

Montanuniversität Leoben

**Einfluss der Wärmebehandlung auf die
Mikrostruktur und Zähigkeit von DIN 1.2083
Kunststoffformenstählen**

Diplomarbeit

von

Bernd Grojer

Die vorliegende Arbeit wurde am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben in Kooperation mit der Böhler Edelstahl GmbH & Co KG durchgeführt.

Leoben, Mai 2011

Eidesstattliche Erklärung:

Ich versichere an Eides Statt, dass die vorliegende Arbeit von mir selbstständig und nur unter Verwendung der angeführten Literatur erstellt wurde.

Leoben, Mai 2011

Vorwort und Danksagung

Die vorliegende Diplomarbeit ist im Rahmen meiner Diplomandentätigkeit bei der Böhler Edelstahl GmbH & Co KG, Abteilung Forschung und Entwicklung entstanden.

Mein erster Dank geht an Herrn Dipl.-Ing. Dr. mont. Harald Leitner für die Themenstellung und die fachliche Betreuung seitens der Universität.

Zudem möchte ich auch Frau Dipl.-Ing. Silvia Zinner und Herrn Dipl.-Ing. Jochen Perko, meinen fachlichen Betreuern bei der Böhler Edelstahl GmbH & Co KG für die vielseitige Unterstützung und ihr außerordentliches Engagement danken.

Besonderer Dank geht an alle drei Betreuer für ihre unermüdliche Bereitschaft zu interessanten fachlichen Diskussionen.

Weiterhin bedanke ich mich bei allen Personen, die mir durch ihre Unterstützung geholfen haben, diese Arbeit zu erstellen.

Zuletzt möchte ich allen Mitarbeitern des Departments für Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben für ihre Kollegialität und ständige Hilfsbereitschaft danken.

Abbildungsverzeichnis

2.1	Gefügeausbildung nichtrostender Stähle nach Schaeffler-Delong	6
2.2	Einfluss austenitstabilisierender Legierungselemente auf die Phasengrenze α -(α + γ) im System Fe-Cr	7
2.3	Stickstofflöslichkeit in Abhängigkeit von der Temperatur	8
2.4	Stickstofflöslichkeit in Eisenbasislegierungen in Abhängigkeit vom Cr-Gehalt . . .	9
2.5	Schema der bei BEG eingesetzten DESU-Anlage	11
2.6	Stickstofflöslichkeit in Abhängigkeit vom Stickstoffpartialdruck	12
2.7	Änderungen im Umwandlungsverhalten bei Austausch von C durch N	13
2.8	Änderungen in Ansprunghärte, Restaustenitgehalt und M_S -Temperatur bei Aus- tausch von C durch N	14
2.9	Löslichkeitsprodukte von Karbiden und Nitriden im Austenitgebiet	15
2.10	ZTU-Schaubilder eines C- und eines N-legierten Werkzeugstahls	16
2.11	Änderungen in der Anlasshärte bei Austausch von C durch N	17
2.12	Ausscheidungen in C- und N-legierten Stählen	18
2.13	Transkristalliner Riss, schematisch	20
2.14	Interkristalliner Riss, schematisch	21
2.15	REM-Aufnahme eines Spaltbruchs	22
2.16	Bildung von Hohlräumen beim Verformungsbruch, schematisch	23
2.17	REM-Aufnahme eines Verformungsbruchs	23
2.18	Bruchverhalten von krz-Metallen, Temperatureinfluss	24
2.19	Schlagbiegeprüfung, schematisch	25
2.20	Mögliche Kurvenverläufe beim instr. Schlagbiegeversuch	26
3.1	Abmessungen Schlagbiegeproben	33
3.2	Phasendiagramme M310 und M333, Detail Austenitisierung	37
3.3	Phasenmengenschaubilder M310 und M333, Detail Austenitisierung	37
3.4	Härte und Zähigkeit Serie A	39
3.5	Härte und Zähigkeit Serie B	40
3.6	Härte und Zähigkeit Serie C	40
3.7	Härte und Zähigkeit Serie D	41

3.8	Härte und Zähigkeit Serie E	41
3.9	Härte und Zähigkeit Serie F	43
3.10	Härte und Zähigkeit Serie G	43
3.11	Härte und Zähigkeit Serie H	44
3.12	Härte und Zähigkeit Proben 10 bis 13	47
3.13	Härte und Zähigkeit Proben 17, sowie 14 bis 16	48
3.14	Härte und Zähigkeit der Proben 50 bis 53	49
3.15	Härte und Zähigkeit Proben 57, sowie 54 bis 56	49
3.16	Härte und Zähigkeit der Proben 70 bis 73	50
3.17	Härte und Zähigkeit Proben 77, sowie 74 bis 76	51
3.18	Bruchfortschritt Proben F2 und H2, Vergleich	52
3.19	Bruchfortschritt Proben A8 bis A2, Übersicht	53
3.20	Bruchfortschritt Proben G0 bis G3, Übersicht	54
3.21	Gefüge der Proben AR und BR, 500x	55
3.22	Gefüge der Proben CR und DR, 500x	56
3.23	Gefüge der Proben ER und FR, 500x	56
3.24	Gefüge der Proben GR und HR, 500x	56
3.25	Gefüge der Proben G0 und G2, 500x	57
3.26	Gefüge der Proben G0 bis G3, 1000x	58
3.27	Gefüge der Probe 10H und 13H, 500x	59
3.28	Gefüge der Probe 17H und 16H, 500x	60
3.29	Gefüge der Probe 50H und 53H, 500x	60
3.30	Gefüge der Probe 57H und 56H, 500x	61
3.31	Gefüge der Probe 70H und 73H, 500x	61
3.32	Gefüge der Probe 77H und 76H, 500x	61
3.33	REM-Aufnahme der Bruchfläche CR, Härtegefüge	65
3.34	REM-Aufnahme der Bruchfläche DR, Härtegefüge	66
3.35	REM-Aufnahme der Bruchflächen ER und FR, Härtegefüge	67
3.36	REM-Aufnahme der Bruchfläche GR, Härtegefüge	68
3.37	REM-Aufnahme der Bruchfläche HR, Härtegefüge	69
3.38	Auswertung des Karbidanteils, Probe ER	70
3.39	Anteile an ungelösten Karbiden	70
3.40	REM-Aufnahme der Bruchfläche C0, angelassener Zustand	71
3.41	REM-Aufnahme der Bruchfläche D8, angelassener Zustand	72
3.42	REM-Aufnahme der Bruchflächen E1 und F1, angelassener Zustand	73
3.43	REM-Aufnahme der Bruchfläche G2, angelassener Zustand	74
3.44	REM-Aufnahme der Bruchfläche H2, angelassener Zustand	75

3.45	Bruchoberflächen Proben G0 bis G3, makroskopisch	75
3.46	Bruchflächen der Proben G0 bis G3 im Vergleich	76
4.1	Härte und Zähigkeit der Serien G und H	77
4.2	ZTU-Schaubilder eine C- und eines N-legierten Werkzeugstahles	78
4.3	Anteile an ungelösten Karbiden	79

Tabellenverzeichnis

2.1	Kunststoffformenstähle der BEG	5
3.1	WBH-Parameter, Bestimmung des Zähigkeitseinbruchs	30
3.2	WBH-Parameter, Bestimmung des Vergrößerungsverhaltens	31
3.3	Chemische Analysen, Bestimmung des Zähigkeitseinbruchs	32
3.4	Chemische Analysen, Bestimmung des Vergrößerungsverhaltens	32
3.5	Bestimmung des Zähigkeitseinbruchs, Probenkodierung erste Stelle	34
3.6	Bestimmung des Zähigkeitseinbruchs, Probenkodierung zweite Stelle	34
3.7	Charakterisierung des Vergrößerungsverhaltens, Probenkodierung erste Stelle . . .	35
3.8	Charakterisierung des Vergrößerungsverhaltens, Probenkodierung zweite Stelle . .	35
3.9	Gemessene Werte für Härte und Schlagarbeit M310IP, Bestimmung des Zähig- keitseinbruchs	38
3.10	Gemessene Werte für Härte und Schlagarbeit M333IP, Bestimmung des Zähig- keitseinbruchs	42
3.11	Gemessene Werte für Härte und Schlagarbeit M310IP, Bestimmung des Vergröbe- rungsverhaltens	46
3.12	Gemessene Werte für Härte und Schlagarbeit M333IP, Bestimmung des Vergröbe- rungsverhaltens	47
3.13	ASTM-Korngrößen M310IP	62
3.14	ASTM-Korngrößen M333IP bei 980°C Austenitisierungstemperatur	62
3.15	ASTM-Korngrößen M333IP bei 1020°C Austenitisierungstemperatur	63

Inhaltsverzeichnis

Vorwort und Danksagung	iii
Abbildungsverzeichnis	vi
Tabellenverzeichnis	vii
1 Einleitung und Problemstellung	1
2 Theoretische Grundlagen	2
2.1 Kunststoffformenstähle	2
2.1.1 Anforderungsprofil	2
2.1.2 Einteilung	4
2.1.3 Wichtige Legierungselemente	6
2.1.4 Herstellung	11
2.1.5 Wärmebehandlung und Ausscheidungsvorgänge	13
2.2 Bruchverhalten und Zähigkeit	19
2.2.1 Brucharten	19
2.2.2 Instrumentierter Schlagbiegeversuch	25
2.3 Mikrostrukturelle Einflüsse auf das Versprödungsverhalten	27
3 Experimenteller Teil	30
3.1 Versuchsplanung und Versuchsdurchführung	30
3.1.1 Allgemeines	30
3.1.2 Untersuchte Werkstoffe	32
3.1.3 Probengeometrie	33
3.1.4 Probenkodierung	34
3.2 Versuchsergebnisse	36
3.2.1 Berechnungen mit Thermo-Calc	36
3.2.2 Härte und Zähigkeit	38
3.2.3 Lichtmikroskopische Untersuchungen	55
3.2.4 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen	65

4	Diskussion der Ergebnisse	77
4.1	Geringe Zähigkeit bei langsamer Abkühlung	77
4.2	Zähigkeitseinbruch bei 510°C Anlasstemperatur	80
5	Zusammenfassung	81
6	Literaturverzeichnis	83

1 Einleitung und Problemstellung

Bauteile aus Kunststoff verdrängen in vielen Anwendungsbereichen zunehmend konventionelle metallische Werkstoffe. Als direkte Konsequenz nehmen auch die Anforderungen an Kunststoffformstähle stetig zu, einerseits hinsichtlich der Hochglanzpolierbarkeit und Korrosionsbeständigkeit, andererseits hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften wie Zähigkeit und Härte [1].

Von der Böhler Edelstahl GmbH & Co KG, in weiterer Folge kurz BEG genannt, wurde mit dem M333 ISOPLAST ein stickstofflegierter Kunststoffformstahl entwickelt, der diesen hohen Ansprüchen gerecht wird und damit Kosteneinsparungen durch erhebliche Reduzierung des Polieraufwandes für Hochglanzbauteile, höhere Lebensdauer der Formeinsätze und eine Erhöhung der Produktivität durch geringere Taktzeiten ermöglicht [3].

Für die Temperaturverteilung im Bauteil kann neben der Bauteilgröße auch die Position im Ofen eine Rolle spielen. So sind Temperaturabweichungen im Durchlaufofen von $\pm 5^\circ\text{C}$ oder mehr durchaus realistisch. Auch reagiert der Kern des Bauteils träger auf Temperaturveränderungen als der Rand des Bauteils. Zu knapp kalkulierte Glühzeiten bei der Ofenreise können dazu führen, dass der Kern die Zieltemperatur beim Ausstoßen noch nicht erreicht hat. Auf der anderen Seite kann die Kühlrate des Kerns nach dem Ausstoßen auch deutlich geringer sein als die des Randbereichs.

Da auch kundenseitig schon Schadensfälle in Bezug auf den M333 ISOPLAST auftraten und sich die BEG immer wieder mit Reklamationen diesbezüglich auseinandersetzen muss, wurden bereits betriebsintern Untersuchungen durchgeführt, die vor allem auf einen Zusammenhang zwischen Zähigkeitseinbruch und niedriger Abkühlgeschwindigkeit schließen ließen.

In dieser Arbeit sollen die Auswirkungen unterschiedlicher Kombinationen von Vergütungsparametern auf die mechanischen Eigenschaften des M333 ISOPLAST ermittelt, sowie denen des Vergleichswerkstoffes M310 ISOPLAST gegenüber gestellt werden. Dazu sollen bewusst zu niedrig gewählte Austenitisierungstemperaturen, verschiedenen Austenitisierungszeiten, langsame Kühlraten und unterschiedliche Anlasstemperaturen im Labor simuliert und Veränderungen in den mechanischen Eigenschaften und im Gefüge ermittelt werden. Der oben erwähnte Zähigkeitseinbruch soll charakterisiert werden und metallkundliche Erklärungen dafür gefunden werden.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Kunststoffformenstähle

2.1.1 Anforderungsprofil

Kunststoffformenstähle zählen zur großen Gruppe der Werkzeugstähle und werden eingesetzt, um Kunststoffe unter Anwendung von Wärme und Druck durch Spritzgießen, Pressen, Extrudieren, Blasen, Walzen und andere Verfahren in Werkzeugen zu formen. Je nach Anwendungsgebiet und Beanspruchung wird dabei aus einer breiten Masse an unterschiedlichen Stahltypen gewählt, wobei diese eine oder mehrere der folgenden Eigenschaften möglichst optimal erfüllen sollen:

- Verarbeitungseigenschaften
 - Polierbarkeit
 - Zerspanbarkeit
 - Maßbeständigkeit
 - Photoätzbarkeit

- Gebrauchseigenschaften
 - Zähigkeit
 - Korrosionsbeständigkeit
 - Arbeitshärte
 - Verschleißbeständigkeit
 - Wärmeleitfähigkeit

Aufgrund der oftmals aufwendigen Zerspanungsarbeiten und Oberflächenbearbeitungen sind bei der Stahlauswahl die Bearbeitungseigenschaften meist wichtiger als die im Einsatz gewünschten Eigenschaften.

Beispielsweise erhalten Kunststoffformen häufig durch fotochemische Ätzung eine Oberflächennarbung, bei der seigerungs- und karbidarme Stähle und ein niedriger Gehalt an nichtmetallischen Einschlüssen gefordert sind. Die *Ätzbarkeit* wird damit in diesem Fall zur bedeutendsten Werkstoffeigenschaft.

Sollen glasklare Kunststoffe (bspw. Brillengläser, CDs oder Scheinwerferreflektoren) hergestellt werden, muss höchster Wert auf *Polierbarkeit* und damit auf Homogenität und Reinheit gelegt werden. Die beim Polieren von Stahl einstellbare Oberflächengüte hängt demzufolge vor allem von der Stahlreinheit und der Wärmebehandlung, aber auch dem Polierverfahren ab.

Die *Zähigkeit* von Werkzeugstählen steht in direktem Zusammenhang mit dem Stahlgefüge, das durch die chemische Zusammensetzung einerseits und die Vorgänge bei der Erstarrung der Stahlschmelze andererseits geprägt wird. Zudem stellt die Wärmebehandlung einen wichtigen Einflussfaktor dar.

Auch sollen viele Kunststoffformenstähle eine gewisse *Korrosionsbeständigkeit* aufweisen. Zwar werden Kunststoffe als chemisch nicht aggressiv betrachtet, allerdings werden ihnen immer öfter Zusatzstoffe wie Füll- und Farbpigmente zugesetzt, deren Zersetzungsprodukte einen korrosiven Angriff auf die Werkzeugoberfläche verstärken können.

Schon aus dieser Fülle an unterschiedlichen Anforderungen an Kunststoffformenstähle wird ersichtlich, dass einerseits keine Stahlmarke allein alle diese Anforderungen optimal erfüllen kann [1] und andererseits die Anforderungen an die Stahlreinheit und vor allem an die Homogenität des Gefüges oft mit der Notwendigkeit der Umschmelzung der hierzu eingesetzten Stähle einhergehen [4]. Die dazu am häufigsten eingesetzte Art ist die Umschmelzung in einer sog. DESU- (Druckelektroschlackeumschmelz) oder PESR- (Pressure Electro Slag Remelting) Anlage, deren Verfahrensablauf und Eigenschaften in Kap. 2.1.4 beschrieben werden.

2.1.2 Einteilung

Grob kann bei den Kunststoffformenstählen zwischen *korrosionsbeständigen* und *nicht-korrosionsbeständigen* unterschieden werden. Für die Auswahl der Stähle für Werkzeuge für die Kunststoffverarbeitung müssen allerdings die unterschiedlichen Anforderungsprofile betrachtet werden. Diese werden u.a. von dem zu verarbeitenden Kunststoff, den Zusatzstoffen und auch dem Verarbeitungsverfahren bestimmt. Zudem spielen konstruktive Betrachtungen eine Rolle, sowie auch Arbeits- und Betriebsbedingungen des Werkzeugs und dessen Wartung.

Aus diesem Grund werden als Stähle für die Kunststoffverarbeitung die unterschiedlichsten Stähle eingesetzt. So kommen neben den klassischen Kunststoffformenstählen auch Kalt- und Warmarbeitsstähle, vereinzelt Schnellarbeitsstähle und Vergütungsstähle zur Anwendung (vgl. Kap. 2.1.1).

Standardmäßig in der Kunststoffverarbeitung eingesetzte Stähle können in folgende fünf Gruppen eingeteilt werden [1]:

- Einsatzgehärtete Stähle
- Ausscheidungsgehärtete Stähle
- Korrosionsbeständige Stähle
- Durchhärtbare Stähle
- Maragingstähle

Auch die BEG bietet eine Vielzahl an unterschiedlichen Kunststoffformenstählen an (siehe Tab. 2.1), orientiert an der Vielfalt der Anforderungen und der unterschiedlichen Beanspruchungen der Werkzeuge .

Die klassischen korrosionsbeständigen Kunststoffformenstähle werden ihrem Gefügestand entsprechend als sog. *martensitische Chromstähle* bezeichnet. Beide in dieser Arbeit betrachteten Stähle sind Vertreter dieser Stahlgruppe und werden in der Regel im weichgeglühten Zustand ausgeliefert und erst nach erfolgter Formgebung fertig wärmebehandelt. Ihr Gefüge besteht aus angelassenem Martensit und ausgeschiedenen Hartphasen, etwa Karbide der Zusammensetzung $M_{23}C_6$ und M_7C_3 oder - in stickstofflegierten Stählen - auch Nitride der Zusammensetzung M_4N oder M_2N .

Tab. 2.1: Auflistung der wichtigsten von der BEG angebotenen Kunststoffformenstähle [37]

BÖHLER Marke	C	Cr	Mo	Ni	V	andere
Korrosionsbeständige Stähle						
M303 EXTRA	0,27	14,50	1,00	0,85	-	+ N
M310 ISOPLAST	0,38	14,30	-	-	0,20	-
M314 EXTRA	0,34	16,00	0,15	0,65	-	Mn = 0,90 S = 0,12
M315 EXTRA	0,05	12,80	-	-	-	Mn = 0,90 Si = 0,20 S = 0,12
M330 VMR	0,35	13,00	-	-	-	-
M333 ISOPLAST	0,28	13,50	-	-	-	+ N
M340 ISOPLAST	0,54	17,30	1,10	-	0,10	+ N
Pulvermetallurgische Stähle						
M390 MICROCLEAN	1,90	20,00	1,00	-	4,00	W = 0,60
Vorvergütete und ausscheidungshärtbare Stähle						
M200	0,40	1,90	0,20	-	-	Mn = 1,50 S = 0,08
M201	0,41	2,00	0,20	-	-	Mn = 1,50
M238	0,38	2,00	0,20	1,10	-	Mn = 1,50
M261 EXTRA	0,13	0,35	-	3,50	-	Mn = 2,00 S = 0,15 Cu = 1,20 Al = 1,20
M461	0,13	0,35	-	3,50	-	Mn = 2,00 Cu = 1,20 Al = 1,20
Einsatzstähle						
M100	0,20	1,10	-	-	-	Mn = 1,20
M130	0,19	1,30	0,20	4,10	-	-
Nitrierstähle						
V350	0,30	2,50	0,20	-	0,15	-
V820	0,36	1,70	0,20	1,00	-	Al = 0,95

2.1.3 Wichtige Legierungselemente

Martensitische Chromstähle gehören einerseits zur Gruppe der Werkzeugstähle, andererseits aber auch zur Gruppe der korrosionsbeständigen Stähle gemäß ihrer Legierungszusammensetzung. Gelegentlich wird diese Stahlgruppe auch als „nichtrostende Kaltarbeitsstähle“ bezeichnet, bspw. von H. Berns in [10].

Da korrosionsbeständige Stähle generell ein komplex aufgebautes Legierungssystem darstellen, muss in Bezug auf die Gefügeausbildung das Verhältnis von austenit- zu ferritstabilisierenden Elementen betrachtet werden. Das Diagramm nach Schaeffler-Delong (Abb. 2.1) nimmt anhand der Legierungselemente eine Klassifizierung der korrosionsbeständigen Stähle vor in

- ferritische
- martensitische
- austenitische Stähle [12].

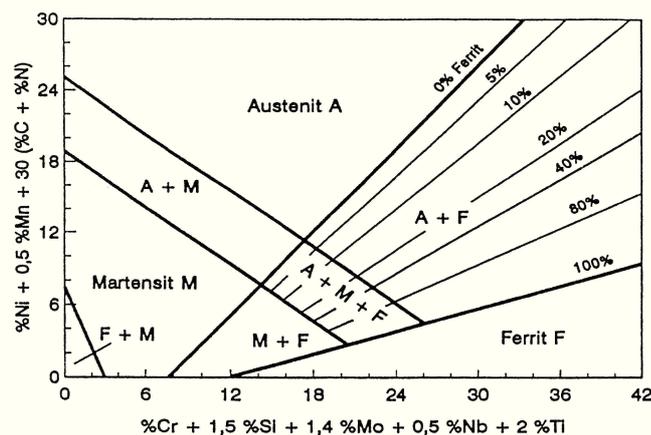


Abb. 2.1: Gefügeausbildung nichtrostender Stähle nach Schaeffler-Delong [13]

Obwohl dieses Diagramm ursprünglich für Schweißungen erstellt wurde, kann damit auch hier eine erste Abschätzung für das zu erwartende Gefüge getroffen werden.

Chrom

Die korrosionsbeständigen Stähle verdanken ihre Korrosionsbeständigkeit ihrem Chromgehalt von über 12%, zu dem in der Regel noch weitere Zusätze je nach den erwünschten Gebrauchseigenschaften legiert werden. Chrom bildet eine oxidische, dichte Deckschicht, welche die Sauerstoffdiffusion nahezu unterbindet und bei Gehalten über 12% seine passivierenden Eigenschaften auf den Stahl überträgt [11]. Es senkt zudem stark die kritische Abkühlgeschwindigkeit und steigert die Verschleiß- und

die Warmfestigkeit sowie die Zunderbeständigkeit [5].

Die Zugabe ferritstabilisierender Elemente wie Chrom oder Molybdän schnürt das γ -Gebiet ab, sodass bis zur Schmelztemperatur ein umwandlungsfreies α -Gefüge vorliegt. Mittels Zugabe austenitstabilisierender Elemente wie z.B. Nickel, Kohlenstoff oder Stickstoff kann das eingeschnürte γ -Gebiet wieder aufgeweitet werden (siehe dazu auch Abb. 2.2).

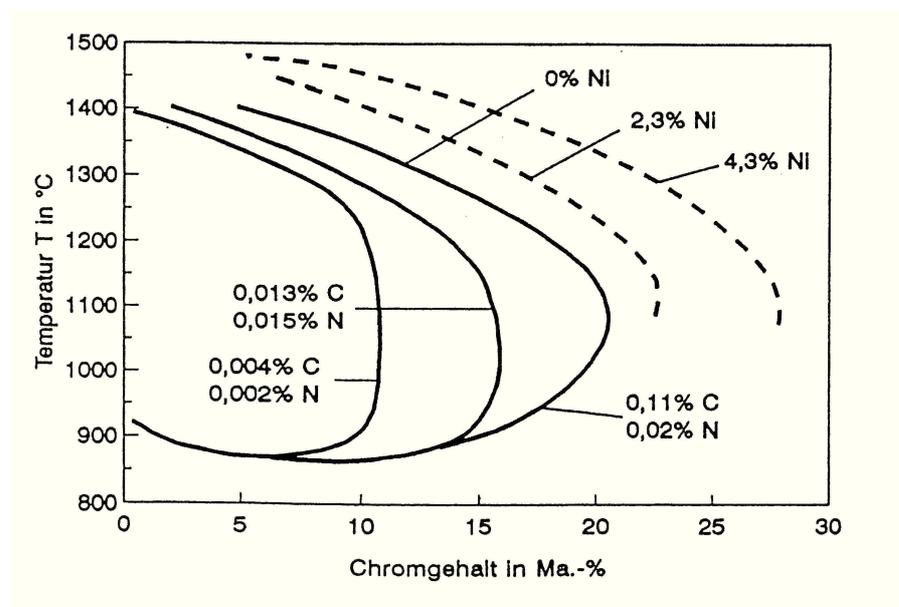


Abb. 2.2: Verschiebung der Phasengrenze zwischen α - und $(\alpha+\gamma)$ -Gebiet im System Eisen-Chrom durch Zugabe von Kohlenstoff, Stickstoff und Nickel [14]

Damit können umwandlungsfähige, härtbare oder vergütbare Stähle hergestellt werden, die ihrem Umwandlungsprodukt entsprechend als martensitische bzw. nickelmartensitische Stähle bezeichnet werden.

Stickstoff

Stickstoff galt lange Zeit als unerwünschtes Begleitelement in Stählen. Es konnten durch den Löslichkeitssprung beim Erstarren Stickstoffblasen (ihrer charakteristischen Ausbildung entsprechend als „Pinholes“ bezeichnet) hinterlassen und damit erheblichen Nachbearbeitungsaufwand verursachen oder Brüche durch Eisen-Stickstoff-Verbindungen auslösen [15]. In Abb. 2.3 ist der Löslichkeitssprung des Stickstoffes beim Phasenübergang von der Schmelze zum festen δ -Bereich gut zu erkennen.

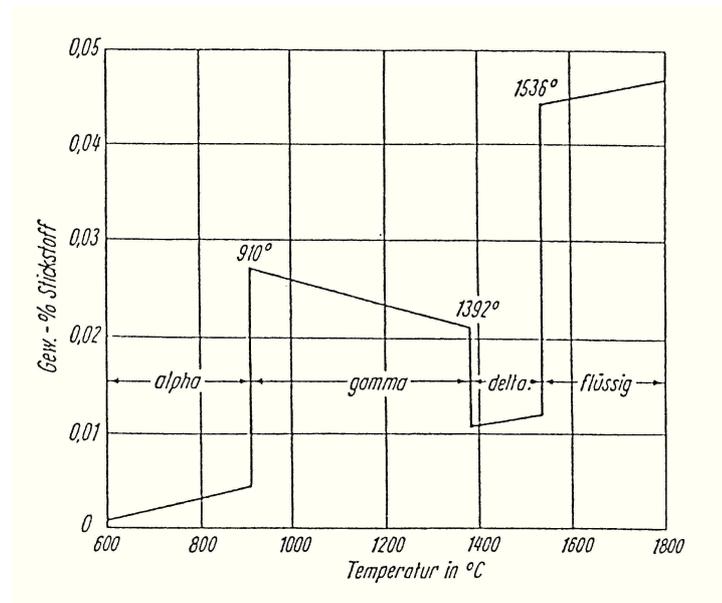


Abb. 2.3: Löslichkeit von Stickstoff in Abhängigkeit von der Temperatur [16]

Mittlerweile seit Jahren wird jedoch die ausgesprochen gute Wirkung von Stickstoff auf die Korrosionsbeständigkeit durch gezieltes Legieren mit Gehalten bis einigen Zehntelprozent ausgenutzt, zunächst bei den austenitischen Stählen [17]. In den letzten Jahren wurde zunehmend versucht, diese positiven Eigenschaften auch auf mit Chrom legierte, martensitische Werkzeugstähle umzulegen. Der günstige Einfluss des Legierungselementes Stickstoff auf das Korrosionsverhalten und die Warmfestigkeit martensitischer Stähle trägt dazu ebenso bei wie die Weiterentwicklung des DESU-Verfahrens und damit die Verfügbarkeit eines geeigneten Aggregats für die Herstellung derartiger Stähle [18].

Die Wirkung des Stickstoffes auf die Eigenschaften von Stahl ist in vielen Bereichen der des Kohlenstoffs vergleichbar, bedingt durch die direkte Nachbarschaft im Periodensystem und damit den ähnlich geringen Atomdurchmessern (0,071 bis 0,082 nm für N bzw. 0,077 bis 0,086 nm für C). Beide können mit Eisen interstitielle, ferritische, austenitische oder martensitische Mischkristalle bilden und sich in Verbindung mit anderen Legierungselementen als Hartphasen ausscheiden [19].

Problematisch bei der Erschmelzung hochstickstoffhaltiger Stähle ist in diesem Fall jedoch die geringe Löslichkeit von Stickstoff (und Kohlenstoff) in ferritischen Mischkristallen.

Während die Löslichkeit von Stickstoff im festen Eisen (sowohl α - als auch γ -Eisen) höher als die Löslichkeit von Kohlenstoff ist, kann in flüssigen Eisenschmelzen jedoch weit weniger Stickstoff als Kohlenstoff gelöst werden (beim Schmelzpunkt von Eisen mit 1536°C lediglich 0,0425% N).

Sowohl im flüssigen als auch im festen Zustand kann die Stickstofflöslichkeit in Eisenbasislegierungen prinzipiell auf zwei Arten erhöht werden [6, 7]:

1. Zugabe von Legierungselementen, vorwiegend Chrom und Molybdän.
2. Variation des N_2 -Partialdrucks, d.h. Er- oder Umschmelzen unter erhöhtem Druck.

Der Einfluss des Legierungselementes Chrom auf die Stickstofflöslichkeit ist in Abb. 2.4 dargestellt, der Einfluss des N_2 -Partialdrucks wird in Kapitel 2.1.4 näher beschrieben.

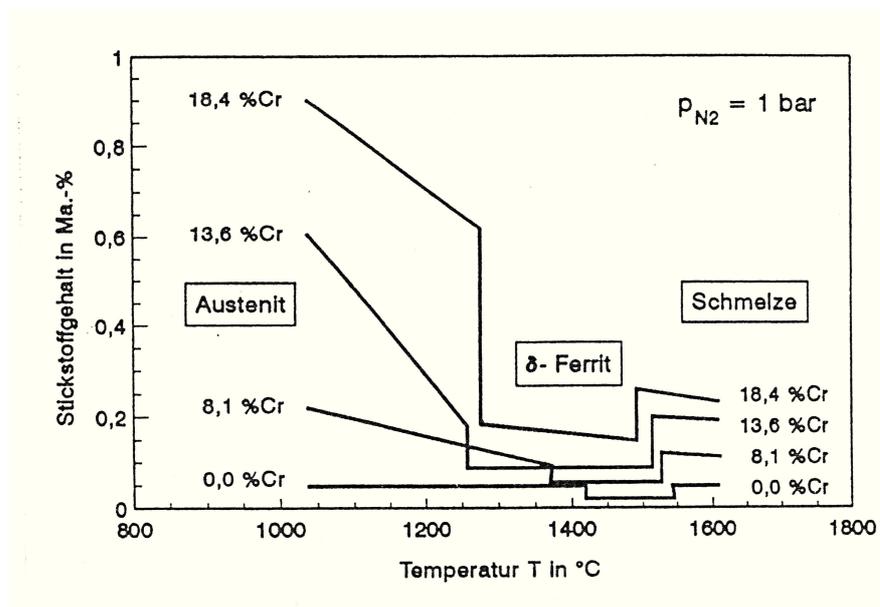


Abb. 2.4: Stickstofflöslichkeit in Eisenbasislegierungen in Abhängigkeit von Chromgehalt und Temperatur [8]

Weitere Legierungselemente

Bei allgemeinerer Betrachtung der für die Kunststoffverarbeitung eingesetzten Stähle (vgl. Tab. 2.1) sind noch andere Legierungselemente zu erwähnen, die je nach den gewünschten Stahleigenschaften in unterschiedlichen Mengen zulegiert werden.

Kohlenstoff kann durch Verbindung mit Eisen und anderen Legierungselementen wie Chrom oder Vanadium Ausscheidungen unterschiedlicher Zusammensetzung bilden (M_3C , M_7C_3 oder $M_{23}C_6$) und stellt somit das wichtigste Legierungselement zur Einstellung von Hartphasen im Gefüge dar. In interstitiell gelöster Form bewirkt er eine tetragonale Verzerrung des α -Eisens und ist somit unverzichtbar für die Bildung des Martensitgitters beim Härten.

Molybdän wird in geringen Mengen zur Verbesserung der Härte und der Zugfestigkeit zugegeben, während Nickel einerseits die Korrosionsbeständigkeit und andererseits die Härte, Zähigkeit und Duktilität verbessert [38].

Vanadium und Wolfram steigern schon in kleinen Mengen durch die Bildung von thermisch sehr stabilen Sonderkarbiden die Festigkeit und Zähigkeit und damit die Verschleißbeständigkeit des Stahles deutlich. Zudem hemmen sie dadurch effektiv unerwünschtes Kornwachstum.

Zur Verbesserung der Zerspanbarkeit werden gelegentlich auch geringe Mengen an Schwefel legiert. Damit ist in weiterer Folge auch die Beigabe geringer Mengen an Mangan erforderlich, wodurch die Rotbruchneigung durch die Bildung tropfenförmiger MnS-FeS-Mischsulfide gemindert werden soll [5].

2.1.4 Herstellung

In Kapitel 2.1.1 wurde schon erwähnt, dass die Anforderung hoher Reinheit und Homogenität auch aufwendigere und damit kostenintensivere Herstellungsverfahren bedingt, in Kapitel 2.1.3 wurde das grundlegende Problem der generell geringen Löslichkeit von Stickstoff in Stahlschmelzen dargestellt. Demzufolge werden heute viele Stähle, darunter auch die im Zuge dieser Arbeit betrachteten Böhler-Stähle M333 ISOPLAST und M310 ISOPLAST, mittels des *Druck-Elektro-Schlacke-Umschmelzverfahrens* hergestellt, welches die Einstellung von Stickstoffgehalten weit oberhalb der Stickstofflöslichkeit bei Atmosphärendruck ermöglicht (etwa 0,12% bis 0,18% bei einem Chromgehalt zwischen 13% und 15%).

Bei diesem Verfahren ist eine ESU-Anlage von einem geschlossenen Rezipienten umgeben und es werden selbstverzehrende Elektroden unter Schutzgas (Ar, N₂) und Druck bis 16 bar umgeschmolzen. Die Zugabe von Stickstoffträgern (bspw. Si₃N₄) erfolgt durch eine Einrichtung in der Seite (**11** in Abb. 2.5). Es kommt keine Hebekokille wie in gewöhnlichen ESU-Anlagen zur Anwendung, sondern das Umschmelzen erfolgt in einer wassergekühlten Standkokille. Eine schematische Darstellung der bei Böhler Edelstahl verwendeten DESU-Anlage gibt Abb.2.5.

