkstoffe, die primär ferritisch erstarren und solche, die primär austenitisch, sekundär ferritisch erstarren, deutlich weniger anfällig in Bezug auf Heißrisse sind, während die Rissgefährdung in Richtung rein austenitischer Erstarrung stark zunimmt. Verschiedene Untersuchungen zeigen weiter, dass hinsichtlich der Rissbildung die Art der Erstarrung und der unterschiedlichen Löslichkeiten des Ferrits und des Austenits vor allem für die Elemente Schwefel und

Phosphor besondere Bedeutung zukommt. Damit kann durch eine Reduktion dieser stark seigernden Elemente die Ausprägung der Heißrisse in beiden Fällen, sowohl bei primär austinischer, als auch primär ferritischer Erstarrung, deutlich verbessert werden.^{49,50}

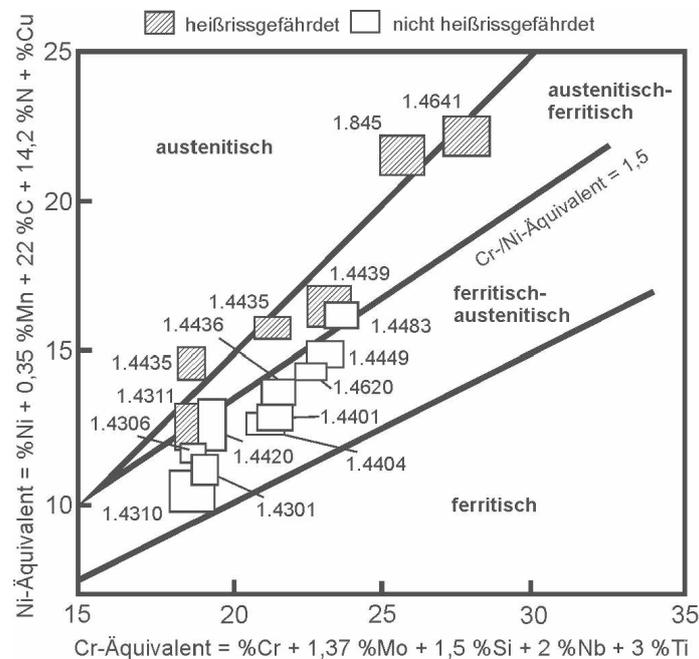


Abbildung 2-5.: Erstarrungsmodus und die daraus folgende Rissempfindlichkeit verschiedener Stähle nach Lindenberg *et al.*¹¹

Da die Werkstoffbeanspruchung beim Stranggießen denen des Schweißens ähnlich ist, sollten aus diesen Erkenntnissen bezüglich der Heißrisanfälligkeit von Schweißungen von Stählen teilweise auch Rückschlüsse über das Verhalten im Stranggießprozeß möglich sein. Während beim Schweißen allerdings die entstehenden Spannungen und Dehnungen nur aus der Erstarrungsschrumpfung resultieren, kommen im Strangguss zusätzlich noch weitere Beanspruchungen hinzu. Die rein prozesstechnischen Beanspruchungen werden im nächsten Absatz kurz beschrieben.

2.2.5. Prozesstechnische Einflussfaktoren

Beim Stranggießen erstarrt in einer wassergekühlten Kupferkokille eine tragfähige Randschale einer Legierung, die mit noch flüssigem Kern kontinuierlich abgezogen wird. Dabei

ist die erstarrte, bzw. erstarrende Legierung einer Vielzahl von mechanischen Beanspruchungen ausgesetzt. Mechanische Parameter, welche die Bildung von Heißrissen beeinflussen, umfassen im Wesentlichen Spannung, Dehnung und Dehnrate. Allgemein kann gesagt werden, dass Risse dann entstehen, wenn die auf den Strang einwirkenden Spannungen und Dehnungen das spezifische Verformungsvermögen des Werkstoffs überschreiten.⁵¹

Beim Strangguss werden Risse in Abhängigkeit der Lage im Stranggussprodukt auch als Innenrisse, oberflächennahe Risse, Diagonalrisse oder Halbseitenrisse benannt.¹⁷ Während des Stranggießprozesses entstehen Spannungen und Dehnungen

- durch Biegen, Richten, Ausbauchen der Strangschale durch den ferrostatischen Druck des noch flüssigen Kerns und Rollenversatz (Wechselbelastung durch Rollenschlag mit einer Verformung der entstandenen Ausbauchung),
- aufgrund der Erstarrungsschrumpfung,
- durch Phasenumwandlungen und den damit auftretenden Volumsänderungen,
- durch Soft Reduction,
- und durch Ausdehnungen in der erstarrten Strangschale durch Temperaturänderungen (es entsteht eine Zugbelastung senkrecht zur Wachstumsrichtung der Dendriten).

Neben unvermeidlichen, durch das Verfahren bedingten Spannungen werden die Belastungen durch eine ungenaue Justierung der Strangführung, Rollenschlag und eine ungleichmäßige Kühlung deutlich verschärft. Weiters können durch gezielte metallurgische Gegenmaßnahmen Fehler minimiert werden, beispielsweise durch geeignete Wahl des Gießpulvers zur Reduktion der Reibung, der richtigen Gießgeschwindigkeit im Verhältnis zur Sekundärkühlung oder durch Vergießen mit möglichst geringer Überhitzung. Eine weitere wichtige Größe ist schlussendlich die Geschwindigkeit der auftretenden Dehnungen, da das Verformungsvermögen eines Werkstoffs bei einer bestimmten Temperatur abhängig von der Umformgeschwindigkeit ist. Diese wird im Wesentlichen bestimmt durch die Gießgeschwindigkeit und die Konstruktion der Anlage. Nicht zuletzt bestimmt die Art und Intensität der Sekundärkühlung den Temperaturgradienten in der Strangschale und das

Temperaturgebiet, in dem sich ein Schalensegment bei einer bestimmten Beanspruchung befindet.⁵¹

2.2.6. Abschätzung der (Heiß-) Rissanfälligkeit

Um die Anfälligkeit einer Legierungen auf Risse und Heißrisse möglichst einfach abschätzen zu können, ist es nötig, Möglichkeiten zur einfachen und gleichzeitig aussagekräftigen Überprüfung zu haben.¹² Dafür gibt es verschiedenste Möglichkeiten, Eskin et al.⁵² geben in ihrem Artikel eine Übersicht der meist verwendeten Methoden wieder. Zwei häufig gebrauchte Methoden stellen der MVT-Test (Modified Vrestraint Test) oder der Heißzugversuch dar. Beim MVT-Test, welcher vor allem zur Überprüfung der Rissanfälligkeit beim Schweißen eingesetzt wird, wird das zu testende Material während des Schweißens über einen Prüfkörper mit definiertem Radius gebogen (schematisch dargestellt in **Abbildung 2-6a**) und anschließend auf Heißrisse ausgewertet. Die Versuchsanordnung des Heißzugversuchs stellt im Wesentlichen eine Kombination eines Hochfrequenzgenerators und einer hydraulischen Presse dar. Mit dieser Anordnung wird versucht den Beanspruchungen einer Stranggussanlage zu entsprechen. Dabei wird während des Versuchs eine Rundprobe im mittleren Probenbereich aufgeschmolzen und anschließend auf Zug belas-

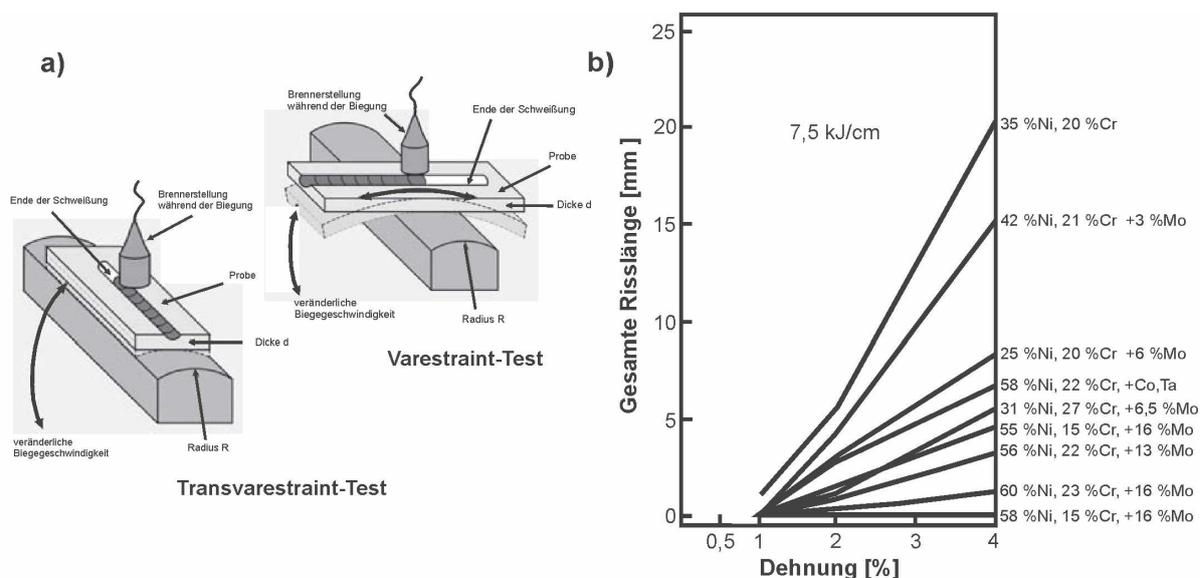


Abbildung 2-6.: Schematische Darstellung des MVT-Tests und Ergebnisse für einige Legierungen nach Heubner.¹²

tet.⁵¹ **Abbildung 2-6b** zeigt die mittels MVT-Test ermittelten Ergebnisse einiger Nickel-Legierungen, wobei die Risslänge für unterschiedliche Dehnungen der einzelnen Werkstoffe aufgetragen ist. Es zeigt sich tendenziell eine zunehmende Rissunempfindlichkeit mit zunehmendem Nickelgehalt. Weitaus auffälliger ist allerdings die positive Wirkung des steigenden Molybdängehalts, so waren bei einem Gehalt von 16 Gew.-%Mo praktisch keine Heißrisse mehr detektierbar. Naffakh *et al.*¹³ versuchten ebenfalls mittels MVT-Test die Heißrissempfindlichkeit vier unterschiedlicher Ni-Cr Legierungen darzustellen. Die Ergebnisse in Form der gesamten Risslänge bei unterschiedlichen Dehnungen (zwischen 0 und 4 %) sind in **Abbildung 2-7** gezeigt. Es ist ersichtlich, dass die Legierung mit 69 Gew.-%Ni allgemein die geringste Anfälligkeit für Heißrisse hat. Weiters ist ein Anstieg der Risslänge mit zunehmender Dehnung zu sehen, allerdings bei zwei der Legierungen nur bis zu einem Wert von 2 %, danach sinkt die Anfälligkeit für Heißrisse wieder. Ein Trend für die gesamte Risslänge in Abhängigkeit der Legierungselemente konnte nicht gefunden werden.

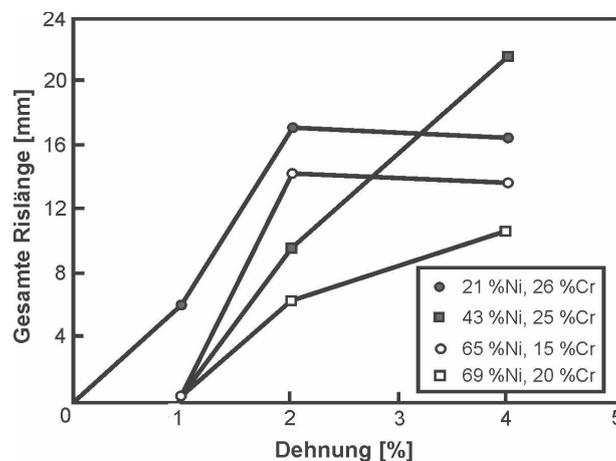


Abbildung 2-7.: Einfluss der unterschiedlichen Dehnungen auf die Heißrissempfindlichkeit verschiedener Nickellegierungen nach Naffakh *et al.*¹³

Die Autoren Varol und Baeslack¹⁴ haben ebenfalls die Heißrisslänge verschiedener Stähle mit unterschiedlichen Nickel- und Chromgehalten untersucht. Die vier verwendeten Legierungen wurden jeweils mit einer Dehnung von 3,1 % und 5 % beansprucht, dargestellt in **Abbildung 2-8**. Es zeigt sich eine nahezue Verdopplung der ermittelten gesamten

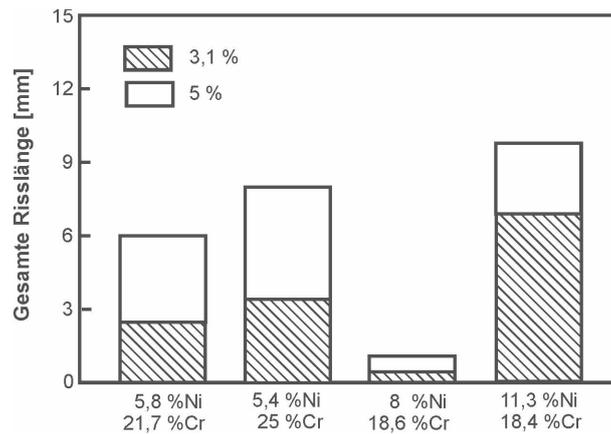


Abbildung 2-8.: Gesamte Risslänge verschiedener nickel- und chromhaltiger Stähle für unterschiedliche Dehnungen nach Varol und Baeslack.¹⁴

Risslänge für die höhere Dehnung, über eine Tendenz der Rissempfindlichkeit mit zunehmendem Nickel- und Chromanteil konnte ebenfalls keine Aussage getroffen werden.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass die Entstehung und Ausbreitung von Heißrissen ein sehr komplexes Thema darstellt. Es müssen eine Vielzahl von Faktoren berücksichtigt werden, um eine Abschätzung der Rissempfindlichkeit zu ermöglichen. Aus verschiedenen Untersuchungen, vor allem für Kohlenstoffstähle, geht hervor, dass die Legierungselemente, durch das Beeinträchtigen des Erstarrungsintervalls, von entscheidender Bedeutung sind. Für Fe-Ni und Fe-Ni-Cr Legierungen kommt als weiterer Faktor die unterschiedliche Ausbildung der primären Erstarrungsstruktur hinzu. Schlussendlich aber müssen sämtliche werkstoffbedingten Parameter immer in Verbindung mit dem Strangießprozess selbst gebracht werden. Ohne die aus dem Prozess resultierenden Faktoren kann eine endgültige Abschätzung der (Heiß-) Rissempfindlichkeit nie unbegrenzt Gültigkeit besitzen.

2.3. Zusammenfassung des Literaturteils

Aus all den beschriebenen Punkten in Bezug auf Fe-Ni und Fe-Ni-Cr Legierungen können folgende Erkenntnisse zusammengefasst werden: Hochlegierte Stähle und Nickelbasislegierungen sind schon lange keine exotischen Werkstoffe mehr, ihre Bedeutung für

kommerzielle Anwendungen nimmt stetig zu. Dies ergibt sich vor allem aus den hervorragenden Eigenschaften bei hohen Temperaturen und bei Anwesenheit korrosiver Medien. Die Anwendungen reichen von Umwelttechnik, chemischer und petrochemischer Industrie für niedrigere Nickelgehalte bis hin zu Bestandteilen für Turbinen und Kernkraftwerke bei hochnickelhaltigen Werkstoffen. Trotz der immer weiter steigenden Forderung nach fehlerfreien Stranggussprodukten, ist das Thema der Heißrissbildung beim Strangguss vom Fe-Ni und Fe-Ni-Cr Legierungen noch weitgehend unerforscht. Um trotzdem einen Überblick geben zu können wurden verschiedene Punkte resultierend aus anderen, ausgiebiger untersuchten, Bereichen welche sich mit der Rissanfälligkeit während der Anfangserstarrung befassen, zusammengetragen. So stammen die vorgeschlagenen Definition des Begriffs Heißriss vorwiegend aus Untersuchungen an Kohlenstoffstählen. Ebenso sind die Beschreibung des kritischen Bereichs des Erstarrungsintervalls und die daraus resultierenden Kennzahlen wie Null-Zähigkeits- und Null-Festigkeits-Temperatur nur für Kohlenstoffstähle untersucht und beschrieben worden. Wesentlich dabei zeigt sich vor allem die Aufweitung des Zweiphasengebiets fest/flüssig und damit verbunden die vorhandenen Legierungselemente. Das Wechseln der primären Erstarrungsform von ferritisch zu austenitisch mit zunehmendem Nickelgehalt ist ein Phänomen welches bei Fe-Ni und Fe-Ni-Cr Legierungen vorkommt. Die dazugehörigen Untersuchungen stammen jedoch aus dem Bereich des Schweißens und somit ist auch die daraus abgeschätzte Rissanfälligkeit nur mit gewisser Vorsicht heranzuziehen. In diesem Zusammenhang wird von einem günstigen Einfluss einer primär ferritischen Erstarrung ausgegangen.

3. Praktische Versuchsdurchführung

Um die in der Einleitung bereits dargestellten Fe-Ni und Fe-Ni-Cr Legierung in Hinblick auf ihr Erstarrungsverhalten unter stranggießähnlichen Bedingungen bestmöglich charakterisieren zu können, besteht der praktische der Teil der Arbeit aus DT-Analysen, Heißzug- sowie Schrumpfversuchen. In **Tabelle 3-I** ist nochmals die chemische Zusammensetzung der in untersuchten Legierungen aufgelistet. Zum besseren Verständnis soll an dieser Stelle darauf hingewiesen werden, dass bei Beschreibung der Legierungen in weiterer Folge die Zahlen in Klammern hinter der Legierungsnummer wie folgt zu lesen sind. Die erste Zahl bezieht sich auf den Anteil des Eisens in Gew.-%, die zweite Zahl auf den Nickelgehalt und bei vorhandensein einer dritten Zahl ist diese auf den Chromgehalt, ebenfalls angegeben in Gew.-%, bezogen. In den folgenden Punkten werden die Versuche,

Tabelle 3-I.: Chemische Zusammensetzung Legierungen, Angaben in Gew.-%.

Legierungsnummer	Fe	Ni	Cr	C	Si	Mn	P	S
01	80	20	–	0,05	0,5	0,5	0,01	0,01
02	65	35	–	0,05	0,5	0,5	0,01	0,01
03	20	80	–	0,05	0,5	0,5	0,01	0,01
04	75	5	20	0,05	0,5	0,5	0,01	0,01
05	60	20	20	0,05	0,5	0,5	0,01	0,01
06	45	35	20	0,05	0,5	0,5	0,01	0,01
07	0	80	20	0,05	0,5	0,5	0,01	0,01

welche zur Untersuchung der Werkstoffe herangezogen wurden, beschrieben. Zuerst wird eine Beschreibung der Funktionsweise und des Versuchsaufbaus der Differenzthermoana-

lyse wiedergeben. Dazu wird sowohl das durchlaufene Temperaturprogramm als auch die anschließend stattfindene Auswertung aufgelistet. Weiters werden die Heißzug- und Schrumpfversuche erläutert, ebenfalls wird der Versuchsaufbau, die Durchführung und die Auswertung dargestellt.

3.1. Beschreibung der Differenzthermoanalyse

Die Kenntnis der Liquidus- und Solidustemperaturen, und somit auch jene des kritischen Temperaturintervalls, ist von großer Bedeutung für die Abschätzung der (Heiß-) Rissanfälligkeit. Um die, in der Literatur nur spärlich vorhandenen, Temperaturen für Aufschmelzen, bzw. Erstarren von hochnickelhaltigen Stählen und Nickelbasislegierungen verifizieren und überprüfen zu können, ist es nötig eine Reihe von DTA-Versuchen durchzuführen. Damit soll der Einfluss der chemischen Zusammensetzung auf jenen Temperaturbereich, in dem noch flüssige Restschmelze vorhanden ist, untersucht werden. So kann speziell der Einfluss des Nickel- und Chromgehalts auf diesen Aspekt zur Abschätzung der (Heiß-) Rissempfindlichkeit herausgearbeitet werden. Die Liquidustemperatur im Speziellen wird in weiterer Folge ebenfalls als wichtiger Parameter zur Ermittlung der benötigten Tauchtemperatur (das heißt Liquidustemperatur plus Überhitzungstemperatur), sowohl für den Heißzug,- als auch für den Schrumpfversuch, herangezogen. In den folgenden Absätzen wird zu Beginn ein Überblick über die Funktionsweise der Differenzthermoanalyse gegeben, weiters wird der Ablauf der Versuchsdurchführung beschrieben und schließlich findet eine Erläuterung des angewandten Verfahrens zur Auswertung der Analyse statt.

3.1.1. Detaillierte Darstellung des Verfahrens

Um die Methode der DTA beschreiben zu können ist es wichtig, vorweg den Begriff Thermische Analyse zu erläutern:⁵³

„Thermische Analyse bezeichnet eine Gruppe von Verfahren, bei denen eine physikalische Eigenschaft einer Substanz (und/oder ihrer Reaktionsprodukte) als Funktion der

Temperatur gemessen wird, während die Substanz einem geregelten Temperaturprogramm unterworfen wird.“

Eine Erweiterung dieser Definition ist erforderlich, um auch etwa die Änderung einer Substanzeigenschaft bei konstanter Temperatur verfolgen zu können, damit ist die

„Thermische Analyse ein Oberbegriff für Methoden, bei denen physikalische und chemische Eigenschaften einer Substanz als Funktion der Temperatur oder der Zeit gemessen werden, wobei die Probe einem kontrollierten Temperaturprogramm unterworfen wird.“⁵⁴

Bei der DTA werden die Temperaturdifferenz zwischen der Probe und einer Vergleichsprobe gemessen, während die Proben einem vorgegebenen Temperatur-Zeit-Programm unterworfen werden. Reaktionen und Umwandlungen der Proben werden qualitativ oder halbqualitativ angezeigt. Einfache Ja-Nein-Entscheidungen oder qualitative Feststellungen können bei diesem Verfahren durch den Vergleich mit einer Reihe von Referenzsubstanzen oft aufgrund einer einzelnen Messkurve getroffen werden, was dieses Verfahren so bedeutungsvoll macht.

Das Prinzip der differentialthermoanalytischen Messung besteht darin, die mit den Phasenumwandlungen des Werkstoffs verbundenen Enthalpieänderungen als relative Temperaturänderungen zu erfassen. Dazu wird in einem Ofen die Temperaturdifferenz ΔT zwischen der Probe und einer Vergleichsprobe als Funktion der Temperatur gemessen. Bei idealer thermischer Symmetrie der Messanordnung sind die Wärmeströme vom Ofen zur Probe und zur Referenzprobe gleich groß. Beide Proben werden gleich schnell erwärmt, so dass $\Delta T = 0$ ist. Wird durch eine Reaktion in der Probe Wärme freigesetzt, wie es beim Erstarren der Fall ist, oder verbraucht, beispielsweise beim Aufschmelzen, so wird der stationäre Zustand gestört und die Temperaturdifferenz ist nicht mehr null. Diese Temperaturdifferenz bewirkt eine Änderung des Wärmestroms vom Ofen zur Probe, die Änderung ist somit ein Maß für den Reaktionswärmestrom.

Bei einer Reaktion der Probe zeigt die aufgezeichnete Temperaturdifferenz-Zeit-Kurve charakteristische Änderungen. So wird beispielsweise beim Schmelzen eines reinen Metalls die Proben temperatur beim Erreichen der Schmelztemperatur solange konstant bleiben, bis die gesamte Probe geschmolzen ist. Gelingt es, immer unter gleichartigen Versuchs-

bedingungen zu arbeiten, können DTA-Messkurven zur Identifizierung von Substanzen dienen, sofern entsprechende Vergleichskurven vorliegen.⁵⁵

Die Messgröße der DTA ist

$$\Delta T = T_P(T) - T_R(T) \quad (3-1)$$

wobei T_P die Temperatur der Probe, T_R die Temperatur der Vergleichsprobe und T die Bezugstemperatur ist. Weiters ist

$$T = T_0 + \beta \cdot t \quad (3-2)$$

mit t als Zeit, T_0 als Anfangstemperatur und β als Heizrate.

Bei der DTA wird also als Messgröße die Differenz Proben-temperatur minus Vergleichs-temperatur als positive Größe an der Ordinate nach oben aufgetragen.

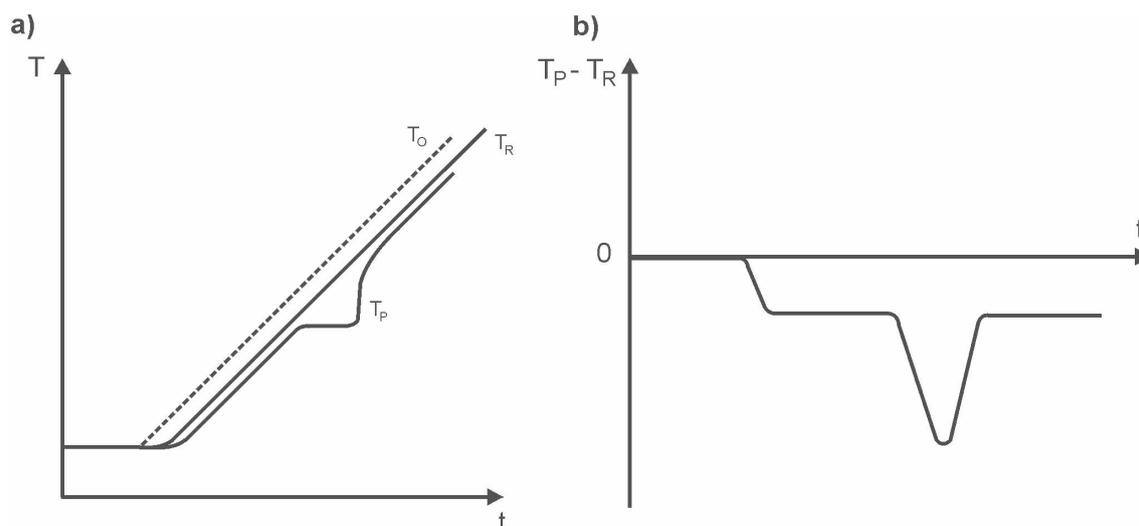


Abbildung 3-1.: a) Idealisierter Temperatur-Zeit-Verlauf einer Differenzthermoanalyse und b) resultierende DTA-Messkurve, d.h. Temperaturdifferenz in Abhängigkeit der Zeit.¹⁵

Abbildung 3-1a zeigt einen idealisierten Temperatur-Zeit-Verlauf beim Schmelzen einer reinen Substanz, T_0 ist dabei die gemessene Temperatur des Ofens, T_R die Temperatur der Referenzprobe und T_P die Proben-temperatur. **Abbildung 3-1 b** zeigt schematisch die dazugehörige DTA-Messkurve, also die Temperaturdifferenz ΔT zwischen Probe und Referenzprobe in Abhängigkeit der Zeit.

3.1.2. Probenherstellung und Versuchsdurchführung

Um die beschriebene Differenzial-Thermo-Analyse zur Bestimmung der Liquidus- und Solidustemperatur durchführen zu können, war es nötig, kleine Mengen der Legierungen herzustellen. Mittels Hochfrequenzinduktionsofen *LIFUMAT-MET-3,3-VAC* und 99,9 %-igem Fe, Ni, Cr, Mn und Si als Ausgangsmaterialien wurden etwa 30 g schwere Proben eingeschmolzen und anschließend auf die, für die DTA passende Größe zerschnitten. In **Tabelle A-I** sind die mittels Funkenspektrometer ermittelten genauen chemischen Analysen aller Legierungen aufgelistet.

Temperaturprogramm der Analyse:

- **Bereich I:** Zu Beginn einmaliges beschleunigtes Aufheizen mit einer Aufheizrate von 10 °C pro Minute auf 1200 °C Probertemperatur.
- **Bereich II:** Verlangsamtes Aufheizen mit 5 °C pro Minute inklusive Überschreitung der Solidus- und Liquidustemperatur bis 1500 °C Probertemperatur.
- **Bereich III:** Isothermes Halten auf 1500 °C für 15 Minuten um ausreichende Homogenisierung der Probe zu gewährleisten.

