Lehrstuhl für Umformtechnik

Department Product Engineering, Montanuniversität Leoben



# DIPLOMARBEIT

# Analyse von Herstellmöglichkeiten für hochfeste Nahtlosrohre

Bernhard Lackner

Metallurgie 940

Juni 2007

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

Leoben, 11.06.2007

Bernhard Lackner

# Danksagung

Mein Dank gilt vor allem Herrn Univ.Prof. Dipl.-Ing. Dr.mont. Bruno Buchmayr für die ausgezeichnete Betreuung und die tatkräftige Unterstützung bei der Erstellung dieser Diplomarbeit.

Weiters möchte ich dem Industriepartner voestalpine Tubulars für die Möglichkeit zur Verfassung der Diplomarbeit danken. Insbesondere gilt mein Dank Herrn Dipl.-Ing. Jürgen Klarner für die hervorragende Zusammenarbeit und Betreuung.

Bedanken möchte ich mich auch bei Herrn Albert Jahn für die Unterstützung bei den metallografischen Auswertungen.

Für die Erstellung der Deform Simulation danke ich Herrn Dipl.-Ing. Dr.mont. Thomas Hatzenbichler.

Außerdem danke ich allen Mitarbeitern des Lehrstuhles für Umformtechnik sowie des Christian Doppler Labors für Werkstoffmodellierung und Simulation für das angenehme Arbeitsklima und die zahlreichen konstruktiven Ratschläge.

# Kurzfassung

Der Markt verlangt immer mehr nach höherfesten Rohren. Diese können allerdings mit den üblichen Herstellrouten auf Dauer nicht mehr wirtschaftlich produziert werden. Es werden daher mögliche Herstellrouten für hochfeste Nahtlosrohre diskutiert und aktuelle Entwicklungen auf diesem Gebiet aufgezeigt. Im Speziellen wird auf die thermomechanische Herstellung von Nahtlosrohren eingegangen. Dazu werden in Zusammenarbeit mit einem Industriepartner Rohrstauchversuche an zwei unterschiedlichen Stahlmarken durchgeführt. Die Stauchversuche dienen als Grundlage für die anschließenden metallografischen Untersuchungen, die Aufschluss über den Zusammenhang zwischen den thermomechanischen Einflussgrößen und den mechanischen Eigenschaften der Rohre geben.

# Abstract

In recent times the demand on high strength steel tubes is increasing. With the traditional methods the production of these tubes would not longer be economic. That's why in the present study alternative production methods and actual trends on this topic are discussed. Especially the thermomechanical production of seamless steel tubes is investigated. For that reason, together with an industrial partner, compression tests are carried out on two different steelgrades. The tests build the basic for the following metallographic examinations, which provide information about the dependencies between the thermomechanical factors and the mechanical properties of the tubes.

# Inhaltsverzeichnis

Ei	desst	attliche Erklärung											
Da	anksa	gung II											
$\mathbf{K}$	urzfa	$\operatorname{ssung}$											
A	ostra	et											
In	halts	verzeichnis											
1	$\mathbf{Ein}$	$\operatorname{eitung}$											
	1.1	Aktuelle Situation des Rohrmarktes											
		1.1.1 Wettbewerbs situation von nahtlosen und geschweißten Rohren $\ldots$ 3											
	1.2	Anforderungen und Trends im Bereich der Nahtlosrohrproduktion 5											
<b>2</b>	Ziel	${ m setzung/Aufgabenstellung}$											
3	Literaturübersicht												
	3.1	Herstellung nahtloser Stahlrohre											
		3.1.1 Temperaturverlauf während der Nahtlosrohrherstellung 13											
		3.1.2 Weiterverarbeitung (Kaltziehen)											
	3.2	Werksoffkundliche Grundlagen der Festigkeitssteigerung											
	3.3	Herstellmöglichkeiten für hochfeste Nahtlosrohre											
		3.3.1 Festigkeitssteigerung durch Vergütung 17											
		3.3.2 Festigkeitssteigerung durch TM-Walzen											
	3.4	Fließspannung und Fließkurven											
	3.5	Austenitkornätzung											
4	Exp	$erimentelle$ Untersuchungen $\dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots \dots 29$											
	4.1	Zielsetzung											
	4.2	Versuchswerkstoffe											
	4.3	Beschreibung der Untersuchungsmethode											

		4.3.1	Einstufige Stauchversuche	3
		4.3.2	Zweistufige Stauchversuche	5
		4.3.3	Metallografische Untersuchung	8
	4.4	Zusätz	liche Untersuchungen	2
5	$\operatorname{Erg}$	ebnisse	e und Diskussion	3
	5.1	Ergebi	nisse der Simulation $\ldots \ldots 4$	3
	5.2	Ergebi	nisse der einstufigen Versuche	7
		5.2.1	Umformkräfte und Fließkurven 4	7
		5.2.2	Ergebnisse der metallografischen Auswertung	5
	5.3	Ergebi	nisse der zweistufigen Versuche	2
	5.4	Diskus	sion $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $.$ 7	2
6	Sch	lussfol	gerungen und Ausblick	4
A	obild	ungsve	erzeichnis	<b>5</b>
Τa	belle	enverze	ho eichnis	9
$\mathbf{Li}$	terat	urverz	eichnis	0
A	Anł	nang		<b>2</b>

# 1 Einleitung

### 1.1 Aktuelle Situation des Rohrmarktes

Aufgrund des steigenden Energiebedarfs, weltweiter großer Infrastrukturinvestitionen und einer allgemein positiven Entwicklung der Weltwirtschaft stieg der Bedarf an Rohren in den letzten Jahren kontinuierlich an (Abbildung 1.1).



Abbildung 1.1: Stahlrohrproduktion weltweit in Mio. t [1].

Im Jahr 2006 erhöhte sich die Weltrohrstahlproduktion abermals um 11,9 % auf annähernd 99 Mio. t. Zurückzuführen ist die Steigerung im wesentlichen auf die gesteigerte Produktion Chinas, die nun beinahe ein Drittel der Weltproduktion repräsentiert. 2006 wuchs die Stahlrohrproduktion Chinas um 24 %. In den vergangenen 5 Jahren waren es sogar 147 %. Die Ausfuhren der Volksrepublik verfünffachten sich im selben Zeitraum von 0,5 Mio. t auf 2,5 Mio. t [2].



Abbildung 1.2: Zeitliche Entwicklung der Stahlrohrproduktion in China und weltweit [2]

In der EU führten die genannten Faktoren zu einer Steigerung der Produktion im Bereich der Nahtlosrohre sowie der geschweißten Rohre mit Durchmessern über 16". Im Bereich der geschweißten Rohre unter 16" ist die Produktion hingegen leicht rückläufig.



Abbildung 1.3: Stahlrohrproduktion in der EU in Mio. t [1].

Der Energiesektor stellt mit 45 % den größten Abnehmer der deutschen Stahlrohrindustrie dar. Danach folgen mit je 19 % die Automobilindustrie und der Maschinenbau [3].

Die Prognosen für die nächste Zeit fallen aufgrund des hohen Auftragsbestandes bei gleichzeitig anhaltender reger Nachfrage weiter positiv aus. Maßgeblich hierfür sind primär der weltweit hohe Bedarf an Infrastrukturinvestitionen sowie die anhaltend hohe Nachfrage der Energiewirtschaft [2]. Laut neuester Studie wird der weltweite Energiebedarf in den nächsten 25 Jahren um ca. 50 % wachsen. Daraus folgt die schon in den letzten Jahren gestiegene Nachfrage an Ölfeldrohren, Prozess- und Leitungsrohren für Raffinerien sowie Kesselrohren für den Kraftwerksbau [3].

### 1.1.1 Wettbewerbssituation von nahtlosen und geschweißten Rohren

Bei der Analyse der Wettbewerbssituation von nahtlosen und längsnahtgeschweißten Rohren auf dem Stahlrohrmarkt sind technische Machbarkeit, geforderte Qualitäten und Kosten separat zu betrachten. Verschiedene Einflüsse führen zu Verschiebungen der Marktanteile. Abbildung 1.4 zeigt die üblichen Abmessungsbereiche von geschweißten und nahtlosen Rohren [4].



Abbildung 1.4: Abmessungsbereiche nahtloser und geschweißter Rohre [4]

Geschweißte Rohre kommen vor allem im Dünnwandbereich zum Einsatz, wo die Wirtschaftlichkeit der Produktion vergleichsweise hoch liegt. Die Wirtschaftlichkeitsgrenze liegt heute bei einem Verhältnis Wanddicke zu Durchmesser von etwa 1 : 6. Nahtlose Rohre werden hingegen im Bereich größerer Wanddicke eingesetzt. Nicht ersetzt werden kann das Nahtlosrohr bei einer großen Anzahl von Werkstoffen, die in Schweißanlagen nicht eingesetzt werden können. Außerdem gibt es Anwendungsbereiche in denen Nahtlosrohre z.B. aus Sicherheitsgründen eingesetzt werden müssen [4].

In Abbildung 1.5 sind die Kostenstrukturen nahtloser und geschweißter Rohre gegenübergestellt.



Abbildung 1.5: Kostenstruktur nahtloser und geschweißter Rohre [4]

Deutlich zu erkennen ist, dass bei den geschweißten Rohren der Anteil der Materialkosten erheblich höher liegt als bei nahtlos gefertigten Rohren. Hier ist allerdings mit einer Materialkostenreduktion von ca. 22 % durch die CSP-Technik zu rechnen. Im Bereich der Nahtlosrohre hat der Rundstrangguss mit einem Anteil von etwa 97 % das gewalzte Einsatzmaterial bereits verdrängt. Aus diesem Grund ist in diesem Bereich mit keiner weiteren Materialkostenreduktion zu rechnen [4].

Generell kann im kleinen bis mittleren Wanddickenbereich von einem Kostenvorteil des geschweißten Rohres von etwa 10 % ausgegangen werden, wenn gleiche Funktionserfüllung durch das Rohr gegeben ist. Dies hat dazu geführt, dass bei einfachen Handelsrohren das geschweißte Rohr im Markt vorherrscht [4].

## 1.2 Anforderungen und Trends im Bereich der Nahtlosrohrproduktion

Wie in Abschnitt 1.1.1 beschrieben, ist im Bereich der Nahtlosrohre mit keiner Verringerung der Materialkosten zu rechnen. Die Nahtlosrohrhersteller sind daher gefordert, die durch die anlagenintensive Herstellung der Nahtlosrohre hohen Produktionskosten zu optimieren. Außerdem sind Kosteneinsparungen in Form der Reduktion der Materialkosten über höhere Ausbringung und eine Verminderung der Adjustagekosten möglich.

Laut [4] sind aktuell vor allem die folgenden Trends zur Ausschöpfung dieser Einsparungspotentiale erkennbar.

- Verbesserung der Prozessautomation durch z.B. Rohrendensteuerung, Wanddickensteuerungen, Rohrlängensteuerungen und Auslaufgeschwindigkeitssteuerung.
- Verbesserung der Qualitätssicherung durch verbesserte Messsysteme im Bereich der Wanddicken- und Exzentritätsmessung.
- Verbesserung der Maschinenkonstruktion und der Walzverfahren durch anstellbare Walzen im SRW-Gerüst sowie der Einsatz freier Kaliberformen beim Streckreduzieren.

Des Weiteren ergeben sich Anforderungen um die Wettbewerbsfähigkeit zu erhalten. Aus diesem Grund sind vor allem permanente Anstrengungen in Forschung und Entwicklung und ein hoher Qualitätsstandard nötig [2].

Die Entwicklung nahtloser Stahlrohre geht sowohl im Offshore-Bereich als auch im Leitungsund Konstruktionsbereich in Richtung hochfester Güten (X80 und höher)[5]. Die Gründe hierfür sind sowohl technologischer als auch wirtschaftlicher Natur. Im Offshore-Bereich werden Leitungen für den Einsatz bei hohen Temperaturen und druckbeständige Leitungen benötigt. Allgemein entstehen Forderungen durch konstruktive Kriterien sowie Schweißbarkeit und Oberflächenbeschaffenheiten. Auch die Gewichtseinsparung gewinnt sowohl aus konstruktiven als auch aus Gründen der Energieeinsparung in allen Bereichen an Bedeutung.

Abbildung 1.6 verdeutlicht die mögliche Gewichtseinsparung durch die Verwendung von Nahtlosrohren aus höherfester Feinkornbaustählen.



**Abbildung 1.6:** Mögliche Gewichtseinsparung durch den Einsatz von höherfesten Feinkornbaustahl-Nahtlosrohren [6].

So ist im Automobilsektor in den letzten Jahren der Bedarf an hochfesten Rohren, die außerdem eine gute Umformbarkeit aufweisen, stark gestiegen. Dies kann auf die steigenden Sicherheitsanforderungen sowie den Trend in Richtung Leichtbauweise zurückgeführt werden.

Aus wirtschaftlicher Sicht ergeben sich durch den Einsatz von höherfesten Stahlgüten vor allem Kostenvorteile durch den verringerten Materialbedarf. Außerdem können durch moderne Legierungskonzepte und Fertigungstechnologien teure Legierungsmittel eingespart werden. Bei geschweißten Pipelines kann etwa durch Erhöhung der Stahlgüte von X65 auf X80 eine Kosteneinsparung von 5 % realisiert werden. Bei einer Erhöhung auf die Qualität X100 ist sogar ein Kostenvorteil von 8 % zu erwarten [7].

# 2 Zielsetzung/Aufgabenstellung

Wie in Kapitel 1 beschrieben, verlangt der Markt immer mehr nach höherfesten Rohren. Diese können allerdings mit den üblichen Herstellrouten auf Dauer nicht mehr wirtschaftlich produziert werden. Vor allem im Vergleich zu Billiglohnländern wie China oder Indien ist die Wettbewerbsfähigkeit mit diesen Technologien langfristig nur schwer zu gewährleisten. Es sollen daher mögliche Herstellrouten für hochfeste Nahtlosrohre diskutiert und aktuelle Entwicklungen auf diesem Gebiet aufgezeigt werden.

Im Speziellen soll auf die thermomechanische Herstellung von Nahtlosrohren eingegangen werden. Dazu werden in Zusammenarbeit mit einem Industriepartner Stauchversuche durchgeführt, die Aufschluss über das Werkstoffverhalten während der thermomechanischen Behandlung und den daraus folgenden Werkstoffeigenschaften geben sollen.

Eine exakte Simulation der thermomechanischen Behandlung mittels Umformsimulator war zu Beginn dieser Arbeit noch nicht möglich. Aus zeitlichen Gründen sollen deshalb vorab Untersuchungen mittels Rohrstauchversuchen durchgeführt werden. Die Ergebnisse der Untersuchungen sollen als Basis für die umformtechnischen Berechnungen der Prozesse dienen.