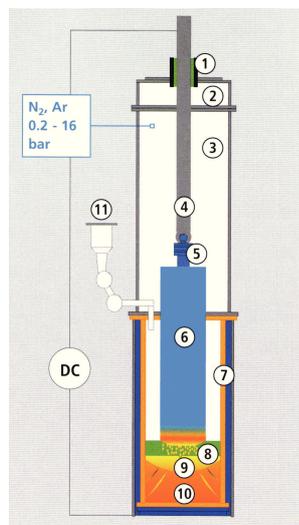


Abb. 2.5: Schema der bei BEG eingesetzte DESU-Anlage [9]. **1** Druckdichtung, **2** Ofenkopf, **3** Zwischenschuss, **4** Elektrodenstange, **5** Pin, **6** Elektrode, **7** Standkokille, **8** Schlacke, **9** Flüssiges Metall, **10** Block, **11** Legierungszugabe, **DC** Stromquelle

Die Elektrode stellt hierbei die umzuschmelzende und aufzustickende Vorlegierung dar, wobei das Aufsticken im DESU-Verfahren nicht über die Gasphase ablaufen kann und demzufolge der Stickstoff kontinuierlich in Form fester Stickstoffträger zugeführt werden muss. Der hohe Druck in der Anlage dient lediglich dazu, den eingebrachten Stickstoff im flüssigen Metallbad in Lösung zu halten.

Abb. 2.6 verdeutlicht den Zusammenhang zwischen Stickstoff-Partialdruck und -Löslichkeit. Nach

dem Sievertschen Quadratwurzelgesetz steigt die Stickstofflöslichkeit praktisch linear mit zunehmendem Chromgehalt der Legierung (vgl. Kapitel 2.1.3) sowie zunehmendem Stickstoff-Partialdruck an [8].

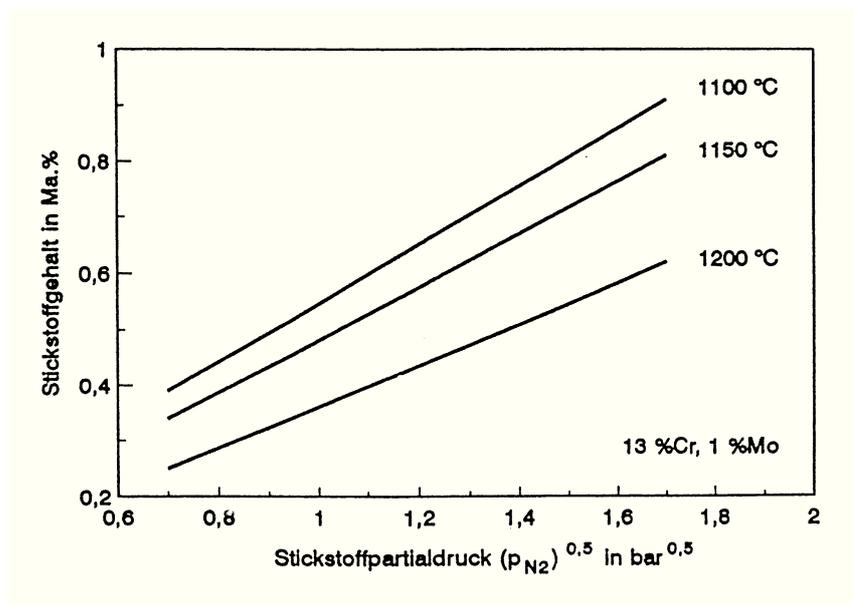


Abb. 2.6: Stickstofflöslichkeit in Eisenbasislegierungen in Abhängigkeit von der Temperatur und dem Stickstoffpartialdruck [8]

Das Umschmelzen in einer DESU-Anlage bietet folgende Vorteile [9]:

- Kein Wasserstoffanstieg
- Stickstoffgehalte bis 0,8% möglich
- Keine Blockseigerung
- Geringste nichtmetallische Einschlüsse
- Geringste Schwefelgehalte
- Geringe Kristallseigerung
- Hervorragende Güteeigenschaften
- Geringer Abbrand von sauerstoffaffinen Elementen

Die Herstellung der in dieser Arbeit betrachteten Stähle beginnt mit der Primärererschmelzung im 50t Elektrolichtbogenofen der BEG. In der nachfolgenden sekundärmetallurgischen Behandlung erfolgt bereits die Einstellung eines sehr hohen Reinheitsgrades der Umschmelzelektroden.

Danach werden sowohl der M310IP, sowie auch der M333IP in der DESU-Anlage umgeschmolzen, die Warmformgebung erfolgt entweder über die Schmiede- oder die Walzlinie. Abschließend werden sie einer Glühbehandlung unterzogen und weichgeglüht als Stabstahl ausgeliefert.

2.1.5 Wärmebehandlung und Ausscheidungsvorgänge

In stickstofflegierten martensitischen Chromstählen kann der Stickstoff entweder in Lösung gehalten oder ausgeschieden werden. Positive Effekte können in beiden Fällen beobachtet werden:

- Im Zuge einer Sekundärhärtung kann *ausgeschiedener* Stickstoff die Warmfestigkeit und die Anlassbeständigkeit von Warmarbeitsstählen beeinflussen.
- *Zwangsgelöster* Stickstoff (im nichtangelassenen oder nur leicht entspannten Martensitgitter) wirkt sich positiv auf den Korrosionswiderstand in nichtrostenden Kaltarbeitsstählen aus.

Trotz der chemischen Ähnlichkeiten der Elemente Kohlenstoff und Stickstoff wird bei stickstofflegierten martensitischen Chromstählen ein gegenüber herkömmlichen martensitischen Stählen abweichendes Ausscheidungsverhalten beobachtet.

Härten

Wird Kohlenstoff teilweise oder gänzlich durch Stickstoff ersetzt, können Änderungen im Umwandlungsverhalten festgestellt werden. Abb. 2.7 stellt diese Änderungen schematisch für einen X50CrMo15 Chromstahl dar, in dem der Kohlenstoff teilweise (strichpunktierte Linie) und gänzlich (strichlierte Linie) durch Stickstoff ersetzt wurde.

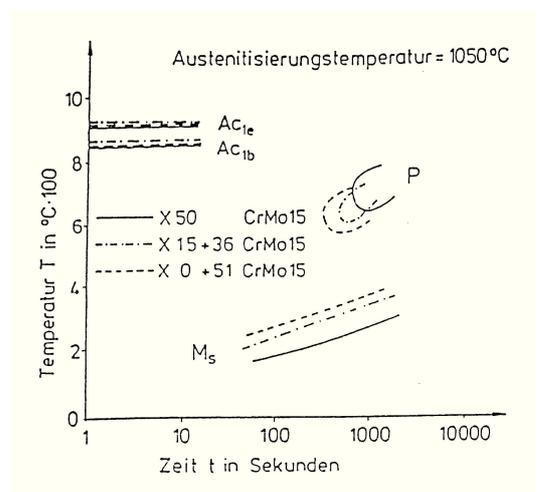


Abb. 2.7: Einfluss des Austausches von Kohlenstoff durch Stickstoff auf das Umwandlungsverhalten des Stahles X50CrMo15 [20]

Die M_s -Temperaturen der verglichenen Stähle steigen aufgrund voreutektoider Ausscheidungen. Nach einer Härtung bei 1250°C konnten im Gefüge des Kohlenstoffstahles X50CrMo15 vorwiegend $M_{23}C_6$, im Stickstoffstahl X0+51CrMo15 jedoch während der Abkühlung gebildete Fe_4N - und Fe_2N -Nitride gefunden werden. Abb. 2.8 zeigt den Einfluss des Austausches von Kohlenstoff durch Stickstoff auf

die Ansprunghärte, die M_S -Temperatur und den Restaustenitgehalt bei verschiedenen Härtetemperaturen.

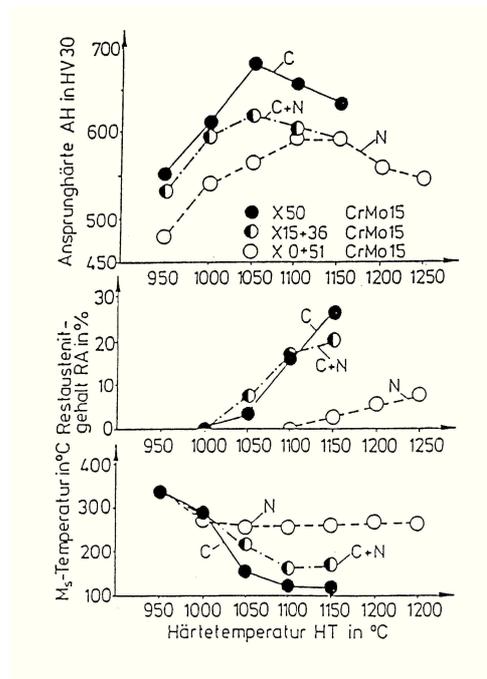


Abb. 2.8: Einfluss des Austausches von Kohlenstoff durch Stickstoff auf Ansprunghärte, Restaustenitgehalt und M_S -Temperatur des Stahles X50CrMo15 in Abhängigkeit der Härtetemperatur [21]

Zusätzlich zur grundsätzlichen Abhängigkeit von Ansprunghärte, Restaustenitgehalt und M_S -Temperatur von der Härtetemperatur, sind beim Ersetzen von Kohlenstoff durch Stickstoff folgende Veränderungen zu beobachten:

- Die Ferritnase verschiebt sich (vgl. Abb. 2.7 und 2.10).
- Die Ansprunghärte bei schnellerer Abkühlung nimmt ab.
- Der Restaustenitgehalt nimmt ab.
- Die M_S -Temperatur steigt (bei gängigen Härtetemperaturen ab 1000°C).

Durchwegs liegt die Ansprunghärte des Kohlenstoffstahles über denen der mit Stickstoff legierten Stähle. Ab einer Härtetemperatur von ca. 1050°C treten im Kohlenstoffstahl hohe Restaustenitanteile auf, im Stickstoffstahl ist diese Temperatur zu etwa 100°C höheren Werten verschoben.

Beachtet müssen in diesem Zusammenhang die unterschiedlichen Atommassen von Stickstoff und Kohlenstoff werden, deren Verhältnis bei $N:C \approx 1,16$ liegt. Um die gleiche Verzerrung der austenitischen Matrix zu erreichen, müssen demzufolge größere Gewichtsanteile an Stickstoff eingebracht werden [10].

Die M_S -Temperatur des Kohlenstoffstahles sinkt mit steigender Härtetemperatur, bedingt durch die zunehmende Karbidauflösung während der Austenitisierung. Jene des Stickstoffstahles bleibt jedoch auf nahezu konstantem Niveau, da Nitride gegenüber den Karbiden eine höhere thermische Stabilität aufweisen. Dies wird auch sehr gut durch den Vergleich der Löslichkeitsprodukte im Austenitgebiet sichtbar (Abb. 2.9).

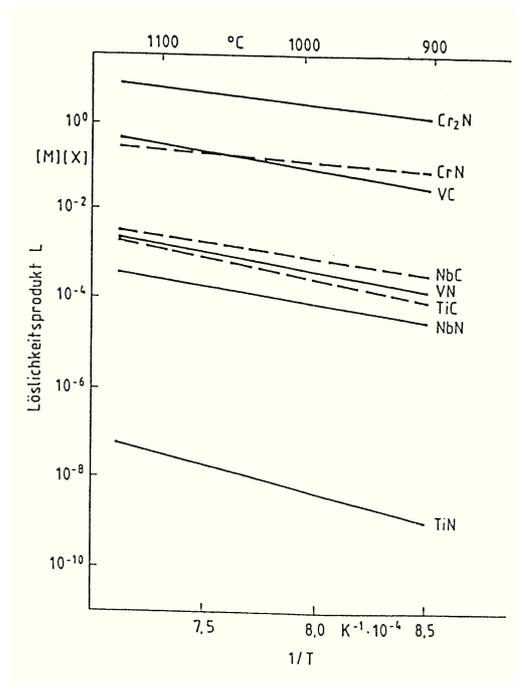


Abb. 2.9: Löslichkeitsprodukte von Karbiden und Nitriden im Austenitgebiet in Abhängigkeit von der Temperatur [21]

Bei Temperaturen zwischen 900°C und 1100°C liegen die Löslichkeitsprodukte von Nitriden um Größenordnungen unter denen der entsprechenden Karbide. Hier wird auch erneut die Problematik druckstickstofflegierter Stähle ersichtlich. Jene Elemente, die die Löslichkeit für Stickstoff in der Schmelze erhöhen, bilden jedoch mit Stickstoff auch thermisch stabile und damit schwer aufzulösende Nitride [21].

Das Umwandlungsverhalten eines stickstofflegierten (strichlierte Linien) Werkzeugstahles im Vergleich zu einem kohlenstofflegierten (durchgezogenen Linien) Werkzeugstahl zeigt das kontinuierliche ZTU-Schaubild in Abb. 2.10.

Die Kombination aus hohem Chrom- und Kohlenstoffgehalt bedingt die Ausscheidung voreutektoider Karbide aus dem Austenit, speziell bei langsameren Kühlraten (rechter Bereich in Abb. 2.10). Diese scheiden sich bevorzugt an den Korngrenzen in schnurförmiger Anordnung aus, wodurch es im Nahbereich der Korngrenzen zu einer Verarmung an Legierungselementen und zur Bildung von sog. Korngrenzenmartensit an den ehemaligen Austenitkorngrenzen kommt. Dies bedingt aufgrund

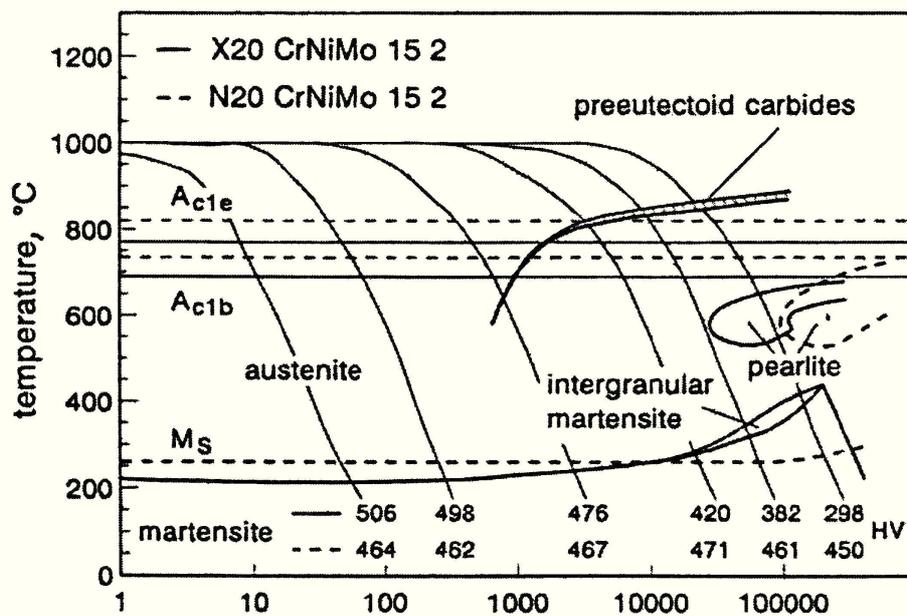


Abb. 2.10: ZTU-Schaubild eines kohlenstofflegierten (X20CrNiMo15-2) und eines stickstofflegierten (N20CrNiMo15-2) Werkzeugstahls bei kontinuierlicher Abkühlung von 1000°C [22]

der Kohlenstoffverarmung die erhöhte M_S -Temperatur und damit auch einen Härteabfall. Im Gegensatz dazu ist die Bildung voreutektoider Ausscheidungen im Stickstoffstahl nahezu vollständig unterdrückt, M_S -Temperatur und Härte somit nahezu unabhängig von der Abkühlgeschwindigkeit (siehe auch Abb. 2.8).

Zudem fällt noch die Verschiebung des Phasengebiets des Perlits zu längeren Zeiten im Stickstoffstahl auf [22].

In diesem Zusammenhang muss auch der *Kühlparameter* λ erwähnt werden. Er beschreibt die Abkühlzeit einer Probe oder eines Bauteils von 800°C auf 500°C:

$$\lambda = \frac{\Delta t [s]}{100} = \frac{t_{800} - t_{500}}{100} \quad (2.1)$$

Das bedeutet, dass hohen Kühlraten geringe Abkühlzeiten und damit einem kleinen Kühlparameter λ entsprechen.

Anlassen

Auch beim Anlassen des Härtegefüges zeigen kohlenstoff- und stickstofflegierte Stähle unterschiedliches Verhalten. Am Beispiel nichtrostender Kaltarbeitsstähle ist das in Abb. 2.11 dargestellt.

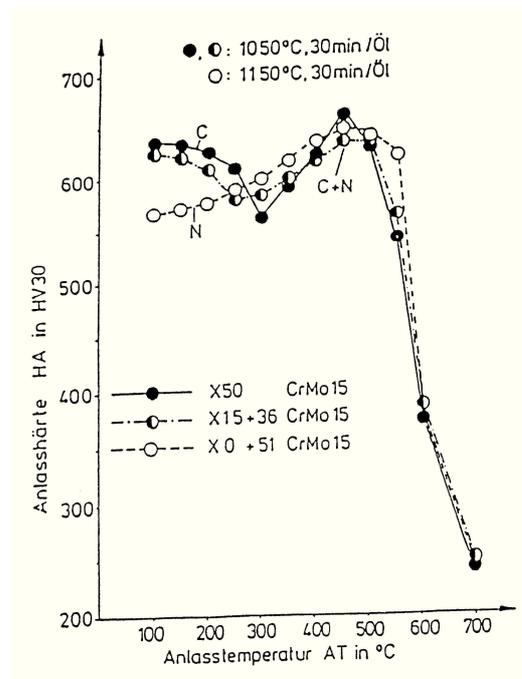


Abb. 2.11: Einfluss des Austausches von Kohlenstoff durch Stickstoff auf das Anlassverhalten des Stahles X50CrMo15 [21]

Schon im unteren Anlasstemperaturbereich steigt die Härte stickstoffhaltiger Legierungen stetig an, im Gegensatz zu konventionellen Stählen, welche zunächst an Härte verlieren. Zudem ist das Sekundärhärtemaximum zu geringfügig höheren Temperaturen verschoben und fällt im Vergleich zu äquivalenten Kohlenstoffstählen (Warmfeste Stähle, Warmarbeitsstähle) in Verbindung mit Niob oder Vanadium auch höher aus [10]. Eine Darstellung der Vorgänge während des Anlassens in einem kohlenstofflegierten (X50CrMo15) und einem stickstofflegierten (X0+51CrMo15) Chromstahl gibt Abb. 2.12.

Bereits bei sehr geringen Anlasstemperaturen ($<100^{\circ}\text{C}$) bilden sich im Stickstoffmartensit feine kohärente Fe_{16}N_2 -Nitride. Diese führen zu einer zusätzlichen Verspannung des Martensits und bedingen damit bereits einen Anstieg der Härte. Mit zunehmender Anlasstemperatur verlieren diese Ausscheidungen an Kohärenz, bis sie schließlich in Fe_4N -Nitrid übergehen. Ermöglichen die Anlasstemperaturen eine erhöhte Beweglichkeit substituierter Atome im Gitter, entstehen meist chromreiche, feindispers verteilte Mononitride. Diese können sich kohärent an Versetzungen bilden und haben stark sekundärhärtende Wirkung, was auch durch das Ausscheiden von molybdänreichen M_2N -Phasen bei

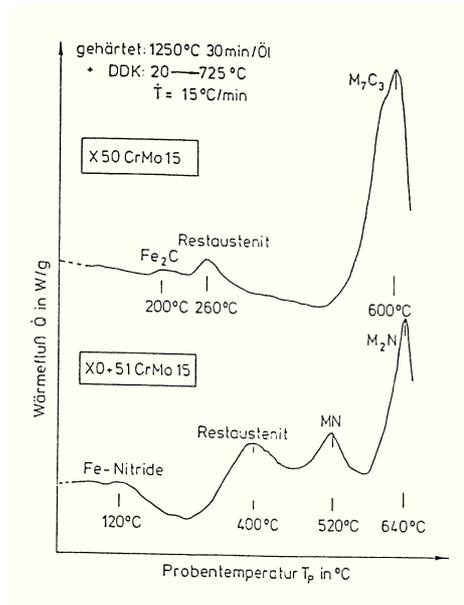


Abb. 2.12: DDK(Differenzkalorimetrie)-Kurven der Stähle X50CrMo15 und X0+51CrMo15 mit Kennzeichnung der Ausscheidungen [10]

etwas erhöhten Temperaturen noch unterstützt wird.

Mit der Anlasstemperatur steigt die Ausscheidungsmenge der Nitride, die in optimaler Verteilung und Größe zur Aushärtung beitragen und bei etwa 450°C ihr Aushärtemaximum erreichen. Zwischen 450°C und 500°C gehen die Ausscheidungen in die Gleichgewichtsphase M₂N über, wobei hier M fast zur Gänze für Chrom steht und die dadurch auch als Cr₂N bezeichnet werden kann [10]. Bei einer Anlasstemperatur über 500°C setzt Teilchenvergrößerung ein und die Härte fällt deutlich ab [23].

Bemerkenswert ist, dass der gesamte Ausscheidungsvorgang in stickstofflegierten Stählen verzögert abläuft. Als direkte Konsequenz daraus sind sowohl die Bildung chromreicher Korngrenzenausscheidungen als auch die Auflösung der metastabilen eisenreichen Ausscheidungen gegenüber Kohlenstoffstählen zu etwa 50°C höheren Temperaturen verschoben. Zudem kann in Stickstoffstählen, im niedrig wie im hoch angelassenen Zustand, stets eine wesentlich geringere Ausscheidungsgröße festgestellt werden, was auf die hohe Kohärenz der Nitride und deren maßvolles Teilchenwachstum begründet ist [23].

Das durch die gleichmäßige Hartphasenverteilung entstehende homogene Gefüge wirkt sich so positiv auf das Eigenschaftsprofil der Kunststoffformenstähle aus.

2.2 Bruchverhalten und Zähigkeit

2.2.1 Brucharten

In den vorhergehenden Kapiteln wurde hauptsächlich auf die Härte von Kunststoffformenstählen eingegangen, jedoch ist neben der Härte auch die Zähigkeit eine wesentliche Eigenschaft von Werkzeugstählen. Sie hat großen Einfluss auf die Lebensdauer von Werkzeugen, zum einen durch die Vermeidung spröder Brüche bei Belastungen im kalten Anfahrzustand, zum anderen auch durch den Abbau von im Betrieb auftretenden Spannungsspitzen durch plastische Verformung [24].

Letztgenanntes wird auch am häufigsten als Definition für „Zähigkeit“ verstanden, wenngleich man in der Literatur auch andere Definitionen dafür finden kann. Daraus folgt direkt, dass die Zähigkeit keine Werkstoffkenngröße ist, sondern ein Sammelbegriff für alle Einflüsse auf die Bruchsicherheit [25]. Generell wirken sich zwei Faktoren auf die Zähigkeit von metallischen Werkstoffen aus:

1. Äußere Bedingungen
2. Chemische Zusammensetzung und Gefüge

Äußere Bedingungen können dabei Geometrie und Prüftemperatur der Probe oder Verformungsgeschwindigkeit sein, während werkstoffspezifische Einflussgrößen auf die Zähigkeit durchwegs verbunden sind mit der chemischen Zusammensetzung und der Wärmebehandlung des Werkstoffes. Herrschen beispielsweise in Seigerbereichen ungünstige Erstarrungsbedingungen, so kann es zu Primärkarbidausscheidungen kommen, die auch bei hohen Austenitisierungstemperaturen nicht mehr vollständig rückgelöst werden [27]. Diese können wie auch Kristallseigerungen oder Korngrenzenkarbide bei sonst konstant feinem Gefüge die Zähigkeit speziell bei größeren Werkzeugabmessungen massiv verringern [24].

Im gehärteten Zustand entspricht die sichtbare Korngröße der beim Austenitisieren eingestellten Austenitkorngröße, welche durch die beim Härten gewählte Austenitisierungstemperatur und Haltezeit bestimmt wird. Vergrößern die Austenitkörner durch ungünstig gewählte Glühbedingungen, kann ein deutlicher Zähigkeitsabfall beobachtet werden [27].

Polykristallines Material besteht aus Kristallen (Körnern), die entlang der Korngrenzen miteinander verbunden sind. Die Kristalle untereinander haben anisotrope Eigenschaften, zudem weichen auch die Eigenschaften der Korngrenzen von denen der Körner ab, bspw. aufgrund von Ausscheidungen. Darüberhinaus sind in jedem realen Material von Anfang an eine gewisse Anzahl an Defekten in unterschiedlichen Größenordnungen vorhanden.

In polykristallinen Werkstoffen können zur Bildung von Mikrorissen - den Ausgängen des Bruches - im zunächst rissfreien Material unterschiedliche Mechanismen zum Tragen kommen, eine Trennung der Atomebenen ohne begleitende Versetzungsbewegung kommt hier kaum vor. Demnach ist

Mikrorissbildung und -ausbreitung praktisch immer mit mehr oder weniger stark ausgeprägten mikroplastischen Vorgängen, d.h. mit der Bewegung von Versetzungen, verbunden [34].

Prinzipiell kann - bei Herbeiführung des Bruches durch einmalige Überlastung, sog. Gewaltbrüchen - zwischen zwei Brucharten unterschieden werden, die Rückschlüsse auf die Zähigkeit von Werkstoffen zulassen:

1. Verformungslose oder verformungsarme Sprödbrüche
2. Verformungsbrüche

Hierbei stellt der Spröd- oder Trennbruch durch sein plötzliches Einsetzen - ohne Vorwarnung durch plastische Verformung - und durch die geringe benötigte Energie für seine Entstehung die im Betrieb weitaus größere Gefahr dar. Seine Ausbreitungsgeschwindigkeit kann in Stählen Schallgeschwindigkeit (longitudinal nahezu 6000 m/s [39]) erreichen, womit dieser Bruch zu schweren Schadensfällen führen kann [33]. Zwei Vorgänge spielen eine wesentliche Rolle, die die verformungsarme Bruchbildung begünstigen [28]:

1. Ausbildung hoher örtlicher Spannungskonzentrationen, z.B. durch Zwillingsbildung oder Versetzungsaufstauungen mit hoher Versetzungszahl
2. Örtliche Erniedrigung der Bindungsstärke, z.B. durch Korngrenzensegregation und -ausscheidung.

Der Sprödbruch kann *transkristallin* oder *interkristallin* verlaufen. Der *transkristalline Sprödbruch* (oder auch Spaltbruch) entsteht durch die Trennung von Kristallebenen innerhalb eines Korns (Spaltflächen) und breitet sich in gleicher Weise über den ganzen Querschnitt der Probe aus. Demzufolge ändert er an jeder Korngrenze seine Orientierung geringfügig. Ein transkristalliner Riss durch einen polykristallinen Werkstoff ist schematisch in Abb. 2.13 dargestellt.

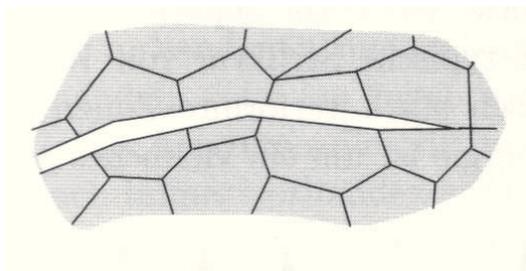


Abb. 2.13: Schematische Darstellung eines transkristallinen Risses [34]

Der Spaltbruch ist makroskopisch verformungslos, obwohl seine Entstehung - wie schon erwähnt - immer mit Mikroplastizität verbunden ist. Die Bewegung von Versetzungen in einem Korn führt zu einem Versetzungsaufstau vor Hindernissen, z.B. Korngrenzen, nichtmetallischen Einschlüssen oder

Ausscheidungen, wodurch ein Spannungsfeld entsteht, welches bei genügend großer Spannung einen Mikroriss erzeugt. Im Rasterelektronenmikroskop sind Spaltbrüche gut an ihren glatten, durch die einzelnen Körner längs kristallographischer Ebenen durchgehenden Bruchflächen erkennbar [26]. Sind die Korngrenzen durch Ausscheidungen oder Verunreinigungen versprödet, die Bindungen entlang der Korngrenzen also hinreichend schwach, kann es zu einem *interkristallinen Sprödbbruch* kommen [33, 34]. Abb. 2.14 stellt schematisch einen interkristallinen Riss dar.

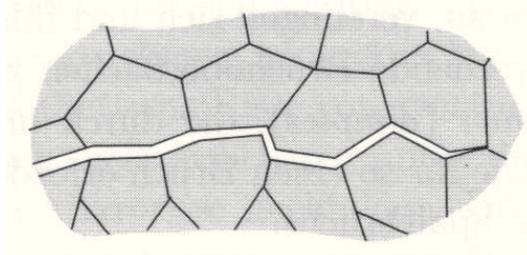


Abb. 2.14: Schematische Darstellung eines interkristallinen Risses [34]

Das bevorzugte Aufreißen entlang von Korngrenzen stellt sich meist als Folge einer *ungeeigneten Wärmebehandlung* ein und kann im Wesentlichen zwei Ursachen haben:

1. Bestimmte *grenzflächenaktive* Elemente wie P, Sn, As, Sb, die im Allgemeinen als schädliche Verunreinigungen nur in Spuren im Werkstoff enthalten sind, haben sich durch Diffusion an den Korngrenzen angereichert.
2. *Spröde Ausscheidungen* belegen die Korngrenzen in Form zusammenhängender, brüchiger Filme oder als Einzelteilchen in großer Dichte.

Da ein interkristalliner Bruch durch Korngrenzausscheidungen verursacht wird, besteht die Möglichkeit, die Bruchempfindlichkeit durch eine zweckmäßige Wärmebehandlung zu beseitigen. Diese muss zunächst eine Auflösung der Ausscheidungen bewirken und anschließend durch im Allgemeinen rasche Abkühlung die (Wieder-)Ausscheidung an den Korngrenzen vollständig oder zumindest weitgehend unterdrücken. Bei rasterelektronenmikroskopischer Betrachtung zeigt das Bruchbild die Korngrenzflächen und lässt den interkristallinen Bruch eindeutig als solchen erkennen (vgl. Abb. 2.15).

Beide genannten Arten des verformungsarmen Bruches verlaufen makroskopisch spröd und sind mit keinen oder sehr geringen makroskopisch inelastischen Deformationen verbunden. Zudem absorbieren sie beim Bruchvorgang nur relativ geringe Energiemengen, weswegen dieser verformungsarme Bruch auch oft mit „sprödem“ Werkstoffverhalten gleichgesetzt wird.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass Sprödbbruchverhalten u.a. auftritt [28]:

- in krz Metallen unterhalb $T_{\ddot{u}}$ in Verbindung mit verminderter Versetzungsbeweglichkeit und Zwillingsbildung
- in Metallen mit niedriger Stapelfehlerenergie, mit Überstruktur und mit kohärenten Ausscheidungen, die ebene Gleitung begünstigen bzw. Quergleitung erschweren: Gleitebenenbruch
- im Fall von Korngrenzenversprödung durch Segregation oder Ausscheidung von spröden Phasen an Korngrenzen: Interkristalliner Sprödbbruch
- bei den meisten intermetallischen Phasen mit Verbindungsstrukturen: Transkristalliner Spaltbruch.

Die Abbildung 2.15 zeigt rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen typischer Spaltbruchmorphologien [26]. Bei Werkstoffen mit kfz Gitter wie z.B. austenitischen Stählen findet man keinen Spaltbruch, selbst wenn der Bruch nach geringer Verformung erfolgt (bei tiefen Temperaturen und hochfesten Werkstoffen).

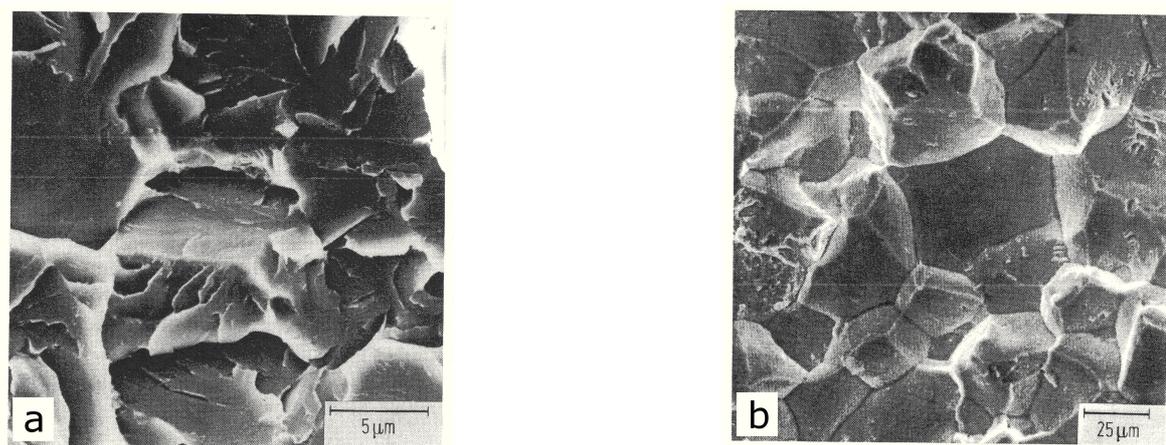


Abb. 2.15: Aufnahme eines (a) transkristallinen und (b) interkristallinen Spaltbruchs mit dem Rasterelektronenmikroskop [26]

Ein Versetzungsaufstau bewirkt nicht nur eine Spannungskonzentration, sondern er kann auch als die Ursache für die Bildung submikroskopischer Löcher und Poren verantwortlich gemacht werden. Die Vereinigung von Versetzungen führt zur Bildung und zum Wachstum von Hohlräumen. Kristalline Werkstoffe sind häufig mehrphasig. Sie enthalten eine hohe Zahl von Partikeln, die an den Korngrenzen oder in den Kristallen eingebettet sind. In ihrer Umgebung kommt es bei hinreichender Mobilität der Versetzungen vor einer Mikrorissbildung zunächst zu plastischen Deformationen. Der damit verbundene Versetzungsstau führt dann zur Bildung und zum Wachstum von Hohlräumen um die Partikel, deren Bindungen zur umgebenden Matrix werden gelöst. Mit zunehmender makroskopischer Deformation wachsen die Löcher durch mikroplastisches Fließen an, vereinigen sich und

führen auf diese Weise zur Separation. Schematisch ist dieser Vorgang in Abb. 2.16 dargestellt, er ist bezeichnend für einen *Verformungsbruch*, auch oft Duktil- oder Gleitbruch genannt.

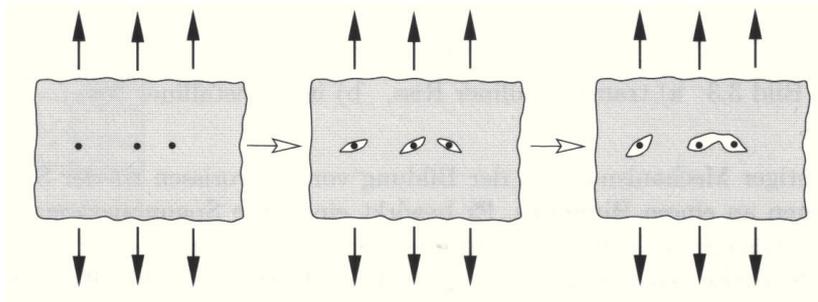


Abb. 2.16: Bildung und Vereinigung von Hohlräumen an Ausscheidungen oder nichtmetallischen Einschlüssen [34]

Die dem Duktilbruch vorausgehende Poren- und Hohlraumbildung wird wesentlich von im Gefüge befindlichen weniger plastischen oder nichtplastischen Teilchen beeinflusst, im Speziellen von der Menge, Größe, Form und Verteilung dieser Teilchen.