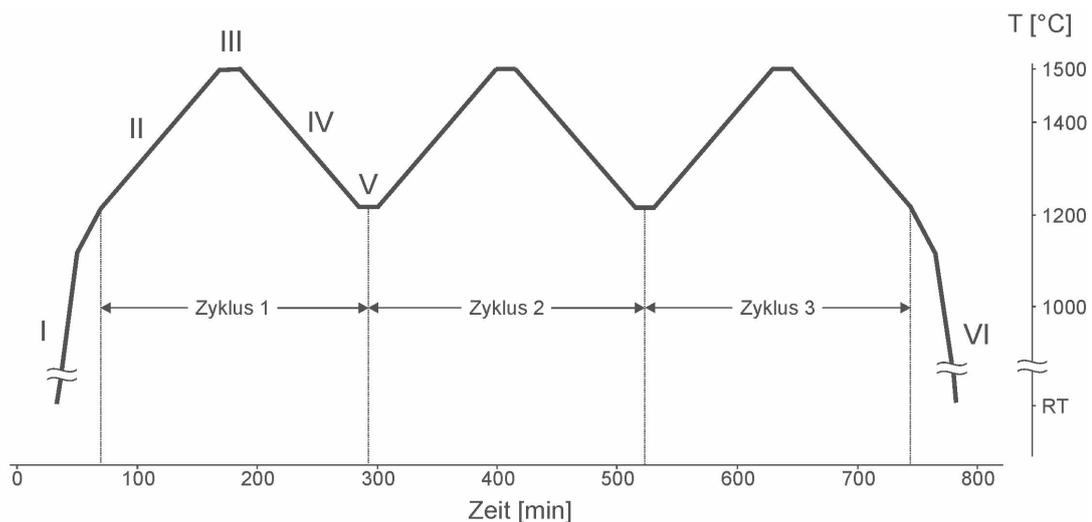


Abbildung 3-2.: Gesamtes durchlaufenes Temperaturprogramm (mit abgekürzter Darstellung der beschleunigten Aufheiz- und Abkühlphase).

- **Bereich IV:** Überschreiten der Liquidus- und Solidustemperatur mit einer Kühlrate von ebenfalls 5 °C pro Minute.
- **Bereich V:** Isothermer Halteschritt bei 1200 °C.

Die Bereiche II–V werden insgesamt dreimal durchlaufen um schlussendlich im **Bereich VI** die Probe mit 10 °C pro Minute ebenfalls beschleunigt auf Raumtemperatur abkühlen zu lassen. In **Abbildung 3-2** ist das durchlaufene Temperaturprogramm abgebildet, wobei der erste und der letzte Schritt verkürzt dargestellt sind.

Während des gesamten Zyklus sorgt ein kontinuierlicher Argon-Gasfluss für eine gezielte Kühlung, sowie ausreichend Schutz vor Oxidationserscheinungen. Im Folgenden werden die verwendeten Geräte und Einstellungen des Versuchs aufgelistet:

- Die **Anlagenbezeichnung** lautet „NETZSCH STA 409 PG LUXX“,
- die **Probenmasse** variierte zwischen 400 und 600 mg,
- die verwendeten **Tiegel** bestanden aus Al_2O_3 und
- als **Referenzprobe** wurde ein leerer Tiegel herangezogen.
- Die gesamte **Versuchsdauer** betrug 13,5 Stunden und
- die **Gasdurchflussrate** des Spülgases betrug 50 ml Argon pro Minute.

Die so erhaltenen DTA-Signale werden im Anschluss mit der Software *NETZSCH-TA4_5 Proteus Analysis* ausgewertet.

Auswertung:

In **Abbildung 3-3a** ist beispielhaft für die Probe der Legierung 03 (20-80) das DTA-Signal des gesamten Aufheiz-, bzw. Abkühlzyklus dargestellt. Es sind deutlich die drei Ausschläge des Signals, so genannte „Peaks“, während der einzelnen Aufheizphasen zu erkennen, sie signalisieren das Aufschmelzen der Probe. Ebenso erkennbar sind die drei Peaks während des Abkühlens, stellvertretend für die Erstarrung, zu sehen. Des Weiteren gibt **Abbildung 3-3b** vergrößert die beiden Peaks für den zweiten Zyklus der Probe 04 (75-5-20) wieder.

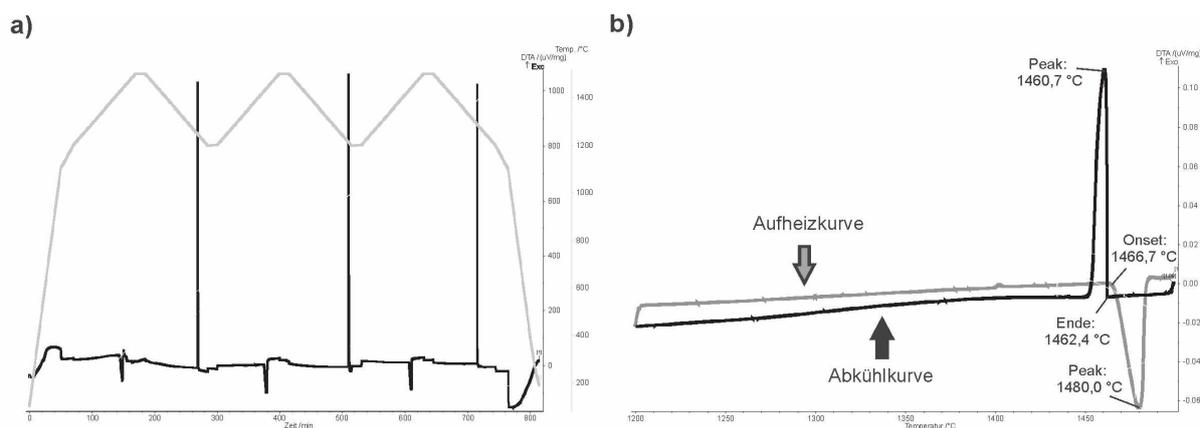


Abbildung 3-3.: a) Erhaltenes DTA-Signal der Legierung 03 für den gesamten Messzyklus und b) herauslesen der Ergebnisse am Beispiel des zweiten Messzyklus der Legierung 04.

Für alle erhaltenen Aufzeichnungen wurde die Auswertung der Liquidus- und Solidustemperatur mit Hilfe des Programms *NETZSCH-TA4-5 Proteus Analysis* durchgeführt. Diese erfolgte nach bereits in der Literatur^{15,56} beschriebenen Kriterien und ist beispielhaft für den zweiten Aufheiz- bzw. Abkühlzyklus der Probe 04 in **Abbildung 3-3b** gezeigt. Zusätzlich muss erwähnt werden, dass die in weiterer Folge verwendeten Begriffe T_L und T_S nur für die hier verwendeten Aufheizbedingungen von 5 °C pro Minute Gültigkeit besitzen. Die Bestimmung der Liquidus- und Solidustemperaturen kann folgendermaßen zusammengefasst werden: der erste Ausschlag des Signals beim Aufheizen, der so genannte „Onset“, stellt die Solidustemperatur dar. Zur genauen Bestimmung wird die Tangentenkonstruktion verwendet, welche vom Programm zuerst automatisch einzeichnet und anschließend händisch überprüft worden ist. Der darauf folgende maximale Ausschlag des DTA-Signals wird vom Programm als „Peak“ identifiziert und die dazugehörige Temperatur ergibt die Liquidustemperatur T_L . Dasselbe Prinzip fand auch bei der Auswertung der Abkühlkurven Verwendung. Einzig mit dem Unterschied, dass in diesen Fällen der erste Ausschlag als „Ende“ bezeichnet wird und T_L darstellt und der darauffolgende „Peak“ T_S entspricht. Das beschriebene Verfahren der Auswertung fand für alle Kurven Verwendung, in **Abbildung A-15** sind sämtliche erhaltenen DTA-Kurven dargestellt.

3.2. Beschreibung des Heißzug- bzw. Schrumpfversuchs

Um den beim Strangguss herrschenden Bedingungen möglichst zu genügen, wurde der *Submerged-Split-Chill-Tensile-Test* und *Submerged-Split-Chill-Contraction-Test* zur Bestimmung der mechanischen Hochtemperatureigenschaften, sowie der (Heiß-) Rissanfälligkeit herangezogen. Da diese Versuche bereits mehrfach in Veröffentlichungen beschrieben wurden^{16,57,58} wird im Folgenden nur ein kurzer Überblick über die wesentlichen Parameter, welche nötig sind um die Riss- bzw. Heißrissanfälligkeit zu überprüfen, gegeben.

Ein geeigneter Laborversuch zur Ermittlung der (Heiß-) Rissanfälligkeit unter stranggussähnlichen Bedingungen muss folgende Anforderungen erfüllen:

- Es muss ein verformbares Zweiphasengebiet mit gerichteter Kornstruktur existieren,
- die Erstarrungsstruktur muss jener beim Strangguss entsprechen und
- die Hauptrichtung der Kraft muss normal zur Wachstumsrichtung der Dendriten sein.

Kurz zusammengefasst erlaubt die Anordnung des SSCT-Versuchs eine kontrollierte Zugbelastung von erstarrendem Material, wodurch im Zweiphasengebiet Fehler erzeugt werden können, wie sie auch beim Stranggießprozeß entstehen. Dies ist ein entscheidender Vorteil gegenüber konventionellen Heißzugprüfmaschinen, in welchen die Probe vollständig zerrissen wird und anschließend aus der Brucheinschnürung auf die Duktilität geschlossen werden muss.⁵⁹

Mittels SSCC-Versuch ist es möglich, über den gesamten Ablauf der Erstarrung und während der weiteren Abkühlung die durch die Kontraktion der Strangschale entstehende Kraft aufzuzeichnen. In der vorliegenden Arbeit wurden sämtliche ausgewählte Legierungslagen (siehe **Tabelle 1-II**) mittels SSCT-Test und mit dem, für den SSCC-Test modifizierten, Prüfkörper untersucht. Dafür wurden die jeweiligen Legierungen aus reinen Materialien (Reineisen, sowie 99 %-iges Nickel und Chrom) in einem Induktionsofen erschmolzen. Die sich nach den jeweiligen Versuchen ergebende exakte chemische Analyse

(ermittelt mit Hilfe des Funkenspektrometers) ist in **Tabelle A-II** und **Tabelle A-III** wiedergegeben.

Im Folgenden werden die Versuchsanordnungen und Abläufe der beiden durchgeführten Versuchsserien kurz beschrieben und die im Anschluss stattfindende Aufarbeitung der Proben, welche Zerschneiden, metallographische Aufarbeitung und schlussendlich die Auswertungskriterien zur Bestimmung der Rissanfälligkeit beinhaltet, erläutert.

3.2.1. Versuchsaufbau- und Durchführung des SSCT-Tests

In **Abbildung 3-4** ist eine schematische Darstellung der SSCT-Apparatur mit den Er-

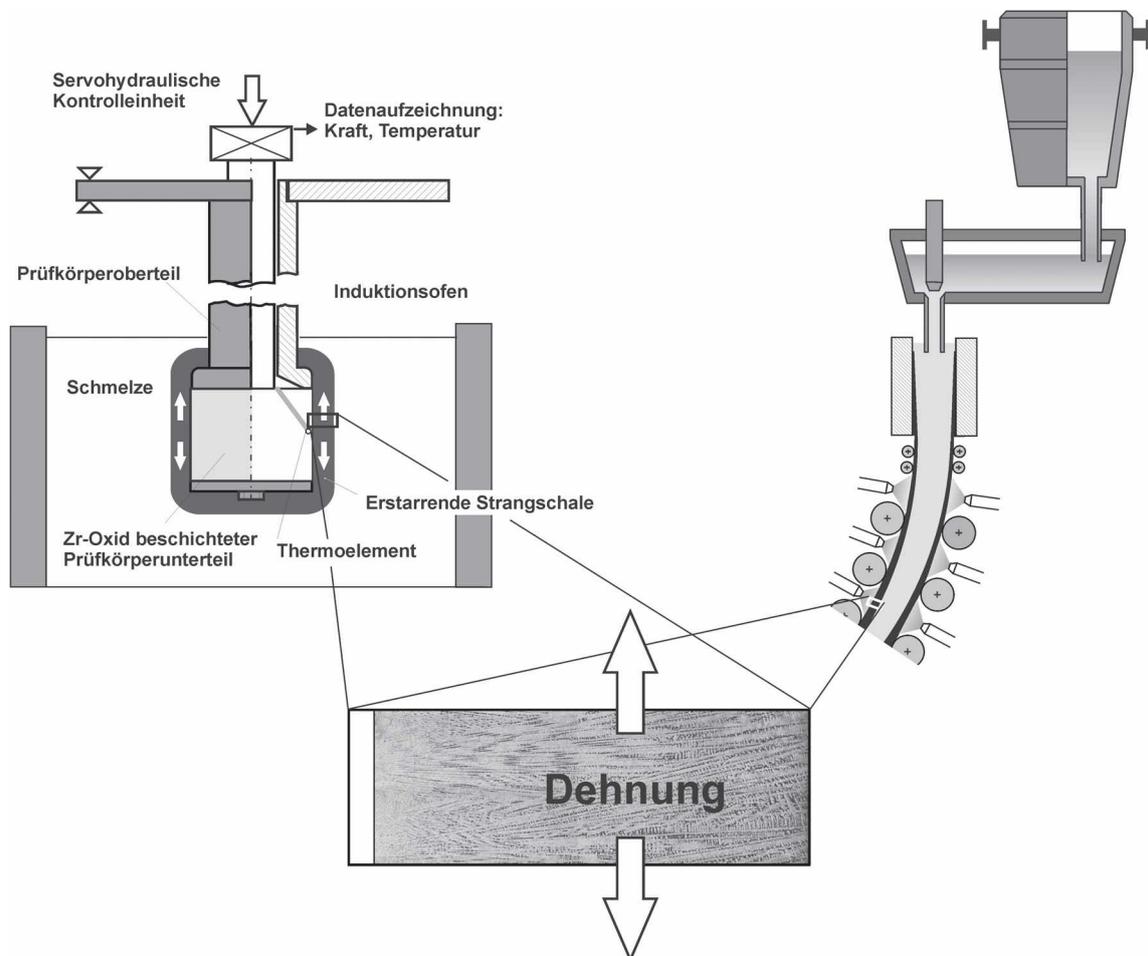


Abbildung 3-4.: Schematische Darstellung der Versuchsanordnung des SSCT-Versuchs und der Erstarrungsbedingungen sowohl im Laborversuch als auch im Stranggießprozess.¹⁶

starrungsbedingungen sowohl für den Versuch als auch für den realen Stranggießprozess wiedergegeben. Die während des Versuchs ablaufenden Vorgänge können wie folgt beschrieben werden. Der zweigeteilte, beschichtete Prüfkörper wird in die Schmelze eingetaucht, dabei beginnt an der Oberfläche eine Schale entgegen der Richtung der Wärmeabfuhr, daher senkrecht zur Prüfkörperoberfläche, zu erstarren. Die aus Zirkonoxid bestehende Beschichtung der Prüfkörperoberfläche dient zur gezielten Steuerung der Abkühlbedingungen und damit in weiterer Folge auch der Erstarrungsstruktur. Nach einer definierten Haltezeit wird der untere Teil des Prüfkörpers hydraulisch abgesenkt, damit entsteht in der erstarrten Strangschale eine Zugbelastung normal auf die Wachstumsrichtung der Dendriten. Während des Versuchs werden die auftretende Kraft zwischen dem Ober- und Unterteil mittels Kraftmessdose, die Position des beweglichen unteren Teils mittels eines Bewegungssensors, sowie die Temperatur mit Hilfe von Thermoelementen erfasst und aufgezeichnet. Nach Beendigung des Tests werden Prüfkörper und die darauf erstarrte Schale unverzüglich aus der Schmelze entfernt und an Luft gekühlt. Aus dieser Versuchsanordnung ergeben sich folgende, in einem gewissen Rahmen, variierbare Parameter:

- Temperatur des Stahlbades
- Abkühlrate, gesteuert durch die Dicke der Zirkonoxidschicht
- Haltezeit des Prüfkörpers in der Schmelze
- Dehnrate und Gesamtdehnung
- Chemische Zusammensetzung der Schmelze.

Um den Bedingungen, wie sie beim Strangguss herrschen, gerecht zu werden, wurden die Versuchsparameter wie folgt definiert:

- Die **Beschichtungsdicke** des Zirkonoxids betrug $0,4 \text{ mm}$ (um den Abkühlbedingungen des Brammenstranggießens möglichst ähnlich zu sein, mit einer maximalen und mittleren Wärmestromdichte von $1,7 \text{ MW/m}^2$ bzw. $1,25 \text{ MW/m}^2$).
- Die **Eintauchzeit** betrug 2 Sekunden (ebenso die Austauschzeit am Ende des Versuchs).

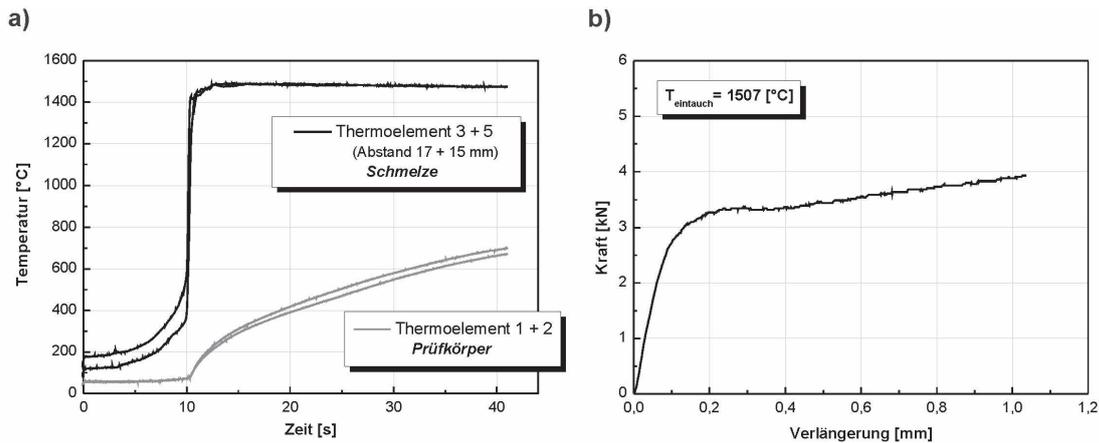


Abbildung 3-5.: Während des Versuchs aufgezeichnete Daten der a) Temperatur der insgesamt vier Thermoelemente und b) der Kraft und der Verlängerung für die Probe A 04.

- Der Prüfkörper wurde für 16 Sekunden in der flüssigen Schmelze belassen und anschließend 10 Sekunden auf Zug belastet. Somit ergibt sich eine **gesamte Erstarungszeit** von 30 Sekunden.
- Die **Dehnrates** wurde mit $2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ gewählt, während der 10 Sekunden dauernden Belastung wurde so eine Dehnung von 2 % aufgebracht.
- Die **Überhitzung** der Schmelze betrug etwa 25-30 °C. Die tatsächlichen Temperaturen der Schmelze während des Versuchs sind **Tabelle A-IV** zu entnehmen.

Während des gesamten Versuchs wurden die herrschenden Temperaturbedingungen, sowohl in der Stahlschmelze, als auch im Prüfkörper, aufgezeichnet. Dies geschah mit Hilfe mehrerer Thermoelemente, welche in definiertem Abstand zur Prüfkörperoberfläche, bzw. im Prüfkörper angebracht wurden. **Abbildung 3-5a** zeigt die sich während des Versuchs einstellenden Temperaturen am Beispiel des Versuchs A 04. Es ist beide Male deutlich der Zeitpunkt des Eintauchens durch das Ansteigen der Temperatur zu erkennen, bei den Thermoelementen im inneren des Prüfkörpers erwartungsgemäß ein flacherer Anstieg als es in der Schmelze der Fall ist.

Abbildung 3-5b zeigt eine gemessene Kraft-Verlängerungskurve am Beispiel der Legierung 04 (75-5-20). Es ist der deutliche Anstieg der Kraft am Beginn des Versuchs,

sowie die baldige Abflachung der Kurve mit zunehmender Dauer zu erkennen. In **Abbildung A-2** des Anhangs sind sämtliche Aufzeichnungen der Temperaturverläufe für alle durchgeführten Versuche der Versuchsreihe A dargestellt.

3.2.2. Versuchsaufbau- und Durchführung des SSCC-Tests

Neben den beschriebenen Heißzugversuchen unter stranggießähnlichen Bedingungen ist es über eine Modifizierung der Prüfkörpergeometrie möglich Schrumpfversuche durchzuführen. Der Versuchsaufbau gestaltet sich sehr ähnlich, wieder wird ein zweigeteilter Prüfkörper in eine, sich in einem Induktionsofen befindende, Schmelze eingetaucht. Die Strangschale erfährt nun eine Volumenskontraktion durch die fortschreitende Erstarrung und presst damit die beiden Prüfkörper zusammen. Dies wird allerdings durch aufbringen einer Kraft verhindert und diese aufgebrauchte Kraft kann mit Hilfe einer Kraftmessdose aufgezeichnet und anschließend ausgewertet werden. **Abbildung 3-6** zeigt schematisch den modifizierten Prüfkörper.

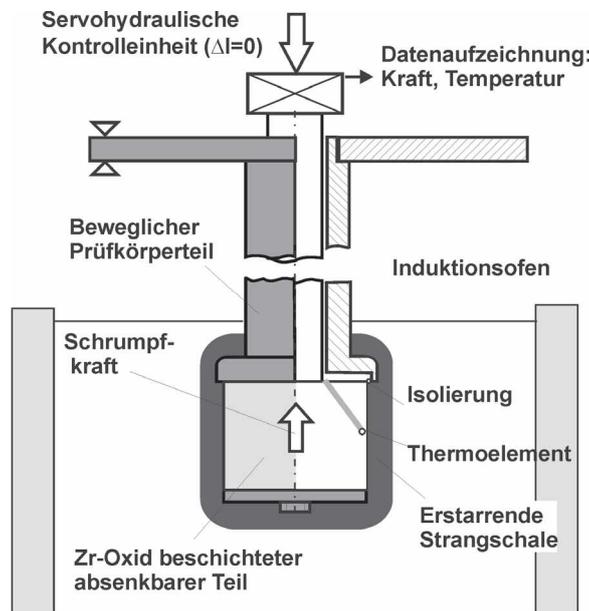


Abbildung 3-6.: Schematische Darstellung des modifizierten Prüfkörpers des SSCC-Versuchs.¹⁷

Auch diese Versuchsanordnung lässt eine Variation der Parameter wie Temperatur, Beschichtung, Haltezeit und chemische Zusammensetzung zu, allerdings wird nun kei-

ne Dehnung aufgebracht sondern die durch die Kontraktion entstehende Reaktionskraft gemessen. Es wurden folgende Parameter für die Durchführung der SSCC-Versuche eingestellt:

- Die **Beschichtungsdicke** der Zirkonoxidschicht wird ebenfalls mit einer Dicke von 0,4 mm gewählt.
- Die **Überhitzung** der Schmelze beträgt 25-30 °C.
- Nach dem Eintauchen des Prüfkörpers wird dieser 30 Sekunden lang in der Schmelze gehalten und die dabei entstehende Kontraktionskraft aufgezeichnet. Anschließend wird der Prüfkörper aus der Schmelze ausgetaucht. Die Reaktionskraft wird jedoch, im Gegensatz zu bisher durchgeführten Versuchsserien, über eine **Dauer** von ca. 220 Sekunden fortgesetzt.

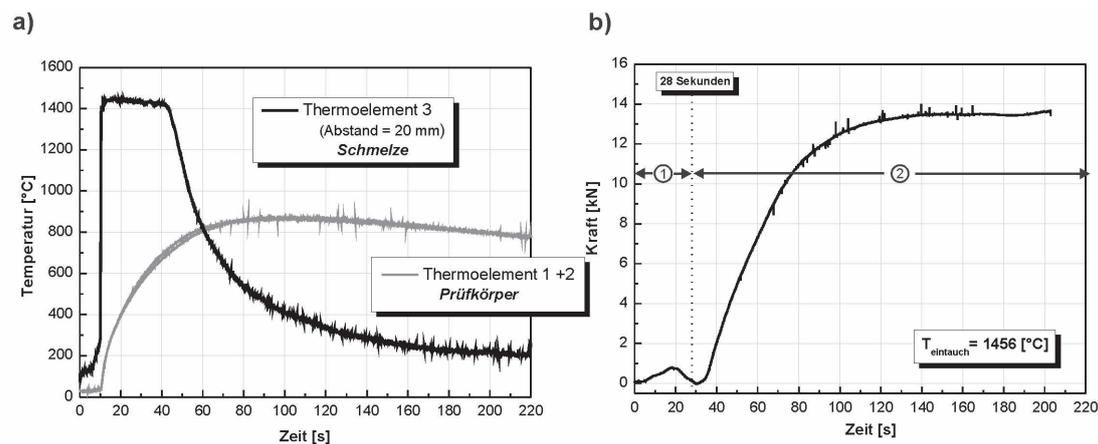


Abbildung 3-7.: Während des Versuchs aufgezeichnete Daten der a) Temperatur der insgesamt drei Thermoelemente und b) Schrumpfkraft für die Probe B 06.

Die Anordnung der Thermoelemente wird ebenfalls beibehalten, das heißt, über die gesamte Dauer des Versuchs können die herrschenden Temperaturen nachvollzogen werden. **Abbildung 3-7a** zeigt beispielhaft für den Versuch B 06 (45-35-20) die aufgezeichneten Temperaturdaten (die Aufzeichnung der Temperaturverläufe sämtlicher Versuche der Versuchsreihe B sind in **Abbildung A-3** dargestellt). In **Abbildung 3-7b** ist die aufgezeichnete Kraft als Funktion der Versuchszeit aufgetragen. Daraus erkennbar sind zwei verschiedenen Bereiche. Bereich 1 zeigt die aufgetretene Kontraktionskraft während der

Erstarrung der Strangschale des Prüfkörpers im Ofen. Im Bereich 2 befindet sich der Prüfkörper nicht mehr in der Schmelze, dieser Bereich beschreibt die Kontraktionskraft während des Abkühlens der erstarrten Strangschale außerhalb des Ofens.

3.2.3. Metallographische Aufbereitung der Proben

Um die mittels SSCT- und SSCC- Versuchen gewonnenen Prüfkörper hinsichtlich entstandener Risse, bzw. Heißrisse auswerten zu können, erfolgte anschließend eine aufwändige Aufbereitung dieser. Als erstes wird die erstarrte Schale vom Prüfkörper getrennt und in zwei Halbschalen zerteilt, welche in weiteren Zerteilungsschritten in insgesamt 16 Teil-

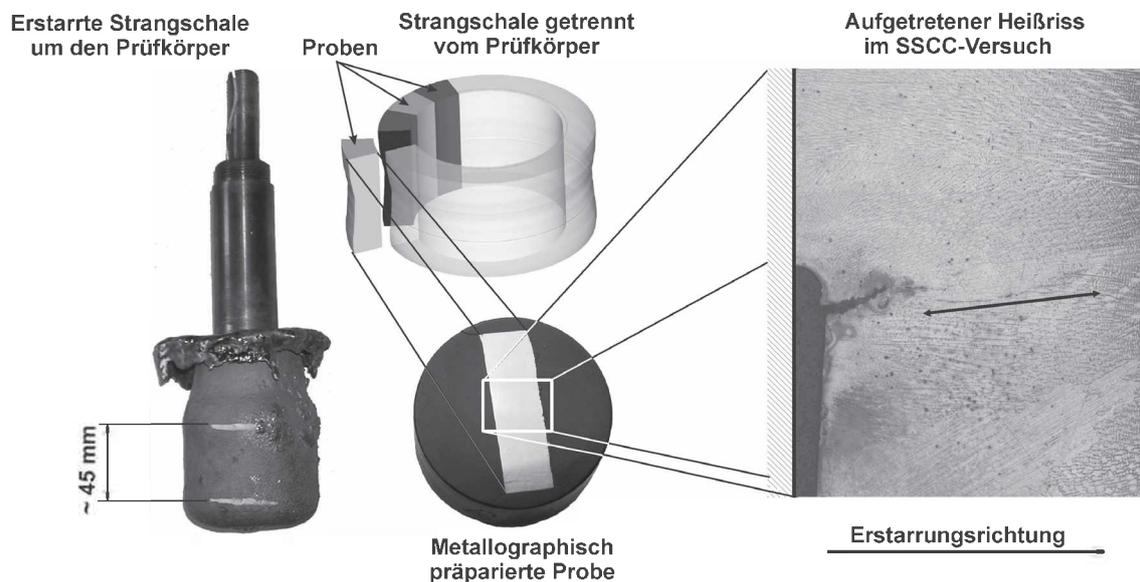


Abbildung 3-8.: Darstellung der Vorgehensweise der Probenpräparation und Beispiel eines Schliffbildes mit Heißriss.

stücke zerschnitten werden. **Abbildung 3-8** zeigt schematisch die einzelnen Schritte der Probengewinnung, von der erstarrten Schale bis zum fertigen Schliffbild.

Acht der insgesamt 16 Teilstücke werden anschließend eingebettet, geschliffen und poliert, um schließlich mit Hilfe einer geeigneten Ätzlösung eventuell entstandene Risse sichtbar zu machen. Die folgenden Punkte listen die vorgenommenen metallographischen Schritte, sowie die Zusammensetzung der Ätzlösung detailliert auf.

- Als *Warmeinbettmasse* wurde Epoxidharz verwendet,
- das *Schleifen* erfolgte in zwei Schritten mittels Schleifstein und Schleifpapier der Körnung 1200 und
- zum *Polieren* wurde zuerst ein Schmiermittel mit Diamanten der Größe $9\ \mu\text{m}$ und anschließend $3\ \mu\text{m}$ benutzt.
- Das *Ätzen* erfolgte mittels einer Lösung bestehend aus $100\ \text{ml}\ \text{H}_2\text{O}$, $100\ \text{ml}\ \text{HCl}$ + $1\ \text{g}$ Kaliumdisulfat. Diese so genannte *Beraha-II*-Lösung wurde teilweise auf $60\ \text{°C}$ erhitzt, ansonsten erfolgte die Ätzung bei Raumtemperatur.