# 3 Literaturübersicht

### 3.1 Herstellung nahtloser Stahlrohre

Für die Herstellung nahtloser Stahlrohre wurden im Laufe der Zeit zahlreiche Verfahren entwickelt. Je nach Abmessung der Rohre kommen heute unterschiedliche Kombinationen dieser zum Einsatz. Prinzipiell lässt sich der Herstellprozess in die in Abbildung 3.1 dargestellten 3 Umformstufen einteilen. In der ersten Stufe wird aus einem Vollblock durch Lochen oder Schrägwalzen über einen Lochdorn ein dickwandiger Hohlblock erzeugt. Der Hohlblock wird durch Längswalzen auf einem zylindrischen Innenwerkzeug zur Luppe ausgestreckt. Abschließend wird die Luppe durch eine Reduzierwalzung auf den gewünschten Rohraußendurchmesser gebracht.



Abbildung 3.1: Umformstufen der Rohrwalzverfahren [8]

Abbildung 3.1 zeigt die derzeitig gängigsten Verfahren für die Herstellung nahtloser, warmgewalzter Rohre. Je nach Stahlsorten, Abmessungsbereich und erforderlicher Kapazität gibt es innerhalb dieser drei Stufen unterschiedliche Kombinationen, um die optimale Gesamtanlage zu erhalten [8].

#### 3 Literaturübersicht



Gesamtstreckung vom Block zum Fertigrohr bis 400

Abbildung 3.2: Herstellung nahtloser Stahlrohre [9]

Entsprechend dem heutigen Stand der Entwicklung werden als moderne Hochleistungsanlagen vorzugsweise angewandt [10]:

- das Rohrkontiverfahren und das Stoßbankverfahren im Abmessungsbereich von etwa 21 bis 178 mm Außendurchmesser
- das Rohrkontiverfahren mit kontrolliert bewegter Dornstange (MPM)
- das Stopfenwalzverfahren im Abmessungsbereich von etwa 140 bis 406 mm Außendurchmesser

• das Schrägwalz-Pilgerschrittverfahren im Abmessungsbereich von etwa 250 bis 660 mm Außendurchmesser

Im Folgenden wird auf die Herstellroute Schrägwalzen - Stoßbank - Streckreduzierwalzwerk näher eingegangen. Abbildung 3.3 zeigt das Schema dieses Verfahrens.



Abbildung 3.3: Schema der Nahtlosrohrproduktion im Werk der voestalpine Tubulars [9]

Der im Drehherdofen erwärmte Block wird üblicherweise im Schrägwalzwerk zu einem Hohlblock umgeformt. Gegenüber dem Lochpressen werden in [10] folgende Vorteile angeführt:

- Die Herstellung von Rohren mit größere Längen (9 bis 10 m) sind möglich,
- das Loch wird besser zentrisch als beim Lochpressen,
- kein bzw. geringer Werkstoffverlust.

Das Verfahren des Schrägwalzens beruht auf einer schraubenförmigen Bewegung des Vollmaterials durch einen sich verengenden Walzspalt. Die Achsen der Walzen sind um 10 bis 12° gegeneinander geschränkt, wodurch der Vollblock schraubenlinienförmig weiterbewegt und das Material radial gedrückt wird. Dadurch formt sich das Walzgut oval und entwickelt in seinem Inneren Zugspannungen in Richtung der größeren Ovalachse (Abbildung 3.4). Nach einigen Umläufen wird der Werkstoff im Zentrum durch den mehrmaligen Spannungswechsel aufgezogen und getrennt. Der verwendete Dorn weitet das Loch und glättet die Innenwand. Mittels eines Lineals und/oder einer Hilfswalze wird das Material zwischen den Schrägwalzen gehalten [8].



Abbildung 3.4: Darstellung des Lochvorgangs im Mannesmann-Schrägwalzerk [10]

Der im Schrägwalzwerk gefertigte Hohlblock wird anschließend auf der Stoßbank gestreckt. Dazu wird dieser auf eine Dornstange gesetzt und durch 16 bis 24 nichtangetriebene Walzenkörbe gestoßen. In der Stoßbank wird die Luppe um das 10- bis 15fache gestreckt. Die auf den Dorn gewalzte Luppe wird im Lösewalzwerk gelöst und die Dornstange anschließend ausgezogen [8]. Abbildung 3.5 zeigt das Stoßbankverfahren nach Erhardt.



**Abbildung 3.5:** Prinzip einer Stoßbank, a) Walzgerüst, b) Dornstange, c) Schaftstange, d) Zahnstange, e) Antriebsritzel [10]

Nach dem Strecken auf der Stoßbank müssen die abgekühlten Rohrluppen in einem Nachwärmofen auf die gewünschte Ziehtemperatur erwärmt werden. Anschließend durchlaufen sie eine Presswasserentzunderung und werden im Streckreduzierwalzwerk ohne Innenwerkzeug auf die Rohrendabmessung gewalzt. In Abbildung 3.6 ist das Streckreduzierverfahren schematisch dargestellt. Aus wenigen maßverschiedenen Luppen werden in 24 bis 28 Walzgerüsten die fertigen Rohre hergestellt. Durch kontrollierte Einstellung des Längszuges zwischen den Gerüsten kann neben der Durchmesserabnahme auch eine gezielte Wanddickenabnahme erfolgen [10]. Der Durchsatz eines Streckreduzierwalzwerkes beträgt bis zu 10 t/h [8].



Abbildung 3.6: Darstellung des Streckreduzierverfahrens [10]

### 3.1.1 Temperaturverlauf während der Nahtlosrohrherstellung

In Abbildung 3.7 ist der Temperaturverlauf des Walzgutes während der einzelne Herstellstufen dargestellt.



Abbildung 3.7: Temperaturprofil des Walzgutes bei der Umformung von nahtlosen Stahlrohren.

Der im Drehherdofen erwärmte Block wird mit einer Temperatur von ca. 1300 °C gezogen. Am Einlauf zum Schrägwalzwerk ist der Block durch die Abkühlung an Luft während des Transportes auf eine Temperatur von 1140 °C abgekühlt. Durch die freigesetzte Umformenergie während des Schrägwalzens wird der Hohlblock um ca. 70 °C erwärmt. Bis zur Umformung auf der Stoßbank verliert der Hohlblock in etwa wieder diese Temperatur und hat 1140 bis 1150 °C. Nach der Stoßbank hat die Rohrluppe oberflächlich eine Temperatur von ca. 980 °C, wobei die Temperatur während des Stoßprozesses als nahezu isotherm mit ca. 1000 °C angesetzt werden kann. Durch die folgenden Transportvorgänge, sowie dem Rohrlöseprozess und dem Dornstangenausziehen sinkt die Temperatur der Rohrluppe dimensionsabhängig auf 450 bis 730 °C ab. Im Nachwärmofen wird die Rohrluppe wieder auf Ziehtemperatur von 950 bis 980 °C erwärmt. Durch die Presswasserentzunderung sinkt die Temperatur der auslaufenden Walzader, wiederum dimensionsabhängig, auf 720 bis 900 °C ab. Der Walzprozess selbst kann wieder als nahezu isotherm angesehen werden. Nach der Umformung im Streckreduzierwalzwerk erfolgt die Abkühlung der Rohre an Luft.

### 3.1.2 Weiterverarbeitung (Kaltziehen)

Die Weiterverarbeitung der nahtlosen Rohre durch Kaltziehen erlaubt die Herstellung kleinerer Abmessungen mit engerer Fertigungstoleranzen sowie die Einstellung besonderer mechanisch-technologischer Eigenschaften. Darüber hinaus kann die Oberflächengüte erheblich verbessert werden.

Nahtlose Präzisionsstahlrohre sind gemäß DIN 2391 im Durchmesserbereich von 4 bis 120 mm und Wandstärken von 0,5 bis 10 mm genormt. Rohre mit bis zu 380 mm Außendurchmesser und bis zu 35 mm Wandstärke sind durch Kaltziehen herstellbar [8]. Beim Kaltziehen von Rohren kommen je nach Anwendungsgebiet die Verfahren Hohlzug, Stopfenzug mit festem oder fliegendem Stopfen und Stangenzug zum Einsatz (Abbildung 3.8).



Abbildung 3.8: Darstellung gebräuchlicher Kaltziehverfahren [10]

Um die anhaftende Zunderschicht zu entfernen, müssen die warmumgeformten Rohre vor dem Ziehen gebeizt werden. Anschließend wird in mehreren Schritten ein Schmiermittelträger und ein Schmiermittel (meist auf Seifenbasis) aufgebracht. Durch die Kaltumformung während dem Ziehen verfestigt der Werkstoff wodurch Streckgrenze und Festigkeit erhöht werden. Die Zähigkeit der Rohre sinkt dabei allerdings. Dies ist in vielen Fällen ein erwünschter Effekt zur Steigerung der Festigkeit. Wenn mehrere Züge erforderlich sind, dann muss der Werkstoff, aufgrund des verminderten Formänderungsvermögens, zwischendurch meist wärmebehandelt, abermals entzundert und geschmiert werden.

# 3.2 Werksoffkundliche Grundlagen der Festigkeitssteigerung

Alle Methoden der Festigkeitssteigerung beruhen auf dem Blockieren der Versetzungsbewegung durch Hindernisse [11]. Die Hindernisse können in Form von Versetzungen, Korngrenzen, gelösten Fremdatomen oder Teilchen auftreten. In Abbildung 3.9 sind die grundsätzlichen Möglichkeiten zur Festigkeitssteigerung dargestellt.



**Abbildung 3.9:** Schematische Darstellung der Verfestigungsmechanismen und Einflussfaktoren auf die Festigkeitssteigerung [12]

Sämtliche Verfestigungsmechanismen führen zu einer Erhöhung der Streckgrenze. Allerdings sinkt in allen Fällen, ausgenommen der Korngrenzenverfestigung, die Zähigkeit des Werkstoffs. Abbildung 3.10 zeigt die Wirkung der Verfestigungsmechanismen auf die Streckgrenze und die Zähigkeit des Werkstoffes.

Nr.	Art der Verfestigung	Anhebung der Streckgrenze	Änderung der inhomogene Gefüge	Zähigkeit homogene Gefüge
1	Erhöhen der Versetzungsdichte	t	Ļ	¥
2	Bilden von Mischkristallen	•	Ļ	¥
3	Einlagern von Teilchen	Ť	Ļ	¥
4	Kornfeinung	*	*	Ť

**Abbildung 3.10:** Einfluss der einzelnen Verfestigungsmechanismen auf die Streckgrenze und die Zähigkeit [12]

Die in Summe günstigsten Ergebnisse lassen sich durch die Korngrenzenhärtung erreichen. Diese positive Kombination wird zum Beispiel bei den Feinkornbaustählen ausgenutzt. Höchste Festigkeits- und Zähigkeitswerte lassen sich auch durch eine martensitische Umwandlung gefolgt von einer Zementiteinformung durch Anlassen erzielen. Dies wird bei der Vergütung von Stählen durchgeführt [11].

Prinzipiell lässt sich die Festigkeit von Nahtlosrohren durch Kombination dieser Verfestigungsmechanismen steigern. Dazu kommt entweder eine Wärmebehandlung in Form einer Vergütung der Rohre oder die thermomechanische Behandlung (TMB) in Frage.

# 3.3 Herstellmöglichkeiten für hochfeste Nahtlosrohre

### 3.3.1 Festigkeitssteigerung durch Vergütung

Die Vergütung ist das derzeit übliche Verfahren zur Herstellung hochfester nahtloser Rohre. Dazu werden die fertig gewalzten Rohre gehärtet und anschließend angelassen. Die dadurch entstehenden Gefüge aus angelassenem Martensit weisen neben sehr hohen Festigkeiten auch gute Zähigkeitswerte auf. Im vergüteten Zustand werden sowohl Rohre aus klassischen Vergütungsstählen als auch aus Feinkornbaustählen angeboten. Letztere kommen aufgrund ihrer besseren Schweißbarkeit vor allem im Konstruktionsbereich zum Einsatz. Durch Wasservergütung lassen sich bei den mikrolegierten Feinkornbaustählen Streckgrenzen von bis zu 900 MPa erzielen [6]. Mit Vergütungsstählen lassen sich noch deutlich höhere Festigkeiten erzielen, wobei die Zähigkeit und die Schweißeignung durch den höheren Kohlenstoffgehalt allerdings stark verschlechtert werden. In Abbildung 3.11 sind stellvertretend die Festigkeitseigenschaften einiger Nahtlosrohrgüten aus dem Produktkatalog der Firma Vallourec & Mannesmann dargestellt.

Stahlgiite / Werksbezeichming	Liefer- zustand®	Stre	eckgrenze F	t <sub>ell</sub> in N/m	m² für Wai	ıddicken i	a min	Zugfestigkeit $\mathbf{R}_{\mathrm{m}}$ in N/mm² für Wanddicken in mm						Bruchdehnung A in % mind, L <sub>0</sub> =S,65 V S <sub>0</sub>	
		≤16	>16-\$20	>20-540	>40-≤\$0	>50-≤65	>65-≦80	<u>≤16</u> ≥16-≤20 ≥20-≤4		>20-≤40	>40-≤50	>50-≤65	>65-≤80	1	q
Unlegierte Stähle										· · · · ·					
E235	U/N	235	22	225		215		360			340	25	23		
E275	$\mathbf{U}/\mathbf{N}$	275	20	55	25	55	245	410			380	22	20		
E355	U/N	355	34	15	33	5	315			490			470	20	18
Konstruktionsstähle															
S355J2H U/N		355	34	15	33	5	315	490-630		470		470	22	20	
S355NLH	N	355	34	15	33	5	315	470-630				450		22	20
5460NLH	N	460	450	440	<b>4</b> 25	410	400			560-730			520	19	17
\$620QL / FG\$63V	Q (V)	6,	20	580	540	500		740-930 690-860		630	-800		16	14	
S690G5QL / FGS70WV	Q (V)	69	90	6S0	615	580		770-960 720-900		620	-800		16	14	
S890QL1 / FGS90CV	Q (V)	89	90	<b>8</b> 50	820	800		960-1110 920 870-1040		1040		14	12		
Vergütungsstähle															
C35E	-N	300	27	0	270			550 52		10	520			18-19	16-17
C45E	+N	340	30	5	305		620 580		580		580		12-14		
C60E	+N	390	35	0	340			710	6.	0	670			10-11	8-9
25CcMo4	Q (V)	) 700 600 450		50	400		900	0 800 7		700 6:		i0	12-16	10-14	
34CrMo4	Q (V)	800	650	55	50	500		1000	900	80	0	75	50	11-15	9-13
42CcMo4	Q (V)	900	750	63	50	53	50	1100	1000 900 80		00	10-13	8-11		

Abbildung 3.11: Festigkeitseigenschaften nahtloser Stahlrohre [6].

Der Vorteil der Feinkornbaustähle liegt in der gleichzeitigen Erhöhung von Festigkeit und Zähigkeit durch Feinkornhärtung. Die Verwendung der Mikrolegierungselementen Ti, Nb, V verhindert einerseits das Kornwachstum bei hohen Temperaturen und führt andererseits zur Ausscheidungshärtung. Das Legierungskonzept der Feinkornbaustähle kommt auch bei der thermomechanischen Behandlung zum Einsatz, weshalb dieses im nächsten Kapitel genauer beschrieben ist. In Abbildung 3.12 ist die positive Wirkung der Feinkörnigkeit auf die Kerbschlagarbeit dargestellt.