Die Verformung wird reduziert durch [35]:

- zunehmende Mengenanteile
- nadel- oder plattenähnliche Formen
- ungleichmäßige, grobe Verteilungen

Entsprechende Bruchoberflächen zeigen eine typische Struktur von unregelmäßigen Waben oder Grübchen, die durch mikroplastisch stark verformte Zonen getrennt sind. Abb. 2.17 zeigt eine REM-Aufnahme der typischen Bruchfläche eines Duktilbruchs.

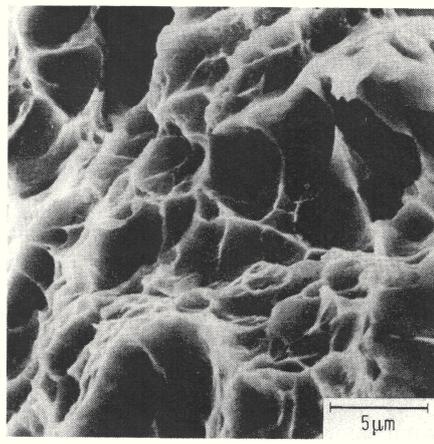


Abb. 2.17: Aufnahme eines Verformungsbruchs mit dem Rasterelektronenmikroskop [26]

In der Regel ist die für einen derartigen Bruch erforderliche Energie um ein vielfaches größer als die des verformungslosen oder verformungsarmen Bruchs, das Bruchverhalten des Werkstoffes wird demzufolge auch als „zäh“ bezeichnet. Verformungsbrüche spielen in der Praxis als Ursache für Bauteilschäden eine untergeordnete Rolle, weil bei duktilen Werkstoffen bereits Beanspruchungen, die erheblich unter der Bruchspannung liegen, ein Werkstoffversagen durch untragbar große (plastische) Verformung herbeiführen.

Die meisten krz-Metalle, sowie viele hdp-Metalle zeigen einen temperaturabhängigen Übergang von duktilem zu sprödem Bruchverhalten bei der sog. *Übergangstemperatur* $T_{\ddot{u}}$. Unterhalb dieser Temperatur erfolgt der Bruch durch Spaltung, bei krz-Metallen auf $\{100\}$ -Ebenen, den Würfelflächen ihrer Elementarzelle. Dieses Verhalten ist schematisch in Abb. 2.18 dargestellt.

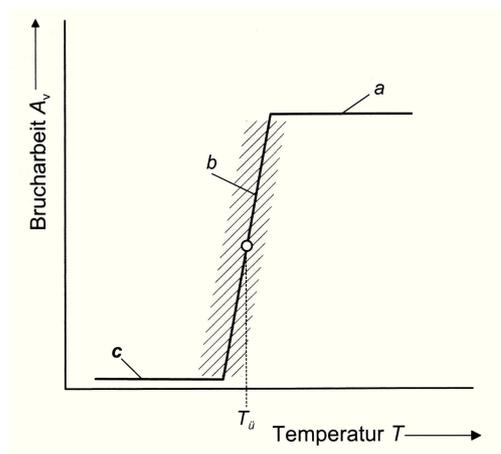


Abb. 2.18: Einfluss der Temperatur auf das Bruchverhalten kubisch-raumzentrierter Metalle
a: Hochlage, **b:** Übergangsbereich, **c:** Tieflege. $T_{\ddot{u}}$: Übergangstemperatur [35]

Ausgangspunkt dieser Temperaturversprödung ist die mit sinkender Temperatur erheblich zunehmende Blockierungswirkung der Einlagerungsatome auf die Versetzungsbewegung. Mit der Erschwerung mikroplastischer Vorgänge gehen dann alle die Rissbildung und -ausbreitung hemmenden Effekte wie Spannungsabbau, Kerbausrundung, Erhöhung der Brucharbeit zunehmend verloren.

$T_{\ddot{u}}$ hängt bei gegebener chemischer Zusammensetzung des Werkstoffs in beachtlichem Maße ab von [35]:

- Zunehmender Mehrachsigenitätsgrad
- Zunehmende Beanspruchungsgeschwindigkeit
- Zunehmende Vergrößerung der Gefügebestandteile

Zu den Gefügebestandteilen zählt neben den spröden Ausscheidungen auch das Matrixkorn. Bei einem *groben Korn* stehen den Versetzungen zwischen ihrer Quelle und einer aufstauenden Korngrenze lange Laufwege zur Verfügung. Dadurch werden mehr aufgestaute Versetzungen an einer Anrissbildung beteiligt, sodass generell größere Anrisse als bei kleinen Körnern entstehen können.

2.2.2 Instrumentierter Schlagbiegeversuch

Die (Kerb-)Schlagbiegeprüfung eignet sich vorwiegend für die Feststellung der Trennbruchneigung eines Werkstoffes und für die Überwachung der Güte und Gleichmäßigkeit von Wärmebehandlungen. Das Prinzip der Schlagbiegeprüfung (schematisch dargestellt in Abb. 2.19) beruht auf der Tatsache, dass bei jedem Bruch Energie absorbiert bzw. Arbeit verrichtet wird.

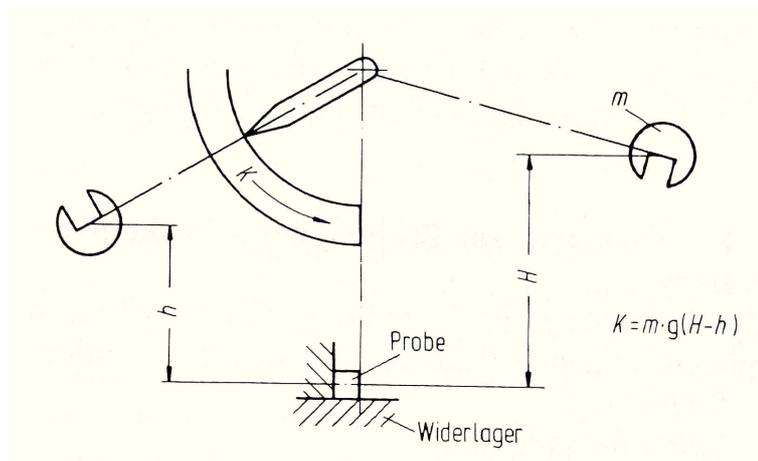


Abb. 2.19: Schematische Darstellung des (Kerb-)Schlagbiegeversuchs [33]

Beim Schlagbiegeversuch wird ein Pendelschlagwerk eingesetzt, bei dem der Pendelhammer von einer vorgegebenen Höhe H herunterfällt. Das mit der Höhe H verbundene Arbeitsvermögen beträgt in der Regel 300 J. In seinem tiefsten Punkt trifft das Pendel auf die Stirnfläche einer Probe, beim Durchschlagen oder Durchziehen der Probe durch das Widerlager wird ein Teil der Pendelenergie für die Schlagarbeit K verbraucht, die unmittelbar am Gerät abgelesen werden kann.

Besondere Bedeutung hat dieses Prüfverfahren bei Stahl, weil sich in nicht-austenitischem Stahl die

schon in Kap. 2.2.1 erwähnte Abhängigkeit von der Prüftemperatur ergibt. Während in der Hochlage (Prüftemperatur $> T_{\ddot{u}}$) Verformungsbrüche und in der Tieflage (Prüftemperatur $< T_{\ddot{u}}$) Trennbrüche auftreten, kommt es im Übergangsbereich des Steilabfalls zu sog. Mischbrüchen. In der Nähe dieses Steilabfalls streuen die gemessenen Werte der Schlagarbeit stark, während sowohl in der Hoch- als auch in der Tieflage geringe Streuungen auftreten. Die Werte betragen in der Tieflage ca. 10 J und in der Hochlage je nach Werkstoffzustand 100 J bis 300 J.

Durch *instrumentierte Schlagbiegeversuche* wird versucht, die Aussagekraft der Prüfung zu erhöhen indem während des Schlagvorgangs der Kraft- und der Verformungsverlauf gemessen wird. In Abb. 2.20 sind schematisch mögliche Verläufe derartiger Kraft-Verformung-Kurven dargestellt.

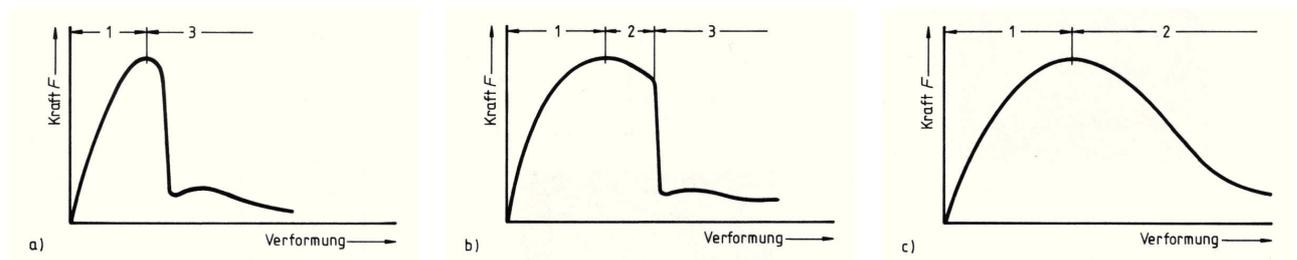


Abb. 2.20: Schematische Darstellung möglicher Kraft-Verformung-Kurven beim instrumentierten Schlagbiegeversuch [33]

(a) Sprödbbruch: geringer Energiebedarf

(b) Mischbruch mit Rissauslösung beim Übergang vom Verformungs- zum Sprödbbruch

(c) Verformungsbruch: großer Energiebedarf

1: Rissbildung, 2: stabile Rissausbreitung, 3: instabile Rissausbreitung

Damit ist es nicht nur möglich, die für die Rissbildung erforderliche Energie zu bestimmen, sondern auch die bei Rissbildung vorhandenen Spannungen und die Bedingungen für die Rissauslösung. Gut erkennbar ist, dass die Rissausbreitungsenergie bei zähem Werkstoff und die Rissbildungsenergie deutlich größer sind als der Energiebedarf für instabile Rissausbreitung [33].

2.3 Mikrostrukturelle Einflüsse auf das Versprödungsverhalten

Bis zum jetzigen Zeitpunkt konnten keine Artikel gefunden werden, die sich auf zähigkeitsreduzierende Einflüsse der Mikrostruktur bei Kunststoffformenstählen beziehen. Allerdings existieren viele Artikel, die Zusammenhänge zwischen Wärmebehandlung, Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften von anderen Werkstoffen charakterisieren.

In Kap. 2.2.1 wurde erläutert, dass zwei Vorgänge eine verformungsarme Bruchbildung und damit eine geringe Zähigkeit in metallischen Werkstoffen begünstigen können, nämlich eine hohe örtliche Spannungskonzentrationen durch Versetzungsaufstauungen mit hoher Versetzungszahl und eine örtliche Erniedrigung der Bindungsstärke, bspw. durch Korngrenzensegregation und -ausscheidung.

Im Folgenden soll kurz auf wissenschaftliche Artikel eingegangen werden, in welchen zähigkeitsreduzierende Effekte behandelt werden, die in ähnlicher Form auch in dieser Arbeit eine Rolle spielen könnten.

Versprödung durch voreutectoide Karbidausscheidungen

Erst vor kurzem wurde ein Artikel von Mayer et al. veröffentlicht, in dem diese Zusammenhänge in Bezug auf einen Warmarbeitsstahl untersucht wurden [29]. Der betrachtete Werkstoff war in diesem Fall mit dem Böhler W400VMR ein Warmarbeitsstahl, entsprechend X37CrMoV5-1.

Basierend auf dem ZTU-Diagramm wurden unterschiedliche - zu martensitischem oder gemischt martensitisch-bainitischem Gefüge führende - Härteverfahren angewandt, die entstehende Mikrostruktur basierend auf REM- und TEM-Aufnahmen erforscht.

Es konnte festgestellt werden, dass sich der Bruchmechanismus in den Proben änderte. Von duktiler Bruchmorphologie in der rein martensitischen Probe über einen Mischbruchtyp bis hin zu einem interkristallinen Bruchbild bei der Probe mit der niedrigsten Kühlrate und damit dem größten Anteil an bainitischer Phase. Auch konnten hier die früheren Austenitkorngrenzen und eine erhöhte Anzahl an Ausscheidungen an diesen gesehen werden.

Im TEM konnte bei der Probe mit der höchsten Kühlrate ein Gefüge aus angelassenem Martensit mit sehr feinen Martensitnadeln und *darin eingebetteten Primärkarbiden und Sekundärphasenpartikeln* festgestellt werden. Bei den anderen Proben konnte zusätzlich noch Bainit mit kleinen nadelförmigen *Cr-Mo- und V-Mo-reiche Karbidausscheidungen* gefunden werden, welche sich mit abnehmender Kühlrate immer zahlreicher *an den früheren Austenitkorngrenzen* bildeten.

Als Zusammenfassung dieses Artikels kann gesagt werden, dass sich eine gemischte Mikrostruktur und damit verbunden das zunehmende Vorhandensein von Karbidausscheidungen an den ehemaligen Austenitkorngrenzen äußerst negativ auf die Zähigkeit des betrachteten Stahles auswirkt. Der Riss kann sich leichter entlang der geschwächten Korngrenzen ausbreiten und somit wird auch das Bruchverhalten direkt von der Abkühlgeschwindigkeit beeinflusst.

Anlassversprödung

Als „500°C-“ oder Anlassversprödung, welche speziell im Temperaturbereich von $\approx 450^\circ\text{C}$ bis 530°C auftreten kann, bezeichnet man eine Erniedrigung der Zähigkeit durch eine Anreicherung der Austenitkorn Grenzen mit Spurenelementen oder Karbiden, besonders bei Mn-, CrMn- und CrNi-Stählen. In der Regel wird diesem Effekt durch Zulegieren von geringen Mengen Mo oder W entgegen gewirkt [40].

Li et al. konnten bei Untersuchungen zur Dynamik von Anlassversprödung in einem Stahl der Zusammensetzung 12Cr1MoV feststellen, dass für die Segregation von Begleitelementen eine sog. kritische Zeit t_c auftritt [30]. So lange die Haltezeit unter t_c bleibt, ist der Prozess der Segregation und damit die Diffusion von Komplexverbindungen zu den Korngrenzen dominant. Die Konzentration des Segregationselements (in diesem Artikel Phosphor) nimmt anfangs stark, im weiteren Verlauf jedoch immer langsamer zu, gleiches gilt für die Zähigkeitsabnahme. Überschreitet die Haltezeit die kritische Zeit t_c , tritt der gegenteilige Effekt in Kraft und die Desegregation und damit die Diffusion der Phosphoratom e von den Korngrenzen in das Korninnere ist dominant. Damit nimmt die Phosphorkonzentration an den Korngrenzen wieder ab, die Zähigkeit wieder zu. Bei unterschiedlichen Haltezeiten t konnten auch unterschiedliche Bruchmechanismen beobachtet werden:

- $t < t_c$: Vorherrschend war transkristalliner und interkristalliner Bruchcharakter.
- $t \approx t_c$: Beobachtet wurde ausschließlich interkristalliner Bruch und die höchste auftretende Versprödung.
- $t > t_c$: Die Bruchflächen zeigten hauptsächlich transkristallinen Spaltbruch.

Stabilisierung der Korngrenzen durch Karbide

Wie schon zu Beginn des Kapitels erwähnt, können auch Versetzungsaufstauungen mit hoher Versetzungszahl eine deutliche Zähigkeitsverring erung bewirken. Speziell in einem groben Gefüge mit großen Körnern können sich viele Versetzungen an den Korngrenzen aufstauen und damit zu hoher Spannungskonzentration führen.

Markoli und Spaić untersuchten die Auswirkungen des Anlassens auf die Mikrostruktur und Härte eines ledeburitischen X155CrVMo12.1 Chromstahles [31]. Dieser wurde bei 1025°C für 30 Minuten austenitisiert, in Öl abgekühlt und danach für 90 Minuten bei unterschiedlichen Temperaturen angelassen.

Beim Vergleich der Mikrostrukturen bei einer Variation der Anlasstemperatur von $500\text{-}530^\circ\text{C}$ konnte beobachtet werden, dass sich die Sekundärhärtepartikel zunächst als kohärente $M_{23}C_6$ - und MC-Karbide an den ehemaligen Austenitkorn Grenzen und an der Oberfläche der Martensitlatten ausschei-

den. Bei erhöhten Temperaturen und längeren Haltezeiten befinden sich der angelassene Martensit und die ausgeschiedenen Karbide in einem Gleichgewichtszustand. Es zeigen sich eine ferritische Matrix und allmählich überalterte Karbide. Noch höhere Anlasstemperaturen ab 550°C beschleunigen die Überalterung stark, das Korn beginnt rasch zu vergrößern.

Am Ende des Artikels wird die Wichtigkeit der Karbide für die Zähigkeit betont: Die gefundenen überalterten $M_{23}C_6$ - und MC-Karbide an den Korngrenzen deuten darauf hin, dass diese Karbide eine starke Behinderung für das Kornwachstum darstellen und konnten damit als wichtiger Faktor für die thermische Stabilität des Stahles bestätigt werden.

Es existieren noch zahlreiche weitere Artikel zu diesen Themen, jedoch ist anhand dieser wenigen, aktuellen Beispiele schon ersichtlich, wie groß die Einflüsse von Ausscheidungen und Fremdelementen an den Korngrenzen auf die Zähigkeit und Härte von Stählen sind und wie komplex die metallkundlichen Vorgänge dahinter sein können.

So kann ein allgemein als spröde betrachtetes martensitisches Gefüge deutlich höhere Zähigkeit zeigen als ein bainitisches, sofern dieses durch Karbidausscheidungen an den ehemaligen Austenitkorngrenzen geschwächt ist. Kommt es zu Segregation von Fremdatomen, bspw. Phosphor an den Korngrenzen, verringern diese die Zähigkeit - bei gewissen Haltezeiten - drastisch. Im Gegensatz dazu können Ausscheidungen an den Korngrenzen jedoch auch positive Effekte, wie z.B. eine Stabilisierung der Korngröße während des Härtens und damit allgemein eine Erhöhung der thermischen Stabilität von Stählen bewirken.

3 Experimenteller Teil

3.1 Versuchsplanung und Versuchsdurchführung

3.1.1 Allgemeines

Zunächst wurde mit Hilfe einer allgemeinen Versuchsreihe der Bereich des Zähigkeitseinbruches näher definiert. Beide betrachteten Werkstoffe wurden sowohl bei der für derartige Stähle gängigen Temperatur von 1020°C, als auch bei 980°C austenitisiert. Die Haltezeit betrug hier jeweils 30 Minuten.

Um die unterschiedlichen Abkühlbedingungen in kleinen und größeren Bauteilen zu simulieren, wurden zwei Abkühlgeschwindigkeiten gewählt, $\lambda=0,5$ und $\lambda=8$. Zudem wurden - neben einem nicht angelassenen Zustand - fünf Anlasstemperaturen um die empfohlene Anlasstemperatur von ca. 500°C festgelegt. In Tab. 3.1 sind die gewählten Parameter bei den Glühungen zur Bestimmung des Zähigkeitseinbruchs zusammengefasst.

Tab. 3.1: Wärmebehandlungsparameter für die Glühungen zur Bestimmung des Zähigkeitseinbruchs

	Werkstoff	
	M310IP	M333IP
Austenitisierungstemperatur	980°C 1020°C	
Anlasstemperatur	nicht angelassen 480°C 500°C 510°C 520°C 530°C	
Abkühlung (λ)	0,5 8	

Auf den Erkenntnissen dieser Versuchsreihe aufbauend wurden noch gezielte Wärmebehandlungen mit einer Langzeitaustenitisierung festgelegt. Ziel dieser war es, die Kornstabilität bei unterschiedlichen Austenitisierungstemperaturen und -dauern zu bestimmen.

Austenitisiert wurde in dieser Versuchsreihe für:

- 30 Minuten
- 1 Stunde 35 Minuten
- 3 Stunden 35 Minuten
- 11 Stunden 40 Minuten

Zudem wurden als Abkühlgeschwindigkeiten einerseits die Abkühlung im Ölbad - was einer schnellen Abkühlung und somit einem geringen λ -Wert entspricht - und andererseits die Abkühlung in einem Aufbau aus Schamotteplatten gewählt - was eine geringere Abkühlgeschwindigkeit und entsprechend einen relativ hohen λ -Wert bedeutet. Die Proben dieser Versuchsserien wurden jeweils für zwei mal 2 Stunden angelassen. Eine Übersicht der gewählten Parameter ist in Tab. 3.2 gegeben.

Tab. 3.2: Wärmebehandlungsparameter für die Glühungen zur Bestimmung des Vergrößerungsverhaltens

	Werkstoff	
	M310IP	M333IP
Austenitisierungstemperatur	1020°C	980°C 1020°C
Anlasstemperatur	500°C	510°C ¹ 520°C ²
Abschreckmedium	Öl Luft(Schamotteaufbau)	

¹ bei 980°C Austenitisierungstemperatur, ² bei 1020°C Austenitisierungstemperatur

Von sämtlichen Proben wurden die Härte- und Zähigkeitswerte ermittelt sowie lichtmikroskopische Bilder angefertigt. Zudem wurden ausgewählte Proben einer rasterelektronenmikroskopischen Betrachtung unterzogen, und zwar auf folgende Weise:

1. Durch Anfertigung charakteristischer Schlitze sowie die daran anschließende Bestimmung des Karbidanteiles.
2. Durch Aufnahmen und Analysen der Bruchflächen der Schlagbiegeproben.

Die lichtmikroskopischen Bilder wurden mit Lichtmikroskopen des DMW erstellt, einem Reichert UnivaR Met und einem Reichert PolyvaR Met. Eine Ausnahme davon stellen jedoch die Bilder dar, die im Zuge der Glühbehandlungen zur Bestimmung des Vergrößerungsverhaltens aufgenommen wurden, welche bei der BEG auf einem Gerät des Typs Olympus PMG3 erstellt wurden. Sämtliche REM-Bilder entstanden am Rasterelektronenmikroskop des DMW, einem Zeiss Evo 50, die Härtemessungen wurden auf der Härteprüfmaschine EMCO Test M4R-075 des Departments vorgenommen. Für die instrumentieren Schlagbiegeversuche wurde auf die Schlagbiegeprüfmaschine des

DMW, eine Zwick Roell RKP 300, zurückgegriffen, wobei alle Proben bei Raumtemperatur geschlagen wurden.

3.1.2 Untersuchte Werkstoffe

Die betrachteten Werkstoffe für die Untersuchungen sind einerseits der stickstofflegierte Kunststoffformenstahl Böhler M333 ISOPLAST, andererseits der Böhler M310 ISOPLAST als Vergleichswerkstoff.

Während der M310IP einen bereits auf dem Markt langjährig bewährten Kunststoffformenstahl darstellt, ist der bewusst mit Stickstoff legierte M333IP eine neuere Entwicklung, welcher speziell auf die Anforderungen guter Polierbarkeit einerseits, sowie einer guten Kombination aus Härte und Zähigkeit andererseits ausgelegt wurde. Wie schon erwähnt unterscheiden sich die beiden Werkstoffe hauptsächlich durch eine teilweise Substitution des C durch N beim M333IP sowie geringfügige Anpassungen in Cr und Si. Beide Stähle werden bei einer Härte von 50 ± 2 HRC eingesetzt.

Das Restmaterial der ersten, für die Versuche zur Bestimmung des Zähigkeitseinbruchs verwendeten Charge reichte nicht aus, sämtliche Proben für die zweite Versuchsreihe zu fertigen. Infolgedessen musste für die Untersuchungen bzgl. der Variation der Austenitisierungsdauer auf andere Chargen ausgewichen werden. Geringfügige Abweichungen in der Ist-Analyse lassen sich nicht vermeiden, jedoch wurde versucht, Chargen zu finden, deren chemische Analysen den ursprünglichen möglichst ähnlich waren, speziell in den als besonders wichtig erachteten Elementen C, N und Cr. Die Ist-Analysen der betrachteten Werkstoffe sind in Tabelle 3.3 und Tabelle 3.4 dargestellt.

Tab. 3.3: Chemische Analysen bei den Versuchen zur Bestimmung des Zähigkeitseinbruchs

Werkstoff	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	N
M310IP	0,37	0,68	0,31	14,37	0,09	0,18	0,024
M333IP	0,26	0,26	0,27	13,37	0,06	0,05	0,095

Tab. 3.4: Chemische Analysen bei den Versuchen zur Bestimmung des Vergrößerungsverhaltens

Werkstoff	C	Si	Mn	Cr	Mo	V	N
M310IP	0,37	0,68	0,33	14,26	0,05	0,18	0,022
M333IP	0,27	0,25	0,35	13,11	0,07	0,06	0,097

3.1.3 Probengeometrie

Für die Schlagbiegeversuche wurde die folgende, im Stahl-Eisen-Prüfblatt SEP 1314 festgelegte Probengeometrie gewählt:

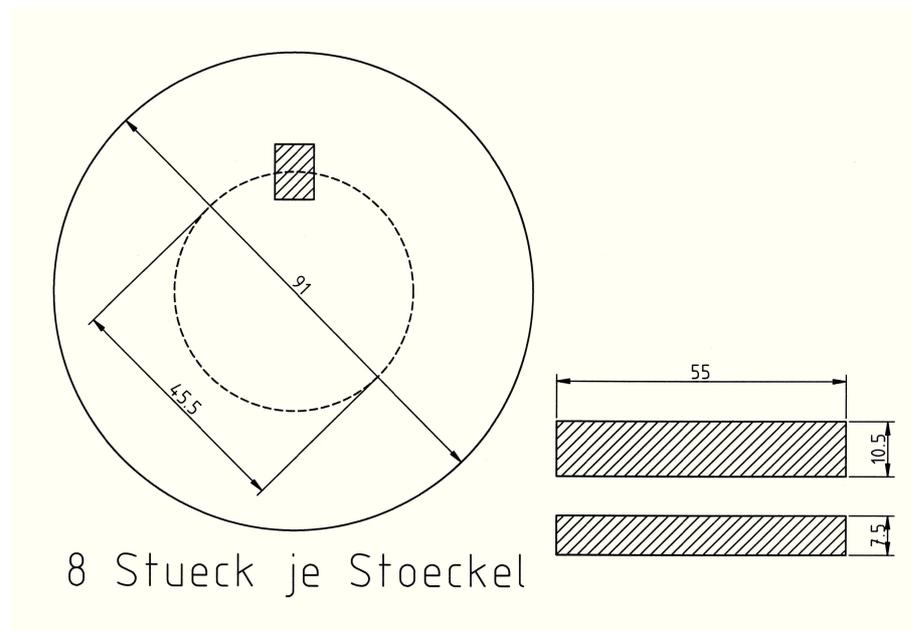


Abb. 3.1: Darstellung der Probenabmessungen für die Schlagbiegeproben

Sämtliche Proben wurden weichgeglühtem Lagermaterial der Abmessungen $\varnothing 91$ mm entnommen, wobei dieser Stabstahl zunächst in der Werkstatt der BEG mittels einer Bandsäge des Typs Behringer HBP 263N auf Stöckel der Höhe 60mm zurechtgeschnitten wurde. Aus fertigungstechnischen Gründen konnten statt der geplanten acht nur sechs Proben aus jedem Stöckel geschnitten werden. Zudem zeigte sich im Zuge der Voruntersuchungen, dass die instrumentierte Schlagbiegemaschine des Instituts für Proben dieser Abmessungen nicht ausgelegt ist, woraufhin die Proben auf die Abmessungen 10x5x55mm nachgeschliffen werden mussten. Damit ist zwar ein guter Vergleich untereinander, allerdings kein Vergleich mit anderen Messdaten möglich.

3.1.4 Probenkodierung

Für die Versuchsserie zur Bestimmung des Zähigkeitseinbruchs wurden die Proben mittels eines zweistelligen Codes bezeichnet. Die *erste* Stelle steht für Werkstoff, Austenitisierungstemperatur und λ und kennzeichnet den in Tab. 3.5 angeführten Zustand. Die *zweite* Stelle bezeichnet die Zehnerstelle der Anlasstemperatur, aufgelistet in Tab. 3.6.

Die Haltezeit beim Härten betrug 30 Minuten, es erfolgte ein zweimaliges Anlassen mit einer jeweiligen Haltezeit von 120 Minuten.

Tab. 3.5: Übersicht über die Bedeutung der ersten Stelle bei der Probenkodierung für Glühung zur Bestimmung des Zähigkeitseinbruchs

Buchstabe	Werkstoff	Austenitisierungstemp.	λ
A	M310IP	980°C	0,5
B	M310IP	980°C	8
C	M310IP	1020°C	0,5
D	M310IP	1020°C	8
E	M333IP	980°C	0,5
F	M333IP	980°C	8
G	M333IP	1020°C	0,5
H	M333IP	1020°C	8

Tab. 3.6: Übersicht über die Bedeutung der zweiten Stelle bei der Probenkodierung für die Glühung zur Bestimmung des Zähigkeitseinbruchs

Ziffer	Anlasstemp.
R	nicht angelassen
8	480°C
0	500°C
1	510°C
2	520°C
3	530°C

Für die Versuchsserie zur Charakterisierung des Vergrößerungsverhaltens wurde für den M310IP nur die hohe Austenitisierungstemperatur von 1020°C betrachtet, für den M333IP jedoch beide Austenitisierungstemperaturen (980°C und 1020°C). Zudem ist an dieser Stelle nochmals zu erwähnen, dass hier nur ausgewählte Anlasstemperaturen untersucht wurden. Auch hierbei wurde ein zweistelliger Code gewählt, diesmal jedoch eine Kombination aus zwei Zahlen, wobei die *erste* Stelle Werkstoff, Austenitisierungstemperatur und Anlasstemperatur bezeichnet (siehe Tab. 3.7) und die *zweite* Stelle eine Kennzeichnung für Austenitisierungsdauer und Abschreckmedium darstellt (siehe Tab. 3.8).

Tab. 3.7: Übersicht über die Bedeutung der ersten Stelle bei der Probenkodierung für die Glühung zur Charakterisierung des Vergrößerungsverhaltens

Ziffer	Werkstoff	Austenitisierungstemp.	Anlasstemp.
1	M310IP	1020°C	500°C
5	M333IP	980°C	510°C
7	M333IP	1020°C	520°C

Tab. 3.8: Übersicht über die Bedeutung der zweiten Stelle bei der Probenkodierung für die Glühung zur Charakterisierung des Vergrößerungsverhaltens

Ziffer	Austenitisierungsdauer	Abschreckmedium
0	30 min	Öl
1	1h35min	Öl
2	3h35min	Öl
3	11h40min	Öl
7	30 min	Luft(Schamotteaufbau)
4	1h35min	Luft(Schamotteaufbau)
5	3h35min	Luft(Schamotteaufbau)
6	11h40min	Luft(Schamotteaufbau)

Beispielsweise würde die Probenbezeichnung „52“ folgendes bedeuten:

Eine Probe des Werkstoffes M333IP, austenitisiert für 3 Stunden und 35 Minuten bei 980°C und schneller Abkühlung im Ölbad, sowie zwei mal für 120 Minuten bei 510°C angelassen.

3.2 Versuchsergebnisse

3.2.1 Berechnungen mit Thermo-Calc

Sowohl bei der Entwicklung, als auch bei der Untersuchung moderner metallischer Werkstoffe und insbesondere Stähle ist die Benutzung von Thermo-Calc nicht mehr wegzudenken. Dieses umfangreiche Softwarepaket kann thermodynamische Berechnungen durchführen und Phasendiagramme für Legierungen mit zahlreichen Komponenten erstellen. Die Berechnungen basieren dabei auf thermodynamischen Datenbanken, deren Inhalte durch Auswertung von Versuchen nach der CALPHAD-Methode gesammelt werden. Verfügbare Datenbanken existieren u.a. für Ti-, Al- und Mg-Legierungen, sowie auch für Stähle [32]. Die auf Stähle angepasste „TCFE“-Datenbank kam auch für die hier durchgeführten Berechnungen zum Einsatz. Ziel der Berechnung war es, festzustellen, ob die Austenitisierung bei den jeweiligen Austenitisierungstemperaturen im ein- oder im zweiphasigen Bereich erfolgt, sowie in weiterer Folge Aufschluss über die Stabilität der Karbide und deren vorhandene Menge zu gewinnen. Die Berechnungsergebnisse lassen sich auf verschiedene Arten darstellen, wobei hier folgende Darstellungen gewählt wurden:

1. Die „isopleth“-Darstellung mit der Menge an Chrom (% Cr) auf der Abszisse und der Temperatur T auf der Ordinate
2. Ein Phasenmengenschaubild mit der Temperatur T auf der Abszisse und dem Phasenanteil bpw(*) auf der Ordinate

Durch Betrachtung der „isopleth“-Darstellungen (im Detail dargestellt in Abb. 3.2 **a** und **b**) kann festgestellt werden, welche Phasen bei den gewählten Austenitisierungstemperaturen, gekennzeichnet mit einem blauen (980°C) und einem grünen (1020°C) Kreis, thermodynamisch stabil sind. Die vertikalen Linien kennzeichnen die Lage der jeweils betrachteten Legierung.

Gut zu erkennen ist, dass beim M310IP beide betrachteten Austenitisierungstemperaturen im Phasengebiet $\gamma + M_{23}C_6$ liegen. Erst bei Austenitisierungstemperaturen von ca. 1100°C würde die Austenitisierung im reinen γ -Gebiet erfolgen (Übergang von $\gamma + M_7C_3 \rightarrow \gamma$).

Beim M333IP liegt die höhere Austenitisierungstemperatur (1020°C) im reinen γ -Gebiet, während die niedrigere (980°C) noch im Zweiphasengebiet $\gamma + M_{23}C_6$ liegt.

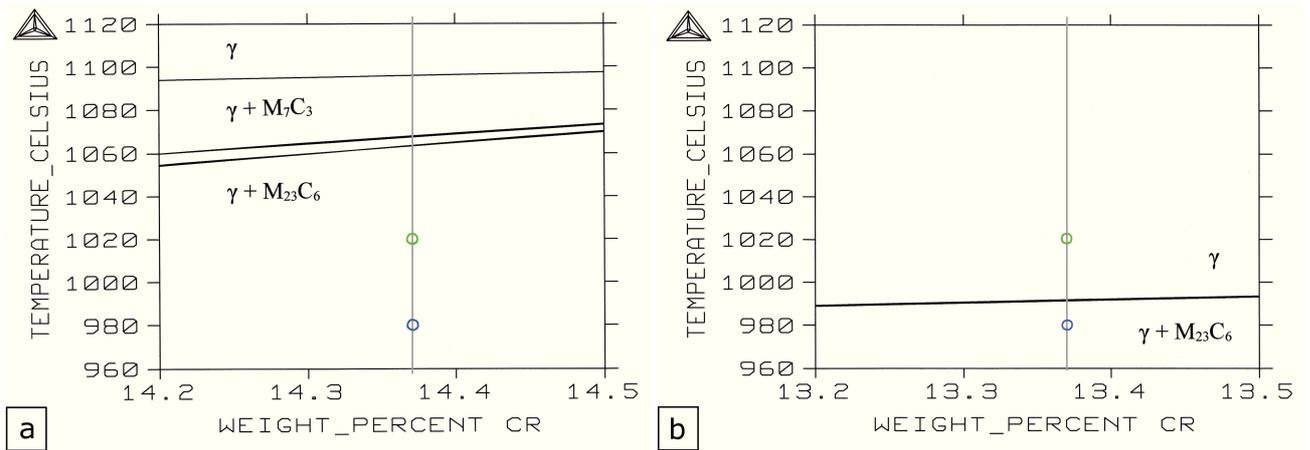


Abb. 3.2: Thermocalc-Berechnungen der Phasendiagramme für (a) M310IP und (b) M333IP in Abhängigkeit von Temperatur und Chromgehalt

Auch das Phasenmengenschaubild (Abb. 3.3 a) bestätigt dies. Obwohl auch beim M310IP (Abb. 3.3 a) die Menge an stabilen Karbiden stetig abnimmt, sind sowohl bei 980°C als auch bei 1020°C deutliche Mengen an stabilen Karbiden vorhanden. Zudem ist hier auch eine Karbidumwandlung $M_{23}C_6 \rightarrow M_7C_3$ gut zu erkennen.