Schlussendlich werden die Schriffe am Mikroskop aufgenommen und mit Hilfe einer speziellen Software.

3.2.4. Auswertungskriterien

Die Auswertung der beiden Versuchsserien, sowohl SSCT als auch SSCC, gestalten sich nach ähnlichen Kriterien. Als erstes wird die Dicke der erstarrten Strangschale vermessen, dafür wurden in drei verschiedenen Höhen (im oberen Teil des Prüfkörpers, in der Mitte und unten) die jeweiligen Dicken vermessen und daraus ein Mittelwert gebildet. **Abbildung 3-9a** zeigt beispielhaft für die Probe A 01_03 das Ausmessen der Schalendicke.

Bei Proben, die auffällige Anrisserscheinungen zeigen, erfolgte eine Auswertung dieses Anrisses wie folgt. Es werden sowohl die Fläche des Risses als auch seine Länge ausgewertet, in weiterer Folge kann somit ebenfalls die Breite des Anrisses abgeschätzt werden (Anrissbreite = Anrissfläche/Anrisslänge). **Abbildung 3-9b** zeigt eine solche Auswertung eines massiven Anrisses am Beispiel des Schliffs Nummer 03 der Probe A 01. Weiters werden auftretende Heißrisse im Inneren der Strangschale ausgewertet. Dazu wird die Anzahl der entstandenen Risse, sowie ihre Länge gezählt, bzw. vermessen, stellvertretend für alle Schriffe dargestellt in **Abbildung 3-10**. Zu den Schliffbildern der Versuchsserie B muss gesagt werden, dass alle Aufnahmen verkehrt gemacht wurden, das heißt, der untere Teil des Bildes stellt den oberen Teil des Prüfkörpers dar und umgekehrt. Ebenso sind die Schliffbilder des Versuchs A 07 auf den Kopf gestellt. Des Weiteren sind im Anhang

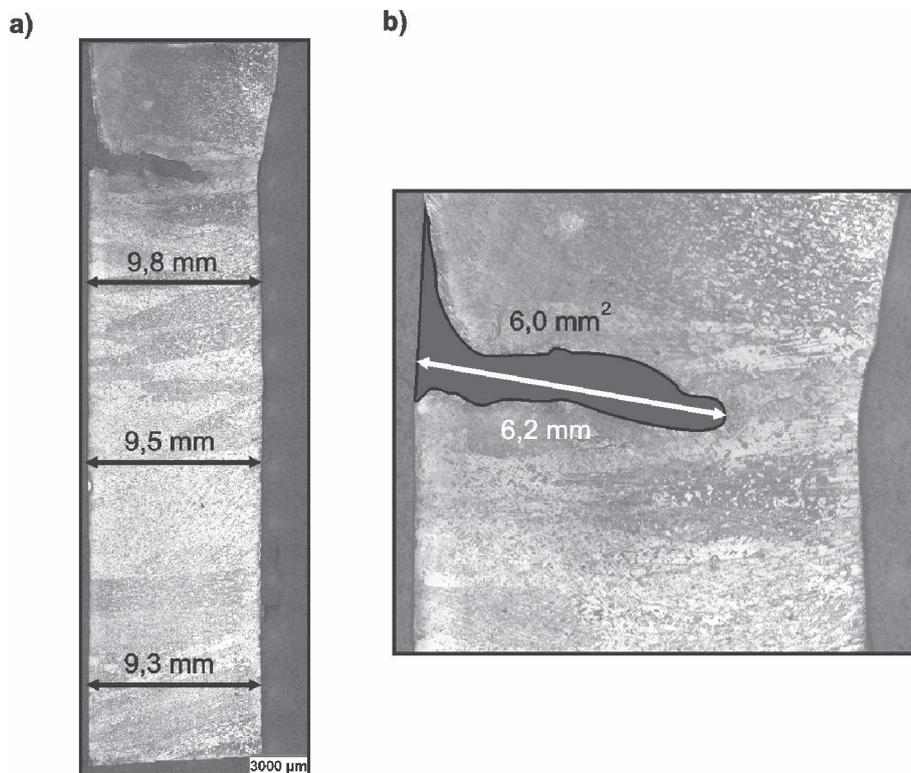


Abbildung 3-9.: Darstellung des Auswertevorgangs für a) die Schalendicke und b) die Anrissfläche sowie Länge am Beispiel des Schliffs Nr. 03 der Probe A 01.

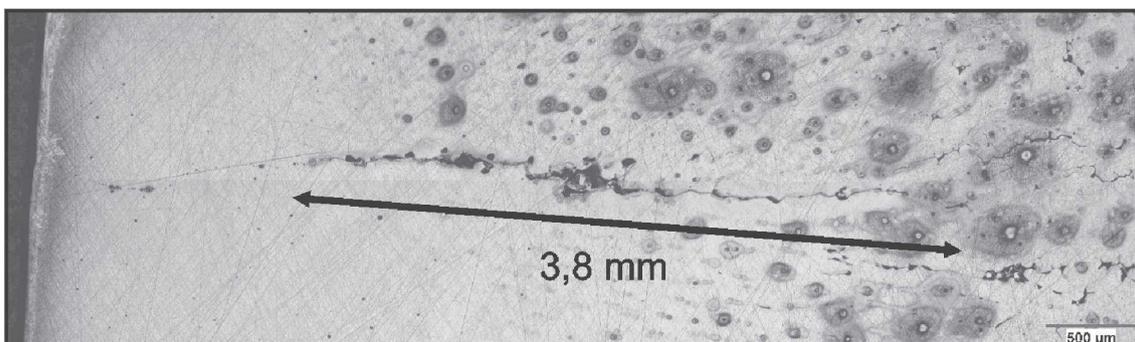


Abbildung 3-10.: Darstellung der Heißrissauswertung am Beispiel des Schliffs Nr. 11 der Probe B 03.

für jede Legierung neben den Bildern der geätzten Probenstücke auch vergrößert aufgenommene Bilder spezieller Bereiche dargestellt. Für jeden Versuch sind beispielhaft zwei der aufgetretenen Risserscheinungen herausgenommen, dargestellt in **Abbildung A-10** bis **Abbildung A-16**.

Mit Hilfe aller aus den Versuchen gewonnenen Daten (Liquidus- und Solidustemperaturen aus den Differenzthermoanalysen, Kraft- und Temperaturverläufe aus den Heißzug-, bzw. Schrumpfversuchen und Rissauftreten aus der metallographischen Aufarbeitung), sollte es nun möglich sein, einige Rückschlüsse bezüglich der Rissempfindlichkeit in Abhängigkeit des Nickel- und Chromgehalts zu ziehen. Durch eine gemeinsame Betrachtung der aufgezeichneten Daten für Temperatur und Kraft mit der metallographischen Auswertung wird versucht, auf die Rissanfälligkeit der Legierungen zu schließen. In den folgenden Kapiteln werden alle erhaltenen Ergebnisse der hier beschriebenen Versuchsserien dargestellt und diskutiert.

4. Darstellung der Ergebnisse

Die mit Hilfe der in den vorigen Kapiteln beschriebenen Verfahren ermittelten Ergebnisse werden nun ausführlich dargestellt und diskutiert. Beginnend mit den Versuchsergebnissen der Differenzthermoanalyse und ein Vergleich dieser mit verschiedenen eigenen Berechnungen, sowie Daten aus der Literatur, werden weiters die Ergebnisse der beiden Versuchsserien A (SSCT) und B (SSCC) beschrieben. Diese umfassen eine Auswertung der Schalendicke und die, für die Bestimmung der Rissempfindlichkeit essenziellen, Auswertung der auftretenden Anrisse, bzw. Heißrisse nach Länge, Anzahl und Fläche. Nachstehend erfolgt eine Gegenüberstellung dieser ermittelten Ergebnisse mit den aufgezeichneten Daten für Temperatur, Kraft und Verlängerung um damit eine Diskussion und Interpretation derselben zu ermöglichen. Abschließend soll ein Vergleich mit Ergebnissen von Heißzug-, bzw. Schrumpfversuchen an Kohlenstoffstählen eine bessere Einschätzung des Verhaltens der Fe-Ni und Fe-Ni-Cr Legierungen liefern.

4.1. Ergebnisse für Liquidus- und Solidustemperaturen

Die genaue Kenntnis von Liquidus- und Solidustemperaturen stellt im Allgemeinen eine wichtige Grundbedingung für die Führung von technischen Erstarrungsprozessen, im speziellen des Stanggießens, dar. Da die durchgeführten Heißzugversuche den Bedingungen im Strangguss bestmöglich entsprechen sollen, ist es deshalb ebenso wichtig, auch in einem Laborversuch die richtigen Liquidus- und Solidustemperaturen zu kennen.

4.1.1. Berechnungen und Werte aus der Literatur

Da in der Literatur nur sehr spärlich Informationen zur Verfügung stehen und die Zusammensetzung der Legierungen zum Teil sehr unterschiedlich ist, gestaltet sich ein Vergleich mit Werten aus der Literatur als sehr schwierig. In den meisten Fällen wurden nur einzelne Legierungen bzw. Legierungslagen mit einer sehr breiten Palette an Legierungselementen dokumentiert, was einen Vergleich nur begrenzt sinnvoll macht. Ein weiteres Problem besteht darin, dass in vielen Literaturstellen die Auflistung der Versuchsparameter, wenn überhaupt vorhanden, nur unvollständig ist, was es ebenfalls nötig macht diese Werte mit einer gewissen Vorsicht zu betrachten.

Um schon im Vorhinein einen Anhaltspunkt über die zu erwartenden Temperaturen für Liquidus- und Solidustemperatur zu erhalten, wurden verschiedene Versuche unternommen, das binäre System Fe-Ni und das quasibinäre System Fe-Ni-20 %Cr abzubilden. Dazu wurden Berechnungen mit der Software *ThermoCalc* durchgeführt. Die Ergebnisse sind in **Abbildung 4-1a** für das System Fe-Ni und in **Abbildung 4-1b** für Fe-Ni-20 %Cr dargestellt. Für beide Systeme sind die Linien für die Liquidustemperatur T_L , die Solidustemperatur T_S und die auftretenden Phasen Schmelze S , δ -Ferrit und γ -Austenit in Abhängigkeit des Nickelgehalts für einen Temperaturbereich von 1300-1600 °C aufgetragen. Er ist zu erkennen, dass mit zunehmendem Nickelgehalt die Erstarrungsform von δ -Ferrit zu γ -Austenit wechselt. Betrachtet man die Zusammensetzung der untersuchten Legierungen, so ist zu erkennen, dass einzig die Legierung 04 (75-5-20) primär ferritisch, sämtlich anderen primär austenitisch erstarren.

Beim Berechnen der Phasendiagramme kann allerdings die Anwesenheit der anderen Elemente wie Mangan, Silizium und Kohlenstoff, wenn auch nur in geringen Mengen vorhanden, nicht außer Acht gelassen werden. So verändern selbst diese niedrigen Anteile von 0,5 bzw. 0,05 Gew.-% das Phasendiagramm deutlich. In **Abbildung 4-1c** und **d** sind die beiden quasi-binären Phasendiagramme Fe-Ni und Fe-Ni-20 %Cr dargestellt, diesmal mit Berücksichtigung der Begleitelemente, erkennbar an deutlichen Aufweitung des Zweiphasengebiets, verbunden mit einer Absenkung der Solidustemperatur. Weiters ist zu beachten, dass mittels *ThermoCalc* berechnete Phasendiagramme nur unter Gleichge-

wichtsbedingungen, das heißt für unendlich langsame Abkühl- bzw. Aufheizgeschwindigkeit, Gültigkeit besitzen.

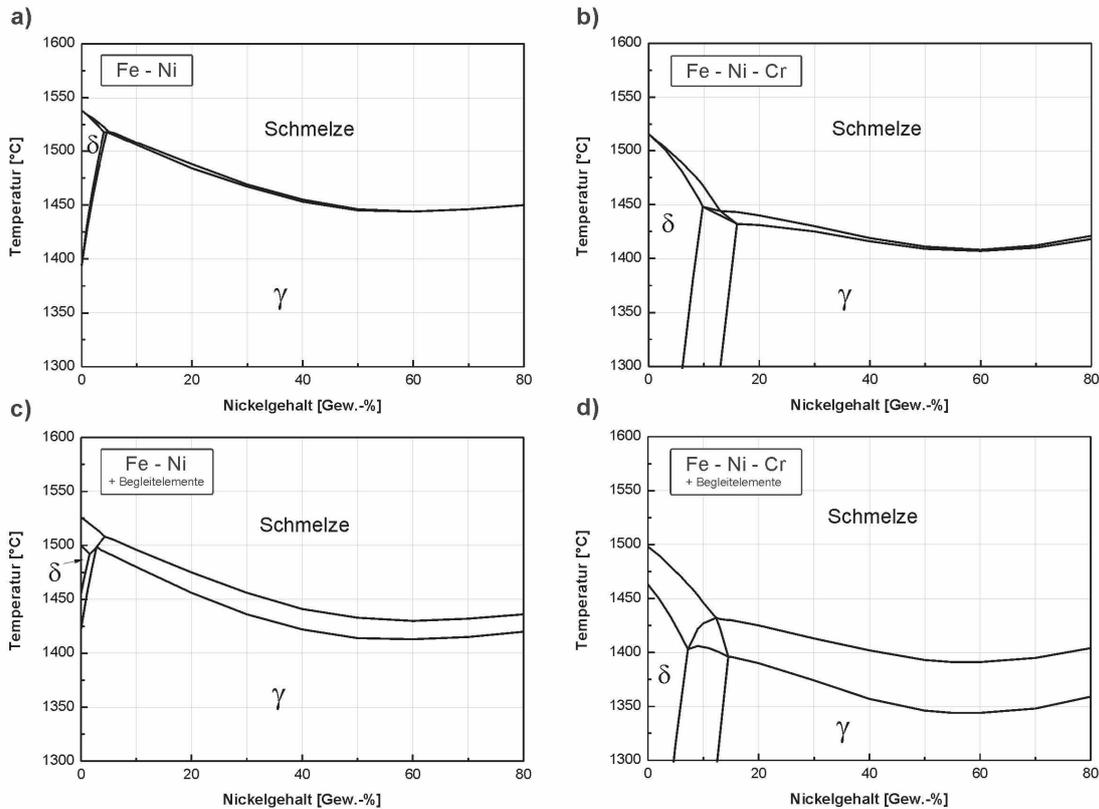


Abbildung 4-1.: a) Binäres Phasendiagramm des Systems Fe-Ni und c) quasi-binäres System mit Begleitelementen, quasi-binäre Phasendiagramme des Systems Fe-Ni-20 %Cr b) ohne und d) mit Begleitelementen berechnet mit *ThermoCalc*.

Abbildung 4-2 zeigt den Vergleich der Gleichgewichtsberechnungen von ThermoCalc mit aus Versuchen ermittelten Werten diverser Autoren. So sind in **Abbildung 4-2a** und **b** Werte für das System Fe-Ni-20 %Cr von Wever¹⁸ und Kato¹⁹ eingetragen, in **Abbildung 4-1c** für das binäre System Fe-Ni Werte von Seifter.²⁰ Wever verwendete zur Feststellung der Umwandlungstemperaturen ein dilatometrisches Meßverfahren und eine Abkühlgeschwindigkeit von 3-5 °C/min. Diese langsame Abkühlgeschwindigkeit, d.h. gleichgewichtsnah, führt zu einer nicht allzu großen Abweichung der Werte im Vergleich zu den ThermoCalc-Berechnungen. Die Versuchsdaten von Kato stammen aus einem japanischen Journal, daher ist über die herrschenden Bedingungen nichts weiter bekannt, al-

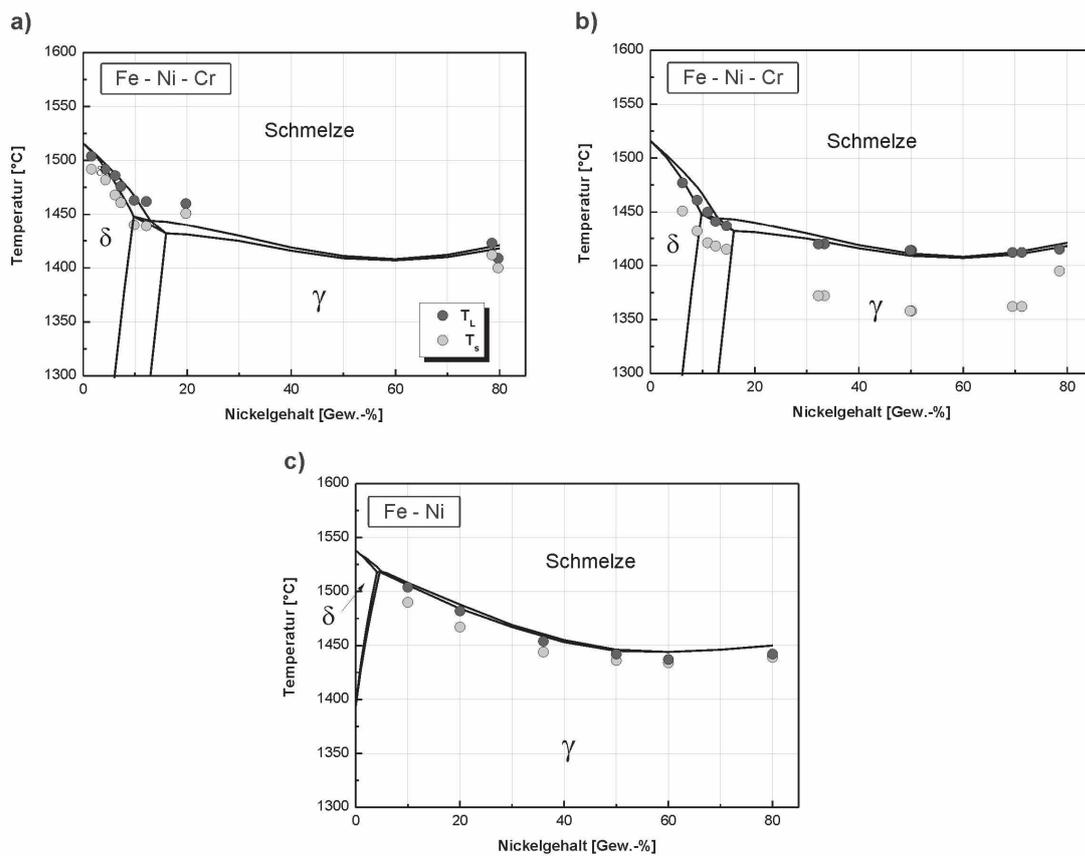


Abbildung 4-2.: Vergleich der Gleichgewichtsberechnungen laut *ThermoCalc* mit Werten von a) Wever,¹⁸ b) Kato¹⁹ und c) Seifter.²⁰

lerdings kann aus der deutlich größeren Abweichung von den Gleichgewichtsberechnungen geschlossen werden, dass die Verhältnisse nicht gleichgewichtsnah sind. Beim Betrachten der Liquidus- und Solidustemperaturen aus der Arbeit von Seifter ist ersichtlich, dass dieser ebenfalls die Gleichgewichtstemperaturen abzubilden versucht, daher auch die gute Übereinstimmung mit den Werten von *ThermoCalc*.

4.1.2. Darstellung der Ergebnisse der DTA

Die mittels DTA erhaltenen Werte für Solidus- und Liquidustemperaturen jedes einzelnen Aufheiz- sowie Abkühlvorgangs sind in **Tabelle 4-I** für alle Legierungen dargestellt. Weiters sind die daraus resultierenden Mittelwerte und Standardabweichungen eingetragen.

Tabelle 4-I.: T_L und T_S , resultierender Mittelwert sowie Standardabweichung aller Zyklen, Temperaturen in °C angegeben.

Zyklus	Aufheizen		Abkühlen		Aufheizen		Abkühlen		
	T_S	T_L	T_L	T_S	T_S	T_L	T_L	T_S	
<i>Legierung 01 (80 - 20)</i>					<i>Legierung 04 (75 - 5 - 20)</i>				
1	1445,8	1455,0	1364,7	1364,0	1471,7	1483,6	1461,3	1459,1	
2	1453,5	1465,0	1363,5	1363,1	1466,8	1480,0	1462,4	1460,7	
3	1451,0	1463,3	1344,6	1344,1	1466,8	1480,5	1462,6	1460,7	
Mittelwert	1450,1	1461,1	1357,6	1357,1	1468,43	1481,4	1462,1	1460,2	
Stabw	3,93	5,35	11,27	11,24	2,83	1,95	0,7	0,92	
<i>Legierung 02 (65 - 35)</i>					<i>Legierung 05 (60 - 20 - 20)</i>				
1	1432,9	1439,7	–	–	1426,9	1438	1387,7	1387,4	
2	1423,5	1437,3	1387,3	1386,4	1419,8	1433,2	1388,6	1388,4	
3	1427,3	1438,9	1327	1326,8	1420,8	1434,7	1400	1399,3	
Mittelwert	1427,9	1438,6	1357,2	1356,6	1422,5	1435,3	1392,1	1391,7	
Stabw	4,73	1,22	42,64	42,14	3,84	2,45	6,85	6,60	
<i>Legierung 03 (20 - 80)</i>					<i>Legierung 06 (45 - 35 - 20)</i>				
1	1425,7	1436,2	1248,3	1248,0	1388,7	1407,0	1324,8	1324,3	
2	1426,3	1436,6	1213,7	1213,6	1388,8	1402,7	1330,3	1329,7	
3	1430,7	1440,2	1289,1	1288,6	1389,9	1404,3	1357,8	1356,8	
Mittelwert	1427,6	1437,6	1250,4	1250,1	1389,1	1404,6	1337,6	1336,9	
Stabw	2,73	2,20	37,54	37,74	0,66	2,17	17,68	17,41	
<i>Legierung 07 (0 - 80 - 20)</i>									
1					1396,1	1412,3	1395,6	1391,7	
2					1402,4	1417,5	1404	1394,6	
3					1402,5	1418,7	1401,2	1395,8	
Mittelwert					1400,3	1416,12	1400,3	1394,0	
Stabw					3,66	3,40	4,27	2,11	

Die Reihenfolge der Temperaturen ergibt sich aus der Überschreitung dieser während des Versuches, so wird zuerst T_S dann T_L für den Aufheizvorgang, sowie T_L vor T_S für die Abkühlung angegeben. Die daraus erhaltenen Ergebnisse lassen sich wie folgt interpretieren. Die sich ergebende Standardabweichung befindet sich im Bereich ± 5 °C, was auf eine gute Reproduzierbarkeit des Verfahrens hindeutet. Weiters ist die, für die Breite des Zweiphasengebiets charakteristische, Differenz zwischen T_L und T_S etwa in jenem Bereich,

den auch *Thermocalc*-Berechnungen ergeben haben. Ein gänzlich anderes Bild zeigen die Ergebnisse der Abkühlvorgänge. So zeigen die Mittelwerte sowohl für T_L , als auch für T_S eine sehr große Streubreite von bis zu $\pm 42\text{ }^\circ\text{C}$. Die sich ergebenden Temperaturen liegen weiters durchschnittlich etwa $60\text{ }^\circ\text{C}$ tiefer als jene beim Aufheizen ermittelten und schlussendlich besitzen die Temperaturen für T_L und T_S ähnliche Werte, d.h. das Zweiphasengebiet wäre demnach nur ein sehr kleiner Bereich. Eine mögliche Erklärung dafür bietet die Theorie der Keimbildungshemmung.⁶⁰ So wird die Keimbildung trotz der hohen Unterkühlung unterbunden, ist allerdings eine Grenze überschritten, d.h. ein erster ausschlaggebender Keim kann sich bilden, so schreitet die Erstarrung mit sehr hoher Geschwindigkeit fort. Dieser Effekt erklärt sowohl die deutlich niedrigere Temperaturen durch die Keimbildungshemmung und der damit verbundenen starken Unterkühlung, als auch das Fehlen eines Zweiphasengebiets durch die, sehr schnell, ablaufende Erstarrung.

4.1.3. Vergleich der Messungen mit den Berechnungen

Um einen Anhaltspunkt über die Vergleichbarkeit der Messergebnisse zu erhalten, werden im Folgenden die mittels *ThermoCalc* berechneten Werte mit den Ergebnissen der DTA verglichen. Dazu sind in **Abbildung 4-3a** und **b** die beiden Phasendiagramme Fe-Ni und Fe-Ni-20 %Cr erneut dargestellt und zusätzlich die einzelnen Messpunkte der DTA eingetragen. Aus den vorhin aufgezeigten Gründen finden die Werte, die durch die Abkühlungszyklen ermittelt wurden, keine Verwendung. Vor allem beim System Fe-Ni bilden die eigenen Messdaten das Phasendiagramm sehr gut ab. Die Abweichung kann als klein bezeichnet werden. Allerdings ist das gemessene Zweiphasengebiet kleiner als jenes der Berechnungen.

Mit dem Zulegieren von 20 Gew.-%Cr nimmt die Größe des Zweiphasengebiets zu. Die experimentell ermittelten Temperaturen, sowohl für T_L , als auch für T_S , sind durchwegs um etwa $10\text{-}15\text{ }^\circ\text{C}$ höher als die von *ThermoCalc* errechneten, während die Größe des Zweiphasengebiets kleiner ist. Um dies zu verdeutlichen ist in **Abbildung 4-4a** und **b** diese Abweichung für T_L und T_S graphisch aufgetragen.

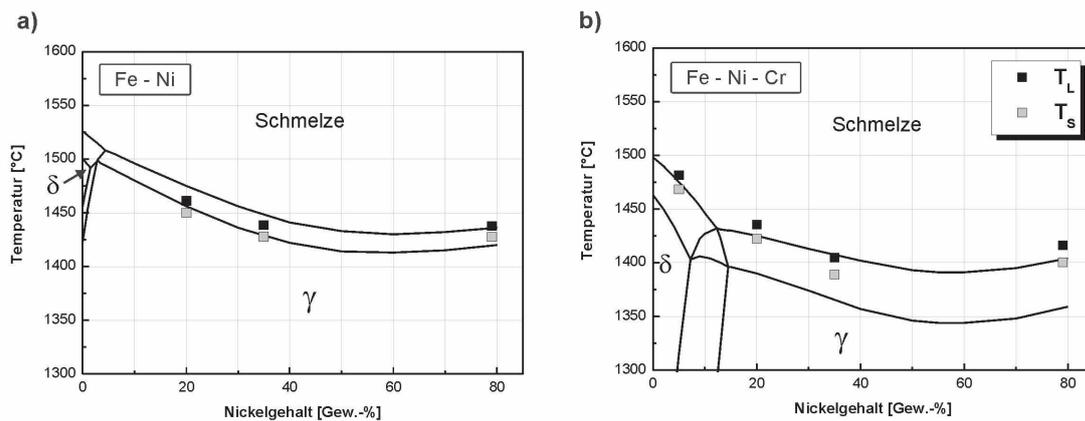


Abbildung 4-3.: Vergleich der Gleichgewichtsberechnungen laut *ThermoCalc* mit den Werten der DTA Messung in a) für das System Fe-Ni und in b) für das System Fe-Ni-20 %Cr.

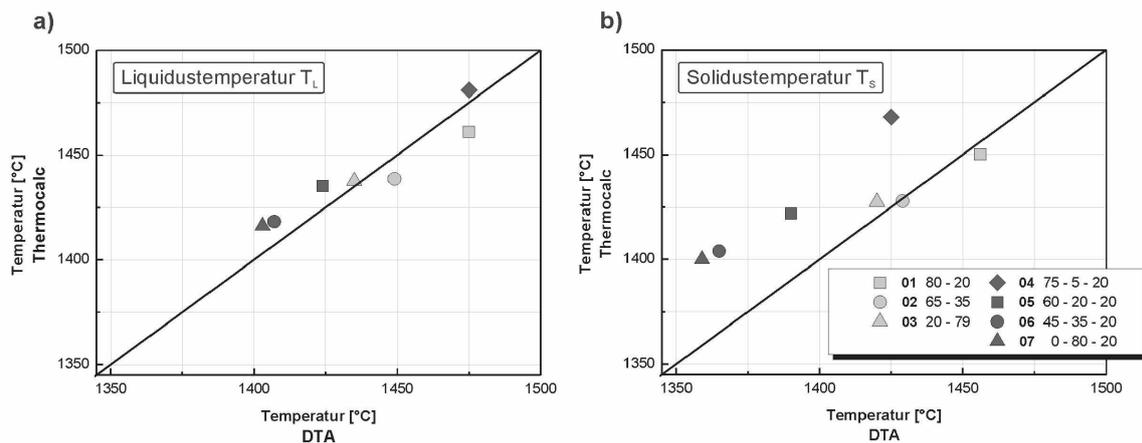


Abbildung 4-4.: Graphische Darstellung der Abweichung von *ThermoCalc* und DTA für a) die Liquidustemperatur und b) die Solidustemperatur.

