

Montanuniversität Leoben

Einfluss einer thermischen Vorbehandlung und von Mikrolegierungselementen auf die Eigenschaften von un- und niedriglegierten Stählen



Die vorliegende Arbeit wurde am Department für Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben in Kooperation mit der Firma voestalpine Stahl Donawitz GmbH & Co KG durchgeführt.

Leoben, Mai 2007

Danksagung

Herrn Univ.-Prof. Helmut Clemens, Vorstand des Departments für Metallkunde und Werkstoffprüfung, möchte ich danken, dass er meine Arbeit an seinem Institut ermöglicht hat. Weiters möchte ich mich für die Begutachtung selbiger bei ihm bedanken.

Für die Übertragung der Arbeit möchte ich besonderen Dank an meinen universitären Betreuer, Herrn Dr. Leitner richten. Dessen Tür für mich bei jeglichen Problemen offen stand und der mir in freundschaftlicher Weise stets bei der Lösung dieser zur Seite stand. Auch für die Durchsicht der Diplomarbeit möchte ich mich herzlich bei ihm bedanken.

Von Seiten der voestalpine Stahl Donawitz gilt mein Dank Herrn DI Schifferl für die Bereitstellung der Diplomarbeit und für sein Engagement rund um den organisatorischen Ablauf der Diplomarbeit.

Herzlichen Dank möchte ich insbesondere Herrn Dr. Jöller aussprechen. Der in unzähligen Gesprächen und Diskussionen mir jederzeit mit Rat und Tat zur Seite stand und dadurch wesentlich zum Entstehen der Arbeit beigetragen hat.

Mein Dank gilt auch den Teams rund um Ing. Frank, Ing. Köstl und Herrn Nowak die bei der Probenherstellung und der Durchführung der praktischen Versuche maßgeblich an der Arbeit beteiligt waren. Mein besonderer Dank geht in diesem Zusammenhang an Herrn Puschmann, für die Unterstützung bei den Dilatometerversuchen und der metallographischen Präparation.

Meiner Familie und meinen Freunden möchte ich für die langjährige Unterstützung danken und dass sie nie den Glauben an mich aufgegeben haben.

Wenngleich hier an letzter Stelle genannt, so gilt ihr doch mein größter Dank, meiner langjährigen Freundin Carmen Koll. Für eine herrliche Zeit.

Inhaltsverzeichnis

Abkürzungsverzeichnis	III
1 Einleitung	1
2 Theoretische Grundlagen	3
2.1 Mikrolegierungselemente	3
2.1.1 Allgemeines.....	3
2.1.2 Charakteristiken der Mikrolegierungselemente Nb und V.....	4
2.1.2.1 Niob.....	4
2.1.2.2 Vanadin.....	6
2.1.3 Löslichkeit bei mittlerem Kohlenstoffgehalt im Austenit.....	6
2.1.3.1 Löslichkeit von Vanadinitrid/karbid.....	8
2.1.3.2 Löslichkeit von Niobkarbonitrid.....	10
2.1.4 Ausscheidungsverhalten.....	12
2.1.4.1 Ausscheidung im Austenit.....	13
2.1.4.2 Ausscheidung während und nach der Phasenumwandlung.....	14
2.1.5 Hemmung des Kornwachstums.....	18
2.2 Untersuchte Werkstoffe	21
2.2.1 Einsatzstähle.....	21
2.2.1.1 Einsatzhärten.....	21
2.2.1.2 Einfluss von Feinkorn auf die Bauteileigenschaften.....	22
2.2.1.3 Einfluss der Mikrolegierungselemente auf die Feinkornbeständigkeit.....	23
2.2.2 Federstähle.....	26
2.2.2.1 Ausgangssituation für die Umformung von Federstählen.....	27
2.2.2.2 Einfluss der Mikrolegierungselemente auf die mechanischen Eigenschaften.....	29
3 Experimenteller Teil	31
3.1 Versuchsmaterial	31
3.2 Herstellung der Industrieschmelzen	32
3.3 Herstellung der Modellschmelzen	32
3.4 Ausschmieden des Probenmaterials	34
3.5 Wärmebehandlung des Probenmaterials	35
3.6 Dilatometerversuche	36
3.6.1 Simulation von Walzprozessen mittels Dilatometer.....	36
3.6.2 Untersuchungen zum Einfluss der Austenitisierungstemperatur auf den Ausgangszustand vor dem Walzen.....	39
3.6.3 Untersuchungen zum Umwandlungsverhalten.....	40
3.7 Untersuchungen zum Kornvergrößerungsverhalten	41
3.8 Vergütungsschaubild	41
3.9 Metallographische Untersuchungen	42

3.9.1	Probenpräparation	42
3.9.2	Korngrößenbestimmung nach ASTM.....	43
3.9.3	Untersuchungen zum Ausscheidungsverhalten	45
3.10	Härteprüfung	46
3.11	Untersuchungen zum (Ein)Härtbarkeitsverhalten.....	46
4	Ergebnisse und Diskussion	49
4.1	Chemische Zusammensetzungen der Industrieschmelzen.....	49
4.2	Chemische Zusammensetzungen der Laborschmelzen.....	49
4.3	Einfluss der Austenitisierungstemperatur auf den Ausgangszustand vor dem Umformen bzw. auf die weitere Umformung.....	51
4.3.1	Austenitkorngröße 16 MnCrB5	51
4.3.2	Austenitkorngröße 50 CrV 4	55
4.4	Umwandlungsverhalten	60
4.4.1	Umwandlungsverhalten 16 MnCrB5	60
4.4.2	Umwandlungsverhalten 50CrV4	63
4.5	Sekundärgefüge nach erfolgter Umformung.....	66
4.5.1	Sekundärkorngröße 16MnCrB5	66
4.5.1.1	Härte des Sekundärgefüges.....	71
4.5.2	Sekundärkorngröße 50CrV4.....	73
4.5.2.1	Härte des Sekundärgefüges.....	77
4.6	Resümee: Dilatometerversuche	79
4.7	Ausscheidungsverhalten.....	81
4.7.1	Ausscheidungsverhalten 16MnCrB5.....	81
4.7.1.1	REM-Untersuchungen.....	81
4.7.1.2	TEM-Untersuchungen 16MnCrB5	83
4.7.2	Ausscheidungsverhalten 50CrV4.....	85
4.7.2.1	REM-Untersuchungen.....	85
4.7.2.2	TEM-Untersuchungen	86
4.8	Kornvergrößerungsverhalten.....	88
4.8.1	Kornvergrößerungsverhalten 16 MnCrB 5.....	88
4.8.2	Kornvergrößerungsverhalten 50CrV4	89
4.9	Einfluss der Mikrolegierung auf die (Ein)Härtbarkeit.....	92
4.9.1	Härtbarkeitsverhalten 16MnCrB5.....	92
4.9.2	Härtbarkeitsverhalten 50CrV4	94
4.10	Einfluss des Niobs auf die mechanischen Eigenschaften	97
4.11	Resümee des Vergleichs der Labor- und Industrieschmelzen	100
5	Zusammenfassung.....	101
	Literaturverzeichnis	IV

Abkürzungsverzeichnis

REM.....	Rasterelektronenmikroskop
TEM.....	Transmissionselektronenmikroskop
EELS.....	Electron-energy-loss-spectroscopy
EFTEM.....	Energy-filtered-transmission-electron-microscop
γ	Austenit
α	Ferrit
HV.....	Härte nach Vickers
$t_{8/5}$	Abkühlzeit von 800°C auf 500°C
t_A	Austenitisierungszeit
T_A	Austenitisierungstemperatur
M_f	Martensit-finish-temperature
TMB.....	Thermomechanische Behandlung
NW.....	Normalisierendes Walzen
φ	Umformgrad
$\dot{\varphi}$	Umformgeschwindigkeit
ZTU.....	Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubild
$R_{P0,2}$	0,2% Dehngrenze [MPa]
R_m	Zugfestigkeit [MPa]
A.....	Bruchdehnung [%]
Z.....	Brucheinschnürung [%]
EDX.....	Energiedisperse Analyseneinheit
ASTM.....	American Society for Testing and Materials

1 Einleitung

Steigender Bedarf der Automobilindustrie an Langprodukten mit verbessertem Eigenschaftsprofil, beispielsweise zur Herstellung von Federn oder Zahnrädern, lassen Maßnahmen zur Feinkornbildung immer mehr an Bedeutung gewinnen, nicht zuletzt, da die Anforderungen an das Bauteil meistens von vollkommen unterschiedlicher Art sind. Neben dem generellen Ziel der Gewichtsreduzierung und einer kompakten Bauweise sind vor allem die Anforderungen an die mechanischen Eigenschaften sehr konträr. Abgesehen von einer hohen Dauerfestigkeit, die vor allem bei Federn die entscheidende Eigenschaft darstellt, sollte auch eine Unempfindlichkeit gegenüber Stößen und Überlasten beziehungsweise gegen Verschleiß im Falle der Zahnräder gegeben sein. Diese Forderungen sind nur durch eine Steigerung der Festigkeit bzw. Zähigkeit erfüllbar. Hohe Festigkeiten führen aber zu Einbußen an Zähigkeit, sodass diesem Verhalten entgegengesteuert werden muss.

Unter dem oben genannten Aspekt der Zähigkeitsbeeinflussung erhält das Mikrolegieren von Stählen mit mittlerem und höherem Kohlenstoffgehalt in Verbindung mit einer temperaturgeregelten Verformung zunehmend an Bedeutung. Durch das Mikrolegieren können die Austenitkorngröße, die Korngrößenverteilung sowie die Rekristallisations- und Diffusionsvorgänge bei der Phasenumwandlung gezielt beeinflusst werden. Dadurch sind einerseits deutliche Verbesserungen der Festigkeit und andererseits, bedingt durch die Kontrolle des Austenitkornwachstums und die damit verbundene geringe Korngröße, auch eine erhöhte Zähigkeit der Stähle erreichbar [1]. Zentraler Punkt ist hierbei vor allem ein feines Korn des Werkstoffes, welches die einzige Möglichkeit zur gleichzeitigen Verbesserung von Festigkeit und Zähigkeit darstellt. Dies ist ein Faktum, das die Anwendung von Mikrolegierungselementen auch im Bereich der Einsatzstähle interessant macht und bei diesen auf den Einsatz von Niob und Titan zur Behinderung des Austenitkornwachstums bei hohen Temperaturen abzielt, da neben der chemischen Zusammensetzung und der Härtebarkeit, die Austenitkorngröße eines der Qualitätskriterien von Einsatzstählen ist. Sie hat sowohl auf das Umwandlungsgefüge als auch auf die mechanisch technologischen Eigenschaften maßgebenden Einfluss. Andere Mechanismen der Festigkeitssteigerung, wie die Mischkristallhärtung oder die Ausscheidungshärtung, sind meist mit einer Beeinträchtigung der Zähigkeit

verbunden (Abbildung1-1). Sie führen im Gegensatz zur Kornfeinerung zu einer Anhebung der Spröd-Duktil-Übergangstemperatur.

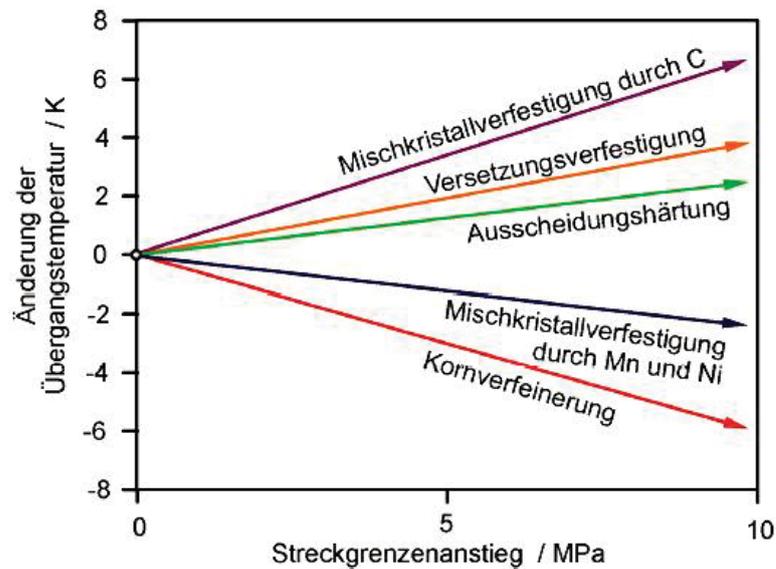


Abbildung1-1: Mechanismen der Festigkeitssteigerung von Edelbaustählen und deren Auswirkung auf die Übergangstemperatur [2]

In der vorliegenden Arbeit soll am Beispiel des Feder(Vergütungs-)stahles 50CrV4 und des Einsatzstahles 16MnCrB5 für die Zahnradfertigung die Auswirkung einer Niob-Mikrolegierung auf die Mikrostruktur, Härbarkeit und Zähigkeit mit dem Ziel verbesserter Gebrauchseigenschaften untersucht werden. Dazu werden von beiden Stählen je eine Industrieschmelze bzw. 2 Laborschmelzen in einer Basisvariante und einer mit Niob modifizierten Variante hergestellt. Anhand von Dilatometerversuchen sollen vorgegebene Walzbedingungen simuliert und der Ausscheidungszustand der mikrolegierten Varianten im Rasterelektronen- beziehungsweise Transmissions-elektronenmikroskop (REM, TEM) charakterisiert werden. Zur Feststellung des Einflusses der Mikrolegierung auf die mechanisch/technologischen Eigenschaften soll zudem eine Reihe von technologischen Prüfversuchen erfolgen. Dazu werden einerseits mithilfe von Stirnabschreck-Versuchen die Auswirkungen des Niobs auf die (Ein)Härbarkeit aufgezeigt, beziehungsweise andererseits, im Fall des Stahles 50CrV4 der Einfluss des Niobs auf die mechanischen Eigenschaften durch die Erstellung von Vergütungsschaubildern untersucht. Weiters sollen im Literaturteil die grundlegenden Wirkmechanismen der Mikrolegierungselemente Vanadin und Niob aufgezeigt werden.

2 Theoretische Grundlagen

2.1 Mikrolegierungselemente

2.1.1 Allgemeines

Mikrolegierte Stähle mit mittlerem Kohlenstoffgehalt sind zu Beginn der siebziger Jahre mit dem Ziel entwickelt worden, die Vergütungsbehandlung von Bauteilen, wie beispielsweise Kurbelwellen, einzusparen. Bei dieser Stahlientwicklung wurde bei Stählen mit Kohlenstoffgehalten oberhalb von ungefähr 0.25mass% die bei hochfesten, schweißgeeigneten perlitarmlen Stählen gewonnene Erkenntnis genutzt, dass bereits geringe Zusätze der Mikrolegierungselemente Vanadin und Niob sowohl die Zugfestigkeit als auch die 0.2%-Dehngrenze steigern [3].

Eine klare Definition des Begriffs der Mikrolegierungselemente gibt es bis dato nicht. Grundsätzlich werden so jene Elemente bezeichnet, die in sehr geringen Mengen (<0.1mass%) zulegiert werden und zu einer Kornfeinung und/oder Ausscheidungshärtung durch die Bildung von relativ stabilen Nitriden oder Karbiden führen. Dementsprechend beinhalten mikrolegierte Stähle typischerweise Niob, Titan oder Vanadin, entweder in alleiniger Form oder als Kombination mehrerer Mikrolegierungselemente [4].

Ein Vergleich der wichtigsten Wirkmechanismen dieser 3 Mikrolegierungselemente in einem Vergütungsstahl ist in Tabelle 2-1 dargestellt.

Tabelle 2-1: Vergleich der Wirkmechanismen der Mikrolegierungselemente Nb, V und Ti [5]

Mikrolegierungselement	Affinität zu C,N	Feinheit der Ausscheidungen	Verzögerung der Phasenumwandlung	Kornfeinung
Nb	++	+	+++ ²⁾	+++
V	+	++	o	o
Ti	+++	+/- ¹⁾	+ ²⁾	+

+ : Positiver Einfluss

- : Negativer Einfluss

O : Kein signifikanter Einfluss

¹⁾ abhängig vom Titan-Gehalt

²⁾ Der Einfluss der Mikrolegierungselemente auf die γ/α Umwandlung hängt in besonders ausgeprägter Weise von deren Zustand im Austenit ab. Während im Austenit gelöste Atome zu einer Verzögerung des Austenitfalls führen, können feine Ausscheidungen eine Beschleunigung durch Keimbildungswirkung hervorrufen.

2.1.2 Charakteristiken der Mikrolegierungselemente Nb und V

Beide Mikrolegierungselemente zeigen einige charakteristische Effekte im Stahl, die bei beiden Elementen ähnlich sind und ihre Verwandtschaft deutlich machen. Andere Effekte sind wiederum typisch für das jeweilige Element. Vorab sind in diesem Abschnitt einige der Mechanismen der beiden Elemente dargestellt, welche jedoch in den folgenden Kapiteln noch im Detail behandelt werden.

2.1.2.1 Niob

Einen Überblick über die Wirkmechanismen und den Einfluss des Niobs auf das Gefüge bei Stählen mit mittlerem Kohlenstoffgehalt zeigt Abbildung 2-1.

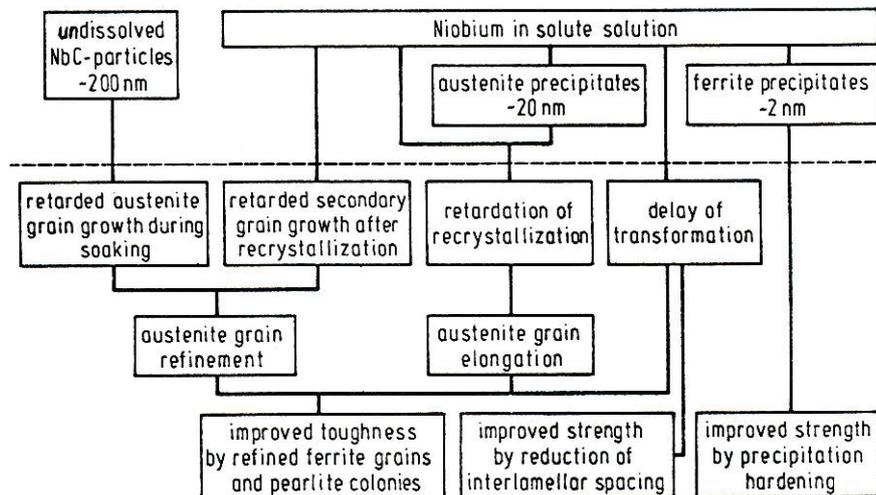


Abbildung 2-1: Wirkmechanismen des Mikrolegierungselementes Niob in Stählen mit mittlerem C-Gehalt (ferritisch-perlitisches Gefüge) [6]

Generell muss unterschieden werden, ob Niob in gelöster oder ausgeschiedener Form vorliegt. Im unteren Temperaturbereich des Austenitgebietes weisen Nb-Karbonitride eine stark eingeschränkte Löslichkeit auf, wobei die ungelösten Karbonitride in diesem Temperaturbereich sehr effektiv zur Behinderung des Kornwachstums eingesetzt werden können. Der markante Unterschied in der Löslichkeit zwischen hohen und tiefen (1300°C – 900°C) Temperaturen im Austenitgebiet macht auch die verformungsinduzierte Ausscheidung von Karbonitriden bei Temperaturen < 1000°C und die damit verbundene Verzögerung der Rekristallisation möglich [4].

Die Effekte von Niob sind jedoch nicht nur auf die Ausscheidung von Karbonitriden, die Kontrolle des Austenitkornwachstums und die Ausscheidungshärtung beschränkt. Durch gelöstes Niob wird zudem die $\gamma \rightarrow \alpha$ Umwandlung zu längeren Zeiten verschoben (Abbildung 2-2).

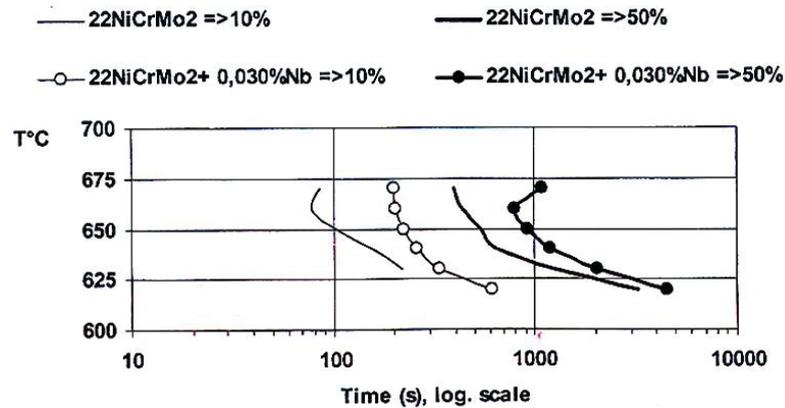


Abbildung 2-2: Einfluss von gelöstem Niob auf die $\gamma \rightarrow \alpha$ Umwandlung [7]

Die Verzögerung ist primär auf den sehr viel größeren Atomradius des Niobs gegenüber jenem des Eisens und die damit verbundene geringe Löslichkeit im Fe-Gitter zurückzuführen. Dies führt in weiterer Folge zu einer Nb-Segregation an den γ -Korngrenzen, welche die für die Umwandlung zur Verfügung stehende Korngrenzenenergie vermindert [7].

Bedingt durch die Anreicherung des Niobs an den Korngrenzen kann es auch zu einer verstärkten Wechselwirkung des Niobs mit anderen Elementen kommen [8].

Der Einfluss des Niobs auf die γ/α Umwandlung hängt jedoch sehr stark von der thermischen Vorgeschichte ab. Abbildung 2-3 zeigt am Beispiel eines Niob-legierten Stahles, dass je nach Ausscheidungs- oder Auflösungszustand eine Beschleunigung oder Verzögerung der Umwandlung erfolgt.

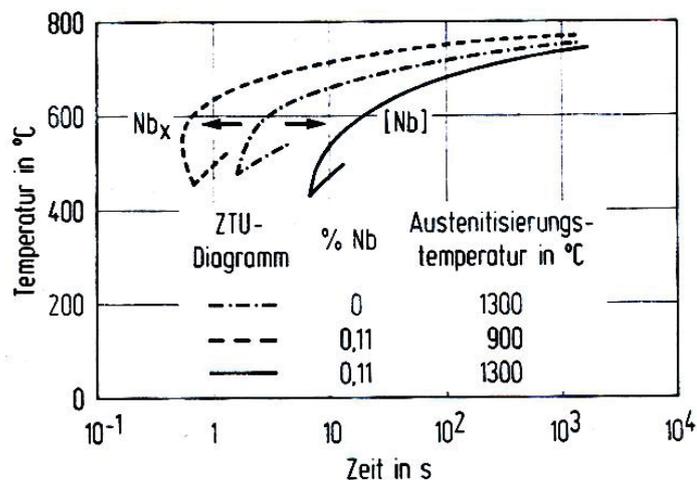


Abbildung 2-3: Einfluss von gelöstem oder ausgeschiedenem Niob auf die γ/α -Umwandlung [9]

Die thermomechanische Behandlung Niob-legierter Stähle führt zu einer sehr geringen Korngröße und kann bei entsprechender Temperaturführung auch zu einer

merklichen Ausscheidungshärtung führen, bedingt jedoch hohe Austenitisierungstemperaturen, um das Niob zu lösen. Die starke Verzögerung der Rekristallisation beim Warmumformen erfordert allerdings eine erhebliche Erhöhung der Walzkräfte im unteren Temperaturbereich der Warmformgebung [4,9].

2.1.2.2 Vanadin

Vanadin scheidet sich aufgrund seiner großen Löslichkeit nur in sehr kleinen Mengen im Austenit aus. Der Großteil der Ausscheidung erfolgt erst während bzw. nach der γ/α Phasenumwandlung und bewirkt eine deutliche Ausscheidungshärtung im Ferrit, die sich mit zunehmendem Stickstoff- und Kohlenstoffgehalt erhöht ($\Delta R_p \sim 5.5$ MPa pro 0.01%C im Vergleich zu ~ 6 MPa pro 0.001%N) [10].

Die Wirkung der Vanadinausscheidungen ist vor allem hinsichtlich der Kornwachstumshemmung, bedingt durch die hohe Löslichkeit, geringer als jene der Niobausscheidungen. Andererseits wird aber durch gelöstes Vanadin die $\gamma \rightarrow \alpha$ Umwandlung gebremst und zu tieferen Temperaturen verschoben. Dies begünstigt die Kornfeinung bei der Phasenumwandlung sowie das Erreichen höherer Festigkeit, Plastizität und Wechselfestigkeit [11].

Die nur schwache Rekristallisationsverzögerung wirkt sich kaum auf die erforderlichen Walzkräfte beim Warmumformen aus [9].

2.1.3 Löslichkeit bei mittlerem Kohlenstoffgehalt im Austenit

Wie bereits in Kapitel 2.1.2.1 und 2.1.2.2 erwähnt, können Vanadin und Niob sowohl in gelöster Form als auch in ausgeschiedener Form als Karbide, Nitride oder auch als komplexe Karbonitride vorkommen, wobei sich die Löslichkeit der beiden Elemente deutlich unterscheidet.

Maßgebenden Einfluss auf die Löslichkeit der Karbonitride haben vor allem die Temperatur und der Gehalt an Kohlenstoff im Fall des Niobs bzw. der Stickstoffgehalt im Fall des Vanadins. Anhand Abbildung 2-4 ist tendenziell ersichtlich, dass vor allem der Kohlenstoffgehalt einen beträchtlichen Einfluss auf die Löslichkeit besitzt. Der gelöste und gebundene Anteil verschiebt sich zudem mit zunehmender Temperatur (Abbildung 2-4).

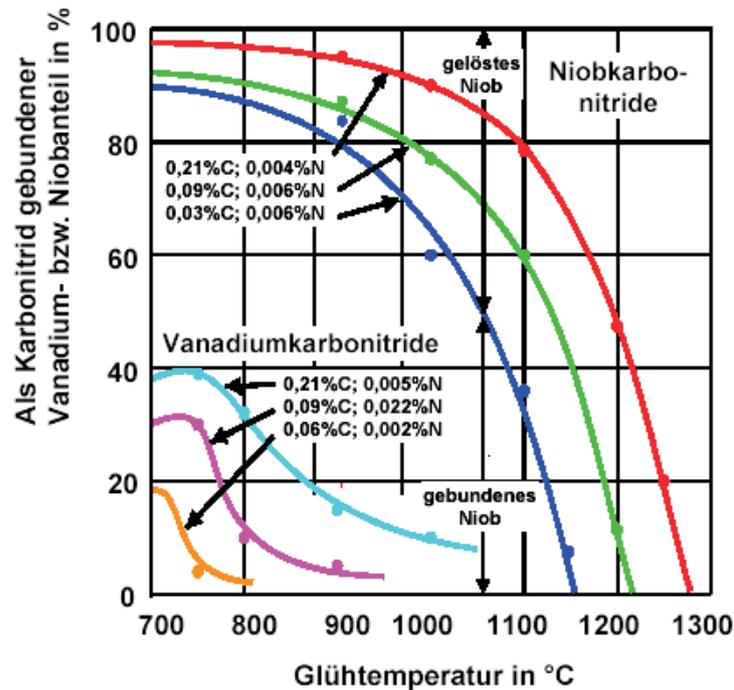


Abbildung 2-4: Löslichkeit der Karbonitride von Nb und V in Abhängigkeit von Temperatur, C-Gehalt und N-Gehalt [12]

Aus der bei einer bestimmten Temperatur berechneten freien Bildungsenthalpie leitet sich die Neigung zur Bildung von Karbiden und Nitriden ab. Diese freien Bildungsenthalpien bestimmen dann in weiterer Folge die Beständigkeit einer Verbindung im Stahl für Temperaturen im Austenitgebiet. Niobverbindungen weisen dabei eine höhere Stabilität als jene des Vanadins auf (Abbildung 2-4).

Die Löslichkeit der Karbide und Nitride im Austenit und Ferrit wird üblicherweise durch das Löslichkeitsprodukt ausgedrückt. Für die Temperaturabhängigkeit des Löslichkeitsprodukts wird dabei Gleichung (2-1) verwendet.

$$\log ks = \log[M] \times [X] = A - \frac{B}{T} \quad (2-1)$$

ks ist dabei die Gleichgewichtskonstante, $[M]$ gibt den Anteil an gelöstem Mikrolegierungselement in Gewichtsprozent des jeweiligen Elementes, $[X]$ den Anteil an Stickstoff oder Kohlenstoff ebenfalls in Gewichtsprozent an und A bzw. B stellen experimentell zu bestimmende Konstanten dar [10,4].

Dabei muss allerdings beachtet werden, dass die Angaben zur Löslichkeit der Mikrolegierungselementverbindungen von unterschiedlichen Literaturstellen oft sehr stark differieren. Der Vergleich mehrerer publizierter Daten, die auf Gleichung (2-1) beruhen, zeigt, dass für jedes Karbid mehrere Gleichungen der Form (2-1) existieren,

wobei der Unterschied zwischen den einzelnen Gleichungen beträchtlich ist (Abbildung 2-5).

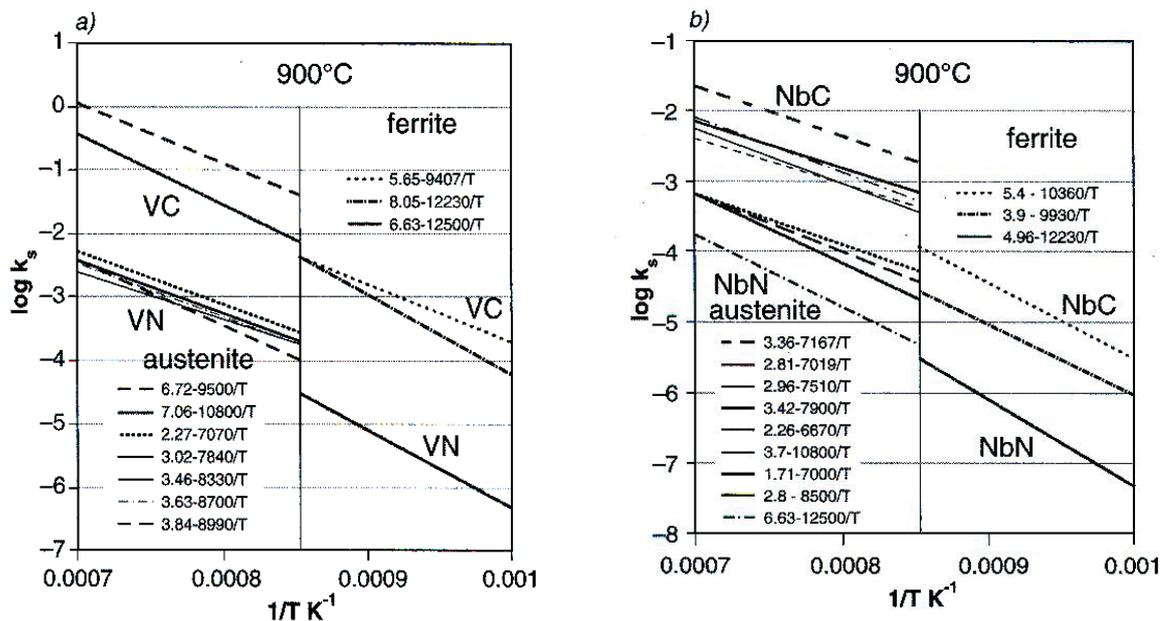


Abbildung 2-5: Löslichkeitsdaten für a) VC und VN, b) NbC und NbN [10]

2.1.3.1 Löslichkeit von Vanadinitrid/karbid

Der übliche Gehalt an Vanadin in mikrolegierten Stählen beträgt max. 0.15%. Dieser Anteil ist bei üblichen Stickstoffgehalten und auch bei mittlerem Kohlenstoffgehalt bei Temperaturen über 1100°C noch voll löslich. Untersuchungen von Von Steinen [13] an einem Stahl mit 0.51% C und 0.1% V zeigten, dass Vanadinitride bei einer Austenitisierungstemperatur von 1150°C nach ca. 30 Minuten vollkommen gelöst sind. In den Abbildungen 2-6 und 2-7 sind die Grenzen für die Löslichkeit von V in Abhängigkeit vom N- bzw. C-Gehalt dargestellt. Abbildung 2-6 beruht dabei auf Gleichung (2-2), die berücksichtigt, dass nach Irvine [4] das Löslichkeitsprodukt für VN im Austenit mit zunehmendem Mn-Gehalt leicht sinkt. Abbildung 2-7 zeigt das Löslichkeitsschaubild für Vanadinkarbid und widerspiegelt auch die Uneinigkeit verschiedener Literaturstellen. Wonach einerseits das Löslichkeitsprodukt auf der Bildung von VC basiert [15] und die Verwendung von Gleichung (2-1) zugrunde legt, während andererseits jenes von Burgardt und Sekine [4] auf der Bildung von V_4C_3 beruht und auf (2-3) zurückzuführen ist.

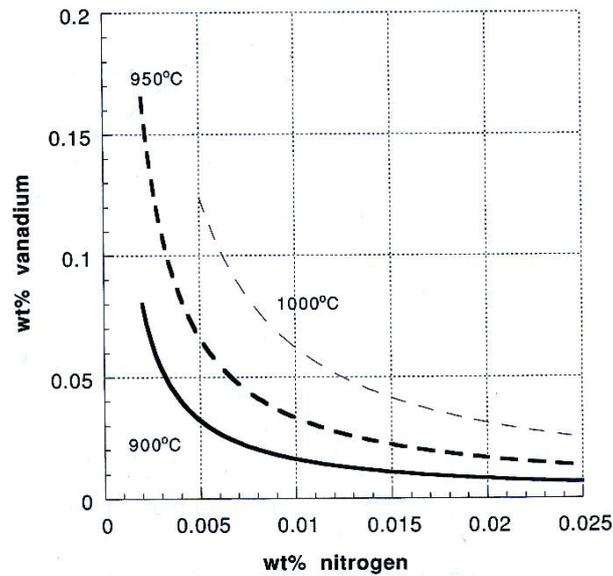


Abbildung 2-6: Löslichkeitsisothermen von Vanadin in Abhängigkeit vom N-Gehalt [4]

$$\log ks = -\frac{8.330}{T} + 3.40 + 0.12[\%Mn] \quad (2-2)$$

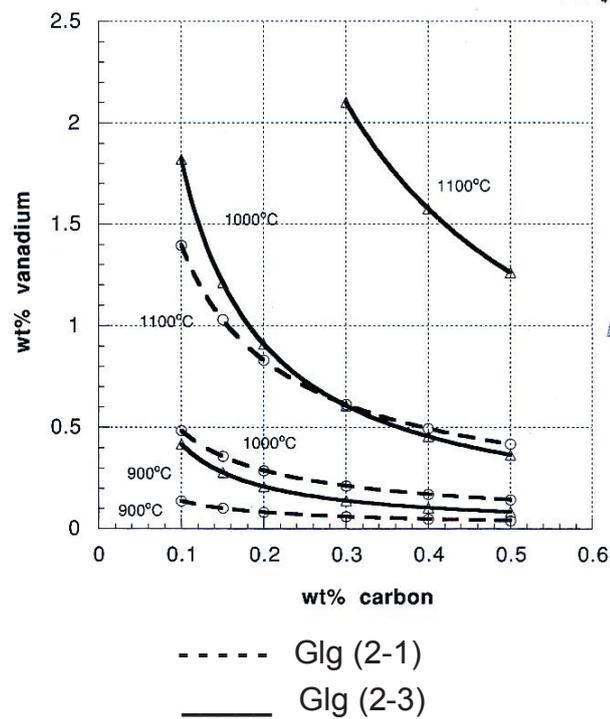


Abbildung 2-7: Löslichkeitsisothermen von Vanadin in Abhängigkeit vom C-Gehalt [4]

$$ks = [V]_{\text{Fe}}^4 \times [C] / a_{(V_4C_3)^{1/3}} \quad (2-3)$$

Anhand der Abbildungen 2-6 und 2-7 zeigt sich, dass die Löslichkeit für Vanadinkarbid beträchtlich größer ist als jene für das Nitrid. Infolgedessen scheidet sich das Vanadin bevorzugt als Nitrid aus. Dementsprechend spielt die Anwesenheit von Stickstoff vor allem in V-mikrolegierten Stählen eine wesentliche Rolle, da es die Triebkraft für die Ausscheidung erhöht [10].