Beim M333IP (Abb. 3.3 b) ist die Menge an stabilen Karbiden hingegen schon bei 980°C sehr gering und bereits unter 1000°C ist sie auf Null gesunken.

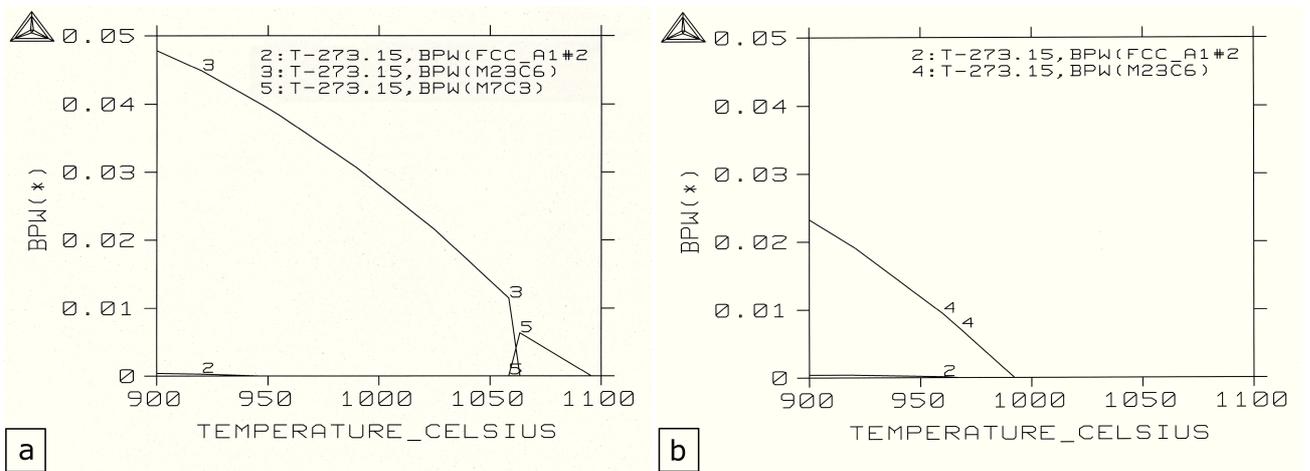


Abb. 3.3: Thermocalc-Berechnungen der Phasenmengenschaubilder für (a) M310IP und (b) M333IP in Abhängigkeit von der Temperatur

3.2.2 Härte und Zähigkeit

Die Zähigkeitswerte für die Einzelproben wurden anhand instrumentierter Schlagbiegeversuche ermittelt, die Härtewerte direkt an den zuvor instrumentell geschlagenen Proben gemessen. Es wurden für jede Probe je drei Härtewerte aufgenommen und danach über diese gemittelt.

In den Tab. 3.9 und 3.10 sind die gemittelten Härte- und Zähigkeitswerte für jede Probe bei den Glühungen zur Bestimmung des Zähigkeitseinbruchs angegeben, die Werte der für die Bruchflächenanalyse herangezogenen Proben sind fett hervorgehoben. Die entsprechenden Härte- und Zähigkeitswerte bei den Versuchen zur Bestimmung des Vergrößerungsverhaltens finden sich in den Tab. 3.11 und 3.12.

Bestimmung des Zähigkeitseinbruchs

Tab. 3.9: Gemessene Werte für Härte und Schlagarbeit für den Kunststoffformenstahl M310IP in HRc bzw. J bei den Versuchen zur Bestimmung des Zähigkeitseinbruchs

Zustand	Härte			Schlagarbeit		
	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 1	Probe 2	Probe 3
AR	46,0	46,2	45,8	26	44	38
A8	44,3	44,6		18	29	
A0	44,0	44,1	44,4	26	26	26
A1	41,8	41,1	41,6	64	38	57
A2	40,4	40,7	40,1	59	62	56
A3	40,2	40,9	40,9	65	63	75
BR	39,6	34,9	37,4	57	53	69
B8	33,6	38,5		69	51	
B0	40,1	34,2	34,1	56	76	73
B1	30,3	32,8	36,7	80	75	39
B2	35,1	35,2	34,3	67	76	79
B3	34,7	35,0	36,3	80	82	82
CR	52,5	52,6	52,8	27	22	33
C8	49,1	49,7	49,2	32	33	
C0	48,6	49,0	49,0	42	41	38
C1	45,6	46,3	46,2	53	42	60
C2	44,3	44,0	44,2	60	51	73
C3	43,0	43,1	42,2	96	84	82
DR	50,8	50,2	50,2	42	35	45
D8	48,7	48,5	48,6	38	38	43
D0	48,6	48,7	48,8	47	43	29
D1	47,5	47,7	47,2	30	33	59
D2	46,1	45,9	46,7	26	47	42
D3	43,6	44,2	43,5	46	77	47

Bei einer schnellen Abkühlung ($\lambda=0,5$ – Serie A) liegen die Härte- und Zähigkeitswerte schon bei der niedrigsten Anlasstemperatur von 480°C bei etwa 44 HRc und nehmen mit steigender Anlasstemperatur auf bis 40 HRc bei 530°C Anlasstemperatur ab. Eine Grafik der gemittelten Härte- und Zähigkeitswerte ist in Abb. 3.4 dargestellt.

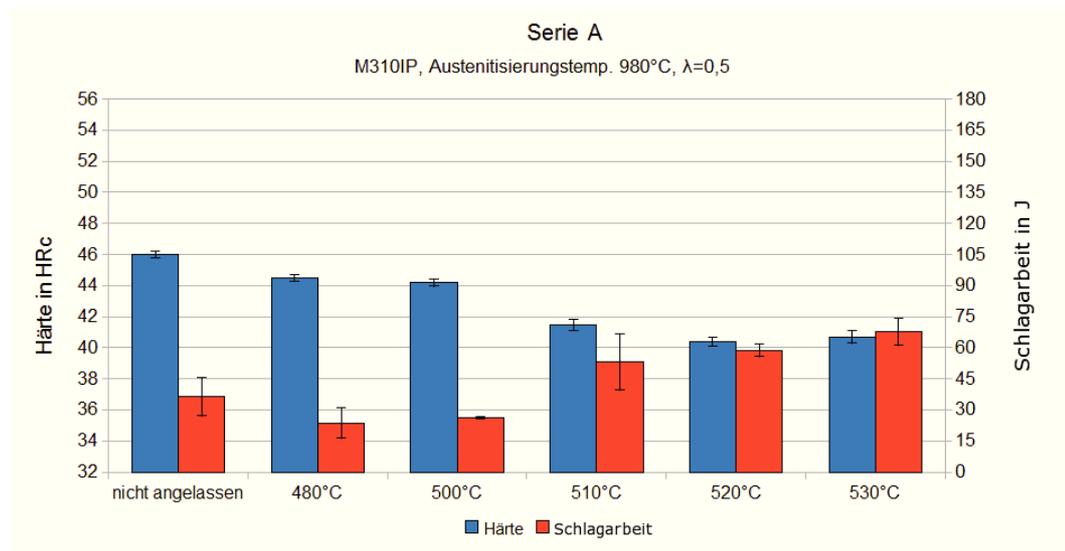


Abb. 3.4: Gegenüberstellung von Härte und Schlagarbeit der Proben der Serie A (M310IP, 980°C Austenitierungstemperatur und $\lambda=0,5$)

Während die Schlagarbeit bei der Serie A bei Anlasstemperaturen bis 500°C unter 30 J bleibt, verdoppelt sie sich ab 510°C auf ca. 60 J. Die Streuung der Schlagarbeit bei 510°C Anlasstemperatur kommt durch den unterdurchschnittlichen Wert der Probe 2 von 38 J zustande, welche somit als Ausreißer betrachtet werden kann. Insgesamt betrachtet, steigt die Schlagarbeit mit zunehmender Anlasstemperatur sowohl bei Serie A, als auch bei Serie B an (von ca. 24 J auf 67 J bei Serie A bzw. von ca. 60 J auf 81 J bei Serie B). Zudem fällt auf, dass die Zähigkeitszunahme bei schneller Abkühlung deutlicher ausfällt als bei langsamer Abkühlung.

Werden die Proben langsam abgekühlt ($\lambda=8$ – Serie B) liegt das Härteniveau nochmals deutlich darunter und bleibt - bei einer relativ großen Streuung - über sämtliche Anlasstemperaturen in etwa konstant (siehe auch Abb. 3.5). So unterscheidet sich die Härte bei 480°C Anlasstemperatur mit ca. 36 HRc nur geringfügig von der Härte bei 530°C Anlasstemperatur mit ca. 35 HRc. Die Unregelmäßigkeit bei 510°C kommt auch hier durch einen Ausreißer zustande (Probe 1 mit 30 HRc), ohne den der Durchschnittswert auf 35 HRc steigen und damit sehr gut zum Gesamtverlauf passen würde.

Bei einer Austenitierungstemperatur von 1020°C kann die Einsatzhärte ausschließlich bei Anlass-

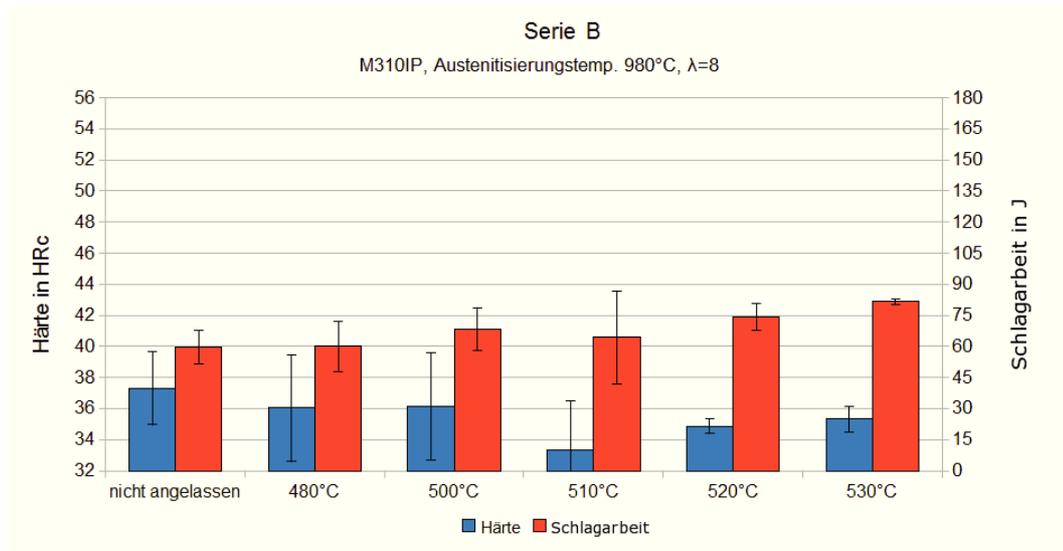


Abb. 3.5: Gegenüberstellung von Härte und Schlagarbeit der Proben der Serie B (M310IP, 980°C Austenit-
isierungstemperatur und $\lambda=8$)

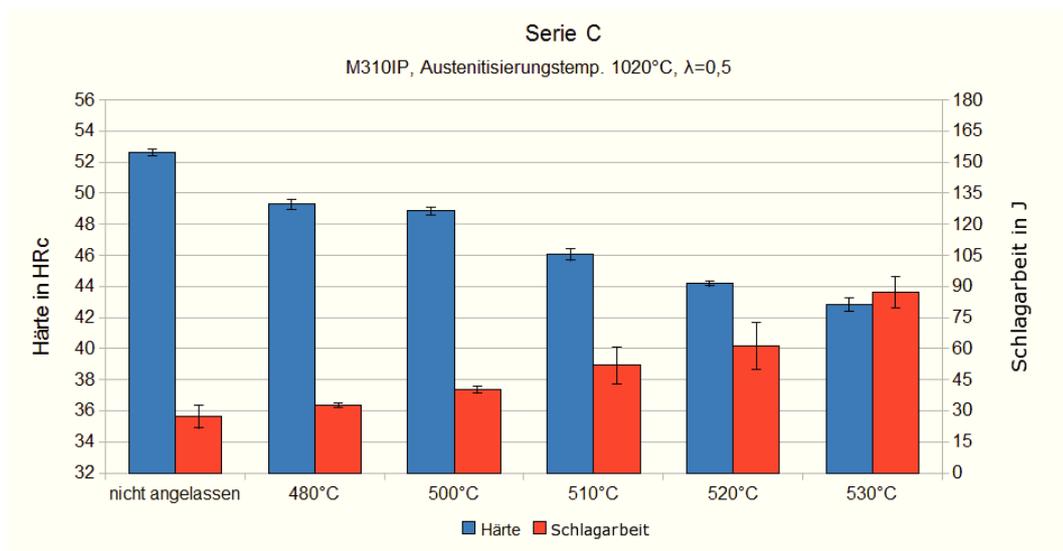


Abb. 3.6: Gegenüberstellung von Härte und Schlagarbeit der Proben der Serie C (M310IP, 1020°C Austenit-
isierungstemperatur und $\lambda=0,5$)

temperaturen bis ca. 500°C gut erreicht werden. Dies gilt sowohl bei schneller Abkühlung (Serie C mit $\lambda=0,5$), dargestellt in Abb. 3.6, als auch bei langsamer Abkühlung (Serie D mit $\lambda=8$), Abb. 3.7.

Werden Anlasstemperaturen darüber gewählt kann bei beiden Kühlraten ein Rückgang der Härte auf 43 HRc (Zustand C3) bzw. 44 HRc (Zustand D3) festgestellt werden.

Der Verlauf der Zähigkeit zeigt bei der Serie C ein ähnliches Bild wie schon bei geringer Austenit-
isierungstemperatur, es kann eine Zunahme der Schlagarbeit mit steigender Anlasstemperatur beobachtet
werden (von 33 J auf 87 J). Bei Serie D bleibt die Zähigkeit mit Ausnahme des Zustands D3 auf

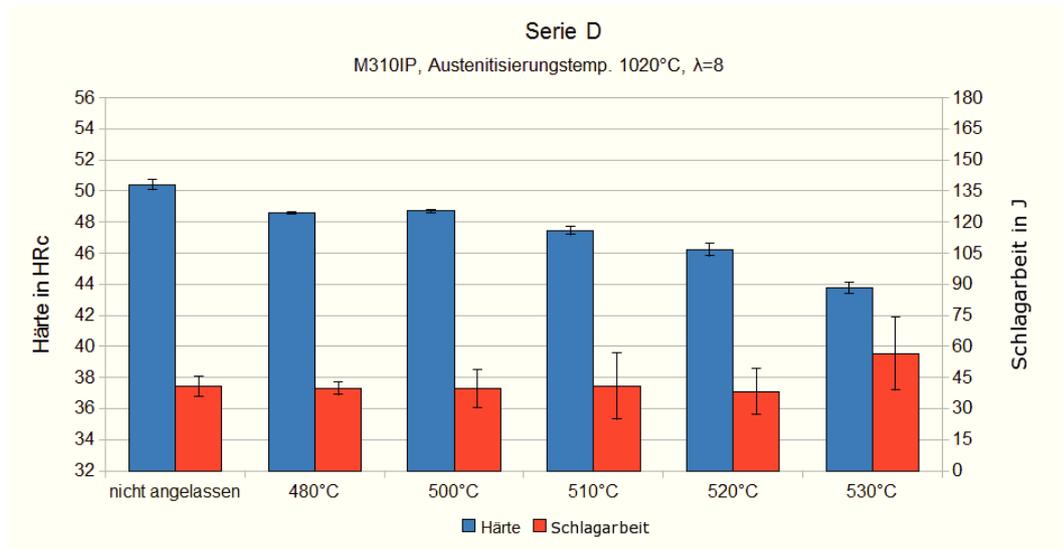


Abb. 3.7: Gegenüberstellung von Härte und Schlagarbeit der Proben der Serie D (M310IP, 1020°C Austenitisierungstemperatur und $\lambda=8$)

annähernd gleichem Niveau (ca. 40 J).

In Tab. 3.10 sind die gemessenen Werte für Härte und Schlagarbeit für den M333IP aufgelistet. Hierbei fällt auf, dass das Erreichen der Einsatzhärte beim M333IP kein Problem darstellt, selbst bei der niedrigen Austenitisierungstemperatur von 980°C.

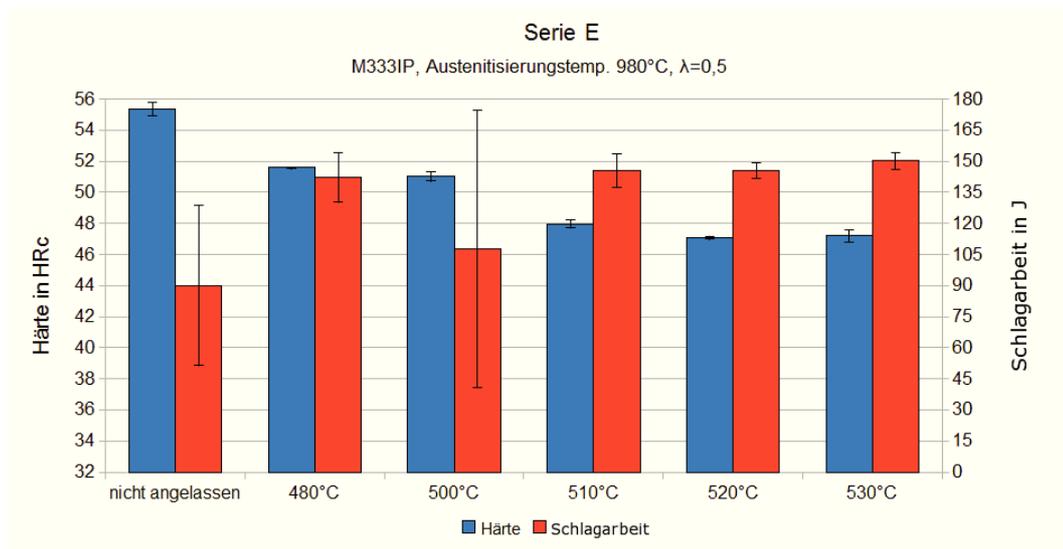


Abb. 3.8: Gegenüberstellung von Härte und Schlagarbeit der Proben der Serie E (M333IP, 980°C Austenitisierungstemperatur und $\lambda=0,5$)

Härte- und Zähigkeitsverlauf der Serie E (mit $\lambda=0,5$) ist grafisch in Abb. 3.8 dargestellt. Ab 520°C Anlasstemperatur liegt die Härte mit ca. 48 HRC unter dem Einsatzbereich. Die Zähigkeit zeigt ins-

Tab. 3.10: Gemessene Werte für Härte und Schlagarbeit für den Kunststoffformenstahl M333IP in HRc bzw. J bei den Versuchen zur Bestimmung des Zähigkeitseinbruchs

Zustand	Härte			Schlagarbeit		
	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 1	Probe 2	Probe 3
ER	55,0	55,8	55,3	118	46	106
E8	51,5	51,6	51,6	129	147	150
E0	50,9	50,8	51,4	145	147	30
E1	48,2	47,8	47,8	136	148	151
E2	47,1	47,0	47,2	144	143	150
E3	46,8	47,6	47,2	155	148	148
FR	54,3	54,5	54,6	66	79	68
F8	52,0	52,0	52,2	115	97	95
F0	50,6	51,3	51,0	80	112	124
F1	48,8	49,0	48,9	128	118	131
F2	48,0	47,4	48,2	126	127	129
F3	46,0	46,1	45,4	125	120	120
GR	57,0	57,3	57,4	9	14	
G8	52,8	52,2	52,4	162	168	128
G0	52,8	52,4	52,2	160	161	139
G1	51,0	50,6		36	69	
G2	48,6	48,9	49,1	128	85	17
G3	47,5	48,0	47,2	134	139	139
HR	56,7	57,1	56,8	8	14	15
H8	53,2	52,8	53,4	25	42	23
H0	52,9	52,6	53,2	34	23	31
H1	52,4	52,2	51,7	30	25	22
H2	50,4	50,2	50,9	25	32	21
H3	49,0	49,2	40,4	27	19	22

gesamt eine leichte Zunahme mit der Anlasstemperatur (von 142 J auf 150 J Schlagarbeit). Auffällig ist hier die große Streuung bei 500°C Anlasstemperatur, die durch die Abweichung der dritten geschlagenen Probe (gemessener Wert: 30 J, siehe auch Tab. 3.10) zustande kommt. Wird diese Probe als Ausreißer betrachtet, so passt auch der Zähigkeitswert des Zustands E0 mit 146 J sehr gut in den Verlauf.

Bei niedriger Kühlrate von $\lambda=8$ (Serie F, dargestellt in Abb. 3.9) bietet sich bei Betrachtung der Verläufe ein ähnliches Bild wie zuvor bei Serie E. Auch hier nimmt die Härte mit zunehmender Anlasstemperatur stetig ab, von 52 HRc bei 480°C über 49 HRc bei 510°C bis hin zu 46 HRc bei 530°C, während die Zähigkeit in geringem Maße von 102 J auf ca. 127 J ansteigt.

Eine Austenitisierungstemperatur von 1020°C führt zu einem abweichenden Verhalten. Wird schnell

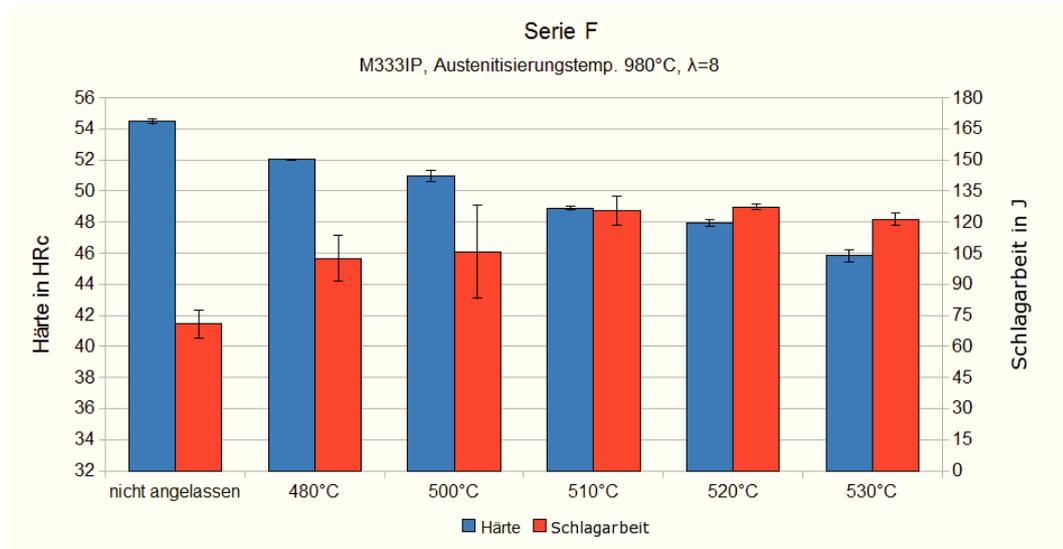


Abb. 3.9: Gegenüberstellung von Härte und Schlagarbeit der Proben der Serie F (M333IP, 980°C Austenitierungstemperatur und $\lambda=8$)

abgekühlt (Serie G mit $\lambda=0,5$), kann die Einsatzhärte auch bei 520°C Anlasstemperatur mit ca. 49 HRC noch erreicht werden, und selbst bei 530°C liegt sie nur knapp darunter. Eine grafische Darstellung von Härte- und Zähigkeitsverlauf der Serie G ist in Abb. 3.10 gegeben.

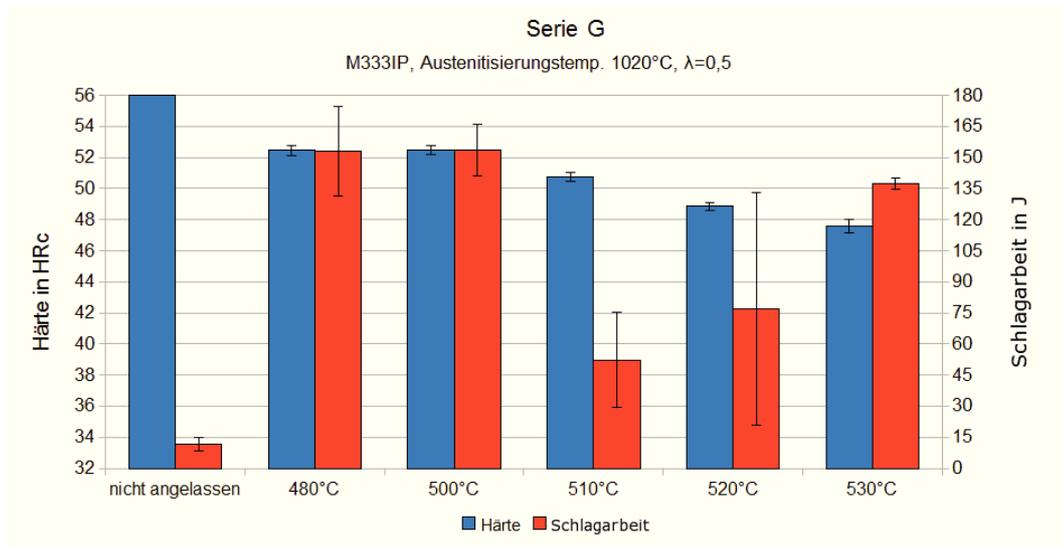


Abb. 3.10: Gegenüberstellung von Härte und Schlagarbeit der Proben der Serie G (M333IP, 1020°C Austenitierungstemperatur und $\lambda=0,5$)

Bei Betrachtung des Zähigkeitsverlaufes kann folgendes bemerkt werden: Während die gemessenen Schlagarbeiten bei 480°C bzw. 500°C und 530°C Anlasstemperatur mit jeweils 153 J und 137 J unauffällig sind und gut ins Gesamtbild passen, fallen bei 510°C Anlasstemperatur der Einbruch auf 52 J und bei 520°C Anlasstemperatur eine Streuung von über 55 J auf. Zwar waren für den Zustand

G1 nur zwei Proben vorhanden, jedoch selbst die zähere erreichte nur 68 J.

Die große Streuung bei 520°C Anlasstemperatur (Zustand G2) beruht darauf, dass für die drei geschlagenen Proben Schlagarbeiten von 128 J, 85 J und 17 J ermittelt wurden. Selbst bei einer Betrachtung der letzten geschlagenen Probe als Ausreißer und einer damit entsprechenden Erhöhung des Durchschnittswerts auf 107 J würde die Zähigkeit dieses Zustands noch um etwa 25% unter der des Zustands G3 mit 137 J liegen.

Eine langsame Abkühlung in Verbindung mit hoher Austenitisierungstemperatur (Serie H mit 1020°C und $\lambda=8$, Härte- und Zähigkeitsverlauf grafisch in Abb. 3.11 dargestellt) führt zu hohen, stetig von 53 HRC bei 480°C auf 49 HRC bei 530°C Anlasstemperatur abnehmenden Härtewerten.

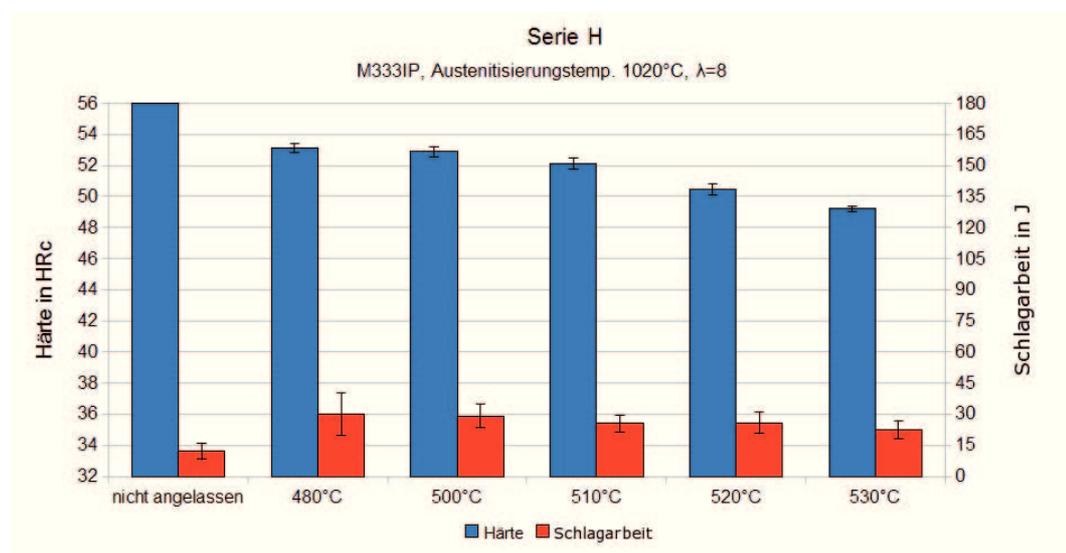


Abb. 3.11: Gegenüberstellung von Härte und Schlagarbeit der Proben der Serie H (M333IP, 1020°C Austenitisierungstemperatur und $\lambda=8$)

Die Zähigkeit erreicht bei niedrigen Anlasstemperaturen von 480°C nur 30 J und auch durch eine Erhöhung der Anlasstemperatur lässt sich - im Gegensatz zu allen vorher betrachteten Serien - keine Verbesserung der Zähigkeit erreichen. Vielmehr nimmt dadurch die Zähigkeit noch weiter ab, bis auf unter 23 J bei 530°C.

Bei den Versuchen zur Bestimmung des Zähigkeitseinbruchs kann zusammenfassend folgendes gesagt werden:

M310IP

1. Bei schneller Abkühlung geht mit der Erhöhung der Anlasstemperatur eine Abnahme der Härte, sowie eine Erhöhung der Zähigkeit einher. Dies gilt für beide Austenitierungstemperaturen.
2. Bei langsamer Abkühlung bleibt die Zähigkeit über weite Bereiche konstant. Bei der niedrigen Austenitierungstemperatur von 980°C über den Bereich von 480°C bis 510°C , bei der hohen Austenitierungstemperatur von 1020°C sogar über den Bereich von 480°C bis 520°C Anlasstemperatur.

M333IP

1. Wird bei 1020°C austenitisiert, kommt es bei schneller Abkühlung zu einem deutlichen Zähigkeitseinbruch bei 510°C Anlasstemperatur.
2. Eine Austenitierungstemperatur von 1020°C führt bei langsamer Abkühlung zu ausgesprochen geringen Zähigkeitswerten.
3. Das allgemeine Verhalten der Zähigkeitszunahme mit steigender Anlasstemperatur tritt bei hoher Austenitierungstemperatur und langsamer Abkühlung nicht auf. Vielmehr kann hier das Gegenteil beobachtet werden, die Zähigkeit nimmt bei Erhöhung der Anlasstemperatur noch weiter ab.

Untersuchung des Vergrößerungsverhaltens

Sind die Korngrenzen nicht mit Ausscheidungen belegt und wird damit ein Kornwachstum nicht mehr effektiv unterdrückt, kann es zu einem ausgeprägten Kornwachstum kommen (vgl. auch Kap. 2.3). Da auch ein grobes Korn eine merkliche Zähigkeitsverringerng herbeiführen kann, wurde die Kornstabilität und deren Auswirkung auf die mechanischen Eigenschaften der beiden betrachteten Werkstoffe anhand einer zusätzlichen Versuchsserie untersucht. Wie auch schon in Kap. 3.2.1 erörtert, erfolgt die Austenitisierung beim M310IP sowohl bei 980°C, als auch bei 1020°C Austenitisierungstemperatur im Zweiphasenbereich, während dies beim M333IP nur bei 980°C der Fall ist. Demzufolge wurde die Kornstabilität für den M310IP nur bei 1020°C untersucht, während für den M333IP die Kornstabilität bei beiden Austenitisierungstemperaturen betrachtet wurde.

Die ermittelten Härte- und Zähigkeitswerte der Proben zur Charakterisierung des Vergrößerungsverhaltens des M310IP sind in Tab. 3.11 und jene des M333IP in Tab. 3.12 in einer Übersicht dargestellt.

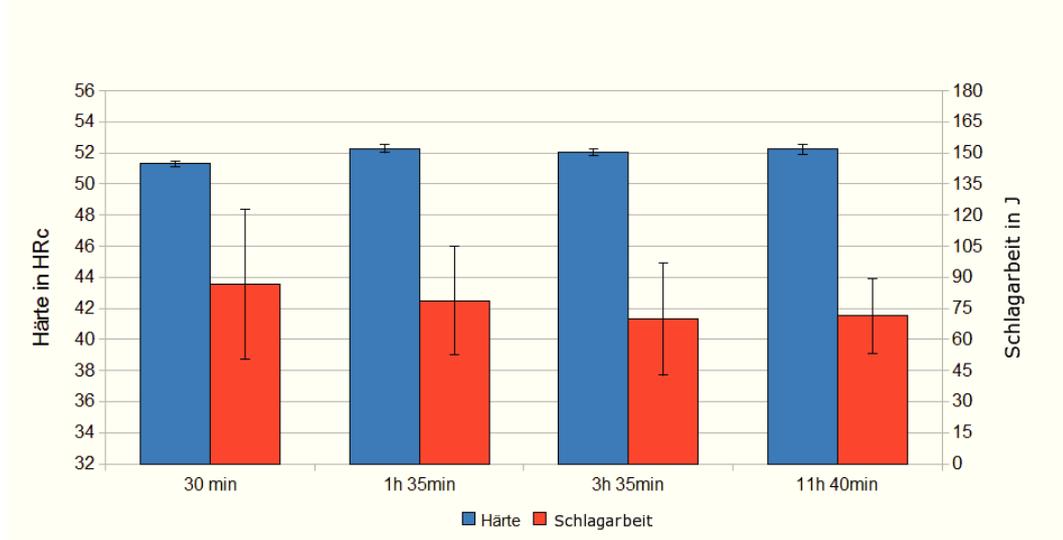
Tab. 3.11: Gemessene Werte für Härte und Schlagarbeit des Kunststoffformstahls M310IP in HRC bzw. J bei den Versuchen zur Bestimmung des Vergrößerungsverhaltens

Zustand	Härte			Schlagarbeit		
	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 1	Probe 2	Probe 3
10	51,3	51,5	51,1	61	128	71
11	52,0	52,5	52,4	79	105	52
12	52,1	52,2	51,8	45	67	98
13	52,6	52,2	51,9	77	51	86
17	51,4	50,8	51,1	104	95	90
14	52,2	51,7	51,8	83	91	85
15	51,6	51,1		67	64	
16	51,1	51,5	51,0	74	48	45

Tab. 3.12: Gemessene Werte für Härte und Schlagarbeit des Kunststoffformenstahls M333IP in HRc bzw. J bei den Versuchen zur Bestimmung des Vergrößerungsverhaltens

Zustand	Härte			Schlagarbeit		
	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 1	Probe 2	Probe 3
50	49,3	49,6	49,4	86	88	113
51	50,7	51,0	51,1	49	116	107
52	50,9	50,8	49,0	123	146	106
53	47,8	49,8	50,9	78	112	124
57	50,8	50,7		68	68	
54	51,0	50,6	50,6	36	74	30
55	51,0	51,3	51,0	51	63	32
56	51,0	51,3	50,7	90	66	34
70	50,7	50,6	50,8	118	33	33
71	51,1	50,5	51,0	16	18	15
72	49,6	51,4	51,1	8	9	11
73	52,1	51,0	52,0	7	5	4
77	49,1	49,3	49,2	24	26	32
74	49,6	49,3	49,7	17	16	16
75	49,0	50,3	50,2	14	15	12
76	49,8	50,1	48,5	9	19	14

In Abb. 3.12 ist der Verlauf von Härte und Schlagarbeit des M310IP bei 1020°C Austenitierungstemperatur, Abkühlung in Öl ($\lambda \approx 0,1$ [36]) und 500°C Anlasstemperatur (Serie 10 bis 13) in Bezug auf die Austenitierungsdauer grafisch dargestellt.