Abbildung 3.12: Vergleich der Zähigkeitseigenschaften von Grobkorn- und Feinkornbaustählen [6].

Die Vergütung der Rohre erfolgt üblicherweise diskontinuierlich in Wärmebehandlungsöfen. Dadurch entstehen erhebliche Kosten, die entweder durch eine induktive Online-Vergütung oder durch eine gezielte thermomechanische Behandlung einsparbar wären. Für die Variante der Onlinevergütung sind in der Literatur vor allem Anlagen für die Vergütung von geschweißten Rohren zu finden [13]. Diese kommen prinzipiell auch für die Wärmebehandlung nahtloser Rohre in Frage. Im Zuge der vorliegenden Arbeit wurde deshalb auch eine kontinuierliche Vergütung direkt an der Kaltziehbank angedacht, die allerdings aufgrund der nötigen Schmierung der Rohre nicht wirtschaftlich darstellbar war. Eine viel versprechende Möglichkeit zur Festigkeitssteigerung ohne den Einsatz von Wärmebehandlungsöfen stellt die im Folgenden beschriebene thermomechanische Behandlung dar.

### 3.3.2 Festigkeitssteigerung durch TM-Walzen

Bekanntlich sind durch eine thermomechanische Behandlung (TMB) metallischer Konstruktionswerkstoffe Kombinationen mechanischer Eigenschaften erreichbar, wie sie nach einer Umformung oder Wärmebehandlung allein nicht möglich sind [14]. Insbesondere im Bereich der Flacherzeugnisse ist die Herstellung hoch- und höchstfester Produkte durch thermomechanisches Walzen längst Stand der Technik. Abbildung 3.13 zeigt die Produktpalette höher-, hoch- und höchstfester kaltgewalzter Bleche mit den zugehörigen Festigkeits- und Zähigkeitswerten.



Abbildung 3.13: Höher-, hoch- und höchstfeste Kaltbandsorten [12].

Auch Langprodukte, wie Formstahl, Feinstahl und Draht werden heutzutage thermomechanisch umgeformt [14].

Das Hauptmerkmal der TMB ist die gleichzeitige Steuerung von Temperatur und Umformung mit dem Ziel, über Beeinflussung der Kornfeinheit die mechanischen Eigenschaften in einem Schritt einzustellen. Dazu kommen bei den warmgewalzten Blechen die in Abbildung 3.14 dargestellten Prozessvarianten zum Einsatz.



Abbildung 3.14: Temperatur-Zeit-Ablauf für unterschiedliche TM-Prozessvarianten [12].

Bei der thermomechanischen Umformung erfolgt das Fertigwalzen im nichtrekristallisierenden Austenitgebiet. Die Rekristallisationsstoptemperatur wird hierfür durch den Einsatz von Mikrolegierungselementen, vor allem Niob, zu höheren Temperaturen verschoben. Bei Varianten II ist die Endwalztemperatur bis in den Ferritbereich abgesenkt, wodurch eine zusätzliche Verfestigung erreicht wird.

Bei den Varianten III bis VI wird durch eine beschleunigte Abkühlung die Perlitbildungstemperatur herabgesetzt. Dadurch verringert sich der Zementitlamellenabstand und die Festigkeit steigt [12].

Man unterscheidet:

- III: Blech wird beschleunigt auf eine vorgegebene Endtemperatur abgekühlt (ACC)
- IV: Abkühlen unter die Martensit-Start-Temperatur (DQ)
- V: Gespeicherte Kernwärme führt zu einem Selbstanlassen der Oberfläche (QST)
- VI: Durch vorgeschaltete kurzzeitige Unterkühlung in den Bainitbereich können Keime für die nachfolgende Perlitbildung erzeugt werden, wodurch der Umwandlungsprozess beschleunigt wird.

In Abbildung 3.15 sind die Vorteile thermomechanisch behandelter Stähle im Vergleich zu konventionell gewalzten dargestellt. Durch die Ausnutzung der Feinkornverfestigung kann bei gleichem Festigkeitniveau ein Absenkung des Kohlenstoffgehalts erzielt werden. Dadurch können die Forderungen nach besserer Zähigkeit, Schweißeignung und Umformbarkeit realisiert werden.



Abbildung 3.15: Vergleich der Legierungskonzepte und der Anteile der Festigkeitsbeiträge zwischen einfachen Baustählen und thermomechanisch gewalzten Feinkornbaustählen [15]

Obwohl es seit Anfang der 60er-Jahre nicht an Versuchen gefehlt hat, die TMB auch bei der Herstellung nahtloser Stahlrohre zu nutzen, sind die oben genannten Entwicklungen an diesem Erzeugnis weitestgehend vorbeigegangen [14].

Bereits 1984 stellten die Autoren in [16] die praktische Nutzbarkeit der TMB-Verfahren für die Herstellung von Nahtlosrohren fest und präsentierten die in Abbildung 3.16 dargestellte Auswahl von möglichen TMB-Verfahren.

TMB	Umform-Temperatur-	Stahlmarke,	Prozeßparameter		Literatur					
Verfahren	Zeit-Regime	Rohrab- messungen		Rp0,2 [MPa]	Rm [MPa]	A [%]	Z [%]	a <sub>k</sub> [Jcm <sup>-2</sup> ]		
HTMB mit Martensit-	T, SRW/MRW	36G2S 114 x 9mm	Te=1200900°C Eges.78%;TA=200°C	1640 36G2S,	1980 normali	g isiert:	48	106	[7]	
umwand - lung	H <sub>2</sub> O A <sub>1</sub>	C-Stahl	7h. Te=1000900°C, f=3-5% \HaD	(490) 810	(690) 920	(12)	(40)	(40) 85	[++]	
	A Ms	(0,14%C) 135x8mm	(260300°Č/s); T <sub>A</sub> =400°C, 1h.	St 35b: (240) (400)		(25)	,	ar" -		
kombinierte TMB	$T_{E_1} \xrightarrow{H_2O} A_3$ $T_{E_2} \xrightarrow{H_2O} M_{RW} \xrightarrow{A_1} M_S$	C-Stahl (0,14 %C) 135 х втт	$\begin{array}{l} T_{E1} * 1000920 ^\circ C,\\ E_1 * 35\%; i  H_2 O\\ (260300 ^\circ C/s);\\ T_{E2} * 600 ^\circ C,\\ E_2 * 15 \% \end{array}$	730 St35b: (240)	800 (400)	16 (25)	70	175	[11]	
TMB mit Perlit-/	TE Druckluft A3	36 G 2 S 133 x 9 mm	T <sub>E</sub> =1200900°C; †Druckluft;	670 36G2S,	840 normali	20 siert:	58	96	6.7	
Zwischen- stufenum-	TA	· ·	T <sub>A</sub> =600°C,1,5h.	(490) 38ChNi	(690) M:	(12)	(40)	(39)	[7]	
wandlung		-	2 · ···	(540)	(740)	(12)	(40)	(39)		
thermisch- mechanisch	Tre H20-Sprüh. A3	Stahl 20 (0,170,24 %C) 77 x 5,5 mm	T <sub>8</sub> = 900°C; H <sub>2</sub> O-Sprühküh- lung (70°C/s);	720 St45: (260)	770 (500)	20 (21)	- ,	70	[28]	
thermische Behandlung (TMTB)	$T_{A} = M_{S}$ $\Delta t < t_{o} (Alterung) t$	1.	Ziehen 83x7 77x5,5;7 <sub>A</sub> =600°C, 40min.	15G2S/ (450)	=: (600)	(17)	-	(60)		

Abbildung 3.16: Ausgewählte TMB-Verfahren und erzielbare mechanische Eigenschaften [16]

Der einzige praktische Anwendungsfall einer thermomechanischen Behandlung von nahtlosen Rohren ist in [14] dokumentiert. Den Autoren gelang es in diesem Fall durch kontrollierte TM-Walzung der Stähle 100Cr6 und 16MnCrS5 ein Gefüge mit feinverteilten kugelig eingeformten Zementitteilchen direkt am Kühlbett zu erreichen (Abbildung 3.17). Dadurch konnte die ansonsten erforderliche Weichglühung vor der Kaltumformung eingespart werden.



Abbildung 3.17: Konventionell und geregelt endgewalzte Rohre [14].

Damit konnten die Autoren prinzipiell nachweisen, dass durch eine TMB ohne Wärmenachbehandlung mindestens die gleiche Kaltumformbarkeit von Rohren erreichbar ist, wie sie nach konventionellem Rohrwalzen mit anschließender Glühung vorliegt.

Außerdem kommen sie zu dem Schluss, dass das Entwicklungspotential zur Einstellung von Gefügen für die Kaltumformung durch TM-Walzen, bei der Herstellung nahtloser Stahlrohre, bei weitem noch nicht ausgeschöpft ist. Die Forderung nach hoher Steifigkeit und hoher Tragfähigkeit bei geringer Masse sollte gerade dem TM-gewalzten Rohr als Ausgangsmaterial für Konstruktionselemente im Maschinen- und Fahrzeugbau mit speziell auf den Anwendungsfall zugeschnittenem Gefüge und vorbedachten Eigenschaften weitere Chancen eröffnen [14].

## 3.4 Fließspannung und Fließkurven

Die Fließspannung oder Formänderungsfestigkeit  $k_f$  ist jene Spannung, die im einachsigen Spannungszustand zum plastischen Fließen des Werkstoffes führt. Mehrachsige Spannungszustände können mithilfe von Vergleichsspannungshypothesen, wie z. B. nach Mises oder Tresca, in den einachsigen Spannungszustand überführt werden. Die Fließspannung ist im Wesentlichen abhängig vom Umformgrad  $\varphi$ , der Umformgeschwindigkeit  $\dot{\varphi}$ , der Temperatur T und dem Werkstoff W [17].

$$k_f = f(\varphi, \dot{\varphi}, T, W) \tag{3.1}$$

Die Darstellung von  $k_f$  über dem logarithmischen Umformgrad  $\varphi$  wird als Fließkurve bezeichnet. Mithilfe dieser Diagramme können Aussagen über die für die plastische Verformung nötigen Spannungen getroffen werden.

Für die Bestimmung von Fließkurven kommen zahlreiche Prüfverfahren zum Einsatz. Je nach auftretender Umformung unterscheidet man

- Zugversuche
- Druckversuche
- Torsionsversuche
- Biegeversuche
- Aufweitversuche.

Generell sollten für die Ermittlung von Fließkurven folgende Voraussetzungen erfüllt sein [17]:

- homogener, isotroper Werkstoff
- Volumenkonstanz
- homogene Formänderung
- elastische Dehnungen werden vernachlässigt.
- Umformgeschwindigkeit und Temperatur werden als konstant angenommen.
- Die Verfestigung ist nur von der plastischen Arbeit, aber nicht vom Verzerrungsweg abhängig.
- Trägheitskräfte werden vernachlässigt.

Die in der vorliegenden Arbeit durchgeführten Rohrstauchversuche fallen in den Bereich der Druckumformung. Vergleichbare Versuche sind in der Literatur nicht zu finden. Am ehesten können sie mit den im folgenden beschriebenen Zylinderstauchversuchen verglichen werden.

Beim Zylinderstauchversuch wird eine zylindrische Probe mithilfe einer Presse gestaucht (Abb. 3.18). Voraussetzung für die korrekte Aufnahme von Fließkurven ist eine homogene, einachsige Umformung. Daraus folgt für den Zylinderstauchversuch, dass die an den Kontaktflächen auftretenden Reibkräfte durch gute Schmierung minimiert werden sollten, um ein Ausbauchen der Proben zu vermeiden [18].



Abbildung 3.18: Schematische Darstellung des Zylinderstauchens [18].

Die Fließkurven lassen sich bei Vorliegen eines einachsigen Spannungszustandes wie folgt berechnen[17]:

$$k_f = \frac{F}{A} \tag{3.2}$$

$$A = \frac{A_0}{1 - \frac{\Delta h}{h_0}} \tag{3.3}$$

$$\varphi = ln \frac{h}{h_0} \tag{3.4}$$

Wie aus Glg. 3.1 ersichtlich, gilt jede Fließkurve nur für den vorliegenden Werkstoff bei einer bestimmten Temperatur und Formänderungsgeschwindigkeit. Demnach müssen diese auch während der Aufnahme der Kurven konstant gehalten werden. Um die Formänderungsgeschwindigkeit konstant zu halten, ist eine genaue Steuerung der Werkzeuggeschwindigkeit in Abhängigkeit der Probenhöhe nötig. Ist dies erfüllt, gilt

$$\dot{\varphi} = \frac{v}{h} \tag{3.5}$$

Wird jedoch mit konstanter Werkzeuggeschwindigkeit umgeformt, steigt  $\dot{\varphi}$  mit abnehmender Probenhöhe. In diesem Fall ist eine mittlere Umformgeschwindigkeit anzugeben[17].

$$\dot{\varphi}_m = \frac{\varphi_1}{h_0 - h_1} \cdot v_m \tag{3.6}$$

### 3.5 Austenitkornätzung

Für die Bestimmung der Austenitkorngröße ist es vorerst nötig, die Austenitkorngrenzen durch geeignete metallografische Methoden sichtbar zu machen. In der Literatur [19, 20] wird hierbei zwischen direkten und indirekten Methoden unterschieden. Bei den direkten Verfahren wird das Austenitkorn an der Oberfläche der erwärmten Probe beobachtet, d.h. im Existenzbereich des Austenits, bei Temperaturen oberhalb des  $Ac_3$ -Punktes. Für diesen Zweck eignen sich die Verfahren der Hochtemperaturmikroskopie sowie die Elektronenemissionsmikroskopie. Für eine praxisgerechte Bestimmung der Austenitkorngröße kommen diese Verfahren, aufgrund des hohen apparativen Aufwands, nicht in Frage [19].

Die indirekten Methoden beruhen auf einer Ätzung der an die Austenitkorngrenzen diffundierten Fremdatome. Die Menge dieser Fremdatome kann durch gezielte Wärmebehandlungen, oft auch kombiniert mit einer Oxidation (Verfahren nach Kohn[19]) oder Aufkohlung (Verfahren nach Mc Quaid-Ehn[19]), gezielt erhöht werden. Einerseits wird dadurch die Darstellung der Austenitkorngrenzen bei Raumtemperatur erheblich erleichtert, andererseits können nur die Austenitkörner an der Oberfläche der Proben betrachtet werden. Außerdem müssen bereits wärmebehandelte Proben erneut austenitisiert werden, wodurch das ursprüngliche Gefüge zerstört wird.