2.1.3.2 Löslichkeit von Niobkarbonitrid

In vielen Nb-mikrolegierten Stählen ist der Unterschied zwischen der Löslichkeitstemperatur von Karbiden und Nitriden nicht sehr verschieden, eine Konsequenz daraus ist die Bildung von komplexen Karbonitriden [14].

Die Löslichkeitsprodukte bei unterschiedlichen Kohlenstoffgehalten bei einer Temperatur von 1200 °C sind in Tabelle 2-2 für Nb und V dargestellt. Klar ersichtlich ist die begrenzte Löslichkeit von Niob im Vergleich zum Vanadin in hoch kohlenstoffhaltigem Austenit, wobei die Löslichkeit mit steigendem Kohlenstoffgehalt rapide abnimmt und dementsprechend hohe Austenitisierungstemperaturen erforderlich macht.

Tabelle 2-2: Vergleich der Löslichkeiten von V und Nb bei 1200°C, bei unterschiedlich hohem C-Gehalt [4]

Karbide	ks bei 1200°C	Gelöster Anteil bei 0,4mass.%C	Gelöster Anteil bei 0.8mass.%C
Vanadin	1.9	>1.0mass.%	>1.0mass.%
Niob	1.7×10^{-2}	0.027	0.015

Zu berücksichtigen ist jedoch, dass die in Tabelle 2-2 dargestellten Werte nur jene max. Löslichkeiten aufzeigen, die im Gleichgewicht mit hoch-kohlenstoffhaltigem Austenit existieren können. Löslichkeitsprodukte für die Bildung von Karbonitriden in stickstoffhaltigen Stählen wären geringer als jene in Tabelle 2-2. Diese geringere Löslichkeit widerspiegelt sich auch in Abbildung 2-8, welche die Löslichkeitsisothermen von Niobkarbonitriden bei unterschiedlichen Temperaturen zeigt [5].

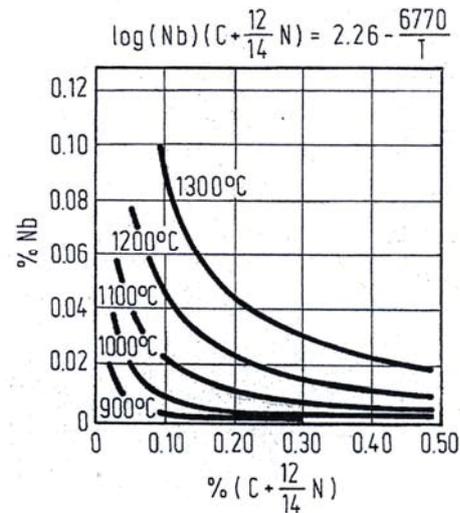


Abbildung 2-8: Löslichkeitsisothermen von Niobkarbonitriden in Abhängigkeit vom C und N-Gehalt [5]

Der Einfluss von Kohlenstoff und Stickstoff auf die Bildung von Karbonitriden wird dabei unterschiedlich behandelt. Im Falle des Niobs „modifiziert“ der Stickstoffgehalt die effektive Kohlenstoffkonzentration. Dementsprechend ist in Abbildung 2-8 die Löslichkeit des Niobs in Abhängigkeit vom C-Gehalt, addiert mit 12/14 des N-Gehaltes, dargestellt [15].

2.1.4 Ausscheidungsverhalten

Grundsätzlich können sich Nitride und Karbide bilden, wenn das mit fallender Temperatur sinkende Löslichkeitsprodukt überschritten wird (vgl. Kapitel 2.1.3) [16]. Die Tendenz zur Bildung von Karbiden und Nitriden wird dabei durch die bei einer bestimmten Temperatur berechneten Bildungsenthalpie ausgedrückt [17].

Die Ausscheidung ist ein thermisch aktivierter Vorgang, der jedoch nicht nur von den thermodynamischen Bedingungen (Löslichkeit, Bildungsenthalpie) bestimmt wird, sondern auch vom Grad der Unterkühlung, den Keimbildungsbedingungen und der Diffusionsfähigkeit der metallischen Komponenten [16,18].

Bei Stählen mit mittlerem Kohlenstoffgehalt ist es vor allem notwendig, die Ausscheidungsmechanismen in Zusammenhang mit dem größeren Volumenanteil an Perlit zu betrachten.

Es bestehen prinzipiell mehrere Möglichkeiten, wie und wann die bei hohen Austenitisierungstemperaturen gelösten Karbide/Nitride bei tieferen Temperaturen wieder ausgeschieden werden können. Dementsprechend unterscheiden sich die Größe, die Anordnung und vor allem die Auswirkungen der Ausscheidungen der Mikrolegierungselemente sehr erheblich. Tabelle 2-3 zeigt einen Überblick über das breite Spektrum der unterschiedlichen Ausscheidungsformen. Während grobe Ausscheidungen in erster Linie das Kornwachstum während der Austenitisierung behindern, jedoch keinen nennenswerten Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften ausüben, wird die spezifische Wirkung der Ausscheidungen zunehmend größer, je feiner die Dispersion ist.

Tabelle 2-3: Mögliche Arten von Ausscheidungen in mikrolegierten Stählen [9]

	Art und Größe der Teilchen	Ausscheidungs Vorgang	Beispiel
Abnehmende Ausscheidungstemperatur ↓	○ grobe, kantige „Einschlüsse“ ~ 10 ⁴ nm	Ausscheidung vor oder während der Erstarrung	TiN, ZrN
	○ grobe Teilchen ~ 10 ² nm	Ausscheidung an γ -Korn- grenzen und Substrukturen	NbC, TiC
	○ feine Teilchen ~ 10 ¹ nm	verformungsinduzierte Ausscheidung	NbC, TiC
	○ in Reihen angeordnete feine Teilchen ~ 10 ¹ nm	Ausscheidung in der γ/α -Phasengrenze	NbC, V (C; N)
	○ extrem feine, teilkohärente Teilchen, Cluster < 10 ¹ nm	Ausscheidung in der α -Phase	NbC, TiC, V (C; N)

In den nachfolgenden Kapiteln wird auf die Ausscheidungsvorgänge im Austenit bzw. während und nach der Phasenumwandlung näher eingegangen.

2.1.4.1 Ausscheidung im Austenit

Im unverformten Austenit scheiden sich die Karbide und Nitride nur sehr langsam und bevorzugt an den Korngrenzen aus [19].

Im warmverformten Zustand dagegen wird die Kinetik der Ausscheidung von Gefügebestandteilen aus einer übersättigten Matrix wesentlich verändert und es kommt zu einem qualitativ anderen Ausscheidungszustand. Der Beginn der Ausscheidungen wird zu kürzeren Zeiten verschoben. Abbildung 2-9 zeigt die Ausscheidung von Nb(C,N) im unverformten und verformten Austenit. Wobei zu sehen ist, dass die Ausscheidung im Austenit durch Warmumformung deutlich beschleunigt wird.

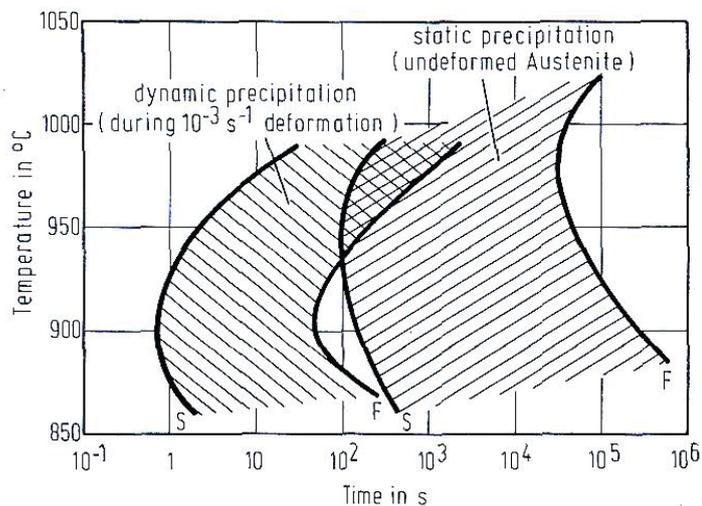


Abbildung 2-9: Ausscheidung von Nb(C,N) im unverformten und langsam verformten Austenit

Die Beschleunigung der Ausscheidung von Nitriden, Karbiden bzw. Karbonitriden durch die Umformung wird mit sinkender Temperatur, erhöhtem Umformgrad und erhöhter Umformgeschwindigkeit verstärkt [20].

Grundsätzlich wird die Kinetik der Ausscheidungen von den Bedingungen der Keimbildung und der Diffusion bestimmt. Die wichtigsten Einflussparameter sind die Zahl der Keime pro Volumeneinheit und die Änderung der freien Energie. Keimstellen sind hierbei Scherbänder, Gleitebenen, Korngrenzen und Versetzungen [21]. Dadurch stellt sich im Vergleich zum unverformten Austenit ein vollkommen anderer Ausscheidungszustand ein. Die verformungsinduzierten Ausscheidungen sind feiner und gleichmäßiger verteilt als jene, die sich im unverformten Austenit gebildet haben.

Die Bedingungen im Gleichgewicht sind derart, dass die Ausscheidung von kleinen Mengen an Vanadin im Austenit prinzipiell möglich ist, und zwar insbesondere bei hohen Gehalten an V und N. Nichtsdestotrotz ist die Wachstumskinetik von V(C,N)-Ausscheidungen im Austenit sehr träge. Bei einer Prozessführung mit Endtemperaturen über 1000°C verbleibt normalerweise das gesamte Vanadin in Lösung, um zu einem späteren Zeitpunkt im Ferrit ausgeschieden zu werden [10]. Dementsprechend spielt die Ausscheidung von V(C,N) im Austenit eine untergeordnete Rolle.

Zur Beschreibung der Ausscheidungskinetik von Niobkarbonitriden im Austenit wurden hingegen mehrere Modelle entwickelt. Jenes von Dutta und Sellars [22] basiert beispielsweise auf der klassischen Keimbildungstheorie unter Berücksichtigung der Verformungsrate und des Zener-Holloman-Parameters. Eine Weiterentwicklung durch die Berücksichtigung von Leerstellen, die während der Verformung gebildet werden, wurde von Liu [23] entwickelt.

Generell bilden sich Niobkarbonitride vor allem bevorzugt heterogen entlang von Versetzungen, Versetzungsknoten, Korngrenzen, Subkörnern oder auch (wenn vorhanden) an bereits vorhandenen Ausscheidungen wie Titanitrid. Die homogene Bildung der Ausscheidungen in der Matrix ist eher selten [19].

2.1.4.2 Ausscheidung während und nach der Phasenumwandlung

Karbide oder Nitride, die sich in der Austenitphase bilden, sind inkohärent und besitzen eine willkürliche Orientierung zur umgebenden Matrix. Im Gegensatz dazu weist ein Großteil der Ausscheidungen, die sich während oder auch nach der $\gamma \rightarrow \alpha$ Umwandlung bilden, eine so genannte „Baker-Nutting“ Orientierung zur umgebenden Matrix auf. Gemäß dieser Beziehung, die erstmals von Baker und Nutting [24] beobachtet wurde, sind entweder die $\langle 100 \rangle$ oder die $\langle 001 \rangle$ Richtung der Ausscheidungen parallel zur $\langle 100 \rangle$ Richtung der Ferriteinheitszelle [19].

Ausscheidungen die an der Phasengrenzfläche zwischen Austenit und Ferrit gebildet werden, werden in der Literatur auch als Interphasen-Ausscheidungen bezeichnet. Die räumliche Verteilung der Karbide und Nitride ist derart, dass bei einer Betrachtung in einer bestimmten Richtung diese in einer linienförmigen Anordnung mit bestimmten Abständen zueinander erscheinen. Die Ausscheidungen sind also in 2 Dimensionen regellos verteilt, jedoch in der 3. Dimension erscheinen diese in einer charakteristischen Anordnung entlang einer Linie. Diese linienförmige Anordnung der Ausscheidungen können in Stählen mit geringerem bis mittlerem C-Gehalt gefunden werden. Bei Stählen mit mittlerem C-Gehalt treten diese sowohl in den Ferritlamellen des Perlits als auch im voreutektoiden Ferrit auf. Bedingt durch die tiefere

Umwandlungstemperatur des Perlits erfolgt die Ausscheidung in den Ferritlamellen in einer feineren Form.

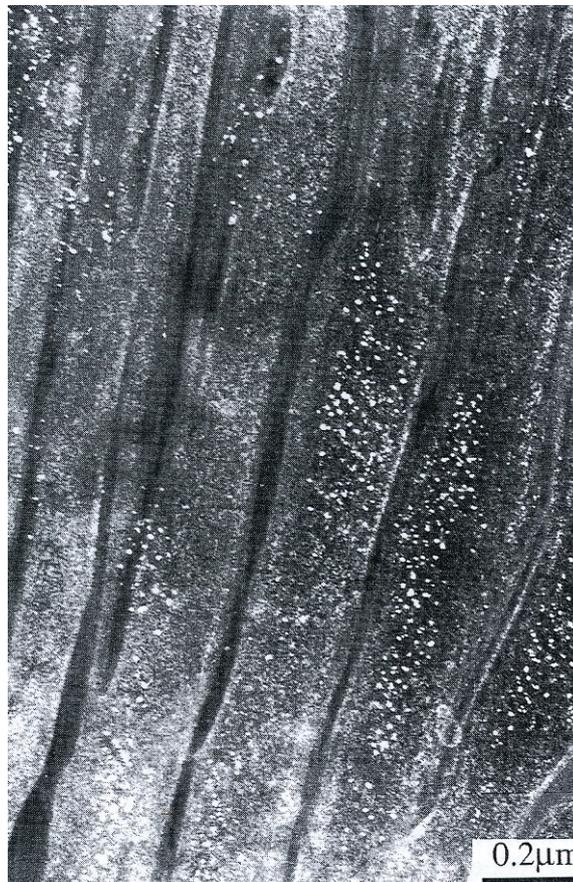


Abbildung 2-10: Dunkelfeldaufnahme von Vanadin-Karbonitridausscheidungen im interlamellaren Ferrit in eines perlitischen Gefüges [4]

Abbildung 2-10 zeigt eine Dunkelfeldaufnahme eines perlitischen Gefüges, in welcher die Vanadinkarbonitride weiß erscheinen und die Ferrit- bzw. Zementitlamellen dunkel sind. Die Charakteristiken dieser Ausscheidungen in den Ferritlamellen sind:

- Die Ausscheidungen sind nicht gleichmäßig in fein verteilten parallelen Reihen angeordnet.
- Die Ausscheidungen besitzen eine Orientierungsbeziehung zur Ferrit-Matrix („Baker-Nutting“ im Fall der Vanadinkarbide).
- Der Abstand zwischen den Reihen an Ausscheidungen ist eine Funktion der Umwandlungstemperatur [25].

Eine zusätzliche Besonderheit bei der Ausscheidung von $V(C,N)$ ist die Beobachtung von „faserigen“ Karbiden bei geringen Abkühlgeschwindigkeiten oder beim Halten

auf hohen Temperaturen im α/γ -Bereich. Das typische Merkmal dieser Ausscheidungsform ist deren senkrechte Anordnung zur α/γ -Grenzfläche. Diese Form der Ausscheidungen tritt jedoch nur sehr selten auf [4,19,25].

Der Mechanismus der Interphasenausscheidung wurde erstmals genauer von Honeycombe und Davenport [26] untersucht, wonach der Mechanismus auf die heterogene Ausscheidung an der α/γ -Grenzfläche und die „stufenförmige“ Bildung des Ferrits (Abbildung 2-11) zurückzuführen ist. Durch das periodische Anhalten der α/γ Grenzfläche während der Umwandlung können sich die Ausscheidungen bilden und wachsen, bis die nächste „Ferritstufe“ über die Grenzfläche wächst [4]. Dieser Prozess wiederholt sich in weiterer Folge für jede weitere Stufe.

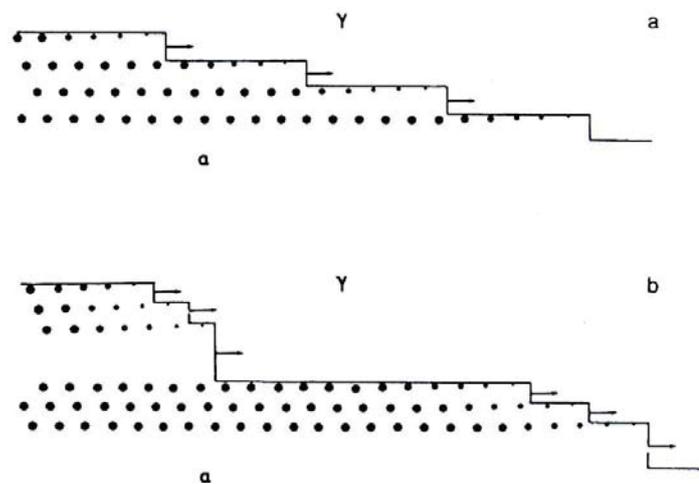


Abbildung 2-11: Interphasenausscheidung als Resultat der leistenförmigen Ferritbildung [4]

Der Nachteil im von Honeycombe und Davenport [26] publizierten Mechanismus ist jedoch, dass der Abstand zwischen den Ausscheidungsreihen auf die Stufenhöhe des gebildeten Ferrits zurückzuführen ist. Eine Erklärung für die Abhängigkeit der Distanz der Ausscheidungsflächen von der Temperatur und der Stahlzusammensetzung, insbesondere vom Gehalt an N, C und V jedoch nicht gegeben ist.

Ein anderes Modell, das von Lagneborg und Zajac [10] vorgestellt wurde, behandelt das Ferritkornwachstum im Austenit. Die Betrachtung der Wechselwirkung zwischen der Keimbildung von V(C,N)-Ausscheidungen an der α/γ -Grenzfläche, das damit verbundene Wachstum von V-verarmten Zonen um die Ausscheidungen und das Wandern der α/γ -Grenzfläche weg von der Ausscheidungsschicht zeigt, dass die Wachstumsrate der V-verarmten Zone unmittelbar nach der Keimbildung unendlich groß ist, jedoch nach einem parabolischen Zeitgesetz kontinuierlich abnimmt. Das Ferritwachstum gehorcht einem ähnlichen Zeitgesetz, kann jedoch aufgrund des geringen Abstandes der Ausscheidungsflächen im Vergleich zum Ferritkorn als

konstant angenommen werden. Aus Konsequenz daraus befindet sich die α/γ -Grenzfläche unmittelbar nach der Keimbildung in einer V-verarmten Zone. Nach kurzer Zeit wächst die α/γ Grenzfläche jedoch wieder über die verarmte Zone hinaus und befindet sich wieder in einem Bereich mit dem ursprünglichen V-Gehalt, das Wachstum einer neuen Ausscheidungsschicht beginnt [10]. Wenngleich das Modell sehr gute Übereinstimmung mit experimentell ermittelten Werten bezüglich des Abstandes der teilchenreichen Schichten und deren Temperaturabhängigkeit zeigt, ist es fraglich, ob sich das gesamte Erscheinungsbild dieser Ausscheidung mit einem einzigen Modell erklären lassen kann.

Generell ist die Tendenz zur Interphasenausscheidung in Niob-mikrolegierten Stählen höher als in mit Vanadin legierten Stählen. Zudem ist sie in Stählen mit geringerem C-Gehalt etwas höher als in Stählen mit mittlerem Kohlenstoffgehalt. Alternativ zur Interphasenausscheidung findet homogene Keimbildung und Wachstum der Karbide/Nitride im neu gebildeten Ferrit statt. In diesem Fall sind die Ausscheidungen nicht reihenförmig angeordnet, sondern zufällig verteilt und tragen zu einer merklichen Ausscheidungshärtung bei [27].

2.1.5 Hemmung des Kornwachstums

Das Austenitkorn ist unter anderem bei technisch realisierbaren Abkühlgeschwindigkeiten von Einfluss auf das nach der Umwandlung entstehende Sekundärgefüge. Je feiner das Austenitkorn ist, desto feiner wird auch das bei einer diffusionsgesteuerten Umwandlung entstehende Sekundärkorn [28].

Aber auch bei diffusionslosen martensitischen Umwandlungen, wie sie beispielsweise in Vergütungsstählen erfolgen, wird die Größe der sich bildenden Martensitnadeln durch die ehemaligen Austenitkorn Grenzen beschränkt (Abbildung 2-12).

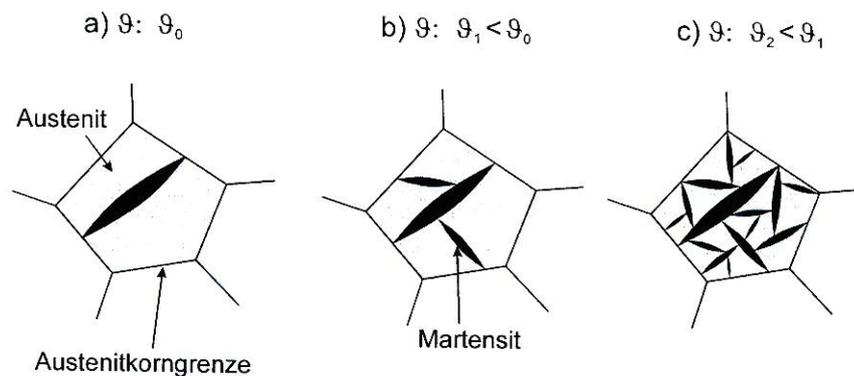


Abbildung 2-12: Schrittweise Martensitbildung bei der Abkühlung des Austenits [29]

Bei diffusionsgesteuerten Umwandlungen bewirkt ein feines Korn für gleitende Versetzungen eine kleinere Weglänge. Infolgedessen wird die plastische Verformung auf viele Körner verteilt und dadurch bleibt der Versetzungsaufstau an einer Korngrenze relativ gering. Die Gleitung findet also in vielen Kristalliten gleichzeitig statt, wodurch eine gleichzeitige Verbesserung der Festigkeit und Zähigkeit möglich ist [20,30].

Eine der Hauptaufgaben der Mikrolegierungselemente ist es, im unaufgelösten Zustand den diffusionskontrollierten Prozess des Austenitkornwachstums bei hohen Temperaturen zu behindern. Die Hemmung des Kornwachstums beruht dabei auf der Wirkung der Zener-Kraft [31]: Zum Losreißen der Korngrenze von einer Ausscheidung muss die Korngrenze dabei eine rücktreibende Kraft, die sogenannte Zener-Kraft überwinden, da an der Kontaktfläche Korngrenzenfläche eingespart wird, die beim Ablösen vom Teilchen wieder aufgebracht werden muss (Abbildung 2-13) [31]. Die rücktreibende Kraft p_R kann mit Gleichung (2-4) berechnet werden.

$$p_R = -\frac{3}{2} \times \gamma \times \frac{f}{r_p} \quad (2-4)$$

p_R ist die bereits oben genannte Zener Kraft, f ist der Volumenbruchteil der ausgeschiedenen Phase und r_p stellt den Ausscheidungsradius dar.

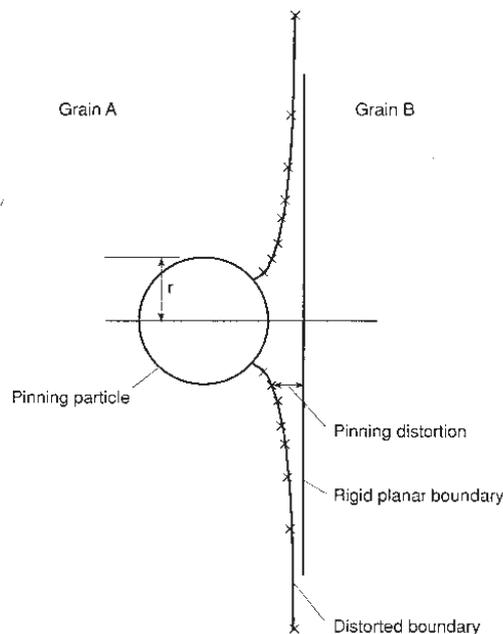


Abbildung 2-13: Behinderung der Bewegung einer Korngrenze durch Teilchen einer zweiten Phase

Der Einfluss der verschiedenen Mikrolegierungselemente auf die Austenitkorngröße mit zunehmender Temperatur ist in Abbildung 2-14 dargestellt. Der Stahl ohne Mikrolegierungselemente zeigt dabei einen nahezu linearen Anstieg der Austenitkorngröße mit der Temperatur. Bei mikrolegierten Stählen dagegen, behindern bei niedrigen Austenitisierungstemperaturen unaufgelöste Ausscheidungen das Austenitkornwachstum und erst bei höheren Temperaturen setzt, einhergehend mit der Auflösung der Karbonitride, Kornwachstum ein. Dies ist aus Abbildung 2-14 an den schraffierten Bereichen ersichtlich und wird auch als anomales oder diskontinuierliches Kornwachstum bezeichnet. Dieser sprunghafte Anstieg, bei dem einige Körner stark zu wachsen beginnen und es zu einer inhomogenen Korngrößenverteilung kommt, wird auch als Kornvergrößerungstemperatur bezeichnet und hängt von Gehalt des jeweiligen Mikrolegierungselementes und der Menge an Ausscheidungen ab [32,18].

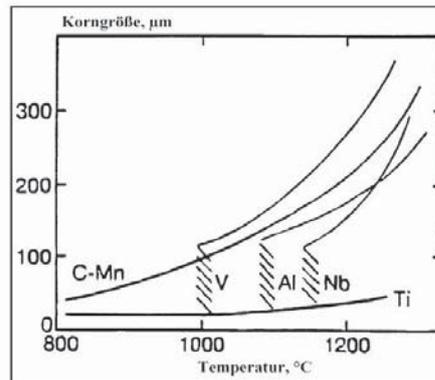


Abbildung 2-14: Einfluss der Mikrolegierungselemente auf die Austenitkorngröße [32]

Anhand mehrerer Studien [33,34], die sich mit dem Kornwachstum von Einsatzstählen während der Aufkohlung beschäftigten, hat sich gezeigt, dass vor allem Zusätze von Titan und Niob sehr erfolgreich dazu verwendet werden können, das Austenitkornwachstum bei höheren Temperaturen zu behindern. Vanadin dagegen besitzt aufgrund seiner hohen Löslichkeit nur ein geringes Potential, das Kornwachstum bei höheren Temperaturen zu hemmen. Lediglich bei höherem Stickstoffgehalt bewirken die sich bildenden Vanadinnitride eine erhöhte Feinkornbeständigkeit. Bei Temperaturen $< 1000^{\circ}\text{C}$ bietet also vor allem Niob die Möglichkeit, ein feines Korn zu erzielen (Abbildung 2-15).

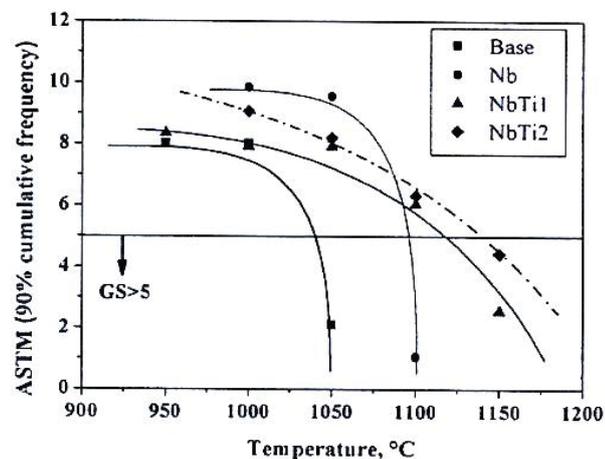


Abbildung 2-15: Kornwachstumsverhalten eines unterschiedlich mikrolegierten Einsatzstahles (0.2%C)

Die kornwachstumsbehindernde Wirkung des Niobs widerspiegelt sich anhand einer Versuchsreihe die mit einem Einsatzstahl und 3 modifizierten Schmelzen durchgeführt wurde [1]. Abbildung 2-15 zeigt, dass die nur mit Niob mikrolegierte Schmelze bis zu Temperaturen von über 1000°C das feinste Korn aufweist, während erst bei Temperaturen über 1100°C aufgrund der stabileren Titanitride mit einer zusätzlichen Titan-Mikrolegierung bessere Ergebnisse erzielt werden können.

2.2 Untersuchte Werkstoffe

2.2.1 Einsatzstähle

Einsatzstähle sind unlegierte Qualitätsstähle mit einem C-Gehalt $< 0.2\%$, wie z.B. C10, oder legierte Edelstähle, z.B. 16 MnCr5, sowie unlegierte Edelstähle, wie z.B. C10E. Einsatzstähle besitzen nach einer entsprechenden Wärmebehandlung eine harte, verschleißfeste Oberfläche und einen zähen Kern. Günstig ist besonders der „weiche“ Übergang zwischen der hohen Härte am Rand und dem relativ zähen Kern. Anwendung finden Einsatzstähle besonders im Getriebebau, beispielsweise bei Zahnrädern [35,36]. Die günstige Eigenschaftskombination wird dabei durch den Vorgang des Einsatzhärtens erreicht.

2.2.1.1 Einsatzhärten

Als Einsatzhärten wird das Aufkohlen mit anschließender Härtung bezeichnet. Das oberflächennahe Anreichern mit Kohlenstoff, Aufkohlen genannt, erfolgt durch Glühen der Werkstücke in kohlenstoffabgebenden Einsatzmitteln über mehrere Stunden im Austenitgebiet. Dabei diffundiert Kohlenstoff vom Medium in die Randschicht, die dadurch härter wird. Der Kohlenstoffgehalt in der Randschicht ist vom Einsatzmittel abhängig, die Aufkohlungstiefe wird von der Temperatur und der Dauer der Behandlung bestimmt. Als Einsatzmittel werden feste, flüssige oder gasförmige Stoffe verwendet. Das anschließende Härten kann auf unterschiedliche Weise erfolgen (Abbildung 2-16).

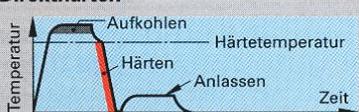
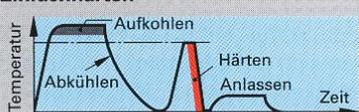
Verfahren und Temperaturführung	Ergebnisse
Direkthärten 	Hohe Randschicht-härte, weicher Kern mit vergrößertem Korn, geringer Verzug, geringe Energiekosten
Einfachhärten 	Hohe Randschicht-härte, verbesserte Kerneigenschaften
Härten nach isothermischer Umwandlung im Warmbad 	Hohe Randschicht-härte, zäher Kern mit hoher Festigkeit, geringe Reiß- und Verzugsgefahr

Abbildung 2-16: Verschiedene Einsatz-Härteverfahren [35]

Beim **Direkthärten** erfolgt die Härtung direkt aus der Aufkohlungswärme, wobei vor dem Abschrecken von Aufkohlungstemperatur auf Härtetemperatur gekühlt wird.

Beim **Einfachhärten** wird nach dem Aufkohlen auf Raumtemperatur abgekühlt und anschließend zum Härten nochmals erwärmt.

Beim **Härten nach isothermischer Umwandlung** wird in einem Salzbad auf 500°C bis 550°C abgekühlt und dort gehalten. Das anschließende Härten führt zu großer Randschichthärte und guter Verklammerung der gehärteten Randschicht mit dem Kern.

Nach dem Abschrecken weisen einsatzgehärtete Stähle einen dem Verlauf des Kohlenstoffgehaltes entsprechenden Härteverlauf auf (Abbildung 2-17).

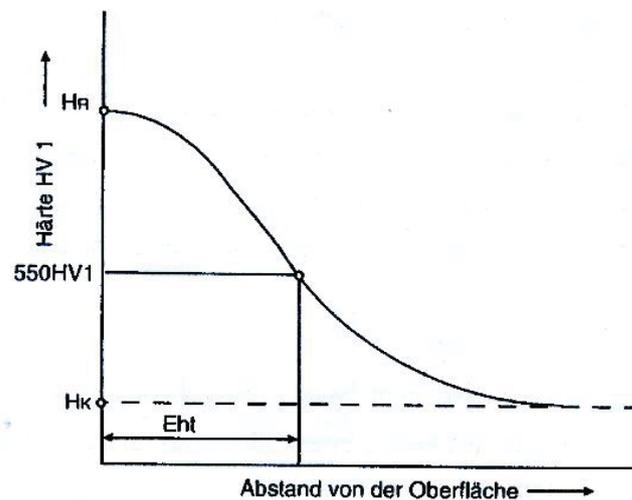


Abbildung 2-17: Schematischer Härteverlauf nach dem Einsatzhärten [37]

Der Härteverlauf wird dabei durch die Randhärte H_R bzw. durch die Einhärtetiefe Eht , d.h. jenem Abstand von der Oberfläche, bei welcher eine Härte von 550HV1 vorliegt, definiert.