**Abb. 3.12:** Gegenüberstellung von Härte und Schlagarbeit der Proben 10 bis 13 (M310IP, 1020°C Austenitierungstemperatur, 500°C Anlasstemperatur) und kleinem λ (Öl)

Bei Betrachtung der Verläufe können keine Auffälligkeiten festgestellt werden. Bei längeren Austenitisierungszeiten bleibt die Härte konstant bei ca. 52 HRC, bei gleichzeitigem geringen Zähigkeitsrückgang (von 87 J auf 71 J).

Bei der Abkühlung im Schamotteaufbau (Serie 17 bis 16), Abb. 3.13, zeigt sich das gleiche Bild, wobei auch hier die Härte relativ konstant bei etwa 52 HRC liegt und der Zähigkeitsabfall etwas stärker ausgeprägt ist (von 97 J auf 56 J).

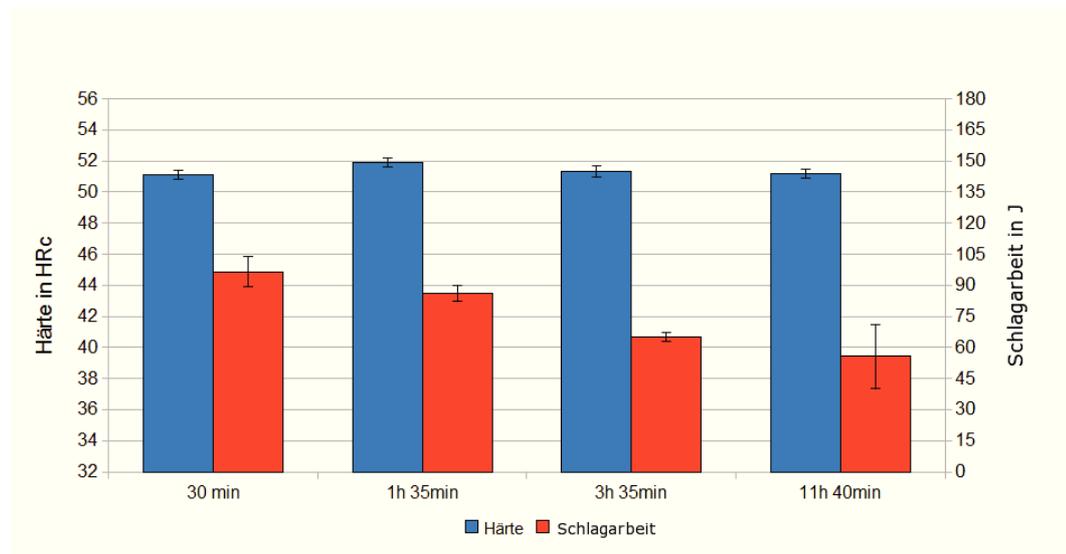


Abb. 3.13: Gegenüberstellung von Härte und Schlagarbeit der Proben 17, sowie 14 bis 16 (M310IP, 1020°C Austenitisierungstemperatur, 500°C Anlasstemperatur) und großem λ (Schamotteaufbau)

Der M333IP zeigt bei 980°C Austenitisierungstemperatur und 510°C Anlasstemperatur (Serie 50 bis 57) weder in Härte noch in Zähigkeit auffällige Abhängigkeiten von der Austenitisierungsdauer. Für sämtliche Proben liegen die Werte innerhalb des Streubereiches bei etwa 50 HRC und 100 J bei Abkühlung in Öl (Serie 50 bis 53, siehe Abb. 3.14, bzw. 51 HRC und 50 J bei Abkühlung im Schamotteaufbau (Serie 57 bis 56, siehe Abb. 3.15).

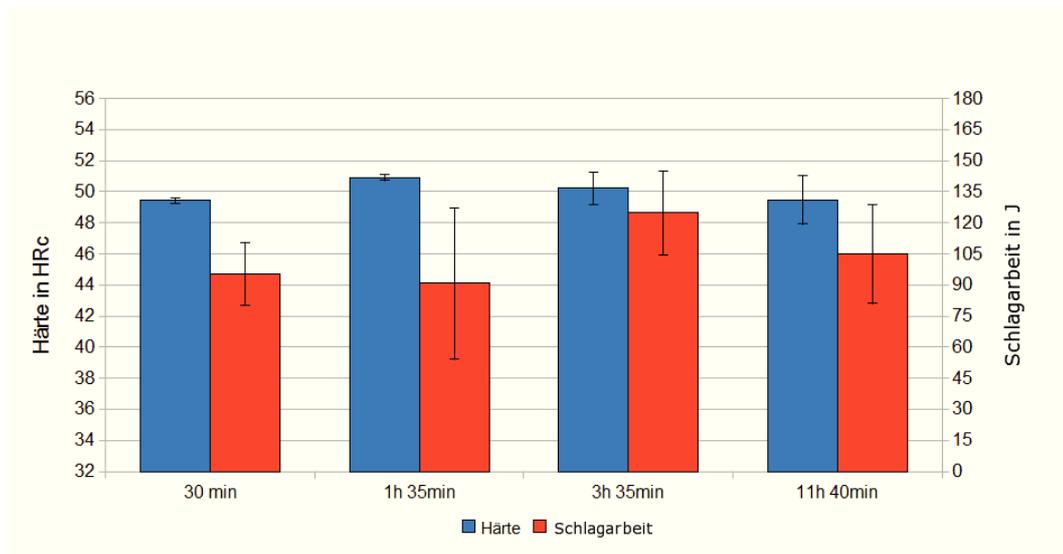


Abb. 3.14: Gegenüberstellung von Härte und Schlagarbeit der Proben 50 bis 53 (M333IP, 980°C HT und 510°C AT) und kleinem λ (Öl)

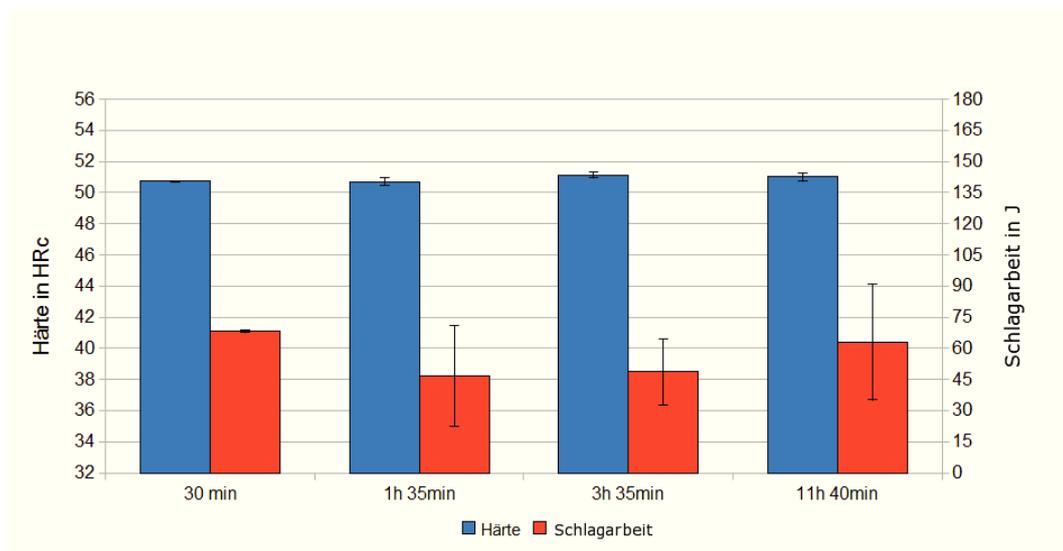


Abb. 3.15: Gegenüberstellung von Härte und Schlagarbeit der Proben 57, sowie 54 bis 56 (M333IP, 980°C HT und 510°C AT) und großem λ (Schamotteaufbau)

Wird der M333IP bei 1020°C austenitisiert, in Öl abgekühlt und bei 520°C angelassen (Abb. 3.16), kann bei einer Austenitisierungsdauer von 30 Minuten im Durchschnitt zwar noch eine Zähigkeit von ca. 61 J gemessen werden, jedoch sei hier auf die sehr große Streuung von nahezu 50 J hingewiesen, die durch den Wert der Probe 1 zustande kommt. Während für die Proben 2 und 3 dieses Zustandes Werte von $33 \pm 0,5$ J ermittelt wurden, konnte bei Probe 1 eine Schlagarbeit von 118 J gemessen werden, der klar als Ausreißer aufgefasst werden kann (vgl. Tab. 3.12). Bei 1 Stunde 35 Minuten ist die Zähigkeit schon deutlich auf 16 J eingebrochen, bei noch längerem Halten auf Austenitisierungstemperatur sinkt die Zähigkeit sogar auf 5 J ab. Änderungen in der Härte können hingegen kaum festgestellt werden, diese bleibt konstant bei ca. 51 HRC.

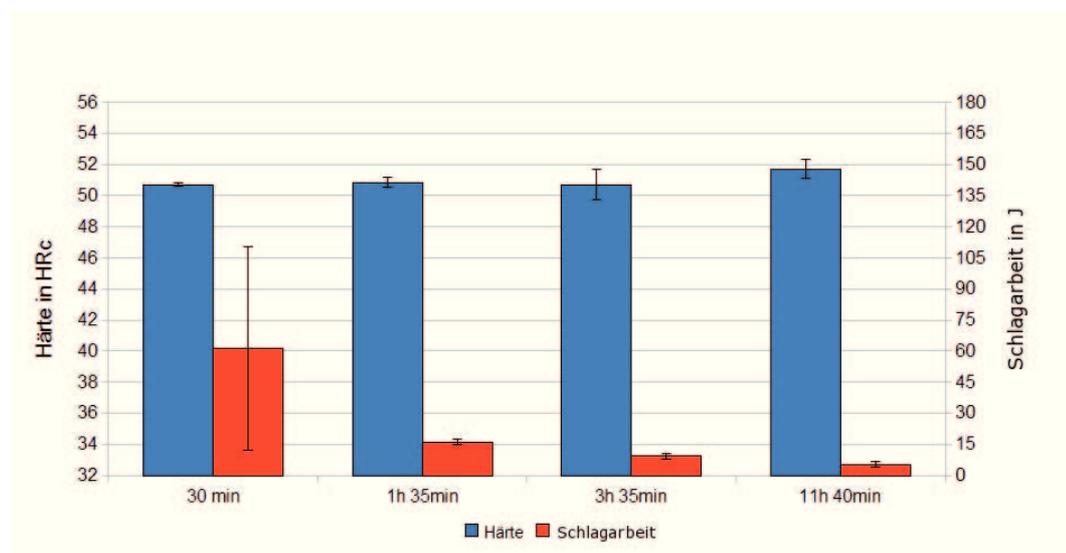


Abb. 3.16: Gegenüberstellung von Härte und Schlagarbeit der Proben 70 bis 73 (M333IP, 1020°C HT und 520°C AT) und kleinem λ (Öl)

Auch bei der Abkühlung im Schamotteaufbau, Verläufe grafisch dargestellt in Abb. 3.17, zeigt der M333IP dieses Verhalten. Die Härte bleibt relativ konstant und die Zähigkeit nimmt auf sehr niedrigem Niveau langsam ab.

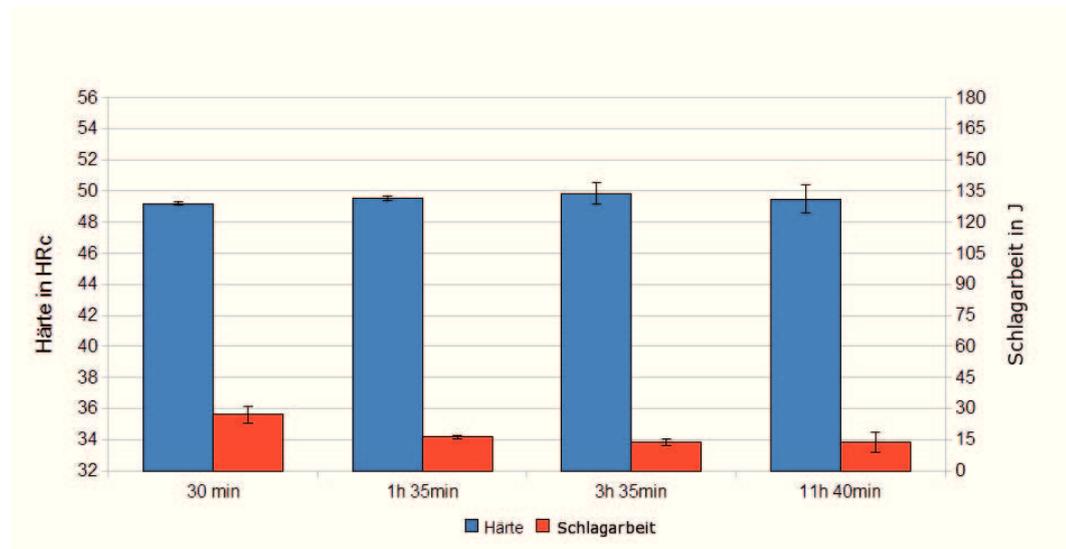


Abb. 3.17: Gegenüberstellung von Härte und Schlagarbeit der Proben 77, sowie 74 bis 76 (M333IP, 1020°C HT und 520°C AT) und großem λ (Schamotteaufbau)

Die Erkenntnisse aus den Versuchen zum Vergrößerungsverhalten lassen sich wie folgt zusammenfassen:

- Zähigkeits- und Härtewerte des M310IP werden von längeren Haltezeiten selbst bei hohen Austenitisierungstemperaturen kaum beeinflusst.
- Bei 980°C Austenitisierungstemperatur zeigen auch jene des M333IP kaum Abhängigkeit von der Dauer der Austenitisierung.
- Wird der M333IP bei 1020°C austenitisiert, zeigt er insgesamt ein ausgesprochen sprödes Verhalten. Bei der Abkühlung in Öl kann dies bei Haltezeiten ab 1 Stunde 35 Minuten, bei der Abkühlung im Schamotteaufbau sogar schon ab 30 Minuten beobachtet werden.

Instrumentierte Schlagbiegeversuche

Wie bereits in Kap. 2.2.2 beschrieben, liefern instrumentierte Schlagbiegeversuche nicht nur einen einfachen Wert für die ermittelte Schlagarbeit, sondern darüber hinausgehend auch genaue Informationen über die Phasen der Bruchinitiierung und des Bruchfortschritts. Da bei den vorgenommenen Untersuchungen auch die Charakteristiken der Bruchverläufe - nicht zuletzt um Verbindungen zur untersuchten Bruchfläche herstellen zu können - von Interesse waren, wurde zur Ermittlung der Zähigkeit auf instrumentierte Schlagbiegeversuche zurückgegriffen.

Bei Betrachtung der Graphen der instrumentierten Schlagbiegeversuche können zwei grundlegend verschiedene Kurvenverläufe beobachtet werden. In Abb. 3.18 sind beispielhaft die Verläufe der Rissausbreitung für die Proben der Probenserie F2 (M333IP, 980°C HT, $\lambda=8$ und 520°C AT) und die Proben der Probenserie H2 (M333IP, 1020°C HT, $\lambda=8$ und 520°C AT) dargestellt.

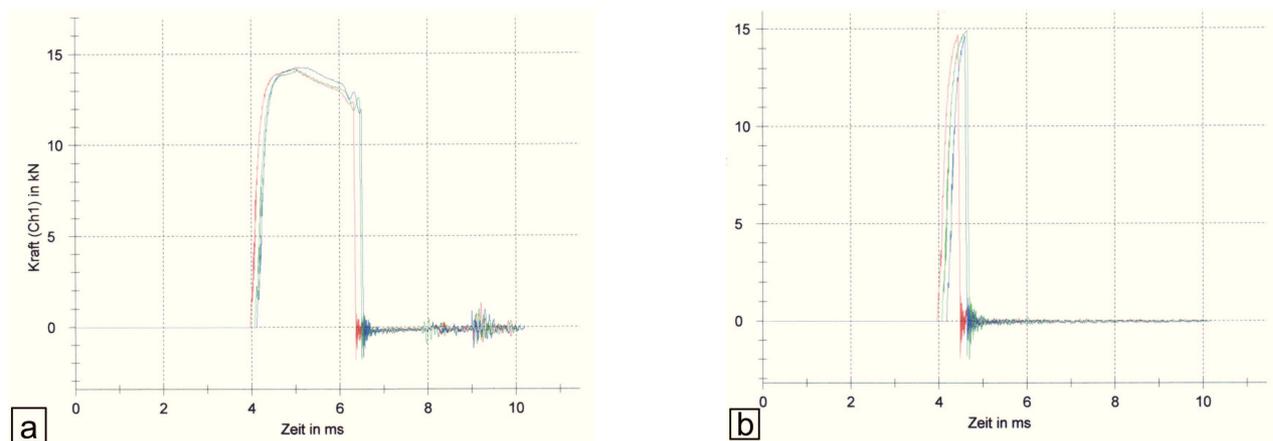


Abb. 3.18: Kurven der Bruchfortschrittverläufe der Proben der F2- und H2-Serie im Vergleich, M333IP, $\lambda=8$, 520°C Anlasstemperatur
Austenitisierungstemperatur: **(a)** 980°C, **(b)** 1020°C

Diese können wie folgt interpretiert werden: Nach dem anfänglichen starken Anstieg der Kurve, welcher die Rissinitiierung darstellt, kann bei der Probenserie F1 ein Abbau der Spannungsspitze (bei ca. 5 ms) und im weiteren Verlauf ein stabiles Risswachstum beobachtet werden. Schließlich ist der Riss soweit durch die Probe gelaufen, dass der verbleibende tragende Querschnitt schlagartig durchbricht (bei etwa 6,5 ms) und die Probe versagt. Bei der Probenserie H2 findet sowohl der zuvor beschriebene Abbau der Spannungsspitze, als auch die stabile Rissausbreitung nicht statt, die Probe versagt sofort. Aufgrund der Ähnlichkeiten im Bruchverlauf und aus Gründen der Übersicht sind im folgenden nur Gegenüberstellungen der Bruchfortschrittsverläufe der Serien A und G zu finden, die Charakteristik der anderen Probenserien wird lediglich beschrieben.

Die Kurvenverläufe der Serie A (M310IP, 980°C HT, $\lambda=0,5$) sind für die Proben A8 bis A2 in Abb. 3.19 dargestellt.

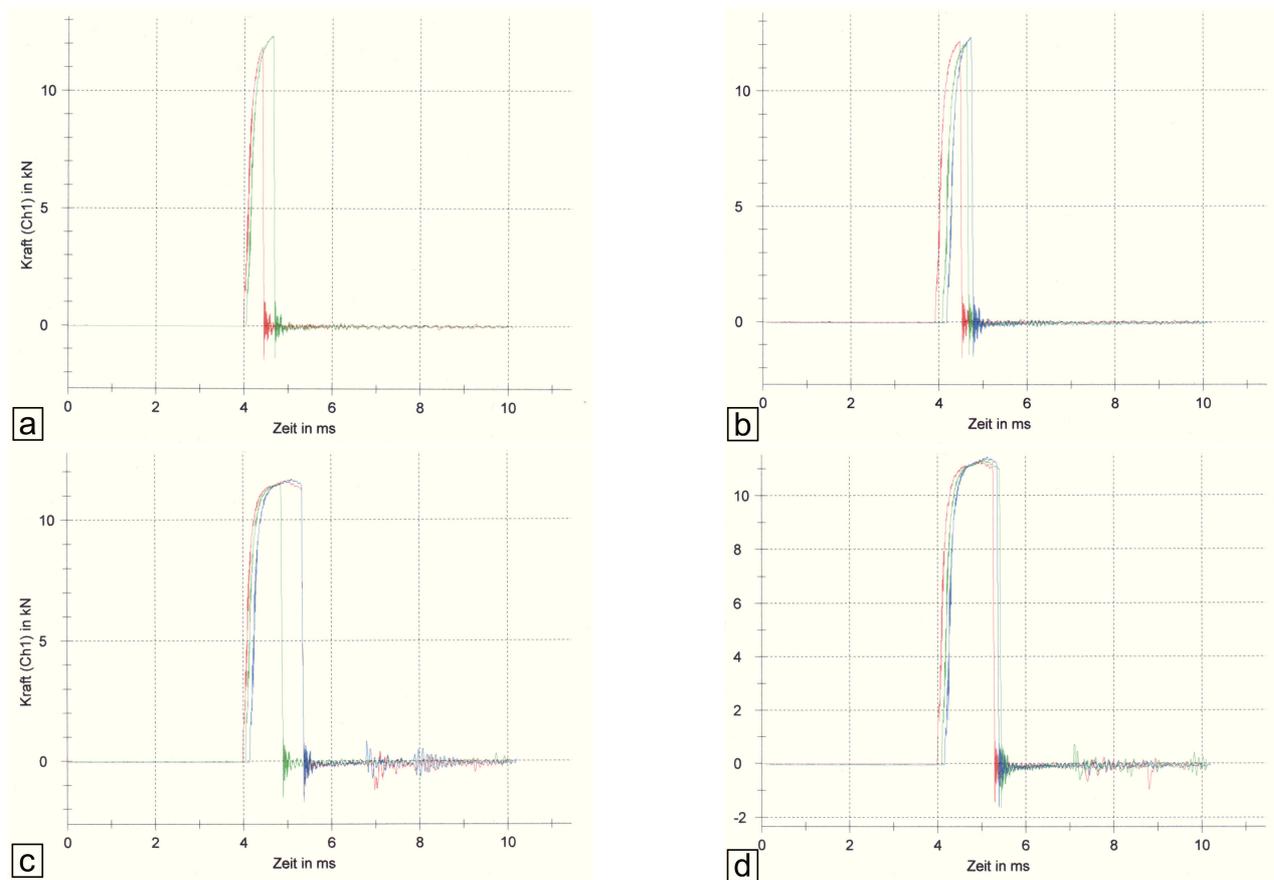


Abb. 3.19: Kurven der Bruchfortschrittverläufe der Proben der A8- bis A2-Serie im Vergleich. M310IP, Austenitisationstemperatur 980°C, $\lambda=0,5$
Anlasstemperatur: (a) 480°C, (b) 500°C, (c) 510°C, (d) 520°C

Bis zu einer Anlasstemperatur von etwa 500°C zeigen die Proben sprödes Bruchverhalten, ab 510°C zeigen die Kurvenverläufe einen duktileren Charakter.

Die Serie B (M310IP, 980°C HT, $\lambda=8$) zeigt durchwegs duktilen Bruchverhalten. Selbst im Kurvenverlauf der gehärteten, nicht angelassenen Probe ist deutlich der Bereich des stabilen Risswachstums zu erkennen.

Bei Betrachtung der Kurvenverläufe der Serie C (M310IP, 1020°C HT, $\lambda=0,5$) ergibt sich im Wesentlichen das gleiche Bild wie bei der Serie A, hier tritt ebenso ab ca. 510°C Anlasstemperatur eine Änderung von sprödem zu duktilem Bruchverhalten ein.

Anders hingegen verhält sich die Serie D, bei der erst bei sehr hohen Anlasstemperaturen von etwa 530°C eine derartige Änderung erkennbar wird.

Erstaunlich duktil brechen die Proben der Serie E (M333IP, 980°C HT, $\lambda=0,5$) und F (M333IP, 980°C HT, $\lambda=8$). Bei der Serie E zeigen - von einigen Ausreißern abgesehen - sämtliche Proben einen Bereich stabilen Risswachstums, selbst zwei der drei Proben des gehärteten Zustands ER. Ebenfalls

duktil brechen sämtliche Proben der Serie F, wobei hier jene des gehärtete Zustand FR ausgenommen werden müssen. Diese brechen spröd.

Bei Betrachtung der Kurvenverläufe der Serie G (Abb. 3.20) kann folgendes beobachtet werden:

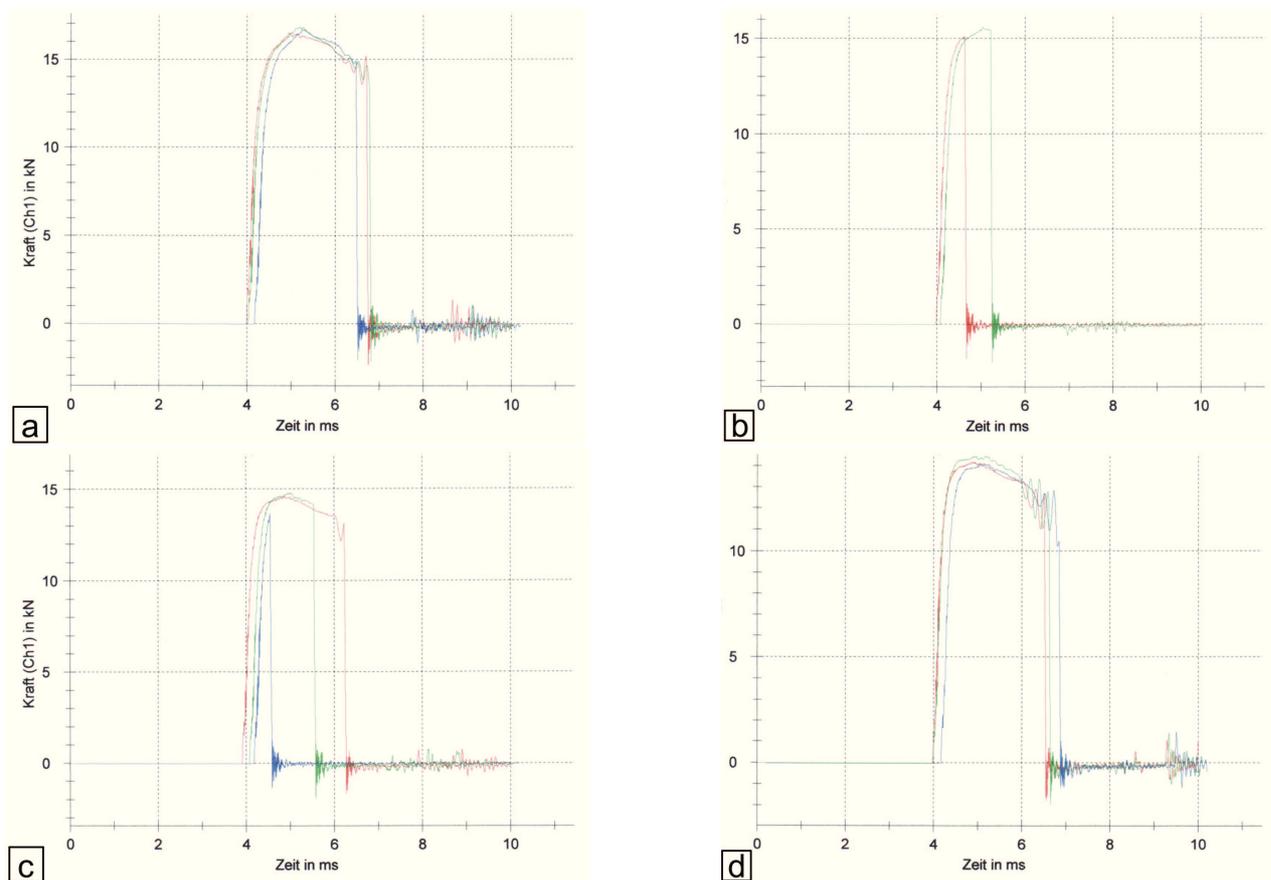


Abb. 3.20: Kurven der Bruchfortschrittverläufe der Proben der G0- bis G3-Serie im Vergleich. M333IP, Austenitierungstemperatur 1020°C , $\lambda=0,5$
Anlasstemperatur: **(a)** 500°C , **(b)** 510°C , **(c)** 520°C , **(d)** 530°C

Die Proben des Zustands G0 (Abb. 3.20 a) und G3 (Abb. 3.20 d) zeigen deutlich einen Bereich der stabilen Rissausbreitung. Bei der Serie G2 (Abb. 3.20 c) ist die Streuung relativ groß, nur bei einer von drei Proben ist dieser Bereich deutlich erkennbar, bei der Serie G1 (Abb. 3.20 b) bei keiner der Proben. Offensichtlich führen hier Anlasstemperaturen um 510°C zu einer Änderung im Bruchverhalten.

Bei allen Serien kann eine Verbesserung des Zähigkeitsverhaltens durch Erhöhung der Anlasstemperatur erreicht werden, mit Ausnahme der Serie H, bei der auch erhöhte Anlasstemperaturen zu keiner merklichen Zähigkeitszunahme führen. Sämtliche Proben dieser Serie brechen spröd.

3.2.3 Lichtmikroskopische Untersuchungen

Von sämtlichen Proben wurden lichtmikroskopische Bilder in unterschiedlichen Auflösungen erstellt. Deren Ziel war es, einen Überblick über das Gefüge zu erhalten und - darüber hinausgehend - an ausgewählten Zuständen die Austenitkorngröße zu bestimmen. Dazu wurden die eingebetteten Proben zunächst mit Nassschleifpapier mit den Körnungen 220, 800 und 1200 geschliffen und danach mit Polierpaste mit $15\ \mu\text{m}$, $6\ \mu\text{m}$, $3\ \mu\text{m}$ und $1\ \mu\text{m}$ poliert.

Bei der Ätzung derartiger Stähle können gute Ergebnisse durch die Verwendung einer W-II-Ätzlösung erzielt werden. Diese wurde auch hier verwendet, wobei der Ätzangriff jeweils ca. 6 Sekunden lang erfolgte.

Getrennt abgebildet sind die Gefüge für die Glühungen zur Bestimmung des Zähigkeitseinbruchs (Abb. 3.21 bis 3.24) und die Untersuchung des Vergrößerungsverhaltens (Abb. 3.27 bis 3.32).

Bestimmung des Zähigkeitseinbruchs

Die erstellten lichtmikroskopischen Bilder zu den Glühserien zur Bestimmung des Zähigkeitseinbruchs (Serien A bis H) dienen primär dazu, einen Eindruck des Gefüges zu bekommen und eventuelle Auffälligkeiten auszumachen, im Besonderen in einer Gegenüberstellung von schneller und langsamer Abkühlung. Dazu sind an dieser Stelle nur die Bilder des gehärteten Zustandes angeführt, in denen **a** jeweils einer Abkühlung mit $\lambda=0,5$ und **b** einer Abkühlung mit $\lambda=8$ entspricht.