Abbildung 4-4a gibt den Vergleich der Liquidustemperaturen mit jenen, berechnet mit *ThermoCalc* wieder, in **Abbildung 4-4b** ist dasselbe für die Solidustemperaturen gezeigt. Damit gibt das Bild die relative Abweichung der beiden Temperaturen voneinander wieder. In beiden Fällen werden die Temperaturen für Fe-Ni noch genauer abgebildet als für Fe-Ni-20 %Cr, die Abweichung für T_S ist im Schnitt größer als für T_L .

Die Ergebnisse der Differenzthermoanalyse, können wie folgt zusammengefasst werden: Die während der Aufheizzyklen ermittelten Werte sowohl für T_L , als auch für T_S , besitzen

nachvollziehbare Werte, wohingegen die Temperaturen resultierend aus den Abkühlvorgängen sich gänzlich anders darstellen. Durch die extrem starke Unterkühlung (teilweise liegen die Werte nahezu 200 °C tiefer als jene der Aufheizvorgänge) und die sehr schmale Ausprägung des Zweiphasengebiets wurden diese Werte in weiterer Folge nicht für Vergleiche herangezogen. Für die erstgenannten Liquidus- und Solidustemperaturen erfolgte ein Vergleich mit *ThermoCalc*-Berechnungen, sowie einigen Ergebnissen der Literatur. Es konnte gezeigt werden, dass die ermittelten Temperaturen die Phasendiagramme Fe-Ni sowie Fe-Ni-20 %Cr gut abbilden können. Einzig die Solidustemperaturen für das System Fe-Ni-20 %Cr weichen mit durchschnittlich 15 °C von den Berechneten am deutlichsten ab.

4.2. Ergebnisse der Heißzug- und Schrumpfversuche

In den folgenden Kapiteln werden alle gewonnenen Ergebnisse der Heißzug- und der Schrumpfversuche dargestellt. Beginnend mit der Darstellung der Schalendicke um den Umfang des Prüfkörpers, folgt die Auswertung der aufgetretenen Risserscheinungen nach Kriterien wie Anzahl, Länge und Fläche und schließlich eine Veranschaulichung der aufgezeichneten Kräfte während der Versuche.

4.2.1. Heißzugversuche (Versuchsserie A)

Die Ergebnisse der Heißzugversuche mittels SSCT-Apparatur werden im Folgenden mit dem Buchstaben A gekennzeichnet. Die Parameter, welche bei den Versuchen eingestellt wurden, wurden im vorangegangenen Kapitel genau erläutert, weshalb sie in weiterer Folge nicht mehr erwähnt werden.

Auswertung der Schalendicke

Die Auswertung der Schalendicke nach den genannten Kriterien führte zu folgendem Ergebnis: Für alle Versuche hatten die Schalen eine annähernd konstante Dicke über den gesamten Umfang, auch die Stärke bewegte sich in einem vergleichbaren Rahmen. Die

dünnste Schale, jene von Versuch A 03 (20-80), hat einen Mittelwert von 7,58 *mm*, vergleichbar mit der ebenfalls dünnen Schale des Versuchs A 07 (0-80-20) mit 8,81 *mm*. Die restlichen Legierungen, all jene mit einem niedrigeren Nickelgehalt, weisen Schalendicken zwischen 9 und 12 *mm* auf. **Abbildung 4-5** stellt diese Auswertung der Schalendicke über den Umfang graphisch dar, getrennt für Werkstoffe ohne Chrom (**a**) und jene die 20 Gew.-%Chrom enthalten (**b**). Weiters geht aus dieser Darstellung hervor, dass das Wachstum der Schale sehr gleichmäßig vonstatten ging. Es sind nahezu keinerlei Einziehungen oder Bereiche verminderter Dicke zu erkennen. All das lässt auf eine gute Abschätzung der eingestellten Prozeßparameter, allen voran der Überhitzungstemperatur, schließen.

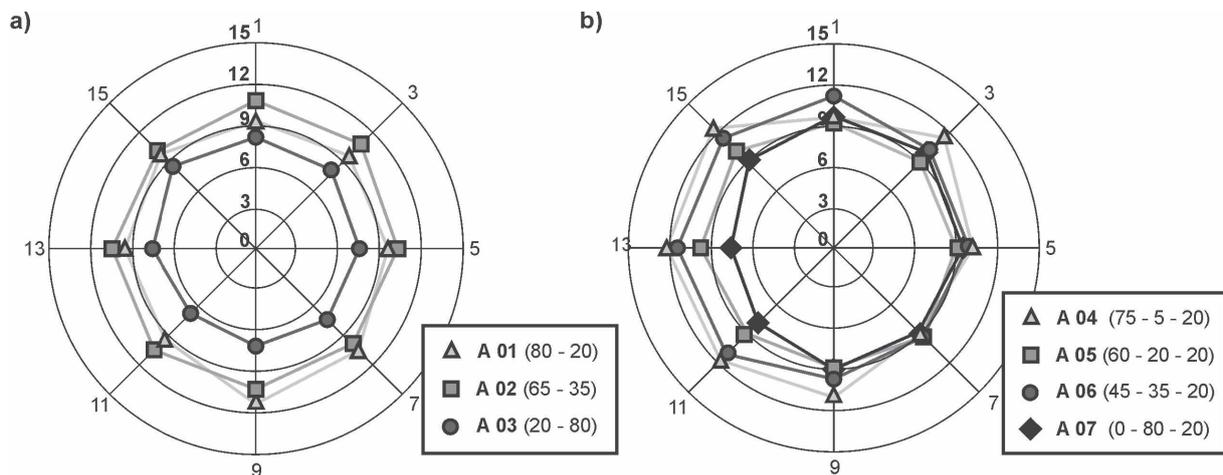


Abbildung 4-5.: Ergebnis der Auswertung der Schalendicke der SSCT-Versuchsserie, getrennt für Werkstoffe a) ohne und b) mit Chrom.

Rissauswertung

Auffällig ist, dass bei den Versuchen mittels SSCT-Test sämtliche Proben (mit Ausnahme der Probe A 04 (75-5-20)) nahezu völlig eingerissen sind, das heißt ausgeprägte Anrisserscheinungen zeigen. Diese stellten sich in Form von massiven Oberflächenrissen dar, teilweise sind die Proben vollständig durchgerissen. Bildet sich ein solcher Anriss während des Zugversuchs kann davon ausgegangen werden, dass durch den plötzlichen Spannungsabbau sich keine oder nur wenige typische Heißrisse im Inneren der Strangschale bilden. **Abbildung 4-6** zeigt beispielhaft die Halbschalen und die daraus entstandenen

16 Teilstücke der Probe A 01 (80-20). Es zeigt deutlich den, sich über den gesamten Umfang der Schale ausgebreiteten, Oberflächenriss. Die sich daraus ergebende Rissfläche und -länge der 8 ausgewerteten Teilstücke und die gesamte Fläche und Länge, sowie der sich ergebende Mittelwert derselben Legierung sind in **Tabelle 4-II** eingetragen.

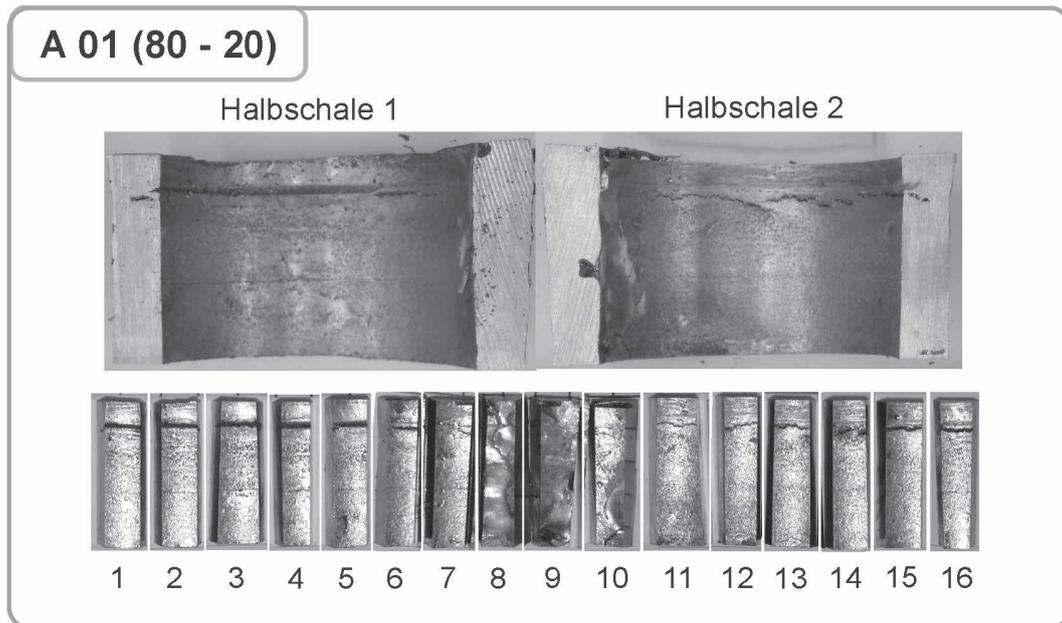


Abbildung 4-6.: Vom Prüfkörper getrennte Halbschalen und die daraus entstandenen 16 Teilstücke der Probe A 01.

Tabelle 4-II.: Resultierende Anrissfläche und Länge der Probe A 01

A 01	Anrissfläche [mm ²]	Anrisslänge [mm]
A01.01	6,0	6,2
A01.03	6,2	6,6
A01.05	4,2	6,1
A01.07	2,6	6,4
A01.09	1,2	2,9
A01.11	0,3	1,3
A01.13	1,1	4,1
A01.15	4,9	5,9
Summe	26,6	39,6
Mittelwert	3,33	4,95

Resultierend aus der gesamten Fläche des Anrisses, wird zur besseren Vergleichbarkeit der einzelnen Legierungen miteinander, ein Mittelwert für die 8 untersuchten Teilstücke

gebildet. Dasselbe Verfahren findet für die Anrisslänge Anwendung, ebenfalls in **Tabelle 4-II** eingetragen.

Sämtliche Bilder der Halbschalen, der daraus entstandenen 16 Stücke und die Ergebnisse der Auswertung nach Fläche und Länge des Anrisses für alle untersuchten Werkstoffe sind den, dem Anhang beigefügten, Bildern **Abbildung A-6** und **Abbildung A-7** und der **Tabelle A-IV** zu entnehmen. Zusammenfassend sind in **Abbildung 4-7a** und **b** der Mittelwert der Fläche des Anrisses und in die dazugehörige gemittelte Länge über den Nickelgehalt dargestellt.

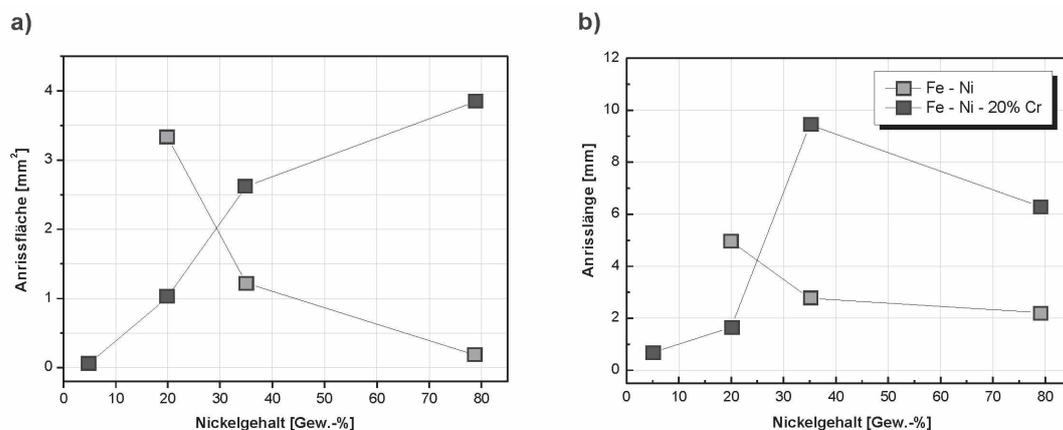


Abbildung 4-7.: a) Gemittelte Anrissfläche und b) -länge als Ergebnis der Versuchsserie A in Abhängigkeit des Nickelgehalts.

Die Ergebnisse der Auswertung hinsichtlich der detektiereten Anrisse können wie folgt zusammengefasst werden: Jene Versuchswerkstoffe welche kein Chrom enthalten, verhalten sich mit zunehmendem Nickelgehalt rissunempfindlicher. Bei einem Gehalt von 20 Gew.-%Ni liegt die resultierende Anrissfläche bei $3,33 \text{ mm}^2$, während bei einem Nickelgehalt von 80 Gew.-% nur mehr $0,18 \text{ mm}^2$ gemessen wurden. Bei den untersuchten Legierungen mit 20 Gew.-%Cr ist der genau gegenteilige Effekt beobachtet worden. Unter Anwesenheit von Chrom ist bei 5 Gew.-%Ni nahezu kein Anriss erkennbar, allerdings steigt die Rissfläche mit zunehmendem Nickelgehalt, um bei 80 Gew.-% den höchsten Wert von $3,85 \text{ mm}^2$ anzunehmen. Diese Tendenz gibt auch die Abbildung der Risslänge, ebenfalls ist der Mittelwert der 8 Einzelstücke über den Nickelgehalt aufgetragen, wieder. Ebenfalls erfolgte eine Auswertung in Richtung typischer Heißrisse im Inneren der erstarrten Schale.

Diese konnten jedoch nur bei Versuch A 04 (70-5-20) und A 03 (20-80) gefunden werden. Typische Erscheinungsformen sind in **Abbildung A-12** und **Abbildung A-13** dargestellt. Es muss allerdings angemerkt werden, dass es sich bei der Legierung 04 (75-5-20), wenn überhaupt, um so genannte Heißrisseigerungen handelt, hingegen bei der Legierung 03 (20-80) um teilweise offene Heißrisse. Bei allen anderen Versuchen wurden keine Heißrisse gefunden, was in erster Linie durch die Bildung des massiven Anrisses (und den damit verbundenen Spannungsabbau) begründet werden kann. Bei den Versuchen A 03 und A 04 wurde kein massiver Oberflächenriss detektiert, siehe **Abbildung A-6** und **Abbildung A-7**.

Kraft-Verlängerungs-Kurven

Die während des Versuches aufgezeichneten Daten der Kraft und die dazugehörige Verlängerung des Prüfkörpers durch die aufgebrachte Verformung sind in **Abbildung 4-8** zusammengefasst. Der Übersichtlichkeit halber sind die Werkstoffe mit und ohne Chrom getrennt in Diagramme der gleichen Skalierung eingetragen.

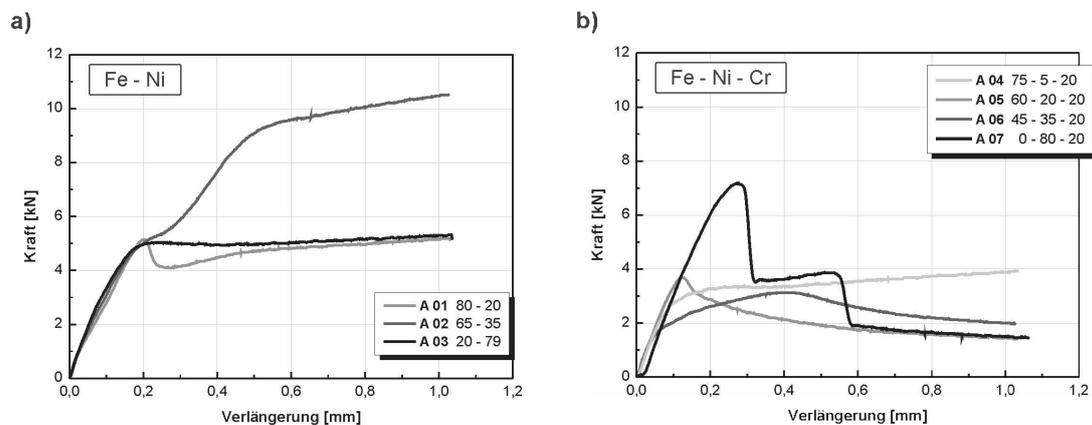


Abbildung 4-8.: Aufgezeichnete Daten der Kraft und der Verlängerung für a) Werkstoffe ohne Chrom und b) Werkstoffe mit Chrom der Versuchsserie A.

Die Kurven spiegeln im Allgemeinen die Ergebnisse der Anrissauswertung gut wieder. Die beiden Legierungen A 04 (75-5-20) und A 03 (20-80), welche laut Rissfläche und Länge als rissumempfindlich angesehen werden können, zeigen einen tendenziellen Anstieg

der Kraft, was auf das Ausbleiben eines Anrisses zurückzuführen ist. Sämtliche anderen Werkstoffe zeigen im Verlauf des Versuchs nach dem Erreichen eines Maximums einen mehr oder weniger plötzlichen Abfall der Kraft, was auf das dortige Auftreten eines Oberflächenrisses deutet. Die Kurve für A 02 (65-35) zeigt allerdings einen ungewöhnlichen Verlauf, einen immer weiter steigenden Kraftanstieg bis über 10 kN , obwohl sich bei der Auswertung ein deutlicher Anriss zeigt. Diese Aufzeichnung ist daher eher als kritisch zu betrachten. Ebenfalls ungewöhnlich erscheint der Kraftverlauf für A 07 (0-80-20), so zeigt sich zu Beginn ein enormer Anstieg der Kraft, gefolgt von einem plötzlichen Abfall. Nach einem Halten auf etwa halbem Kraftniveau folgt ein weiterer stufenartiger Abfall. Mit Ausnahme des Werkstoffs 07 (0-80-20) zeigt sich ein höheres maximales Kraftniveau für die Werkstoffe ohne Chrom. So ist das Maximum bei den Versuchen A 01 (80-20) und 03 (20-80) bei etwa 5 kN erreicht, während bei den Legierungen mit 20 Gew.-%Cr der Maximalwert von 4 kN nicht überschritten wird.

4.2.2. Schrumpfversuche (Versuchsserie B)

In einer weiteren Versuchsserie (zukünftig mit dem Buchstaben B gekennzeichnet) wurden die selben Legierungen mit Hilfe des SSCC-Versuchs untersucht. Es soll an dieser Stelle nochmals darauf hingewiesen werden, dass sämtliche Aufnahmen der Schlibfbilder spiegelverkehrt erfolgten, daher stellt der untere Teil des Bildes den oberen Teil der Halbschale dar.

Auswertung der Schalendicke

Die erhaltenen 8 Teilstücke der zerschnittenen SSCC-Prüfkörper wurden zu Beginn nach der Gleichmäßigkeit der erstarrten Schalen ausgewertet, wie es auch schon bei der vorherigen Versuchsserie der Fall war. **Abbildung 4-9a** und **b** zeigen die Verteilung der Schalendicke über den Umfang, getrennt für Werkstoffe ohne und mit Chrom.

Auch diesmal zeigt sich eine konstante und gleichmäßige Schalendicke in einem Bereich zwischen 8 und 11 mm . Einzig der Werkstoff B 03 (20-80) hat eine deutlich geringere Dicke von $7,1\text{ mm}$, außerdem ist die Schale um den Umfang nicht gleichmäßig. Eine Erklärung

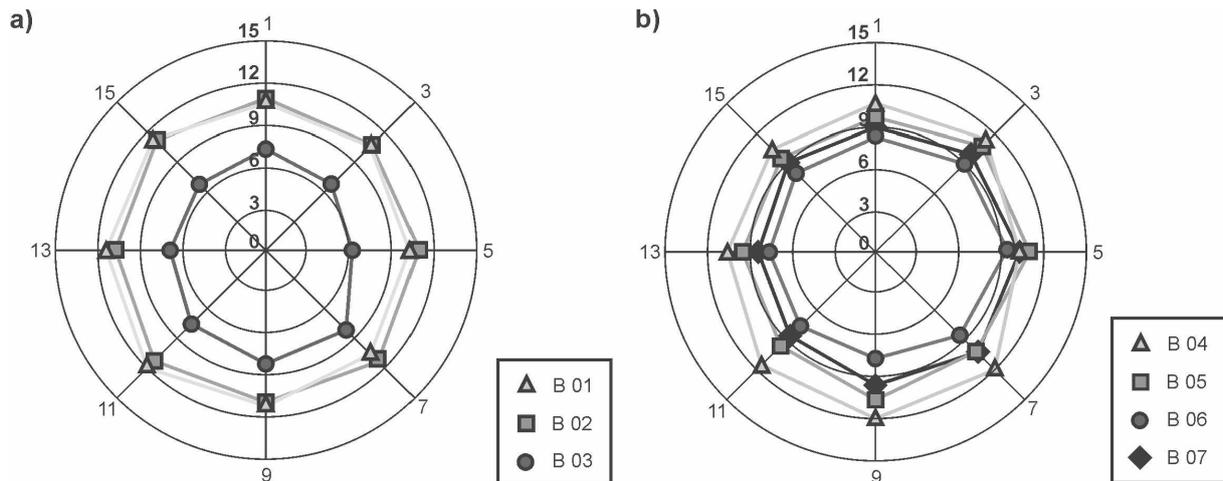


Abbildung 4-9.: Ergebnis der Auswertung der Schalendicke der SSCC-Versuchsserie, getrennt für Werkstoffe a) ohne und b) mit Chrom.

dafür findet sich bei Betrachtung der Schlibfbilder (abgebildet in **Abbildung A-8** und **Abbildung A-9**). Im unteren Bereich des Prüfkörpers kommt es zu einem Abheben der erstarrten Schale vom Prüfkörper. Dadurch und durch den in weiterer Folge entstehenden massiven Oberflächenriss kommt es aufgrund des Luftspalts zwischen dem Prüfkörper und der erstarrten Schale zu einer verminderten Wärmeabfuhr und folgend zu einem geringeren Schalenwachstum. Alle anderen Prüfkörper zeigen keine solchen Einziehungen, weiters konnten auch keine massiven Anrisse, wie sie bei der SSCCT-Versuchsserie aufgetreten waren, festgestellt werden.

Rissauswertung

Bei dieser Versuchsserie ist auffällig, dass Risse und Heißrisse hauptsächlich im Bereich des Prüfkörperoberteils gefunden wurden. Dazu zeigt **Abbildung 4-10** die Region der bevorzugten Rissbildung an den dargestellten Halbschalen. Ebenfalls erkennbar ist das deutliche Fehlen eines Oberflächenrisses, ganz im Gegensatz zur vorangegangenen Versuchsserie. Die aus dem dargestellten Versuchskörper ermittelte Anzahl und Länge der vorhandenen (Heiß-) Risse der einzelnen Teilstücke ist in **Tabelle 4-III** wiedergegeben, ebenso die resultierende Summe und der sich daraus ergebenden Mittelwert.

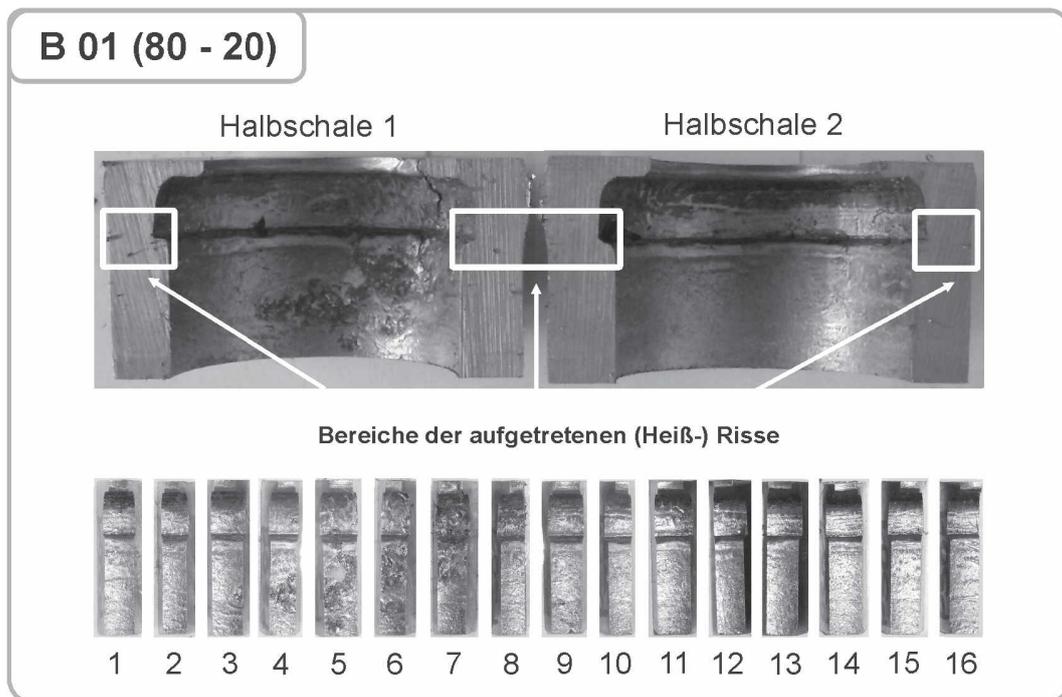


Abbildung 4-10.: Abgetrennte Halbschale und Teilstücke der Probe B 01.

Tabelle 4-III.: Anzahl und Länge der Heißrisse der Probe B 01.

B 01	Rissanzahl []	Risslänge [mm]
B01_01	3	2,46
B01_03	1	0,8
B01_05	1	2,27
B01_07	0	0
B01_09	1	0,62
B01_11	0	0
B01_13	4	5,69
B01_15	0	0
Summe	10	11,84
Mittelwert	1,25	1,48

Es zeigt sich für diese Legierung eine gesamte Risslänge von 11,84 mm bei einer Anzahl von insgesamt 10 Rissen. Daraus ergibt sich eine mittlere (Heiß-) Risslänge pro untersuchtem Schliff von 1,48 mm. In **Abbildung A-8** und **Abbildung A-9** befinden sich sämtliche weiteren Bilder der Prüfkörper und die Daten für die Anzahl und Länge der Heißrisse in **Tabelle A-V**.

Bisher wurde bewusst die Bezeichnung (Heiß-) Riss verwendet, da es aufgrund des Versuchablaufes neben der Bildung von Heißrissen während der Erstarrung im Ofen, auch zur Bildung von Rissen im bereits erstarrten Material kommen könnte. Um die detektierten Fehler der Heißrissbildung zuordnen zu können wurde eine rasterelektronische Aufnahme der „(Heiß-) Rissoberfläche“ (hier wird bewusst der Begriff Bruchfläche vermieden) eines doch deutlicher offenen Risses angefertigt. Dazu wurde für die Legierung B 05 (60-20-20) eine rasterelektronische Aufnahme der entstandenen Rissoberfläche angefertigt. Das Probenstück B 05_02 wurde hierfür in flüssigen Stickstoff gelegt und anschließend zerbrochen um so die (Heiß-) Rissfläche freizulegen. Weiters erfolgte die Aufnahme der sichtbarmachten Fläche mittels Rasterelektronenmikroskop des Typs *QUANTA 200 MK 2*.

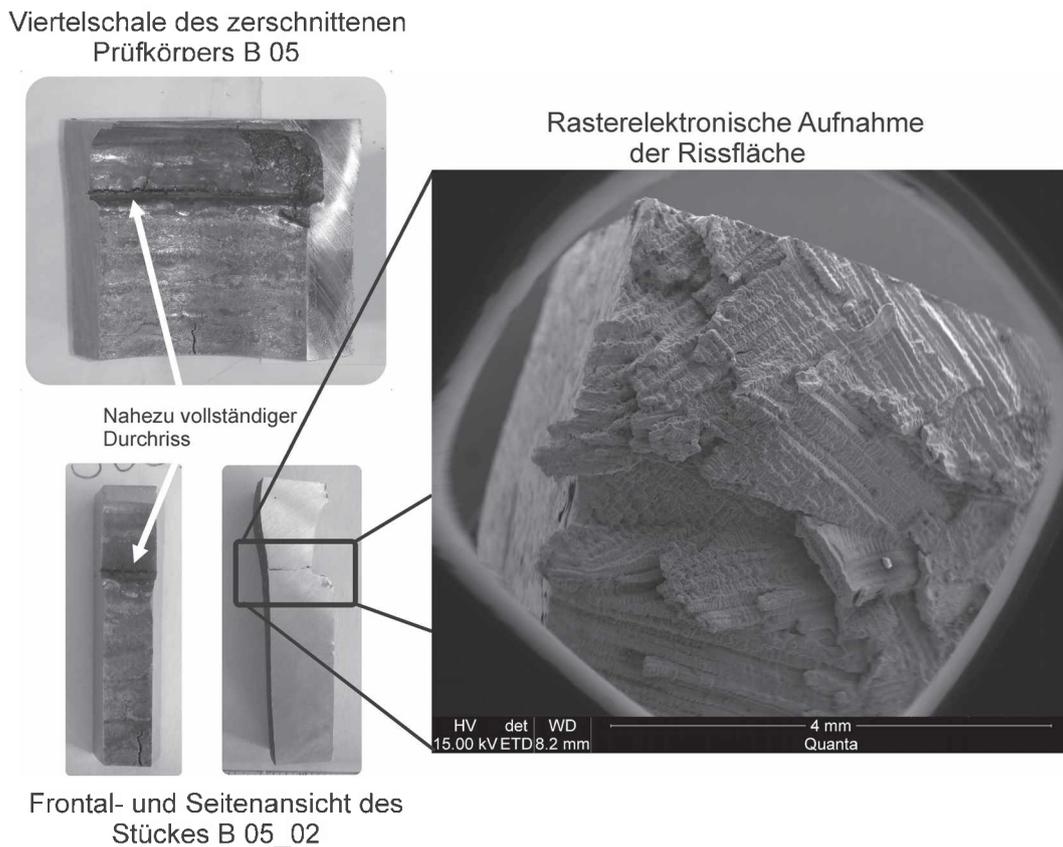


Abbildung 4-11.: Rasterelektronische Aufnahme der Rissfläche des Versuchs B 05 (60-20-20).