2.2.1.2 Einfluss von Feinkorn auf die Bauteileigenschaften

In einer Literaturstudie [38] des Institutes für Eisenhüttenkunde der RWTH Aachen zum Thema Feinkorn bei Einsatzstählen wurden der positive und auch negative Einfluss eines feinen Stahles auf die Bauteileigenschaften ausführlich recherchiert. Zusammenfassend wurde auch von Hippenstiel [39] festgehalten, dass sich grob-

und feinkörnige Einsatzstähle in zahlreichen Eigenschaften deutlich voneinander unterscheiden. Die Vorteile des feinkörnigen Stahles gegenüber dem Grobkornstahl widerspiegeln sich in:

- Geringere makroskopische Heterogenität
- Geringere Korngrößenstreuung
- Höhere Zähigkeit, insbesondere im aufgekohlten Zustand
- Geringerer und weniger schwankender Verzug
- Höhere Zeit- und Dauerfestigkeit im Schwingversuch
- Erhöhung der Zahnfußtragfähigkeit
- Leichte Erhöhung der Flankenbelastbarkeit

Feines Korn äußert sich in folgenden Nachteilen gegenüber einem groben Korn:

- Geringere Härbarkeit
- Schlechte Zerspanbarkeit
- Schlechtere Kaltumformbarkeit

Wie aus den aufgeführten Vor- und Nachteilen zu erkennen ist, überwiegt der positive Einfluss eines feinen Kornes deutlich [38]. Neben einer gezielten Steuerung der Fertigungsbedingungen eignen sich insbesondere metallurgische Maßnahmen zur Einstellung eines feinen Kornes.

2.2.1.3 Einfluss der Mikrolegierungselemente auf die Feinkornbeständigkeit

Durch Zusatz von Mikrolegierungselementen wie Bor, Niob und Titan kann das Eigenschaftspotential von herkömmlichen Einsatzstählen positiv verändert werden.

Bor wird dabei zur Zähigkeitssteigerung durch die Bildung von Bornitrid oder als härtheitssteigerndes Element zugegeben, wobei Bor - im Austenit gelöst und auf den Korngrenzen ausgeschieden - dazu in der Lage ist, vor allem den Umwandlungsbeginn zu verzögern und damit auch geringere Abkühlgeschwindigkeiten beim Härten zu ermöglichen [40].

Niob sowie Titan dagegen unterstützen die Feinkornbeständigkeit, die in herkömmlichen Einsatzstählen durch Einstellen entsprechender Aluminium- und Stickstoffgehalte zur Bildung von Aluminiumnitriden gewährleistet wird. Aluminium ist hinsichtlich einer Hemmung des Kornwachstums jedoch bei weitem nicht so effektiv wie Niob (Abbildung 2-18).

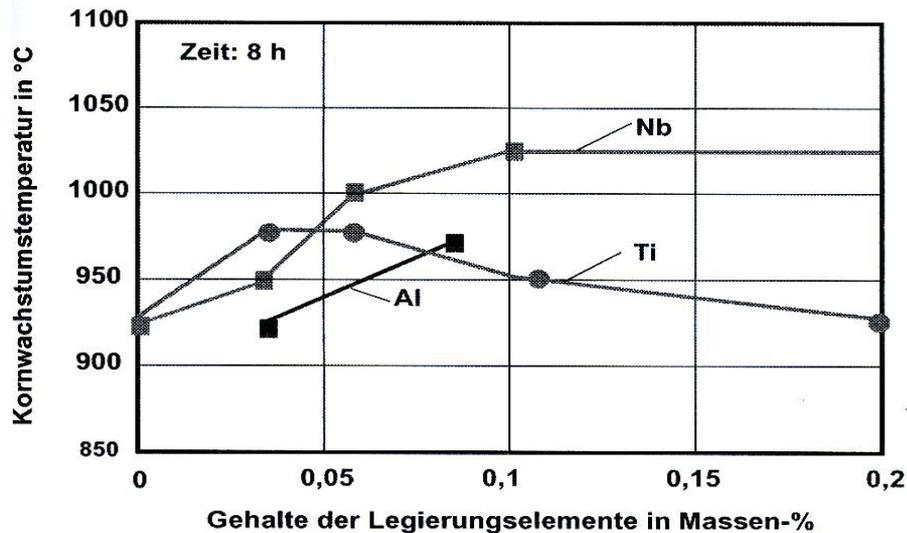


Abbildung 2-18: Kornvergrößerungstemperaturen bei unterschiedlichen Gehalten an Mikrolegierungselementen (16MnCr5) [41].

Abbildung 2-18 verdeutlicht das bereits in Kapitel 2.1.5 hervorgehobene Potential von Niob, die Feinkornbeständigkeit zu verbessern. Dargestellt ist in Abbildung 2-18 die Kornwachstumstemperatur bei welcher diskontinuierliches, bzw. anormales Kornwachstum einsetzt, in Abhängigkeit vom Gehalt des jeweiligen Legierungselementes. Dabei zeigt sich, dass nur bis zu Gehalten von etwa 0.05 mass% die Wirkung von Titan noch stärker ist als jene von Niob.

Auf Basis dieser Tatsachen wurden umfangreiche Untersuchungen über das Zulegieren von Mikrolegierungselementen zu verschiedenen Einsatzstählen, die auf eine Verkürzung der Prozesszeit bei der Hochtemperaturaufkohlung abzielten, von Hippenstiel und anderen [39,42] durchgeführt. Am Beispiel einer modifizierten Laborschmelze zeigte sich, dass durch Zulegieren von Niob und Titan die Korngrößenverteilung signifikant beeinflusst werden konnte und selbst bei Temperaturen von 1150°C lediglich 10% der Körner die Korngrößenzahl 4 (ASTM) aufwiesen. Dies konnte durch den vorliegenden Ausscheidungszustand erklärt werden. Neben dem Aluminiumnitrid, dessen Zerfall jedoch bei 950°C schon abgeschlossen ist, wurden auch andere Ausscheidungen, wie beispielsweise Niobkarbonitride, identifiziert.

Anhand von thermodynamischen Berechnungen und Untersuchungen zum Ausscheidungsverhalten wurde festgestellt, dass die Menge der Ausscheidungen nur von der zugegebenen Art und Menge abhängig ist und nicht von der entsprechenden Stahlgruppe. Eine weitere Erkenntnis war, dass eine Feinkornbeständigkeit von Einsatzstählen bis 1050°C mit Niobzugaben allein nicht erreicht werden kann, da die Auflösung von Nb(C,N)-Ausscheidungen in diesem Temperaturbereich bereits einsetzt. Die besten Ergebnisse, die eine Feinkornbeständigkeit bis 1050°C zuließen,

wurden durch Kombination der Legierungselemente Aluminium, Niob und Titan erreicht. Aus der Arbeit [39] ist weiters zu entnehmen, dass Schmelzen, die ausschließlich Niob oder Titan sowie Aluminiumgehalte unter 70 ppm enthalten, keine deutliche Anhebung der Kornvergrößerungstemperatur erwarten lassen. Aus jüngsten Untersuchungen [43] am Beispiel eines mit Niob mikrolegierten 20CrMo2 Einsatzstahles ist jedoch ersichtlich, dass auch ohne Titan, also nur durch eine alleinige Mikrolegierung mit Niob eine Feinkornbeständigkeit bis 1060°C erreicht werden kann. Abbildung 2-19 zeigt die Feinkornbeständigkeit des Stahles 20CrMo2 mit und ohne Niob für verschiedenen Wärmebehandlungszustände [43].

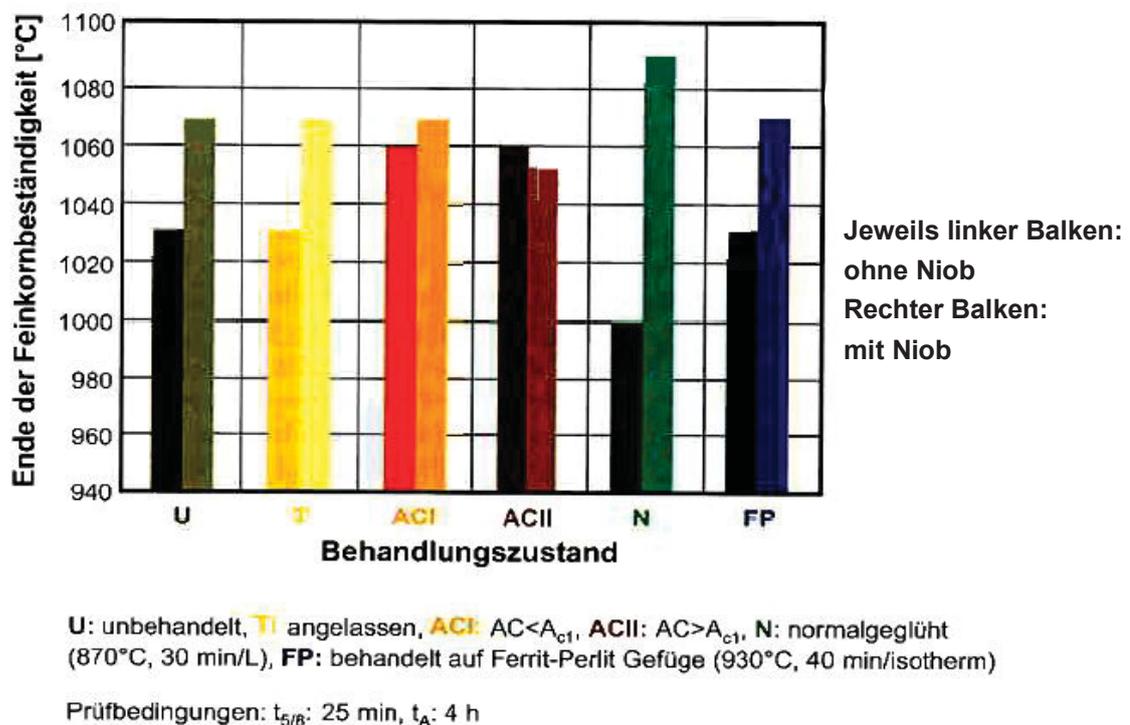


Abbildung 2-19: Vergleich der Feinkornbeständigkeit von 20CrMo2 mit und ohne Zusatz von Niob [43]

Grundsätzlich gilt, wenn dem Stahl zusätzliche Legierungselemente wie Niob oder Titan zugesetzt werden, so ist auch Aluminium als Grundlage weiterhin erforderlich. Das sich bildende Aluminiumnitrid besitzt eine gewisse Startfunktion. Während es mit steigender Temperatur aufgelöst wird, bleibt Niobnitrid stabil. Titanitrid bleibt praktisch konstant und stellt bei sehr hohen Temperaturen die letzte Hemmung der Kornvergrößerung dar. Dem zusätzlichen Bedarf des Elementes Niob an Stickstoff muss ebenfalls Rechnung getragen werden, damit die gewünschten Nitride gebildet werden können [43].

2.2.2 Federstähle

Federstähle müssen elastisch und dauerschwingfest sein, was eine hohe Festigkeit voraussetzt. Federstähle, die im Allgemeinen Maschinen- und Fahrzeugbau verwendet werden, sind entweder unlegierte Qualitätsstähle, wie C75, unlegierte Edelstähle, wie C75E, oder legierte Edelstähle 66 Si7 [35].

Typische Federstähle für die Herstellung von Blatt- oder Parabelfedern (Abbildung 2-20) sind 60SiCr7, 55Cr3, 51CrMoV4 sowie 50CrV4 bzw. 51CrV4.



Abbildung 2-20: Diverse Blatt- und Parabelfedern zur Fahrzeugaufhängung

Bei den für die Herstellung von Blattfedern verwendeten Federstählen handelt es sich um Stähle mit höheren Massengehalten an Kohlenstoff, die durch Zulegieren von Silizium, Chrom, Mangan, Molybdän und Vanadium für eine Vergütungsbehandlung geeignet sind. Die Legierungselemente stellen dabei vor allem eine ausreichend hohe Härte sicher, was beispielsweise für Blattfedern – die häufig dickere Querschnitte aufweisen - besonders wichtig ist. Außerdem darf der Restaustenitgehalt nach dem Härten nicht zu groß sein, da dieser die mechanischen Eigenschaften erheblich verschlechtern würde. Dies ist auch der Grund, warum der maximale Kohlenstoffgehalt bei niedriglegierten Federstählen ca. 0.5%C betragen sollte, da bei höheren Gehalten die Martensit-Finish-Temperatur M_f unterhalb der Raumtemperatur liegen würde, was bei einer technischen Abschreckung zu einem unerwünscht hohen Restaustenitgehalt führen würde [29].

Wie auch bei den Einsatzstählen unterscheiden sich die Anforderungen an Federstähle wesentlich von jenen, wie sie an klassische mikrolegierte Stähle gestellt werden. Als wesentliche wären hierbei zu nennen:

- Sehr hohe Zugfestigkeiten von z.B. mehr als 1500MPa, teilweise bis zu 2200MPa, kombiniert mit einer ausreichend hohen Zähigkeit, Ermüdungsfestigkeit und Korrosionsbeständigkeit.
- Relativ komplexer Herstellungsprozess, geprägt von mehreren Bearbeitungsschritten, die bei Temperaturen zwischen 850°C und 1000°C (Warmformgebungstemperatur) erfolgen müssen bzw. einer Wärmebehandlung zur Einstellung der mechanischen Eigenschaften (Vergüten mit den Teilschritten Abschrecken und Anlassen).

2.2.2.1 Ausgangssituation für die Umformung von Federstählen

Aus umformtechnischen Gründen (insbesondere wegen der aufzubringenden Walzkräfte) sowie aus metallkundlicher Sicht kommt lediglich die Umformung in der Hochtemperaturphase Austenit in Frage. Das Ziel einer etwaigen thermomechanischen Behandlung muss es dabei sein, über die durch die Umformung hervorgerufenen Strukturveränderungen im Austenit, die darauf folgende Phasenumwandlung und das entstehende Gefüge so zu verändern, dass dabei das Endgefüge (= angelassener Martensit) positiv in seinen Werkstoffeigenschaften beeinflusst wird [29].

Je nach Verhältnis zwischen Endwalz- und Rekristallisationstemperatur ergeben sich prinzipiell zwei unterschiedliche Varianten: Erfolgt die Endumformung im Temperaturbereich, in dem der Austenit vollständig rekristallisiert, so kann im besten Fall ein homogenes, feinkörniges Gefüge erreicht werden, man bezeichnet dieses Verfahren als normalisierendes Walzen. Liegt die Endverformung dagegen in einem Bereich, in dem das Gefüge beim Warmumformen nicht oder nur geringfügig rekristallisiert, so ist der Gefügestand irreversibel. Diese Umformung wird als thermomechanisches Walzen bezeichnet [20]. Abbildung 2-21 veranschaulicht die unterschiedlichen Prozessrouten beim normalisierenden bzw. beim thermomechanischen Walzen. Die Art der Umformung wird dabei durch die Umformtemperatur, den Umformgrad und die Umformgeschwindigkeit bestimmt. Für die Wirkung der Austenitumformung ist vor allem die Art der Entfestigung, die neben der Verfestigung des Werkstoffes während der Umformung auftritt, von großer Bedeutung. Prinzipiell kann die Entfestigung entweder durch Erholungs-, Polygonisations- oder zusätzlich durch Rekristallisationsvorgänge erfolgen [44].

Zentrale Rolle bei der Rekristallisation kommt hierbei der Rekristallisationsstoptemperatur oder auch „pan-caking-Temperatur“ zu. Diese liegt bei Nb-hältigen Stählen abhängig vom Gehalt an Mikrolegierungselementen in der Regel zwischen 850 und 1000°C [45]. Sie beschreibt jene Temperatur, oberhalb der der Austenit dynamisch oder nach einer gewissen Zeit statisch bei vorgegebener Umformung rekristallisiert und unterhalb der die Rekristallisation ausbleibt. Bei einer Umformung über dieser Temperatur erfolgt Keimbildung einhergehend mit Kornneubildung und Wachstum. Wird hingegen unterhalb der Rekristallisationstemperatur umgeformt, unterbleibt die Rekristallisation und es kommt zur Ausbildung einer polygonalen Austenitstruktur. Wobei die Korngrenzen gestreckt (Pancake-Gefüge), aber nicht neu gebildet werden [29]. Die Streckung der Austenitkörner ist mit einer Erhöhung der effektiven spezifischen Korngrenzenflächen sowie der Keimbildungsfrequenz an den Austenitkorngrenzen verbunden. Zusätzlich kann eine intergranulare Keimbildung an Deformationsbändern stattfinden [46].

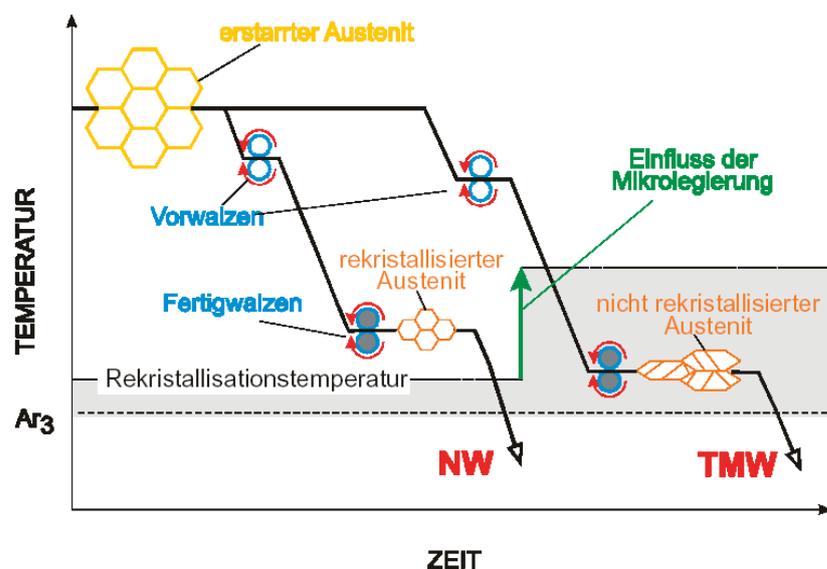


Abbildung 2-21: Schematische Temperatur-Zeit-Verläufe für thermomechanisches (TMW) und normalisierendes Walzen (NW) [47]

Bei den in der Literatur untersuchten Federstählen wurde eine Vergütung aus der Umformwärme ohne zwischenzeitliches Unterschreiten der A₃ Temperatur gefordert. Diese Anforderung stellte jedoch lange Zeit ein großes Problem bei der Anwendung einer thermomechanischen Behandlung (TMB) auf die Herstellung von Tragfedern und im speziellen von Blattfedern dar, weil nach dem Auswalzen noch eine Reihe von Warmarbeitsschritten (Walzen der Parabel, Rollen der Augen bzw. Stanzen des Mitteloches im Fall einer Parabelfeder) folgen müssen, für die eine Prozesszeit von

einigen Minuten notwendig ist. In diesem Zeitraum verliert das thermomechanisch gewalzte Bauteil seine verbesserten Eigenschaften [48]. Infolge mehrerer Untersuchungen [29,49,50] gelang es, die mögliche Prozesszeit durch eine Mikrolegierung mit Niob deutlich zu verlängern und damit auch die durch Anwendung einer thermomechanischen Behandlung erzielten deutlich günstigeren Festigkeits-Zähigkeits-Kombinationen im Werkstoff zu erhalten.

Obige Überlegungen bzw. Untersuchungen beruhen jedoch auf einer fundamentalen Umgestaltung beim Wechsel von der herkömmlichen zur thermomechanischen Fertigung. Sie sind darauf zurückzuführen, dass für eine thermomechanische Behandlung ein Mindestumformgrad (φ_{\min}) erreicht werden muss und damit lediglich das Auswalzen des Halbzeuges zur fertigen Feder mit einer anschließenden Vergütung aus der Umformwärme für eine thermomechanische Behandlung herangezogen werden kann [29]. Eine etwaige thermomechanische Behandlung im Vorfeld der Herstellung des Flachmaterials für die Weiterverarbeitung zur fertigen Feder ist hinsichtlich der großen Anzahl an nachfolgenden Warmformgebungsschritten nicht zielführend. Eine temperaturgesteuerte Umformung bei der Herstellung des Halbzeuges ist nur dahingehend sinnvoll, als damit der Ausscheidungszustand, welcher dann in weiterer Folge durch ein stabiles feines Austenitkorn Einfluss auf das Endgefüge besitzt, beeinflusst werden kann.

2.2.2.2 Einfluss der Mikrolegierungselemente auf die mechanischen Eigenschaften

Ohne Veränderung der Prozessparameter eignet sich wie schon bei den Einsatzstählen vor allem Niob dazu, um das Kornwachstum zu behindern und damit ein feines Korn bei einer gleichzeitigen Verbesserung der mechanischen Eigenschaften zu erzielen.

Mougin et al. [7] konnten am Beispiel des Stahles 60SiCrV7 zeigen, dass durch die Zugabe von Niob die Korngröße deutlich verringert werden kann (Abbildung 2-22).

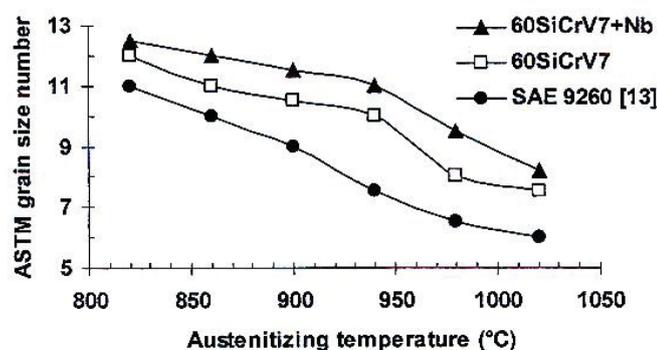


Abbildung 2-22: Gegenüberstellung der Korngröße in Abhängigkeit von der Austenitisierungstemperatur mit und ohne Niob [7]

Abbildung 2-22 zeigt die ASTM Korngröße als Funktion der Austenitisierungstemperatur für einen mit 0.03mass% Niob mikrolegierten Federstahl im Vergleich zu den Basisgütern. Der mit Niob modifizierte Federstahl weist dabei über den gesamten Temperaturbereich die geringste Korngröße auf.

Das durch die Mikrolegierung hervorgerufene feine Korn bewirkt ferner eine deutliche Verbesserung der mechanischen Eigenschaften (Abbildung 2-23).

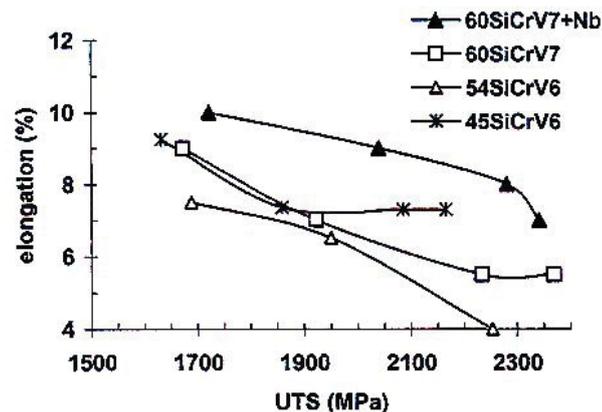


Abbildung 2-23: Verbesserung der Festigkeits- und Verformungswerte durch die Nb-Mikrolegierung am Beispiel des mit Nb-mikrolegierten Federstahles 60SiCrV7 [7]

Neben einer Verbesserung der Zähigkeit wurden durch die Mikrolegierung gleichzeitig die Zugfestigkeit und damit verbunden die Dauerfestigkeit gesteigert.

Da bei der Verwendung von Titan als Legierungselement in Federstählen die Gefahr der Bildung von scharfkantigen Titanitridausscheidungen besteht, welche in Hinblick auf die Ermüdungsfestigkeit negative Auswirkungen haben, ist die Verwendung von Niob als Mikrolegierungselement zu bevorzugen [51].

3 Experimenteller Teil

Für die praktischen Versuche wurden jeweils ein Stahl aus der Gruppe der Einsatzstähle bzw. ein Stahl aus dem Bereich der Federstähle herangezogen (vgl. Kapitel 3.1). Primäres Ziel war es dabei, den positiven Einfluss der Mikrolegierungselemente, im konkreten jenen des Niobs, auf bereits bekannte und seit langem im Einsatz befindliche Stahlsorten zu untersuchen. Dementsprechend erfolgte die Untersuchung von Industrieschmelzen, die auch als Einsatzmaterial für die Herstellung von Modellschmelzen verwendet wurden. Im Labormaßstab wurde hierbei vom Einsatz- als auch vom Vergütungsstahl eine Variante ohne und je eine Variante mit zusätzlicher Niob-Mikrolegierung erschmolzen. Die im Labormaßstab hergestellten Schmelzen ohne zusätzliche Mikrolegierung dienten dabei als „Vergleichmaßstab“, um den Einfluss der Schmelzengröße im Vergleich zur industriell hergestellten Schmelze zu ermitteln.

Die Legierungszusammensetzung der modifizierten Laborschmelzen wurde dabei anhand der vorangegangenen Literaturrecherche festgelegt.

3.1 Versuchsmaterial

Für die Versuchsdurchführung wurden exemplarisch der Federstahl 50CrV4 und der Einsatzstahl 16MnCrB5 ausgewählt.

Der 50CrV4 ist ein Federstahl, der im vergüteten Zustand eine hohe Festigkeit aufweist. Er muss des Weiteren eine hohe Zähigkeit, Elastizitätsgrenze und Streckgrenze sowie ausreichende Zeit und Dauerfestigkeit besitzen. Der 50CrV4 wird für höchstbeanspruchte Blatt- und Schraubenfedern im Fahrzeugbau, für Federringe, Drehstab- und Tellerfedern verwendet [52].

Nach der Europäischen Norm [53] müssen der Stahl 50CrV4 bzw. 51CrV4 folgende mechanische Eigenschaften, exemplarisch für einen maßgeblichen Querschnitt mit einem Durchmesser $d \leq 16$ mm oder bei Flacherzeugnissen einer Dicke von $t \leq 8$ mm, aufweisen (vgl. Tabelle 3-1).

Tabelle 3-1: Mechanische Eigenschaften für maßgebliche Querschnitte mit einem Durchmesser $d \leq 16$ mm bzw. mit einer Dicke von $t \leq 8$ mm [53]

Kurzname	Werkstoff- nummer	R_e min.	R_m	A min.	Z min.	KV min.
		MPa		%	%	J
51CrV4	1.8159	900	1100 bis 1300	9	40	30

- R_e: Obere Streckgrenze oder, falls keine ausgeprägte Streckgrenze auftritt, 0.2%-Dehngrenze R_{p0.2}
R_m: Zugfestigkeit
A: Bruchdehnung (Anfangsmesslänge $L_0 = 5.65 \times \sqrt{S_0}$)
Z: Brucheinschnürung
KV: Kerbschlagarbeit für Charpy-V-Längsproben

Durch eine entsprechende Wärmebehandlung können Zugfestigkeiten bis zu 2000 MPa erreicht werden [54].

Der 16MnCrB5 das zweite verwendete Versuchsmaterial, ist ein MnCr-legierter Einsatzstahl mit Bor-Zusatz für Teile, die eine Kernfestigkeit von 800-1000 MPa besitzen sollen und die vorwiegend auf Verschleiß beansprucht sind, wie Zahnräder Kolbenbolzen, Nockenwellen, Hobel und andere Fahrzeug- und Maschinenteile.

3.2 Herstellung der Industrieschmelzen

Die Herstellung der Industrieschmelzen erfolgte im Kompaktstahlwerk Donawitz. Dabei wurde das vom Hochofen kommende, entschwefelte Roheisen in einem 65t fassenden LD – Tiegel verblasen (Blasendtemperatur 1650°C). Beim Abstich wurde neben der Zugabe von Schlackenbildnern mit Aluminium desoxidiert, wobei der Rohstahl zuvor mit Koks vordesoxidiert wurde. Nach der üblichen sekundärmetallurgischen Behandlung (Spülen mit Argon, Heizen, Legieren) erfolgte der Abguss an der Stranggießanlage CC3 auf Blooms mit einem Durchmesser von 230 mm. Die Solltemperatur des Stahls in der Pfanne betrug bei der Angusscharge 1570 °C und bei den Folgechargen 1550 °C.

Im Anschluss an das Abgießen der Industrieschmelzen erfolgte im Knüppelwalzwerk, nach einer Erwärmung im Hubbalkenofen auf 1150 – 1200°C, das Walzen über 4 Gerüste auf 150 mm im Quadrat. Dies entspricht einem flächenbezogenem Umformgrad von 1.85. Die Endwalztemperatur betrug dabei etwa 1000 °C.

3.3 Herstellung der Modellschmelzen

Die Laborschmelzen wurden in einem 150 kg fassenden Induktionsofen (Abbildung 3-1) des Institutes für Metallurgie an der Montanuniversität Leoben erschmolzen. Als Einsatzmaterial diente dabei das auf 150 mm im Quadrat ausgewalzte Material der Industrieschmelzen (Abbildung 3-2).



Abbildung 3-1: Induktionsofen am Institut für Metallurgie



Abbildung 3-2: Induktives Aufschmelzen des Einsatzmaterials

Nach dem induktiven Aufschmelzen des Einsatzmaterials wurden der Schmelze die Mikrolegierungselemente zugesetzt, wobei Niob in Form von Ferro-Niob und Aluminium (im Fall des Einsatzstahles) in Form von Reinstaluminium zugegeben wurden. Zur Kompensation der Abbrandverluste war ein zusätzliches Legieren mit Si, Mn, C und Cr notwendig. Im Fall des Einsatzstahles, bei welchem ein erhöhter Stickstoffgehalt erforderlich war, wurde zudem Stickstoff in Form eines N-legierten Mangandrahtes zugeführt.

Die Gießtemperatur wurde mit 50°C über der Liquidustemperatur festgelegt, was im Fall des Einsatzstahles einer Gießtemperatur von 1570°C bzw. für den Vergütungsstahl einer Temperatur in der Höhe von 1540°C entsprach.

Unmittelbar nach einer letzten Probenentnahme zur Analyse der chemischen Zusammensetzung mittels Spektralanalyse und einer Temperaturmessung erfolgte der Abguss über einen vorgewärmten Trichter in eine runde Stahlkokille auf Durchmesser 150 mm (Abbildung 3-3).



Abbildung 3-3: Abguss der Schmelze mittels vorgewärmten Trichter

Um den Temperaturverlust der abgegossenen Schmelze an die Atmosphäre zu verringern, wurde die offen liegende Metalloberfläche mit exothermem Lunker- und Abdeckpulver bestreut, wobei letzteres eine wärmeisolierende Schicht über der Metalloberfläche bildet.

Um weiters ein möglichst einfaches Entfernen des erstarrten Blockes von der Kokille zu gewährleisten, wurde diese an der Innenseite mit Zirkonoxidpaste versehen. Des Weiteren war, um die Abkühlung über die Kokillenmantelfläche möglichst gering zu halten, die Kokille in Gießereisand gebettet.

3.4 Ausschmieden des Probenmaterials

Um einerseits ein „handliches Maß“ für die Herstellung des Probenmaterials zur Verfügung zu haben und da andererseits ein Mindestumformgrad notwendig ist, um einen etwaigen Einfluss des groben Gussgefüges auf die Werkstoffeigenschaften zu verhindern, wurden sowohl die auf 150 mm Vierkant vorgewalzten Industrieschmelzen, sowie die auf einen Durchmesser von 150 mm abgegossenen Laborschmelzen vor der Probenherstellung ausgeschmiedet. Der dabei notwendige Mindestumformgrad beträgt bei Federstählen 5-fache (flächenbezogene) Umformung und bei Einsatzstählen einen mindestens 6-fachen Umformgrad [60,55]. Bei Federstählen zielt der geforderte Mindestumformgrad vor allem darauf ab, den Einfluss des Gießverfahrens und der Gießabmessungen auf dynamische Kennwerte zu verhindern. Dies geht aus Untersuchungen zum Einfluss des Gießverfahrens und des Warmwalzgrades auf die Dauerfestigkeit von Federstählen hervor [55].

Zur Erfüllung obiger Forderungen, wurde ausreichend Material aus den Knüppeln und Blöcken entnommen und in einem gasbefeierten Ofen auf 1200°C erwärmt. Um im Fall der im Labor abgegossenen Blöcke die Probenentnahme aus starken Seigerungszone im Kopf und Fußbereich zu vermeiden, erfolgte die Materialentnahme dabei aus der Blockmitte.

Das anschließende Ausschmieden auf Stabmaterial erfolgte zunächst durch Freiformschmieden zur Verjüngung des Querschnittes über mehrere Schmiedehitzen und einer abschließenden Endverformung im Gesenk (Abbildung 3-4) auf Durchmesser 8 mm zur Herstellung der Dilatometerproben bzw. auf 15 und 30 mm \varnothing zur Herstellung der Proben für Zug- und Jominyversuche.

Während des Ausschmiedens wurde darauf geachtet, dass die Schmiedeendtemperatur immer über 1000°C liegt. Die Temperatur wurde dabei mittels Hand-Emissions-Pyrometer gemessen.



Abbildung 3-4: Ausschmieden des Probenmaterials im Gesenk

Der kleinste flächenbezogene Umformgrad (Ausgangsquerschnitt bezogen auf die Querschnittsfläche der umgeformten Probe), welcher beim Ausschmieden der Blöcke der Laborschmelzen von \varnothing 150mm auf \varnothing 30 mm erzielt wurde, betrug dabei immer noch nahezu 19 und überschreitet die geforderten Mindestumformgrade bei weitem.

3.5 Wärmebehandlung des Probenmaterials

Im Anschluss an das Ausschmieden wurde sowohl das Probenmaterial der Laborschmelzen als auch jenes der Industrieschmelzen einer Normalisierung unterzogen. Dabei wurde der Einsatzstahl 60 Minuten bei 950°C geglüht und anschließend langsam im Ofen abgekühlt. Im Fall des Federstahles erfolgte die Normalisierung bei 850°C, einer Haltezeit von 30 Minuten und einer anschließenden Luftabkühlung.

Diese Wärmebehandlung erfolgte einerseits, um sowohl für die Laborschmelzen als auch für die Industrieschmelzen einen definierten Ausgangszustand zur Verfügung zu stellen, der bedingt durch das Vorwalzen der Industrieschmelzen ansonsten nicht gegeben wäre, und andererseits, um im Fall des Einsatzstahles der ZF6-Norm [56],

die eine entsprechende Glühbehandlung vorschreibt, zu genügen. Die Bezeichnung ZF6 ist dabei eine eingetragene Marke der ZF (=Zahnradfabrik) Friedrichshafen AG und steht stellvertretend für den untersuchten Stahl 16MnCrB5.

3.6 Dilatometerversuche

Um den Einfluss unterschiedlicher Austenitisierungs- bzw. Umformtemperaturen (im Rahmen des Walzprozesses) auf das Ausscheidungsverhalten und die resultierende Korngröße zu erhalten, wurde ein Umformdilatometer der Marke Bähr-DIL805D/T herangezogen. Mit welchem auch (in stark vereinfachter Form) Walzprozesse simuliert wurden.

Die Durchführung der Dilatometerversuche erfolgte an Proben der Abmessung \varnothing 5mm x 10mm, die aus dem ausgeschmiedeten und normalgeglühten Stabmaterial herausgedreht wurden.