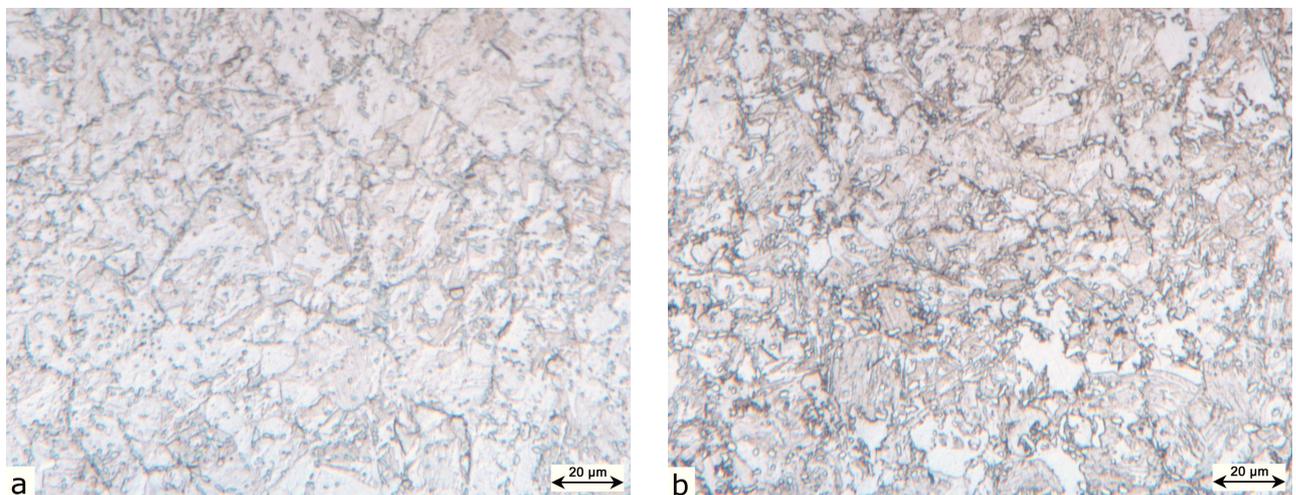


Abb. 3.21: Gefüge M310IP, 980°C Austenitisierungstemperatur, (a) $\lambda=0,5$ und (b) $\lambda=8$

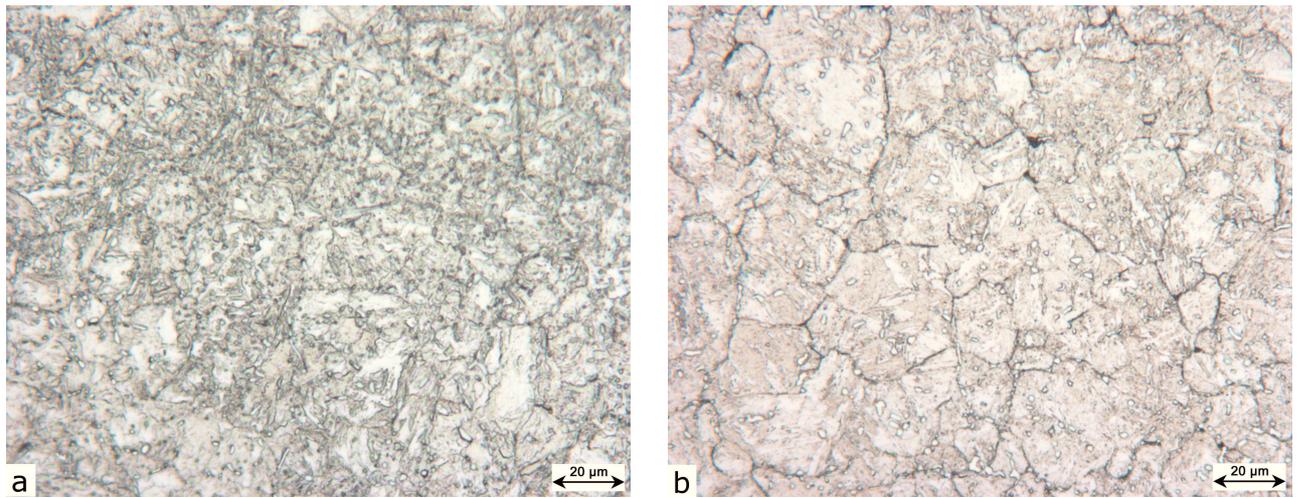


Abb. 3.22: Gefüge M310IP, 1020°C Austenitierungstemperatur, (a) $\lambda=0,5$ und (b) $\lambda=8$

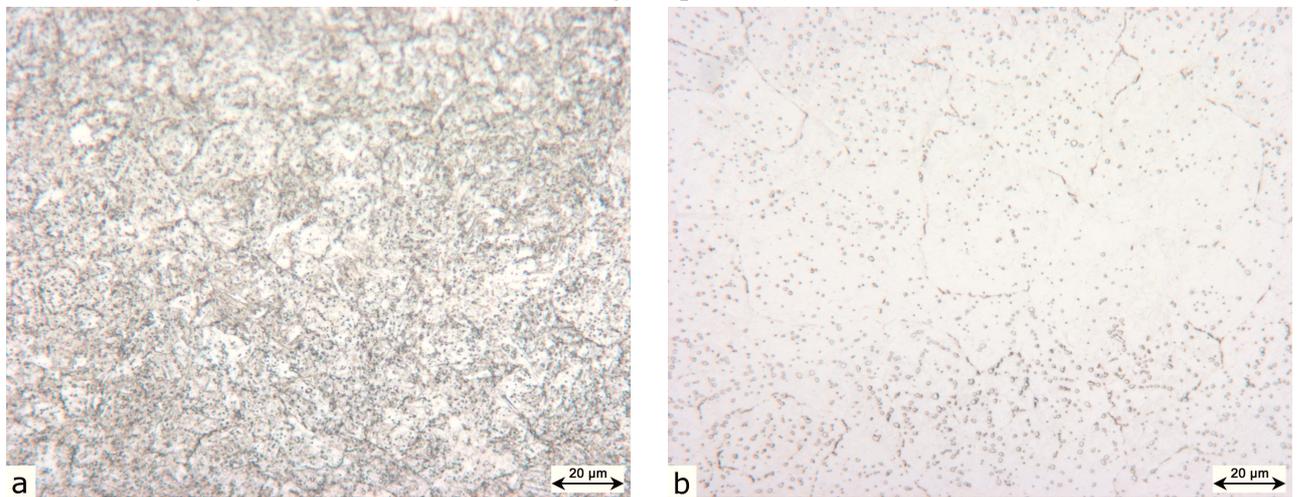


Abb. 3.23: Gefüge M333IP, 980°C Austenitierungstemperatur, (a) $\lambda=0,5$ und (b) $\lambda=8$

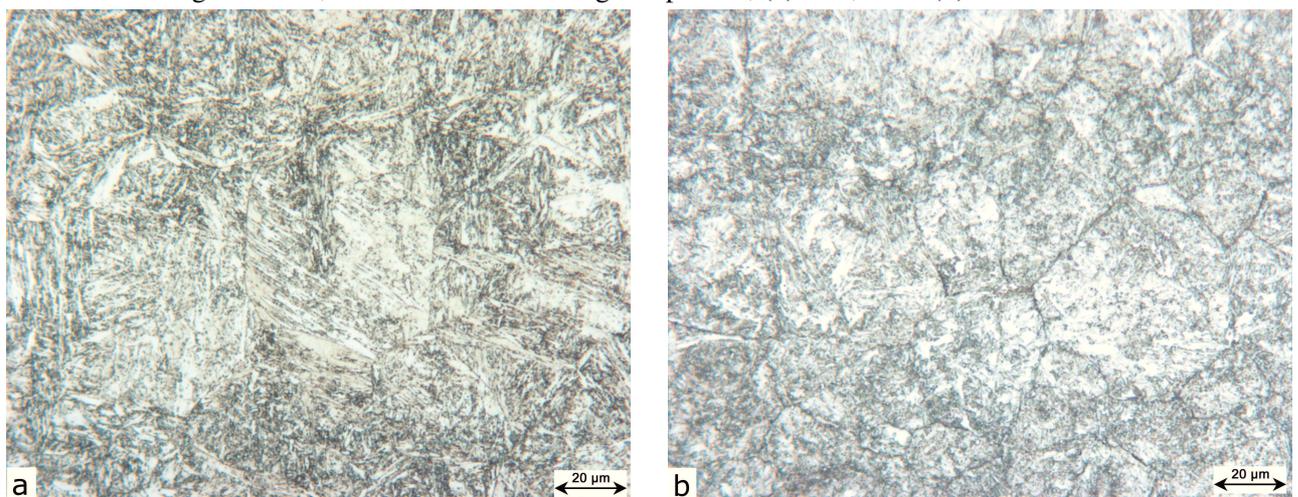


Abb. 3.24: Gefüge M333IP, 1020°C Austenitierungstemperatur, (a) $\lambda=0,5$ und (b) $\lambda=8$

Auf den Bildern des M310IP sind kaum Auffälligkeiten auszumachen. Gut zu erkennen sind die hellen, beim Härten nicht rückgelösten bzw. wiederausgeschiedenen Karbide an den ehemaligen Austenitkorngrenzen (Abb. 3.21 **b** oder Abb. 3.22 **b**).

Wird der M333IP bei 980°C austenitisiert, so sind kaum Unterschiede zwischen dem Gefüge bei schneller Abkühlung (Serie E, Abb. 3.23 **a**) und dem Gefüge bei langsamer Abkühlung (Serie F, Abb. 3.23 **b**) auszumachen.

Spezielle Beachtung verdienen die Bilder der G-Serie (M333IP, austenitisiert bei 1020°C und mit $\lambda=0,5$ schnell abgekühlt), da bei dieser Kombination der Wärmebehandlungsparameter der Zähigkeitseinbruch bei 510°C Anlasstemperatur auftritt. Hier ist eine Änderung des Gefüges bei einer Erhöhung der Anlasstemperatur von 500°C auf 520°C (Abb. 3.25 **a** → **b**) zu erkennen: Wirkt das Gefüge bei 500°C Anlasstemperatur noch relativ homogen, scheinen sich bei 520°C einzelne Körner in Größe und Helligkeit vom Restgefüge abzuheben. Zudem sind bei 520°C die Korngrenzen sehr gut sichtbar, es scheinen sich Korngrenzensäume zu bilden.

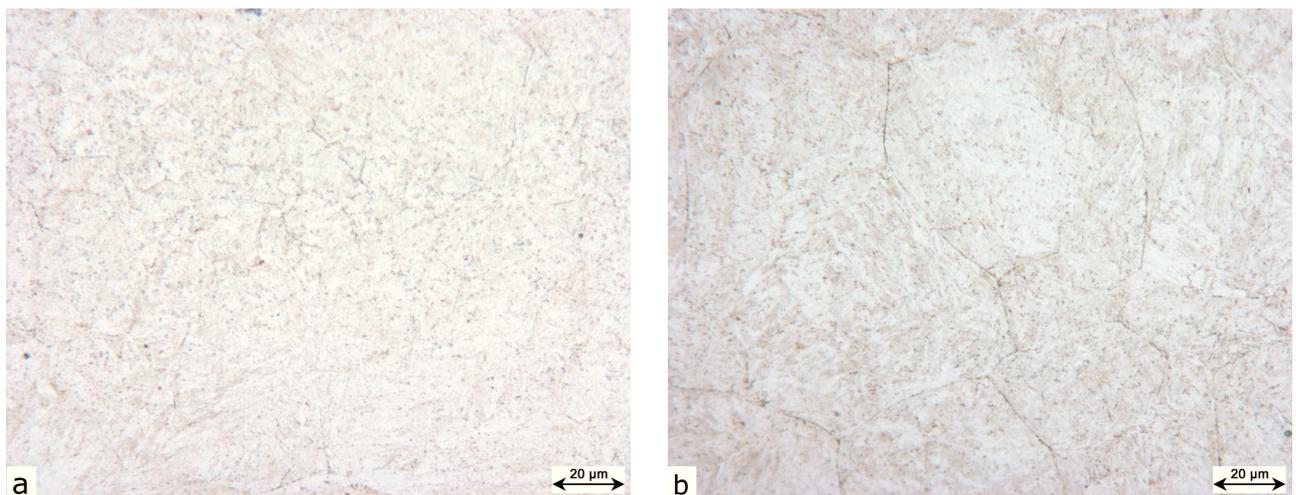


Abb. 3.25: Gefüge M333IP, 1020°C Austenitisierungstemperatur, $\lambda=0,5$
Anlasstemperatur: (a) 500°C und (b) 520°C

In Abb. 3.26 sind die Gefügebilder der Zustände G0 bis G3 in 1000-facher Vergrößerung zu sehen. Die offensichtliche Bildung der Säume (**b** → **c**) ist auch hier gut zu erkennen.

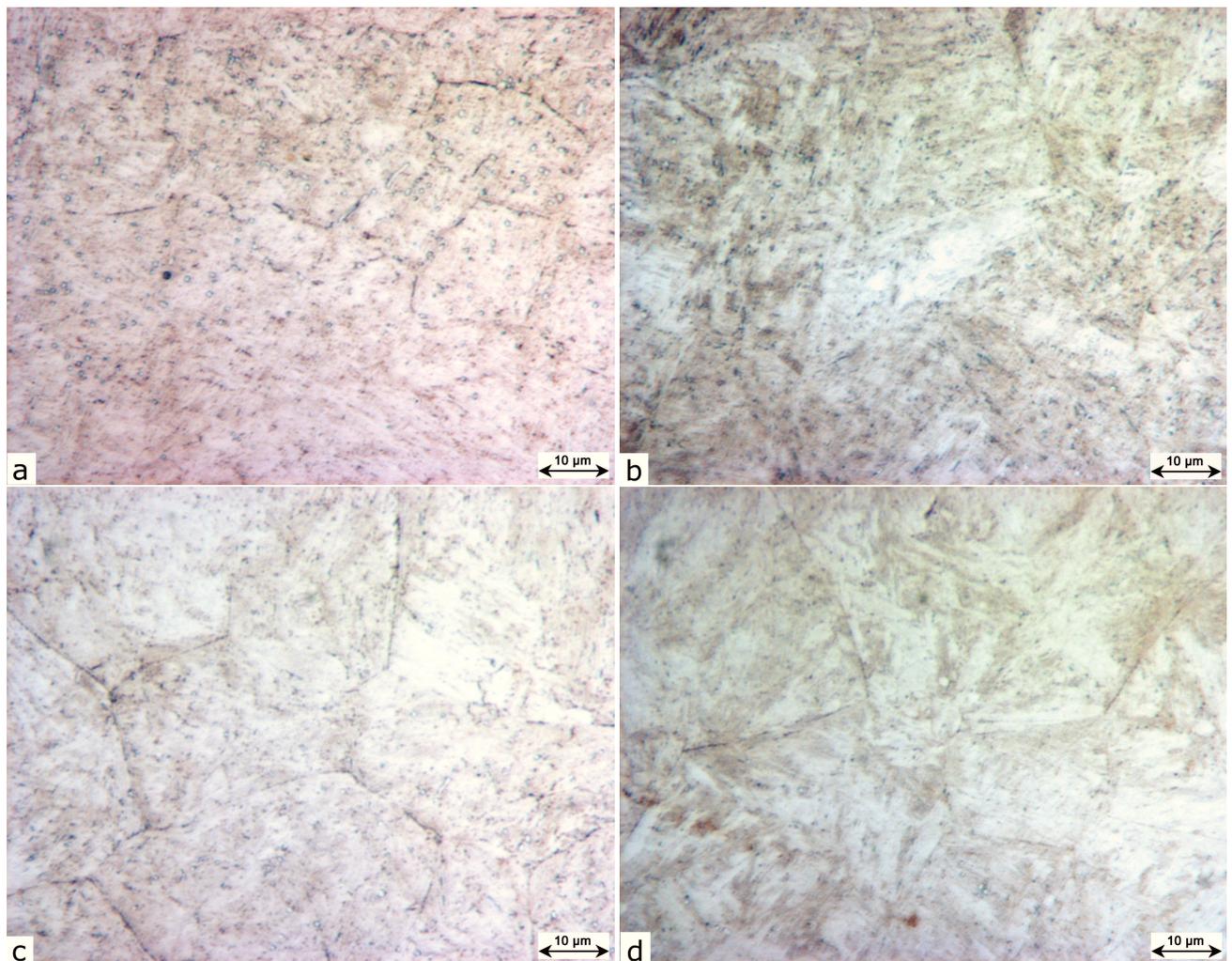


Abb. 3.26: Gefüge M333IP, 1020°C Austenitisierungstemperatur, $\lambda=0,5$.
Anlasstemperatur (a) 500°C, (b) 510°C, (c) 520°C, (d) 530°C

Vergrößerungsverhalten

Bei der Versuchsreihe zur Bestimmung des Vergrößerungsverhaltens (Serien 1x, 5x und 7x) wurden die lichtmikroskopischen Bilder neben der Darstellung des Gefüges auch dazu herangezogen, die Korngröße zu bestimmen. Dies erfolgte im Labor der BEG, die bestimmten Werte nach ASTM E112/E930/E1181 sind in den Tab. 3.13 bis 3.15 angeführt. Eine Tabelle, die ASTM-Korngröße und durchschnittliche Kornausdehnung in μm gegenüberstellt, kann am Ende des Kapitels gefunden werden. Zudem wurde anhand der Bilder versucht, einen Einfluss der WBH-Parameter auf die Karbidauflösung und - damit verbunden - die Kornstabilität zu erkennen.

An dieser Stelle sind jeweils nur die Gefügebilder der Zustände angeführt, die am kürzesten und am längsten auf Austenitisierungstemperatur gehalten wurden. Dabei entsprechen den Bildern **a** und **b** jeweils Austenitisierungszeiten von 30 Minuten bzw. 11 Stunden 40 Minuten.

Bei der Betrachtung der Bilder des M310IP, austenitisiert bei 1020°C , kann festgestellt werden, dass sich bei langsamer Abkühlung deutliche Säume an den Korngrenzen bilden (Abb. 3.28 **a**), welche bei schneller Abkühlung in dieser Form auch bei langen Austenitisierungszeiten nicht erkennbar sind (Abb. 3.27 **b**).

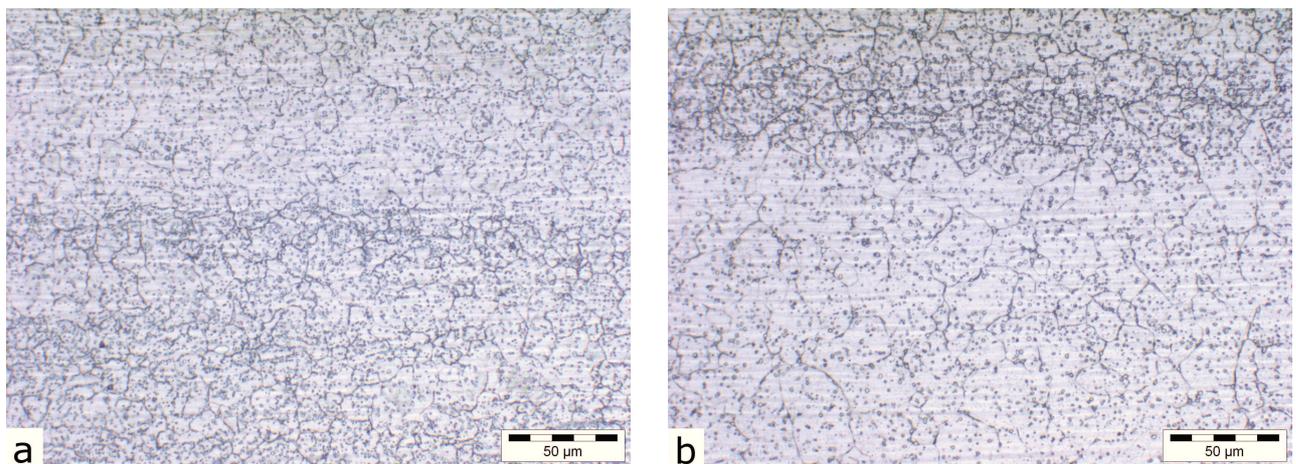


Abb. 3.27: Gefüge M310IP, 1020°C Austenitisierungstemperatur, Abkühlung in Öl

Wird der Werkstoff lange auf Austenitisierungstemperatur gehalten und langsam abgekühlt, nimmt die Korngröße zu und die Säume treten deutlicher hervor. Zudem sind in Abb. 3.28 sehr gut sekundär ausgeschiedene Chromkarbide, teilweise in Zeilenform, zu erkennen (blau markiert). Sie treten verstärkt im geseigerten Bereich auf, die Zeiligkeit kommt von der lokal unterschiedlichen Zusammensetzung des Werkstoffes. Diese können sich negativ auf die Zähigkeit auswirken und reduzieren zudem die Poliergüte.

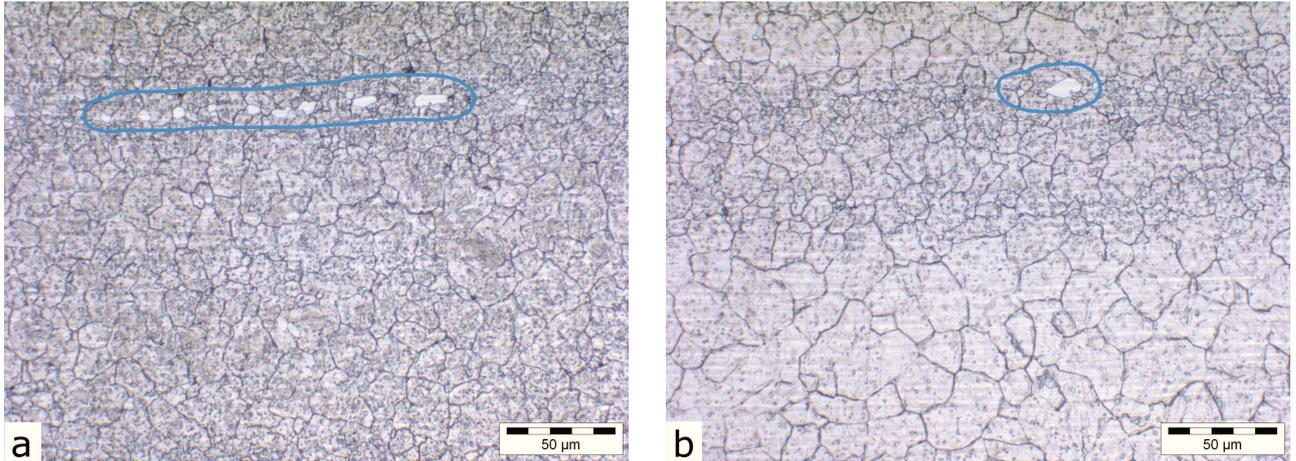


Abb. 3.28: Gefüge M310IP, 1020°C Austenitierungstemperatur, Abkühlung in Schamotte

Auch für den M333IP bietet sich bei Betrachtung des Gefüges ein ähnliches Bild. Sowohl bei 980°C (Abb. 3.29 und 3.30) als auch bei 1020°C Austenitierungstemperatur (Abb. 3.31 und 3.32) zeigt sich bei langsamer Abkühlung eine deutliche Korngrenzenbelegung, welche bei schneller Abkühlung nicht zu erkennen ist.

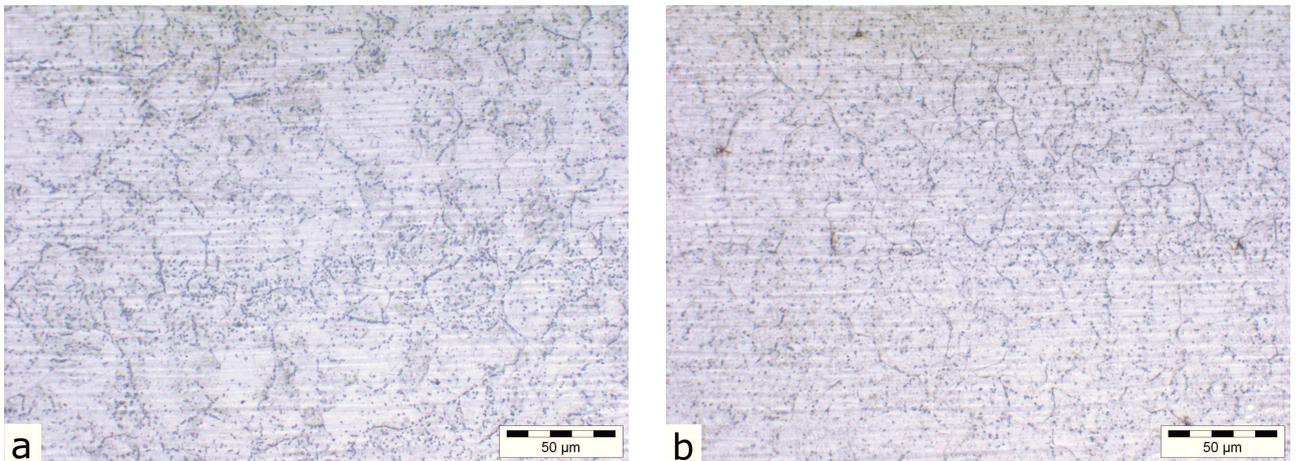


Abb. 3.29: Gefüge M333IP, 980°C Austenitierungstemperatur, Abkühlung in Öl

Der jeweilige Vergleich der Bilder **a** und **b** untereinander lässt stets eine Kornvergrößerung erkennen. Speziell in Abb. 3.32 **b** können teilweise Körner in der Größenordnung von 100 µm erkannt werden.

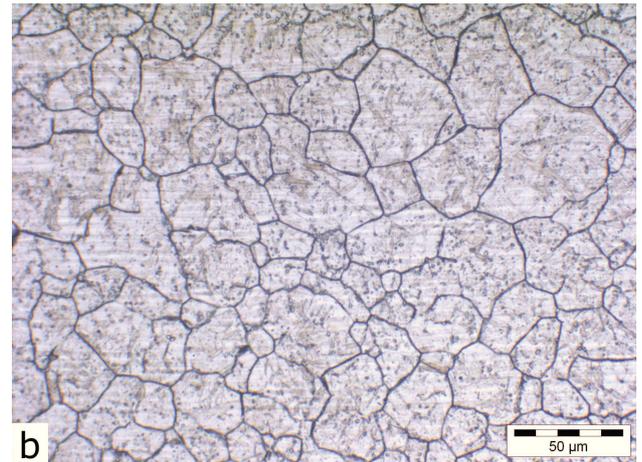
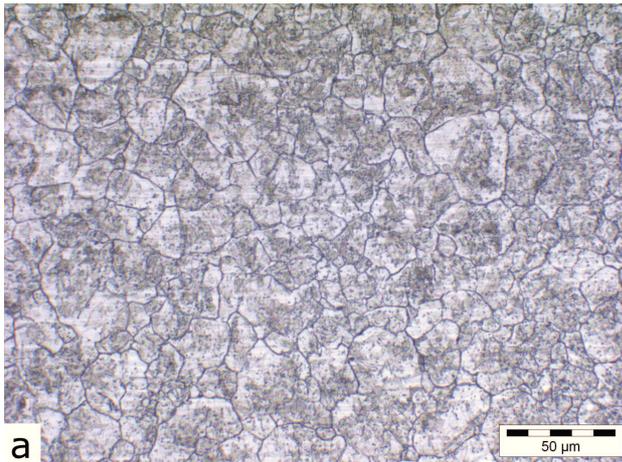


Abb. 3.30: Gefüge M333IP, 980°C Austenitisierungstemperatur, Abkühlung in Schamotte

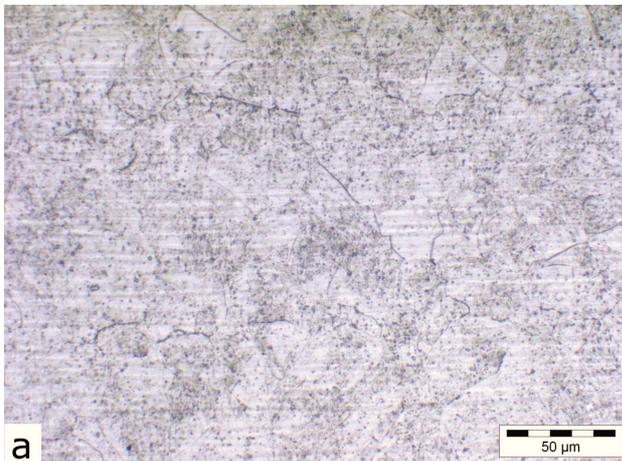


Abb. 3.31: Gefüge M333IP, 1020°C Austenitisierungstemperatur, Abkühlung in Öl

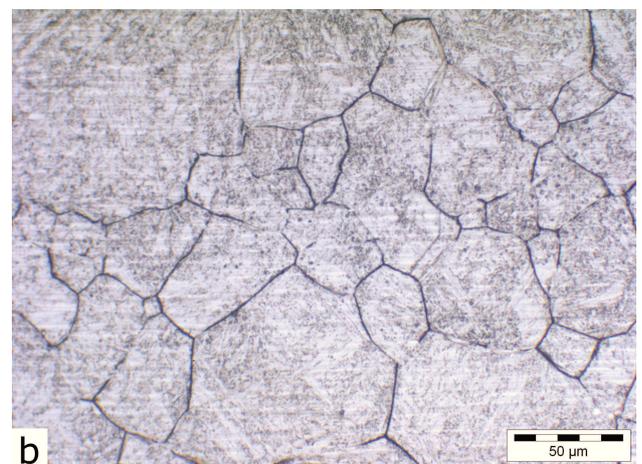
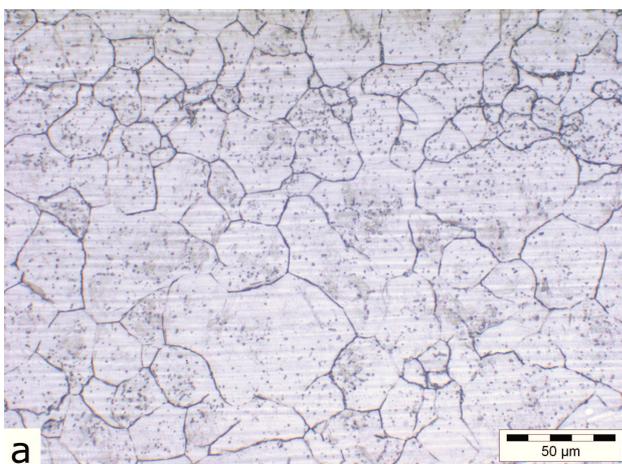


Abb. 3.32: Gefüge M333IP, 1020°C Austenitisierungstemperatur, Abkühlung in Schamotte

Wie bereits erwähnt, wurde im Labor der BEG auch eine Korngrößenbestimmung nach ASTM E112/E930/E111 an den unterschiedlich lang austenitisierten Proben vorgenommen, welche auf dem Vergleichen des Gefüges mit Richtreihen beruht. Die dabei ermittelten Korngrößen sind in Tab. 3.13 für den M310IP bzw. in den Tab. 3.14 und 3.15 für den M333IP zusammengefasst.

Tab. 3.13: Ermittelte ASTM-Korngrößen nach E112/E930/E1181 für den M310IP bei den Versuchen zur Charakterisierung des Vergrößerungsverhaltens, 1020°C Austenitisierungstemperatur

Probe	Haltezeit	Abschreckmedium	Korngröße
10H	30 min	Öl	9,5
11H	1 h 35 min	Öl	9,0
12H	3 h 35 min	Öl	9,5
13H	11 h 40 min	Öl	8,5
17H	30 min	Luft(Schamotteaufbau)	9,0
14H	1 h 35 min	Luft(Schamotteaufbau)	8,5
15H	3 h 35 min	Luft(Schamotteaufbau)	8,5
16H	11 h 40 min	Luft(Schamotteaufbau)	8,5

Für den M310IP, austenitisiert bei 1020°C ist in Tab. 3.13 sofort ersichtlich, dass sowohl die Glühdauer als auch die Abkühlgeschwindigkeit kaum Einfluss auf die Korngröße haben. Für sämtliche Glühzeiten zwischen 30 Minuten und 11 Stunden 40 Minuten und beide Kühlraten liegt sie zwischen 9,5 und 8,5.

Tab. 3.14: Ermittelte ASTM-Korngrößen nach E112/E930/E1181 für den M333IP bei den Versuchen zur Charakterisierung des Vergrößerungsverhaltens, 980°C Austenitisierungstemperatur

Probe	Haltezeit	Abschreckmedium	Korngröße
50H	30 min	Öl	8,0
51H	1 h 35 min	Öl	8,0
52H	3 h 35 min	Öl	8,5
53H	11 h 40 min	Öl	8,0
57H	30 min	Luft(Schamotteaufbau)	8,0
54H	1 h 35 min	Luft(Schamotteaufbau)	8,0
55H	3 h 35 min	Luft(Schamotteaufbau)	8,0
56H	11 h 40 min	Luft(Schamotteaufbau)	8,0

Der M333IP, austenitisiert bei 980°C, zeigt ein ähnliches Verhalten wie zuvor schon der M310IP bei 1020°C Austenitisierungstemperatur. Auch bleibt die Korngröße mit $\approx 8,0$ für sämtliche Glühzeiten und Abkühlgeschwindigkeiten konstant.

Tab. 3.15: Ermittelte ASTM-Korngrößen nach E112/E930/E1181 für den M333IP bei den Versuchen zur Charakterisierung des Vergrößerungsverhaltens, 1020°C Austenitisierungstemperatur

Probe	Haltezeit	Abschreckmedium	Korngröße
70H	30 min	Öl	7,0
71H	1 h 35 min	Öl	6,5
72H	3 h 35 min	Öl	6,0
73H	11 h 40 min	Öl	3,5
77H	30 min	Luft(Schamotteaufbau)	6,5
74H	1 h 35 min	Luft(Schamotteaufbau)	6,5
75H	3 h 35 min	Luft(Schamotteaufbau)	Duplex Banding: 90% 5,0 und 10% 8,0
76H	11 h 40 min	Luft(Schamotteaufbau)	Duplex Banding: 90% 3,0 und 10% 8,0

Bei Betrachtung des M333IP bei einer Austenitisierungstemperatur von 1020°C und Abschreckung in Öl fällt zunächst die leichte Zunahme der Korngröße bei einer Anlassedauer von 1h 35min bzw. 3h 35min (7,0 → 6,5 → 6,0) und die starke Vergrößerung bei einer Anlassedauer von 11h 40min (→ 3,5) auf.

Ähnliches kann auch bei einer Abkühlung im Schamotteaufbau beobachtet werden, jedoch ist hier bei einer Anlassedauer von 3h 35min das Korn insgesamt bereits eine Klasse größer (5,0 gegenüber 6,0 bei schneller Abkühlung), zudem sind noch vereinzelt kleine Körner mit einer Korngröße von 8,0 vorhanden. Diese restlichen kleinen Körner können auch nach einer Glühdauer von 11h 40min noch gefunden werden, während die Korngröße allgemein schon auf 3,0 gestiegen ist.

Zusammenfassend können folgende Erkenntnisse getroffen werden:

M310IP

1. Der M310IP zeigt insgesamt eine sehr gute Kornstabilität. Selbst bei hoher Austenitisierungstemperatur von 1020°C nimmt die Korngröße bei einer Glühdauer bis zu einigen Stunden kaum zu (Proben 10H bis 12H).
2. Bei sehr langer Verweildauer im Ofen beginnt das Korn langsam zu vergrößern (Probe 13H).

M333IP

1. Bei einer Austenitisierungstemperatur von 980°C bleibt das Korn über lange Zeit stabil und selbst bei einer Glühdauer von über 10 Stunden können kaum Vergrößerungserscheinungen festgestellt werden (Proben 50H bis 53H bzw. 57H bis 56H).
2. Eine Austenitisierungstemperatur von 1020°C führt schon bei Glühzeiten ab 3 Stunden 35 Minuten zu Kornwachstum (Proben 72H bzw. 75H). Damit liegt ein gröberes Gefüge vor, was zu merklich schlechteren mechanischen Eigenschaften führt.

3. Bei sehr langer Haltezeit auf 1020°C Austenitisierungstemperatur können teilweise Körner mit über 100 μm Durchmesser gefunden werden (Proben 73H bzw. 76H).

3.2.4 Rasterelektronenmikroskopische Untersuchungen

Für die Untersuchung der Bruchflächen wurden charakteristische Proben ausgewählt, deren Zähigkeitswert eine möglichst gute Übereinstimmung mit dem Durchschnittswert bieten sollte. Zur Analyse wurde dazu jeweils eine Probe im gehärteten, nicht angelassenen Zustand und eine Probe, deren Härte im Einsatzhärtebereich von 50 ± 2 HRc lag, herangezogen. Auch wurde eine Analyse der Anteile an ungelösten Karbiden durchgeführt, indem REM-Aufnahmen von ebenen Schlifflinien erstellt und danach einer Bildanalyse unterzogen wurden. Sämtliche Bilder wurden am Rasterelektronenmikroskop des Departments für Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben erstellt.

Proben im gehärteten Zustand

Abb. 3.33 a zeigt die Bruchfläche der **Probe CR** (M310IP, 1020°C HT und $\lambda=0,5$). Die zugehörigen Werte für Härte und Zähigkeit betragen 52,5 HRc bzw. 27,4 J, der ermittelte Anteil an ungelösten Karbiden betrug in etwa 5%. Das Bruchbild zeigt eine teilweise verformte Bruchfläche und teilweise sind Karbide in den Gruben sichtbar.

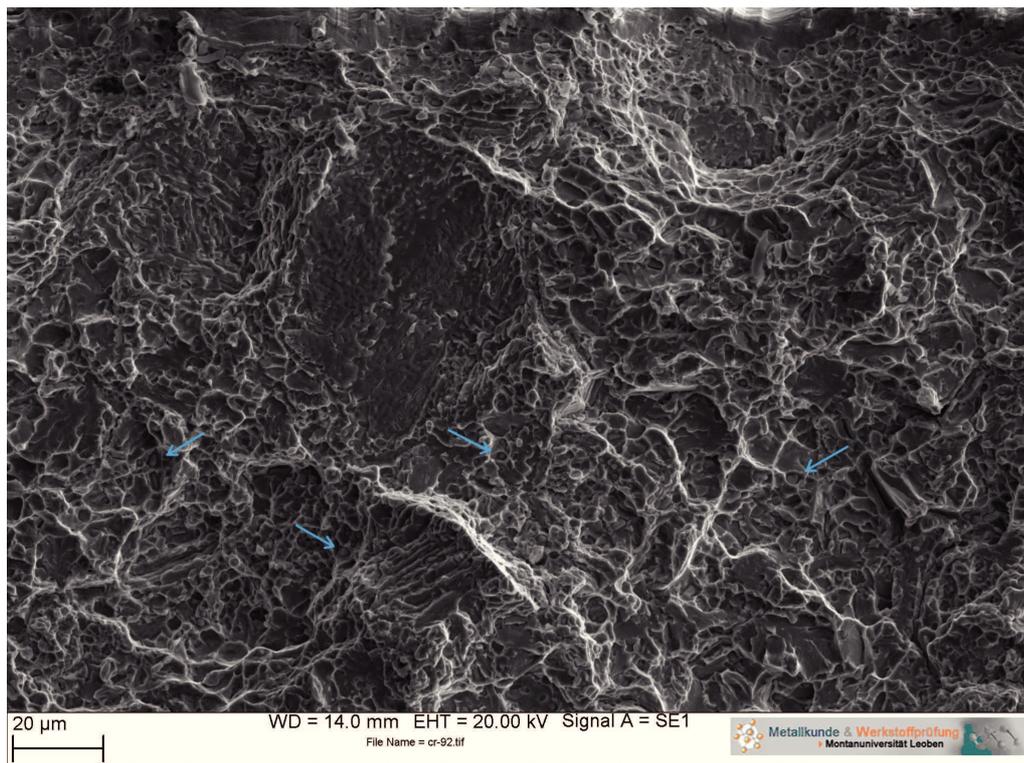


Abb. 3.33: REM-Aufnahmen der Bruchflächen des Härtegefüges, M310IP. 1020°C Austenitisierungstemperatur, Probe CR mit $\lambda=0,5$

In Abb. 3.34 ist die Bruchfläche der **Probe DR** (M310IP, 1020°C HT und $\lambda=8$) dargestellt. Zugehörige Werte für Härte und Zähigkeit: 50,8 HRC bzw. 42,4 J und ein Anteil ungelöster Karbide von ca. 6%. Die Bruchfläche zeigt duktilen Charakter, es sind auch hier Karbide sichtbar (blau markiert).