Für die Ätzung der Austenitkorngrenzen, ohne eine erneute Wärmebehandlung der Probe, sind in der Literatur Pikrin- oder Chromsäureätzungen mit unterschiedlichen Zusammensetzungen und Zusätzen angeführt. Die Auswertung der Austenitkorngröße nach diesen Verfahren wird vielerorts auch als Bestimmung der Abschreckkorngröße bezeichnet. Von Vorteil ist hierbei, dass sie auch eine Auswertung der Austenitkorngröße im Inneren der Probe erlauben. Nicht zu vernachlässigen ist jedoch die starke Abhängigkeit der erzielten Ergebnisse von der Stahlzusammensetzung und den jeweils vorliegenden Gefügebestandteilen. So liefern bei Vergütungs- und Silizium legierten Stählen Chromsäureätzungen gute Ergebnisse. Zur Bestimmung der Austenitkorngröße in mikrolegierten Stählen scheinen diese jedoch ungeeignet zu sein [21]. Für die Atzung dieser Stähle wird ausschließlich Pikrinsäure verwendet. Vor allem lösungsgeglühte und vollständig rekristallisierte Proben lassen sich durch Pikrinsäureätzungen an abgeschreckten Proben einigermaßen gut darstellen und sind in zahlreichen Literaturstellen dokumentiert[19-24]. In all diesen Fällen waren jedoch zahlreiche Versuche nötig, um auswertbare Schliffbilder zu erhalten. Des Ofteren scheiterte die verwendete Rezeptur bereits an kleinen Variationen der Stahlzusammensetzung. Beispielsweise führte in [23] bereits eine Anderung des Vanadiumgehalts von 0.07 auf 0.15 % zu negativen Ergebnissen.

Die Grundlage der beschriebenen Verfahren bildet die Ätzung nach Bechet-Beaujard, die mit einer Mischung aus 5 Teilen Pikrinsäure, 100 Teilen destilliertem Wasser und etwas Netzmittel arbeitet. Für die Anwendung auf mikrolegierte Stähle kann diese Rezeptur durch Zugabe von Salzsäure und Erhöhung der Ätztemperatur auf 70-80 °C modifiziert werden [19]. In einigen Fällen ließen sich die Ergebnisse durch die Verwendung von Ace-

ton bzw. Alkohol als Lösungsmittel verbessern [19]. Auch die Zugabe von kleinen Mengen Eisen- oder Kupferchlorid wird stellenweise als Variationsmöglichkeit beschrieben [22].

Schwierig gestaltet sich allerdings die Austenitkornätzung von umgeformten, nicht vollständig rekristallisierten Proben. Nur in [24] gelang es den Autoren, die Austenitkornstruktur thermomechanisch behandelter Proben sichtbar zu machen. Wesentlich bei der verwendeten Ätztechnik ist der Einsatz von verdünnter, kaltgesättigter Pikrinsäurelösung, wodurch die oft sprunghafte Änderung des Ätzverhaltens bei der Zugabe von Salzsäure verhindert werden kann. PH-Wert-Messungen ergaben einen optimalen Ätzerfolg bei Werten zwischen 0,6 und 1,0. Dieser variiert in Abhängigkeit von der vorliegenden Legierungszusammensetzung und dem TMB-Zustand. Für Proben mit hohem C-Gehalt und Mikrolegierungsanteil bei niedrigen Kühlgeschwindigkeiten und vollständig rekristallisiertem Gefüge werden niedrige pH-Werte (höhere HCl-Zugabe) empfohlen. Im Gegensatz dazu ist bei niedrigem Legierungsanteil, höheren Kühlgeschwindigkeiten und unrekristallisiertem Zustand ein hoher pH-Wert zielführend.

Für die Austenitkornätzung von mikrolegierten Stählen mit unterschiedlichen Legierungsanteilen und Gefügezuständen scheint das in [24] beschriebene Verfahren am viel versprechendsten. Dies bestätigten auch die im Zuge dieser Diplomarbeit durchgeführten Austenitkornätzungen.

Bei allen erwähnten Pikrinsäureätzungen ist jedoch zu beachten, dass, sobald das Gefüge Anteile an polygonalem Ferrit enthält, eine Darstellung der Austenitkorngrenzen nicht mehr möglich ist. In diesen Fällen wird stattdessen das Raumtemperaturgefüge entwickelt. Die besten Ergebnisse stellen sich bei hohen Abkühlgeschwindigkeiten, d.h. bei vollständig martensitischen Gefügen, ein.

# 4 Experimentelle Untersuchungen

## 4.1 Zielsetzung

Die durchgeführten Stauchversuche dienten hauptsächlich als Grundlage für die anschließenden metallografischen Untersuchungen, die Aufschluss über den Zusammenhang zwischen den thermomechanischen Parametern und den mechanischen Eigenschaften der Rohre geben sollten. Dazu war es nötig, Proben mit genau definierten Umformgraden, Umformtemperaturen, Umformgeschwindigkeiten und Abkühlbedingungen herzustellen. Diese wurden sinngemäß, so gut es der verwendete Versuchsaufbau erlaubte, an die im realen Herstellprozess auftretenden Parameter angepasst. Eine exakte Simulation der thermomechanischen Umformung mithilfe des neu angeschaften Umformsimulators war zur gegebenen Zeit leider noch nicht möglich.

Insgesamt wurden 110 Proben mit variierten Versuchsparametern gestaucht und metallografisch untersucht.

In der ersten Phase der Versuche wurden einstufige Versuche durchgeführt, welche vor allem die Entwicklung des Gefüges während der Umformung klären sollten.

Um den, unter 3.1 beschriebenen Herstellprozess besser nachzubilden und den Einfluss von unterschiedlichen Haltetemperaturen und Zeiten auf die Gefüge zu untersuchen, folgten außerdem zweistufige Versuche.

## 4.2 Versuchswerkstoffe

Als Ausgangsmaterial kamen Rohre der Dimension 42,40 x 5,60 mm der beiden Internstahlmarken RN9FL und RN22VNB zum Einsatz. In beiden Fällen handelt es sich um mikrolegierte Stähle. Die in Tabelle 4.1 dargestellten chemischen Analysen unterscheiden sich vor allem im Kohlenstoffgehalt sowie in der Menge der Mikrolegierungselemente Vanadium, Titan und Niob.

	С	Si	Mn	Р	S	$\mathbf{Cr}$	Ni	Cu	Al	Ti	Mo	V	Sn	N2	Nb
RN9FL	0,077	0,311	1,526	0,008	0,005	0,026	0,023	0,047	0,032	0,013	0,004	0,046	0,004	0,004	0,030
BN22VNB	0.190	0.468	1 478	0.013	-0.007	-0.043	0.030	0.045	-0.037	-0.004	-0.012	0.100	0.004	0.008	0.040

Tabelle 4.1: Schmelzanalyse der untersuchten Stahlmarken in Gew.%
# 4.3 Beschreibung der Untersuchungsmethode

In Abbildung 4.1(a) ist die Geometrie der verwendeten Proben skizziert. Die Stauchproben wurden mit der Bandsäge vorgeschnitten und auf die Höhe von 50 mm, entsprechend einem Höhen-Durchmesserverhältnis von 1,2, plangedreht.

Zur kontinuierlichen Aufzeichnung der Probentemperatur kamen Thermoelemente des Typs K (NiCr-Ni) zum Einsatz, die mithilfe eines Punktschweißgeräts an den Proben befestigt wurden. Bedingt durch die hohen Austenitisierungstemperaturen (1100 °C) lieferten die bei ähnlichen Stauchversuchen verwendeten, glasfaserunmantelten Thermoleitungen keine korrekten Temperaturwerte. Aus diesem Grund wurden in der Folge mineralisolierte Mantelmessleitungen mit einem Durchmesser von 1,5 mm verwendet. Diese sind bis zu Temperaturen von 1200 °C einsetzbar und weisen eine Genauigkeit von  $\pm 2,5$  °C auf. Zusätzlich mussten die Messleitungen, wie in Abbildung 4.1(b) zu sehen, mit einem Draht gesichert werden, der ein Ablösen dieser während der Versuchsdurchführung verhinderte. Durch Vergleiche von Proben, die mit und ohne Drahtsicherung umgeformt wurden, kann ein Einfluss dieser auf die Versuchsergebnisse ausgeschlossen werden.



Abbildung 4.1: (a) Probengeometrie, (b) Probe mit Mantelthermoelement und Drahtsicherung.

Für die Austenitisierung und Temperierung der Proben wurde ein Carbolite CWF 1200 Kammerofen verwendet. Außerdem kam für die zweistufigen Umformversuche, bei denen die Proben auf bestimmten Temperaturen gehalten wurden, ein Herakleus Muffelofen zum Einsatz, der vom Institut für Wärmetechnik an der MUL ausgeliehen wurde.

Bei allen Proben erfolgte zuerst die Austenitisierung für 15 min bei einer Ofentemperatur von 1100 °C. Anschließend wurde auf die gewünschte Umformtemperatur im Ofen abgekühlt. Bei größeren Differenzen zwischen Austenitisierungs- und Umformtemperatur wurde die Abkühlung des Ofens durch kurzzeitiges Öffnen der Ofentür beschleunigt. Um die gewünschten Umformtemperaturen zu erzielen, musste der Temperaturverlust der Proben zwischen der Entnahme aus dem Ofen und der Stauchung bei der Temperierung berücksichtigt werden.

Abbildung 4.2 zeigt den Versuchsaufbau für die durchgeführten Stauchversuche.



Abbildung 4.2: Versuchsaufbau

Die Stauchung erfolgte mithilfe einer Werner & Pfleiderer 1MN Hydraulikpresse. Als Werkzeuge konnten am Institut bereits vorhandene Stempel verwendet werden. Zu Beginn der Stauchung wurde der bewegliche Stempel in einem Abstand von 56 mm über dem feststehenden positioniert. Von diesem Nullpunkt aus wurden die unterschiedlichen Verfahrwege  $\Delta x$  gemessen. Siehe Abbildung 4.3.



Abbildung 4.3: Geometrie der Werkzeuge.

Durch die unterschiedlichen Verfahrwege ergaben sich für die in Abbildung 4.4 dargestellte Höhenabnahme  $\Delta h$ , Werte von 5, 8, 10 und 12 mm.



Abbildung 4.4: Definition der Höhenabnahme  $\Delta h$ .

Nach ersten vergleichenden Versuchen wurde auf eine Schmierung der Stempel verzichtet, da sich der Einfluss der Reibung auf die Ausbauchung der Proben als sehr gering herausstellte. Dies bestätigte auch die durchgeführte Simulation, wonach die Ausbauchung der Proben hauptsächlich auf die inhomogene Temperaturverteilung zurückzuführen ist. Die gestauchten Proben wurden entweder in einem Wasserbad abgeschreckt oder an Luft abgekühlt. Um bei der Luftabkühlung eine Wärmeleitung zwischen Probe und dem Kontaktmaterial zu vermeiden, wurden die Proben auf ein Stück Schamottstein gestellt.

Für die Datenerfassung wurde ein, mit der Software LabView ausgestatteter, Messrechner verwendet, der sowohl die Kraft-Weg-Daten als auch die Temperaturmesswerte aufzeichnete. Die Messung der Kraftverläufe erfolgte mithilfe einer Kraftmessdose unter dem Stempel. Als Zeitintervall der Aufzeichnung wurden während der Temperierung der Proben 100 ms und während der Stauchung 5 ms gewählt. Dadurch konnte die Menge der Messdaten in einem vernünftigen Maß gehalten werden, ohne auf eine hohe Genauigkeit der Kraft-Weg-Verläufe verzichten zu müssen.

Durch die unterschiedlichen Zeitintervalle entstanden für jeden Versuch mehrere Textdateien, die für die Auswertung sortiert und kombiniert werden mussten. Um bei der großen Anzahl von Versuchen den Aufwand für diese Tätigkeit zu minimieren, wurde dies mithilfe eines VBA-Programms in Excel automatisiert. Des Weiteren wurde für jeden Versuch ein ausführliches Versuchsprotokoll erstellt. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wurden die wichtigsten Versuchsdaten zusätzlich in einer Excel-Tabelle gespeichert. Diese ist im Anhang zu finden.

## 4.3.1 Einstufige Stauchversuche

Einstufige Versuche, d. h. Versuche mit einem Umformschritt, wurden für beide Stahlsorten mit den folgenden Parametern durchgeführt:

Umformtemperatur	Tu= 750, 850, 950, 1000 °C
Höhenabnahme	$\Delta h$ = 5, 8, 10, 12 mm
Abkühlmedium	Wasser, Luft

In Abbildung 4.5 sind, stellvertretend für die durchgeführten Versuche, die aufgezeichneten Temperaturverläufe für eine gedrückte Länge von 5 mm und Abkühlung der Proben im Wasserbad dargestellt.



Abbildung 4.5: Temperatur-Zeit-Verläufe der bei unterschiedlichen Temperaturen umgeformten Proben.

Die angestrebte Variation der Formänderungsgeschwindigkeiten konnte mit der verwendeten Presse leider nicht zufriedenstellend durchgeführt werden. Probleme hierbei ergaben sich durch die maximale Werkzeuggeschwindigkeit der Presse von 6 mm/s. Dies entspricht nach Gleichung 3.6 einer maximalen Formänderungsgeschwindigkeit  $\dot{\varphi}_m$  von 0,14  $s^{-1}$ . Durchgeführte Versuche bei langsameren Werkzeuggeschwindigkeiten lieferten leider keine verwertbaren Ergebnisse, da aufgrund der schnellen Abkühlung der Probe, vor allem an der Kontaktseite mit dem Stempel, keine vergleichbaren Umformtemperaturen erzielt werden konnten.

#### 4.3.2 Zweistufige Stauchversuche

Bei den durchgeführten zweistufigen Versuchen wurden die Proben zwischen den beiden Umformschritten bei unterschiedlichen Bedingungen abgekühlt und wieder erwärmt.

Die Proben kamen für 15 min bei 1100 °C in den Kammerofen und wurden anschließend bei 1000 °C um 5 mm gestaucht. Nach der Stauchung wurden die Proben entweder im, auf bestimmte Temperaturen (50, 300, 400, 500 °C) vorgeheizten Muffelofen oder an Luft abgekühlt. Wenn die gewünschte Temperatur (400, 500, 600 °C) erreicht war, folgte die Erwärmung im Kammerofen und die zweite Stauchung bei Endumformtemperatur (725, 900 °C) um abermals 5 mm. Danach kamen die Proben entweder zum Abschrecken in ein Wasserbad oder wurden an Luft abgekühlt.

Abbildung 4.6 zeigt, anhand einiger Temperatur-Zeitverläufe, die im Zuge der Versuchsserie variierten Parameter.



**Abbildung 4.6:** Variierte Werte bei den zweistufigen Versuchen: (a)Kühlrate, (b)Temperatur, bis zu der abgekühlt wurde, (c)Abkühlung an Luft oder im Wasserbad, (d)Endumformtemperatur.

Um die Anzahl der Proben zu begrenzen, wurden nur ausgewählte der sich ergebenden Versuche durchgeführt. In Abbildung 4.7 sind die für beide Stahlsorten durchgeführten zweistufigen Versuche mit einem Punkt gekennzeichnet.