Grundsätzlich werden am Dilatometer die Längenänderungen einer Probe gemessen. Diese werden als Maß für die Volumenänderung in Abhängigkeit von der Temperatur angesehen, wobei die Probe mittels einer Hochfrequenzwechselstromspule erwärmt wird. Konkret erfolgte die Messung der Längenänderung der Proben mithilfe von Schubstangen aus Quarz. Für die Umformung der Proben wurden ebenfalls Quarzstempel verwendet. Zur Kompensation der Wärmeverluste der Proben an die Stempel, wurden im Fall der Umformversuche Mo-Plättchen verwendet, die an die Stirnseiten der Proben geklebt wurden. Die Temperaturregelung bzw. -messung erfolgte über ein an der Probe aufgepunktetes Thermoelement vom Typ S (Pt - PtRh).

3.6.1 Simulation von Walzprozessen mittels Dilatometer

Bedingt durch die Verwendung eines Dilatometers ergeben sich einige erhebliche Einschränkungen bei der Simulation eines industriellen Walzprozesses. Einerseits ist - bedingt durch die im Vergleich zum industriellen Walzprozess geringen Leistungsdaten des Dilatometers - der maximale Umformgrad mit $\varphi = 1.2$ eingeschränkt und andererseits ist die maximale Umformgeschwindigkeit auf 12.5 1/s beschränkt. Dementsprechend stellt die Simulation am Dilatometer den realen Walzprozess nur in sehr angenäherter Form dar.

Als Anhaltspunkte für die Walzparameter wurden auf Werte, wie sie im industriellen Walzprozess Anwendung finden, zurückgegriffen. Konkret wurden die Walzparameter des Walzwerkes Judenburg, in dem die beiden Stähle gewalzt werden, herangezogen. Dabei wird das Ausgangsmaterial in einem Hubbalkenofen der 3 Zonen (Vorwärm-, Aufheiz- und Ausgleichszone) umfasst, auf 1120°C – 1140°C erwärmt (Austenitisierungszeit in der Ausgleichszone: 20 Minuten), nach dem Ziehen hochdruckentzundert und anschließend über 3 Gerüste mit unterschiedlicher Anzahl von Flach- und Stauchstichen verformt. Die Endwalztemperatur beträgt ca. 900°C. Über ein letztes Gerüst, das jedoch keine nennenswerte Umformung bewirkt, sondern nur mehr dem Fertigstich dient, wird das auf Endabmessung verformte Material auf ein Rechenkühlbett befördert, wo es an Luft abkühlt. Die Walzenumfangsgeschwindigkeit variiert dabei von 70 – 130 U/min bei einem Walzendurchmesser von 500 mm für den ersten Verformungsschritt und 400 – 500 U/min (WalzenØ: 320 mm) für den Fertigstich.

Wie bereits eingangs erwähnt, ist es mithilfe eines Umformdilatometers nur in sehr beschränktem Umfang möglich, die oben beschriebenen industriellen Walzbedingungen zu simulieren. Um einen möglichst guten Kompromiss zu erzielen, wurden daher die Umformparameter, wie sie in Abbildung 3-5 zu sehen sind, gewählt.

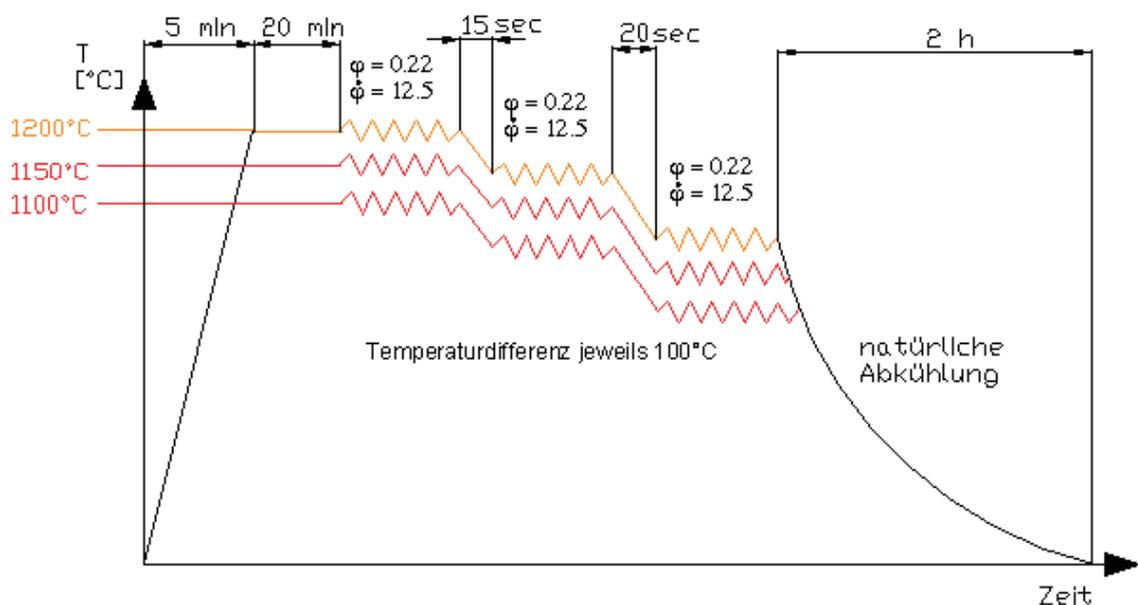


Abbildung 3-5: Versuchsablauf zur Simulation der Walzbedingungen am Dilatometer

Die Umformung erfolgte dabei in 3 Schritten mit einem Umformgrad von jeweils $\varphi = 0.22$ und einer Umformgeschwindigkeit von $\dot{\varphi} = 12.5 \frac{1}{\text{sec}}$.

Die Umformgeschwindigkeit errechnete sich dabei aus:

$$\dot{\varphi} = \frac{\ln\left(\frac{h_1}{h_0}\right)}{\sqrt{r \times \Delta h}} \times v_1, \quad (3-1)$$

wobei r den Walzenradius, Δh die Höhenabnahme, v_1 die Walzgeschwindigkeit und h_1 bzw. h_0 die Höhe des Walzgutes vor und nach der Verformung bezeichnen.

Die Umformgeschwindigkeit von $\dot{\varphi} = 12.5 \frac{1}{\text{sec}}$ wurde, anders als im industriellen Walzprozess, für alle drei Umformschritte beibehalten, um die (mittels Dilatometer) nicht erreichbaren hohen Umformgeschwindigkeiten im Bereich der letzten Umformschritte im industriellen Walzprozess zu kompensieren.

Als Konsequenz infolge der hohen Umformgeschwindigkeit ergaben sich jedoch entgegen dem vom Temperaturprogramm vorgegebenen Umformgrad in der Höhe von $\varphi = 0.22$ abweichende Werte, die sich zwischen 0.27 für den ersten Umformschritt und 0.2 bzw. 0.21 für die weiteren beiden Umformschritte bewegen. Zurückzuführen sind diese Abweichungen auf die Trägheit der Hydraulikventile des

Dilatometers. Bedingt durch die hohe Umformgeschwindigkeit von $\dot{\varphi} = 12.5 \frac{1}{\text{sec}}$ ist

die Hydraulik aufgrund der begrenzten Schließgeschwindigkeit der Ventile nicht in der Lage, diese schnell genug zu schließen und erreicht damit beim ersten Umformschritt einen Verformungsgrad, der jenen, der durch das Temperatur-Umformprogramm vorgegeben wird, übersteigt. Beim zweiten und dritten Umformschritt passt das $\dot{\varphi}$ -gesteuerte Dilatometer dann die weitere Verformung an die zu große Längenänderung des ersten Umformschrittes an und regelt dementsprechend die Verformungsgeschwindigkeit. Daraus ergeben sich die kleineren Umformgrade der Umformschritte 2 und 3.

Da sich diese Systematik jedoch für jeden Versuch reproduzierbar wiederholt und die Umformgrade lediglich Anhaltswerte darstellen, ergeben sich keine negativen Einflüsse auf die Vergleichbarkeit der einzelnen Probenserien, weshalb diese für sämtliche Dilatometerversuche beibehalten wurden.

Die Temperaturdifferenz zwischen den einzelnen Umformschritten beträgt wie auch unter industriellen Bedingungen jeweils 100°C . Die Erwärmung auf die jeweilige Austenitisierungstemperatur von 1200°C , 1150°C bzw. 1100°C für welche die Versuche durchgeführt wurden, erfolgte innerhalb von 5 Minuten, mit einer anschließenden Haltezeit von 20 Minuten, die in etwa mit der Ausgleichszeit im Hubbalkenofen des Walzwerkes übereinstimmt. Die Abkühlung des verformten

Materials erfolgte ebenfalls in Anlehnung an das Abkühlen an Luft des industriell hergestellten Materials über eine Exponentialfunktion innerhalb von 2 Stunden.

Zum Aufzeigen des Einflusses der Verformung, bzw. inwieweit diese in Kombination mit der Mikrolegierung das Sekundärkorn beeinflusst, wurde zudem das Temperaturprogramm aus Abbildung 3-5 bei einer Austenitisierungstemperatur von 1200°C ohne Verformung nachgefahren.

3.6.2 Untersuchungen zum Einfluss der Austenitisierungstemperatur auf den Ausgangszustand vor dem Walzen

Die Untersuchung des Einflusses der unterschiedlichen Austenitisierungstemperaturen bzw. einer darauf folgenden Verformung auf die Austenitkorngröße erfolgte durch Abschreckversuche mit und ohne Umformung im Bereich der variierenden „Austenitisierungstemperatur“ (Abbildung 3-6 und 3-7). Die Austenitisierungsversuche mit anschließender einmaliger Umformung (Abbildung 3-7) dienten dabei in erster Linie um den wechselseitigen Einfluss zwischen Mikrolegierung und Verformung aufzuzeigen.

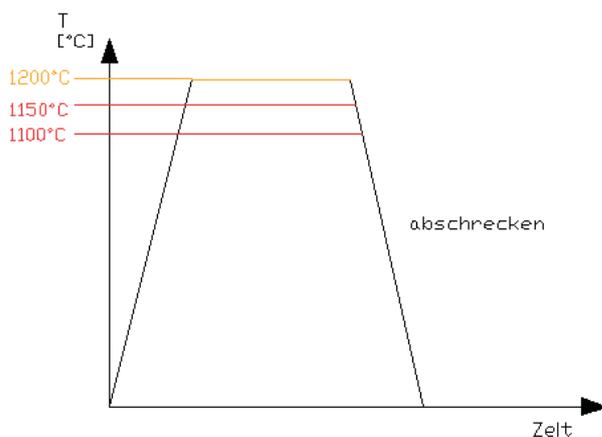


Abbildung 3-6: Austenitisierungsversuche ohne Umformung

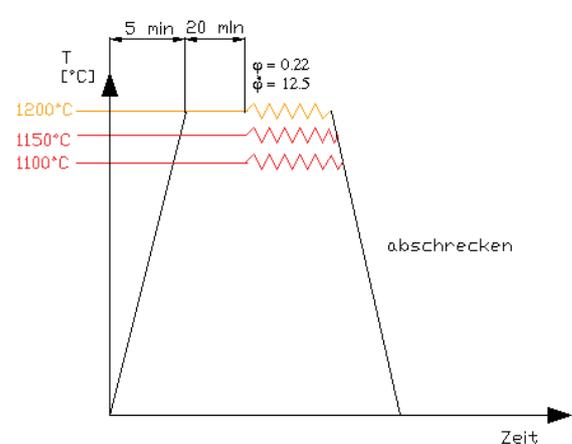


Abbildung 3-7: Austenitisierungsversuche mit anschließender Umformung

Die Erwärmung erfolgte dabei ebenfalls innerhalb von 5 Minuten mit einer nachfolgenden Haltezeit von 20 Minuten.

3.6.3 Untersuchungen zum Umwandlungsverhalten

Zum Aufzeigen des Einflusses des Niobs auf das Umwandlungsverhalten, wurden aus den Dilatometerversuchen die Umwandlungstemperaturen und -zeiten bestimmt.

Zur Bestimmung der A_c -Temperaturen wurden die Proben linear innerhalb von 6 Stunden auf 1000°C erwärmt und anschließend in 20 Minuten abgekühlt.

Die Auswertung erfolgte dabei über Längenänderungs-Temperatur-Zeit-Kurven. Dabei ist der Beginn eines Umwandlungsbereiches durch das Abweichen der Längenänderungs-Zeit-Kurve von einer Geraden gekennzeichnet. Läuft die Kurve wieder in eine Gerade ein, so ist die Umwandlung beendet [57]. Die Umwandlungspunkte wurden dabei durch Anlegen von Tangenten an die Kurven ermittelt, wobei vom Punkt, an welchem die Längenänderungs-Zeit-Kurve die Tangente verlässt, eine vertikale Linie gezogen wird und der Schnittpunkt dieser Vertikalen mit der Temperatur-Zeit-Kurve dann die Umwandlungstemperatur festlegt. Abbildung 3-8 zeigt exemplarisch die Bestimmung der Temperaturen anhand der beschriebenen Systematik. Dabei sind rot die an die Längenänderungs-Zeit-Kurve angelegten Tangenten eingezeichnet. Blau dargestellt ist der Temperaturverlauf bzw. schwarz repräsentativ die Längenänderung.

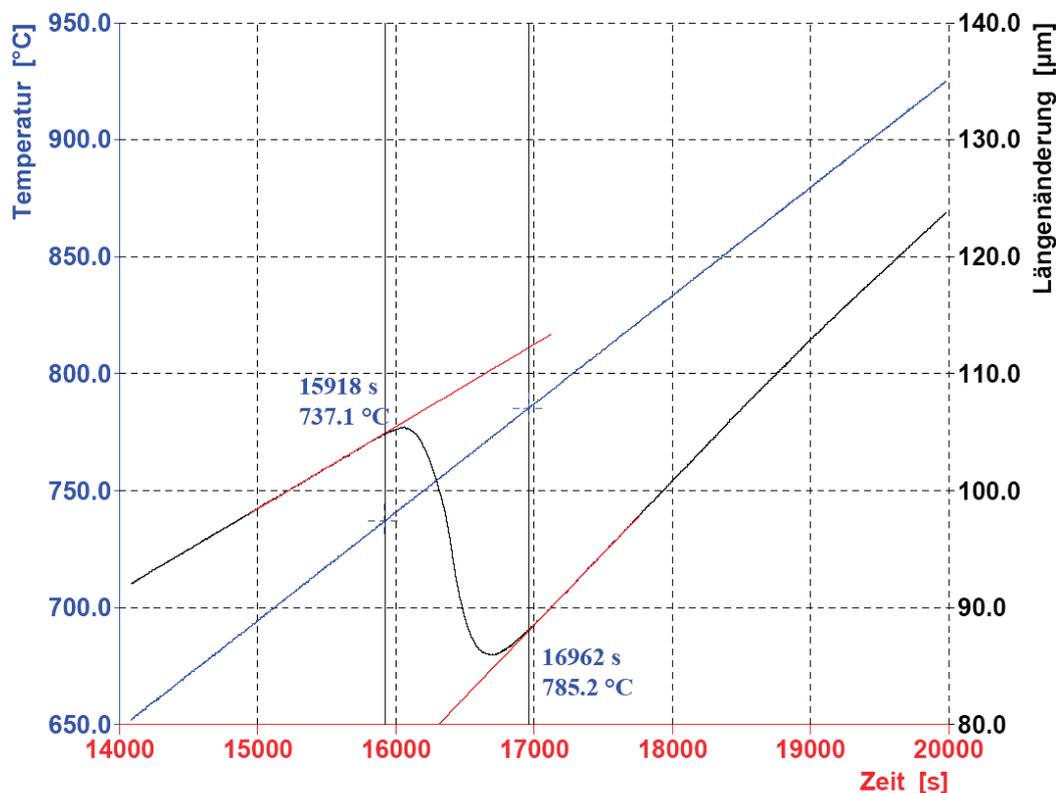


Abbildung 3-8: Repräsentative Darstellung der Bestimmung der A_c -Temperaturen

3.7 Untersuchungen zum Kornvergrößerungsverhalten

Zum Aufzeigen der kornwachstumshemmenden Wirkung des Niobs während der charakteristischen Wärmebehandlung (Einsatzhärten bzw. Vergüten) des jeweiligen Versuchsmaterials, wurden von beiden mikrolegierten Stählen Kornvergrößerungsschaubilder angefertigt und den Referenzschmelzen bzw. Industrieschmelzen ohne Niob gegenübergestellt. Dazu wurden vom geschmiedeten und normalisierten Ausgangsmaterial Scheiben mit der Dimension \varnothing 30mm x 10mm herausgeschnitten, bei unterschiedlichen Temperaturen in einem Kammerofen geglüht und anschließend in Wasser abgeschreckt. Die dabei verwendeten Temperaturen bzw. Haltezeiten sind Tabelle 3-2 zu entnehmen.

Tabelle 3-2: Glühtemperaturen und -zeiten für die Erstellung der Kornvergrößerungsschaubilder

	Aufwärmzeit [min]	Glühtemperatur [°C]	Haltezeit [min]
16MnCrB5	65	930	360
	90	960	360
	95	1000	360
	100	1050	360
	100	1100	360
50CrV4	70	850	90
	70	900	90
	90	950	90
	95	1000	90
	90	1050	90

Im Anschluss an das Abschrecken wurden die Proben längs der Mittelachse mittels Korundtrennscheibe getrennt und an der Schnittfläche metallographisch präpariert bzw. geätzt, um die Austenitkorngröße zu bestimmen. Details zur metallographischen Präparation bzw. zur Austenitkorngrößenbestimmung werden in Kapitel 3.9 beschrieben.

3.8 Vergütungsschaubild

Um im Fall des Federstahles 50CrV4 die mechanischen Eigenschaften, die der Stahl durch das Anlassen erhält bzw. wiederum den Einfluss der Mikrolegierung hierauf festzulegen, wurden Vergütungsschaubilder erstellt. Dazu wurden aus dem auf \varnothing 15mm geschmiedeten und normalisierten Ausgangsmaterial 6 Proben mit einer Länge von 220mm herausgeschnitten, auf eine Temperatur von 840°C (Haltezeit: 30

Minuten) erwärmt, anschließend in Öl gehärtet und die einzelnen Proben bei unterschiedlichen Temperaturen angelassen (Tabelle 3-3).

Tabelle 3-3: Anlasstemperaturen, Haltezeit und verwendetes Abkühlmedium zur Erstellung der Vergütungsschaubilder

Anlasstemperaturen		
Temperatur[°C]	Haltezeit [min]	Abkühlmedium
300	30	Luft
350	30	Luft
400	30	Luft
450	30	Luft
500	30	Luft
550	30	Luft

Im Anschluss daran wurden aus den gehärteten und angelassenen Stäben Zugproben nach DIN 50125 mit zylindrischem Schaft gefertigt (Abbildung 3-9).

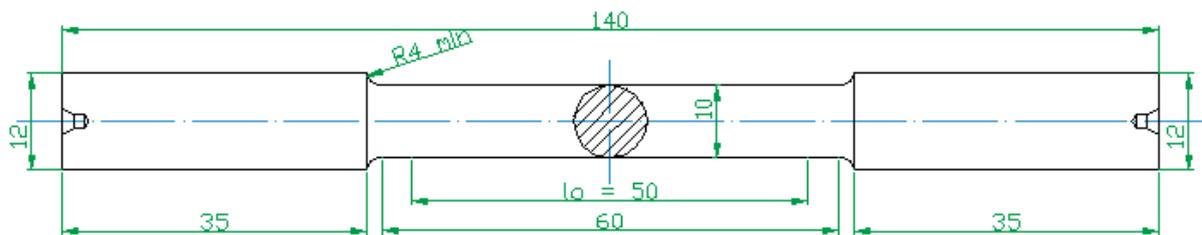


Abbildung 3-9: Verwendete Rundproben mit glatten Zylinderköpfen (DIN 50125)

Die Durchführung der Zugversuche erfolgte dabei nach DIN EN 10002 auf einer Zugprüfmaschine der Marke BETA600 mit einem Dehnungsaufnehmer MFA2. Die Querhauptgeschwindigkeit betrug 3 mm/min (im elastischen Bereich) bzw. 7 mm/min (im plastischen Bereich) bei einer Messlänge von 50 mm.

3.9 Metallographische Untersuchungen

3.9.1 Probenpräparation

Die Bewertung des Gefüges und die Bestimmung der Korngrößen an den Dilatometerproben erfolgten ausschließlich an Schlifflängs der Probenachse durch die Probenmitte.

Dazu wurden die Dilatometerproben mithilfe eines kaltpolymerisierenden Kunststoffes vom Typ Telmovit 4071 eingebettet und anschließend in der Schleif-

und Poliereinheit der Marke ATM längs der Probenachse bis zur Probenmitte angeschliffen. Abbildung 3-10 und 3-11 demonstrieren eine zu Anschauungszwecken auseinander geschnittene (fertig präparierte) Probe in Vorder- und Draufsicht.

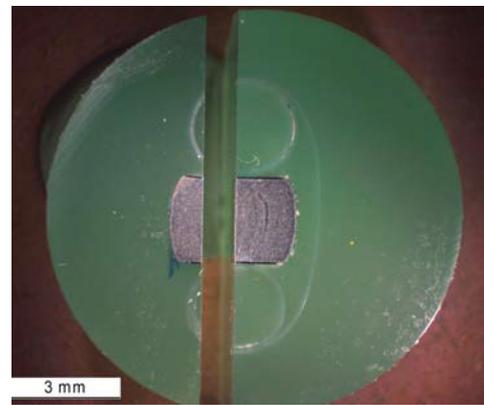
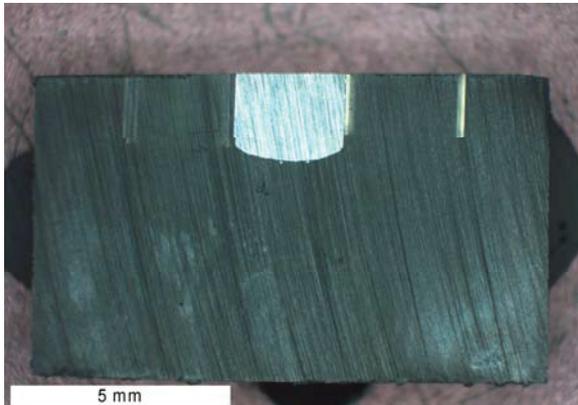


Abbildung 3-10: Querschnitt durch eine eingebettete und bis zur Mitte geschliffene Dilatometerprobe
Abbildung 3-11: Schlifffläche der eingebetteten Probe (Draufsicht)

Anschließend wurden die Proben für ca. 6 Minuten jeweils mit $6\mu\text{m}$ bzw. $1\mu\text{m}$ gekörnten Polierscheiben poliert. Als Ätzmittel wurde 3% HNO_3 (Nital) verwendet, bzw. um die ehemaligen Austenitkorngrenzen der Abschreckproben sichtbar zu machen, wurde Bechet-Beaujard herangezogen. Unter letzterem ist eine Mischung aus 1000 ml gesättigter Pikrinsäure, 3,4 ml HCl und 20 ml Agepon zu verstehen. Beim Ätzen mit Bechet-Beaujard zum Sichtbarmachen der ehemaligen Austenitkorngrenzen wurden dabei die besten Ergebnisse durch mehrmaliges 5-10minütiges Ätzen erzielt, wobei die Ätzfortschritte zwischen den einzelnen Schritten laufend im Lichtmikroskop beurteilt wurden und vor dem erneuten Ätzen für ca. 3 Sekunden auf einer $1\mu\text{m}$ gekörnten Polierscheibe poliert wurde.

Dieselbe Vorgangsweise wurde analog dazu zur Bestimmung der Austenitkorngröße zur Erstellung der Kornvergrößerungsschaubilder angewandt.

3.9.2 Korngrößenbestimmung nach ASTM

Sowohl die Bestimmung der Sekundärkorngröße als auch die Bestimmung der Austenitkorngröße erfolgte nach DIN 50601 [58] durch den Vergleich mit einer Bildreihentafel. Diese stellt naturgetreue Korngrößen und -verteilungen dar. Es wird dabei das Gefüge im Okular mit den Gefügebildern der Bildreihentafel verglichen und dasjenige Bild der Reihe bestimmt, dessen Korngröße derjenigen des jeweiligen Blickfeldes am nächsten kommt, wobei mindestens 20 Blickfelder in regelloser Anordnung oder einer in einem Rasternetz liegenden Anordnung der Auswertung

zugrunde liegen müssen. Bei 100-facher Vergrößerung ist die Korngrößen-Kennzahl identisch mit der Nummer des jeweiligen Gefügebildes.

Wenn dabei Z die Anzahl der Körner in einem Quadratzoll eines 100-fach vergrößerten Bildes und N die Richtreihennummer ist, so gilt als ASTM Korngrößenskala folgende Beziehung:

$$Z=2^{N-1} \quad (3-2)$$

Die ASTM-Korngröße Nr.1 gibt also ein Korn an, dessen Querschnitt bei 100-facher Vergrößerung ein Quadratzoll beträgt, und ist somit sehr grobkörnig.

Tabelle 3-4: ASTM- Korngrößenbeziehungen

ASTM-Nr.	Körner je Quadratzoll (Abbildungsmaßstab $V = 100 : 1$)	Körner je mm^2	Kornfläche je μm^2
1	1	16	62000
2	2	32	31000
3	4	64	15600
4	8	128	7800
5	16	256	3900
6	32	512	1950
7	64	1024	980
8	128	2048	490

Abbildung 3-12 zeigt exemplarisch einen Ausschnitt aus der Bildreihentafel, die zur Korngrößenbestimmung Anwendung fand.

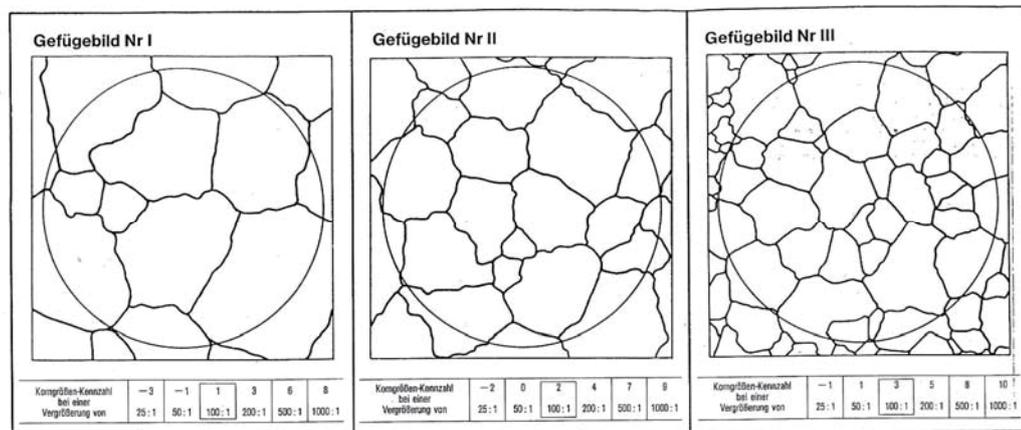


Abbildung 3-12: Repräsentativer Ausschnitt aus der Bildreihentafel nach DIN 50610

Bezüglich der Dilatometerproben führte die Art der Verformung (Stauhen mit Reibung an den Stirnflächen) zu einem Ausbauchen der Proben und damit zu einem inhomogenen Verformungszustand. Je weiter man sich vom Probenzentrum entfernt, desto geringer wird die Verformung (bedingt durch Reibungseinflüsse an den Stirnseiten zwischen Probe und Deformationsstempeln) und desto größer wird das Korn. Aus diesem Grund erfolgte die Beurteilung der Korngröße an verformten Dilatometerproben jeweils im Zentrum der Proben.

3.9.3 Untersuchungen zum Ausscheidungsverhalten

Die Charakterisierung der Ausscheidungen in den mikrolegierten Schmelzen hinsichtlich ihrer Größe, Verteilung und chemischer Zusammensetzung erfolgte einerseits anhand rasterelektronenmikroskopischer Untersuchungen mittels REM (Marke XL40 der Firma FEI bzw. Zeiss EVO 50), sowie bei Ausscheidungen <100nm mithilfe von energiegefilterten transmissionselektronenmikroskopischen Untersuchungen (EFTEM), die am Zentrum für Elektronenmikroskopie in Graz durchgeführt wurden. Unter EFTEM ist dabei die Kombination eines Transmissionselektronenmikroskops mit einem abbildenden Energiefilter zu verstehen. Dabei wird wie im konventionellen TEM eine dünne Probe mit hochenergetischen Elektronen bestrahlt und das vergrößerte Bild in ein magnetisches Prisma gelenkt, das die Elektronen in Bezug auf ihre Energieverluste auftrennt (EELS-Spektrum). Der Energieverlust ist dabei charakteristisch für die Ionisierung eines Atoms. Durch die typischen Intensitätsverläufe im EELS-Spektrum können einzelne Elemente identifiziert werden. Mithilfe eines energiewählenden Spalts lässt sich ein bestimmter Bereich des Spektrums auswählen und mit einer elektronenoptischen Einheit bildlich darstellen (Abbildung 3-13) [59]. Im Gegensatz zum EELS-Spektrum bei dem lediglich die Anzahl der Elektronen mit einem bestimmten Energieverlust gezählt wird, werden beim EFTEM nur Elektronen bestimmter Bewegungsenergie (ein Ausschnitt des EELS-Spektrums) zur Bilderzeugung zugelassen. Die Bildintensität (hell – dunkel) kann dann mit einem bestimmten Element in Verbindung gebracht werden und ermöglicht so, die Verteilung von Elementen in der Probe in einem Bild sichtbar zu machen [59].

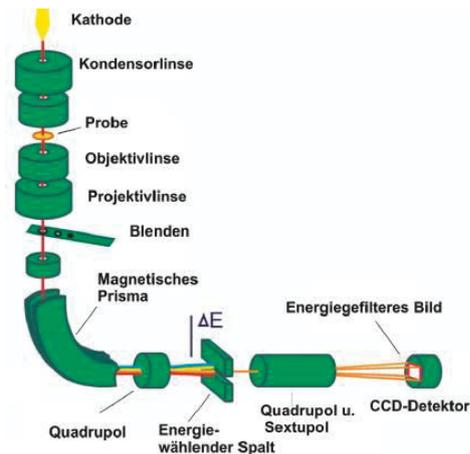


Abbildung 3-13: Schematischer Aufbau EFTEM [59]

3.10 Härteprüfung

Die Bestimmung der Makrohärte an den Dilatometerproben erfolgte nach Vickers. Als Last wurden 10 N verwendet. Die Härte wurde dabei pro Dilatometerprobe an drei Punkten im Probenzentrum ermittelt und daraus der Mittelwert gebildet.

3.11 Untersuchungen zum (Ein)Härtbarkeitsverhalten

Mittels Stirnabschreck-Versuch wurde der Einfluss des Niobs auf das Härteverhalten untersucht. Dieser in DIN 50191 genormte Versuch an zylindrischen Proben dient der Beurteilung der Härtebarkeit von Stählen (darunter zählen: Einsatzstähle, Vergütungsstähle, Stähle für Tauch-, Flamm-, und Induktionshärten, Nitrierstähle).

Konkret wurde das normalisierte Ausgangsmaterial beider Labor- bzw. Industrieschmelzen mit $\varnothing 30$ auf die genormte Abmessung (DIN 50191) gedreht, wobei die Proben stirnseitig zusätzlich noch geschliffen wurden, um eine möglichst gleichmäßige Verteilung des auftreffenden Wasserstrahles zu gewährleisten.

Bevor die allseits bearbeiteten Proben im Kammerofen auf Härtetemperatur erwärmt wurden (Tabelle 3-5), wurden diese in körnigen Koks gepackt, um die Entkohlung an der Oberfläche zu kompensieren.

Tabelle 3-5: Härtetemperaturen und Haltezeiten bezüglich der Jominy-Versuche

	Aufwärmzeit [min]	Härtetemperatur [°C]	Haltezeit [min]
16MnCrB5	25	870	30
50CrV4	25	850	30

Unmittelbar nach dem Halten von 30 Minuten im Kammerofen bei der jeweiligen Temperatur wurden die Proben senkrecht in eine Halterung eingespannt und durch einen definierten Wasserstrahl konstanten Druckes stirnseitig mindestens 10 Minuten lang abgeschreckt (Abbildung 3-14). Die definierte Wasserstrahlhöhe sorgt dabei für eine reproduzierbare Wärmeabfuhr durch das kalte Wasser.

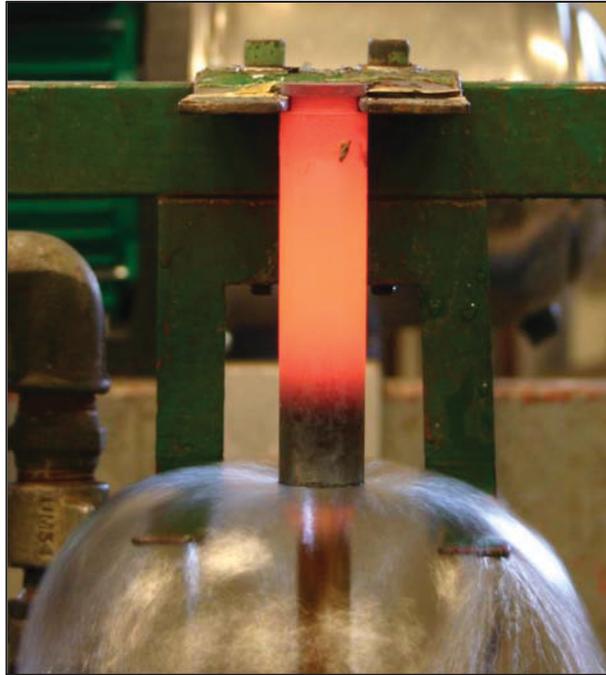


Abbildung 3-14: Versuchsdurchführung Stirnabschreckversuch nach DIN 50191

Durch die Abkühlung, die nur an der Stirnseite erfolgt, erfährt die Probe entlang der Längsachse eine unterschiedlich rasche Abkühlung (Abbildung 3-15).

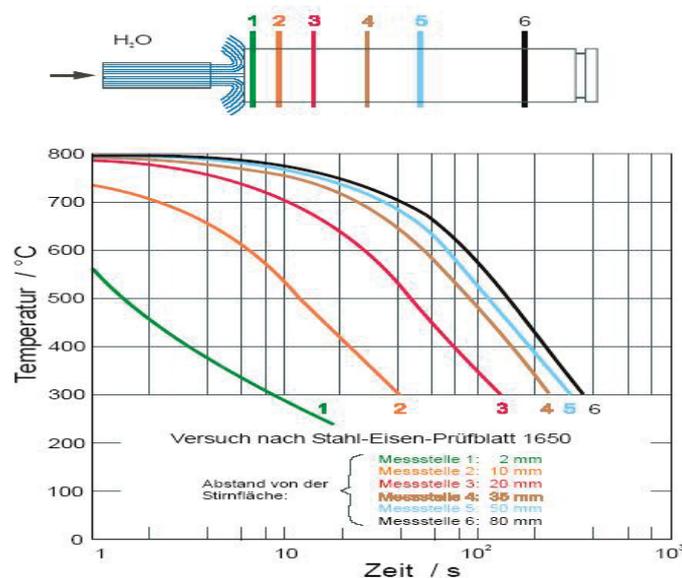


Abbildung 3-15: Veränderung der Temperatur-Zeit-Verläufe mit zunehmendem Abstand von der Stirnfläche

Im erkalteten Zustand wurden die Proben in Längsrichtung an zwei gegenüberliegenden Flächen auf eine Tiefe von je 0,5 mm nass angeschliffen. Anschließend wurde die Härte (Rockwell-Härte) im Abstand von je 2 mm, beginnend an der abgeschreckten Stirnseite, an beiden Seiten ermittelt. Die Härte wurde dabei bis in eine Tiefe gemessen bei der kein merklicher Härteabfall mehr stattfand und die Härte nahezu konstant blieb.