Beim Betrachten der Oberfläche fällt sofort die deutlich erkennbare, dendritische Struktur ins Auge. Daraus kann mit großer Wahrscheinlichkeit geschlossen werden, dass dieser

Fehlertyp aufgrund des Mechanismus der Heißrissbildung (bei noch vorhanden sein von flüssiger Phase) entstand.

Zur endgültigen Bewertung der untersuchten Werkstoffe auf ihre Heißrissempfindlichkeit sind die Daten in **Abbildung 4-12** graphisch dargestellt. Dabei ist der Mittelwert der Anzahl der gefundenen Heißrisse, sowie die dazugehörige mittlere Risslänge über zunehmendem Nickelgehalt aufgetragen.

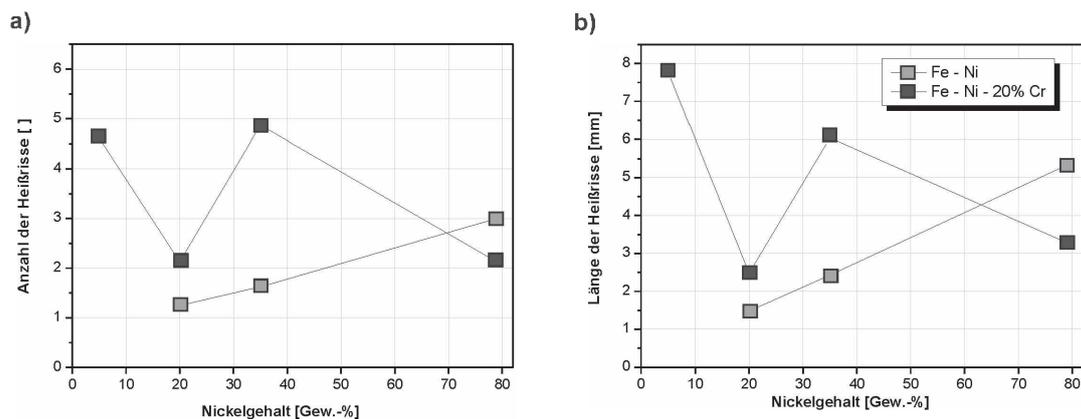


Abbildung 4-12.: a) Mittlere Anzahl und b) Länge der Heißrisse der Versuchsserie B in Abhängigkeit des Nickelgehalts.

Das sich ergebende Bild ist ein gänzlich anderes, als es bei der ersten Versuchsserie der Fall war. So nimmt bei den Legierungen ohne Chrom die Rissanfälligkeit mit steigendem Nickelgehalt zu. Bei 20 Gew.-%Ni hat die Gesamte der Länge der Risse einen Wert von 1,84 mm, bei 80 Gew.-%Ni hingegen 5,33 mm. Bei den Legierungen mit Chrom ist kein deutlicher Verlauf erkennbar. Entgegen der Vermutung der Rissunempfindlichkeit beim Werkstoff B 04 durch die primäre ferritische Erstarrung, zeigt dieser sowohl eine hohe Anzahl, als auch Länge der Risse. Bei 20 Gew.-%Ni nimmt der Wert ab, um bei 35 Gew.-% wieder deutlich anzusteigen. Schließlich, bei 80 Gew.-%Ni, zeigt sich wieder ein geringeres Vorhandensein von Heißrisen.

Kraft-Zeit-Kurven

Die während des gesamten Versuchs aufgezeichneten Daten der Kraft sind im Folgenden zusammengefasst. Dabei muss zwischen der ersten Zeit, in der der Prüfkörper sich noch in der Schmelze befindet, und der anschließenden Dauer der Kraftmessung, in welcher sich der Prüfkörper nicht mehr in der Schmelze befindet, unterschieden werden.

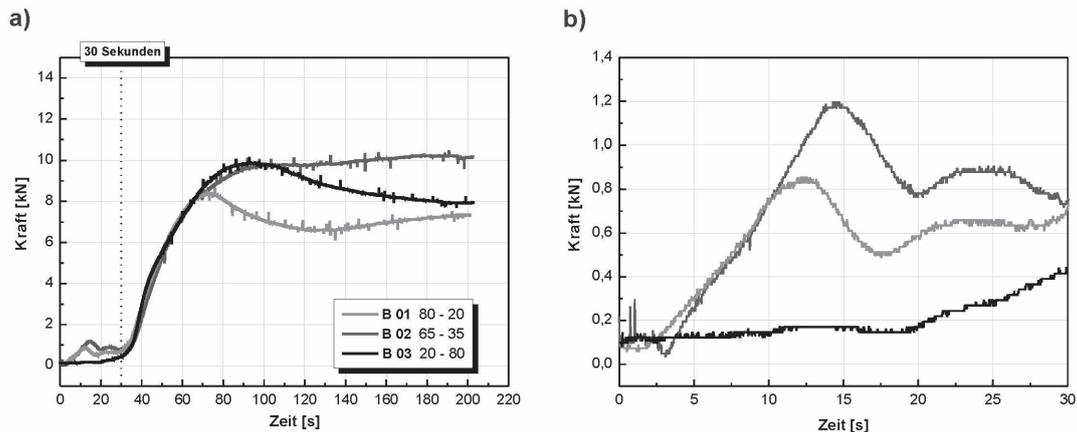


Abbildung 4-13.: Aufgezeichnete Daten der Kraft während der Versuchsdauer der Versuchsserie B für die Werkstoffe B 01 – 03.

Abbildung 4-13a zeigt die gemessenen Kraftverläufe für die Werkstoffe ohne Chrom über die gesamte Dauer des Versuches. Es ist deutlich die noch geringe Kontraktionskraft am Beginn des Versuches zu erkennen. Nach etwa 30 Sekunden findet das Austauschen aus der Schmelze statt, verbunden mit einem starken Anstieg der Kraft. In **Abbildung 4-13b** sind diese ersten 30 Sekunden vergrößert dargestellt. Die Verläufe der beiden ersten Versuche B 01 (80-20) und 02 (65-35) ähneln sich sehr stark. Nach Erreichen eines Maximums nimmt die Schrumpfkraft in beiden Fällen ab, um danach wieder anzusteigen. Einzig das Potential der Kraft ist bei Versuch B 02 höher. B 03 (20-80) zeigt einen ungewöhnlichen Verlauf, so findet kein Anstieg der Kraft statt, erst gegen Ende bzw. nach der Austauschzeit steigt die Kraft schließlich an. Nach dem Austauschen, steigen die Kurven aufgrund der Kontraktion bis zu einem Maximum an, um gegen Ende der Versuchsdauer von 220 Sekunden wieder leicht abzufallen, bzw. gleich zu bleiben. Dieses Maximum befindet sich für alle drei Werkstoffe im Bereich zwischen 8 und 10 kN . Die Ergebnisse der Kontraktionskraft über die Versuchszeit sind für die Legierungen, welche Chrom enthalten in

Abbildung 4-14 dargestellt. Der Verlauf ist prinzipiell derselbe, nach der ersten Verweildauer des Prüfkörpers in der Schmelze, kommt es nach dem Austausch zu einem stetigen Anstieg der Kraft, um gegen Ende abzufachen, bzw. leicht zu sinken.

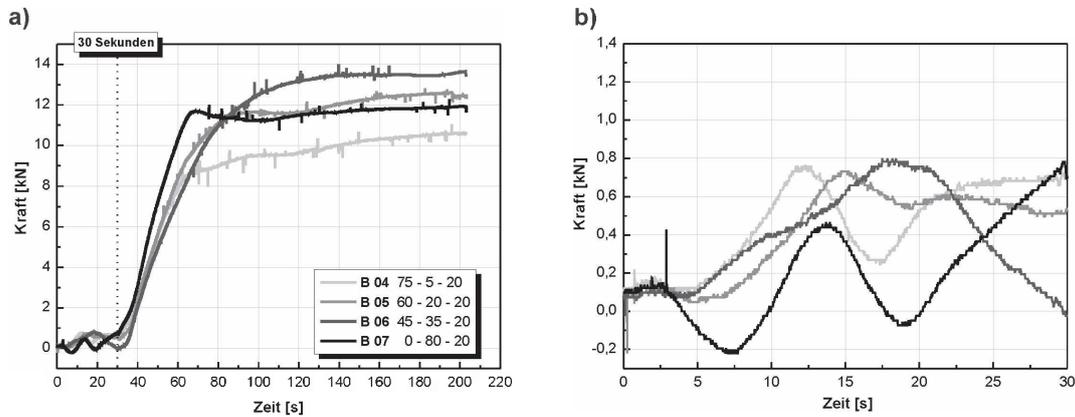


Abbildung 4-14.: Aufgezeichnete Daten der Kraft während der Versuchsdauer der Versuchsserie B für die Werkstoffe B 04 – 07.

Beim genauen Betrachten der **Abbildung 4-14b** sind kleinere Unregelmäßigkeiten zu erkennen. So ist zu sehen, dass sich die Verläufe der Werkstoffe B 04, 05 und 07 ähnlich sind, es wird wieder ein Maximalwert erreicht (zwischen 10 und 15 Sekunden Versuchszeit), danach folgen eine Abnahme der Kraft und schließlich ein weiterer Anstieg. Bei Versuch B 07 (0-80-20) führt dieser Abfall zu negativen Werten der Schrumpfkraft, dieser Umstand könnte aus einem Eindringen flüssiger Schmelze in den Spalt zwischen Prüfkörperober- und Unterteil herrühren. Bei Werkstoff 06 (45 - 35 - 20) zeigt sich ein zeitlich etwas versetzter Verlauf, so nimmt die Kurve der Kraft erst bei 20 Sekunden einen Maximalwert an und steigt dann erst später, nach vorherigem Kraftabfall, wieder an. Tendenziell erkennbar ist das etwas höhere sich einstellende maximale Kraftniveau der Werkstoffe mit Chrom. Ist dieses bei den Werkstoffen 01–03 bei 8 bis 10 kN , so nimmt das Maximum bei den Werkstoffen 05 07 Werte zwischen 11 und 13 kN an, einzig die primär ferritisch erstarrende Legierung 04 liegt etwas niedriger.

Berechnung der Wärmestromdichten

Ein wichtiger Eingangsparameter für die Erstarrungsberechnung ist die Kenntnis der Wärmestromdichten und daraus resultierenden Wärmeabfuhr des Prüfkörpers während

der Erstarrung. Zu diesem Zweck werden die während des Versuchs aufgezeichneten Daten der Thermoelemente herangezogen. Da der Abstand zur Prüfkörperoberfläche, in welchem die Thermoelemente angebracht sind bekannt ist, kann die daraus resultierende Wärmestromdichte zwischen flüssiger Schmelze und fester Strangschale berechnet werden. Hierfür wird ein inverser Algorithmus zur Lösung der eindimensionalen Wärmeleitgleichung herangezogen, genauere Beschreibung des Ablaufs ist der Literatur zu entnehmen.^{16,61,62} In **Abbildung 4-15** ist die so errechnete Wärmestromdichten beider Versuchsserien der Legierungen 01 und 03 dargestellt. Es ist erkennbar, dass die sich einstellenden Werte für den Werkstoff 01 jenen im Strangguss herrschenden gut entsprechen, beim Stranggießen in einer Brammenstranggussanlage beträgt die maximale Wärmestromdichte etwa $1,7 \text{ MW/m}^2$ und die mittlere (integrale) Wärmestromdichte $1,25 \text{ MW/m}^2$. Laut Berechnung ergeben sich folgende Werte für den Werkstoff 01: maximale Wärmestromdichte von $1,8$ und $1,9 \text{ MW/m}^2$ für den SSCT bzw. SSCC Versuch, und eine mittlere Wärmestrom-

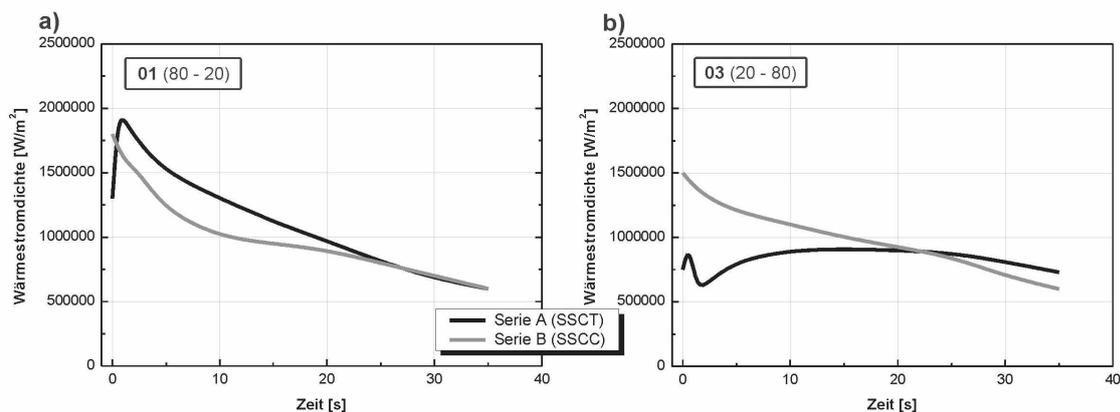


Abbildung 4-15.: Wärmestromdichten beider Versuchsserien für die a) Legierung 01 und b) Legierung 03.

dichte von $0,96$ bzw. $1,1 \text{ MW/m}^2$. Für den Werkstoff 03 zeigt sich ein anderes Bild. So sind sämtliche Werte geringer als es beim Werkstoff 01 der Fall ist, speziell aber beim SSCC Versuch ist dieser Unterschied sehr groß. Damit übereinstimmend sind auch die Schalen beider Versuche deutlich dünner als sämtliche anderen, vor allem jene des Versuch B 03. Mit dem dortigen Auftreten einer Einziehung und der damit verminderten Wärmeabfuhr können auch die niedrigen Werte der Wärmestromdichten erklärt werden.

In **Abbildung A-4** sind die Wärmestromdichten der Versuchsserie A dargestellt, sowie in **Abbildung A-5** für die Versuchsserie B.

4.3. Vergleich mit Kohlenstoffstählen

Da am Lehrstuhl für Metallurgie das Thema der (Heiß-) Rissbildung bereits seit vielen Jahren ausführlich untersucht wird, bilden die gewonnenen Werte für Kohlenstoffstähle eine gute Ausgangsbasis um die ermittelten Ergebnisse besser einschätzen zu können. Die im folgenden dargestellten Versuchsergebnisse von Bernhard²¹ entstammen aus einer Arbeit, deren Ziel es war, den Einfluss der Stahlzusammensetzung auf die Schrumpfungsspannung

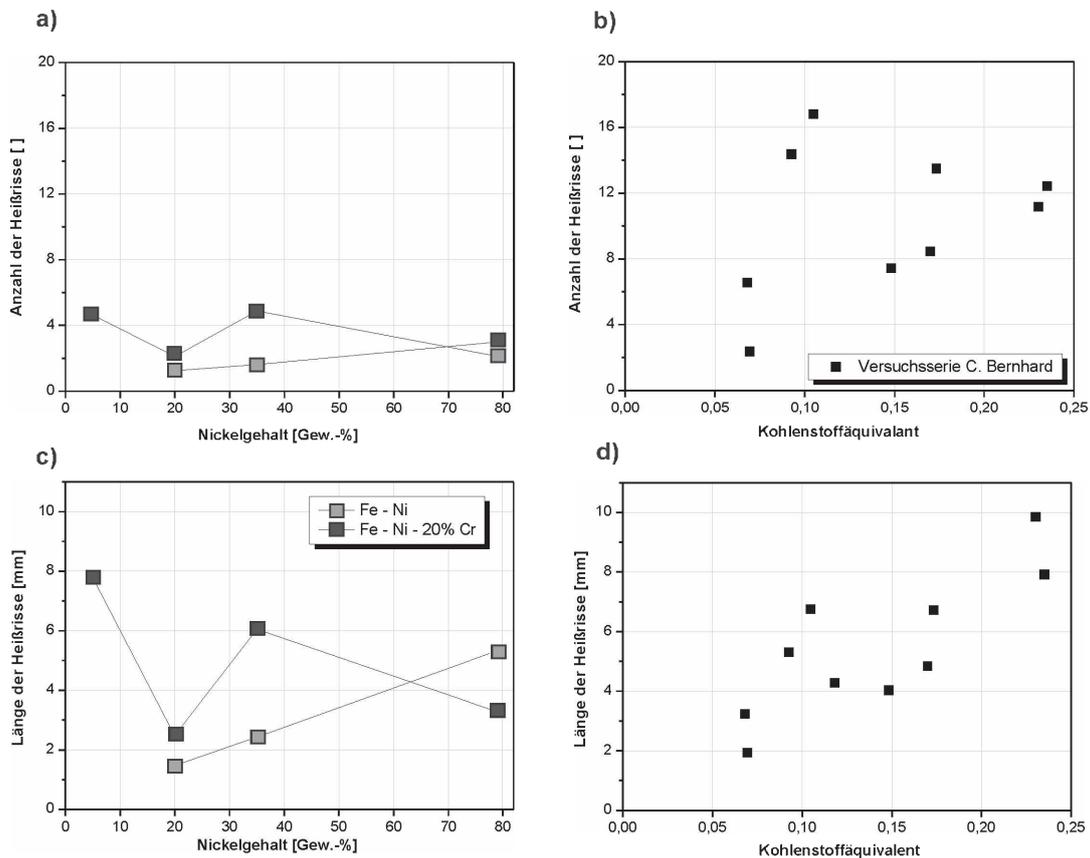


Abbildung 4-16.: Vergleich der Anzahl und Länge der Heißrisse der a) und c) durchgeführten Versuchsserie B mit den b) und d) Versuchsergebnissen von Kohlenstoffstählen, durchgeführt am Lehrstuhl für Metallurgie von Bernhard.²¹

und die daraus resultierende Rissbildung, unter Abkühlbedingungen, die der Kokille einer Brammenstranggießanlage entsprechen, zu zeigen. Dabei wurden Kohlenstoffstähle mit einem Kohlenstoffgehalt von 0,05-0,2 Gew.-%C untersucht, die anderen vorhanden Legierungselemente wurden mittels eines Kohlenstoffäquivalentes miteinbezogen. Die erhaltenen Ergebnisse der Schrumpfversuche für die Heißrissanfälligkeit in Form der Heißrissanzahl und -länge sind in **Abbildung 4-16b und d** eingetragen, zum Vergleich dazu, die in dieser Arbeit gewonnenen Ergebnisse der SSCC-Versuchsserie in **Abbildung 4-16a und c**. In den Diagrammen ist die mittlere Anzahl und Länge der Heißrisse pro Schliff über den steigenden Nickel- bzw. Kohlenstoffgehalt aufgetragen. Als Schlussfolgerung der Versuchsreihe von Bernhard kann gesagt werden, dass die Rissempfindlichkeit mit zunehmendem Kohlenstoffgehalt bis 0,1 Gew.-%C ansteigt. Danach zeigt sich bis ca. 0,14 Gew.-% C keine signifikante Veränderung, am ehesten ein leichter Rückgang, während die Risslänge mit weiter ansteigendem Kohlenstoffgehalt wieder steigt. Vergleichend mit den Auswertungen der Versuchsserie B kann festgestellt werden, dass die Anzahl der gefundenen Risse für Fe-Ni bzw. Fe-Ni-Cr Werkstoffe geringer ist als bei Kohlenstoffstählen. Die Längen der Heißrisse zeigen ähnliche Werte und die Anzahl der Risse liegt im Bereich der Stähle mit einem Kohlenstoffgehalt kleiner als 0,1 Gew.-%C.

Beim Vergleich der aufgezeichneten Kraftverläufe (dargestellt in **Abbildung 4-17**) kommt man ebenso zu dem Schluss, dass die Ergebnisse dieser speziellen Legierungen gut mit jenen von Kohlenstoffstählen verglichen werden können. Die Kurven zeigen im Großen und Ganzen sehr ähnliche Verläufe und ebenso die maximalen Schrumpfkraftniveaus beider Versuchsserien besitzen vor allem für nieder- und höherkohlige Stähle ähnliche Werte. Allerdings sind diese im Gesamtvergleich für Kohlenstoffstähle etwas höher als für Nickelwerkstoffe.

In einer ebenfalls am Lehrstuhl für Metallurgie durchgeführten Versuchsserie von Pierer²² wurden SSCT-Versuche an Stählen mit unterschiedlichen Kohlenstoffgehalten durchgeführt. Die dabei eingestellten Parameter entsprechen jenen, die auch in dieser Arbeit eingestellt wurden (siehe Kapitel 3.2.1). Der Kohlenstoffgehalt bewegt sich ausgehend von 0,05 Gew.-%C bis 0,7 Gew.-%C, während die anderen Elemente (Si, Mn, P und S) konstant gehalten wurden. Die Ergebnisse dieser Versuchsserie in Hinsicht auf die Bildung

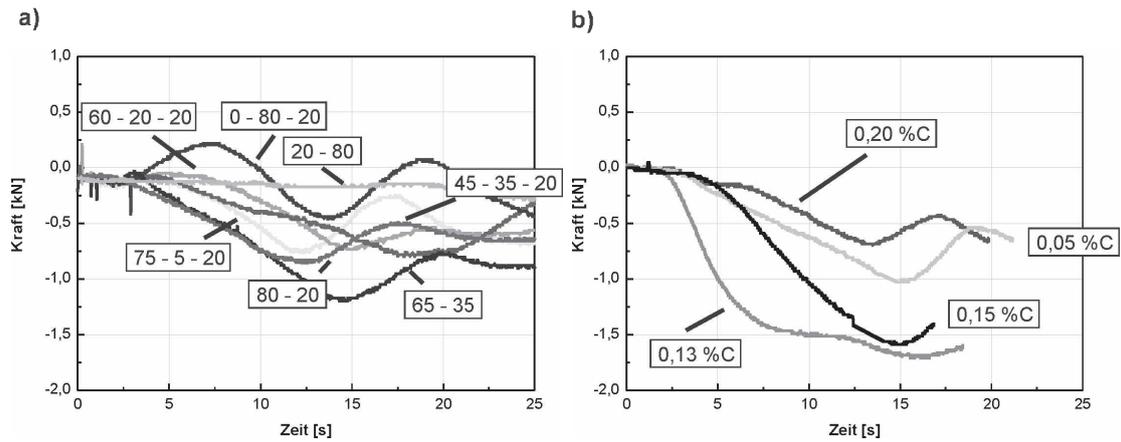


Abbildung 4-17.: Vergleich der aufgezeichneten Schrumpfkraftverläufe der a) durchgeführten Versuchserie B mit b) den Versuchsergebnissen von Bernhard.²¹

eines Anrisses können wie folgt zusammengefasst werden: Es zeigt sich, dass die Neigung der in dieser Arbeit untersuchten Legierungen zur Bildung eines Anrisses tendenziell größer ist als bei Kohlenstoffstählen. Ausnahmen sind die ferritisch erstarrenden Legierung 04 (75-5-20) und die Legierung 03 (20-80), welche nahezu keinen Anriss zeigten. Die Legierungen 02 (65-35) und 05 (60-20-20) liegen mit ihrer Anrissfläche im Bereich des 0,16 Gew.-% Kohlenstoffstahles und damit bei eher kleiner Anrissneigung. Große Anfälligkeit

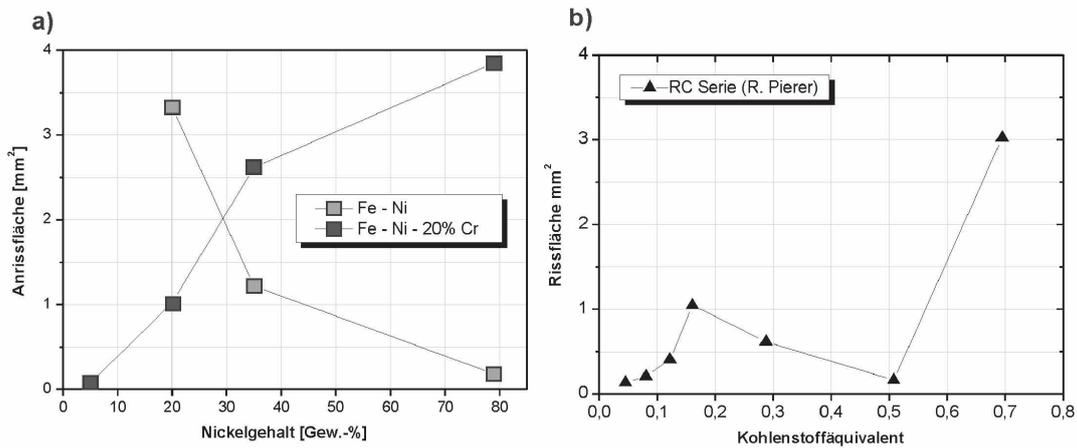


Abbildung 4-18.: Vergleich der Anrissfläche der a) durchgeführten Versuchserie A mit den b) Versuchsergebnissen von Kohlenstoffstählen, durchgeführt am Lehrstuhl für Metallurgie von Pierer.²²

zur Anrissbildung zeige bei Kohlenstoffstählen tendenziell Stähle mit höheren C-Gehalt, wie dies für den Stahl mit 0,7 Gew.-%C in **Abbildung 4-18** erkennbar ist. In diesem Bereich liegen die auch die Legierungen 01 (80-20), 06 (45-35-20) und 07 (0-80-20). Hier kann ebenfalls gezeigt werden, dass die Größenordnung der ausgewerteten Anrissflächen ähnlich ist. So wurden in beiden Fällen, bei Auftreten eines großen Anrisses, eine mittlere Fläche zwischen 2 und 4 mm² gezählt, bei Ausbleiben eines solchen eine Rissfläche zwischen 0 und 1 mm².

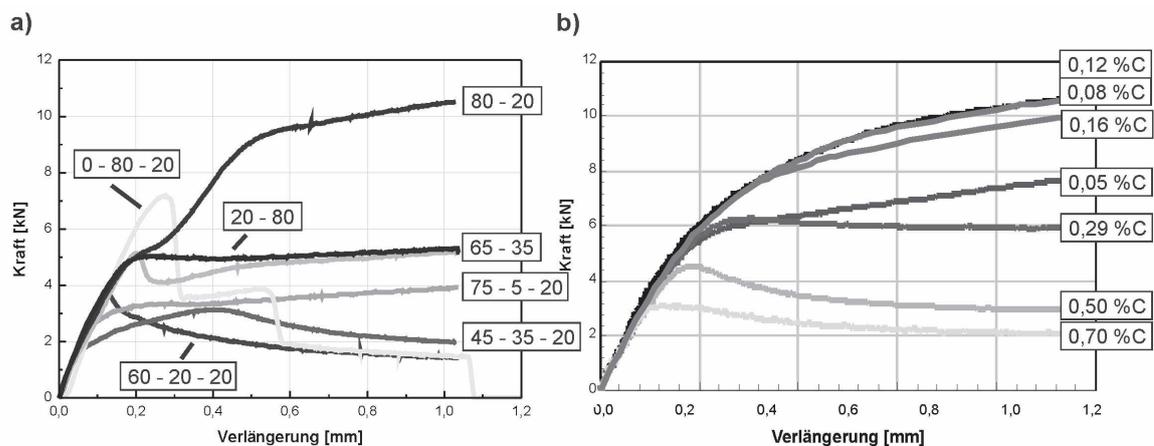


Abbildung 4-19.: Vergleich der aufgezeichneten Kraft-Verlängerungs-Kurven der a) Versuchsreihe A mit den b) Versuchsergebnissen von Pierer.²²

Auch der Vergleich der Kraft-Verlängerungs-Kurven mit den Ergebnissen für Kohlenstoffstähle gibt erste Hinweise über die Ähnlichkeit des Erstarrungsverhaltens. Die Ergebnisse, welche in **Abbildung 4-19** dargestellt sind, lassen folgenden Schluss zu: Mit Ausnahme der eher untypischen Kraft-Verlängerungskurve der Legierung 02 (65-35) sind die Kurven am ehesten mit den Ergebnissen der Stähle mit höherem Kohlenstoffgehalt (0,3, 0,5 und 0,7 Gew.-%C) vergleichbar.