**Abbildung 4.7:** Versuchsmatrix: Zeigt die für beide Stahlsorten durchgeführten zweistufigen Versuche.

Mit dem Ziel, die Gefügeänderung im Zuge der zweistufigen Versuche verfolgen zu können, wurden außerdem die in Abbildung 4.8 dargestellten Versuche durchgeführt. Dazu mussten die Proben an den abgebildeten Stellen abgeschreckt werden, um das vorliegende Gefüge einzufrieren. In diesen Fällen entfiel die zweite Umformung.



Abbildung 4.8: Temperatur-Zeit-Verläufe der zusätzlich durchgeführten Versuche.

## 4.3.3 Metallografische Untersuchung

In Abbildung 4.9 ist der Verlauf der metallografischen Untersuchung schematisch dargestellt.



Abbildung 4.9: Ablaufschema der metallografischen Untersuchung.

Im Folgenden sind die einzelnen Schritte der metallografischen Auswertung näher beschrieben.

### - Einbetten, Schleifen und Polieren:

Im ersten Schritt der Probennahme musste aus den gestauchten Rohren ein einbettbarer Teil herausgeschnitten werden. Dafür wurde zuerst ein Längsstück mit der Bandsäge vorgeschnitten und danach mithilfe einer Probentrennmaschine in der Mitte geteilt. Einer der beiden Teile wurde so eingebettet, dass ein Querschliff aus der Mitte der Stauchprobe entstand. Bei einigen Proben wurde zusätzlich der zweite Teil als Längsschliff eingebettet. In diesem Fall musste auch für die Längsschnitte die Probentrennmaschine verwendet werden, um auch hier eine glatte Oberfläche zu erhalten. Der Vorgang der Probennahme ist in Abbildung 4.10 skizziert.



Abbildung 4.10: Schematische Darstellung der Probennahme.

Anschließend erfolgte das Einbetten der Rohrausschnitte in Bakelit mittels einer Presi Einbettpresse. Die so erhaltenen Proben wurden auf einem Schleif- und Polierautomaten per Hand geschliffen. Dazu kam aufeinander folgend Schleifpapier der Körnung 320, 600 und 1200 zum Einsatz. Abschließend folgte ein Polierschritt von ca. 6 min mit einem  $3-\mu$ m-Poliertuch und ein weiterer für 4 min mit einem  $1-\mu$ m-Poliertuch.

#### - Gefügeätzungen:

Von entscheidender Bedeutung für den Verlauf der Auswertungen war die Wahl geeigneter Methoden für die Gefügeätzung. Zur Kontrastierung der bei Raumtemperatur vorliegenden Gefüge wurden Ätzungen mit 3%iger Nitalsäure durchgeführt. Diese erwiesen sich als äußerst unproblematisch und sind deshalb im Weiteren nicht mehr näher erläutert.

Die Ätzung der ehemaligen Austenitkorngrenzen stellte sich im Gegensatz dazu als äußerst arbeitsintensiv heraus. Trotz zahlreicher auf diesem Gebiet durchgeführter und in der Literatur beschriebener Untersuchungen (siehe 3.5) gibt es für diese Ätzung kein generell verwendbares Verfahren. Sehr aufwendig wird diese Form der Gefügeätzung vor allem dadurch, dass jede Änderung der Stahlzusammensetzung oder des Gefüges eine Anpassung der verwendeten Rezeptur erforderlich macht. Aus diesem Grund musste eine große Anzahl von Methoden und Rezepturen getestet werden, bevor sich zufriedenstellende Ergebnisse einstellten.

Verwertbare Ergebnisse wurden schlussendlich nur mit der in [24] beschriebenen Pikrinsäureätzung erzielt. Dazu wurden 40 ml kaltgesättigte wässrige Pikrinsäurelösung mit destilliertem Wasser auf 100 ml verdünnt, mit 1 ml Agepon und 10 Tropfen 37% iger HCl versetzt und für einige Minuten gerührt. Die erhaltene Lösung wurde anschließend zweimal gefiltert und auf 75 °C erwärmt. Durch die Filterung konnte einerseits das Ausfallen von explosiven Pikrinsäurekristallen in der erwärmten Ätzlösung vermieden und andererseits die Bildung von Schlieren und Ablagerungen auf den geätzten Proben reduziert werden. Unmittelbar vor der Ätzung wurden der Lösung noch 2 bis 6 Tropfen HCl beigemengt.

Die Ätzdauer musste je nach Stahlsorte und Umformgeschichte der Proben individuell angepasst werden. Dazu wurden die Proben für 20-30 s geätzt, unter dem Mikroskop bewertet und nach kurzem Überpolieren mit einem 1 $\mu$ m Poliertuch (20-60 s) abermals für 20-30 s geätzt. Diese Prozedur wiederholte sich so oft, bis eine auswertbare Austenitkornstruktur zu erkennen war. Überätzte Proben, bei denen die Struktur des Martensits bereits stark angeätzt war, mussten erneut geschliffen, poliert und mit etwas verminderter Salzsäuremenge abermals geätzt werden. Mit Proben, bei denen keine oder nur sehr schwache Austenitkorngrenzen zu sehen waren, wurde ebenso verfahren, nur, dass bei der erneuten Ätzung die Salzsäuremenge erhöht wurde. Nach der Ätzung folgte die Reinigung der Proben unter fließendem Wasser und mit einem alkoholgetränkten Wattebausch.

#### - Gefügeauswertungen:

Die mikroskopischen Untersuchungen wurden auf dem Olympus-GX51 Lichtmikroskop des Instituts durchgeführt. Für die Digitalisierung der Gefügebilder kam die Software Analysis-Five der Firma SIS zum Einsatz. Mithilfe des Zusatzpakets Grains unterstützt diese Software auch die automatisierte Auswertung von Gefügebildern hinsichtlich ihrer Korngröße. Aufgrund der relativ deutlichen Kontrastierung der mit Nitalsäure geätzten Proben, konnte für die Bestimmung der Ferritkorngröße diese automatische Auswertung eingesetzt werden. Dabei wurden die Proben sowohl nach dem Linienschnittverfahren als auch planimetrisch ausgewertet. Durch Anpassung der Softwareparameter konnte eine sehr gute Übereinstimmung der erhaltenen Werte mit den, aus händischen Messungen vorliegenden Ergebnissen erzielt werden.

Für die Bestimmung der Austenitkorngröße lieferte diese automatische Auswertung jedoch keine brauchbaren Ergebnisse. Gründe dafür sind in der schlechten Qualität der mit Pikrinsäure geätzten Schliffe zu finden. Dabei verhindert vor allem der bei jedem Schliff unterschiedliche Kontrast zwischen den Korngrenzen und dem Untergrund eine korrekte Auswertung. Aus diesem Grund wurde die Messung der Austenitkorngrößen händisch vorgenommen. Die Auswertung erfolgte nach dem, in der ASTM 112 Norm vorgeschlagenen, Linienschnittverfahren. Das Prinzip des Verfahrens beruht auf der Messung der Schnittlinien eines Rasters mit den einzelnen Körnern. Eine solche Messung ist in Abbildung 4.11 dargestellt.



Abbildung 4.11: Korngrößenbestimmung mittels Linienschnittverfahren.

Zusätzlich wurden einige Schliffe mittels Rasterelektronenmikroskop genauer untersucht. In Abbildung 4.12 ist die Aufnahme einer mit Pikrinsäure geätzten Probe des Stahles RN22VNB abgebildet.



Abbildung 4.12: REM-Bild einer mit Pikrinsäure geätzten Probe des Stahltyps RN22VNB.

#### - Härtemessungen:

Für die Makrohärtemessungen konnte ein Emco-M1C010 Kleinlasthärteprüfgerät verwendet werden, womit die Vickers-Härte HV5 (in Einzelfällen auch HV10) gemessen wurde.

Die Mikrohärtemessung erlaubte zusätzlich eine Bestimmung der Ferritkornhärte. Dazu wurde mit einem Anton Paar MHT-10 Mikrohärteprüfgerät eine Vickerspyramide mit 10N in die Ferritkörner gedrückt. Die Diagonalen des so entstandenen Abdrucks wurden anschließend unter dem Mikroskop vermessen und nach ASTM E 384 ausgewertet.

# 4.4 Zusätzliche Untersuchungen

Als Ergänzung zu den durchgeführten Stauchversuchen wurde am Insitut eine Deform 2D-Simulation des Versuchsablaufs erstellt. Mithilfe dieser Simulation konnten die auftretenden Temperatur- und Dehnungsverläufe während der Stauchung dargestellt werden. Die Ergebnisse dieser Simulation sind in 5.1 beschrieben.

Außerdem wurden mit der Software Thermocalc die Ausscheidungstemperaturen und Mengen des RN22VNB in der Grundzusammensetzung und mit leicht variierten Legierungsanteilen berechnet. Die Ergebnisse dieser Untersuchung für die Grundzusammensetzung des RN22VNB sind im Anhang (A.10) abgebildet.

# 5 Ergebnisse und Diskussion

# 5.1 Ergebnisse der Simulation

Wie in 3.4 beschrieben, ist für die korrekte Aufnahme von Fließkurven eine homogene Umformung der Proben nötig. Voraussetzung dafür ist erstens eine möglichst geringe Reibung an den Kontaktflächen und zweitens eine konstante Temperatur über den gesamten Probenquerschnitt. Mit den im Zuge dieser Diplomarbeit verwendeten Versuchsapparaturen konnte vor allem Letzteres nicht erreicht werden, da sich durch den Transport der Rohre vom Ofen in die Presse zwangsläufig eine inhomogene Temperaturverteilung in den Proben einstellte. In Abb. 5.1 ist die aus der Simulation erhaltene Temperaturverteilung für eine Entnahmetemperatur von 1100 °C und einem Transport für 8 Sekunden in Umgebungsluft (20 °C) dargestellt. Demnach ist die Temperatur an den Stirnflächen bereits vor Beginn der Stauchung um etwa 130 °C gesunken. Im Inneren der Proben ist die Abkühlung aufgrund der verminderten Wärmestrahlung geringer, wodurch sich eine Temperaturdifferenz von ca. 40 °C ergibt.



Abbildung 5.1: Simulation der Temperaturverteilung zu Beginn des Stauchens.

Während der Stauchung kommt es durch den Kontakt zwischen Probe und den unbeheizten Stempeln außerdem zur Wärmeleitung, wodurch die Temperatur der Kontaktflächen zusätzlich sinkt. Durch die entstandene Temperaturdifferenz zwischen Stirnfläche und Mitte der Probe und die Reibung an den Kontaktstellen kommt es zur Ausbauchung dieser. Abb. 5.2 zeigt den simulierten Temperaturverlauf einer Probe während der Stauchung. Deutlich zu erkennen ist die mit steigender Verformung zunehmende Ausbauchung der Probe.



Abbildung 5.2: Simulierter Temperaturverlauf während der Stauchung.

Um den Einfluss der Reibung auf die eben besprochene Ausbauchung zu klären, wurde zusätzlich eine Simulation mit angenommener Reibung  $\mu=0$  durchgeführt, sowie zwei Proben mit geschmierten Stempeln gestaucht. Wie Abb. 5.3 zeigt, weichen die Geometrien der mit unterschiedlichen Reibungskoeffizienten gestauchten Proben nur unwesentlich voneinander ab. Auch die mit Schmierung gestauchten Proben unterschieden sich weder in der Form, noch hinsichtlich der gemessenen Umformkräfte, von den ungeschmiert verformten Proben. Die Ausbauchung der Proben ist demnach hauptsächlich ein Resultat der inhomogenen Temperaturverteilung, weshalb im Folgenden auf eine Schmierung der Werkzeuge verzichtet wurde.



Abbildung 5.3: Vergleich der Probengeometrien aus Stauchung und Simulation.

Abbildung 5.3 zeigt außerdem eine sehr gute Übereinstimmung der aus der Simulation gewonnenen Geometriedaten mit den aus den Stauchversuchen stammenden Ergebnissen. Dies lässt den Schluss zu, dass sowohl die Temperatur- als auch die Dehnungsverteilungen (Abb. 5.4, 5.5) den realen Zustand gut beschreiben.

Im einachsigen Spannungszustand und bei homogener Umformung lässt sich die Dehnung nach Glg. 5.1 berechnen.

$$\varepsilon = \frac{h - h_0}{h_0} \tag{5.1}$$

Mit  $h_0 = 50mm$  und  $h = h_0 - \Delta h$  ergeben sich für die durchgeführten Versuche die in Tabelle 5.1 abgebildeten Dehnungen. Im idealen Zylinderstauchversuch sollten diese über den gesamten Probenquerschnitt konstant sein.

Tabelle 5.1: Mit Glg. 5.1 berechnete Dehnungen für den einachsigen Spannungszustand.

$\Delta h[mm]$	5	8	10	12	15
$\varepsilon_l$	-0,1	-0,16	-0,2	-0,24	-0,3

In Abbildung 5.4 sind im Vergleich dazu die laut Simulation auftretenden Vergleichsdehnungen  $\varepsilon_{eff}$  dargestellt. Neben den auftretenden Axialdehnungen sind darin auch die, durch die Mehrachsigkeit der Umformung entstehenden, Radial- und Tangentialdehnungen berücksichtigt. Deutlich zu erkennen ist, dass die Proben an den kühleren Stirnseiten überhaupt nicht verformt wurden, während die Dehnungen in der Probenmitte deutlich über den im idealen einachsigen Fall auftretenden liegen. Am Innenradius der Ausbauchung entstehen erwartungsgemäß die höchsten Dehnungen. Ergänzend sind in Abbildung 5.5 die Einzelkomponenten der Dehnung abgebildet.



Abbildung 5.4: Simulation der auftretenden Vergleichsdehnungen  $\varepsilon_{eff}$ .



Abbildung 5.5: Simulation der auftretenden Dehnungskomponenten.

# 5.2 Ergebnisse der einstufigen Versuche

### 5.2.1 Umformkräfte und Fließkurven

Aufgrund der beschriebenen inhomogenen Umformung während der Stauchung gelten die aufgenommenen Kraft-Weg-Verläufe und die daraus berechneten Fließkurven nur für die durchgeführten Versuche. In den Abbildungen 5.6 und 5.7 sind die Kraft-Weg-Verläufe der beiden Stahlmarken für eine Höhenabnahme von 10 mm und unterschiedliche Umformtemperaturen dargestellt.



Abbildung 5.6: Kraft-Weg-Verläufe der Stahlmarke RN9FL bei unterschiedlichen Umformtemperaturen.



Abbildung 5.7: Kraft-Weg-Verläufe der Stahlmarke RN22VNB bei unterschiedlichen Umformtemperaturen.

Aus den aufgenommenen Kraft-Weg-Verläufen wurden, wie in Abschnitt 3.4 beschrieben, Fließkurven berechnet. Eine Auswahl dieser ist in Abb. 5.8 wiedergegeben. Deutlich zu erkennen ist die Zunahme der Fließspannung mit abnehmender Umformtemperatur. Bei gegebener mittlerer Umformgeschwindigkeit von  $\dot{\varphi}_m = 0, 14s^{-1}$  und hohen Umformtemperaturen verlaufen die Kurven der beiden Stähle sehr ähnlich. Eine signifikante Abweichung ist nur bei 770 °C zu erkennen, wo die Fließspannung des RN22VNB deutlich über der des RN9FL liegt.