4 Ergebnisse und Diskussion

4.1 Chemische Zusammensetzungen der Industrieschmelzen

Die chemischen Zusammensetzungen der hergestellten Industrieschmelzen sind aus Tabelle 4-1 ersichtlich.

Tabelle 4-1: Chemische Zusammensetzungen der Industrieschmelzen (mass%)

Chargen Nr.	Bezeichnung	C	Si	Mn	Cr	V	Al	B	Nb	N2
366028	50CrV4	0.529	0.281	0.925	1.138	0.137	0.104	0.0003	0.0035	0.0077
368198	16MnCrB5	0.188	0.203	1.215	1.056	0.003	0.0178	0.0022	0.0033	0.0066

Die chemischen Zusammensetzungen in Tabelle 4-1 entsprechen den Grenzwerten der Analysenvorschrift gemäß der EN 10083-1 [53] für Vergütungsstähle bzw. der EN 10084 [60] für Einsatzstähle.

4.2 Chemische Zusammensetzungen der Laborschmelzen

Auf Basis der vorangegangenen Literaturrecherche [u. a. 1,2,5,7,19,33,38,39,43] wurde der Gehalt an zusätzlichen Mikrolegierungs- bzw. Legierungselementen festgelegt. Die Tabellen 4-2 und 4-3 zeigen die festgelegten Grenzwerte des jeweiligen Stahles auf, die im Rahmen der Literaturrecherche fixiert wurden.

Tabelle 4-2: Festgelegte Grenzwerte für die Herstellung der mikrolegierten Schmelze für 50CrV4 (mass%)

50CrV4	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Cu	Al	Nb	V	Sn	N2	H
Min	0.500	0.150	0.85	Max	Max	1.00	Max	Max	0.0100	0.03	0.120	Max	Max	Max
Max	0.530	0.300	1.05	0.025	0.025	1.20	0.15	0.35	0.0300	0.05	0.160	0.030	0.009	2.5

Tabelle 4-3: Festgelegte Grenzwerte für die Herstellung der mikrolegierten Schmelze für 16MnCrB5 (mass%)

16MnCrB5	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Cu	Al	Nb	Sn	B	N2	H
Min	0.150	0.200	1.10	Max	0.020	0.90	Max	Max	0.03	0.04	Max	0.0010	0.012	Max
Max	0.180	0.350	1.30	0.025	0.035	1.05	0.20	0.30	0.05	0.06	0.030	0.0030	0.016	3.0

Den festgelegten Grenzwerten entsprechend erfolgte die Herstellung von mikrolegierten Schmelzen bzw. von Referenzschmelzen ohne zusätzliche Mikrolegierung, die lediglich durch Umschmelzen der Industrieschmelzen hergestellt

wurden. Die chemischen Zusammensetzungen der Referenz- und der mikrolegierten Schmelzen sind Tabelle 4-4 zu entnehmen. Rot gekennzeichnet sind die durch gezieltes Zulegieren erhöhten Legierungsgehalte.

Tabelle 4-4: Chemische Zusammensetzung der Laborschmelzen (mass%)

Legierung	Charge	C	Si	Mn	Cr	V	Al	B	Nb	N2
16MnCrB5 Referenzschmelze	1	.135	.184	1.066	1.006	.003	.0206	.0007	.0037	.0086
16MnCrB5 Mikrolegierte Schmelze	2	.147	.205	1.045	.973	.003	.0225	.0007	.0692	.0156
50CrV4 Referenzschmelze	3	.499	.189	.924	1.106	.129	.0434	.0006	.0060	.0089
50CrV4 Mikrolegierte Schmelze	4	.492	.173	.849	1.116	.132	.0100	.0006	.0538	.0084

Als Folgen der Schmelzenherstellung in einem herkömmlichen Induktionsofen, den damit verbundenen schwierig zu bemessenden Ausgleich der Abbrandverluste und der Tatsache, dass der Bor-Gehalt im Fall des Einsatzstahles nicht berücksichtigt wurde, ergeben sich einige, von den vorgegebenen Grenzwerten abweichende Gehalte an Legierungselementen.

Den Einsatzstahl 16MnCrB5 betreffend sind dies:

- C-Gehalte der Laborschmelzen 1 und 2 mit 0.135mass% und 0.147mass% deutlich unter jenem Wert von 0.188mass% der Industrieschmelze.
- Al-Gehalt der mikrolegierten Laborschmelze 2 mit 0.0225mass% nur unwesentlich größer als jener der Referenzschmelze mit 0.0206mass% (vgl. Tabelle 4-3 und 4-4).
- B-Gehalt beider Laborschmelzen mit jeweils 0.0007mass% signifikant niedriger als jener der Industrieschmelze mit 0.0022mass%.

Bezüglich des Federstahls 50CrV4:

- Al-Gehalt der nicht mikrolegierten Laborschmelze 3 übersteigt jenen der mikrolegierten Laborschmelze 4 um mehr als das 4-fache (0.0100mass% gegenüber 0.0434mass%).
- C-Gehalte der Laborschmelzen 3 und 4 mit 0.499mass% bzw. 0.492mass% liegen unter dem C-Gehalt der Industrieschmelze mit 0.529mass%.

Aufgrund der unterschiedlichen chemischen Zusammensetzungen ergeben sich Auswirkungen auf die Vergleichbarkeit der jeweiligen Stähle. Diese werden in den betreffenden nachfolgenden Kapiteln näher erörtert.

Wie bereits aus den Tabellen 4-1 und 4-4 ersichtlich, erfolgt die Bezeichnung der jeweiligen Legierung anhand der Chargen Nummer. In den folgenden Kapiteln werden daher die aus Tabelle 4-5 ersichtlichen Bezeichnungen für die jeweiligen Schmelzen verwendet.

Tabelle 4-5: Bezeichnung der Industrie- und Laborschmelzen

Bezeichnung der Charge	Schmelze
366198	Industrieschmelze 16MnCrB5
1	Referenz(labor)schmelze 16MnCrB5
2	Mikrolegierte Schmelze 16MnCrB5
366028	Industrieschmelze 50 CrV4
3	Referenz(labor)schmelze 50CrV4
4	Mikrolegierte Laborschmelze 50CrV4

4.3 Einfluss der Austenitisierungstemperatur auf den Ausgangszustand vor dem Umformen bzw. auf die weitere Umformung

Um den Einfluss der Austenitisierungstemperatur auf den Ausgangszustand hinsichtlich der Austenitkorngröße vor der Verformung aufzuzeigen, wurden, wie schon im experimentellen Teil beschrieben (siehe Kapitel 3.6.2, Abbildung 3-6), Dilatometerproben auf unterschiedliche Austenitisierungstemperaturen erwärmt und unmittelbar nach Ablauf einer Haltzeit von 20 Minuten abgeschreckt. Um weiters den wechselseitigen Einfluss der Verformung und der Mikrolegierung bei unterschiedlichen Austenitisierungstemperaturen aufzuzeigen, wurden zusätzlich Proben im Anschluss an einen einmaligen Umformschritt (siehe Kapitel 3.6.2, Abbildung 3-7) abgeschreckt. Durch das Abschrecken der Proben und das damit verbundene Einfrieren des Gefüges während der Austenitisierung kann die Korngrößenveränderung systematisch verfolgt und in einem Diagramm dargestellt werden. Da die Aufheiz- und Haltezeit jenen Zeiten entsprechen, wie sie auch im industriellen Walzprozess Anwendung finden, können die dabei ermittelten Austenitkorngrößen als Ausgangszustand für die weitere Umformung angesehen werden.

4.3.1 Austenitkorngröße 16 MnCrB5

In den Abbildungen 4-1 bis 4-4 sind exemplarisch für die Austenitisierungstemperaturen von 1200°C und 1150°C Gefügebilder, die die ehemaligen Austenitkorn Grenzen zeigen, zu sehen. Die Abbildungen 4-1 bis 4-4 zeigen die Austenitkorngröße im Zentrum der Dilatometerprobe, wo die höchste lokale

Verformung erreicht wird. In Tabelle 4-6 sind die entsprechenden Austenitkorngrößen der Referenzlaborschmelze 1 im verformten und nicht verformten Zustand in Abhängigkeit der Austenitisierungstemperatur dargestellt.

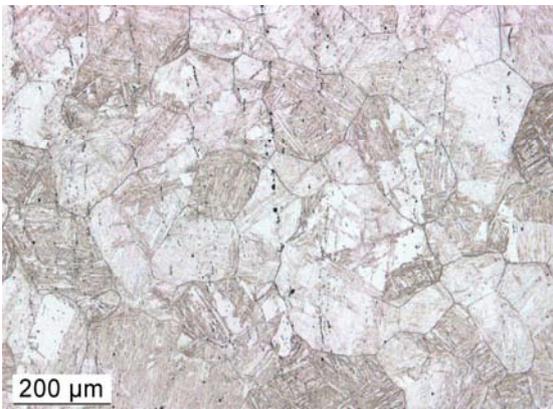


Abbildung 4-1: Ehemalige Austenitkorngrößen, T_A :1200°C, Bechet-Beaujard-Ätzung, unverformt

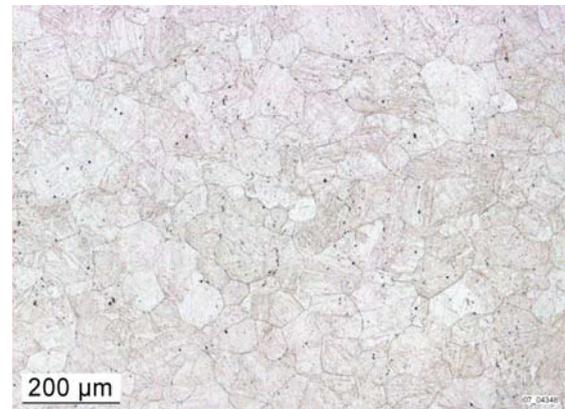


Abbildung 4-2: Ehemalige Austenitkorngrößen, T_A :1200°C, Bechet-Beaujard-Ätzung, verformt

Tabelle 4-6: Chg.1, Austenitkorngröße in Abhängigkeit der Austenitisierungstemperatur

Austenitisierungstemperatur [°C]	Austenitkorngröße [ASTM] Referenzlaborschmelze 16 MnCrB 5	
	Unverformt	Verformt
1200	2-3	4
1150	3	4-5
1100	3-4	5

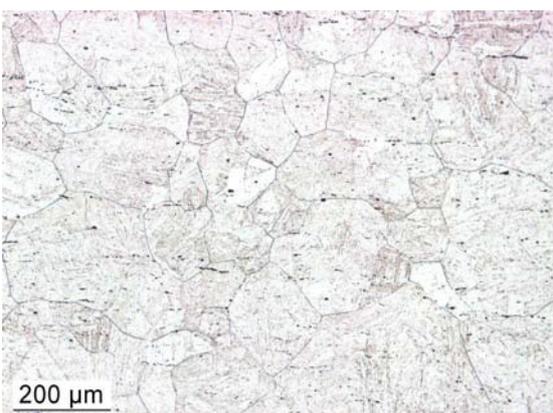


Abbildung 4-3: Ehemalige Austenitkorngrößen, T_A :1150°C, Bechet-Beaujard-Ätzung, unverformt

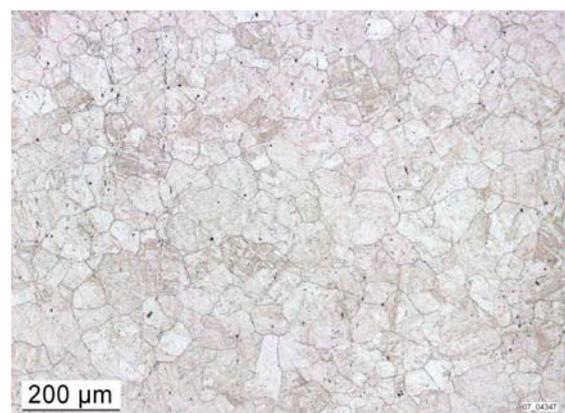


Abbildung 4-4: Ehemalige Austenitkorngrößen, T_A :1150°C, Bechet-Beaujard-Ätzung, verformt

Aus Tabelle 4-6 ist der Anstieg der Austenitkorngröße mit zunehmender Austenitisierungstemperatur klar ersichtlich. Weiters ist zu erkennen, dass durch die

Verformung das Austenitgefüge deutlich feiner wird. Analog zu Tabelle 4-6 sind in Tabelle 4-7 die Austenitkorngrößen der mikrolegierten Laborschmelze 2 im verformten und nicht verformten Zustand in Abhängigkeit von der Austenitisierungstemperatur dargestellt. Das Auftreten von vereinzelt grobem Korn oder Mischkorn wird durch den in der Klammer stehenden Wert ausgedrückt.

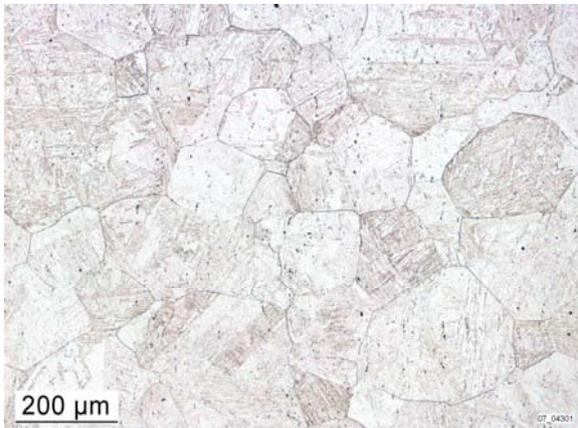


Abbildung 4-5: Ehemalige Austenitkorngrenzen, Bechet-Beaujard-Ätzung, T_A :1200°C, unverformt

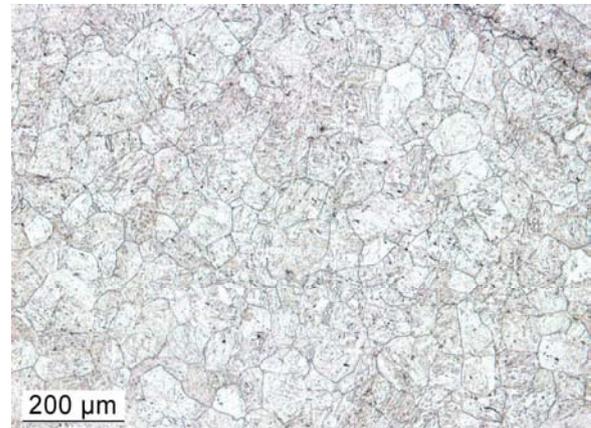


Abbildung 4-6: Ehemalige Austenitkorngrenzen, Bechet-Beaujard-Ätzung, T_A :1200°C, verformt

Tabelle 4-7: Chg.2, Austenitkorngröße in

Abhängigkeit der Austenitisierungstemperatur

Austenitisierungstemperatur [°C]	Austenitkorngröße [ASTM] Mikrolegierte Laborschmelze 16 MnCrB5	
	Unverformt	Verformt
1200	2	4-5
1150	4	6
1100	5 (3)	6-7

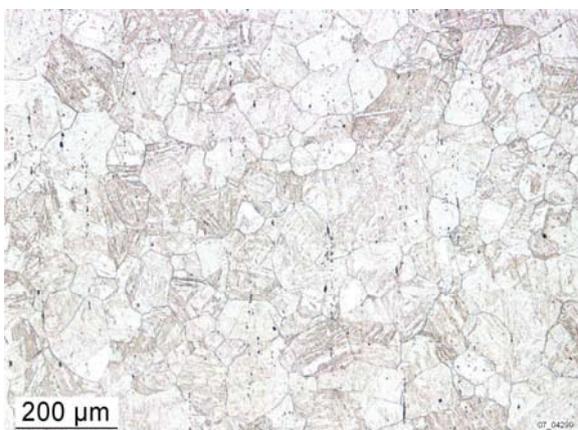


Abbildung 4-7: Ehemalige Austenitkorngrenzen, Bechet-Beaujard-Ätzung, T_A :1150°C, unverformt

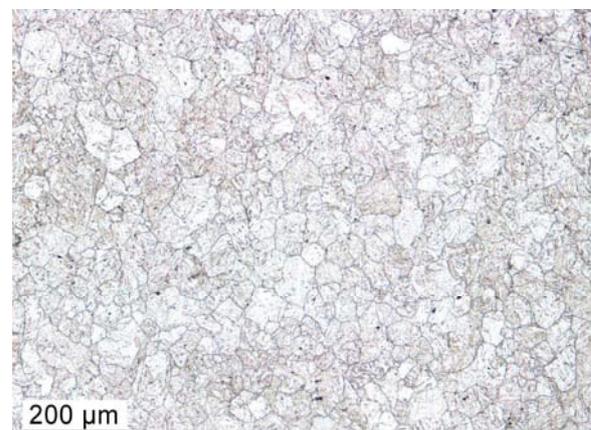


Abbildung 4-8: Ehemalige Austenitkorngrenzen, Bechet-Beaujard-Ätzung, T_A :1150°C, verformt

Wie schon bei Charge 1 ist auch hier die zunehmende Austenitkorngröße mit steigender Austenitisierungstemperatur zu beobachten. Sehr ausgeprägt ist die Zunahme vor allem zwischen 1150°C und 1200°C, wobei jedoch zu beachten ist, dass im unverformten Zustand bereits bei einer Temperatur von 1100°C einzelne sehr große Körner (ASTM 3) vorlagen, was auf eine teilweise lokale Auflösung der Niob-Ausscheidungen, einhergehend mit einsetzendem Kornwachstum, zurückzuführen sein könnte. Die Beobachtung dieser Symptomatik konnte jedoch bei der Probenserie, die zusätzlich vor dem Abschrecken verformt wurde, nicht gemacht werden. Wie aus Tabelle 4-7 ferner ersichtlich, führt die Verformung zu einem wesentlich feineren und homogeneren Korn, das keine inhomogene Kornverteilung wie im Fall der bei 1100°C abgeschreckten unverformten Probe aufweist.

Zur Darstellung der Unterschiede zwischen der mikrolegierten Laborschmelze und der Referenzschmelze bzw. um den Einfluss der Verformung bei unterschiedlichen Temperaturen auf die Austenitkorngröße aufzuzeigen, sind die Ergebnisse aus Tabelle 4-6 und 4-7 in Abbildung 4-9 graphisch dargestellt. Auftretendes Mischkorn wird in Abbildung 4-9 durch die aufgespaltete strichlierte Linie dargestellt.

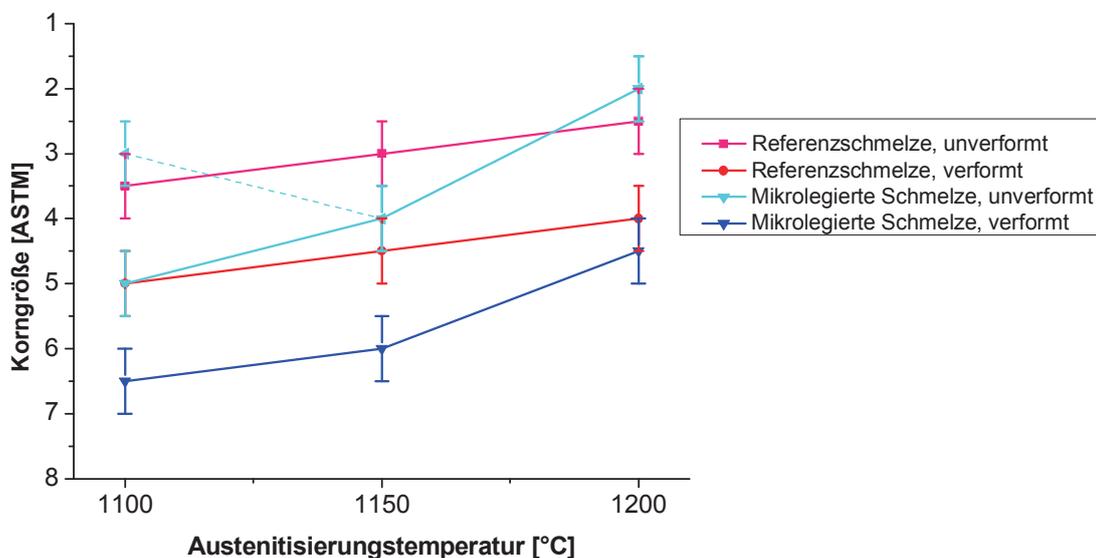


Abbildung 4-9: Einfluss von T_A und der Mikrolegierung auf die Austenitkorngröße im verformten und unverformten Zustand

Der Vergleich zwischen mikrolegierter Schmelze 2 und Referenzschmelze 1 zeigt, dass vor allem im verformten Zustand der mikrolegierte Stahl bis zu Temperaturen von 1150°C ein wesentlich feineres Austenitkorn aufweist. Erst bei 1200°C wird der Unterschied deutlich geringer und die Korngröße des mikrolegierten Stahles ist nur

unwesentlich feiner als jene der Referenzschmelze. Im Gegensatz dazu konnte im unverformten Zustand lediglich bei einer Austenitisierungstemperatur von 1150°C beim mikrolegierten Stahl ein merklich feineres Korn beobachtet werden. Bei 1100°C weist der mikrolegierte Stahl zwar tendenziell ebenfalls ein feineres Korn auf. Aus Abbildung 4-9 ist jedoch, dargestellt durch die aufgespaltene strichlierte Linie, ersichtlich, dass auch einzelne gröbere Körner vorhanden sind, die merklich größer sind als jene der nicht mikrolegierten Referenzschmelze. Bei 1200°C weist der unverformte mikrolegierte Stahl ein sichtlich gröberes Korn als die Referenzschmelze auf, ein Faktum das zeigt, dass bei Austenitisierungstemperaturen in dieser Höhe und bei einer Austenitisierungszeit von 30 Minuten die kornwachstumshemmende Wirkung des Niobs nicht mehr gegeben ist.

Auf eine Darstellung der Austenitkorngröße der Industrieschmelze wurde verzichtet, da nahezu sämtliche ermittelten Werte bezüglich der Korngröße mit jenen der Referenzschmelze übereinstimmen und sich keine signifikanten Abweichungen ergaben.

4.3.2 Austenitkorngröße 50 CrV 4

Aufgrund des im Vergleich zur Industrie- und mikrolegierten Laborschmelze hohen Al-Gehaltes (0.0434mass%) der Referenz(labor)schmelze 3 konnte auf eine Darstellung der Ergebnisse hinsichtlich der Austenitkorngröße sowohl für die Industrie- als auch für beide Laborschmelzen nicht verzichtet werden. Die Bilddokumentation wurde dabei auf die mikrolegierte Laborschmelze 4 und die Industrieschmelze beschränkt, da sich auch für den unmittelbaren Vergleich „mikrolegiert – nicht mikrolegiert“ die beiden Letztgenannten in diesem Fall besser eignen. Zwar unterscheiden sie sich in ihrer Herstellroute, besitzen jedoch durch die einheitliche Wärmebehandlung im Vorfeld der Probenherstellung (vgl. Kapitel 3.5) den gleichen Ausgangszustand und unterscheiden sich hinsichtlich ihrer chemischen Zusammensetzung lediglich durch die Mikrolegierung, wohingegen die Referenz(labor)schmelze 3 einen relativ hohen Al-Gehalt aufweist, der die Vergleichbarkeit mit Schmelze 4 durch die mögliche Bildung von Aluminiumnitriden, die ebenfalls eine kornstabilisierende Wirkung besitzen, stark einschränkt.

Die Abbildungen 4-10 bis 4-13 zeigen wiederum exemplarisch für Austenitisierungstemperaturen von 1200°C und 1100°C Gefügebilder der Industrieschmelze, die die ehemaligen Austenitkorn Grenzen im verformten und unverformten Zustand darstellen. Die den Gefügebildern entsprechenden Austenitkorngrößen sind aus Tabelle 4-8 ersichtlich.

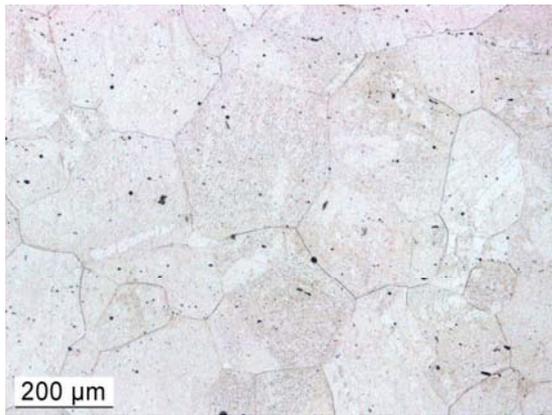


Abbildung 4-10: Ehemalige Austenitkorgrenzen, Bechet-Beaujard-Ätzung, $T_A: 1200^\circ\text{C}$, unverformt

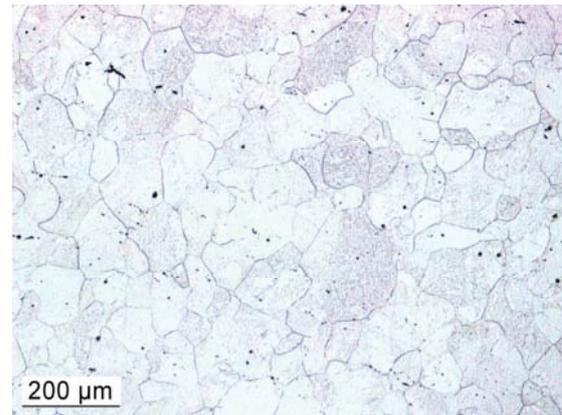


Abbildung 4-11: Ehemalige Austenitkorgrenzen, Bechet-Beaujard-Ätzung, $T_A: 1200^\circ\text{C}$, verformt

Tabelle 4-8: Chg. 366028 Korngröße in Abhängigkeit der Temperatur und Verformung

Austenitisierungstemperatur [$^\circ\text{C}$]	Austenitkorngröße [ASTM] Industrieschmelze 50CrV4	
	Unverformt	Verformt
1200	1-2	3
1150	1-2	3
1100	2	4

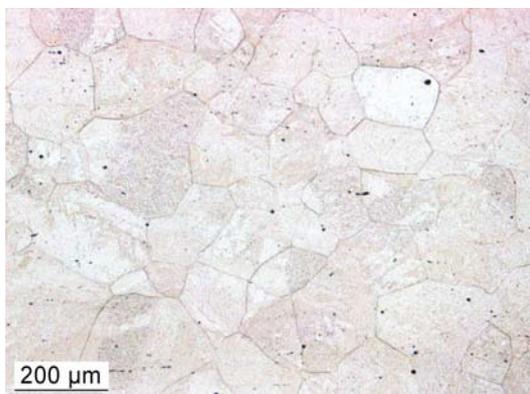


Abbildung 4-12: Ehemalige Austenitkorgrenzen, Bechet-Beaujard-Ätzung, $T_A: 1100^\circ\text{C}$, unverformt

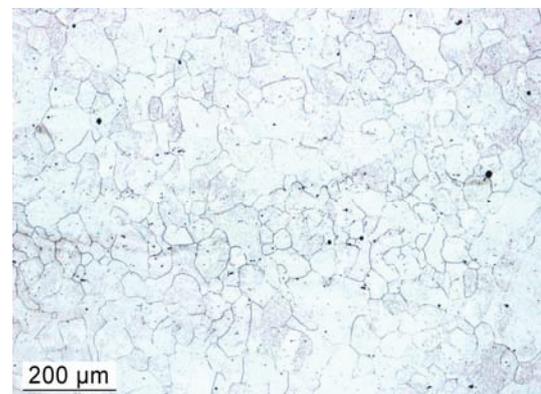


Abbildung 4-13: Ehemalige Austenitkorgrenzen, Bechet-Beaujard-Ätzung, $T_A: 1200^\circ\text{C}$, verformt

Im Vergleich zur Austenitkorngröße der Industrieschmelze in Tabelle 4-8 sind in Tabelle 4-9 die unterschiedlichen Austenitkorngrößen der nicht mikrolegierten Referenz(labor)schmelze 3 im verformten und unverformten Zustand dargestellt.

Tabelle 4-9: Chg.3, Austenitkorngröße in Abhängigkeit der Temperatur und Verformung

Austenitisierungstemperatur [°C]	Austenitkorngröße [ASTM] Charge 3	
	Unverformt	Verformt
1200	1	3
1150	1-2	4 (2)
1100	3	6 (3)

Auffällig im Vergleich zur Industrieschmelze ist vor allem, dass bei 1100°C feinere Korn der Referenz(labor)schmelze, was auf das Vorhandensein von Aluminiumnitriden hindeutet. Ein weiteres Indiz dafür ist das im verformten Zustand bei 1100 und 1150°C auftretende Mischkorn im Fall der Referenz(labor)schmelze, das auf eine nur teilweise Auflösung der Aluminiumnitride hinweist. Auch aus der Literatur [61] ist bekannt, dass bei Stählen mit erhöhten Stickstoff- und Aluminiumgehalten aufgrund der lokalen Auflösung von Al-Nitriden das inhomogene Kornwachstum sprunghaft bei etwa 1050°C bzw. schon bei Temperaturen von 900°C einsetzt. Bei diesen Temperaturen tritt teilweise Koagulation und Auflösung von AlN-Teilchen auf, so dass dort die kornwachstumshemmende Wirkung verloren geht. Es zeigt sich also, dass ein Vergleich der beiden Laborschmelzen - bedingt durch den hohen Al-Gehalt der Referenz(labor)schmelze - nicht gerechtfertigt ist.

Die im Vergleich zur Industrieschmelze für die mikrolegierte Variante ermittelten Austenitkorngrößen zeigt Tabelle 4-10. Die Abbildungen 4-14 bis 4-17 zeigen wiederum die ehemaligen Austenitkorn Grenzen der mikrolegierten Schmelze. Im unverformten Zustand weist die mikrolegierte Schmelze vor allem bei 1200°C ein sehr grobes Korn auf, ein Indiz, das auf eine vollständige Auflösung der kornwachstumsbehindernden Nb-Ausscheidungen hindeutet, die bereits bei 1150°C teilweise eingesetzt hat – ersichtlich am bei 1150°C vorherrschenden Mischkorn. Nur bei 1100°C liegt ein homogenes und im Vergleich zur Korngröße bei 1200°C relativ feines Korn vor. Eine ähnliche Tendenz ist im verformten Zustand zu beobachten, zwar auf Basis eines bedingt durch die Verformung sehr viel feineren Kornes, jedoch ist auch hier vor allem zwischen 1150°C und 1200°C eine deutliche Zunahme der Korngröße ersichtlich. Zwischen 1100°C und 1150°C ist zwar ebenfalls Kornwachstum zu beobachten, dies ist aber bei weitem nicht so ausgeprägt wie zwischen 1150°C und 1200°C.

Generell muss bei Warmumformprozessen, die mit hohen Geschwindigkeiten ablaufen, beachtet werden, dass die Zeit, die für die Umformung benötigt wird, meistens zu kurz ist, um eine Rekristallisation hervorrufen zu können. Da sich auch aus den Fließkurven kein Hinweis auf eine mögliche Rekristallisation ergab, kann

davon ausgegangen werden, dass aufgrund der hohen Verformungsgeschwindigkeiten bzw. der unmittelbar darauf folgenden Abschreckung noch keine statische bzw. dynamische Rekristallisation auftrat und die dargestellten Gefügebilder der verformten Proben jene im nicht oder nur teilweise rekristallisierten Zustand zeigen.

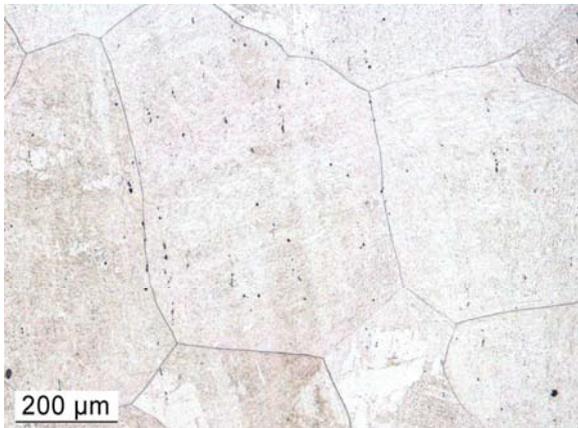


Abbildung 4-14: Ehemalige Austenitkorngrenzen, Bechet-Beaujard-Ätzung, $T_A: 1200^\circ\text{C}$, unverformt

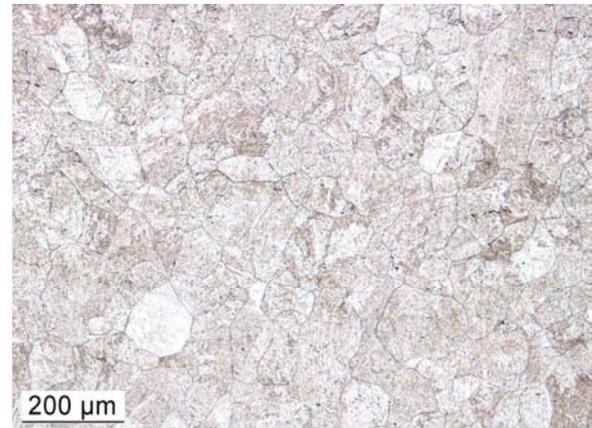


Abbildung 4-15: Ehemalige Austenitkorngrenzen, Bechet-Beaujard-Ätzung, $T_A: 1200^\circ\text{C}$, verformt

Tabelle 4-10: Chg.4 AustenitkorngroÙe in Abhängigkeit der Temperatur und Verformung

Austenitisierungstemperatur [$^\circ\text{C}$]	AustenitkorngroÙe [ASTM] Mikrolegierte Laborschmelze 50CrV4	
	Unverformt	Verformt
1200	-1	3
1150	(1) 2-3	5-6
1100	3-4	6-7

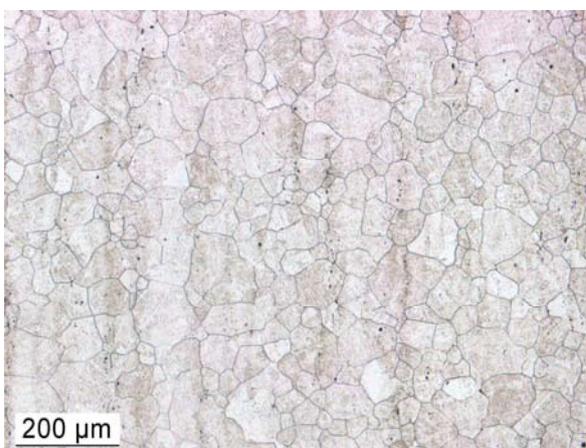


Abbildung: 4-16: Ehemalige Austenitkorngrenzen, Bechet-Beaujard-Ätzung, $T_A: 1100^\circ\text{C}$, unverformt

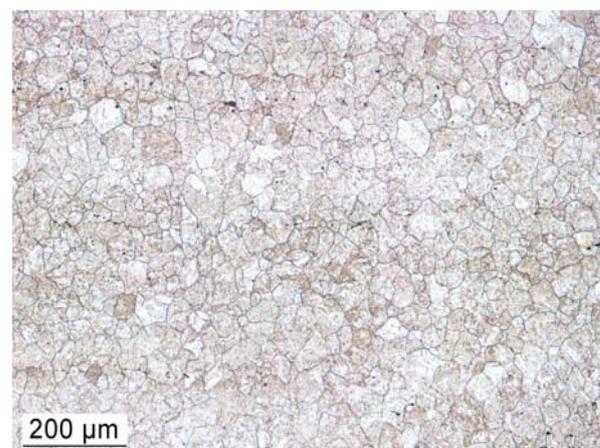


Abbildung 4-17: Ehemalige Austenitkorngrenzen, Bechet-Beaujard-Ätzung, $T_A: 1100^\circ\text{C}$, verformt

Die graphische Darstellung des Vergleichs zwischen mikrolegierter Schmelze und Industrieschmelze ist aus Abbildung 4-18 ersichtlich. Vorhandenes Mischkorn ist wiederum an der aufgespalteten strichlierte Linie zu erkennen.