Es muss hier jedoch darauf hingewiesen werden, dass es sich um Kraftkurven handelt und damit der Einfluss der Schalendicke nicht berücksichtigt wird. Um einen seriöse Vergleich, bzw. Aussage über die Festigkeiten der Stähle, bzw. der Fe-Ni und Fe-Ni-Cr Legierungen treffen zu können, müssen Spannungskurven herangezogen werden. Dies bedingt jedoch eine Erstarrungsberechnung, welche in der vorliegenden Arbeit aus Mangel

an temperaturabhängigen thermo-physikalischen Daten und der fehlenden Kenntnis der Ungleichgewichtssolidustemperaturen (Mikroseigerung) nicht durchgeführt wurden.

Nichts desto trotz zeigt sich aufgrund der gemessenen Schalendicke, ein ähnlicher Erstarrungsfortschritt wie dies bei Kohlenstoffstählen der Fall ist. Aus den berechneten und gemessenen Zweiphasengebieten fest/flüssig sind auch keine allzu tiefen Solidustemperaturen zu erwarten. Damit und vor allem durch die in dieser Arbeit erhaltenen Ergebnissen kann davon ausgegangen werden, dass die untersuchten Legierungen kein „exotisches Verhalten“ während der Anfangserstarrung aufweisen und durchaus mit „herkömmlichen“ Kohlenstoffstählen verglichen werden können.

5. Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurden unterschiedliche Experimente durchgeführt, um eine bessere Abschätzung der Fehlerbildung von insgesamt sieben Fe-Ni und Fe-Ni-Cr Legierungen während der Anfangserstarrung zu ermöglichen. Es wurden *Differenzthermoanalysen* zur Ermittlung der Solidus- und Liquidustemperaturen durchgeführt. Diese wurden im Anschluss mit Werten der Literatur, sowie mit Ergebnissen von *ThermoCalc*-Berechnungen verglichen. Über den Vergleich der DTA Ergebnisse und den berechneten Werten lassen sich folgende Aussagen zusammenfassen:

- Bezüglich der Liquidustemperaturen zeigten sich durchwegs sehr gute Übereinstimmungen. Das Phasendiagramm, welches mit *ThermoCalc* berechnet wurde, konnte im Wesentlichen gut wiedergegeben werden und die Abweichung der Werte überstieg in keinem Fall 5 °C.
- Auch bei den DTA-Werten der gleichgewichtsnahen Solidustemperaturen konnten gute Übereinstimmungen festgestellt werden, allerdings ist die Abweichung von den *ThermoCalc* Berechnungen etwas größer. Bei den chromhaltigen Werkstoffen betrug sie im Mittel etwa 15 °C, für Fe-Ni Werkstoffe 5 °C.

Weiters wurden Heißzugversuche (*Submerged-Split-Chill-Tensile-Test*) und schließlich Schrumpfversuche (*Submerged-Split-Chill-Contraction-Test*) durchgeführt. Mit Parametern welche jenen, wie sie im Strangguss herrschen, entsprechen wurde bei den SSCT-Versuchen eine Gesamtdehnung von 2% aufgebracht um Risse bzw. Heißrisse zu initialisieren. Mittels SSCC-Versuchs erfolgte eine Abschätzung der auftretenden Schrumpfkkräfte.

Nach metallographischer Aufarbeitung fand eine Auswertung der Proben bezüglich Schalen- dicke, Rissauftreten und Kraftanstieg während des Versuchs statt. Zusammenfassend konnten aus den Versuchsergebnissen folgende Punkte festgestellt werden:

- Eine zusammenfassende Betrachtung der SSCT-Versuchsserie zeigt, dass die Legie- rungen, mit Ausnahme der primär ferritisch erstarrenden Legierung 04 (75-5-20) und der Legierung 03 (20 - 80), sehr zur Bildung von Anrissen neigen. Durch den während des Versuchs entstehenden massiven Oberflächenriss und dem damit verbundenen plötzlich Kraftabbau, konnten in den SSCT-Schliffbildern nur wenige typische Heiß- risse im Inneren der Prüfkörper detektiert werden.
- Während der Schrumpfversuche blieb ein solcher Anriss (ausgenommen B 03 (20-80)) aus, und damit konnten die Schliffbildern der Versuchsserie B sowohl in Bezug auf Anzahl als auch Länge der entstandenen Heißrisse ausgewertet werden.

Ausgehend von diesen Erkenntnissen können folgende Rückschlüsse auf die (Heiß-) Riss- empfindlichkeit der untersuchten Fe-Ni und Fe-Ni-Cr Legierungen gezogen werden:

- Generell betrachtet, verhalten sich Fe-Ni Legierungen weniger rissanfällig als ver- gleichbare Legierungen, welche zusätzlich 20 Gew.-%Cr enthalten. Im Mittel konnte für die drei Fe-Ni Legierungen eine Anrissfläche von 1,5 mm pro Schliff gemessen werden, während es bei den vier Fe-Ni-Cr Legierungen eine Fläche von 1,9 mm war. Auch die Auswertung bezüglich der auftretenden Heißrisse spiegelt dieses Ergebnis wider. Waren es bei den chromhaltigen Werkstoffen im Durchschnitt 3,5 Heißrisse pro Schliff, so konnten bei Werkstoffen ohne Chrom nur 2 solcher detektiert werden.

Als mögliche Ursache hierfür können die beiden Phasendiagramme Fe-Ni und Fe-Ni- 20%Cr herangezogen werden. So zeigt sich für Legierungen mit Chrom ein deutlich aufgeweitetes Zweiphasengebiet. Da die Heißrissanfälligkeit im Allgemeinen in Bezug zur Aufweitung des Erstarrungsintervalls zu sehen ist, kann das vermehrte Auftreten von Heißrissen dadurch erklärt werden.

- Tendenziell ist aus den Versuchsergebnissen nur wenig Einfluss des Nickels auf die Rissbildung ersichtlich. Mit Ausnahme der Versuchs A 01 (80-20) zeigten die Fe-Ni Werkstoffe eine sehr moderate Rissbildung sowohl in Bezug auf Anrisse als auch

auf Heißrisse. Es kann also keine Aussage über eine Zu- oder Abnahme der Rissanfälligkeit mit zunehmendem Nickelgehalt getroffen werden. Ebenso ist auch durch die Anwesenheit von Chrom keine Tendenz erkennbar, welche einen Einfluss des steigenden Nickelgehalts widerspiegeln würde.

Schlussendlich wurden die ermittelten Ergebnisse mit Ergebnissen bereits durchgeführter Versuche für Kohlenstoffstähle verglichen. Aus diesem Vergleich gehen folgende Erkenntnisse hervor:

- Beim Vergleich der Zugversuche (SSCT) stellte sich eine größtenteils höhere Anrissneigung für Fe-Ni und Fe-Ni-Cr Werkstoffe heraus als es bei Kohlenstoffstählen der Fall ist. Auszunehmen dabei sind die Legierungen 03 (20-80) und 04 (75-5-20) welche keinerlei Anrisserscheinungen zeigten und jener Stahl mit 0,7 Gew.-%C der eine große Anrissfläche aufweist. Beim Vergleich der Kraft-Kurven (durch das Fehlen der Erstarrungsberechnung können keine Vergleiche der Spannungskurven angestellt werden) zeigte sich eine gute Vergleichbarkeit vor allem mit den höherkohligen Stahlsorten.
- Bei der gemeinsamen Betrachtung der SSCC-Versuchsserien der Fe-Ni und Fe-Ni-Cr Legierungen mit Kohlenstoffstählen kann folgendes herausgehoben werden: Vor allem die auftretenden Schrumpfkkräfte für höher- und niedriggekohlter Stähle zeigen sehr ähnliche Verläufe, während Stähle, welche eine peritektische Umwandlung durchlaufen, einen deutlich steileren Kraftanstieg aufweisen. In Bezug auf die Anzahl und Länge der Heißrisse kann festgestellt werden, dass die Anzahl der detektierten Risse für Fe-Ni, bzw. Fe-Ni-Cr Werkstoffe geringer ist als jene bei Kohlenstoffstählen. Die Längen der Heißrisse wiederum besitzen sehr ähnliche Werte.

Mit den Ergebnissen dieser Arbeit und dem Vergleich dieser mit Ergebnissen für Kohlenstoffstähle kann davon ausgegangen werden, dass sich die untersuchten Fe-Ni und Fe-Ni-Cr Werkstoffe während des Anfangserstarrung und damit in weiterer Folge auch während des Stranggießprozesses, nicht sonderlich anders Verhalten als Kohlenstoffstähle. Es konnte keine übertriebene Rissempfindlichkeit festgestellt werden, ebenso sind die Verläufe und Niveaus der Schumpfkraft nicht aussergewöhnlich.

Literaturverzeichnis

- [1] Worldsteel Association: Steel Statistical Yearbook 2008, Tech. Report, Worldsteel Committee on Economic Studies, (2009).
- [2] International Stainless Steel Forum ISSF: [http://www.worldstainless.org /statistics/crude/](http://www.worldstainless.org/statistics/crude/). (Aufgerufen am 23.08.09).
- [3] E. Eng: The nickel market, Tech. Report, Independent Equility Research Group, (2008).
- [4] U. Brill: Hochtemperaturwerkstoffe, Expert-Verlag, Ehningen, 1993.
- [5] U. Brill und M. Rockel: Hochtemperaturwerkstoffe in der Krupp VDM für den Anlagenbau, Tech. Report, Krupp VDM, 1999.
- [6] U. Heubner und M. Köhler: Das Zeit-Temperatur-Ausscheidungs- und das Zeit-Temperatur-Sensibilisierungs-Verhalten von hochkorrosionsbeständigen Nickel-Chrom-Molybdän-Legierungen. *Werkstoffe und Korrosion* 43 (1992), 181–190.
- [7] J.C. Borland: Gerneralized theory of super-solidus cracking in welds (and castings). *British Welding Journal* 7 (1960), 508–512.
- [8] T. Nakagawa, T. Umeda, J. Murata, Y. Kamimura, und N. Niwa: Deformation behavior during solidification of steels. *ISIJ International* 32 (1995), No. 6, 723–729.
- [9] S. Kobayashi. *Tetsu-to-Hagané (Journal of Iron and Steel Institute Japan)* 73 (1987), No. 12, 896.

- [10] V. Kujanpaa, N. Suutala, T. Takalo, und T. Moisio: Correlation between solidification cracking and microstructure in austenitic-ferritic stainless steel welds. *Welding Research International* 9 (1979), 55–76.
- [11] H.U. Lindenberg, W. Knackstedt, H.-J. Köhler, W. Biesterfeld, K.-D. Unger, und R. Thielmann: Metallurgie des Stranggießens nichtrostender Stähle. *Stahl und Eisen* 104 (1984), No. 5, 232.
- [12] U. Heubner, J. Klöwer, und 8 Co-Autoren: Nickel alloys and high-alloy special stainless steels, Expert-Verlag, Werdohl, 2003.
- [13] H. Naffakh, M. Shamanian, und F. Ashrafizadeh: Dissimilar welding of AISI 310 austenitic stainless steel to nickel-based alloy Inconel 657. *Journal of Materials Processing Technology* 209 (2009), 3628–3639.
- [14] J. Varol und W.A. Baeslack: Characterisation of weld solidification cracking in a duplex stainless steel. *Materials Characterization* 39 (2007), 555–573.
- [15] W.F. Hemminger und H.K. Cammenga: Methoden der thermischen Analyse, Springer Verlag, Berlin, Heidelberg, 1989.
- [16] R. Pierer: Formulation of a hot tearing criterion for the continuous casting process, Dissertation, Montanuniversität Leoben, 2007.
- [17] R. Pierer, S. Griesser, J. Reiter, und C. Bernhard: Über die Bildung von Heißrissen in Stahl: Metallographische Analyse und Charakterisierung. *BHM* 154 (2009), 347–353.
- [18] F. Wever und W. Jellingshaus: Das Dreistoffsystem Eisen-Chrom-Nickel. *Mitt. Kaiser-Willhelm-Inst. Eisenforschung* 13 (1931), 93–109.
- [19] S. Kato, H. Yoshida, und N. Chino: Solidification structures and microsegregation of Fe-Ni-Cr alloys. *The Iron and Steel Institute of Japan* 63 (1987), No. 10, 1681–1690.
- [20] A. Seifert: Bestimmung thermophysikalischer Daten von Eisen - Nickel - Legierungen im flüssigen Zustand mittels ohmscher Pulsaufheizung, Masterarbeit, Technische Universität Graz, 1996.

- [21] C. Bernhard: Ermittlung der Schrumpfungskraft und der Rissbildung des Stahles mit Hilfe der SSCT Anlage (Submerged Split Chill Tensile), Interner Forschungsbericht, Montanuniversität Leoben, 2001.
- [22] R. Pierer: Zusammenfassende Betrachtung der Ergebnisse von SSCT Versuchen an Stählen mit unterschiedlichen Kohlenstoffgehalten, Interner Forschungsbericht, Montanuniversität Leoben, 2004.
- [23] D. G. Eskin und L. Katgerman: A quest for a new hot tearing criterion. *Metallurgical and Materials Transactions A* 38 (2007), No. 7.
- [24] D. Peckner und L. M. Bernstein: *Handbook of stainless steels*, McGraw-Hill Book Comp., 1987.
- [25] D.C. Agarwal und H. Klein: Newer nickel-containing alloys solve many corrosion problems in various industries, *Proceedings of the nickel-cobalt 97 international symposium - Volume IV (Sudbury, Ontario, Kanada)*, 1997, 83–95.
- [26] D.C. Agarwal und H. Klein: Application of new high-temperature nickel alloys in various industries, *Proceedings of the nickel-cobalt 97 international symposium - Volume IV (Sudbury, Ontario, Kanada)*, 1997, 115–129.
- [27] B. Moniz und J.A. MacDiarmid: Nickel alloys in the chemical process industries (cpi), *Proceedings of the nickel-cobalt 97 international symposium - Volume IV (Sudbury, Ontario, Kanada)*, 1997, 59–81.
- [28] S. Tin: Intelligent alloy design: engineering single crystals superalloys amenable for manufacture. *Materials Science and Technology* 25 (2009), No. 2, 136–146.
- [29] DIN EN ISO 8044: Corrosion of metals and alloys - basic terms and definition, EN ISO 8044, 1999.
- [30] W. Z. Friend: *Corrosion of nickel and nickel-base alloys*, J. Wiley & Sons, New York, 1980.
- [31] I. I. Novikov und F. S. Novik: Nature of fracture of aluminium alloys in the solid-liquid state. *Russian Metallurgy* 2 (1967), 44–47.

- [32] C. Bernhard: Anforderungen an prozessorientierte Heißrissbildungsmodelle. BHM 149 (2004), No. 3, 90–95.
- [33] C. Bernhard, R. Pierer, und C. Chimani: A new hot tearing criterion for the continuous casting of steel, 5th Decennial International Conference on Solidification Processing (Sheffield, UK), 2007, 525–530.
- [34] C. Bernhard, Über Zusammenhänge zwischen Prozess und Produktqualität beim Stranggießen von Stahl am Beispiel der Heißrissbildung, Habilitationsschrift, Lehrstuhl für Metallurgie, Montanuniversität Leoben, 2007.
- [35] W. S. Pellini: Strain theory of hot tearing. Foundry (1952), 125–199.
- [36] C. Gilleßen: Untersuchungen zum Einfluss der chemischen Zusammensetzung austenitischer Chrom-Nickel-Stähle auf die Erstarrung und die mechanischen Eigenschaften bei hohen Temperaturen, Dissertation, Technische Hochschule Aachen, 1986.
- [37] A.L. Schäffler: Constitution diagram for stainless steel weld metal. Met. Progr. 56 (1949), 680–680B.
- [38] J. A. Spittle und A. A. Cushway: Influence of superheat and grain structure on hot tearing susceptibilities of Al-Cu alloy castings. Metals Technology 10 (1983), No. 1, 6–13.
- [39] D. Warrington und D. G. McCartney: Development of a new hot-cracking test for aluminium alloys. Cast Metals 2 (1989), No. 3, 134–143.
- [40] N. Wang, S. Mokadem, M. Rappaz, und W. Kurz: Solidification cracking of superalloy single and bi-crystals. Acta Materialia 52 (2004), 3173–3182.
- [41] M. Rappaz, A. Jacot, und W.J. Boettinger: Last-stage solidification of alloys: theoretical model of dendrite-arm and grain coalescence. Metallurgical and Materials Transactions A 34 (2003), No. 3, 467–479.
- [42] J. Campbell: Castings, Butterworth-Heinemann, Oxford, 1991.
- [43] V. Shankar, T.P.S. Gill, S.L. Mannan, und S. Sundaresan: Solidification cracking in austenitic stainless steel welds. Sadhana 28 (2003), No. 3 & 4, 359–382.

- [44] G. Jolley, S.R. Holdsworth, und R.A. Tait: ICF4 response: Discussion of ductile fracture initiation and propagation in ferritic S.G. cast iron. *International Journal of Fracture* 13 (1977), No. 6, 870–873.
- [45] N. Suutala, T. Takalo, und T. Moision: The relationship between solidification and microstructure in austenitic and austenitic-ferritic stainless steel welds. *Metallurgical and Materials Transactions A* 10 (1979), No. 4, 512–514.
- [46] J.C. Borland und R.N. Younger: Some aspects of cracking in welded Cr-Ni austenitic steels. *British Welding Journal* 7 (1960), 22–59.
- [47] C.D. Lundin, C.H. Lee, und C.Y.P. Qiao: Group sponsored study - weldability and hot ductility behaviour of nuclear grade austenitic stainless steels, Final Report, University of Tennessee, Knoxville, Tennessee, 1988.
- [48] O. Hammar und U. Svensson: Influence of steel composition on segregation and microstructure during solidification of austenitic stainless steels, *Solidification and casting of metals* (London: The Metals Society), 1979, 401–410.
- [49] E. Steinmetz, H.-U. Lindenberg, und J. Loh: Untersuchungen zu Innenrissen beim Brammenstranggießen nichtrostender und hitzebeständiger Stähle. *Stahl und Eisen* 105 (1985), No. 20, 1049–1054.
- [50] E. Schmidtman und C. Gillessen: Einfluss unterschiedlicher Nickel- und Molybdängehalte auf die Hochtemperaturfestigkeits- und -zähigkeitseigenschaften austenitischer Chrom-Nickel-Stähle nach Abkühlung aus der Schmelze. *Steel Research* 57 (1986), No. 2, 69–75.
- [51] M. Merz: Einfluss der chemischen Zusammensetzung auf die Hochtemperaturfestigkeit und -zähigkeit von mikrolegierten Baustählen nach dem Erstarren unter besonderer Berücksichtigung des Stahlstranggießens, Dissertation, Technische Hochschule Aachen, 1986.
- [52] D. G. Eskin, Suyitno, und L. Katgerman: Mechanical properties in the semi-solid state and hot tearing of aluminium alloys. *Progress in Material Science* 49 (2004), No. 5, 629–711.

- [53] G. Lombardi: For better thermal analysis, Vol. 2, International Confederation for Thermal Analysis, 1980.
- [54] DIN 51005: Thermische Analyse (TA) - Begriffe, Beuth Verlag, Berlin, 1983.
- [55] W. Wien und F. Harms: Handbuch der Experimentalphysik, Vol. 8, Akademische Verlagsgesellschaft, Berlin, 1929.
- [56] W. Banda, G.A. Georgalli, C. Lang, und J.J. Eksteen: Liquidus temperature determination of the Fe-Co-Cu system in the Fe-rich corner by thermal analysis. *Journal of Alloys and Compounds* 461 (2008), 178–182.
- [57] C. Bernhard, H. Hiebler, und M.M. Wolf: Simulation of shell strength properties by SSCT test. *ISIJ International* 36 (1996), 163–166.
- [58] C. Bernhard, H. Hiebler, und M.M. Wolf: Shell strength versus P and B content measured by SSCT test, 134th ISIJ meeting (Sendai), 1997, 972.
- [59] C. Bernhard: Stranggießforschung am Lehrstuhl für Metallurgie: Entwicklung, Status und Ausblick. *BHM* 154 (2009), 20–26.
- [60] L. Anestiev und D. Malakhov: A DSC determination of the thermodynamic properties of supercooled Ni. *Journal of Non-Crystalline Solids* 352 (2006), 3350–3355.
- [61] G. Xia: Untersuchung über das mechanische Verhalten von erstarrendem Stahl unter stranggußähnlichen Bedingungen, Dissertation, Montanuniversität Leoben, 1992.
- [62] S. Michelic, Development of an inverse thermal model of the SSCT-test, Bakkalaureatsarbeit, Montanuniversität Leoben, 2007.

A. Anhang

A.1. Chemische Analysen

Tabelle A-I.: Chemische Zusammensetzung der Vorproben, ermittelt mittels Funkenspektrometeranalyse, Angaben in Gew.-%.

	Fe	Ni	Cr	Si	Mn	C
01	77,85	21,06	–	0,54	0,50	0,014
02	60,15	38,84	–	0,40	0,51	0,010
03	19,89	78,27	–			
04	73,71	4,84	20,29	0,54	0,50	0,014
05	58,60	20,10	20,17	0,53	0,48	0,012
06	43,22	35,48	19,96	0,49	0,47	0,010
07	58,60	77,43	21,01			

Tabelle A-II.: Chemische Zusammensetzung der Schlussprobe der Versuchsserie A, ermittelt mittels Funkenspektrometeranalyse Angaben in Gew.-%, sowie die Temperatur des Stahlbades zum Zeitpunkt des Eintauchens, Angegeben in °C.

	Fe	Ni	Cr	Si	Mn	C	T_{Lanze}	$T_{Thermoelement}$	$T_{L,ThermoCalc}$
A 01	79,26	20,04	–	0,20	0,32	0,006	1508	1511	1474
A 02	62,16	37,04	–	0,30	0,37	0,006	1488	1476	1444
A 03¹							1487	1468	1435
A 04	73,48	5,87	19,64	0,47	0,45	0,015	1507	1488	1469
A 05	60,00	18,97	19,69	0,73	0,45	0,020	1461	1456	1425
A 06	43,70	34,69	19,28	0,94	0,67	0,066	1445	1422	1408
A 07	3,55	75,77	19,34		0,54		1444	–	1404

¹ keine Analyse möglich

Tabelle A-III.: Chemische Zusammensetzung der Schlussprobe der Versuchsserie B, ermittelt mittels Funkenspektrometeranalyse, Angaben in Gew.-%, sowie die Temperatur des Stahlbades zum Zeitpunkt des Eintauchens, Angegeben in °C.

	Fe	Ni	Cr	Si	Mn	C	T_{Lanze}	$T_{Thermoelement}$	$T_{L,ThermoCalc}$
B 01	80,15	18,24	–	0,72	0,50	0,008	1511	1490	1478
B 02	62,93	35,63	–	0,63	0,50	0,008	1480	1463	1447
B 03	22,63	75,86	–		0,43		1473	1450	1435
B 04	71,53	8,68	18,54	0,57	0,53	0,014	1503	1480	1454
B 05	60,52	18,87	19,26	0,61	0,53	0,014	1460	1450	1425
B 06	44,18	33,49	20,65	0,74	0,57	0,046	1456	1442	1410
B 07	3,32	76,10	19,29		0,57		1440	1402	1404

A.2. Metallographische Auswertung

Tabelle A-IV.: Ergebnisse der metallographischen Auswertung der Versuchsserie A, gemessene Anrisslänge [mm], gemessene Anrissfläche [mm^2], resultierende Anrissbreite [mm], Mittelwert der gemessenen Schalendicke [mm] und dazugehörige Standardabweichung

	Anrissfläche	Anrisslänge	Anrissbreite	Schalendicke	Standardabweichung
A 01	26,6	39,6	0,7	9,8	0,77
A 02	9,7	22,2	0,4	10,3	0,66
A 03	1,5	17,8	0,1	7,6	0,61
A 04	0,6	5,4	0,1	11,0	1,14
A 05	8,1	13,3	0,6	9,3	0,75
A 06	20,9	75,5	0,3	10,4	0,87
A 07	30,8	50,4	0,6	8,8	0,74

Tabelle A-V.: Ergebnisse der metallographischen Auswertung der Versuchsserie B, gesamte Rissanzahl [], gesamte Risslänge [mm], Fläche der vorhandenen Einziehung [mm^2], Mittelwert der gemessenen Schalendicke [mm] und dazugehörige Standardabweichung

	Rissanzahl	Risslänge	Einziehung	Schalendicke	Standardabweichung
B 01	10	11,84	6,43	10,9	0,43
B 02	13	20,90		10,9	0,27
B 03	24	42,67	21,27	7,1	1,08
B 04	37	7,78	3,71	11,0	0,64
B 05	17	19,83		9,8	0,48
B 06	39	48,43		8,2	0,73
B 07	17	26,14		9,3	0,85

A.3. Aufgezeichnete Daten

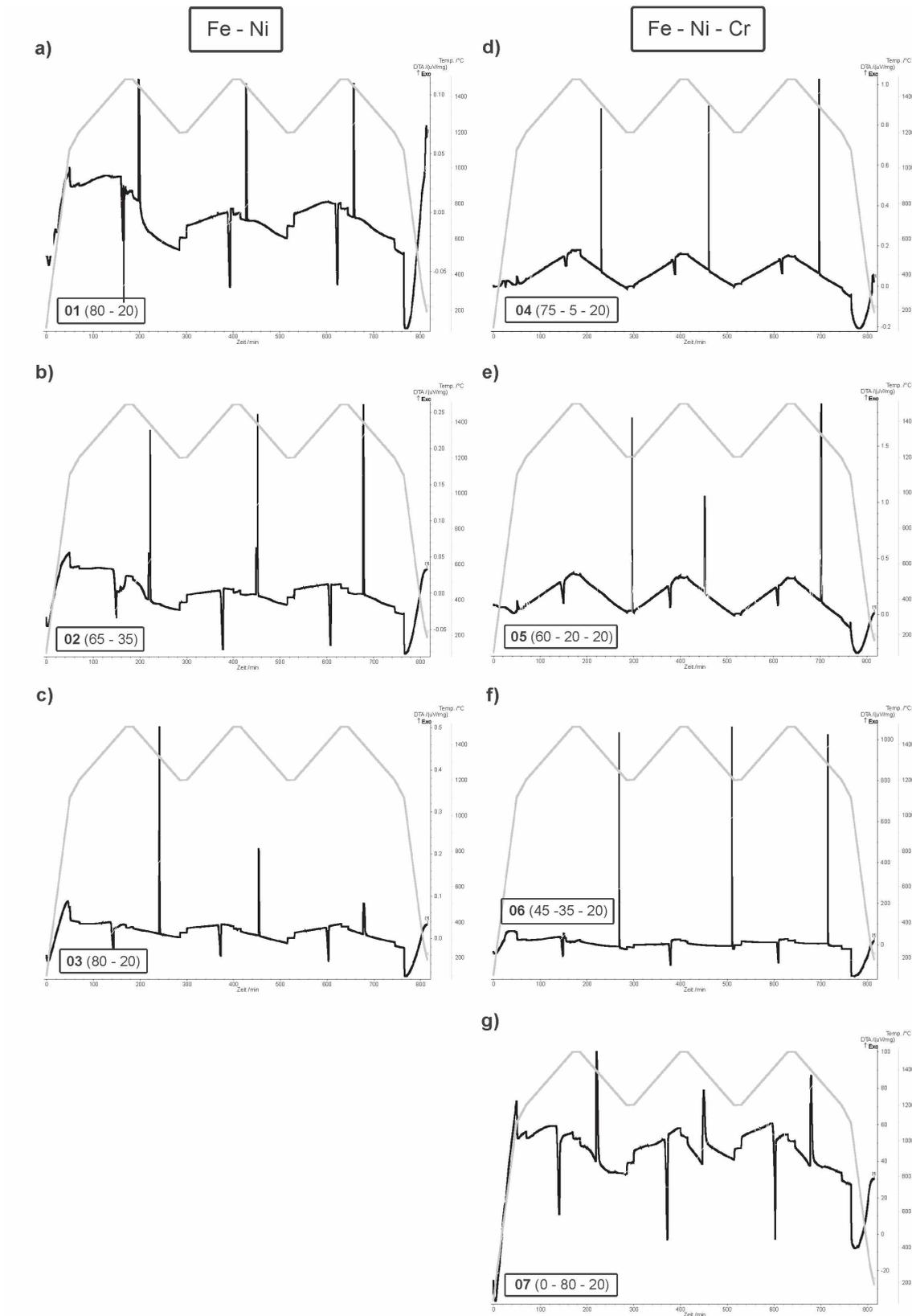


Abbildung A-1.: DTA-Kurven aller untersuchten Legierungen.