Abbildung 5.8: Fließkurven der beiden Stähle bei unterschiedlichen Umformtemperaturen.

Um Aussagen über die Gültigkeit der Fließkurven tätigen zu können, wurde versucht, diese mit in der Literatur angegebenen zu vergleichen. Aufgrund der sehr spezifischen Zusammensetzung der Stähle und der niedrigen Umformgeschwindigkeit konnten jedoch keine direkt vergleichbaren Daten gefunden werden. Am ehesten bietet sich ein Vergleich der in [25] angegebenen Fließkurven mit jenen des RN9FL an. In Tabelle 5.2 ist die Zusammensetzung des dort untersuchten Stahls, jener des RN9FL gegenübergestellt.

Tabelle 5.2: Zusammensetzung des in [25] untersuchten Stahles und des RN9FL in Gew.%.

	С	Mn	Si	V	Ti	Nb
0.07C, 0.065V	0,074	0,74	0,084	0,065	-	-
RN9FL	0,077	1,53	0,31	0,046	0,013	0,03

Die Umformgeschwindigkeiten stimmen mit 0,1 und 0,14  $s^{-1}$  weitgehend überein. In Abbildung 5.9 ist der beschriebene Vergleich abgebildet. Die etwas höheren Fließspannungen des RN9FL könnten durch die höheren Gehalte an Mn, Si, Ti und Nb erklärt werden. Der Verlauf der Kurven des RN9FL über  $\varphi = 0, 2$  weicht jedoch sehr stark von den in der Literatur gefundenen ab. Dies bestätigt die Vermutung, dass die Ergebnisse mit zunehmendem Umformgrad, und daraus folgender stärkerer Ausbauchung der Rohre, immer mehr verfälscht werden.



Abbildung 5.9: Fließkurven des RN9FL verglichen mit Fließkurven aus der Literatur [25].

In Abbildung 5.10 ist die maximale Fließspannung der beiden Stähle in Abhängigkeit der Umformtemperatur aufgetragen. Auch hier wird der Anstieg der Fließspannung mit fallender Umformtemperatur deutlich. Durch die schlechtere Haftung der Thermoelemente an den RN9FL-Proben konnten für diesen Stahl nicht alle Umformtemperaturen eindeutig aufgezeichnet werden, bzw. ergibt sich die in der Abbildung zu erkennende größere Streuung der Messwerte.



Abbildung 5.10:  $k f_{max}$  in Abhängigkeit der Umformtemperatur.

Der Verlauf der maximalen Fließspannung des RN22VNB weist hingegen eindeutig drei Bereiche mit unterschiedlicher Steigung auf. Legt man mittels linearer Regression Geraden über diese Bereiche ergeben sich zwei Schnittpunkte bei 820 und 915 °C. Wie auch in der Literatur dokumentiert ([25, 26]), sollten diese Punkte der  $Ac_3$ -Temperatur sowie der Rekristallisationsstopptemperatur Tnr entsprechen. Die  $Ac_3$ -Temperaturen der Stähle sind aus den vorhandenen ZTU-Schaubildern bekannt (siehe A.8 und A.9). Tnr kann nach [15] mit folgender Gleichung abgeschätzt werden.

$$Tnr = 887 + 464 \cdot C + (6445 \cdot Nb - 644 \cdot \sqrt{Nb}) + (732 \cdot V - 230 \cdot \sqrt{V}) + 890 \cdot Ti + 363 \cdot Al - 357 \cdot Si$$
(5.2)

Daraus ergeben sich die in Tabelle 5.3 eingetragenen Werte.

Stahl	$Ac_3$	Tnr
RN22VNB	865	952
RN9FL	900	901

**Tabelle 5.3:**  $AC_3$  lt. ZTU-Diagramm und Tnr lt. Gleichung 5.2 in °C.

Vergleicht man diese Temperaturen mit den aus der linearen Regression erhaltenen Schnittpunkten für den RN22VNB stellt man eine Differenz von je 40 °C fest. Diese entspricht exakt der mittels Simulation berechneten Temperaturdifferenz zwischen der Stelle, an der die Umformtemperatur mit dem Thermoelement gemessen wurde und dem Inneren der Probe (siehe Abb. 5.1). Aus diesem Grund wurden für die folgenden Auswertungen alle gemessenen Umformtemperaturen um 40 °C korrigiert.

In Abbildung 5.11 wurden die korrigierten Temperaturwerte und zusätzlich die aus der linearen Regression erhaltenen Geraden eingetragen. Daraus folgt für den RN22VNB, dass die Steigung bei Temperaturen über Tnr durch die vollständige Rekristallisation flacher verläuft, als unter Tnr, wo nur noch partielle Rekristallisation auftritt und der Stahl daher mehr verfestigt. Ab der  $Ac_3$ -Temperatur beginnt sich Ferrit auszuscheiden, der weicher ist als der Austenit, wodurch die Steigung der Geraden wieder abnimmt[26].

Im Fall des RN9FL ist eine Interpretation aufgrund der wenigen, stark streuenden Daten nicht möglich.



Abbildung 5.11:  $k f_{max}$  in Abhängigkeit der korrigierten Umformtemperatur.

In Abbildung 5.12 wurde der  $ln(sinh(\alpha \cdot \sigma))$ , mit der Konstanten  $\alpha = 0,012$  (gewählt laut([25, 26]) gegen 1/T aufgetragen. Nach Gleichung 5.3 für den Zener-Hollomon Parameter Z entspricht die Steigung bei konstanter Umformgeschwindigkeit  $\varepsilon$  gleich  $\frac{Q}{n \cdot R}$ . Mit der Aktivierungsenergie für die Warmumformung Q, der Gaskonstante R und der Konstante n.

$$Z = A \cdot [sinh(\alpha \cdot \sigma)]^n = \dot{\varepsilon} \cdot e^{\frac{\omega}{RT}}$$
(5.3)



Abbildung 5.12: Zusammenhang kf und Zener-Hollomon Parameter.

Mit R = 8,3145  $\frac{J}{mol \cdot K}$  und n = 5 (gewählt laut [25]) lassen sich daraus die Aktivierungsenergien berechnen.

Zusätzlich kann nach [27] die Aktivierungsenergie für mikrolegierte Stähle nach Gleichung 5.4 berechnet werden.

$$Q = 124714 + 28385, 68 \cdot Mn + 64716, 68 \cdot Si + 72775, 40 \cdot Mo + 76830, 32 \cdot Ti^{0,213} + 121100, 37 \cdot Nb^{0,2}$$
(5.4)

	$Q_Z$	$Q_{ber}$
RN22VNB	303	309
RN9FL	299	304

**Tabelle 5.4:**  $Q_Z$  aus Diagramm 5.12 und  $Q_{ber}$  lt. Gleichung 5.4 in  $\frac{kJ}{mol}$ .

### 5.2.2 Ergebnisse der metallografischen Auswertung

Abbildung 5.13 zeigt die Austenitkornstruktur der beiden Stähle nach 15 Minuten Austenitisieren bei 1100 °C. Die Proben wurden hierfür direkt nach der Entnahme aus dem Ofen im Wasserbad abgeschreckt und anschließend mit Pikrinsäure geätzt. Beide Bilder weisen den für die Pikrinsäureätzung typischen Lochfraß auf. In 5.13(b) ist außerdem das martensitische Raumtemperaturgefüge zu erkennen. Dies weist auf eine zu lange Ätzdauer oder einen etwas zu hohen Salzsäuregehalt der Ätzlösung hin.

Die Messung der Austenitkorngröße mithilfe des Linienschnittverfahrens ergab eine mittlere Schnittlänge von  $22\mu m$  ( $\cong$ ASTM 8) für den RN22VNB und  $30\mu m$  ( $\cong$ ASTM 7) für den RN9FL.



Abbildung 5.13: Austenitkornstruktur der beiden Stähle nach 15 min Austenitisierung bei 1100 °C.

Die Entwicklung der Gefüge durch eine Umformung bei unterschiedlichen Temperaturen ist in Abbildung 5.14 für den RN22VNB und in 5.15 für den RN9FL dargestellt. Auf der linken Seite sind jeweils die durch Pikrinsäureätzung der Abschreckgefüge entwickelten Austenitkornstrukturen abgebildet. Im Vergleich dazu sind auf der rechten Seite die durch Nitalätzung der umgeformten und anschließend an Luft abgekühlten Proben erhaltenen Raumtemperaturgefüge wiedergegeben.



**Abbildung 5.14:** Gefügebilder des RN22VNB bei unterschiedlichen Umformtemperaturen  $(\Delta h=10 \text{mm})$ : Austenitkornätzungen (links) und Nitalätzungen nach Luftabkühlung (rechts).



(h) Tu≈790 °C

**Abbildung 5.15:** Gefügebilder des RN9FL bei unterschiedlichen Umformtemperaturen  $(\Delta h=10 \text{mm})$ : Austenitkornätzungen (links) und Nitalätzungen nach Luftabkühlung (rechts).

(g) Tu≈790 °C

Die bei 790 °C umgeformten Proben beider Stähle sind trotz der Abkühlung im Wasserbad nicht mehr vollständig martensitisch umgewandelt. Hier haben sich aufgrund der tiefen Umformtemperatur, bereits vor dem Abschrecken Ferritkörner an den ehemaligen Austenitkorngrenzen gebildet. Diese werden durch die Pikrinsäure ebenfalls angeätzt und sind fein verteilt an den Austenitkorngrenzen zu erkennen. In Abbildung 5.15(g) ist dies für den RN9FL direkt erkennbar. Die in Abbildung 5.16 dargestellte Nitalätzung der bei 790 °C umgeformten Probe bestätigt dies auch für den RN22VNB.



Abbildung 5.16: Nitalätzung der bei 790 °C umgeformten Probe des RN22VNB

Auch der Verlauf der Abschreckhärte in Darstellung 5.17 zeigt einen deutlichen Abfall dieser bei niedrigen Umformtemperaturen. Der große Unterschied in den Härten der beiden Stähle lässt sich anhand der ZTU-Diagramme erklären. Im Fall des RN9FL sind sehr hohe Abkühlgeschwindigkeiten nötig um das Gefüge vollständig martensitisch umzuwandeln. Dies ist mittels der Abkühlung im Wasserbad nicht gelungen. Mit sinkender Umformtemperatur steigt demnach der Anteil an Ferrit im Gefüge, wodurch auch die Härte abnimmt. Der RN22VNB weist eine zu längeren Zeiten hin verschobene Ferritnase auf, wodurch für eine martensitische Umwandlung geringere Kühlraten ausreichen. Die hohen und relativ konstanten Härtewerte bei den höheren Umformtemperaturen, lassen den Schluss zu, dass die Proben in diesen Bereichen vollständig martensitisch umgewandelt sind.

Im Vergleich zu den im ZTU-Diagramm angegebenen Werten, weisen beide Stahlsorten eine deutlich höhere Härte auf. Dies deutet auf eine, durch die Verformung bedingte, zusätzliche Ausscheidungshärtung hin.



Abbildung 5.17: Härte, der bei unterschiedlichen Temperaturen umgeformten und danach abgeschreckten Proben.

Eine gravierende Änderung der Austenitkorngrößen ist in den Abbildungen 5.14 und 5.15 mit freiem Auge nicht zu erkennen. In Abbildung 5.18 sind aus diesem Grund die mittels Linienschnittverfahren gemessenen Austenitkorngrößen in Abhängigkeit der Umformtemperatur dargestellt.



Abbildung 5.18: Austenitkorngröße in Abhängigkeit der Umformtemperatur.

Bei der Betrachtung von Abbildung 5.18 ist zu berücksichtigen, dass die Messung der Austenitkorngrößen anhand der Querschliffe erfolgte. Aus diesem Grund sind nichtrekristallisierte Körner durch die Umformung als gestaucht zu erkennen, wodurch auch eine größere Austenitkorngröße gemessen wurde.

Die Austenitkorngröße des RN9FL sinkt mit abnehmender Umformtemperatur solange, bis ein bestimmter Anteil an nichtrekristallisierten Körnern vorhanden ist. Ab dieser Temperatur steigen die gemessenen Werte aufgrund der Verformung der Körner wieder an. Im Gegensatz dazu steigt die gemessene Korngröße des RN22VNB im gesamten untersuchten Temperaturbereich mit abnehmender Temperatur an. Dies kann einerseits auf die höhere Rekristallisationsstopptemperatur zurückzuführen werden und andererseits darauf, dass dieser Stahl nicht mit Ti legiert ist. Diese Beobachtung machten auch die Autoren in [28]. Sie stellten fest, dass bei einem Ti-V legierten Stahl die Austenitkorngröße mit sinkender Endumformtemperatur deutlich abnimmt, bei einem Nb-V legierten Stahl konnte dieser Effekt hingegen nicht beobachtet werden.

Vergleichsweise dazu sind in Abbildung 5.19 die gemessenen Ferritkorngrößen bei unterschiedlichen Umformtemperaturen dargestellt. Die Verformung der Körner führt bei sinkenden Umformtemperaturen zu einer Erhöhung der für die Ferritbildung zur Verfügung stehenden Keimstellen in Form von Versetzungen und Ausscheidungen. Dadurch ist bei beiden Stählen eine deutliche Abnahme der Korngröße mit sinkender Umformtemperatur zu erkennen. Der RN22VNB-Stahl weist eine etwas niedrigere Korngröße auf als der RN9FL.



Abbildung 5.19: Ferritkorngröße in Abhängigkeit der Umformtemperatur.

# 5.3 Ergebnisse der zweistufigen Versuche

In Abbildung 5.20 sind typische Temperatur-Zeit-Verläufe der zweistufigen Versuche dargestellt. Durch die geregelte Abkühlung der Proben zwischen den beiden Umformschritten ergaben sich unterschiedliche Zeiten bis die Proben auf 500 °C abgekühlt waren. Durch Messung der Abkühldauer von 800 °C auf 500 °C wurden daraus die in Tabelle 5.5 wiedergegebenen Zeiten  $t_{8/5}$  ermittelt. Zu beachten ist hierbei, dass die Abkühlung in den vorliegenden Versuchen nicht kontinuierlich erfolgte, wodurch Vergleiche mit den ZTU-Diagrammen nur bedingt gültig sind. Die Temperaturverläufe sämtlicher zweistufiger Versuche sind in A.1 bis A.5 zusammengestellt.



Abbildung 5.20: Unterschiedliche Abkühlgeschwindigkeiten der zweistufigen Versuche.

TOfen2 [ $^{\circ}$ C]	$t_{8/5}  [\min]$
500	15
400	8
300	$5,\!5$
50	3,8
Luft	$^{3,5}$

**Tabelle 5.5:** Unterschiedliche Abkühlvarianten und sich daraus ergebende Zeiten  $t_{8/5}$ .

In den Abbildungen 5.21 und 5.22 sind die Kraft-Weg-Verläufe der zweistufigen Versuche mit  $t_{8/5}=15$  min für beide Endumformtemperaturen abgebildet.