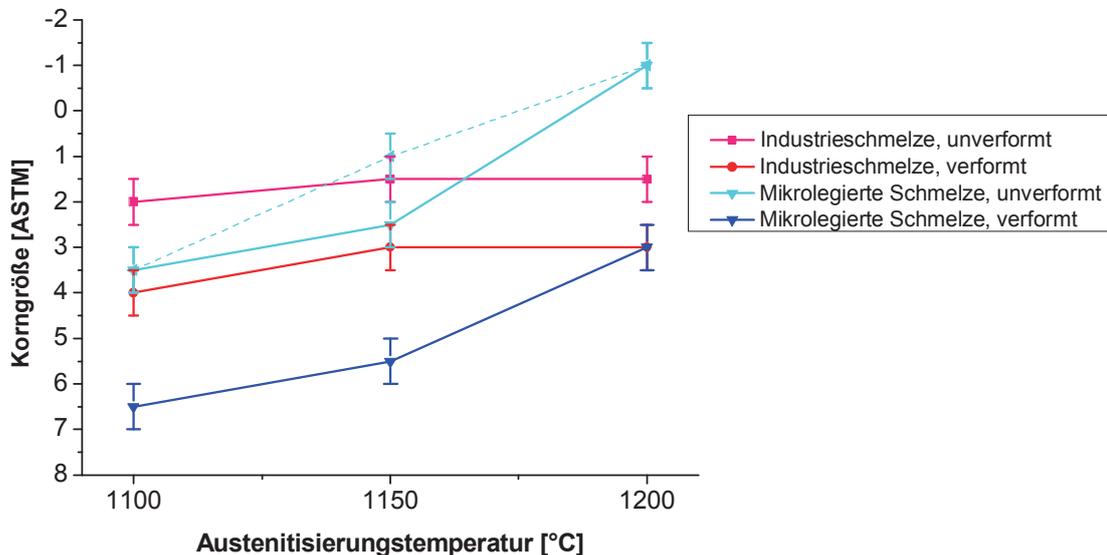


Abbildung 4-18: Einfluss von T_A und Mikrolegierung auf die Austenitkorngröße im verformten und unverformten Zustand

Aus Abbildung 4-18 ist ersichtlich, dass ähnlich wie schon beim 16MnCrB5 die kornfeinende Wirkung des Niobs vor allem im verformten Zustand deutlich zu Tage tritt, und zwar insbesondere bei Austenitierungstemperaturen $\leq 1150^\circ\text{C}$. Bei einer Temperatur von 1200°C dagegen ist hinsichtlich der Korngröße kein Unterschied mehr zwischen der mikrolegierten und der Industrieschmelze zu ersehen, was auf eine fortgeschrittene Auflösung der kornwachstumsbehindernden Niob-Ausscheidungen hindeutet.

Während im verformten Zustand die kornfeinende Wirkung des Niobs sehr ausgeprägt zu erkennen ist, zeichnet sich diese, wie auch im Fall des 16MnCrB5, im unverformten Zustand nicht so deutlich ab. Einzig bei einer Austenitierungstemperatur von 1100°C zeigt sich für den mikrolegierten Stahl ein feineres Korn. Wohingegen bei 1150°C bereits einzelne Körner auftreten die gröber sind als jene der nicht mikrolegierten Industrieschmelze, bzw. bei 1200°C das Korn der mikrolegierten Laborschmelze deutlich gröber ist. Die Tatsache, dass das Korn der mikrolegierten Schmelze, bei 1200°C gröber ist als jenes der nicht mikrolegierten Schmelze ist möglicherweise auf das mit der Auflösung der Nb-Ausscheidungen einsetzende sprunghafte Kornwachstum zurückzuführen, welches sich bei dieser Temperatur bereits in fortgeschrittenem Stadium befindet.

Generell zeigt sich also, dass vor allem bei geringeren Austenitisierungstemperaturen in der Höhe von 1100°C und 1150°C die Nb-Mikrolegierung einen signifikanten Einfluss auf die Austenitkorngroße ausübt, wohingegen bei höheren Austenitisierungstemperaturen dieser Einfluss deutlich geringer wird, bzw. nicht mehr in Erscheinung tritt.

4.4 Umwandlungsverhalten

Die Bestimmung der Gleichgewichtstemperaturen erfolgte durch Auswertung von Längenänderungs-Temperatur-Kurven wobei die Proben linear innerhalb von 6 Stunden auf 1000°C erwärmt wurden.

Um weiters den Einfluss des Niobs auf das Umwandlungsverhalten während der Abkühlung aufzuzeigen, erfolgte die Bestimmung der Umwandlungspunkte anhand der Abkühlkurven jener Versuchsserie, innerhalb welcher die Walzbedingungen simuliert wurden (vgl. Abbildung 3-5, Kapitel 3.6.1).

4.4.1 Umwandlungsverhalten 16 MnCrB5

Die Ac_1 und Ac_3 Temperaturen, die durch die Auswertung der Längenänderungs-Temperatur-Zeit-Kurven bestimmt wurden, sind in Tabelle 4-11 zusammengefasst.

Tabelle 4-11: Mittels Dilatometrie ermittelte Gleichgewichtstemperaturen (16 MnCrB5)

Schmelze	Ac_1 [°C]	Ac_3 [°C]
Industrieschmelze 16 MnCrB5	742.1	833.3
Referenzlaborschmelze 1	745.6	849
Mikrolegierte Laborschmelze 2	744.4	856.2

Hinsichtlich der Ac_1 Temperaturen ergaben sich zwischen den einzelnen Schmelzen keine markanten Unterschiede. Die erhöhten Ac_3 Temperaturen der Laborschmelzen könnten auf die im Unterschied zur Industrieschmelze geringeren Kohlenstoff-Gehalte (vgl. Kapitel 4.2) zurückzuführen sein.

Wie bereits erwähnt, wurden weiters die Abkühlkurven der 3-stufigen Umformversuche, im Rahmen derer die Proben innerhalb von 2 Stunden exponentiell (natürlich) abgekühlt wurden, herangezogen, um den Einfluss des Niobs auf das Umwandlungsverhalten im Anschluss an die Verformung aufzuzeigen. Um die dabei

vorherrschenden Abkühlbedingungen zu veranschaulichen, wurde auf ein bereits bestehendes Zeit-Temperatur-Umwandlungs-Schaubild für den Stahl 16MnCrB5 zurückgegriffen und die im Versuch verwendete Abkühlkurve darin rot eingezeichnet (Abbildung 4-19). Beachtet werden muss jedoch, dass die im Versuch (vgl. Abbildung 3-5) verwendeten Austenitisierungstemperaturen über jener von 920°C liegen, die für die Erstellung dieses Diagramms verwendet wurde. Es ergibt sich somit hinsichtlich Homogenität, Korngröße, Fehlstellendichte und –anordnung ein anderer Austenitzustand. Da die Abbildung jedoch in erster Linie die Tendenzen des sich bildenden Gefüges und der Umwandlungstemperaturen aufzeigen soll, bzw. da die Triebkraft zur Umwandlung erst mit Unterschreiten der A_{c3} Temperatur wirksam wird, wurde es als zulässig befunden, die Abkühlkurve des 3-stufigen Umformversuches ausgehend vom Zeitpunkt, bei welchem die Austenitisierungstemperatur (920°C) des verwendeten ZTU-Diagramms erreicht wird heranzuziehen und in das bereits vorhandene Diagramm einzuzeichnen.

Es zeigt sich anhand Abbildung 4-19, dass aufgrund der geringen Abkühlgeschwindigkeit ein rein ferritisch-perlitisches Gefüge mit ca. 75% Ferrit zu erwarten ist.

Temperatur [°C]

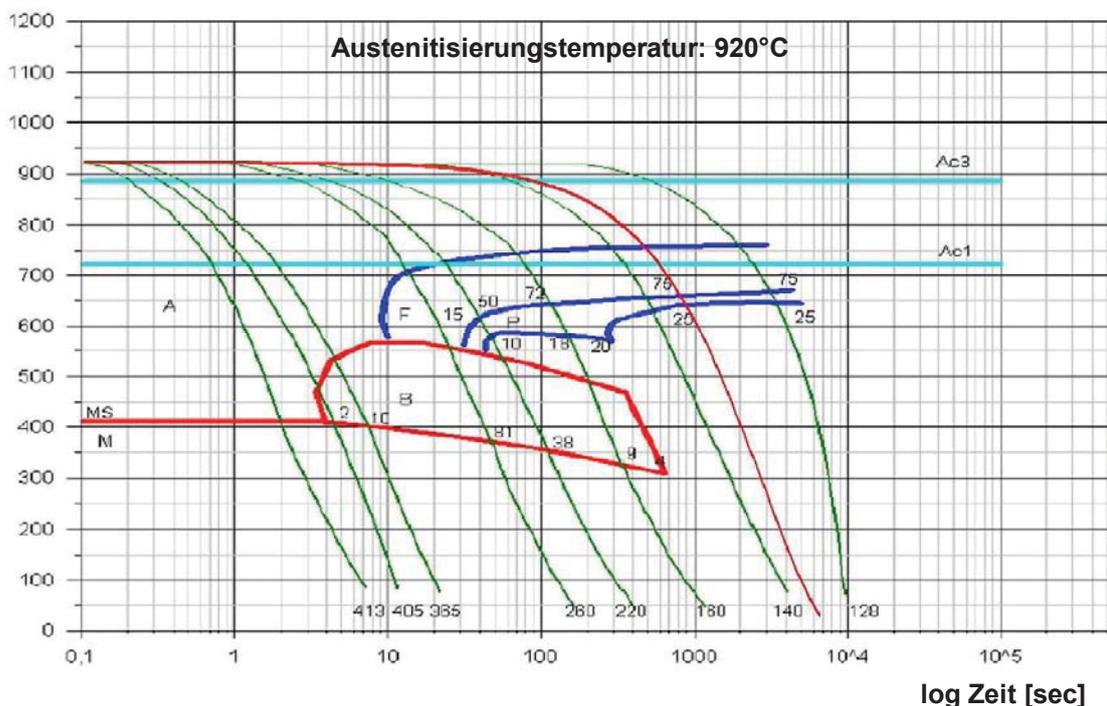


Abbildung 4-19: ZTU Schaubild für 16 MnCrB5 [62]

Die ermittelten Umwandlungstemperaturen beim Abkühlen, die hinsichtlich Umwandlungsstarttemperatur/zeit und Umwandlungsendtemperatur/zeit bestimmt wurden, sind in Tabelle 4-12 dargestellt.

Tabelle 4-12: Umwandlungstemperaturen und -zeiten beim Abkühlen (16MnCrB5)

Charge	T _{Austenitisierung}	Umwandlungsbeginn		Umwandlungsende	
		[°C]	[sec]	[°C]	[sec]
Industrieschmelze 16MnCrB5	1200	726.5	701	607.6	1230
	1150	742,9	498	618.5	1053
	1100	711.8	482	585.4	1089
Referenz(labor)schmelze 1	1200	734.5	667	606.0	1236
	1150	753.8	455	609.2	1097
	1100	763.4	266	626.6	876
Mikrolegierte Laborschmelze2	1200	740.1	646	585.5	1339
	1150	759.2	432	595.0	1170
	1100	766.2	254	614.7	936

Generell werden während des langsamen Abkühlens aus dem Austenitbereich unterhalb der A_{C3} Temperatur Ferritkeime gebildet, wobei im unverformten Austenit Korngrenzen als bevorzugte Keimbildungsstellen dienen. Bedingt durch die Verformung wird der Umwandlungsbeginn zu höheren Temperaturen und kürzeren Zeiten verschoben. Bevorzugte Keimbildungsstellen sind wiederum die Korngrenzen der verformten Austenitkörner, als auch stark verformte Bereiche in der Nähe der Korngrenzen. Bei nicht sehr stark verformtem grobem Austenit kommen noch zusätzliche Keimbildungsstellen wie Grenzflächen von Verformungsbändern oder auch Stellen im Korninneren wie Einschlüsse als Keimbildungsstellen in Frage. In welchem Ausmaß diese weniger günstigen Keimbildungsstellen im Korninneren zum Tragen kommen, ist in erster Linie davon abhängig, wie stark die Keimbildung an den Austenitkorngrenzen behindert ist, zum Beispiel durch eine geringe Verformung des Austenits oder auch durch die Stabilisierung des Austenits mit Mn oder B [63]. Durch ein Absenken der Austenitisierungstemperatur bzw. der Umformtemperatur wird der Umwandlungsbeginn ebenfalls zu kürzeren Zeiten und höheren Temperaturen verschoben, ein Trend, der auch aus Tabelle 4-12 ersichtlich ist. Dies ist einerseits auf die begünstigte Ferritkeimbildung durch die größere Verformungsenergie zurückzuführen, die in die Austenitstruktur während der Deformation (in Form einer höheren Versetzungsdichte) eingebracht wird und bei nicht vollständiger Rekristallisation gespeichert bleibt [64], andererseits in der kleineren Austenitkorngroße und der damit verbundenen größeren Anzahl an Keimbildungsstellen für die Ferritkeimbildung begründet. Letztere führen zu einer Verkleinerung der Summe von Grenzflächen, die der Ferritkeim bei seiner Entstehung schaffen muss.

Einziger „Ausreißer“ in Tabelle 4-12 ist lediglich die Industrieschmelze, die bei einer Austenitisierungstemperatur von 1100°C bei niedrigerer Temperatur umwandelt als

jene Proben die bei 1150 und 1200°C austenitisiert wurden. Im Rahmen der Arbeit konnte hierfür keine Erklärung gefunden werden.

Im Vergleich zur Referenzschmelze zeigt sich, dass der mikrolegierte Stahl dazu neigt, bei noch höherer Temperatur und noch kürzerer Zeit mit der Umwandlung zu beginnen. Dies stimmt auch mit Angaben aus der Literatur [65] überein, wonach ausgeschiedene Niobkarbide, die Ferritkeimbildung beschleunigen und demnach den Umwandlungsbeginn zu kürzeren Zeiten verschieben. Zu beachten ist jedoch auch, dass im Fall des mikrolegierten Stahles die Umwandlung - verglichen mit der Referenz(labor)schmelze - erst zu einem späteren Zeitpunkt beendet ist. Eine mögliche Erklärung dafür ist, dass ein Teil des Niobs noch gelöst vorlag, da Niob im gelösten Zustand an die γ/α Grenzflächen segregiert und die Wachstumsrate des Ferrits verzögert [66] und somit die Zeit, die für die Umwandlung benötigt wird, verlängert.

4.4.2 Umwandlungsverhalten 50CrV4

Die Ac_1 und Ac_3 Temperaturen, die durch die Auswertung der Längenänderungs-Temperatur-Zeit-Kurven bestimmt wurden, sind in Tabelle 4-13 aufgelistet.

Tabelle 4-13: Mittels Dilatometrie ermittelte Gleichgewichtstemperaturen (50CrV4)

Schmelze	Ac_1 [°C]	Ac_3 [°C]
Industrieschmelze 50CrV4	737.1	783.1
Referenz(labor)schmelze 3	748.2	782.1
Mikrolegierte Laborschmelze 4	747.4	782.9

Es zeigt sich, dass hinsichtlich der A_c Temperaturen nahezu kein Unterschied zwischen den beiden Laborschmelzen auftritt. Einzig die Industrieschmelze weist eine niedrigere Ac_1 Temperatur als die beiden Laborschmelzen auf. Eine mögliche Erklärung ist der etwas höhere Mn-Gehalt der Industrieschmelze im Vergleich zu den Laborschmelzen, der zu einem Absenken der Umwandlungstemperatur führt. Da jedoch der Mn-Gehalt der Referenz(labor)schmelze nur unwesentlich geringer ist als jener der Industrieschmelze, scheint es fraglich, ob darin die Beantwortung des Phänomens zu finden ist. Eher scheint es wahrscheinlich, dass trotz der einheitlichen Normalisierung der Proben vor der Versuchsdurchführung aufgrund der unterschiedlichen Vorgeschichte der Industrie- und Laborschmelzen (vor dem Ausschmieden des Probenmaterials wurde die Industrieschmelze bereits ausgewalzt, wohingegen die Laborschmelzen vor dem Schmieden nicht verformt

wurden) ein Unterschied im Gefügestand vorlag, der zu einer rascheren Umwandlung führte.

Wie schon im Fall des 16 MnCrB5 wurde auch für den 50CrV4 auf ein vorhandenes ZTU-Schaubild zurückgegriffen und die zur Bestimmung des Umwandlungsverhaltens verwendete Abkühlkurve darin eingezeichnet (rote Kurve in Abbildung 4-20). Als Endgefüge ist Ferrit-Perlit zu erwarten, wobei anhand Abbildung 4-20 jedoch ersichtlich ist, dass aufgrund des hohen Kohlenstoffgehaltes der Ferritanteil nur in der Größenordnung von rund 2% liegt.

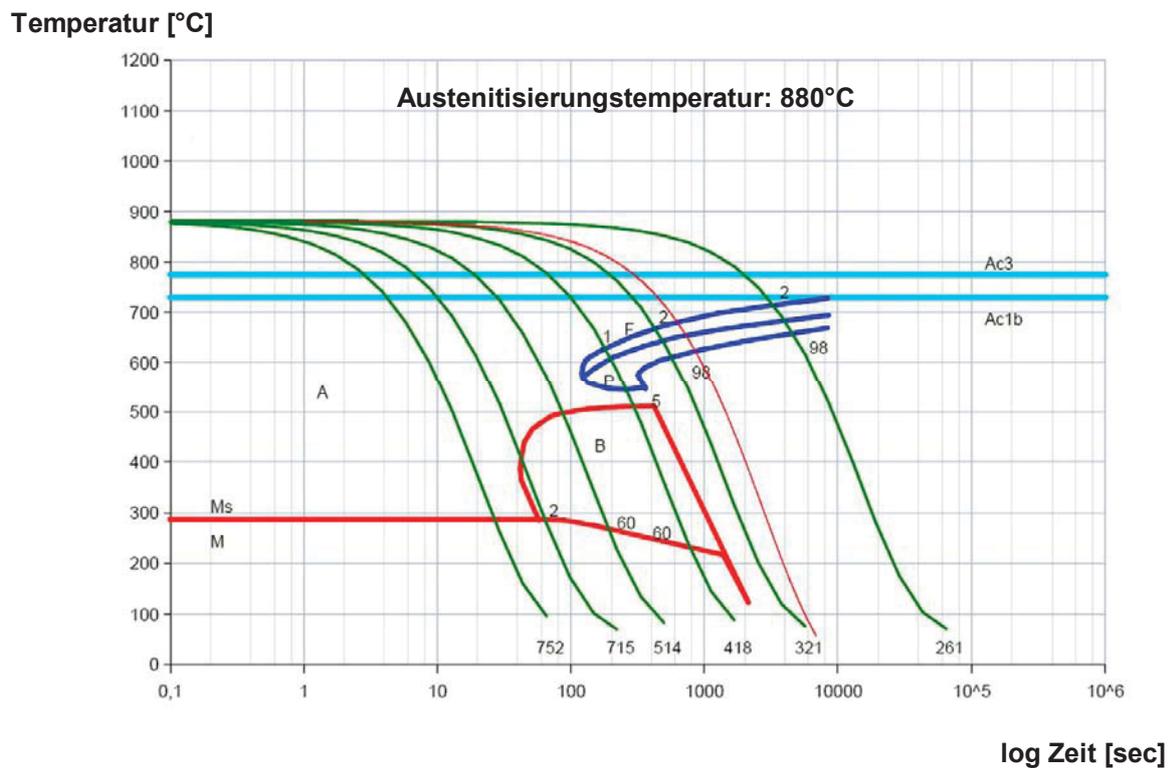


Abbildung 4-20: ZTU-Schaubild für 50CrV4 [67]

Die ermittelten Umwandlungstemperaturen und Zeiten beim Abkühlen sind in Tabelle 4-14 zusammengefasst.

Tabelle 4-14: Umwandlungstemperaturen und -zeiten beim Abkühlen (50CrV4)

Charge	T _{Austenitisierung}	Umwandlungsbeginn		Umwandlungsende	
		[°C]	[sec]	[°C]	[sec]
Industrieschmelze 50CrV4	1200	644.3	922	548.3	1402
	1150	654.1	748	583.0	1096
	1100	676.9	504	618.3	784
Referen(labor)schmelze 3	1200	653.6	880	575.1	1258
	1150	662.8	708	583.1	1098
	1100	688.7	452	617.6	788
Mikrolegierte Laborschmelze 4	1200	656.8	863	540.5	1444
	1150	684.5	612	584	1093
	1100	693.6	430	619.7	777

Wie schon in Kapitel 4.4.1 für den 16 MnCrB5 beschrieben, weist auch der 50CrV4 mit zunehmender Austenitisierungstemperatur eine Verschiebung der Umwandlung zu niedrigeren Temperaturen und längeren Zeiten hin auf.

Der Vergleich „mikrolegiert – nicht mikrolegiert“ zeigt wiederum, dass durch die Mikrolegierung der Umwandlungsbeginn zu höheren Temperaturen und kürzeren Zeiten hin verschoben wurde. Hinsichtlich des Umwandlungsendes zeigt sich, dass vor allem die mikrolegierte Schmelze, die bei 1200°C austenitisiert wurde, erst bei sehr niedriger Temperatur bzw. nach verhältnismäßig langer Zeit die Umwandlung abgeschlossen hat. Dies ist ein Hinweis darauf, dass bei dieser Temperatur ein Teil des Niobs in gelöster Form vorlag und somit zu einer Verminderung der Wachstumsrate des Perlits (Ferrits) führte [66].

4.5 Sekundärgefüge nach erfolgter Umformung

Zur Beurteilung des Einflusses der Umformtemperatur und der Mikrolegierung auf die Sekundärkorngröße (Perlit-Ferrit-Korngröße) erfolgte die Umformung und anschließende Abkühlung der Proben, wie schon im experimentellen Teil beschrieben, anhand der Parameter in Abbildung 3-5, die in angenäherter Form den Temperaturverlauf eines industriellen Walzprozesses darstellen. Dabei wurden die Proben, wie auch bei den Versuchen zur Ermittlung der Austenitkorngröße in Kapitel 4.3, innerhalb von 5 Minuten auf 3 unterschiedliche Austenitisierungstemperaturen (1200°C, 1150°C und 1100°C) erwärmt, 20 Minuten gehalten, anschließend in 3 Schritten verformt und im Anschluss an den letzten Umformschritt innerhalb von 2 Stunden abgekühlt. Zwischen dem 1 und 2 Umformschritt bestand dabei eine Temperaturdifferenz von 100°C (Abkühlgeschwindigkeit: 8°C/Sekunde) bzw. zwischen 2 und 3 Umformschritt wiederum eine Temperaturdifferenz von 100°C (Abkühlgeschwindigkeit 5°C/Sekunde), sodass der 3 und letzte Umformschritt 200°C unterhalb der Austenitisierungstemperatur lag (vgl. Abbildung 3-5). Das dabei vorliegende Gefüge widerspiegelt somit auf Basis des im Dilatometer simulierten Walzprozesses den Endzustand wie er nach dem Walzen vorliegt.

Zusätzlich erfolgte wie schon in Kapitel 3.6.1 beschrieben für den Zustand bei einer Austenitisierungstemperatur von 1200°C Dilatometerversuche ohne Umformung.

4.5.1 Sekundärkorngröße 16MnCrB5

Die ermittelten Sekundärkorngrößen der Referenzlaborschmelze im Vergleich zur mikrolegierten Schmelze sind in Tabelle 4-15 dargestellt. Das Gefüge besteht wie schon aus dem ZTU-Diagramm in Kapitel 4.4.1 hervorgeht, aus Ferrit-Perlit, wobei ca. 65 % an Ferrit vorhanden sind und der Rest aus Perlit besteht. Um den Vergleich zwischen Referenz(labor)schmelze und mikrolegierter Laborschmelze zu veranschaulichen, sind die Gefügebilder der beiden Schmelzen repräsentativ für die Austenitisierungstemperaturen von 1150°C und 1200°C in den Abbildungen 4-21 bis 4-24 einander gegenübergestellt.

Tabelle 4-15: Ferrit-Perlit-Korngrößen des ferritisch-perlitischen Gefüges (16 MnCrB 5)

16 MnCrB 5		
Austenitisierungstemperatur	Ferrit-Perlit-Korngröße (ASTM)	
	Referenz(labor)schmelze	Mikrolegierte Laborschmelze
1200°C	6	7
1150°C	6 - 7	8
1100°C	7 - 8	9

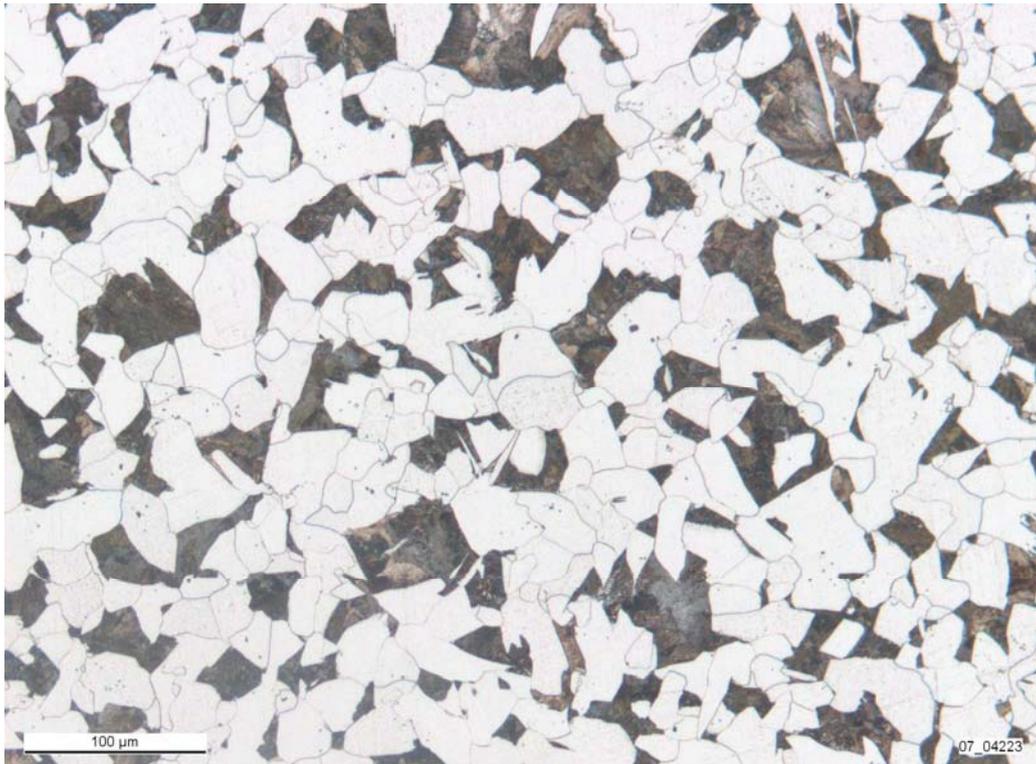


Abbildung 4-21: Ferritisch-Perlitisches Gefüge der Referenzlaborschmelze 16MnCrB5, 3% HNO₃-Ätzung, Austenitisierungstemperatur 1200°C, (64,9%Ferrit)

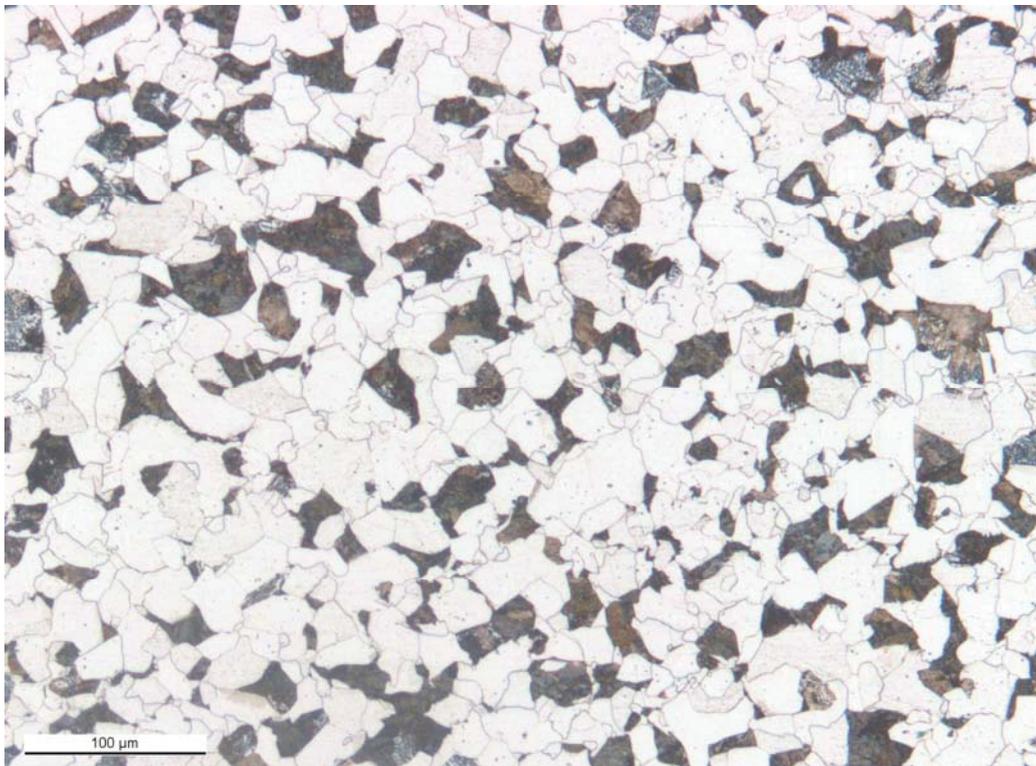


Abbildung 4-22: Ferritisch-Perlitisches Gefüge der mikrolegierten Schmelze 16MnCrB5, 3% HNO₃-Ätzung, Austenitisierungstemperatur 1200°C, (64,6%Ferrit)

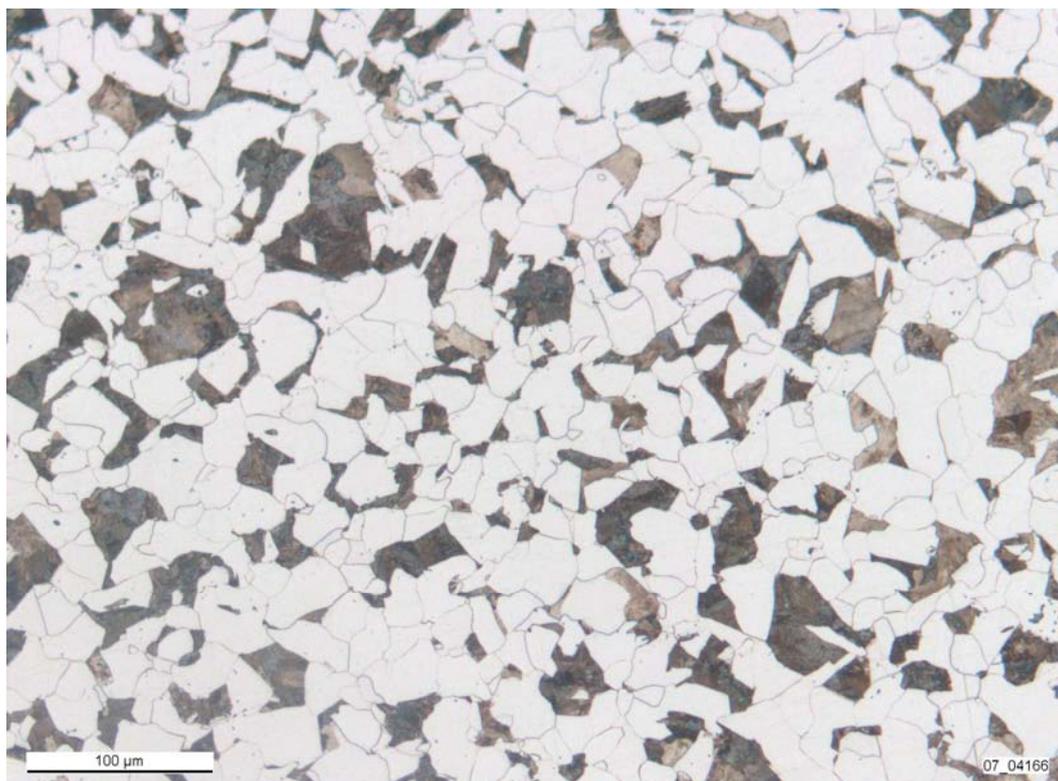


Abbildung 4-23: Ferritisch-Perlitisches Gefüge der Referenzlaborschmelze 16MnCrB5, 3% HNO₃-Ätzung, Austenitisierungstemperatur 1100°C, (67,1% Ferrit)

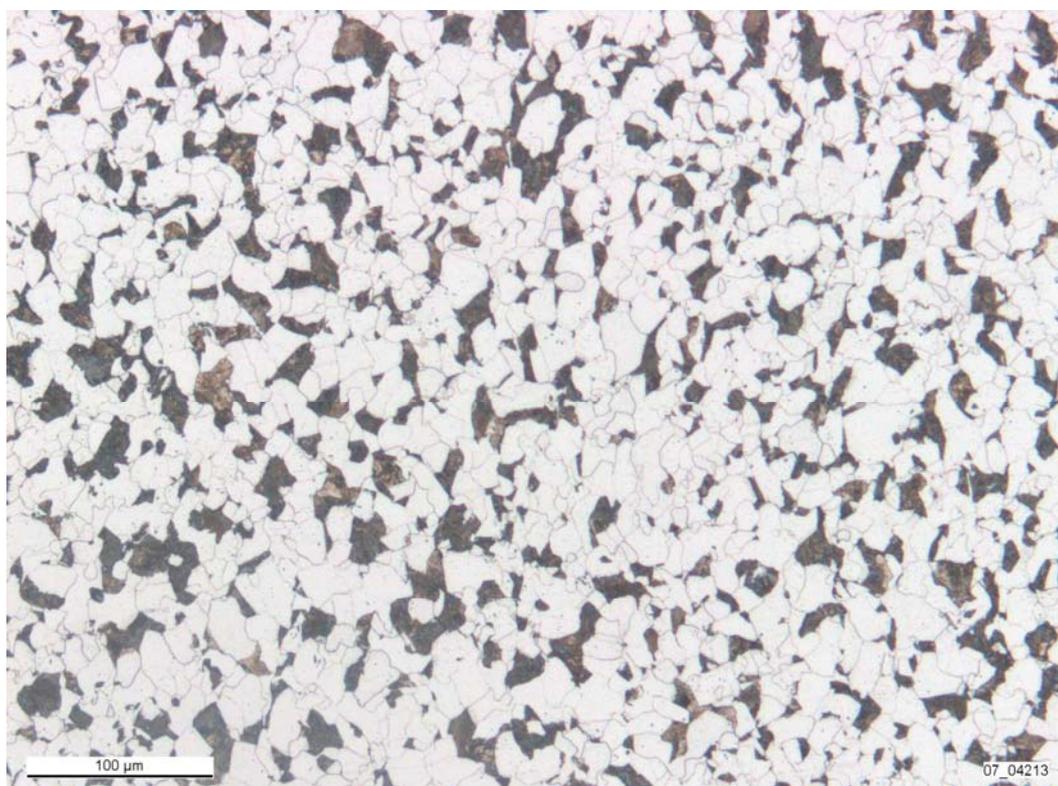


Abbildung 4-24: Ferritisch-Perlitisches Gefüge der mikrolegierten Schmelze 16MnCrB5, 3% HNO₃-Ätzung, Austenitisierungstemperatur 1100°C, (63,1% Ferrit)

Der Vergleich der beiden Schmelzen bezüglich der Sekundärkorngröße des ferritisch-perlitischen Gefüges, der auch anhand Abbildung 4-25 deutlich wird, zeigt das mit abnehmender Austenitisierungs- bzw. Umformtemperatur immer feiner werdende Sekundärkorn. Dies ist darauf zurückzuführen, dass einerseits mit abnehmender Austenitisierungstemperatur ein feineres Austenitkorn für die Umwandlung zur Verfügung steht und andererseits bei einer Endverformung in einem Temperaturbereich, bei welchem keine oder nur mehr teilweise Rekristallisation erfolgen kann, die Austenitkörner sehr stark verformt und gestreckt werden, womit die Korngrenzenfläche und die damit verbundene Zahl der in Frage kommenden Ferritkeimbildungsstellen sehr groß ist. Daraus resultiert die Ausbildung eines feinen Umwandlungsgefüges.