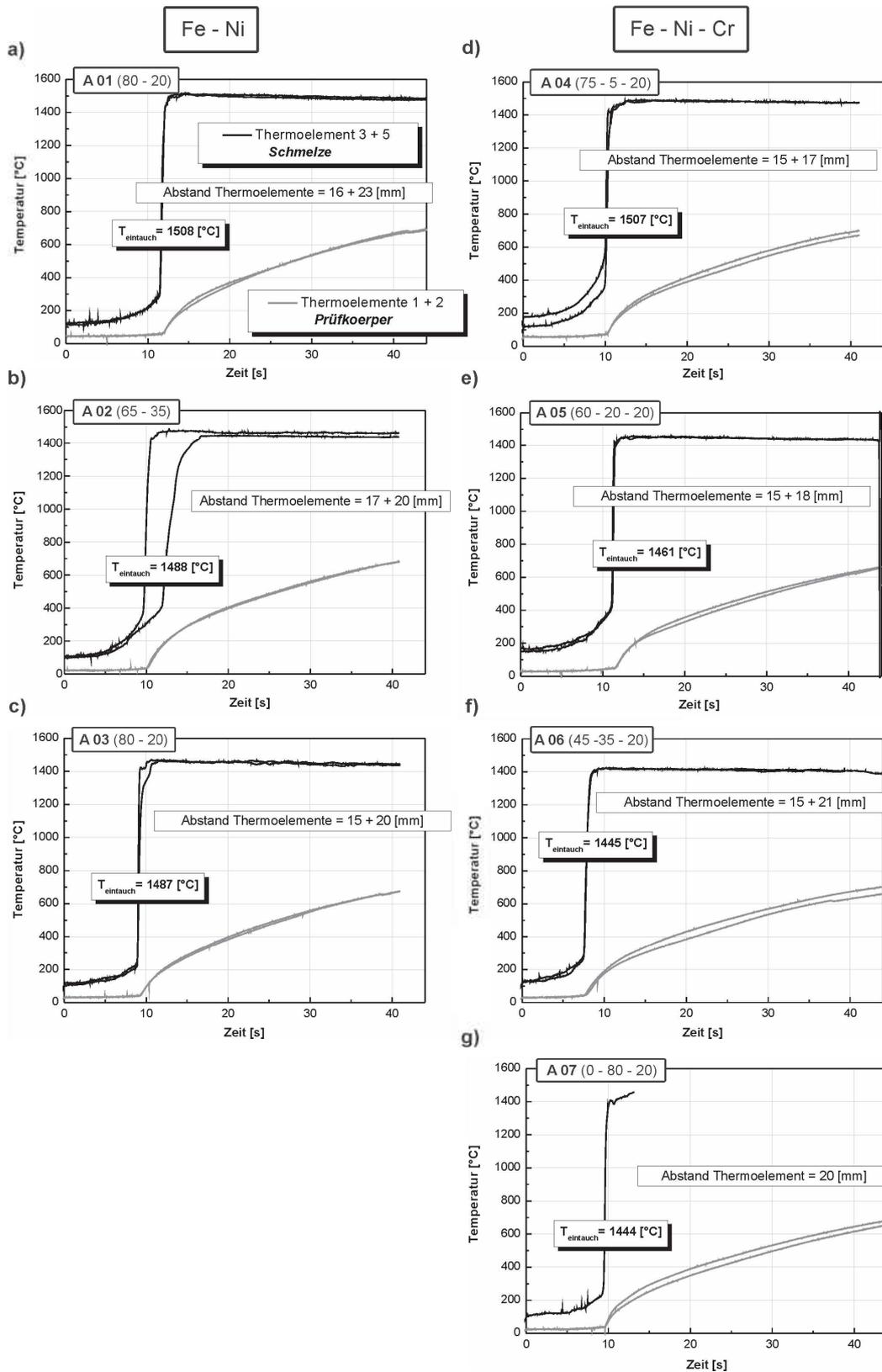


Abbildung A-2.: Aufgezeichnete Temperaturverläufe der Versuchsserie A.

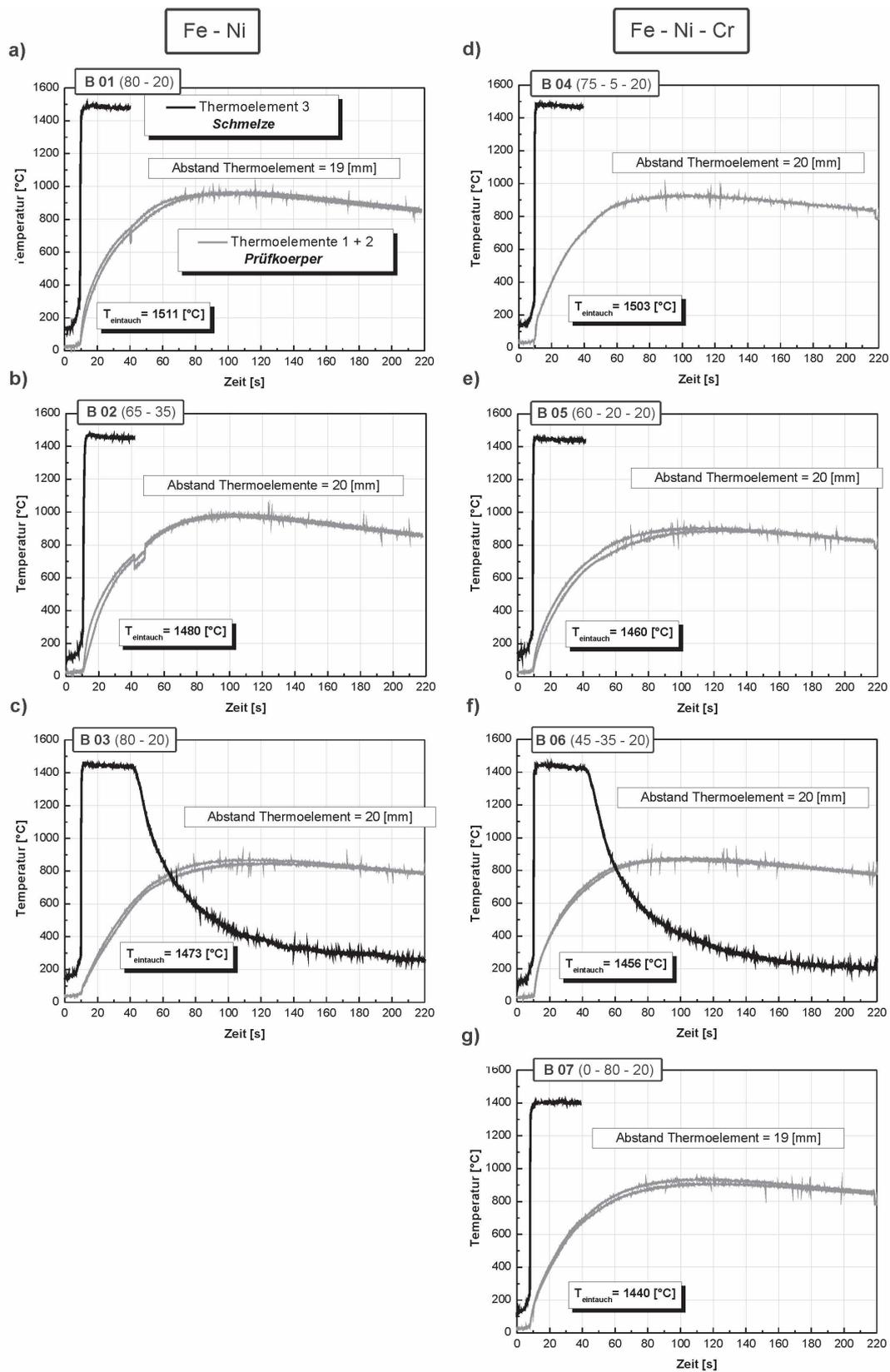


Abbildung A-3.: Aufgezeichnete Temperaturverläufe der Versuchsserie B.

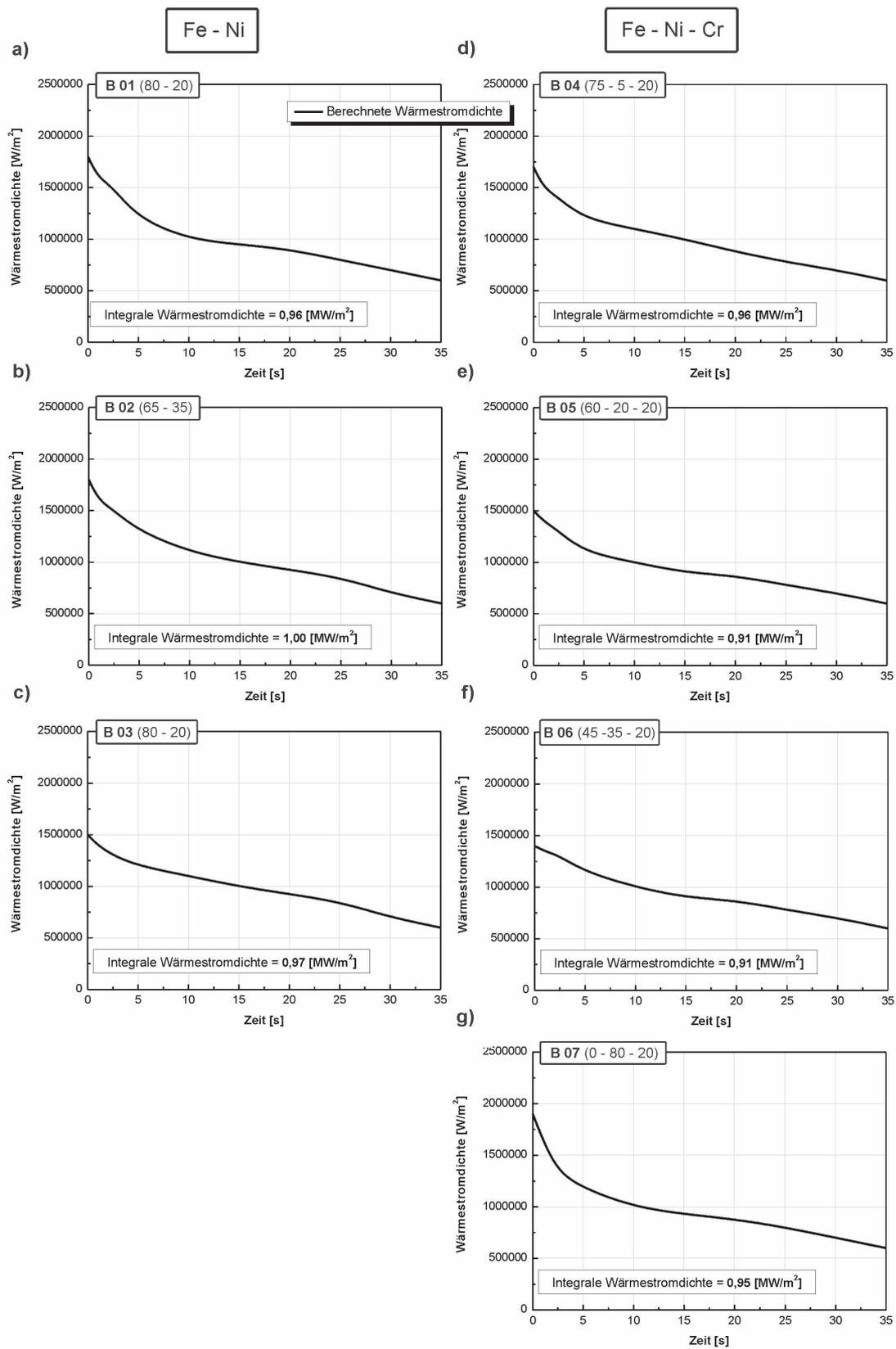


Abbildung A-4.: Berechnete Wärmestromdichten der Versuchsserie A.

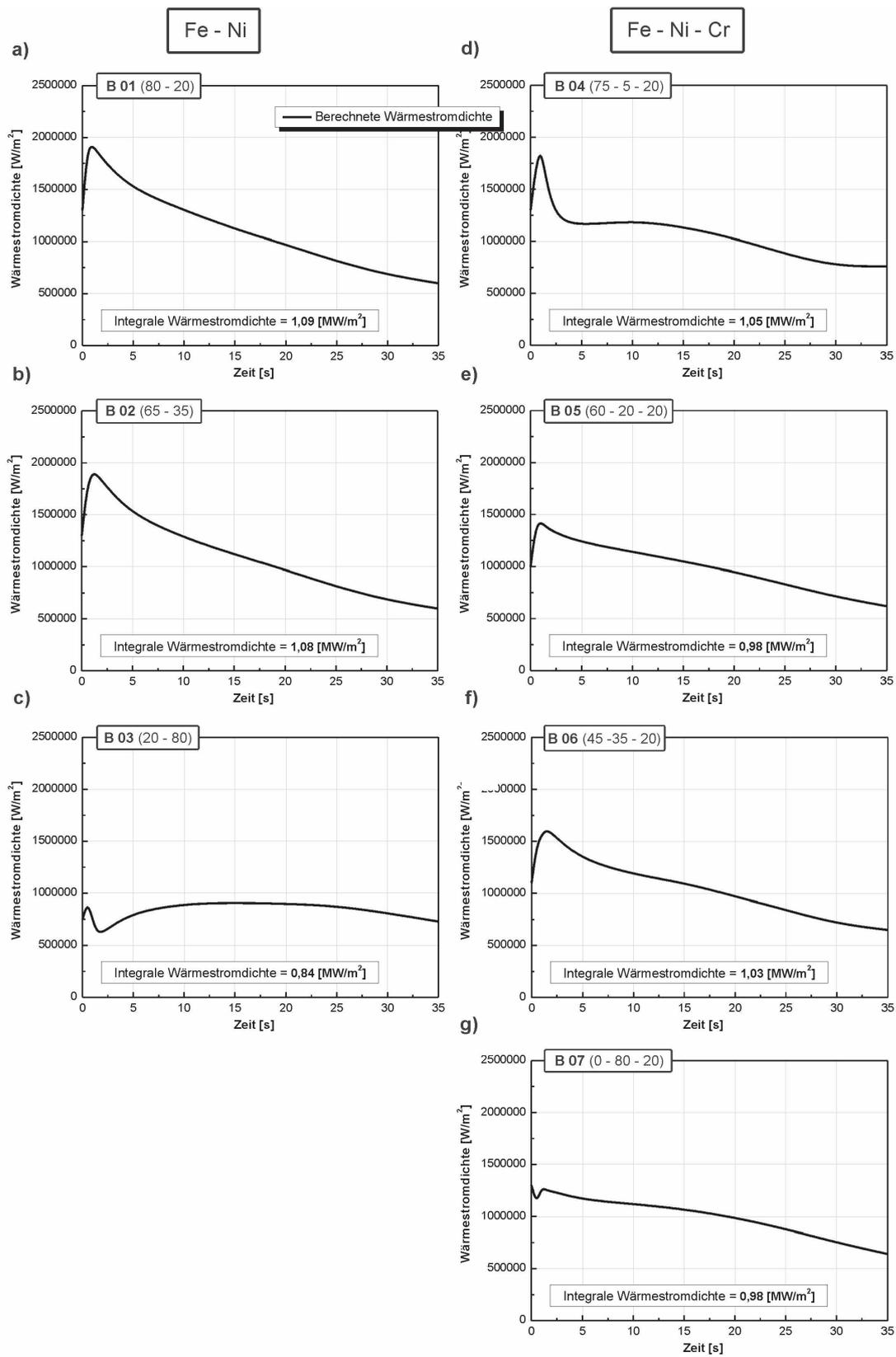


Abbildung A-5.: Berechnete Wärmestromdichten der Versuchsserie B.

A.4. Aufgenommene Bilder

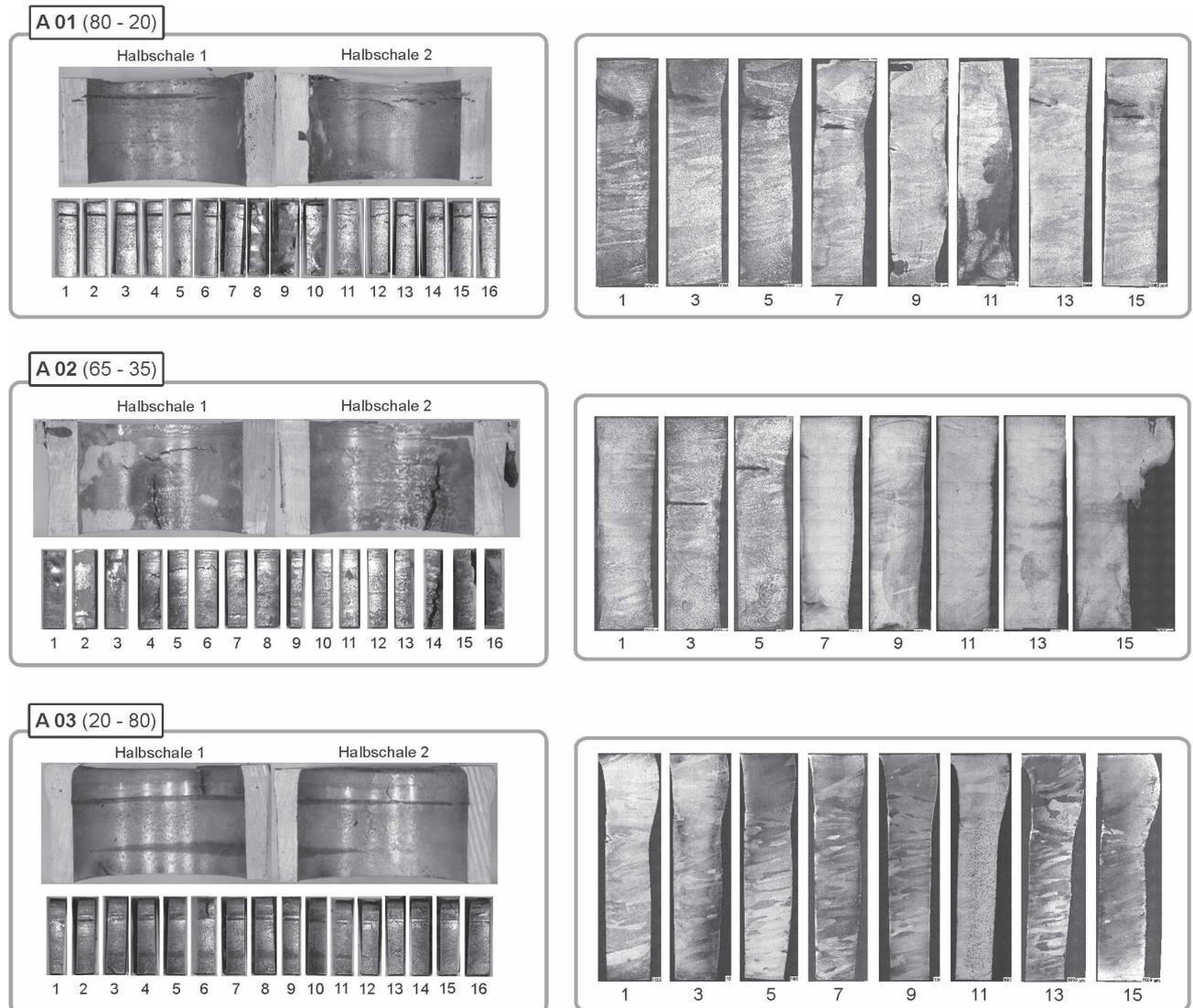


Abbildung A-6.: Halbschalen und die 16 Teilstücke der Prüfkörper A 01 – 03, geätzte Probenstücke die zur Auswertung herangezogen wurden.

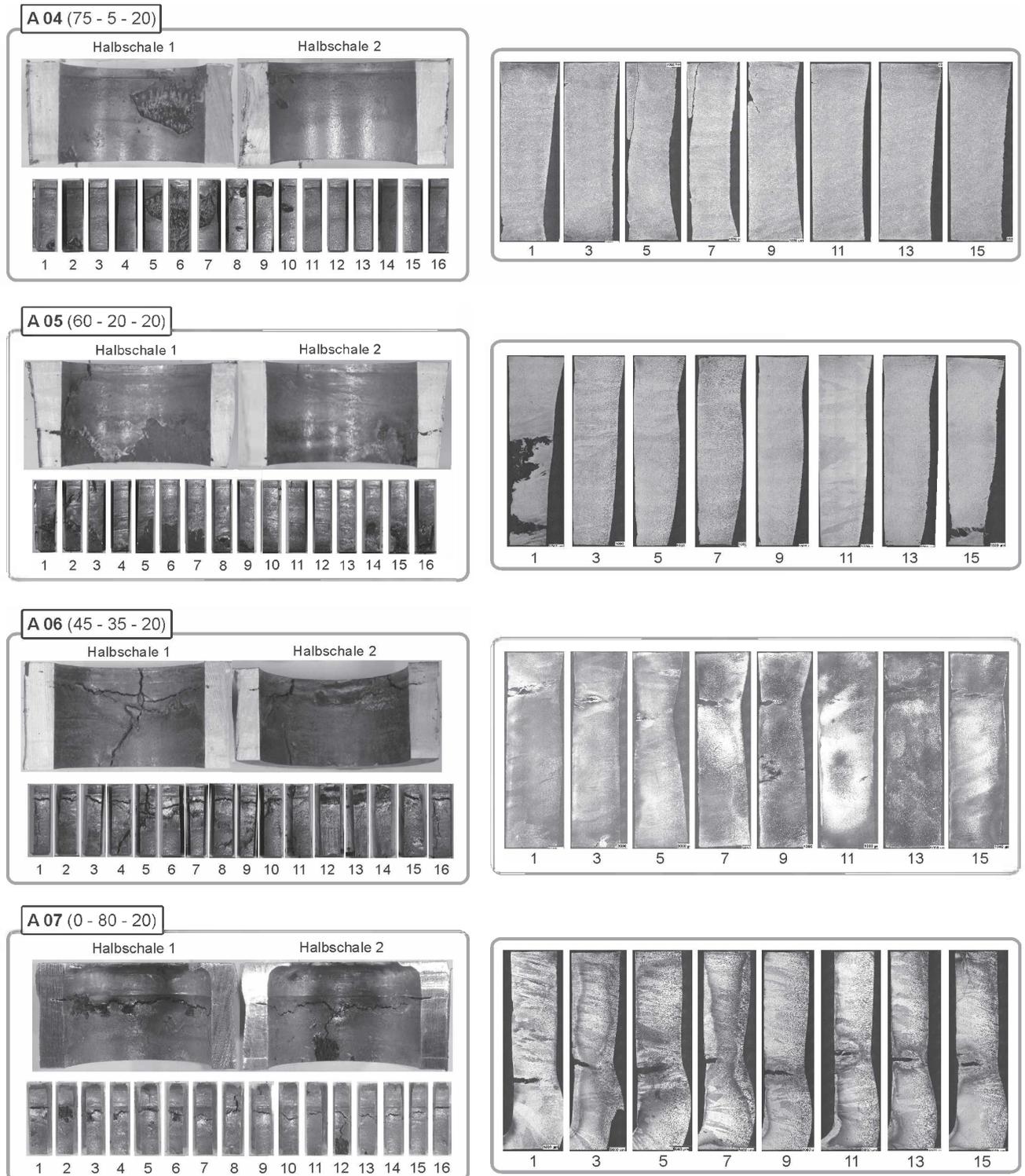


Abbildung A-7.: Halbschalen und die 16 Teilstücke der Prüfkörper A 04 – 07, geätzte Probenstücke welche zur Auswertung herangezogen wurden.

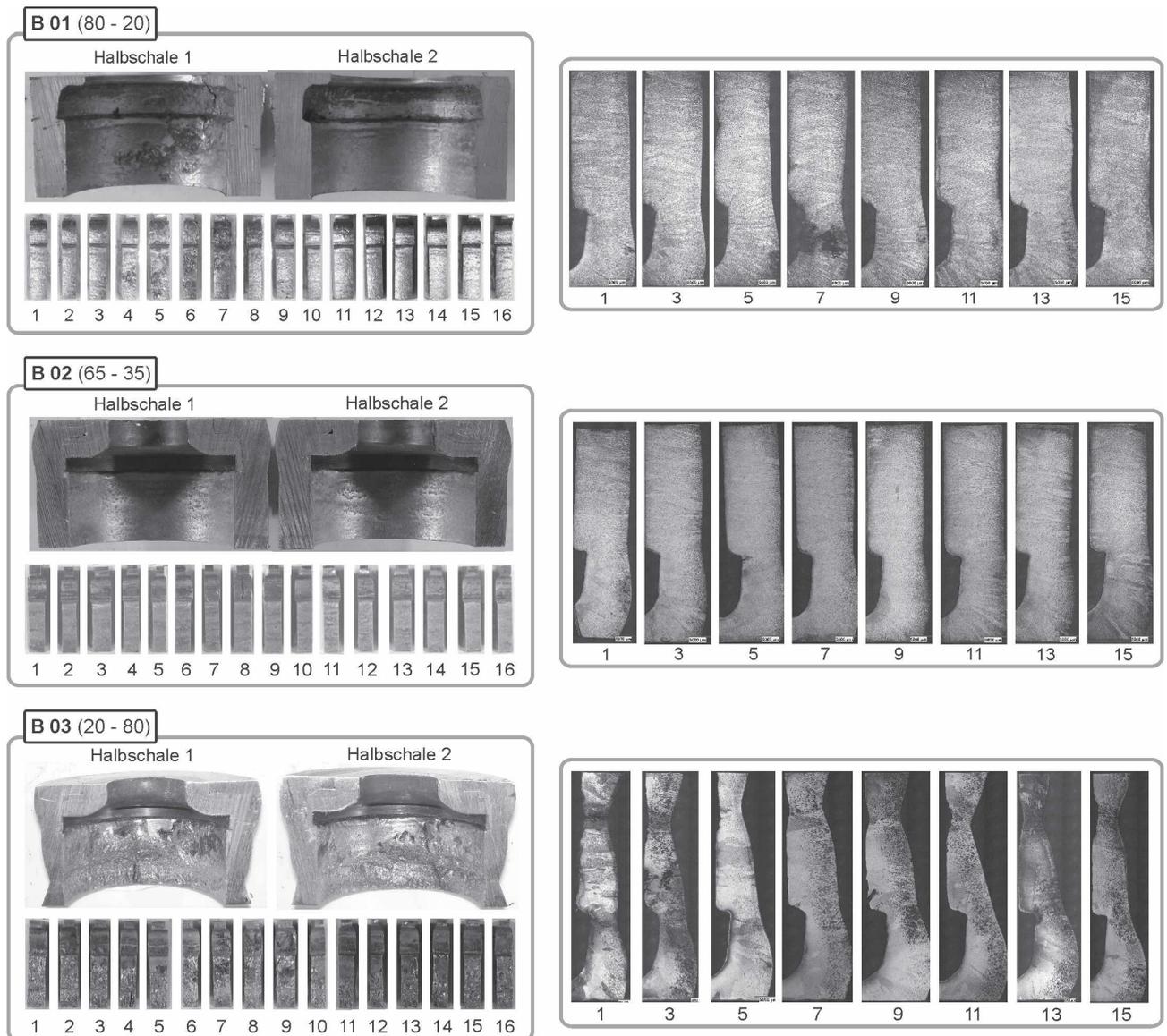


Abbildung A-8.: Halbschalen und die 16 Teilstücke der Prüfkörper B 01 – 03, geätzte Probenstücke die zur Auswertung herangezogen wurden.