Abbildung 5.21: Kraft-Weg-Verläufe mit  $t_{8/5}$ =15 min und Tu2 $\approx$ 930 °C.



Abbildung 5.22: Kraft-Weg-Verläufe mit  $t_{8/5}=15$  min und Tu $2\approx760$  °C.

Vergleicht man die maximalen Kräfte während der Endumformung bei unterschiedlichen Abkühlverläufen ergeben sich die in Abbildung 5.23 dargestellten Zusammenhänge. Während  $F_{max}$  für die Umformung des RN22VNB bei der Endumformtemperatur von 760 °C (Abb. 5.23(b)) in etwa konstant bei 158 KN liegt, sinkt diese im Fall des RN9FL um bis zu 15 KN ab. Eine Erklärung dafür liefern die in Abbildung 5.24 dargestellten Gefügebilder bzw. die ZTU-Diagramme. Durch die langsamere Abkühlung sinken die Anteile an Martensit und Zwischenstufe, wodurch die Festigkeit abnimmt. Der RN22VNB wandelt hingegen schon bei der Abkühlung an Luft großteils in Ferrit und Perlit um.

Laut Abbildung 5.23(a) sinkt  $F_{max}$  bei der Endumformtemperatur von 930 °C nicht nennenswert. Dieser Unterschied lässt sich durch die erneute Austenitisierung der Proben erklären.



**Abbildung 5.23:** Maximalkräfte der Endumformung in Abhängigkeit von  $t_{8/5}$  für (a)Tu2 $\approx$ 930 °C und (b)Tu2 $\approx$ 760 °C.

(b)

8

t<sub>8/5</sub> [min]

6

I

10

RN9FL

12

I

14

16

T<sub>U2</sub> [°C] in Klammern

4

2

60

0


Abbildung 5.24: Gefügebilder der nach erfolgter Abkühlung auf 500 °C abgeschreckten Proben. Die zugehörigen Temperaturverläufe sind in A.3 abgebildet.

Die Ätzung der ehemaligen Austenitkorngrenzen war bei den zweistufigen Versuchen nur in wenigen Fällen erfolgreich. Bei der niedrigen Endumformtemperatur von 760 °C findet die Umformung im Ferritbereich statt, weshalb eine Austenitkornätzung nicht zielführend ist. Die bei 930 °C endumgeformten Proben wurden mit Pikrinsäure geätzt, wobei nur für den RN22VNB verwertbare Gefügebilder entwickelt werden konnten. Der Grund dafür dürfte im niedrigeren Kohlenstoffgehalt des RN9FL liegen. Wodurch sich während der sehr kurzen Austenitisierungszeit nicht genügend Karbide an den Korngrenzen sammeln, um ein ätzbares Netzwerk zu bilden.

Abbildung 5.25 zeigt die für unterschiedliche  $t_{8/5}$  erhaltenen Austenitkornstrukturen des RN22VNB. Unter den Bildern sind die gemessenen Austenitkorngrößen angegeben. Erkennbar ist eine leichte Abnahme von 7,4 auf 7,0  $\mu m$ , die aufgrund der schlechten Schliffqualität und der generellen Ungenauigkeit des Linienschnittverfahrens nicht wirklich aussagekräftig ist.



**Abbildung 5.25:** Austenitkornätzungen des RN22VNB nach zweiter Umformung bei 960 °C mit Austenitkorngrößen  $\gamma_{KG}$  in  $\mu m$  bei unterschiedlichen  $t_{8/5}$ .

Aus den oben genannten Gründen wurden zusätzlich Proben nach der Endumformung an Luft abgekühlt, um die Gefügeentwicklung mittels der Ferritkorngröße einordnen zu können (siehe A.4). In Abbildung 5.26 sind die so erhaltenen Gefügebilder des RN22VNB abgebildet.

Für  $Tu_2=930$  °C (5.26(a), 5.26(b)) ist hier mit freiem Auge eine Abnahme der Ferritkorngröße zu erkennen. Daraus folgt, dass mit länger werdender Kühldauer ein feineres Gefüge entstanden ist. Die Korngrößenmessung ergab auch hier eine geringe Abnahme von 4,7 auf 4,0  $\mu m$ . Die bei 720 °C umgeformten Proben (5.26(c), 5.26(d)) weisen hingegen eine Zunahme der Ferritkorngröße von 6,3 auf 7,5  $\mu m$  auf. Da die Proben zwischen den Umformungen nicht mehr austenitisiert wurden, kann diese Kornvergröberung nur auf die langsamere Abkühlung zurückgeführt werden.



Abbildung 5.26: Gefügebilder des Stahls RN22VNB nach Abkühlung an Luft.

In Abbildung 5.27 sind die Gefügebilder der an Luft abgekühlten Proben des RN9FL dargestellt. Auch hier konnte bei der Endumformtemperatur von 930 °C eine Korngrößenverringerung von 7,0  $\mu m$  (für  $t_{8/5}=3,5$  min) auf  $6,1\mu m$  (für  $t_{8/5}=15$  min) gemessen werden. Die bei 760 °C umgeformten Proben konnten aufgrund des hohen Martensitanteils nicht vermessen werden.



Abbildung 5.27: Gefügebilder des Stahls RN9FL nach Abkühlung an Luft.

In den Abbildungen 5.28 und 5.29 sind die wichtigsten Ergebnisse der durchgeführten Härteprüfungen zusammengefasst. Weitere Daten sind im Anhang unter A.6 und A.7 zu finden.

Für die, bei 500 °C abgeschreckten Proben des RN22VNB, ergab sich demnach eine Abnahme der Härte von ca. 40HV, was wiederum auf die Kornvergröberung während der längeren Abkühldauer zurückgeführt werden kann.

Die gezeigte Ferritkornverfeinerung mit längerer  $t_{8/5}$  für die Endumformung bei 930 °C führte bei keinem der Stähle zu einem erkennbaren Anstieg der Härte.



Abbildung 5.28: Härte der Stahlmarke RN22VNB in Abhängigkeit von  $t_{8/5}$ .



Abbildung 5.29: Härte der Stahlmarke RN9FL in Abhängigkeit von  $t_{8/5}$ .

In Abbildung 5.30 sind die Ergebnisse der durchgeführten Mikrohärtemessung abgebildet. Dargestellt ist der Verlauf der Ferritkorngröße in Abhängigkeit der Abkühldauer.



Abbildung 5.30: Ferritkornhärte in Abhängigkeit von  $t_{8/5}$  für den Stahl RN22VNB.

#### 5.4 Diskussion

Trotz der inhomogenen Umformung dürften die ermittelten Fließkurven bis zu Umformgraden von ca.  $\varphi=0,15$  gute Anhaltswerte für folgende Untersuchungen liefern. Dies belegt sowohl der für die Stahlmarke RN9FL durchgeführte Vergleich mit den Literaturdaten als auch die gute Übereinstimmung der ermittelten Werte für Tnr und Q mit den Ergebnissen aus der Berechnung. Eine Variation der Umformgeschwindigkeiten war mit der verwendeten Versuchsapparatur nicht möglich. Dafür und für die Aufnahme von genaueren Fließkurven wären weitere Untersuchungen mittels Umformsimulator nötig.

Die bei der Auswertung der Fließspannungen festgestellte Temperaturabweichung von 40 °C von den erwarteten Werten, konnte durch die Simulation erklärt bzw. bestätigt werden. Demnach ergibt sich die Abweichung aufgrund der Temperaturdifferenz zwischen der mittels Thermoelement gemessenen Oberflächentemperatur zur Probenkerntemperatur.

Schlussendlich ist es gelungen mittels der in Kapitel 4 beschriebenen Ätzmethode die Austenitkornstrukturen beider Stähle darzustellen. Die Austenitkorngrößen der beiden Stähle konnten so in den meisten Fällen bestimmt werden. Im Bereich der vollständigen Rekristallisation sinkt die Austenitkorngröße mit abnehmender Umformtemperatur. Im Fall des Stahles RN9FL bis ca.  $9\mu$ m. Die Stauchung der nichtrekristallisierten Körner führt jedoch bei niedrigeren Temperaturen zu einem Anstieg der gemessenen Korngröße. Der bis zu tiefen Temperaturen konstant bei ca.  $16\mu$ m liegende Verlauf der Austenitkorngröße des Stahles RN22VNB deutet darauf hin, dass hier auch bei den höheren Umformtemperaturen nichtrekristallisierte Gefügebestandteile vorliegen (siehe Abbildung 5.18). Auch in diesem Fall wäre eine genauere Untersuchung des Verlaufs der Austenitkorngröße mit einer größeren Anzahl von Temperaturstützpunkten von Interesse.

Die Vermessung der entstehenden Ferritkorngrößen, der bei unterschiedlichen Temperaturen umgeformten Proben, ergab hingegen eine Abnahme dieser mit sinkender Umformtemperatur (Abbildung 5.19). Die betrachteten Gefüge weisen bereits bei hohen Umformtemperaturen sehr feine Gefüge auf (Ferritkorngrößen  $< 6\mu$ m), wodurch der Effekt der Kornfeinung nur relativ gering ausfällt. Eine Erklärung hierfür könnte in der Ausscheidung der Mikrolegierungselemente liegen. Wie aus der Thermocalcberechnung in Anhang A.10 ersichtlich, liegen bei Temperaturen um 1000 °C vor allem Niob- und Titankarbide in ausgeschiedener Form vor. Außerdem ist zu erkennen, dass bei der Austenitisierungstemperatur von 1100 °C bei weitem nicht alle Ausscheidungen in Lösung gehen. Die vorliegenden Ausscheidungen fungieren als Keimstellen für die Ferritkornbildung. Die geringe Abnahme der Ferritkorngröße könnte also darauf hinweisen, dass ein großer Teil der Mikrolegierungselemente bereits bei hohen Temperaturen in ausgeschiedener Form vorliegt. Bei abnehmender Umformtemperatur würden sich die Ausscheidungen dann nur noch in geringerem Maß auf die Korngröße auswirken. Die zweistufigen Versuche zeigten für beide Stähle eine Abnahme der Ferritkorngröße bei längerer Abkühlzeit und zweiter Umformung bei 930 °C. Dies deutet auf eine vermehrte Ausscheidung von V(C,N) bei den längeren Zeiten hin. Der versuchte Nachweis dieser gelang leider weder mittels Mikro- und Makrohärtemessungen noch durch die Untersuchungen mittels REM. Erstere scheiterten wahrscheinlich an der, durch die unterschiedlichen  $t_{8/5}$  verursachten, starken Variation der Gefügebestandteile. Eine mögliche Härtesteigerung durch die V(C,N) könnte dadurch verdeckt worden sein.

Auch im REM konnten, aufgrund der zu geringen Auflösung, keine V(C,N)-Ausscheidungen gefunden werden. Für weitere Untersuchungen der Ausscheidungen müsste ein Transmissionselektronenmikroskop (TEM) verwendet werden, welches auch die Darstellung von Teilchen im Nanometerbereich erlaubt.

## 6 Schlussfolgerungen und Ausblick

Aufgrund technologischer und wirtschaftlicher Gründe steigt der weltweite Bedarf an hochfesten Rohren kontinuierlich an. Dieser Trend ist sowohl im Offshore-Bereich als auch im Leitungs-, Konstruktions- und Automobilbereich zu verfolgen.

Während geschweißte Rohre bereits aus diversen hochfesten Blechgüten hergestellt werden (z.B. Dualphasen), beschränkt sich die Produktion von hochfesten Nahtlosrohren auf die Vergütung von Feinkorn- bzw. Vergütungsstahlsorten. Um die Wettbewerbsfähigkeit langfristig halten zu können, sind die Nahtlosrohrhersteller gefordert die Produktionskosten für derartige Stahlgüten zu reduzieren.

Den effektivsten Weg, diese Kosteneinsparung zu erreichen, dürfte die thermomechanische Behandlung bieten. Technische Grundlagen und Legierungskonzepte sind aus dem Bereich der Flacherzeugnisse bereits bekannt. Dass die Adaptierung der im Flachbereich verwendeten thermomechanischen Verfahren prinzipiell auch auf die Produktion von nahtlosen Rohren möglich ist, wurde bereits nachgewiesen. Zurzeit beschäftigen sich zahlreiche Forschungsprojekte mit diesem Thema und in zumindest einem bekannten Fall konnten die Ergebnisse bereits zur Produktionsreife gebracht werden [14].

Auch die vorliegende Arbeit hat gezeigt, dass sich durch geeignete Kombination der thermomechanischen Parameter Verbesserungen im Bereich der Feinkörnigkeit erzielen lassen.

# Abbildungsverzeichnis

1.1	Stahlrohrproduktion weltweit in Mio. t [1]	1
1.2	Zeitliche Entwicklung der Stahlrohrproduktion in China und weltweit $\left[2\right]$ .	2
1.3	Stahlrohrproduktion in der EU in Mio. t [1]	2
1.4	Abmessungsbereiche nahtloser und geschweißter Rohre [4]	3
1.5	Kostenstruktur nahtloser und geschweißter Rohre [4]	4
1.6	Mögliche Gewichtseinsparung durch den Einsatz von höherfesten Feinkornbaus Nahtlosrohren [6]	tahl- 6
3.1	Umformstufen der Rohrwalzverfahren [8]	8
3.2	Herstellung nahtloser Stahlrohre [9]	9
3.3	Schema der Nahtlosrohrproduktion im Werk der voestalpine Tubulars $\left[9\right]$ .	10
3.4	Darstellung des Lochvorgangs im Mannesmann-Schrägwalzerk [10]	11
3.5	Prinzip einer Stoßbank, a) Walzgerüst, b) Dornstange, c) Schaftstange, d) Zahnstange, e) Antriebsritzel [10]	12
3.6	Darstellung des Streckreduzierverfahrens [10]	12
3.7	Temperaturprofil des Walzgutes bei der Umformung von nahtlosen Stahl- rohren.	13
3.8	Darstellung gebräuchlicher Kaltziehverfahren [10]	14
3.9	Schematische Darstellung der Verfestigungsmechanismen und Einflussfak- toren auf die Festigkeitssteigerung [12]	15
3.10	Einfluss der einzelnen Verfestigungsmechanismen auf die Streckgrenze und die Zähigkeit [12]	16
3.11	Festigkeitseigenschaften nahtloser Stahlrohre [6]	17
3.12	Vergleich der Zähigkeitseigenschaften von Grobkorn- und Feinkornbaustählen [	6]. 18
3.13	Höher-, hoch- und höchstfeste Kaltbandsorten [12]	19
3.14	Temperatur-Zeit-Ablauf für unterschiedliche TM-Prozessvarianten [12]	20
3.15	Vergleich der Legierungskonzepte und der Anteile der Festigkeitsbeiträge zwischen einfachen Baustählen und thermomechanisch gewalzten Feinkorn- baustählen [15]	21
3.16	Ausgewählte TMB-Verfahren und erzielbare mechanische Eigenschaften [16]	22
3.17	Konventionell und geregelt endgewalzte Rohre [14]	23