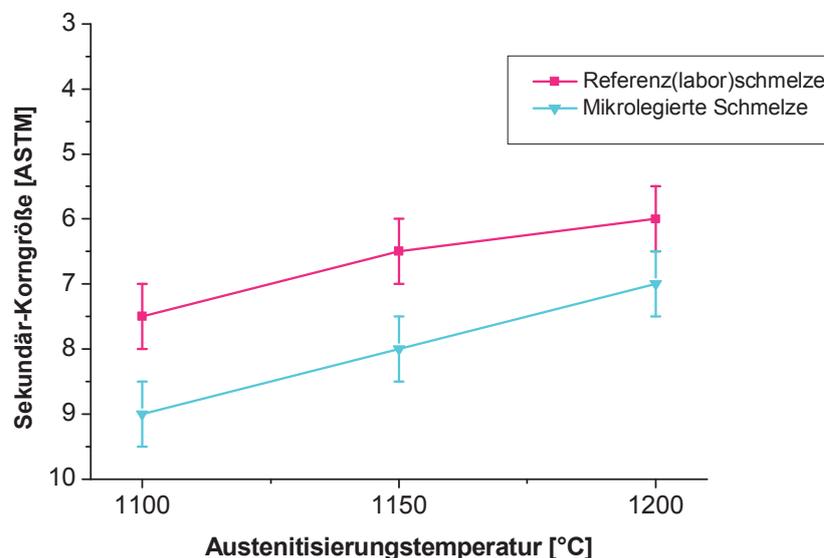


Abbildung 4-25: Einfluss der Nb-Mikrolegierung auf die Korngröße des ferritisch-perlitischen Gefüges bei unterschiedlichen Austenitisierungstemperaturen (16MnCrB5)

Wie Abbildung 4-25 weiters zeigt, ist der Einfluss der Mikrolegierung sehr ausgeprägt. Im Gegensatz zur in Kapitel 4.3.1 beschriebenen Austenitkorngröße, zeigt sich, dass die kornfeinende Wirkung, bezogen auf das Sekundärgefüge, auch bei hohen Austenitisierungstemperaturen von 1200°C noch deutlicher erkennbar ist. Dies ist ein Hinweis darauf, dass bei 1200°C hinreichend Niob gelöst wurde, um während der Deformation verformungsinduziert ausgeschieden zu werden und damit die Rekristallisation zu verzögern, ein Effekt, der in der Literatur (z.B. [4,5,9,14,68]) hinreichend dokumentiert ist. Prinzipiell erklärt sich die komplexe Wirkung der Teilchen durch ihren Einfluss auf die Versetzungsstruktur, auf die Erholung und die Korngrenzenbewegung. Es bildet sich dabei eine inhomogene Versetzungsstruktur

um die Teilchen aus. Bei groben Teilchen kann dadurch die Keimbildung erleichtert werden (Teilchen-stimulierte Rekristallisation). Kleine fein verteilte Ausscheidungen dagegen behindern stark die Versetzungsbewegung und die Korngrenzenwanderung, wobei die Beeinflussung der Korngrenzenbewegung über die bereits in Kapitel 2.1.5 beschriebene Zener-Kraft [31] erfolgt. Bei fein verteilten Teilchen kann diese rücktreibende Kraft die Rekristallisation erheblich behindern. Nb verzögert dabei die dynamische und die statische Rekristallisation, dies resultiert in der Erhöhung des kritischen Umformgrades und in einer Verschiebung der statischen Rekristallisation zu längeren Zeiten. Vorgreifend sei allerdings auf die Ergebnisse in Kapitel „4.7.1 Ausscheidungsverhalten 16MnCrB5“ verwiesen. Darin zeigt sich, dass durch die REM und TEM Untersuchungen keine feinen Niob-Ausscheidungen entlang von Korngrenzen - die ein Charakteristikum für die verformungsinduzierte Ausscheidung darstellen – festgestellt werden konnten. Zur genauen Abklärung des Mechanismus wären jedoch zusätzliche Untersuchungen zum Ausscheidungsverhalten an unverformten Proben notwendig, die jedoch den Rahmen der Diplomarbeit sprengen würden.

Nichtsdestotrotz ist an Proben, die bei einer Austenitisierungstemperatur von 1200°C das selbe Temperaturprogramm im Dilatometer - allerdings ohne Verformung – durchliefen, wie jene Proben an denen die Walzbedingungen simuliert wurden (vgl. Abbildung 3-5) ersichtlich, dass sich diese hinsichtlich ihrer Sekundärkorngröße nahezu nicht unterscheiden bzw. dass die mikrolegierte Schmelze im unverformten Zustand teilweise sogar ein etwas gröberes Sekundärkorn (ASTM 5-6, teilweise ASTM 4) aufweist als die Referenzschmelze (ASTM 5-6). Die Proben der mikrolegierten Schmelze, an denen die Walzbedingungen simuliert wurden, zeigen auch bei einer Austenitisierungstemperatur von 1200°C noch ein feineres Sekundärkorn als die Referenzschmelze (vgl. Abbildung 4-25). Dies deutet darauf hin, dass sich die Wirkung der Nb-Mikrolegierung nicht ausschließlich auf die Behinderung des Austenitkornwachstums beschränkt. Vielmehr ist ein wechselseitiger Einfluss zwischen der Mikrolegierung und der Verformung augenscheinlich. Wenngleich dieser, aufgrund nur teilweise vorhandener Korngrenzenausscheidungen (vgl. Kapitel 4.7.1), nur bedingt durch die verformungsinduzierte Ausscheidung von Nb(C,N) erklärbar ist.

Somit zeigt sich, dass durch die Niob-Mikrolegierung, vor allem in Kombination mit einer abgesenkten Umformtemperatur, ein sehr feines Korn erzielt werden kann. Die Wirkung der Nb-Mikrolegierung tritt dabei in erster Linie durch die Behinderung des Austenitkornwachstums in Erscheinung. Dies lässt sich auch mit den Ergebnissen aus den Untersuchungen zum Ausscheidungsverhalten erklären (vgl. Kapitel 4.7.1),

wo eine große Anzahl relativ grober (~100nm) Niobausscheidungen detektiert werden konnte, welche im unaufgelösten Zustand das Kornwachstum während der Austenitisierung behindern. Aus der Literatur [6] zeigt sich, dass Ausscheidungen in dieser Größenordnung effektiv das Austenitkornwachstum behindern.

Da sich im Vergleich zur Referenz(labor)schmelze die Industrieschmelze hinsichtlich der Sekundärkorngröße nahezu nicht unterscheidet, wurde auf ihre Darstellung verzichtet. Einzig aufgrund des höheren Kohlenstoffgehaltes der Industrieschmelze ist der Anteil an Ferrit mit ca. 58% etwas geringer als im Vergleich zu den Laborschmelzen.

4.5.1.1 Härte des Sekundärgefüges

Die Mittelwerte der gemessenen Härtewerte für die jeweiligen Austenitisierungstemperaturen sind in Tabelle 4-16 dargestellt.

Tabelle 4-16: Anhand des Sekundärgefüges ermittelte Härtewerte nach Vickers in Abhängigkeit der Austenitisierungstemperatur (16MnCrB5)

Härte 16MnCrB5		
Austenitisierungstemperatur [°C]	Härte [HV10]	
	Referenzschmelze	Mikrolegierte Schmelze
1200	137,5	201,3
1150	132,3	159,7
1100	131,3	156

Es zeigt sich, dass mit abnehmender Austenitisierungstemperatur auch die Härte abnimmt. Ein Effekt, der indirekt auf das mit zunehmender Austenitisierungstemperatur gröbere Austenitkorn zurückzuführen ist. Bei gleich bleibenden Abkühlbedingungen werden dabei die Umwandlungspunkte zu längeren Zeiten hin verschoben, womit die Abkühlkurve ein Gebiet mit größerer Unterkühlung durchläuft und somit einen geringeren Perlit-Lamellen-Abstand zur Ursache hat. Der wiederum nach dem modifizierten Hall-Petch-Gesetz (4-1) zu einer erhöhten Festigkeit führt.

$$\sigma = \sigma_0 + \frac{K}{\sqrt{\lambda}} \quad (4-1)$$

σ_0 ist dabei die Reibungsspannung, K eine Konstante und λ der Lamellenabstand.

Der Zusammenhang zwischen Sekundärkorngröße und Härte für die Referenzlaborschmelze und mikrolegierter Schmelze ist graphisch in Abbildung 4-26 veranschaulicht.

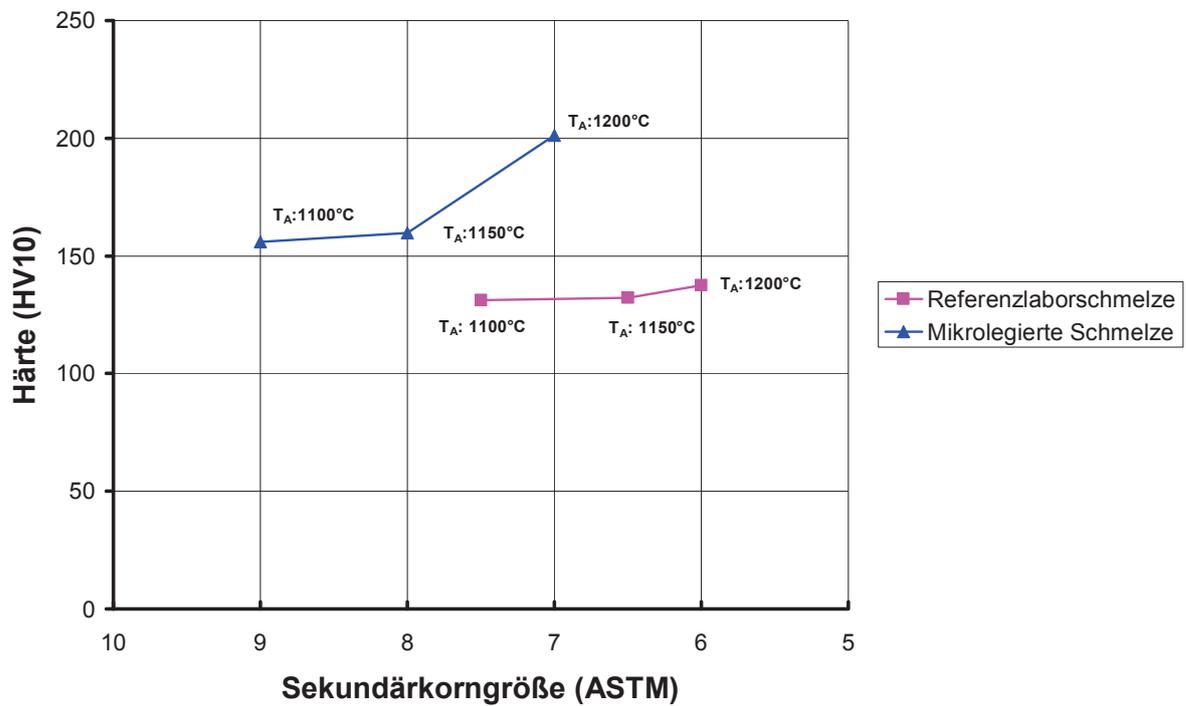


Abbildung 4-26: Härte in Abhängigkeit der Sekundärkorngröße und der Austenitierungstemperatur (16MnCrB5)

Aus Abbildung 4-26 geht hervor, dass die mikrolegierte Schmelze auf Basis des feineren Kornes eine wesentlich höhere Härte als die Referenzlaborschmelze aufweist. Weiters ist die mit steigender Austenitierungstemperatur zunehmende Härte ersichtlich. Diese ist auf den bereits beschriebenen geringeren Lamellenabstandes des Perlites zurückzuführen.

4.5.2 Sekundärkorngröße 50CrV4

Bedingt durch die bereits bei der Austenitkorngröße beschriebene Problematik des relativ hohen Al-Gehaltes der Referenz(labor)schmelze wurde auch im Fall der Sekundärkorngrößen zum unmittelbaren Vergleich „mikrolegiert-nicht mikrolegiert“ die Industrieschmelze und die mikrolegierte Laborschmelze 4 herangezogen. Dieser ist in Tabelle 4-17 dargestellt.

Tabelle 4-17: Perlit-Korngrößen des (ferritisch-)perlitisches Gefüges (50CrV4)

50 CrV 4		
Austenitisierungstemperatur	Perlit-Korngröße (ASTM)	
	Industrieschmelze	Mikrolegierte Laborschmelze
1200°C	5	7
1150°C	5 - 6	9
1100°C	6 - 7	9

Zur Illustration sind wiederum in den Abbildungen 4-27 bis 4-30 repräsentative Gefügebilder der Industrie- und der mikrolegierten Laborschmelze bei den Austenitisierungstemperaturen 1200°C und 1100°C zu sehen. Aufgrund des hohen Perlitanteils, der im Fall der Industrieschmelze nahezu 99% einnimmt und im Falle der Laborschmelze 98% des Gefüges einnimmt, ist der Unterschied hinsichtlich der Korngröße optisch schwieriger zu beurteilen als beim 16MnCrB5. Nichtsdestotrotz ist es auch anhand der Gefügebilder möglich, die Tendenz bzw. den Unterschied zwischen mikrolegiert und nicht mikrolegiert deutlich zu erkennen. Der erhöhte Anteil an Korngrenzenferrit der Laborschmelze ist auf den im Vergleich zur Industrieschmelze geringeren C-Gehalt zurückzuführen.

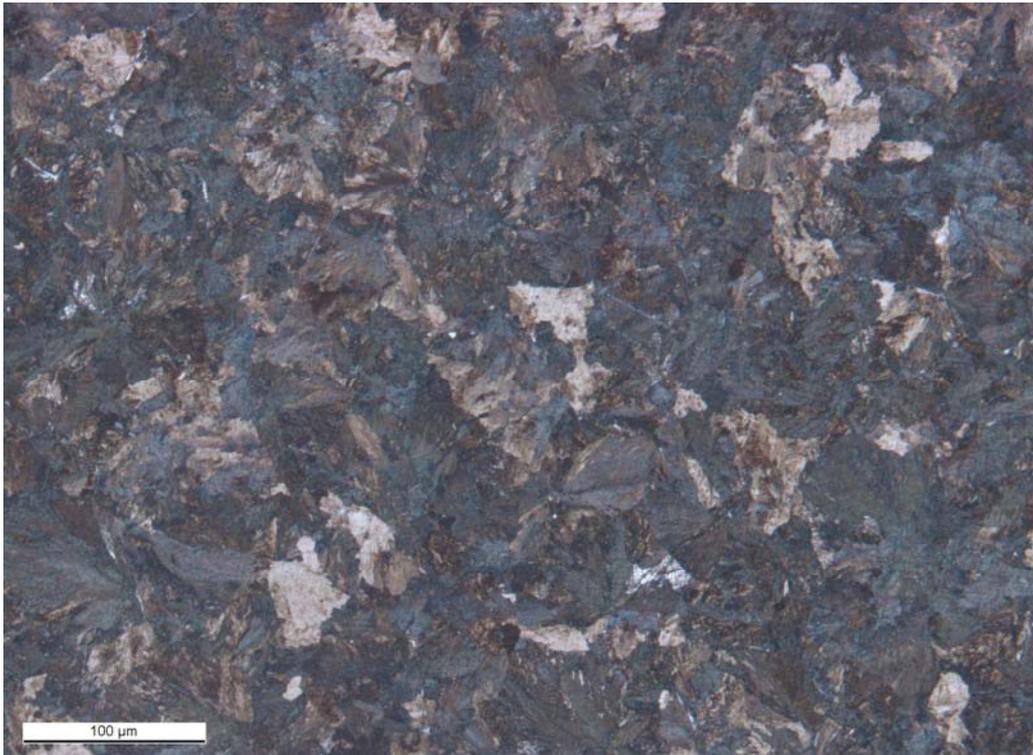


Abbildung 4-27: Perlitisches Gefüge der Industrieschmelze 50CrV4, 3% HNO₃-Ätzung, Austenitisierungstemperatur 1200°C, (0.4% Ferrit)

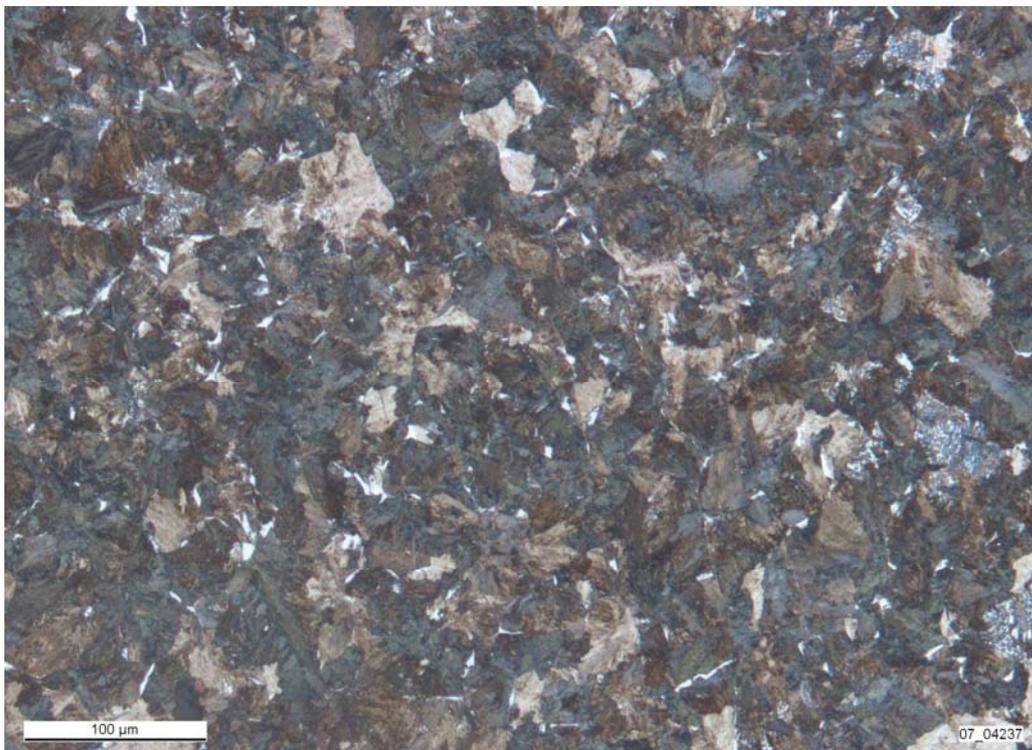


Abbildung 4-28: Perlitisches (ferritisches) Gefüge der mikrolegierten Laborschmelze 50CrV4, 3% HNO₃-Ätzung, Austenitisierungstemperatur 1200°C, (1,4% Ferrit)

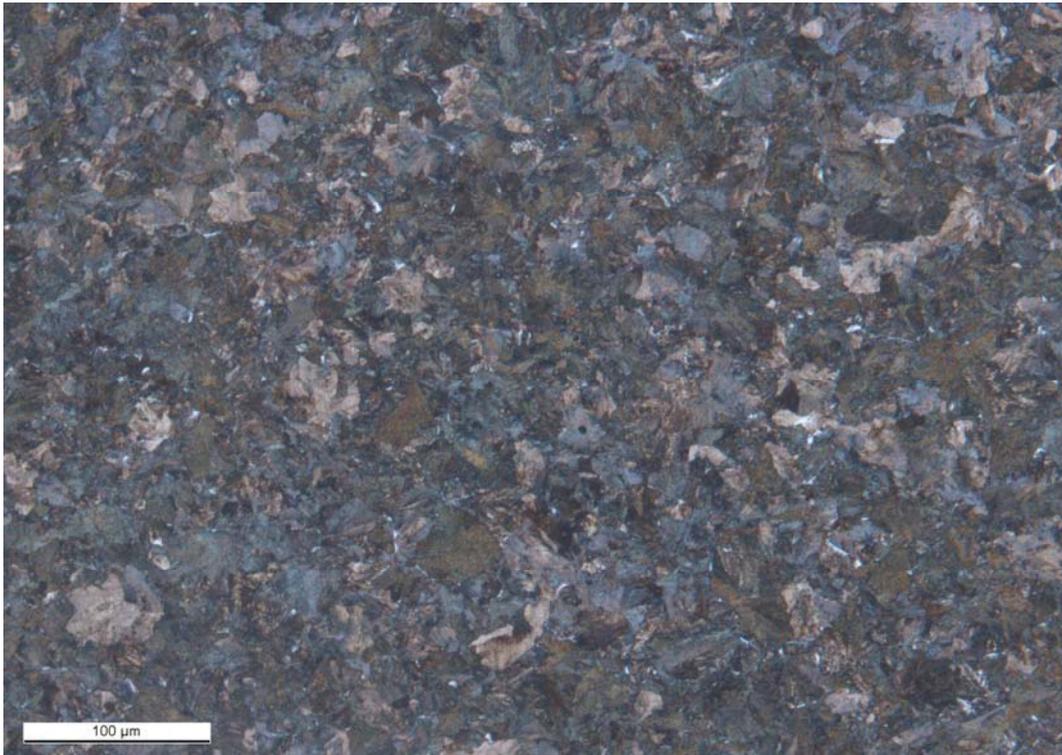


Abbildung 4-29: Perlitisches Gefüge der Industrieschmelze 50CrV4, 3% HNO₃-Ätzung, Austenitisierungstemperatur 1100°C, (0.3%Ferrit)

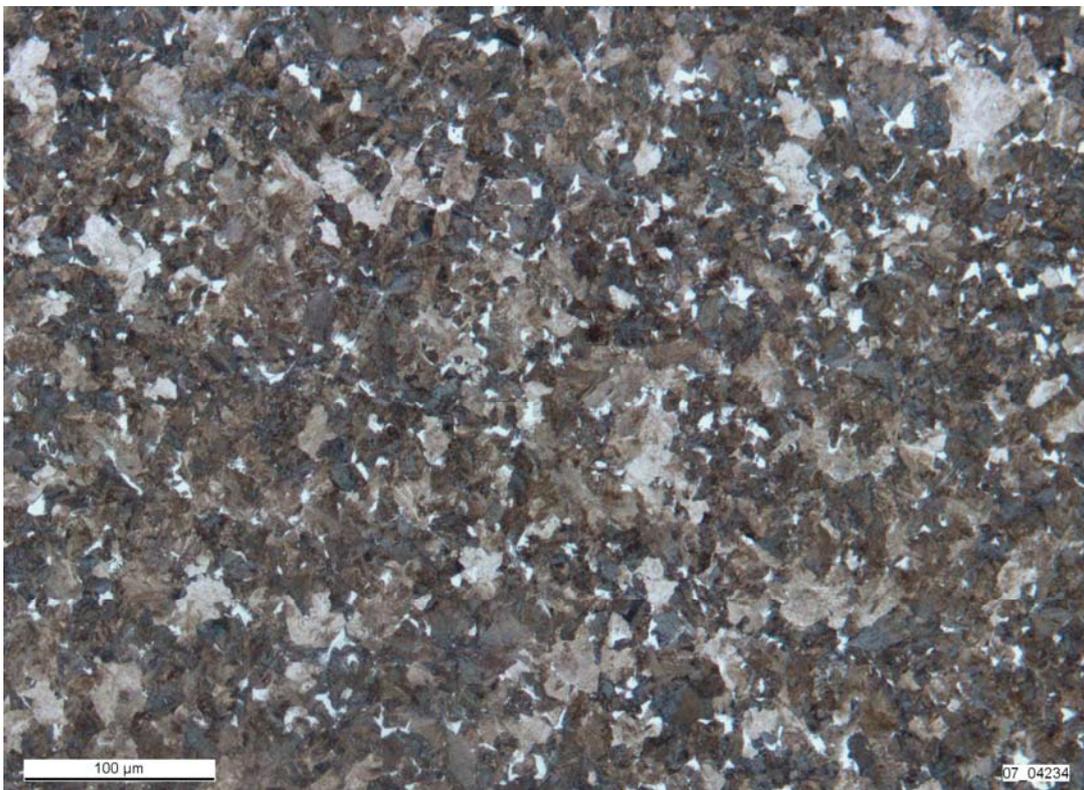


Abbildung 4-30: Perlitisches (ferritisches) Gefüge der mikrolegierten Laborschmelze 50CrV4, 3% HNO₃-Ätzung, Austenitisierungstemperatur 1100°C, (2.3%Ferrit)

Graphisch dargestellt (Abbildung 4-31) zeigt sich, dass der kornfeinende Einfluss der Nb-Mikrolegierung in sehr ausgeprägter Form vorhanden ist. Neben der kornfeinenden Wirkung des Niobs bei den Austenitisierungstemperaturen 1100°C und 1150°C, tritt der Einfluss des Niobs auch bei 1200°C deutlich zu Tage, wohingegen beim Austenitkorn bei dieser Temperatur (vgl. Kapitel 4.3.2) keine Unterschiede zwischen der Industrieschmelze und der mikrolegierten Laborschmelze mehr vorhanden waren. Im unverformten Zustand wies die mikrolegierte Schmelze sogar ein gröberes Korn auf. Dies wiederum ist ein mögliches Indiz für die verformungsinduzierte Ausscheidung gelöster Nb-Karbonitride und die damit verbundene Verzögerung der Rekristallisation. Ähnlich wie im Fall des 16MnCrB5 konnten jedoch auch beim 50CrV4 aus Untersuchungen zum Ausscheidungsverhalten (vgl. Kapitel 4.7.2) keine feinen Ausscheidungen entlang von Korngrenzen festgestellt werden.

Die Sekundärkorngröße der nicht umgeformten Proben, die bei 1200°C austenitisiert wurden (Mikrolegierte Schmelze: ASTM 5,5 gegenüber der Industrieschmelze: ASTM 5) zeigt jedoch erneut, vor allem im Vergleich zu den bei gleichen Temperaturbedingungen verformten Proben, bei welchen die mikrolegierte Schmelze eine Korngröße von ASTM 7 gegenüber der Industrieschmelze mit ASTM 5 aufwies (vgl. Abbildung 4-31), dass auch im Fall des 50CrV4 der Einfluss des Niobs nicht ausschließlich auf die Behinderung des Austenitkornwachstums beschränkt ist und insbesondere bei hohen Austenitisierungstemperaturen erst in Kombination mit einer Umformung in einem feinen Sekundärkorn resultiert.

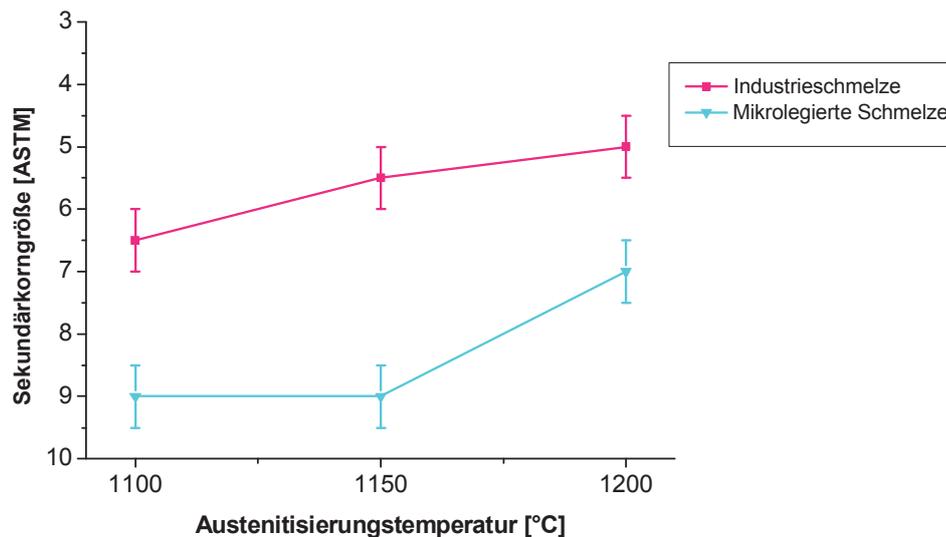


Abbildung 4-31: Einfluss der Nb-Mikrolegierung auf die Perlit-Korngröße des perlitischen-(ferritischen) Gefüges bei unterschiedlichen Austenitisierungstemperaturen (50CrV4)

Weiters ist aus Abbildung 4-31 die abnehmende Sekundärkorngröße mit sinkender Austenitisierungs- bzw. Umformtemperatur ersichtlich.

Ergänzend ist die Sekundärkorngröße der Referenz(labor)schmelze, die bedingt durch den hohen Al-Gehalt beim Vergleich in Abbildung 4-31 nicht berücksichtigt wurde, in Tabelle 4-18 dargestellt. Es zeigt sich, dass das im Austenitgebiet vorherrschende Mischkorn, bedingt durch die Verformung und der damit verbundenen Rekristallisation, nicht mehr vorhanden ist. Im Vergleich zur Industrieschmelze (vgl. Tabelle 4-17), die abgesehen vom Al-Gehalt nahezu die identische Zusammensetzung besitzt, ist vor allem bei tieferen Austenitisierungstemperaturen (1150°C und 1100°C) das Korn der Referenz(labor)schmelze etwas feiner. Dies ist auf den Einfluss des erhöhten Aluminiumgehaltes zurückzuführen. Der durch die Bildung von Al-Nitriden einen kornfeinenden Effekt ausübt [61]. Erfolgte die Austenitisierung jedoch bei 1200°C, so ist hinsichtlich der Sekundärkorngröße kein Unterschied zur Industrieschmelze ersichtlich.

Tabelle 4-18: Sekundärkorngröße der Referenz(labor)schmelze 50CrV4 in Abhängigkeit der Austenitisierungstemperatur

Sekundärkorngröße Referenz(labor)schmelze 50CrV4	
Austenitisierungstemperatur [°C]	Korngröße [ASTM]
1200	5
1150	6 - 7
1100	7 - 8

4.5.2.1 Härte des Sekundärgefüges

Die Härtewerte, die an den Dilatometerproben ermittelt wurden sind in Tabelle 4-19 dargestellt.

Tabelle 4-19: Anhand des Sekundärgefüges ermittelte Härtewerte nach Vickers in Abhängigkeit der Austenitisierungstemperatur (50CrV4)

Härte 50CrV4		
Austenitisierungstemperatur [°C]	Härte [HV10]	
	Industrieschmelze	Mikrolegierte Schmelze
1200	386	385,6
1150	363	304,3
1100	353	325,6

Es zeigt sich ähnlich wie beim 16MnCrB5, dass die Härte mit abnehmender Austenitisierungstemperatur abnimmt. Als einziger „Ausreißer“ erscheint die Härte der mikrolegierten Schmelze bei einer Austenitisierungstemperatur von 1150°C. Dies ist auch aus Abbildung 4-32 ersichtlich, in der die Härte in Abhängigkeit der Sekundärkorngröße für die Industrie- und mikrolegierte Schmelze aufgetragen ist.