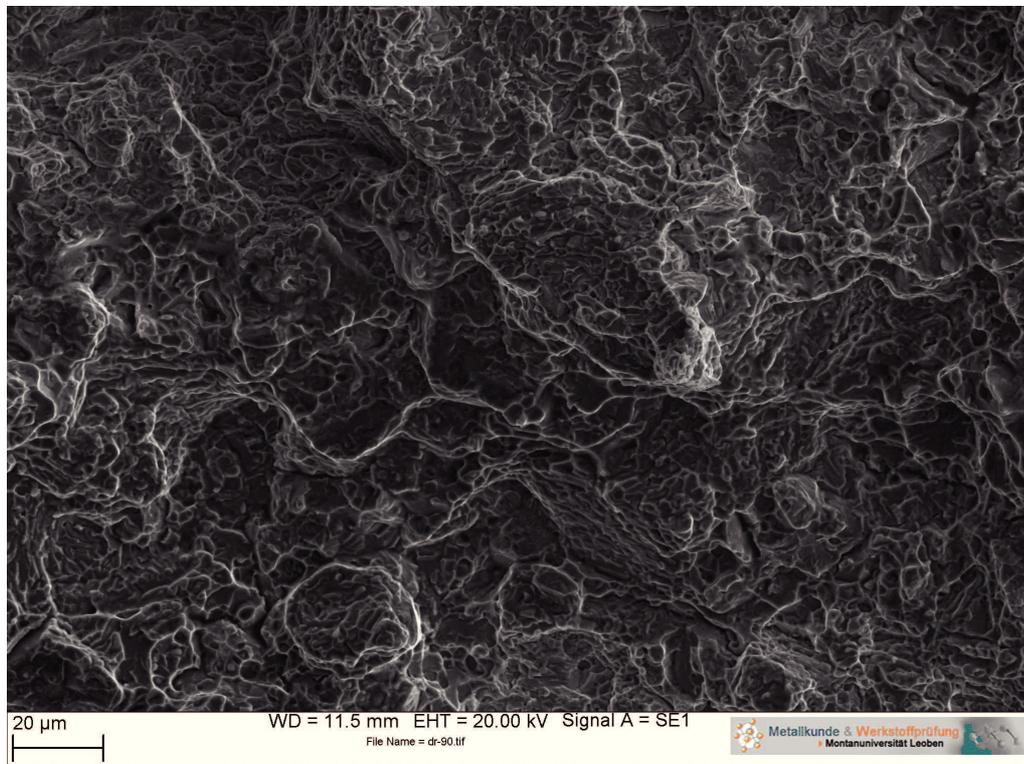


Abb. 3.34: REM-Aufnahmen der Bruchflächen des Härtegefüges, M310IP. 1020°C Austenitisierungstemperatur, Probe DR mit $\lambda=8$

Der Vollständigkeit halber ist hier auch die Bruchfläche der **Probe ER** (M333IP, 980°C HT und $\lambda=0,5$) dargestellt (siehe Abb. 3.35 a). Da die Probe beim Schlagbiegeversuch jedoch in zahlreiche Einzelteile zerborsten ist, war nicht genau festzustellen, ob die Aufnahme tatsächlich die eigentliche Bruchfläche darstellt oder ob diese weggeplatzt ist. Auch sind vergleichbare Härte- und Zähigkeitswerte für diese Probe nicht verfügbar, da es sich hier um eine Probe aus den Vorversuchen handelt, welche bei der BEG geschlagen wurden. Jedenfalls kann bei Betrachtung dieser Bruchfläche ein insgesamt relativ duktil wirkender Bruch ausgemacht werden.

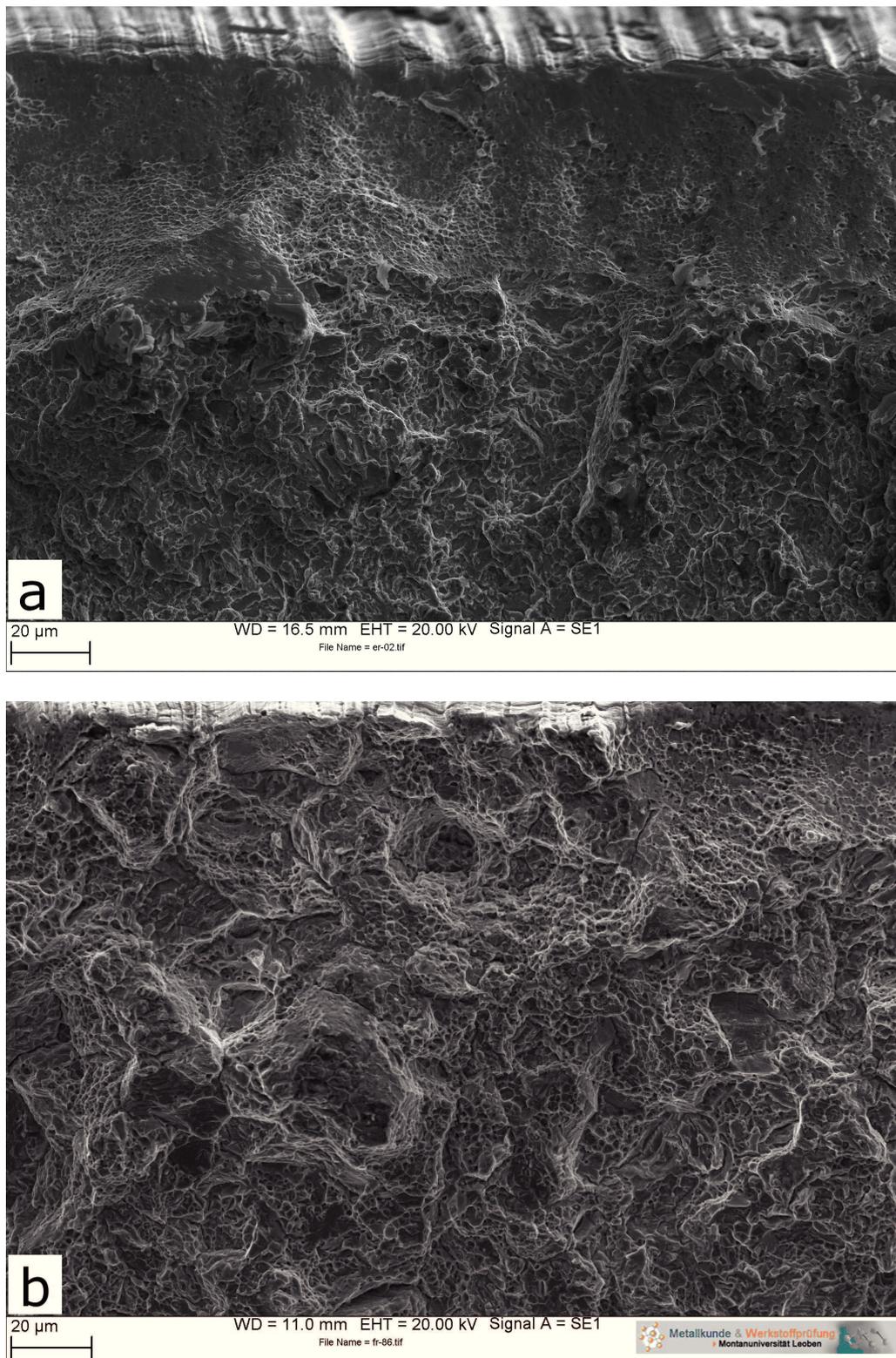


Abb. 3.35: REM-Aufnahmen der Bruchflächen des Härtegefüges, M333IP. 980°C Austenitisierungstemperatur, (a) Probe ER mit $\lambda=0,5$ und (b) Probe FR mit $\lambda=8$

Die Bruchfläche der **Probe FR** (M333IP, 980°C HT und $\lambda=8$) zeigt Abb. 3.35 **b**, bei Werten für Härte und Zähigkeit von 54,6 HRc bzw. 67,6 J und einem Anteil ungelöster Karbide von ca. 3%. Auch hier wirkt die Bruchfläche duktil, es sind jedoch einzelne Körner erkennbar.

Probe GR (M333IP, 1020°C HT und $\lambda=0,5$, Abb. 3.36), zeigt deutlich ein grobes Korn und/oder einen Defekt als bruchauslösenden Faktor. Das Aussehen der Bruchfläche lässt auf einen Quasispaltbruch mit duktilen Auszerrungen [41] schließen. Die entsprechenden Werte für Härte und Zähigkeit betragen 57,3 HRc und 13,9 J, der Anteil an ungelösten Karbiden betrug in etwa 1%.

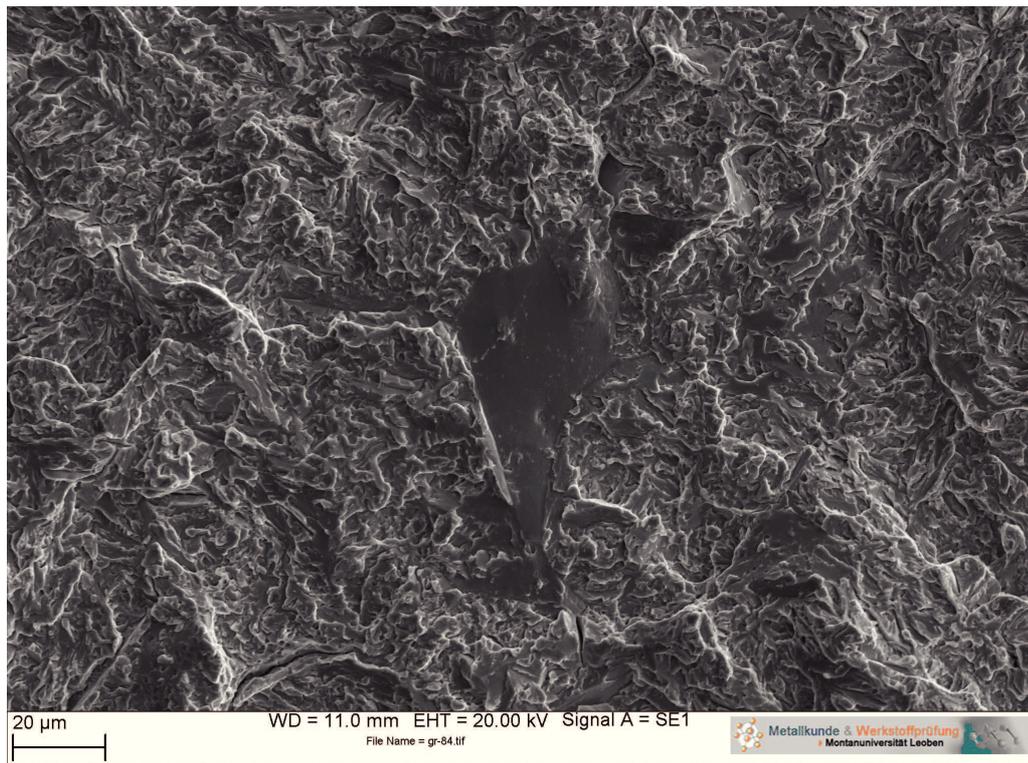


Abb. 3.36: REM-Aufnahmen der Bruchflächen des Härtegefüges, M333IP. 1020°C Austenitisierungstemperatur, Probe GR mit $\lambda=0,5$

Abb. 3.37 zeigt die Bruchfläche der **Probe HR** (M333IP, 1020°C HT und $\lambda=8$). Deren Charakter entspricht einem ausgesprochen spröden, interkristallinen Bruch, bei einer gemessenen Härte von 57,1 HRC, einer Zähigkeit von 13,8 J und einem Anteil ungelöster Karbide von ca. 1%. Gut zu erkennen sind die einzelnen Körner und auch aufgerissenen Korngrenzen können beobachtet werden (blau markiert).

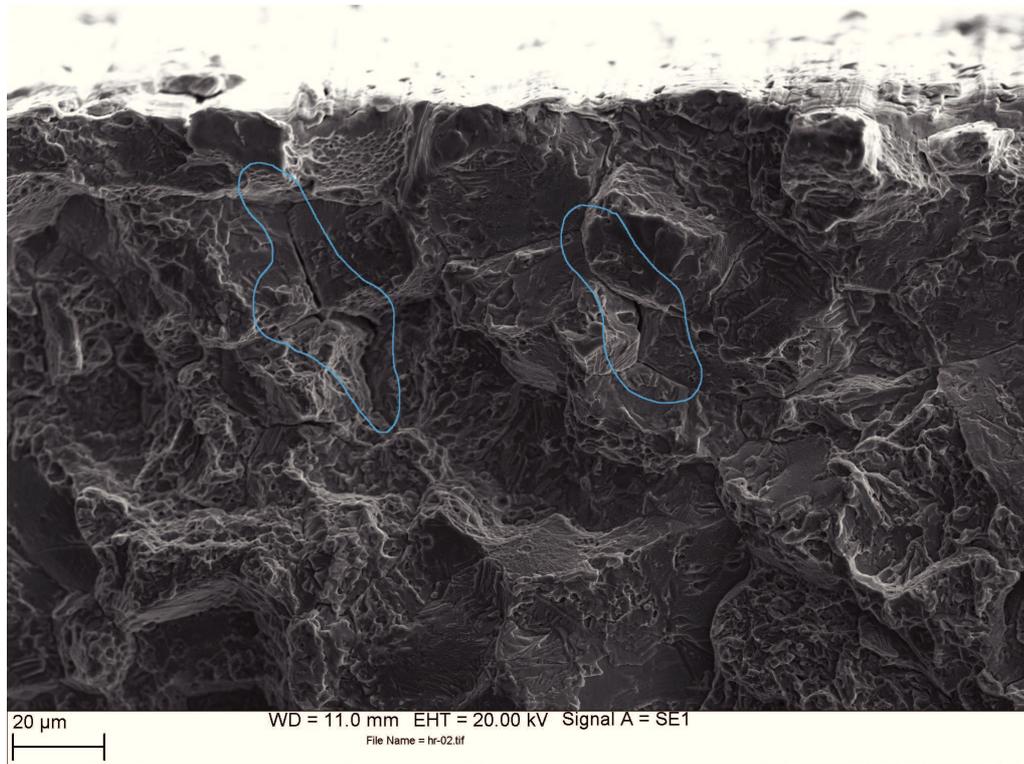


Abb. 3.37: REM-Aufnahmen der Bruchflächen des Härtegefüges, M333IP. 1020°C Austenitisierungstemperatur, Probe HR mit $\lambda=8$

Bestimmung des Karbidanteils

Die Ermittlung der Anteile an ungelösten Karbiden erfolgte durch die Anfertigung von ebenen Schliffflächen er gehärteten Proben und anschließender Aufnahme im REM.

Da der Kontrast zwischen den Karbiden und der Matrix relativ gering war, wurden die Bilder grafisch nachbearbeitet. Die Karbide wurden als schwarze Bereiche in eine neue, weiße Bildebene übertragen und abschließend wurde das Verhältnis von schwarzen Pixeln zu Gesamtpixeln bestimmt. In Abb. 3.38 ist dies beispielhaft für ein Bild der Probe ER dargestellt.

Für jede Probe wurden drei Bilder von repräsentativen Bereichen der Schlifffläche erstellt, mit dem Bildbearbeitungsprogramm „GIMP 2“ überarbeitet und der Karbidanteil bestimmt. Abschließend wurde über diese Werte gemittelt. Die ermittelten Anteile an ungelösten Karbiden sind nochmals gra-

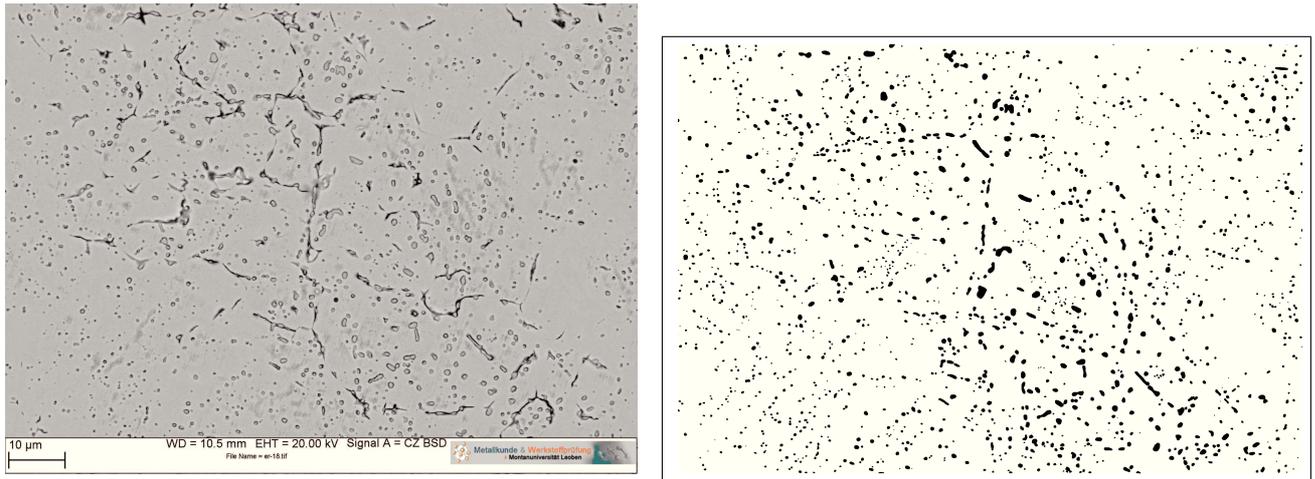


Abb. 3.38: Auswertung des Karbidanteils der Probe ER. (a) Ursprüngliches REM-Bild, (b) Überarbeitetes Bild für die Auswertung

fisch in Abb. 3.39 dargestellt.

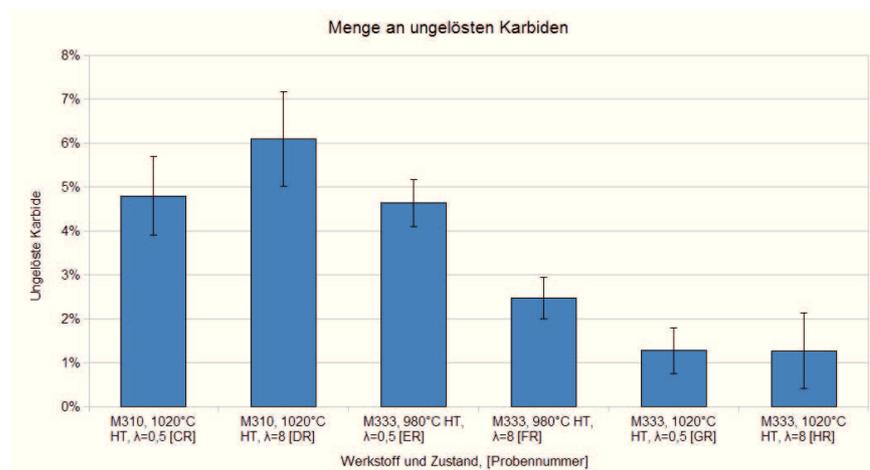


Abb. 3.39: Anteil an ungelösten Karbiden in den Proben CR bis HR

Für gleiche WBH-Zustände liegen sie sowohl bei den Proben CR und DR (M310IP, 1020°C Austenitisierungstemperatur), als auch bei den Proben GR und HR (M333IP, 1020°C Austenitisierungstemperatur) auf gleichem Niveau, d.h. innerhalb der Streubalken. Anders bei den Proben ER und FR (M333IP, 980°C Austenitisierungstemperatur). Selbst bei Berücksichtigung der Streuung fällt auf, dass die Menge an ungelösten Karbiden bei schneller Abkühlung (ER) mit etwa 4% zumindest 1% über der bei langsamer Abkühlung (FR) liegt. Offenbar wurden hier bei der Auswertung unterschiedliche Bereiche des Gefüges herangezogen. Die Karbidichte ist in Seigerzonen deutlich erhöht, wodurch in diesen Bereichen ein deutlich höherer Karbidanteil bestimmt wird.

Proben im Zielhärtebereich

Probe C0 (M310IP, 1020°C HT, $\lambda=0,5$ und 500°C AT), dargestellt in Abb. 3.40. Die gemessene Härte betrug 49,0 HRc, die Zähigkeit 40,9 J. Das Bruchbild lässt trotz vermeintlicher Grübchen einen relativ spröden Bruch vermuten. Die vermeintlichen Grübchen können bei näherer Betrachtung wiederum als duktile Auszerrungen einen transkristallinen Bruches interpretiert werden, während teilweise auch aufgerissene Korngrenzen beobachtet werden können.

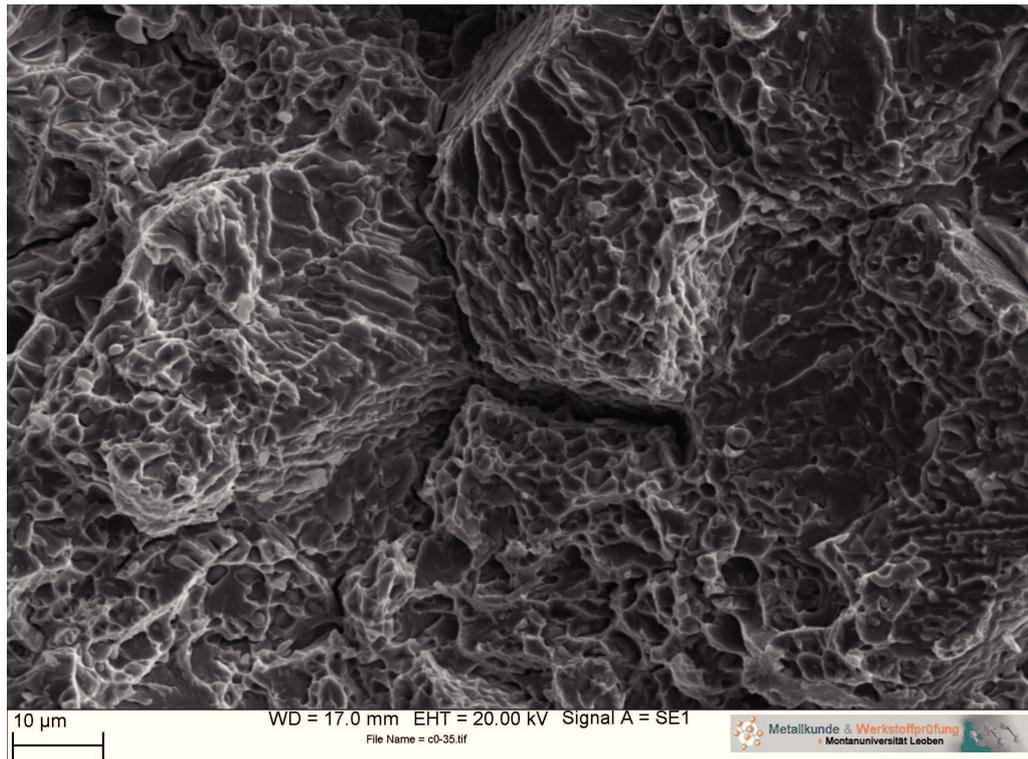


Abb. 3.40: REM-Aufnahmen der Bruchflächen im angelassenen Zustand, M310IP. 1020°C Austenitisierungstemperatur, Probe C0 mit $\lambda=0,5$ und 500°C Anlasstemperatur

Probe D8 (M310IP, 1020°C HT, $\lambda=8$ und 480°C AT), dargestellt in Abb. 3.41. Es zeigt sich ein hauptsächlich duktilen Bruchbild mit geringen Spaltbruchanteilen bei Werten für Härte und Zähigkeit von 48,6 HRc bzw. 38,1 J.

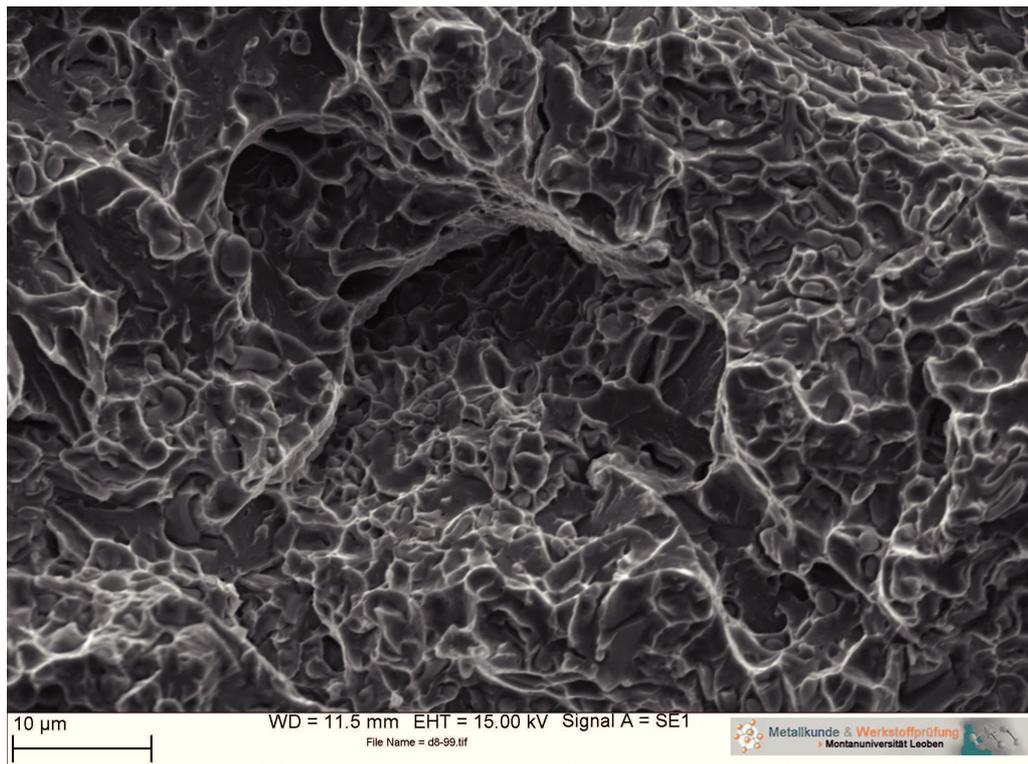


Abb. 3.41: REM-Aufnahmen der Bruchflächen im angelassenen Zustand, M310IP. 1020°C Austenitisierungstemperatur, Probe D8 mit $\lambda=8$ und 480°C Anlasstemperatur

Probe E1 (M333IP, 980°C HT, $\lambda=0,5$ und 510°C AT), dargestellt in Abb. 3.42 a. Ein teilweise duktiler Bruchbild ist erkennbar, jedoch sind auch sprödere Bereiche sichtbar. Die Werte für Härte und Zähigkeit: 47,9 HRc bzw. 148,4 J.

Probe F1 (M333IP, 980°C HT, $\lambda=8$ und 510°C AT), dargestellt in Abb. 3.42 b. Bei einer Härte von 48,8 HRc und einer Zähigkeit von 127,6 J zeigt sich hier ein relativ duktiler, interkristalliner Bruch.

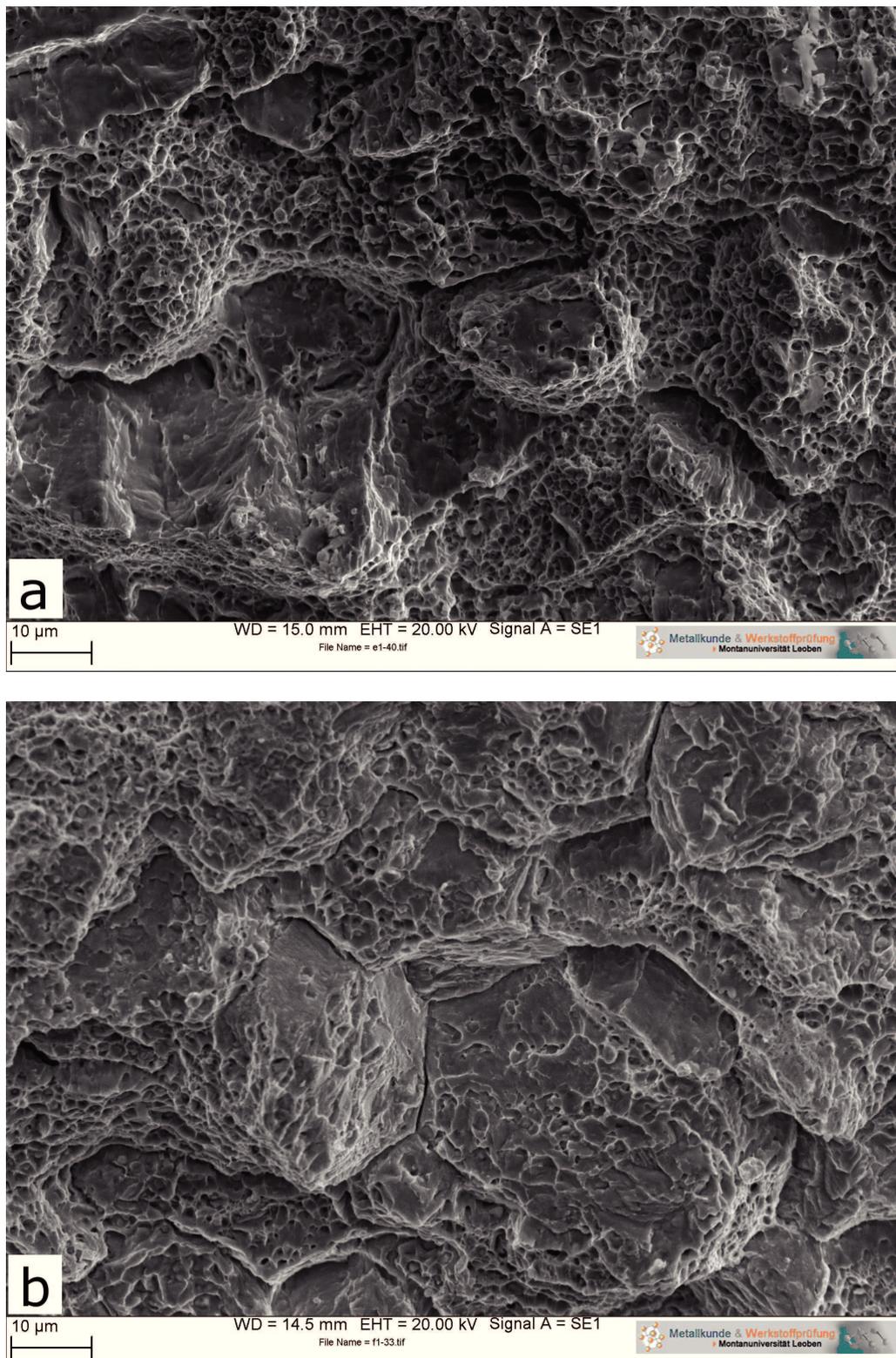


Abb. 3.42: REM-Aufnahmen der Bruchflächen im angelassenen Zustand, M333IP. 980°C Austenitisierungstemperatur, jeweils 510°C Anlasstemperatur, (a) Probe E1 mit $\lambda=0,5$ und (b) Probe F1 mit $\lambda=8$

Die Bruchfläche der **Probe G2** (M333IP, 1020°C HT, $\lambda=0,5$ und 520°C AT) ist in Abb. 3.43 dargestellt. Härte- und Zähigkeitswert: 48,6 HRc und 85,5 J. Zu sehen ist ein spröder, interkristalliner Bruch mit kleinen duktilen Bereichen dazwischen, sowie komplett und teilweise aufgerissenen Korngrenzen (siehe Markierung).

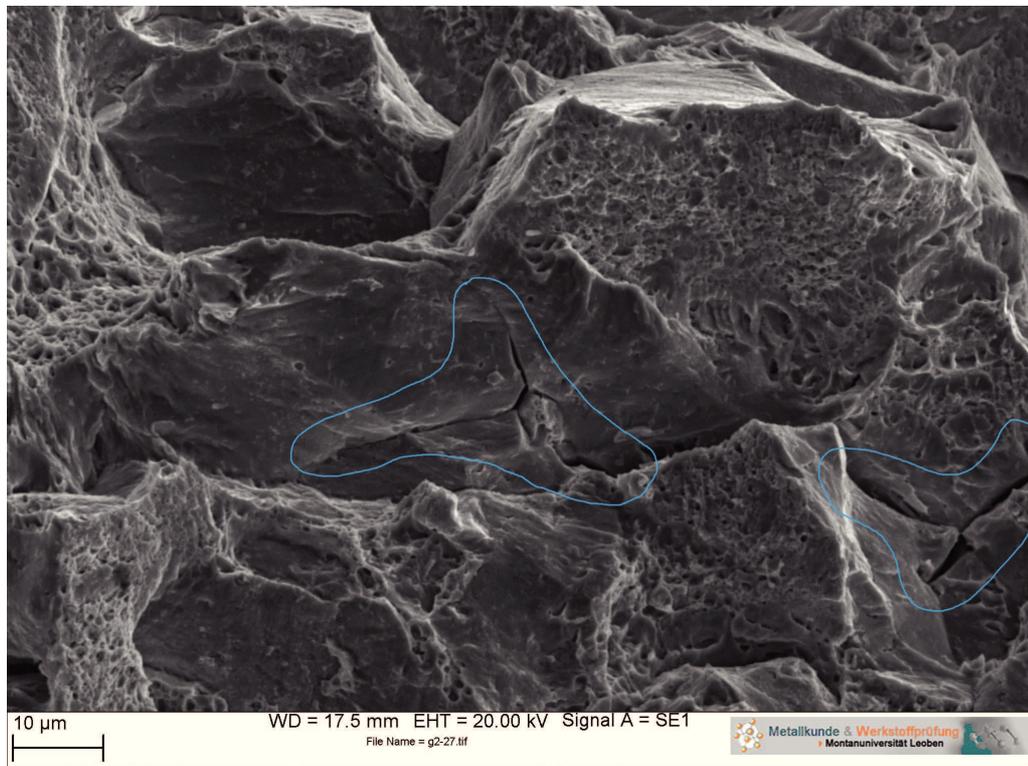


Abb. 3.43: REM-Aufnahmen der Bruchflächen im angelaßenen Zustand, M333IP. 1020°C Austenitisierungstemperatur, 520°C Anlasstemperatur, Probe G2 mit $\lambda=0,5$

Probe H2 (M333IP, 1020°C HT, $\lambda=8$ und 520°C AT), dargestellt in Abb. 3.44. Die Bruchfläche zeigt den Charakter eines spröden, interkristallinen Bruches, deutlich sichtbar sind zudem aufgerissene Korngrenzen. In den wenigen duktilen Bereichen sind vereinzelt Karbide sichtbar (blau markiert). Als korrespondierende Härte- und Zähigkeitswerte wurden 50,4 HRc bzw. 24,6 J ermittelt.