3.18	Schematische Darstellung des Zylinderstauchens [18].	25
4.1	(a) Probengeometrie, (b) Probe mit Mantelthermoelement und Drahtsiche- rung	30
4.2	Versuchsaufbau	31
4.3	Geometrie der Werkzeuge.	32
4.4	Definition der Höhenabnahme $\Delta h$	32
4.5	Temperatur-Zeit-Verläufe der bei unterschiedlichen Temperaturen umge- formten Proben.	34
4.6	Variierte Werte bei den zweistufigen Versuchen: (a)Kühlrate, (b)Temperatur, bis zu der abgekühlt wurde, (c)Abkühlung an Luft oder im Wasserbad, (d)Endumformtemperatur.	35
4.7	Versuchsmatrix: Zeigt die für beide Stahlsorten durchgeführten zweistufi- gen Versuche.	36
4.8	Temperatur-Zeit-Verläufe der zusätzlich durchgeführten Versuche	37
4.9	Ablaufschema der metallografischen Untersuchung	38
4.10	Schematische Darstellung der Probennahme	39
4.11	Korngrößenbestimmung mittels Linienschnittverfahren	41
4.12	REM-Bild einer mit Pikrinsäure geätzten Probe des Stahltyps RN22VNB.	41
5.1	Simulation der Temperaturverteilung zu Beginn des Stauchens	43
5.2	Simulierter Temperaturverlauf während der Stauchung	44
5.3	Vergleich der Probengeometrien aus Stauchung und Simulation	44
5.4	Simulation der auftretenden Vergleichsdehnungen $\varepsilon_{eff}$	45
5.5	Simulation der auftretenden Dehnungskomponenten.	46
5.6	Kraft-Weg-Verläufe der Stahlmarke RN9FL bei unterschiedlichen Umform- temperaturen.	47
5.7	Kraft-Weg-Verläufe der Stahlmarke RN22VNB bei unterschiedlichen Um- formtemperaturen.	48
5.8	Fließkurven der beiden Stähle bei unterschiedlichen Umformtemperaturen.	49
5.9	Fließkurven des RN9FL verglichen mit Fließkurven aus der Literatur [25]	50
5.10	$k f_{max}$ in Abhängigkeit der Umformtemperatur.	51
5.11	$k f_{max}$ in Abhängigkeit der korrigierten Umformtemperatur	53
5.12	Zusammenhang kf und Zener-Hollomon Parameter.	54

5.13	Austenitkornstruktur der beiden Stähle nach 15 min Austenitisierung bei 1100 °C	55
5.14	Gefügebilder des RN22VNB bei unterschiedlichen Umformtemperaturen $(\Delta h=10 \text{mm})$ : Austenitkornätzungen (links) und Nitalätzungen nach Luftabkühlung (rechts).	56
5.15	Gefügebilder des RN9FL bei unterschiedlichen Umformtemperaturen ( $\Delta h=10r$ Austenitkornätzungen (links) und Nitalätzungen nach Luftabkühlung (rechts).	nm): 57
5.16	Nitalätzung der bei 790 °C umgeformten Probe des RN22VNB	58
5.17	Härte, der bei unterschiedlichen Temperaturen umgeformten und danach abgeschreckten Proben	59
5.18	Austenitkorngröße in Abhängigkeit der Umformtemperatur.	60
5.19	Ferritkorngröße in Abhängigkeit der Umformtemperatur.	61
5.20	Unterschiedliche Abkühlgeschwindigkeiten der zweistufigen Versuche	62
5.21	Kraft-Weg-Verläufe mit $t_{8/5}=15$ min und Tu2 $\approx 930$ °C.	63
5.22	Kraft-Weg-Verläufe mit $t_{8/5}=15$ min und Tu2 $\approx$ 760 °C	64
5.23	Maximalkräfte der Endumformung in Abhängigkeit von $t_{8/5}$ für (a)Tu2 $\approx$ 930 °C und (b)Tu2 $\approx$ 760 °C.	65
5.24	Gefügebilder der nach erfolgter Abkühlung auf 500 °C abgeschreckten Pro- ben. Die zugehörigen Temperaturverläufe sind in A.3 abgebildet	66
5.25	Austenitkornätzungen des RN22VNB nach zweiter Umformung bei 960 °C mit Austenitkorngrößen $\gamma_{KG}$ in $\mu m$ bei unterschiedlichen $t_{8/5}$ .	67
5.26	Gefügebilder des Stahls RN22VNB nach Abkühlung an Luft.	68
5.27	Gefügebilder des Stahls RN9FL nach Abkühlung an Luft	69
5.28	Härte der Stahlmarke RN22VNB in Abhängigkeit von $t_{8/5}$	70
5.29	Härte der Stahlmarke RN9FL in Abhängigkeit von $t_{8/5}$	70
5.30	Ferritkornhärte in Abhängigkeit von $t_{8/5}$ für den Stahl RN22VNB	71
A.1	Zweistufige Stauchversuche	82
A.2	Zweistufige Stauchversuche	83
A.3	Zweistufige Stauchversuche	83
A.4	Zweistufige Stauchversuche	84
A.5	Zweistufige Stauchversuche	84
A.6	Härtemessungen	85
A.7	Härtemessungen	85
A.8	ZTU-Schaubild der Internstahlmarke RN22VNB.	86

A.9	ZTU-Schaubild der Internstahlmarke RN9FL	87
A.10	Ausscheidungen des RN22VNB laut Thermocalcherechnung	88
A.11	Gefügebilder des Stahles RN22VNB links und des Stahles RN9FL rechts, Probennr. in (), T-Verläufe siehe A.4 und A.5	89
A.12	REM Aufnahme der Probe Nr.82.	90
A.13	V-Verteilung der Probe Nr.82 aus Elementanalyse im REM	90

## Tabellenverzeichnis

4.1	Schmelzanalyse der untersuchten Stahlmarken	29
5.1	Berechnete Dehnungen für den einachsigen Spannungszustand	45
5.2	Zusammensetzung des in $[25]$ untersuchten Stahles und des RN9FL $\ .$	49
5.3	$AC_3$ lt. ZTU-Diagramm und Tnr lt. Gleichung 5.2.	52
5.4	Vergleich der ermittelten und der berechneten Aktivierungsenergie ${\cal Q}_Z$	54
5.5	Unterschiedliche Abkühlvarianten und sich daraus ergebende Zeiten $t_{8/5}$	63

## Literaturverzeichnis

- [1] "Wirtschaftsvereinigung Stahlrohre", www.wv-stahlrohre.de, 2007.
- [2] "Stahlrohrindustrie weiter auf Wachstumskurs", Stahlmarkt (03):23–24, 2007.
- [3] "Gute Aussichten für Rohrproduzenten", Stahlmarkt (04):44–45, 2006.
- [4] H.J.Pehle: "Position und Zukunftschancen des nahtlosen Stahlrohres", .
- [5] A. Schino, E.Anelli, G. Cumino, M.Tivelli und A.Izquierdo: "Development of high strength quenched and tempered seamless pipes", Papers from: Proceedings of Super-High Strength Steels, 2–4 November 2005, Rome, Italy, Associazione Italian di Metallurgica, 2005.
- [6] Vallourec&Mannesmann Tubes: Nahtlose Rohre für Konstruktionen und den Maschinenbau.
- [7] S.Toyoda, K.Suzuki und A.Sato: "High Strength Steel Tubes for Automotive Suspension Parts - High Strength Steel Tubes with Excellent Formability and Forming Technology for Light Weight Automobiles", JFE Technical Report (4), 2004.
- [8] W.Schwenzfeier und O.Harrer: "Umformtechnik und -maschinen 2", Skriptum, Institut für Verformungskunde und Hüttenmaschinen, 2001.
- [9] J. Klarner: "Herstellung von Rohren", Vortrag im Rahmen der Vorlesung "Herstellungswege ausgewählter Produktgruppen" am Institut für Metallurgie der Montanuniversität Leoben, 2006.
- [10] K.-H. Brensing und B. Sommer: "Herstellverfahren für Stahlrohre", Sonderdruck.
- [11] H.-J. Bargel und G. Schulze: Werkstoffkunde, Bd. 9, Springer, 2005, ISBN 3-540-26107-9.
- [12] W. Krieger, C. Bernhard und J. Korp: "Herstellungswege ausgewählter Produktgruppen", Vorlesungsskriptum, 2004.
- [13] P.Shanmugam, K.Srinivas, M.Preethi und R.Natarajan: "Development of ductile martensitic tubes and its application in automotive parts", 1st International Conference Super-high Strength Steels Rome 2005.
- [14] G.Zouhar, V.Thoms und W.Förster: "Werkstoffentwicklung für das Walzen ring- und rohrförmiger Maschinenelemente", *Vortrag zur Tagung Antriebstechnik in Dresden* 2000.
- [15] B.Buchmayr: Werkstoff- und Produktionstechnik mit Mathcad, Springer, 2002, ISBN 3-540-43014-8.

- [16] B.Winderlich und G.Zouhar: "Überblick über die thermomechanische Behandlung von nahtlosen Stahlrohren", Neue Hütte 29(3):81–86, 1984.
- [17] E.Doege, H. Meyer-Nolkemper und I. Saeed: *Fließkurven-Atlas metallischer Werk-stoffe*, Carl Hanser Verlag München Wien, 1986, ISBN 3-446-14427-7.
- [18] O.Harrer: "Umformtechnik und -maschinen 1", Skriptum, Institut für Verformungskunde und Hüttenmaschinen, 2003.
- [19] A.Moser, P.Pointner und F.Wallner: "Die praxisgerechte Bestimmung der Austenitkorngröße", Sonderbände der Praktische Metallographie (14):140–151, 1983.
- [20] F.Jeglitsch und A.Moser: "Vergleichende Untersuchungen zur Bestimmung der Austenitkorngrösse von Stählen", Sonderbände der Praktische Metallographie (15):269– 284, 1984.
- [21] P.Prader und A.Kneissl: "Austenitkornätzung an verschiedenen Stählen", Sonderbände der Praktische Metallographie (26):605–614, 1995.
- [22] M.Windhager, R.Kleemaier, A.Kneissl und F.Jeglitsch: "Gefügeentwicklung an mikrolegierten Feinkornbaustählen", Sonderbände der Praktische Metallographie (18):63–71, 1987.
- [23] M.Kirchgaßner, G.Posch, P.Baldinger und A.Kneißl: "Austenitkornätzung und Charakterisierung von Teilchen an mikrolegierten Stählen", Sonderbände der Praktische Metallographie (23):131–141, 1992.
- [24] P.Baldinger, G.Posch und A.Kneissl: "Pikrinsäureätzungen zur Austenitkorncharakterisierung mikrolegierter Stähle", Sonderbände der Praktische Metallographie (24):151–160, 1993.
- [25] M.P.Phaniraj: *Modeling Constitutive Behavior and Hot Rolling of Steel*, Dissertation, Indian Institute of Science, 2004.
- [26] N.J.Lourenco, A. Jr., J.M.A.Rollo und O.Balancin: "Plastic Behavior of medium Carbon Vanadium Microalloyed Steel at Temperatures Near  $\gamma$  -  $\alpha$  Transformation", *Materials Research* 4(3):149–156, 2001.
- [27] S.F.Medina und J.E.Mancilla: "Influence of alloying Elements in Solution on Static Recrystallisation Kinetic of Hot Deformed Steels", *ISIJ International* 36(8):1063– 1069, 1996.
- [28] L.N.Pussegoda und J.J.Jonas: "Comparison of Dynamic Recrystallisation and Conventional Controlled Rolling Schedules by Laboratory Simulation", *ISIJ International* 31(3):278–288, 1991.

## A Anhang



Abbildung A.1: Zweistufige Stauchversuche



Abbildung A.2: Zweistufige Stauchversuche



Abbildung A.3: Zweistufige Stauchversuche



Abbildung A.4: Zweistufige Stauchversuche



Abbildung A.5: Zweistufige Stauchversuche



Abbildung A.6: Härtemessungen



Abbildung A.7: Härtemessungen

## voestalpine

Prüftechnik Forschung und Entwicklung / TF 3

STAHL DONAWITZ GMBH & CO KG

Datum: 28.4.06

Probeneingangsnummer: 50399

#### Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubild



Abbildung A.8: ZTU-Schaubild der Internstahlmarke RN22VNB.

86

### voestalpine

Prüftechnik Forschung und Entwicklung / TF 3

STAHL DONAWITZ GMBH & CO KG

Datum: 1.6.2006 Probeneingangsnummer 50399

#### Kontinuierliches Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubild

Werksbezeichnung: RN9FL							_	DIN-E	ezeic	hnun	g:	-					
Schmelze: 35				355	178				Werkstofnummer:								
			_		Cher	nische	e Zusa	imme	nsetzı	Ing in	[Mas	se %]					
С	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Cu	AI	Ti	Мо	V	Sn	Nb	В	As	Sb	Ca
0,085	0.321	1,533	0,009	0,005	0,026	0.023	0,046	0,03	0,0135	0,004	0.046	0.0023	0.0305				
Auste	nitisie	rungst	emper	atur:		1000°	с		Ac1b-	Tempe	eratur:	717°C		Ac1e	-Tempe	aratur:	744°C
Haltez	eit:					15 mi/	n		Ac3-T	emper	atur:	900°C					
Austenitkorngröße (DIN 50601) 10							Ms-Te	mpera	atur:	530°C							



VersN	lr.	HV 10	t <sub>8/5</sub> [s]	v <sub>8/5</sub> [°C/s]	VersNr.	HV 10	t <sub>8/5</sub> [s]	v <sub>8/5</sub> [°C/s]
302		353 *)	0,6 500		274	179	46,5	6,5
290		281	2,6	115,4	275	167	92,9	3,2
282		233	233 4,2		280	149	278.8	1.1
270		219	6,7	44,8	281	140	697,8	0.4
271		201	11,6	25,9	292	132	1395	0,2
273		179	23,4	12,8				
*) HV 1	Legende	A Austen B Bainit Fp polygor Fa acicula P Perlit	it naler Ferrit rer Ferrit		Ms Marte Ac1b Begli Ac1e Ende Zwei Ac3 Ferri	ensil-Start nn Austenitbildung (C e erste Umwandlung phasenraum α+γ sov tumwandlung zu Aus	Dreiphasenraum α (Übergang in der vie γ+Karbide) ttenit vollständig	x+γ+Karbide) n
		v <sub>8/6</sub> Abkühl	geschw. zw. 800°	C und 500°C in °C/s	i <sub>s ö</sub> Kühl:	zeit von 800°C auf 5	00 °C in s	Schaubild 1

Abbildung A.9: ZTU-Schaubild der Internstahlmarke RN9FL.



Abbildung A.10: Ausscheidungen des RN22VNB laut Thermocalcberechnung.



**Abbildung A.11:** Gefügebilder des Stahles RN22VNB links und des Stahles RN9FL rechts, Probennr. in (), T-Verläufe siehe A.4 und A.5.



Abbildung A.12: REM Aufnahme der Probe Nr.82.



Abbildung A.13: V-Verteilung der Probe Nr.82 aus Elementanalyse im REM.