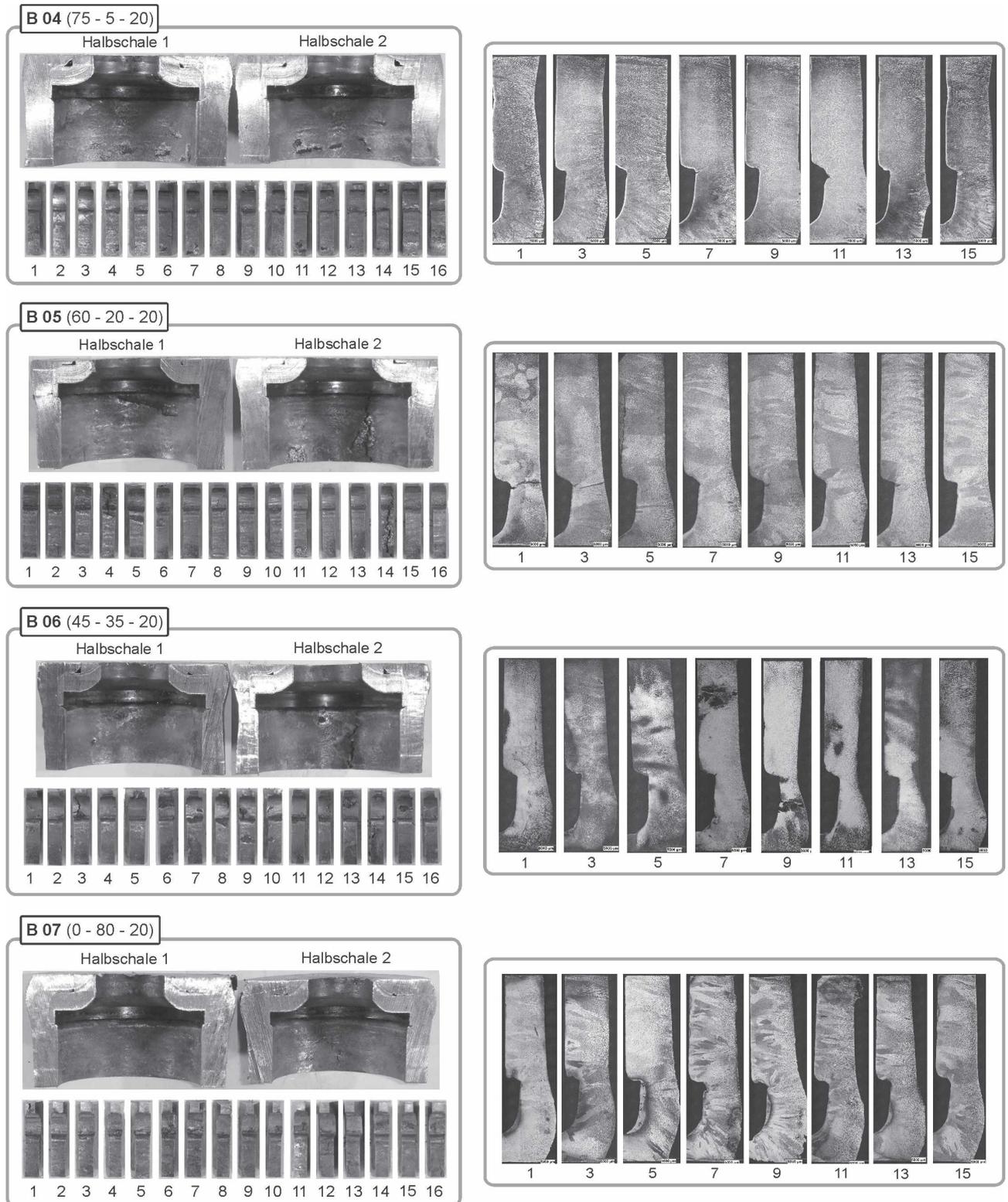


Abbildung A-9.: Halbschalen und die 16 Teilstücke der Prüfkörper B 04 – 07, geätzte Probenstücke welche zur Auswertung herangezogen wurden.

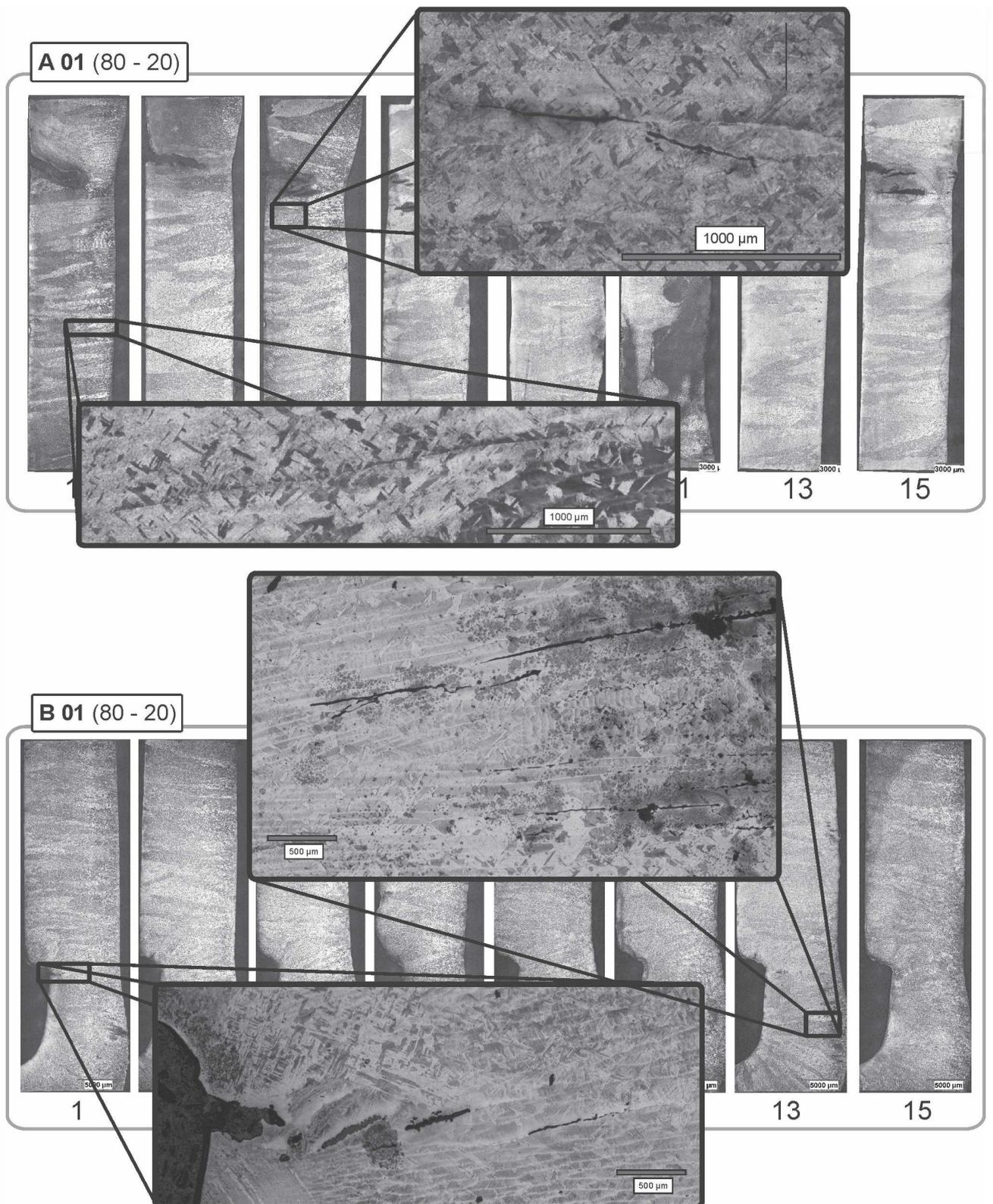


Abbildung A-10.: Detailaufnahmen der geätzten Probenstücke der Legierung 01.

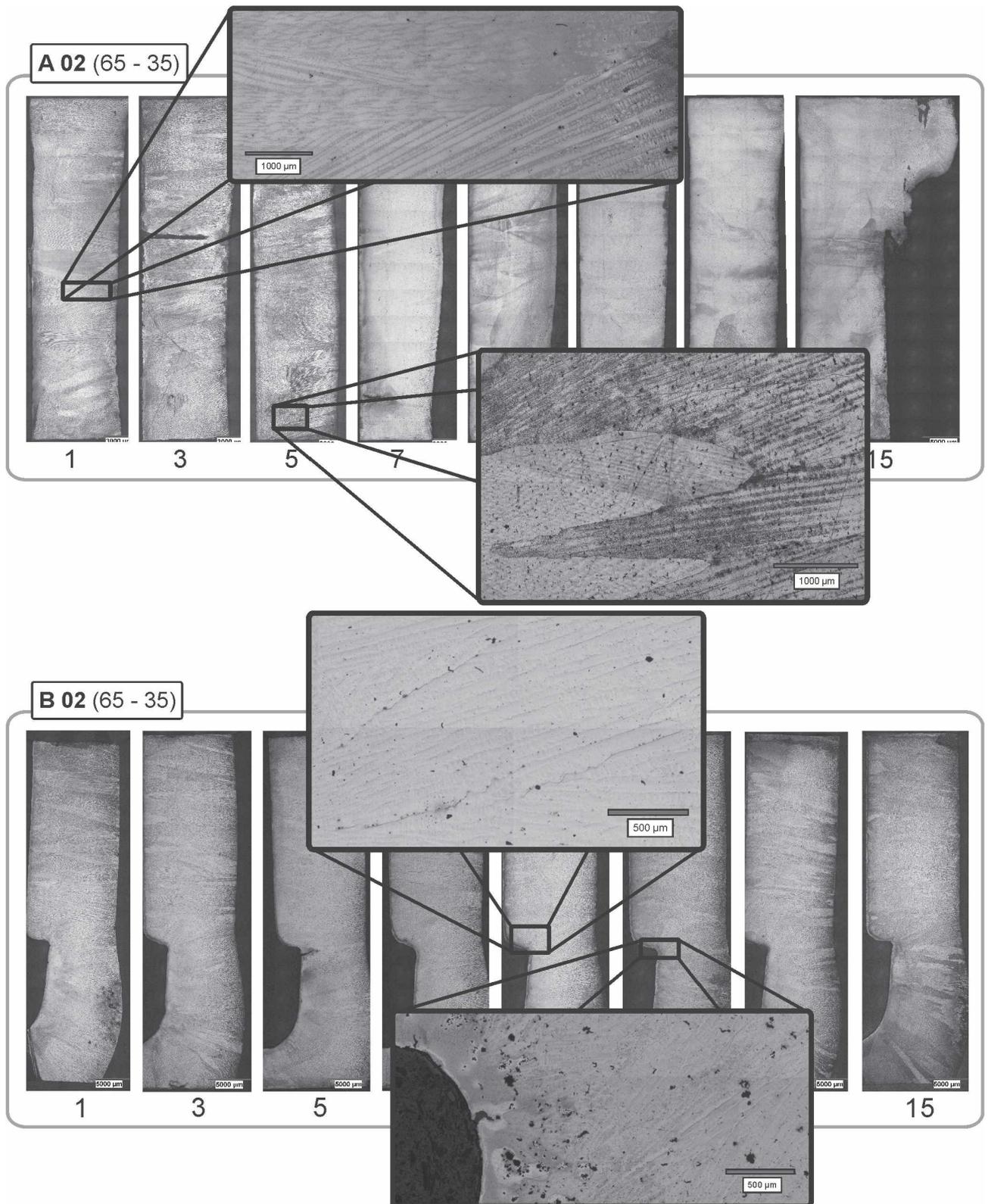


Abbildung A-11.: Detailaufnahmen der geätzten Probenstücke der Legierung 02.

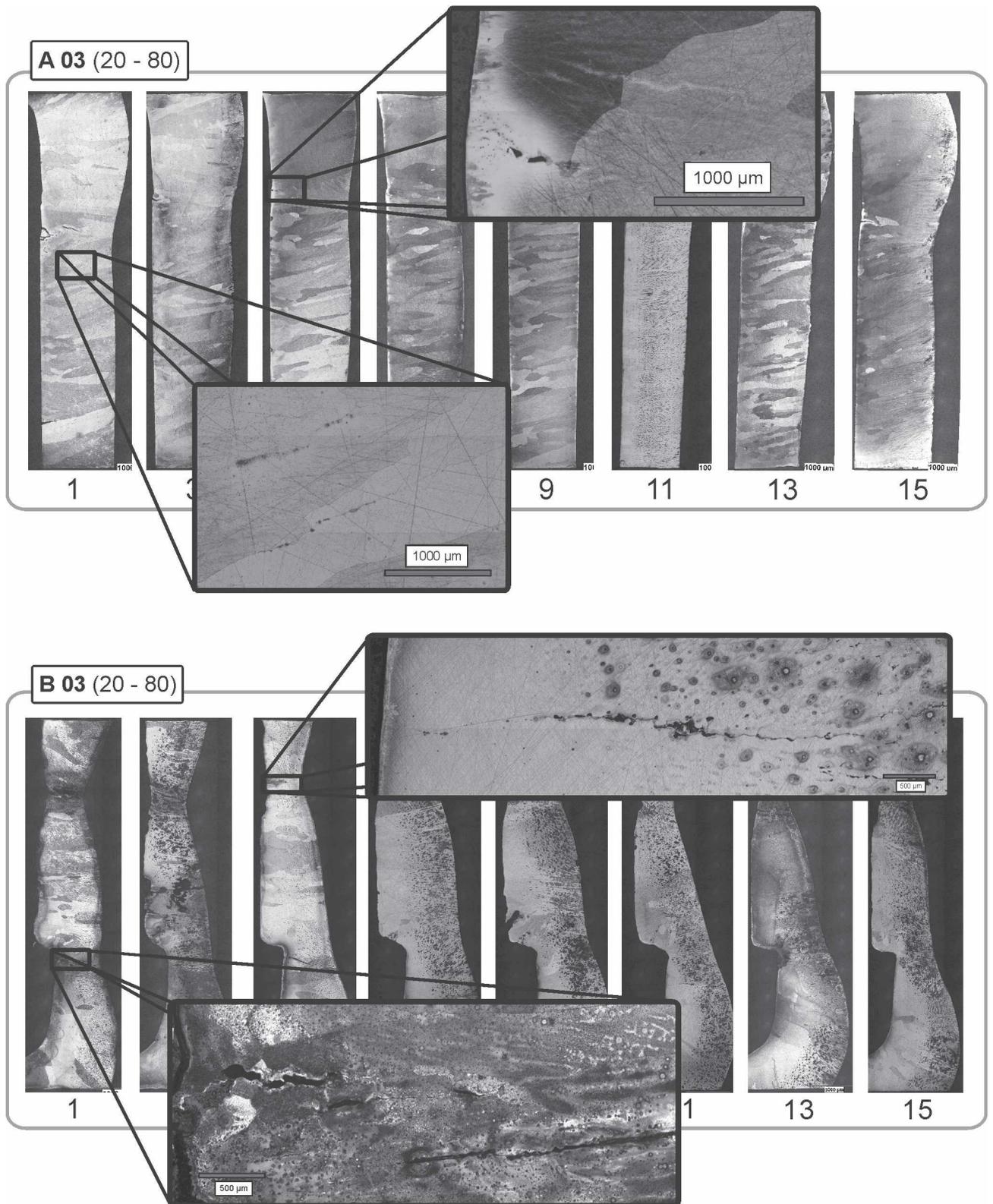


Abbildung A-12.: Detailaufnahmen der geätzten Probenstücke der Legierung 03.

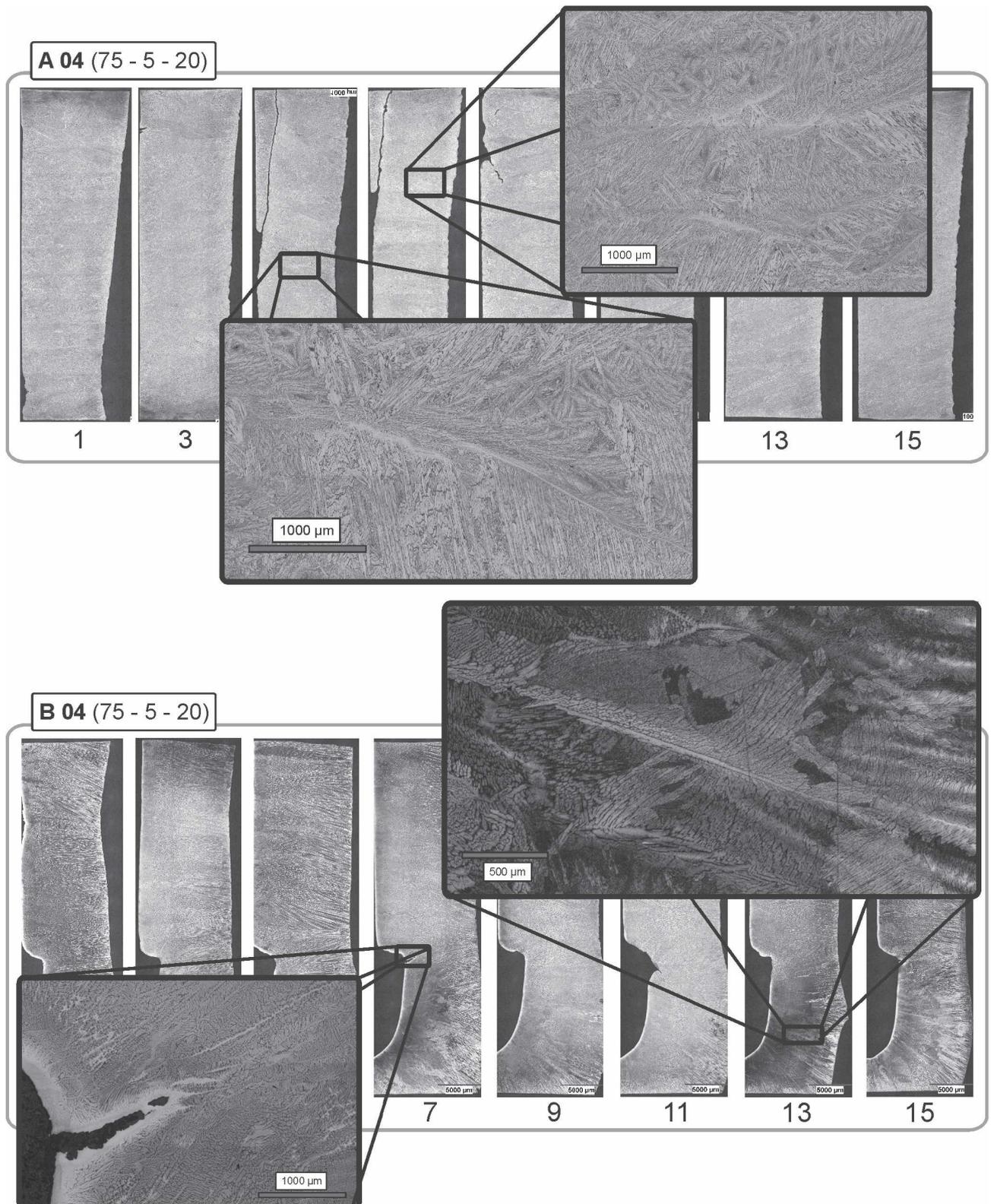


Abbildung A-13.: Detailaufnahmen der geätzten Probenstücke der Legierung 04.

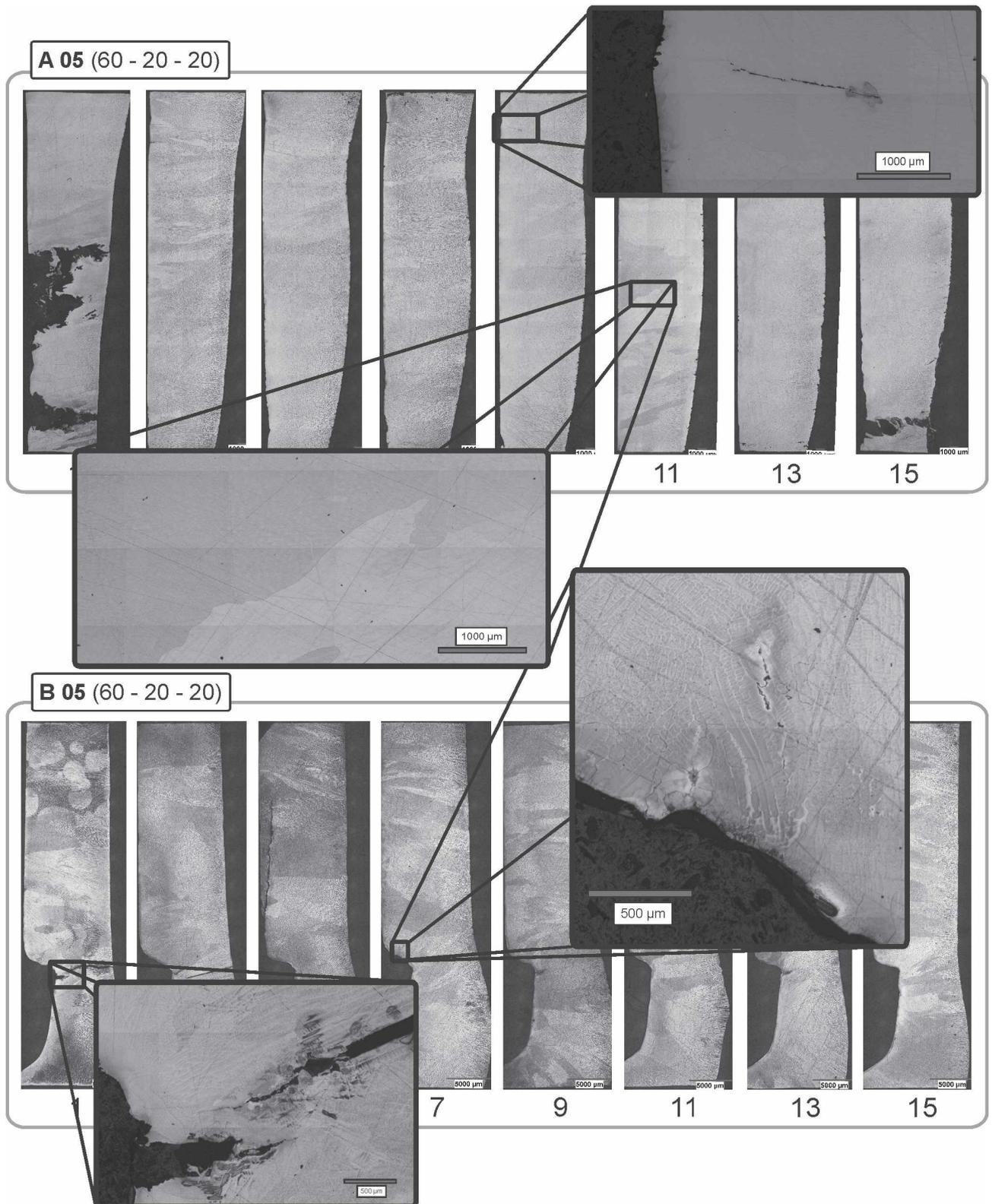


Abbildung A-14.: Detailaufnahmen der geätzten Probenstücke der Legierung 05.

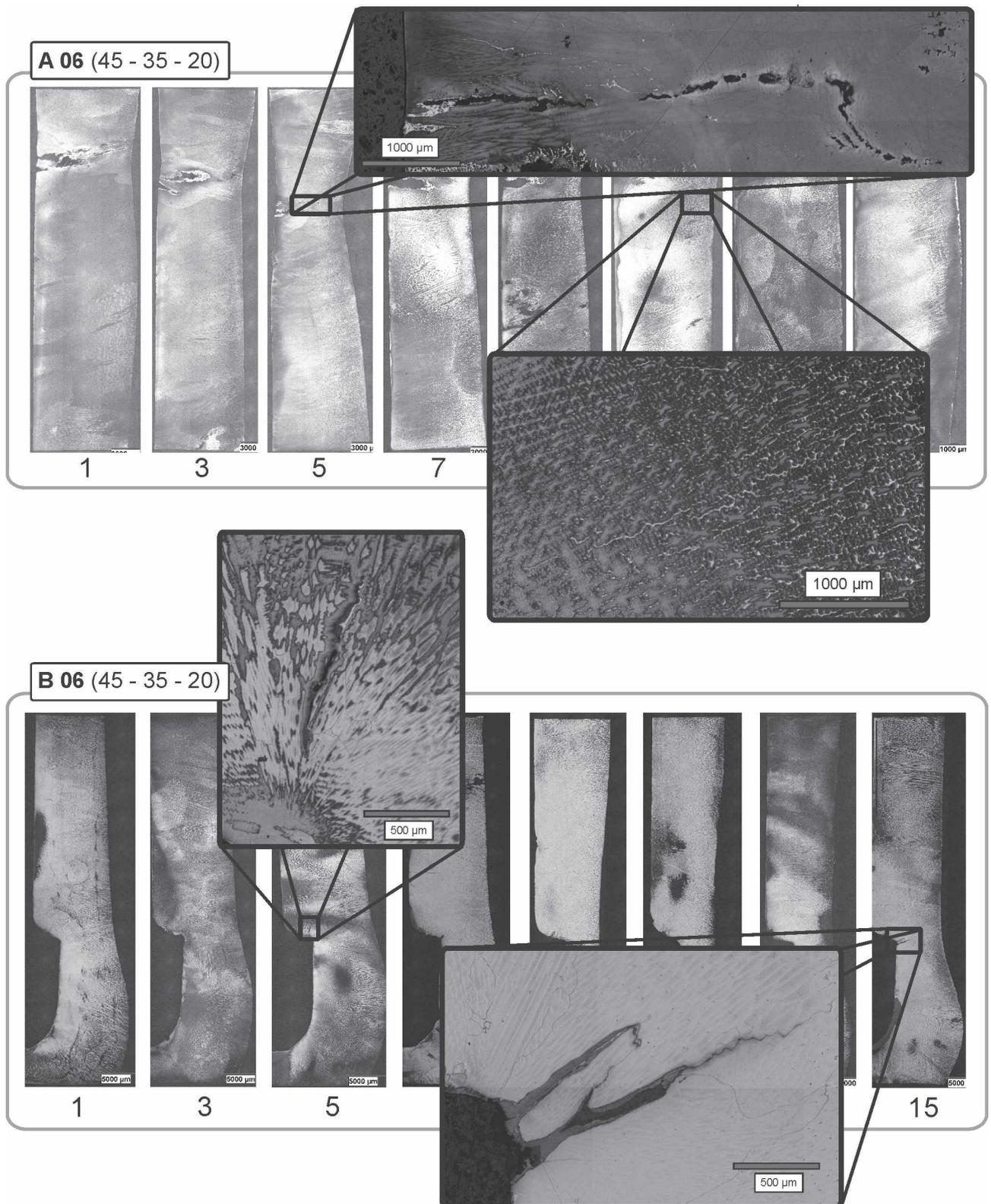


Abbildung A-15.: Detailaufnahmen der geätzten Probenstücke der Legierung 06.

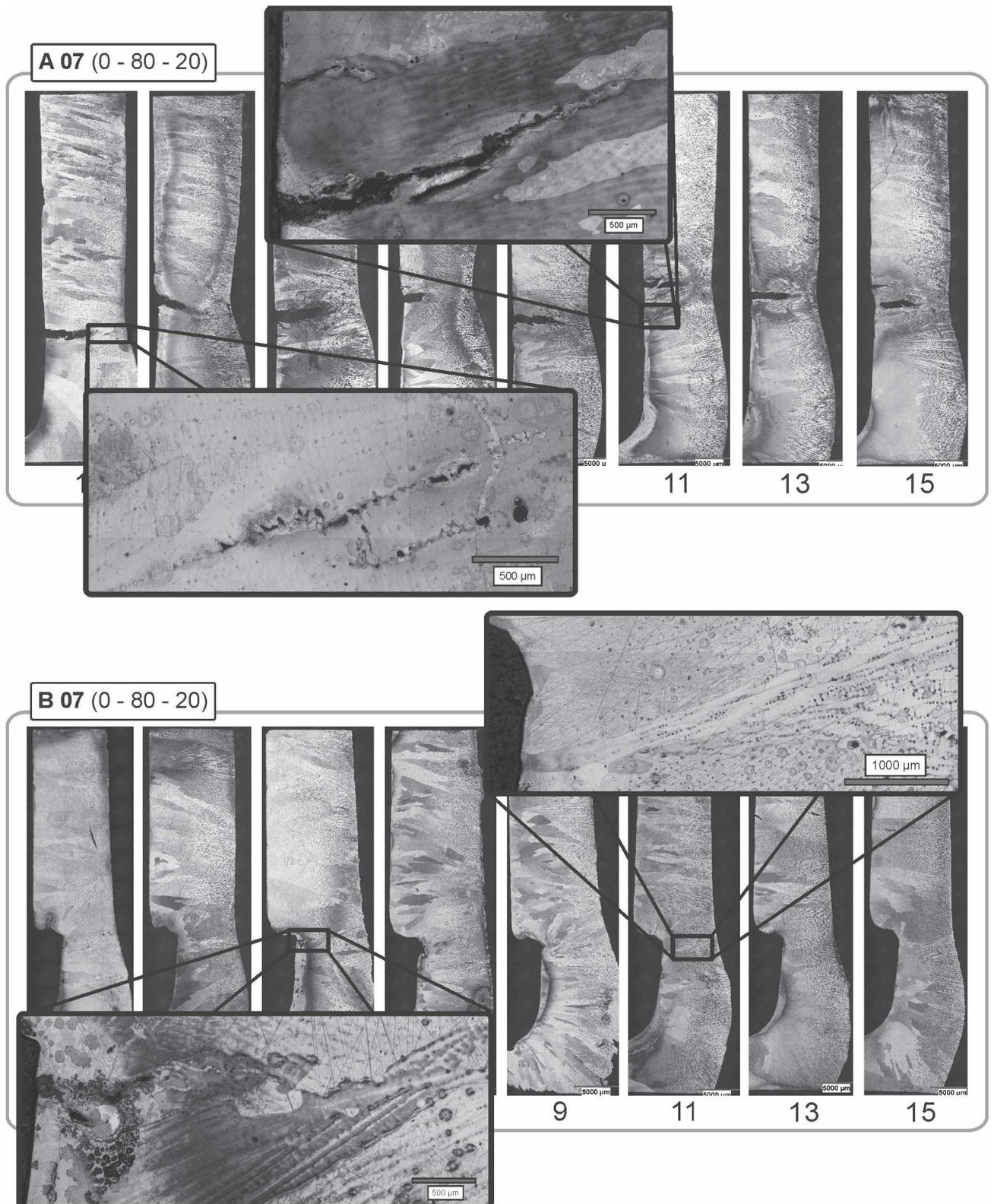


Abbildung A-16.: Detailaufnahmen der geätzten Probenstücke der Legierung 07.