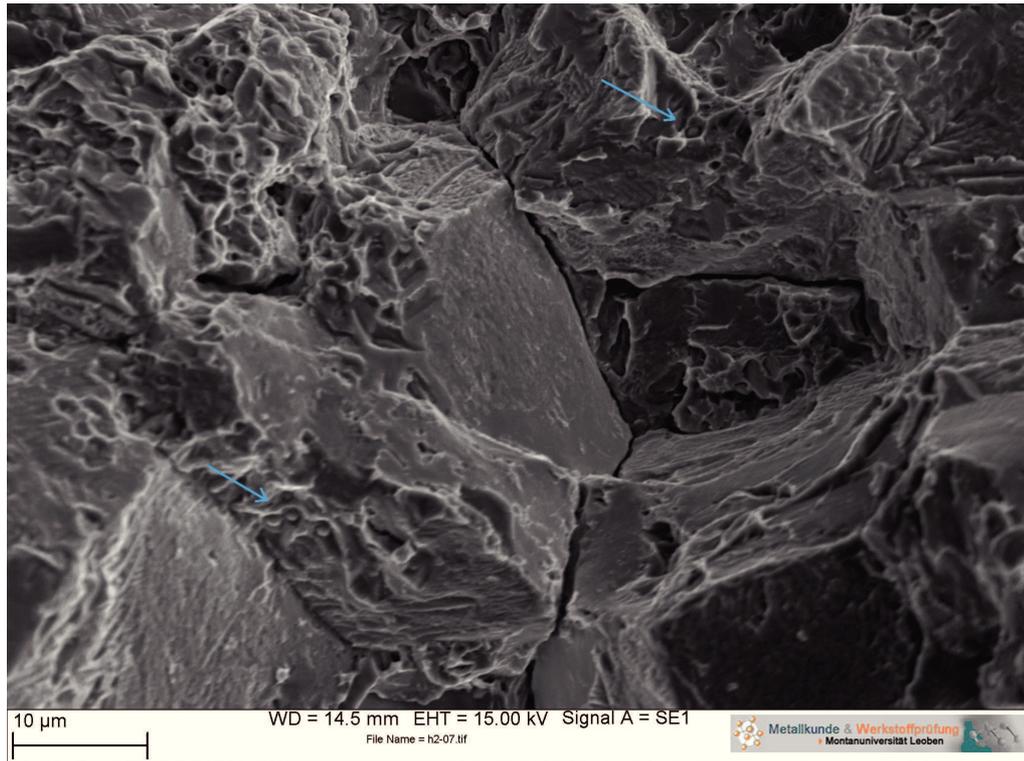


Abb. 3.44: REM-Aufnahmen der Bruchflächen im angelassenen Zustand, M333IP. 1020°C Austenitisierungstemperatur, 520°C Anlasstemperatur, Probe H2 mit $\lambda=8$

Auch hier wurden die Bruchflächen der Proben der Serie G (M333IP bei 1020°C austenitisiert und schnell abgekühlt) aufgrund des Zähigkeitseinbruchs bei 510°C Anlasstemperatur gesondert betrachtet. Schon bei makroskopischer Betrachtung fallen die unterschiedlich stark verformten Stirnflächen der Probenhälften auf. Abb. 3.45 gibt einen Überblick darüber.

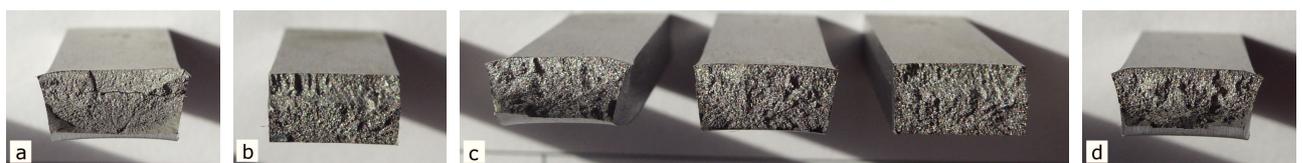


Abb. 3.45: Aufnahmen der Bruchflächen der Proben G0 bis G3 im Vergleich. M333IP, Austenitisierungstemperatur 1020°C, $\lambda=0,5$
Anlasstemperatur: (a) 500°C, (b) 510°C, (c) 520°C, (d) 530°C

In Abb. 3.46 ist eine Gegenüberstellung der REM-Aufnahmen der Proben G0 bis G3 zu finden.

Bei Betrachtung von Abb. 3.46 a und b ist sofort eine Änderung des Bruchverhaltens erkennbar. Wie schon erwähnt zeigt die Bruchfläche bei 500°C Anlasstemperatur einen duktilen Charakter, auch sind teilweise kleine transkristalline Spaltbruchbereiche erkennbar, während bei 510°C Anlasstemperatur nur noch sehr wenige duktile Bereiche vorhanden sind und überwiegend interkristalliner Sprödbruch

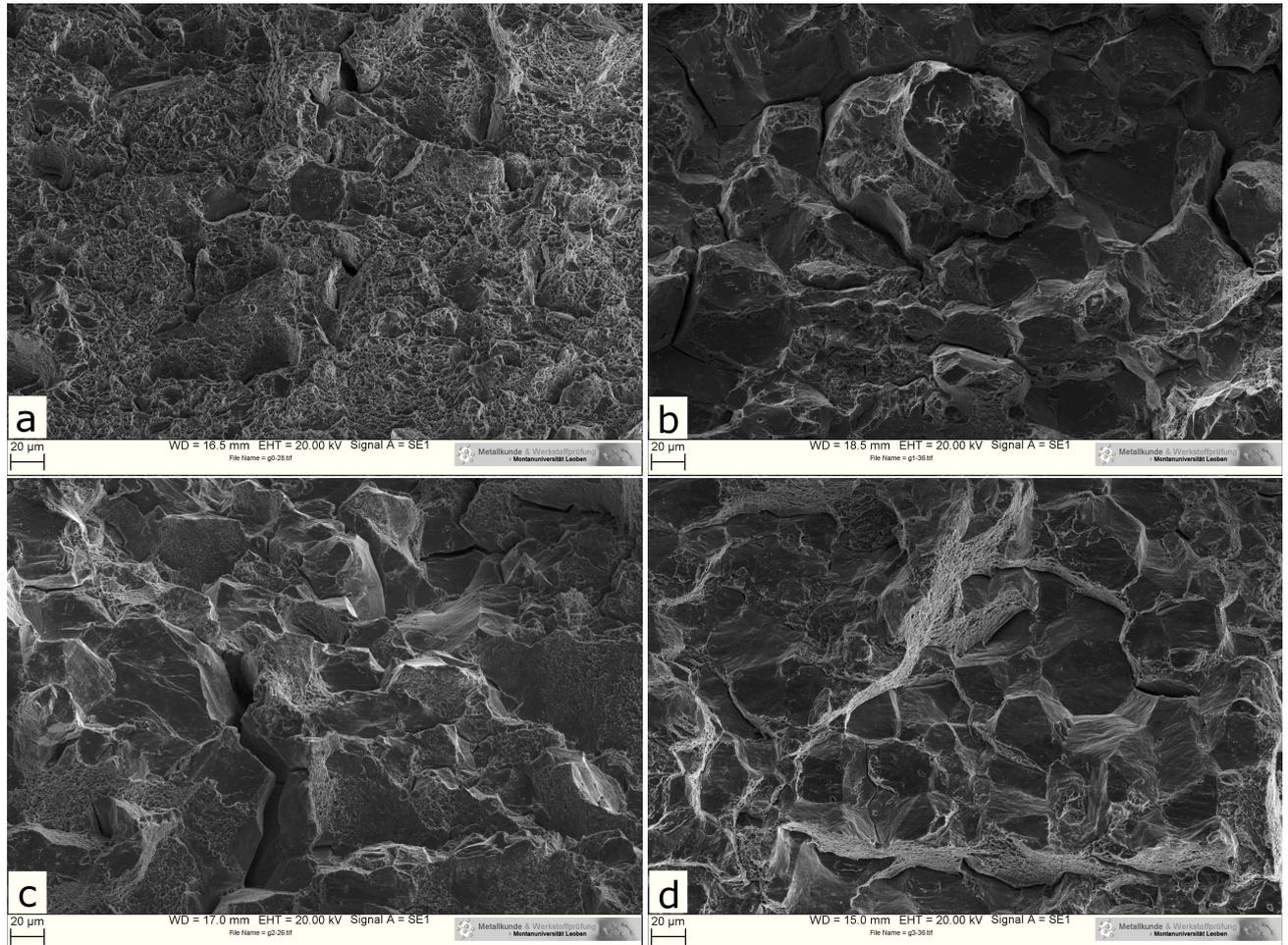


Abb. 3.46: REM-Aufnahmen der Bruchflächen der Proben G0 bis G3 im Vergleich. M333IP, 1020°C Austenitisierungstemperatur, $\lambda=0,5$
Anlasstemperatur: (a) 500°C, (b) 510°C, (c) 520°C, (d) 530°C

vorliegt. Die Bruchflächen der bei 520°C und 530°C angelassenen Proben zeigen einerseits wieder einen zunehmenden Anteil an duktil gebrochenen Bereichen (Abb. 3.46 c) und andererseits eine Änderung im Aussehen der gebrochenen Kornoberflächen. Diese wirken bei 500°C Anlasstemperatur eben und gleichmäßig, bei 530°C Anlasstemperatur jedoch stark uneben, teilweise gerippt oder gewellt (Abb. 3.46 d), was wiederum auf eine Änderung im Bruchverhalten hin zum transkristallinen Spaltbruch schließen lässt.

Bei 510°C (Abb. 3.46 b) scheinen die Korngrenzen durch Ausscheidungen belegt zu sein, wofür die glatten, ebenen Kornoberflächen sprechen könnten. Eine derartige Korngrenzenbelegung kann einen interkristallinen Bruchfortschritt deutlich erleichtern und könnte dadurch den Einbruch der Zähigkeit bei dieser Anlasstemperatur hervorrufen.

4 Diskussion der Ergebnisse

Neben der allgemeinen Betrachtung des Einflusses unterschiedlicher Wärmebehandlungsparameter auf die Mikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften der beiden Kunststoffformstähle Böhler M310 ISOPLAST und M333 ISOPLAST stand insbesondere die Klärung zweier metallkundlicher Erscheinungen beim M333IP bei dieser Arbeit im Mittelpunkt:

1. Die durchwegs sehr geringe Zähigkeit bei hoher Austenitisierungstemperatur und langsamer Abkühlung
2. Ein markanter Zähigkeitseinbruch bei hoher Austenitisierungstemperatur, schneller Abkühlung und Anlasstemperaturen um 500°C

Für den M333IP konnte im Zuge der ersten Versuchsreihen bei 1020°C Austenitisierungstemperatur der Zähigkeitseinbruch bei 510°C Anlasstemperatur deutlich erkannt werden und auch die geringe Zähigkeit bei einer langsamen Abkühlung mit $\lambda=8$ konnte für alle betrachteten Anlasstemperaturen beobachtet werden, während sowohl der M310IP bei 980°C und 1020°C Austenitisierungstemperatur als auch der M333IP bei 980°C Austenitisierungstemperatur diese Erscheinungen nicht zeigten. Die Verläufe der Serien G und H sind nochmals grafisch in Abb. 4.1 dargestellt:

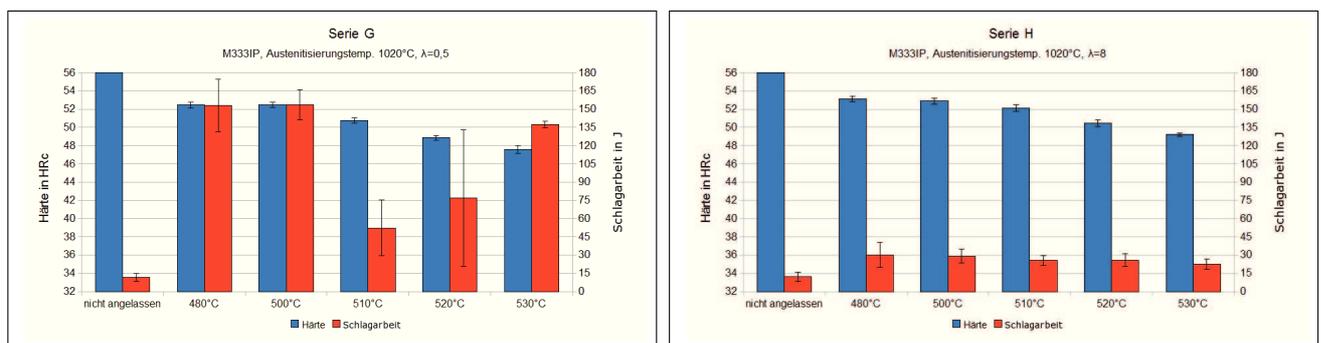


Abb. 4.1: Gegenüberstellung von Härte und Schlagarbeit des M333IP bei 1020°C Austenitisierungstemperatur, Serie G mit $\lambda=0,5$ und Serie H mit $\lambda=8$

4.1 Geringe Zähigkeit bei langsamer Abkühlung

Aus den Thermocalc-Berechnungen (Kap. 3.2.1) ist ersichtlich, dass das Austenitisieren beim M310IP bei beiden betrachteten Austenitisierungstemperaturen im Zweiphasengebiet $\gamma + M_{23}C_6$ erfolgt. Da-

mit sind die Karbide zumindest teilweise thermodynamisch stabil und reduzieren so die Beweglichkeit der Korngrenzen, wodurch ein Kornwachstum effektiv behindert wird [31, 35, 37]. Eine Betrachtung der lichtmikroskopischen Gefügebilder bestätigte die thermodynamischen Berechnungen. Längere Austenitisierungszeiten zeigen - unabhängig von der gewählten Austenitisierungstemperatur - kaum Auswirkungen auf das Gefüge des M310IP. Erst wenn der Werkstoff über 10h auf Austenitisierungstemperatur gehalten wird, beginnt das Korn langsam zu vergrößern.

Bei Betrachtung der „isopleth“-Darstellung der Thermocalc-Berechnungen für den M333IP (Abb. 3.2 b) ist erkennbar, dass hier die Austenitisierungstemperatur entscheidet, ob die Austenitisierung im Zweiphasengebiet $\gamma + M_{23}C_6$ oder im reinen γ -Gebiet erfolgt. Wird der M333IP im Zweiphasengebiet (also bei 980°C) austenitisiert, können bei sämtlichen betrachteten Anlasstemperaturen sehr gute Kombinationen aus Härte- und Zähigkeitswerten erreicht werden. Zudem zeigen sich diese gegenüber längeren Austenitisierungszeiten unempfindlich, was wiederum auf die thermodynamische Stabilität der Karbide und das damit verbundene unterdrückte Kornwachstum zurückgeführt werden kann. Lichtmikroskopische Gefügebilder und die Auswertung der Korngrößenbestimmung bestätigen dies, das Korn vergrößert selbst bei langen Austenitisierungsdauern kaum. Die nach ASTM E112/E930/E1181 ermittelte Korngröße beträgt sowohl nach 30-minütigem, als auch nach 12-stündigem Halten auf Austenitisierungstemperatur konstant 8,0.

Bei ausreichend langsamer Abkühlung besteht auch die Neigung zur Ausscheidung von voreutektoider Karbide, welche sich bevorzugt an den Korngrenzen der ehemaligen Austenitkörner bilden [22, 29]. In Abb. 4.2 ist der Bildungsbereich der voreutektoiden Karbidausscheidungen nochmals blau markiert.

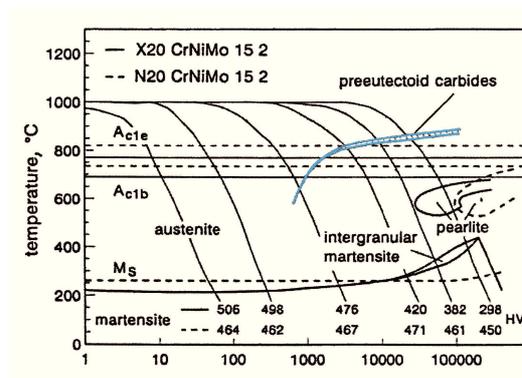


Abb. 4.2: ZTU-Schaubild eines kohlenstofflegierten (X20CrNiMo15-2) und eines stickstofflegierten (N20CrNiMo15-2) Werkzeugstahles bei kontinuierlicher Abkühlung von 1000°C [22]

Derart belegte Korngrenzen begünstigen einen interkristallinen Bruchfortschritt und erhöhen damit die Neigung zu verformungsarmem Bruch (vgl. Kap. 2.2.1).

Schon durch den geringeren Kohlenstoffgehalt ist im M333IP gegenüber dem M310IP eine geringere Menge an $M_{23}C_6$ -Karbiden vorhanden. Dies konnte durch Messungen des Karbidanteils an den ge-

härteten Proben bestätigt werden. In Abb. 4.3 sind die Anteile an nicht rückgelösten Karbiden nach 30-minütiger Austenitisierung nochmals grafisch dargestellt. Bei kurzen Austenitisierungszeiten liegt der M310IP mit etwa 6% Anteil an ungelösten Karbiden deutlich über dem M333IP, für den bei niedriger Austenitisierungstemperatur noch etwa 4% und bei hoher Austenitisierungstemperatur nur noch etwa 1% Anteil an ungelösten Karbiden gemessen werden konnten.

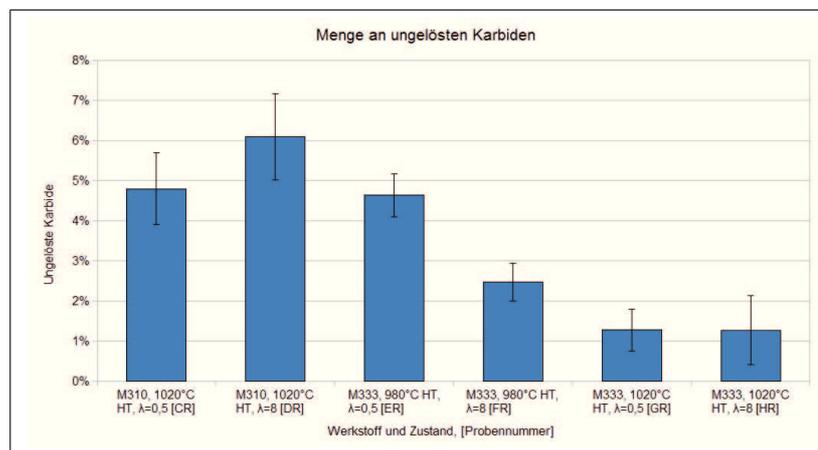


Abb. 4.3: Anteile an ungelösten Karbiden in den Proben CR bis HR

Eine Austenitisierung bei 1020°C erfolgt für den M333IP im reinen γ -Gebiet. Die Karbide sind bei dieser hohen Austenitisierungstemperatur thermodynamisch nicht stabil und es ist eine vollständige Rücklösung in der Matrix zu erwarten, wenn die Austenitisierungsdauer lang genug gewählt wird. Dies konnte in den Versuchsreihen zur Bestimmung des Vergrößerungsverhaltens bestätigt werden (Tab. 3.15), schon ab Austenitisierungszeiten ab 1h konnte eine Vergrößerung des Gefüges festgestellt werden, ab 3h fällt diese deutlich aus (Duplex Banding mit einer nach ASTM E112/E930/E1181 ermittelten Korngröße von 90% 5,0 und 10% 8,0).

Somit könnte eine Erklärung für die geringen ermittelten Zähigkeitswerte bei langsamer Abkühlung eine ungünstige Kombination aus voreutektoiden Karbidausscheidungen entlang der ehemaligen Austenitkorn Grenzen [29] und relativ grobem Korn sein (vgl. [28]). Der Fortschritt des Bruches entlang dieser geschwächten Bereiche kann damit deutlich erleichtert werden, was die Zähigkeit erheblich verringert.

4.2 Zähigkeitseinbruch bei 510°C Anlasstemperatur

Um Gründe für den Zähigkeitseinbruch zu finden wurden die Zustände G0 bis G3 gesondert betrachtet, wobei die Kurvenverläufe der instrumentierten Schlagbiegeversuche (Abb. 3.20) das beobachtete Verhalten zwar gut bestätigen, jedoch keine Erklärung dafür liefern konnten.

Bei Betrachtung der REM-Aufnahmen der Bruchflächen (Abb. 3.45 bzw. 3.46) konnten jedoch deutliche Unterschiede im Bruchbild ausgemacht werden. Während die Bruchfläche bei 500°C Anlasstemperatur duktilen Charakter aufweist und nur kleine transkristalline Spaltbruchbereiche erkennbar sind, ändert sich das Bruchaussehen bei 510°C Anlasstemperatur hin zu einem interkristallinen Sprödbbruch. Es sind zudem viele aufgerissene Korngrenzen zu sehen, was auf eine deutliche Schwächung dieser schließen lässt. Geschwächte Korngrenzen werden in der Literatur als wesentlicher zähigkeitsreduzierender Faktor erwähnt, bspw. von Hornbogen in [28].

Bei 520°C und 530°C Anlasstemperatur nimmt einerseits der Anteil an duktil gebrochenen Flächen wieder zu und andererseits zeigt das Bruchbild eine Änderung hin zum transkristallinen Spaltbruch. Ein derartiges Verhalten der Änderung der Bruchart konnte bei Segregationsuntersuchungen beobachtet werden, bspw. in [30].

Auch die lichtmikroskopischen Gefügebilder zeigen eine Bildung von Korngrenzensäumen im Bereich von 510-520°C Anlasstemperatur (vgl. Abb. 3.25 und 3.26).

Eine Erklärung für den beobachteten Zähigkeitseinbruch könnten Belegungen der Korngrenzen durch Ausscheidungen sein, die durch eine deutliche Schwächung der Korngrenzenbereiche einen interkristallinen Bruchfortschritt erheblich erleichtern können. Sowohl die lichtmikroskopische Betrachtung des Gefüges als auch eine Analyse der Bruchflächen im REM scheinen darauf hinzudeuten, mit Sicherheit konnten derartige Belegungen im Rahmen der durchgeführten Untersuchungen jedoch nicht nachgewiesen werden.

5 Zusammenfassung

Immer wieder treten kundenseitige Schadensfälle und Reklamationen den korrosionsbeständigen martensitischen Kunststoffformenstahl Böhler M333 ISOPLAST betreffend auf. Viele davon sind auf einen ausgeprägten Zähigkeitseinbruch dieses Stahles zurückzuführen, der in der Umgebung der empfohlenen Anlasstemperatur um etwa 500°C auftritt. Im Zuge dieser Arbeit wurden anhand von ausgewählten definierten Wärmebehandlungsparametern unterschiedliche Wärmebehandlungen simuliert.

Neben dem eigentlich untersuchten M333IP, bei dem der Kohlenstoff teilweise durch Stickstoff substituiert ist, wurde als Vergleichswerkstoff auch der nicht-stickstofflegierte M310IP betrachtet.

Härte- und Zähigkeitswerte beider Werkstoffe wurden bestimmt und mit lichtmikroskopischen Gefügebildern sowie rasterelektronenmikroskopischen Bildern der Bruchflächen verglichen. Ergänzend wurden Thermocalc-Berechnungen durchgeführt, um anhand des Phasendiagramms die möglichen auftretenden Phasen abzuschätzen.

Der *M310IP* zeigt einen gewohnten Verlauf von Härte und Zähigkeit. Mit zunehmender Anlasstemperatur sinken die Härtewerte, während im Gegenzug die Zähigkeitswerte zunehmen. Das trifft im Allgemeinen bei beiden betrachteten Austenitisierungstemperaturen und beiden Kühlraten zu, wobei allerdings angemerkt werden muss, dass speziell bei niedriger Kühlrate und damit hohem λ -Wert das Zähigkeitsniveau relativ konstant bei niedrigen Werten liegt. Zudem zeigt sich, dass mit einer zu niedrig gewählten Austenitisierungstemperatur die angestrebte Zielhärte von 50 ± 2 HRC keinesfalls erreicht werden kann.

Der *M333IP*, dessen gute Zähigkeitseigenschaften auf einem relativ homogenen Gefüge aus Kohlenstoff-Stickstoff-Martensit und regelmäßig verteilten, feinsten Hartphasen (hauptsächlich Sonderkarbide vom Typ $M_{23}C_6$) beruhen, bietet schon bei Betrachtung der Austenitisierungstemperatur ein anderes Bild.

Während bei niedriger Austenitisierungstemperatur noch kaum Abweichungen vom gewöhnlichen und oben schon erwähnten Verhalten auftreten, wirkt sich bei *hoher Austenitisierungstemperatur* auch die Abkühlgeschwindigkeit massiv aus:

- Bei schneller Abkühlgeschwindigkeit wird das insgesamt recht gute Zähigkeitsniveau von einem massiven Einbruch bei etwa 510°C Anlasstemperatur begleitet. Vermutlich sind die Korngrenzen bei dieser Anlasstemperatur durch eine nahezu vollständige Belegung derart geschwächt, dass der Rissfortschritt interkristallin und nahezu ohne Energieverbrauch erfolgen kann.
- Bei langsamer Abkühlgeschwindigkeit ist das Niveau insgesamt sehr niedrig. Der Grund dafür dürfte in einer ungünstigen Kombination aus relativ grobem Korn und voreutektoiden Karbidausscheidungen entlang der ehemaligen Austenitkorngrenzen liegen, die ein Fortschreiten des Bruches entlang dieser erheblich erleichtern. Die Zähigkeit verringert sich damit drastisch. Zwar treten diese voreutektoiden Ausscheidungen auch bei tieferen Austenitisierungstemperaturen auf, wirken sich jedoch aufgrund der geringeren Korngröße, d.h. dem insgesamt feineren Korn weit weniger negativ auf die Zähigkeit aus.

Ein ähnliches Bild ergibt sich auch bei Betrachtung der Korngrößen im Zuge einer Variation der Austenitisierungsdauer. Der M310IP besitzt insgesamt recht stabiles Korn und zeigt eine Vergrößerung erst bei hohen Austenitisierungstemperaturen und langen Haltezeiten. Der höhere Anteil und die thermodynamische Stabilität der $M_{23}C_6$ -Karbide scheinen die Korngrenzen über lange Zeit zu stabilisieren und Kornwachstum so effektiv zu verhindern.

Beim M333IP spielt die Austenitisierungstemperatur jedoch auch hier eine große Rolle. Bei niedriger Austenitisierungstemperatur bleibt die Korngröße auch bei langen Haltezeiten relativ konstant, was auch hier auf die Austenitisierung im Zweiphasengebiet $\gamma+M_{23}C_6$ und damit den höheren Anteil an ungelösten Karbiden zurückzuführen ist. Bei hoher Austenitisierungstemperatur scheinen jedoch einzelne Körner bereits frühzeitig zu wachsen und schon bei geringfügig längeren Glühzeiten zeigt sich schnell ein relativ grobes Gefüge. Es scheinen hier durch die Glühung im reinen γ -Gebiet kaum noch ungelöste Karbide vorhanden zu sein, die eine Stabilisierung der Korngrenzen bewirken und damit das Kornwachstum behindern könnten.

Insgesamt kann gesagt werden, dass bei hoher Austenitisierungstemperatur für den Böhler M333 ISOPLAST in jedem Fall Vorsicht geboten ist. Schon geringfügig zu hohe Austenitisierungstemperaturen resultieren selbst bei schneller Abkühlung im Bereich von Anlasstemperaturen um 510°C in einem Zähigkeitseinbruch, während geringe Abkühlungsgeschwindigkeiten, beispielsweise im Inneren eines massiven Blocks oder Bauteils, insgesamt zu vergleichsweise niedrigen Zähigkeitswerten führen.

6 Literaturverzeichnis

- [1] B. Gehricke, I. Schruff: Proc. 5th Int. Tooling Conf.: „Tool Steels in the Next Century“, University of Leoben, Leoben, 1999, S. 83-90
- [2] Produktinformation der Firma Böhler Edelstahl GmbH & Co KG: M310 ISOPLAST
- [3] Produktinformation der Firma Böhler Edelstahl GmbH & Co KG: M333 ISOPLAST
- [4] S. Wilmes, H.-J. Becker, R. Krumpholz und W. Verderber: in „Werkstoffkunde Stahl, Band 2: Anwendungen“, Springer Verlag, Berlin, 1985, S. 305-377
- [5] Wikipedia, Liste der Legierungselemente,
http://de.wikipedia.org/wiki/Liste_der_Legierungselemente, Februar 2011
- [6] H. Feichtinger, X. Zheng: Thermodynamik und Verfahrenstechnik der Herstellung von Stickstoffstählen
Ergebnisse der Werkstoffforschung, Band 4: Stickstofflegierte Stähle, Verlag Thubal-Kain, Zürich, 1991, S.19-32
- [7] G. Stein, J. Menzel: Herstellung, Weiterverarbeitung und technische Anwendungsmöglichkeiten massiv aufgestickter Stähle
Ergebnisse der Werkstoffforschung, Band 4: Stickstofflegierte Stähle, Verlag Thubal-Kain, Zürich, 1991, S.33-45
- [8] A. H. Satir-Kolorz: Über die Löslichkeit von Stickstoff in flüssigen Eisen- und Stahlgusslegierungen unter erhöhtem Druck
Diss ETH Zürich Nr.8970 (1989)
- [9] Produktinformation der Firma Böhler Edelstahl GmbH & Co KG: Sonderstahlwerk, 2007
- [10] H. Berns, F. Krafft, J. Lueg, Druckstickstofflegierte, martensitische Stähle, HTM 45 (1990) 6, S. 337-343
- [11] W. Heimann, R. Oppenheimer und W. Weßling: in „Werkstoffkunde Stahl, Band 2: Anwendungen“, Springer Verlag, Berlin, 1985, S. 385-424

- [12] H. Berns: „Stahlkunde für Ingenieure“, Springer Verlag, Berlin, 1991
- [13] A. L. Schaeffler, Constitution Diagram for Stainless Steel Weld Metal, Metal Progress 56 (1949) 5, S. 680
- [14] E. Baerlacken, W. A. Fischer, K. Lorenz, Untersuchungen über das Umwandlungsverhalten, die Kerbschlagzähigkeit und die Neigung zur interkristallinen Korrosion von Eisen-Chrom-Legierungen mit Chromgehalten bis 30%, Stahl und Eisen 81 (1961) 12, S. 768-778
- [15] H. P. Haastert: in „Werkstoffkunde Stahl, Band 2: Anwendungen“, Springer Verlag, Berlin, 1985, S. 639-650
- [16] A. Satir-Kolorz, H.-K. Feichtinger, M. O. Spindel, Literaturstudie und theoretische Betrachtungen zum Lösungsverhalten von Stickstoff in Eisen-, Stahl- und Stahlgusslegierungen, Gießereiforschung 42 (1990) 1
- [17] Peter J. Uggowitzer: Festigkeit und Zähigkeit austenitischer Stickstoffstähle
Habil ETH Zürich (1992)
- [18] H. Berns, Stickstoffmartensit, Grundlage und Anwendung, HTM 55 (2000) 1, S. 8-14
- [19] H. Berns, J. Lueg, Stickstofflegierte Werkzeugstähle, Neue Hütte 36 (1991) 1, S. 13-18
- [20] P. Pant u.a., Eine neue Technologie der Massivaufstickung - ein Weg zur deutlichen Eigenschaftsverbesserung austenitischer Stähle, Techn. Mitt. Krupp, Forsch.Ber. 43 (1985) 3, S. 67-82
- [21] J. Lueg: Stickstofflegierte Werkzeugstähle
Diss Ruhr Universität Bochum, s.a. Fortschr.Ber. VDI-Reihe 5, Nr.188, Düsseldorf (1990)
- [22] H. Berns, R. Erhardt, Carbon or nitrogen alloyed quenched and tempered stainless steels - a comparative study, steel research 67 (1996) 8, S. 343-349
- [23] R. Erhardt: Stickstofflegierte nichtrostende Einsatz- und Vergütungsstähle
Diss Witten, Düsseldorf (1995)
- [24] H. Berns, F. Wendl, Einfluss der Erzeugung und Wärmebehandlung auf Gefüge und Zähigkeit des Warmarbeitsstahles X 40 CrMoV 5 1, HTM 39 (1984) 3, S. 120-125
- [25] B. Buchmayr, J. Mayerhofer, Skriptum zur Vorlesung „Werkstoffkunde der Stähle“, Kapitel 5 und 6
- [26] W. Dahl: in „Werkstoffkunde Stahl, Band 1: Grundlagen“, Springer Verlag, Berlin, 1984, S. 235-400

- [27] E. Haberling, K. Rasche, Zusammenhang zwischen Gefügeausbildung und Zähigkeit von Warmarbeitsstählen, Thyssen Edelstahl Technische Berichte 7.Band, 1981 Heft 2, S. 168-175
- [28] E. Hornbogen, H. Warlimont: „Metallkunde“, Springer Verlag, Berlin, 2001
- [29] S. Mayer, C. Scheu, H. Leitner, I. Siller, H. Clemens, Correlation between heat treatment, microstructure and mechanical properties of a hot-work tool steel, Int. J. Mat. Res. 100 (2009) 1, S. 86-91
- [30] Q.-f. Li, L. Li, E.-b. Liu, D. Liu, X.-f. Cui, Temper embrittlement dynamics induced by non-equilibrium segregation of phosphorus in steel 12Cr1MoV, Scripta Materialia 53 (2005), S. 309-313
- [31] B. Markoli, S. Spaić, Effect of tempering on the microstructure and hardness of ledeburitic chromium steel X155CrVMo12.1, Int. J. Mat. Res. 98 (2007) 2, S. 150-154
- [32] Thermo-Calc Software, Home-Section,
<http://www.thermocalc.com/index.php>, November 2010
- [33] H.-J. Bargel: in „Werkstoffkunde“, Springer Verlag, Berlin Heidelberg, 2000, S. 91-134
- [34] D. Gross, Th. Seelig: „Bruchmechanik“, Springer Verlag, Berlin Heidelberg, 2007, S.53-59
- [35] W. Bergmann: „Werkstofftechnik, Teil 1: Grundlagen“, Carl Hanser Verlag, München, 2008, S.151-160
- [36] PatentDe, Einkammer-Vakuumofen mit Wasserstoffabschreckung,
<http://www.patent-de.com/20070329/DE102005045783A1.html>, Februar 2011
- [37] Produktinformation der Firma Böhler Edelstahl GmbH & Co KG: KUNSTSTOFFFORMENSTÄHLE
- [38] Wikipedia, Nickel,
http://de.wikipedia.org/wiki/Nickel#Verwendung_als_Legierung, März 2011
- [39] Wikipedia, Schallgeschwindigkeit,
<http://de.wikipedia.org/wiki/Schallgeschwindigkeit>, November 2010
- [40] Wikipedia, Anlassen,
<http://de.wikipedia.org/wiki/Anlassen>, Februar 2011
- [41] R. Ebner: Bruch metallischer Werkstoffe
Diss IMW, Montanuniversität Leoben, Nr.14848, Leoben (1983)