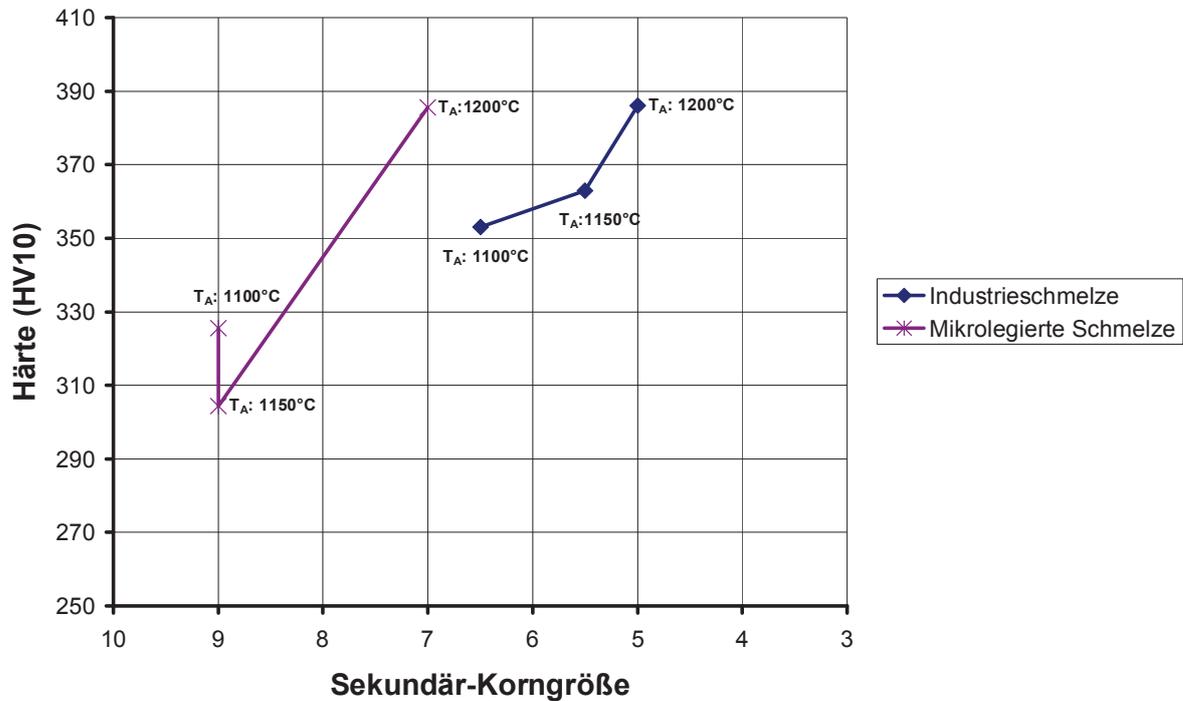


Abbildung 4-32: Härte in Abhängigkeit der Sekundärkorngröße und der Austenitisierungstemperatur (50CrV4)

Generell weist im direkten Vergleich die mikrolegierte Schmelze vor allem bei Austenitisierungstemperaturen von 1100°C und 1150°C eine deutlich niedrigere Härte als die Industrieschmelze, aber auch als die Referenzlaborschmelze auf. Dies dürfte indirekt auf das feinere Korn der mikrolegierten Schmelze zurückzuführen sein. Bedingt durch das feinere Austenitkorn und dem damit veränderten Umwandlungsverhalten (geringere Unterkühlung) herrscht im Sekundärgefüge bei der mikrolegierten Schmelze ein größerer Lamellenabstand als bei der Industrieschmelze vor. Der wiederum übt auf die Härte einen größeren Einfluss als das feine Sekundärkorn aus. Bei einer Austenitisierungstemperatur von 1200°C hingegen, wo hinsichtlich der Austenitkorngröße keine Unterschiede zwischen Industrie- und mikrolegierte Schmelze vorlagen, unterscheiden sich auch die gemessenen Härtewerte nur geringfügig.

4.6 Resüme: Dilatometerversuche

Anhand der Dilatometerversuche, die hinsichtlich des Temperatur-Umformprogrammes in Anlehnung an einen industriellen Walzprozess durchgeführt wurden, wurden die Möglichkeiten der Nb-Mikrolegierung auf die Erzielung eines feinkörnigen Gefüges aufgezeigt. Dabei wurde durch das Abschrecken der Proben bei unterschiedlichen Austenitisierungstemperaturen mit und ohne Umformung einerseits, und durch die Beurteilung des Sekundärgefüges andererseits, die kornfeinende Wirkung des Niobs während des Walzprozesses untersucht.

Für beide untersuchte Stähle zeigte sich, dass die Austenitkorngröße insbesondere für Austenitisierungstemperaturen in der Höhe von 1100°C und 1150°C durch die kornwachstumsbehindernde Wirkung des Niobs deutlich beeinflusst wird. Hingegen ist bei einer Austenitisierungstemperatur von 1200°C, bei welcher anscheinend bereits die Auflösung der kornwachstumsbehindernden Nb(C,N) stattfindet, der Einfluss des Niobs nicht mehr erkennbar, wodurch sich hinsichtlich der Austenitkorngröße keine Unterschiede mehr zwischen den mikrolegierten Schmelzen und den jeweiligen Vergleichsschmelzen zeigen. Diese Tendenz ist vor allem bei den Zuständen, die bei der jeweiligen Austenitisierungstemperatur zusätzlich verformt wurden, deutlich ersichtlich. Charakteristisch für die mikrolegierten Schmelzen ist das teilweise inhomogene Kornwachstum, das auf die partielle Auflösung der Nb(C, N) im Temperaturbereich von 1100°C im Fall des 16MnCrB5 bzw. für den 50CrV4 bei 1150°C zurückzuführen ist.

Aus den Untersuchungen zum Sekundärgefüge zeigt sich, dass dieses hinsichtlich seiner Korngröße durch die Mikrolegierung ausgeprägter beeinflusst wird als das ehemalige Austenitkorn. Insbesondere im Fall des 50CrV4 weist die mikrolegierte Schmelze ein signifikant kleineres Korn als die zum Vergleich herangezogene Industrieschmelze auf. Dabei weisen die mikrolegierten Schmelzen auch bei Proben, die bei 1200°C austenitisiert wurden, ein deutlich feineres Korn als die jeweiligen Vergleichsschmelzen ohne Niob auf. Dieser Effekt zeigt sich jedoch nur an Proben, die verformt wurden. Aus den Vergleichsuntersuchungen bei welchen dasselbe Temperaturprogramm wie zur Simulation der Walzbedingungen – jedoch ohne Verformung – herangezogen wurde, ist erkennbar, dass bei Austenitisierungstemperaturen in der Höhe von 1200°C die kornfeinende Wirkung des Niobs bei der Sekundärkorngröße nicht mehr gegeben ist. Dies weist auf einen augenscheinlichen wechselseitigen Einfluss zwischen der Mikrolegierung und der Verformung hin. Wenngleich dieser, aufgrund nur teilweise vorhandener

Korngrenzenausscheidungen (vgl. Kapitel 4.7), nur bedingt durch die verformungsinduzierte Ausscheidung von Nb(C, N) erklärbar ist. Zur genauen Abklärung des Mechanismus wären jedoch zusätzliche Vergleichsuntersuchungen an unverformtem Probenmaterial notwendig, die den Umfang der vorliegenden Arbeit überschreiten würde.

Somit zeigt sich, dass durch die Niob-Mikrolegierung, vor allem in Kombination mit einer abgesenkten Umformtemperatur, ein sehr feines Korn erzielt werden kann. Die Wirkung der Nb-Mikrolegierung tritt dabei in erster Linie durch die Behinderung des Austenitkornwachstums in Erscheinung.

Bezüglich des Einflusses der Mikrolegierung auf das Umwandlungsverhalten, konnte erwartungsgemäß kein Einfluss auf die Gleichgewichtstemperaturen festgestellt werden. Hinsichtlich der Umwandlungstemperaturen beim Abkühlen, wurden diese durch die Nb-Mikrolegierung – bedingt durch deren Vorliegen in großteils ausgeschiedener Form - zu höheren Temperaturen und kürzeren Zeiten verschoben.

Aus den Härteprüfungen, die an den Dilatometerproben durchgeführt wurden, zeigte sich, dass aufgrund der mit zunehmender Austenitisierungstemperatur steigenden Härte, die dominante Einflussgröße auf die Härte in erster Linie der Lamellenabstand der Perlitlamellen ist. Welcher bei hoher Austenitisierungstemperatur und somit größerem Austenitkorn aufgrund der eingeschränkten Diffusionsbedingungen (Umwandlungskurven werden mit zunehmender Korngröße bei gleich bleibenden Abkühlbedingungen zu längeren Zeiten verschoben) feiner ist. Hinsichtlich der Nb-Mikrolegierung bewirkt diese insbesondere beim 16MnCrB5 eine deutlich höhere Härte als bei den Vergleichsschmelzen. Der 50CrV4 dagegen weist insbesondere bei Austenitisierungstemperaturen in der Höhe von 1150°C und 1100°C eine geringere Härte als die Vergleichsschmelze (=Industrieschmelze) auf.

4.7 Ausscheidungsverhalten

Untersuchungen zum Ausscheidungsverhalten erfolgten sowohl für 16MnCrB5 als auch für 50CrV4 exemplarisch an Dilatometerproben, die nach Abbildung 3-5 verformt bzw. abgekühlt wurden. Die Untersuchungen erfolgten am ferritisch-perlitischen Sekundärgefüge längs der Probenachse mittels REM und TEM.

4.7.1 Ausscheidungsverhalten 16MnCrB5

4.7.1.1 REM-Untersuchungen

Anhand rasterelektronenmikroskopischer Aufnahmen zeigt sich eine verhältnismäßig große Anzahl von relativ groben Nb-Ausscheidungen (Abbildung 4-33 und 4-34), die eine Größe von 100 bis zu mehreren 100 nm aufweisen. Der Großteil der Ausscheidungen befindet sich im Korninneren und nur vereinzelt an den Sekundärkorngrenzen.

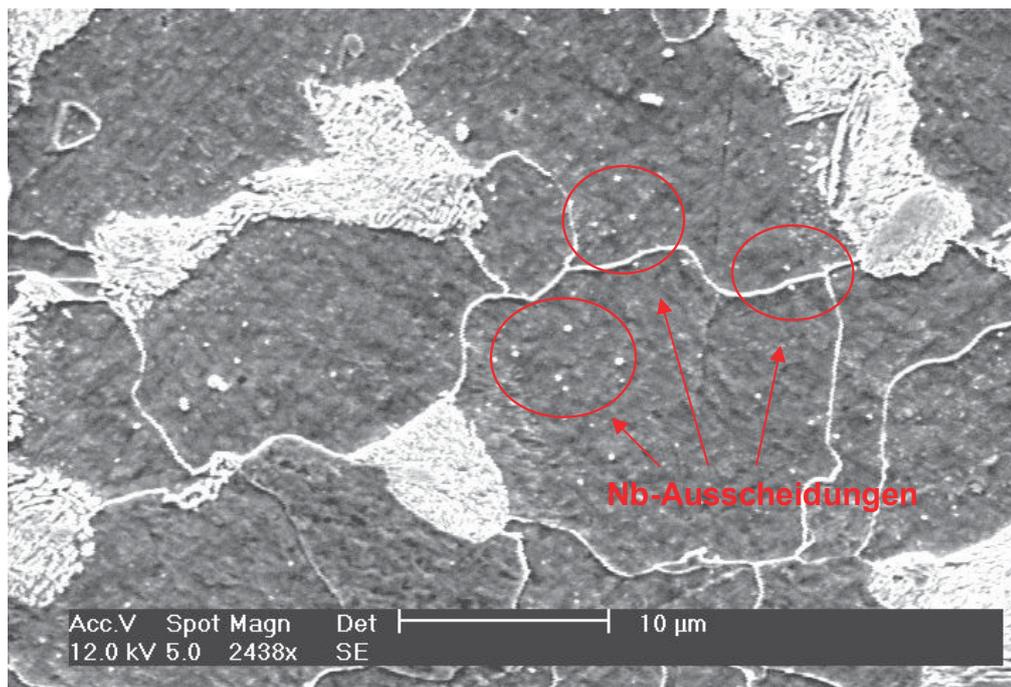


Abbildung 4-33: REM-Aufnahme des ferritisch-perlitischen Gefüges mit Ausscheidungen im Ferritkorn

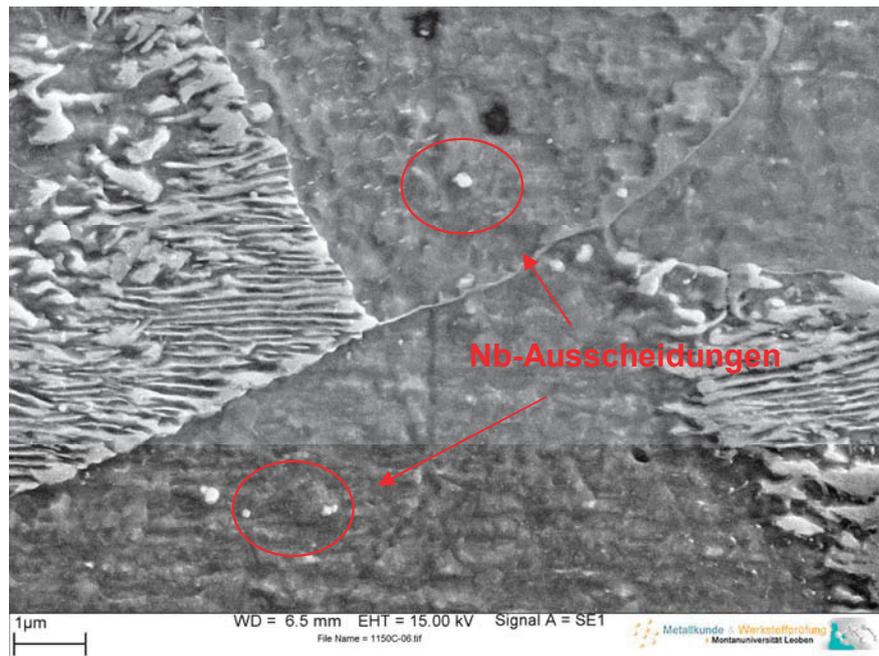


Abbildung 4-34: REM-Aufnahme des Sekundärgefüges (16MnCrB5)

Aufgrund der Größe der Ausscheidungen und ihrer regellosen Anordnung ist anzunehmen, dass es sich dabei um während der Austenitisierung unaufgelöste Ausscheidungen handelt.

Mittels energiedispersiver Analyseneinheit (EDX) wurden mehrere Ausscheidungen analysiert, wobei eine Analyse von Teilchen kleiner als 100 nm nicht möglich war. Exemplarisch ist die EDX-Analyse einer niobreichen Phase in Abbildung 4-35 dargestellt. Aufgrund der geringen Größe der Ausscheidungen ist ein sehr starker Einfluss der Eisenmatrix gegeben.

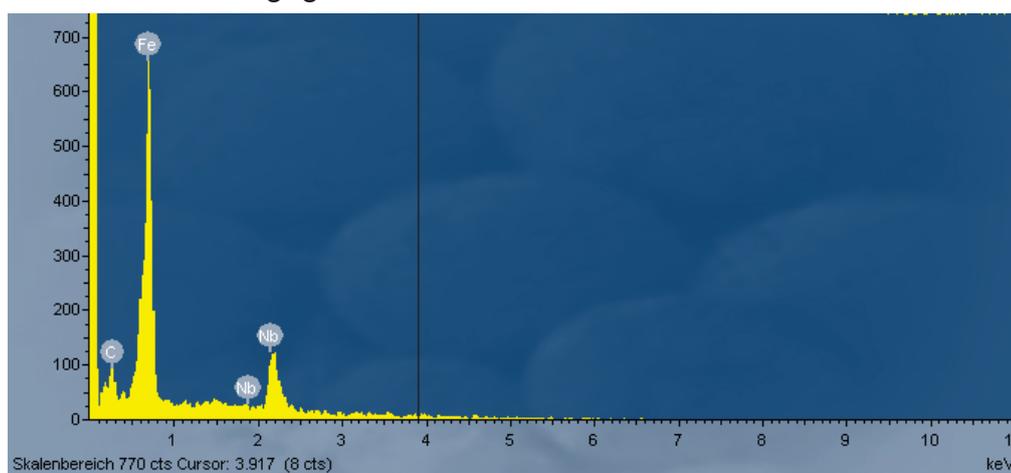


Abbildung 4-35: Repräsentatives EDX-Röntgenspektrum einer untersuchten Nb-reichen Phase im Stahl 16MnCrB5

4.7.1.2 TEM-Untersuchungen 16MnCrB5

Wie in Kapitel 3.9.3 beschrieben, erfolgten zur genaueren Identifikation der mittels REM untersuchten Ausscheidungen bzw. zum Nachweis von etwaigen feinen Ausscheidungen an den Korngrenzen EFTEM-Untersuchungen.

Es zeigt sich jedoch wie schon bei den rasterelektronischen Untersuchungen, dass die Ausscheidungen bevorzugt in Korninneren zu finden sind. Neben Nb(C,N) wurde CrN detektiert. Abbildung 4-36 zeigt eine Bildserie in der die Elementverteilung in der Probe mittels energiegefilterter Transmissionselektronenmikroskopie sichtbar gemacht wurde. In den jeweiligen Elementverteilungsbildern erscheinen Bereiche in denen das Element in hoher Konzentration vorhanden ist hell. Bereiche in welchen das Element nicht oder nur in sehr geringer Konzentration vorhanden ist sind dagegen dunkel.

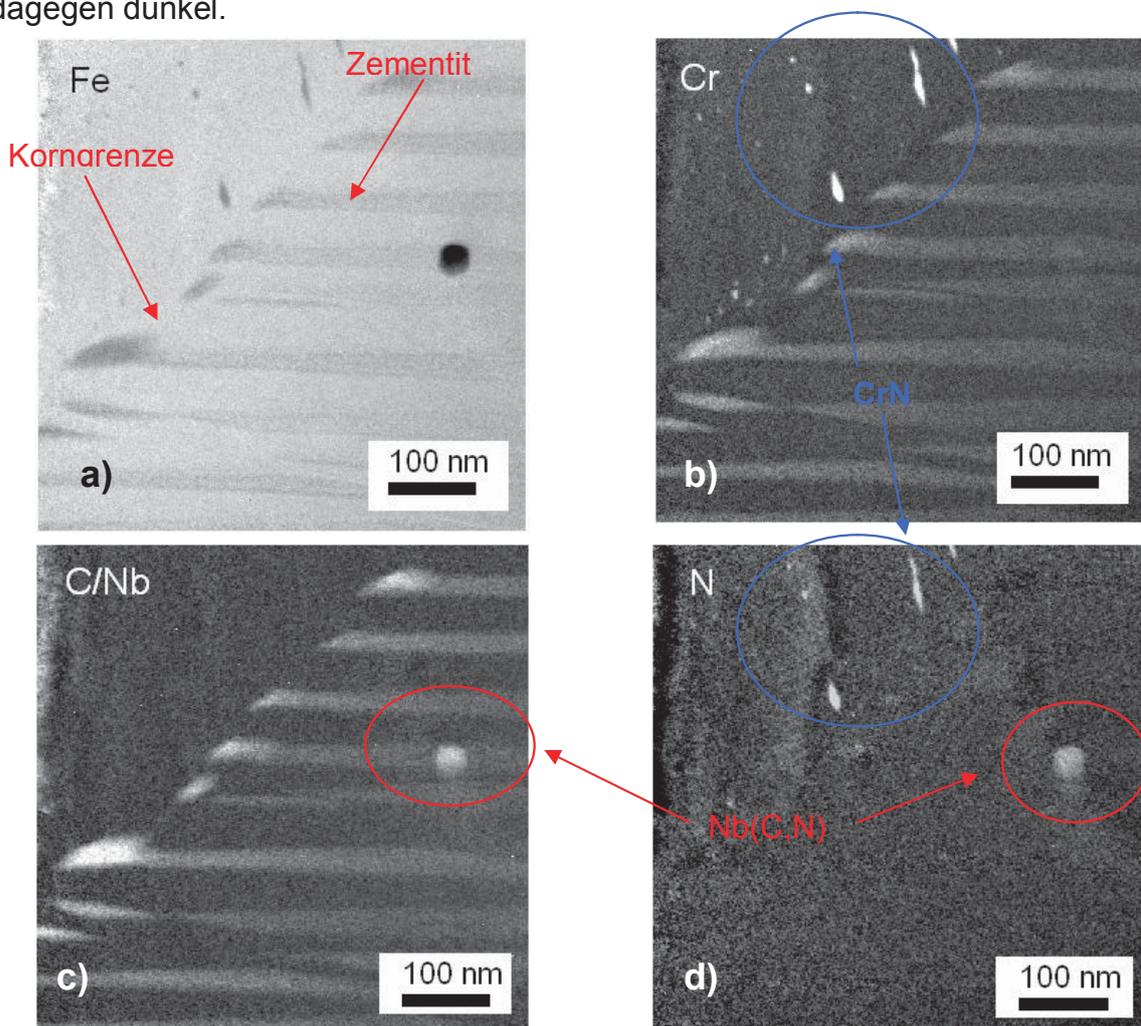


Abbildung 4-36: EFTEM - Aufnahmen des Gefüges der mikrolegierte Laborschmelze 16 MnCrB5

- a) Elementspezifisches Verteilungsbild Fe
- b) Elementspezifisches Verteilungsbild Cr
- c) Elementspezifisches Verteilungsbild C/Nb
- d) Elementspezifisches Verteilungsbild N

In Abbildung 4-36 sind Chromnitride blau markiert, während rot gekennzeichnet eine Nb(C,N) Ausscheidung ersichtlich ist. Weiters zeigt sich, dass es sich aufgrund der hellen Unterlegung des Nb-Teilchens im N-Bild um ein Niob-Karbonitrid handelt.

Sehr gut ist zudem im Fe-Bild das dunkle Erscheinen der Karbide und Nitride in der Matrix zu erkennen. Es macht jedoch wiederum das bevorzugte Auftreten des Nb(C,N) im Korninneren des Perlits deutlich, während an den Korngrenzen nur vereinzelt Karbide oder Nitride festgestellt werden konnten.

Ein weiteres Gesichtsfeld ist in Abbildung 4-37 ersichtlich. Die EFTEM Aufnahmen in Abbildung 4-37 zeigen, dass es sich um eine Mischausscheidung handelt, die zum größten Teil aus CrN besteht, im Inneren jedoch auch Nb(C,N) vorhanden ist.

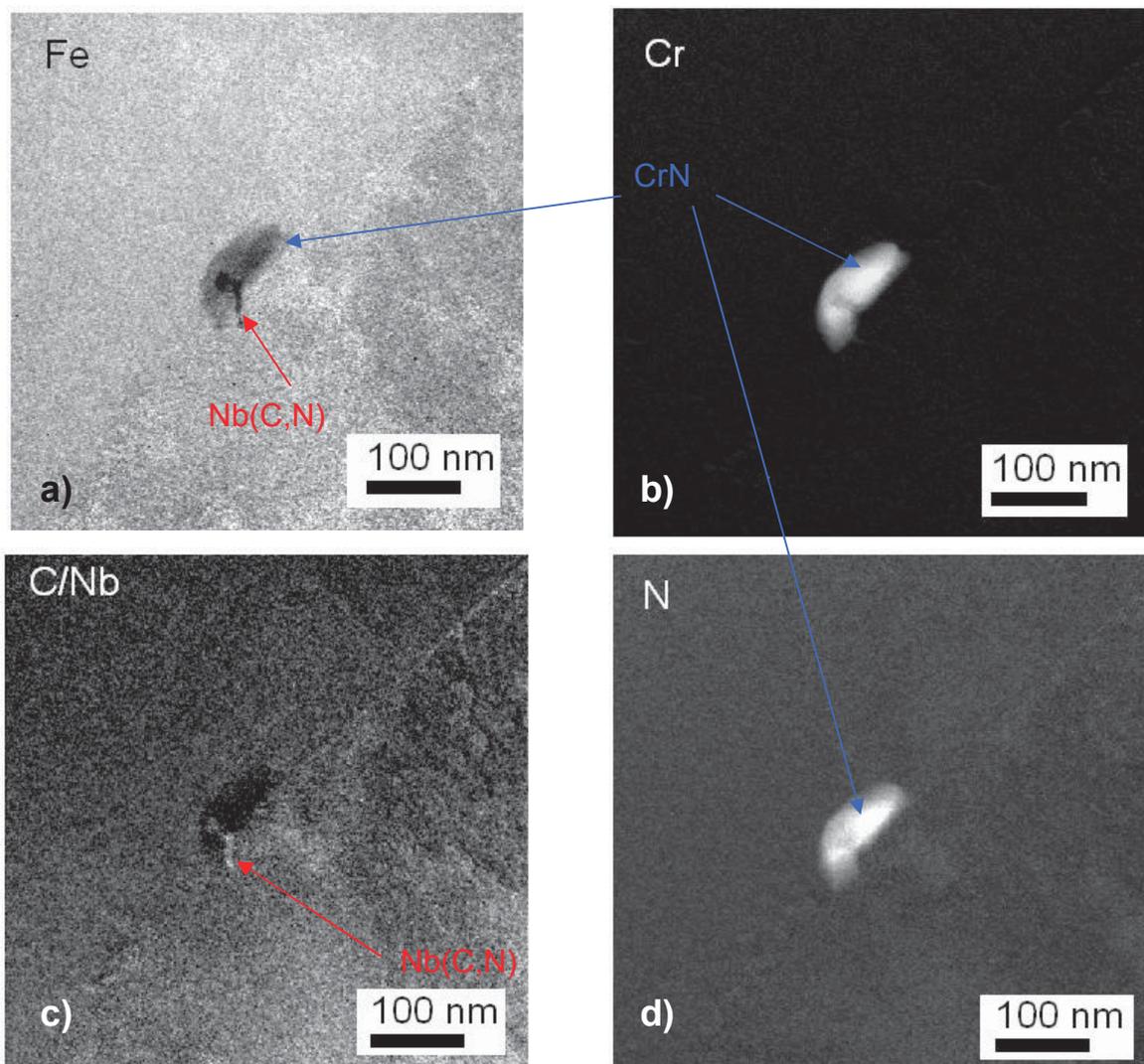


Abbildung 4-37: EFTEM - Aufnahmen des Gefüges der mikrolegierte Laborschmelze 16 MnCrB5

- a) Elementspezifisches Verteilungsbild Fe
- b) Elementspezifisches Verteilungsbild Cr
- c) Elementspezifisches Verteilungsbild C/Nb
- d) Elementspezifisches Verteilungsbild N

Die Tatsache, dass es sich bei der in Abbildung 4-37 untersuchten Ausscheidung um zwei unterschiedliche Ausscheidungen handelt, ist besonders deutlich am „Fe-Bild“ an den unterschiedlich dunklen Bereichen in der Ausscheidung zu erkennen. Die Niob-Ausscheidung fungierte somit als Keimbildungsstelle für das CrN.

Zusammenfassend zeigt sich, dass neben dem Vorhandensein von Niob-Karbonitriden und Chromnitriden, die Niob-Ausscheidungen teilweise als Keimbildungsstellen für Chromnitride dienen. Chromnitride bilden sich dabei um bereits bestehende Niob-Ausscheidungen. Der überwiegende Teil der Niob – Ausscheidungen befindet sich dabei im Korninneren und nur vereinzelt an den Korngrenzen.

4.7.2 Ausscheidungsverhalten 50CrV4

4.7.2.1 REM-Untersuchungen

Ähnlich wie im Fall des 16MnCrB5 konnten im Rasterelektronenmikroskop nur vereinzelte relativ grobe (bis zu $1\mu\text{m}$) Nb-reiche Ausscheidungen detektiert werden, die sich bevorzugt im Korninneren befinden. Abbildung 4-38 zeigt REM-Aufnahmen solcher Ausscheidungen, die im Rückstreu- bzw. im Sekundärelektronenmodus aufgenommen wurden und sich im Inneren eines Perlitkorns befinden.

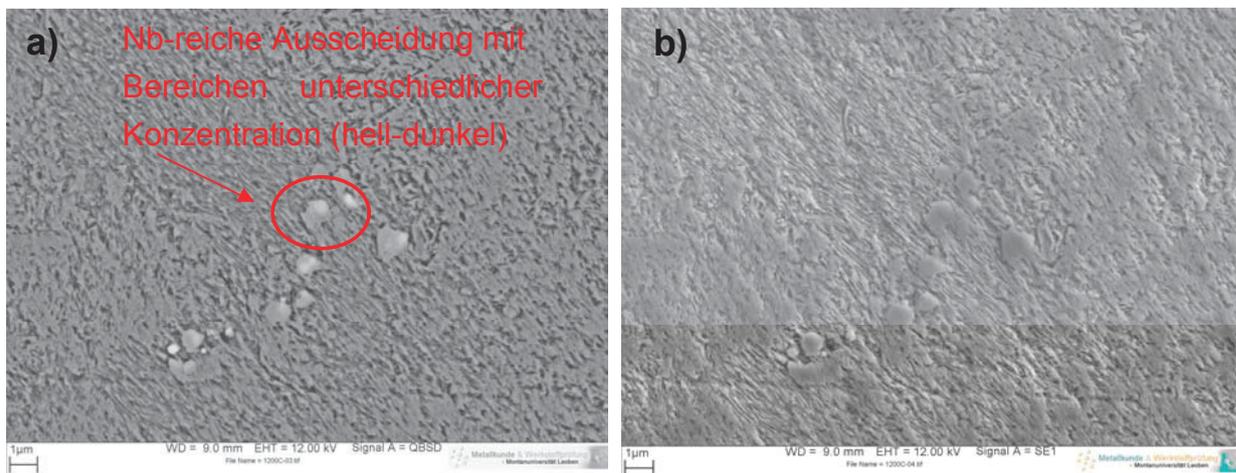


Abbildung 4-38: REM-Aufnahmen von Nb-Ausscheidungen im 50CrV4

- a) Rückstreuelektronenaufnahme
- b) Sekundärelektronenaufnahme

Aus Abbildung 4-38 a) ist exemplarisch an der rot markierten Ausscheidung ersichtlich, dass diese teilweise hellere und dunklere Bereiche aufweist, was durch Konzentrationsunterschiede erklärbar ist.

Die Punktanalyse mit den zugehörigen Spektren in den hellen und dunkleren Bereichen der Ausscheidung sind in Abbildung 4-39 dargestellt. Das Teilchen besteht überwiegend aus Niob, daneben sind auch geringe Anteile an Vanadin und teilweise auch Chrom enthalten.

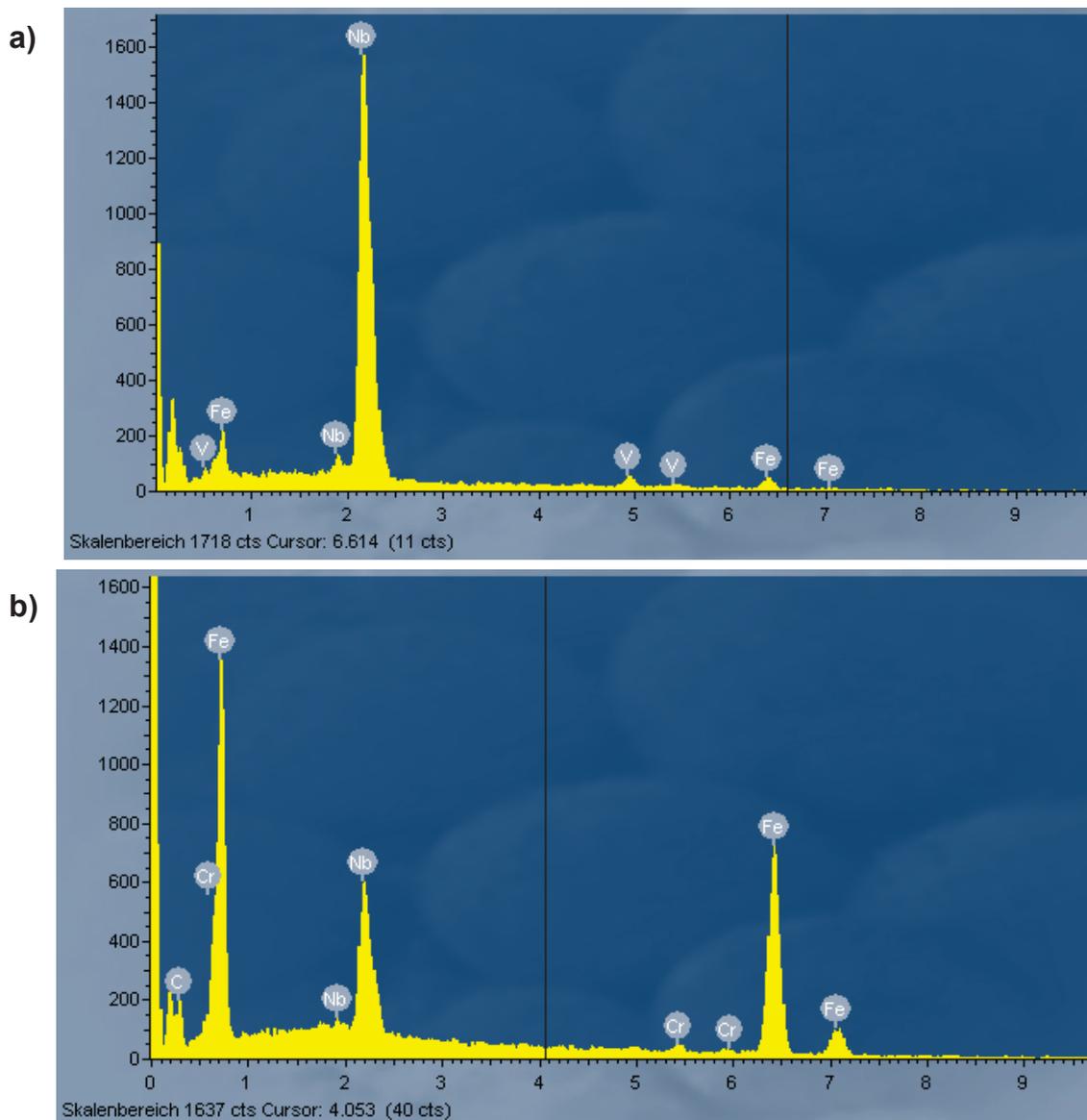


Abbildung 4-39: EDX Röntgenspektren der in Abbildung 4-38 rot gekennzeichneten Nb-Ausscheidung im Stahl 50CrV4

- a) dunkler Bereich
- b) heller Bereich

4.7.2.2 TEM-Untersuchungen

Zur genaueren Ausscheidungscharakterisierung erfolgten auch für den 50CrV4 exemplarische EFTEM-Untersuchungen.

Detektiert wurden außer Vanadinnitriden vor allem Niobkarbide die sich im Korninneren befinden. Neben voneinander unabhängig vorliegenden Vanadin- und Niobausscheidungen im Korninneren konnten auch Vanadinnitride bestimmt werden, die sich an bereits vorhandenen Niobkarbiden gebildet hatten. Vorhandene Niobkarbide dienten als Keimbildungsstelle für die Bildung von Vanadinnitriden. Abbildung 4-40 zeigt eine Niobausscheidung, an die sich eine Vanadinausscheidung gebildet hat.

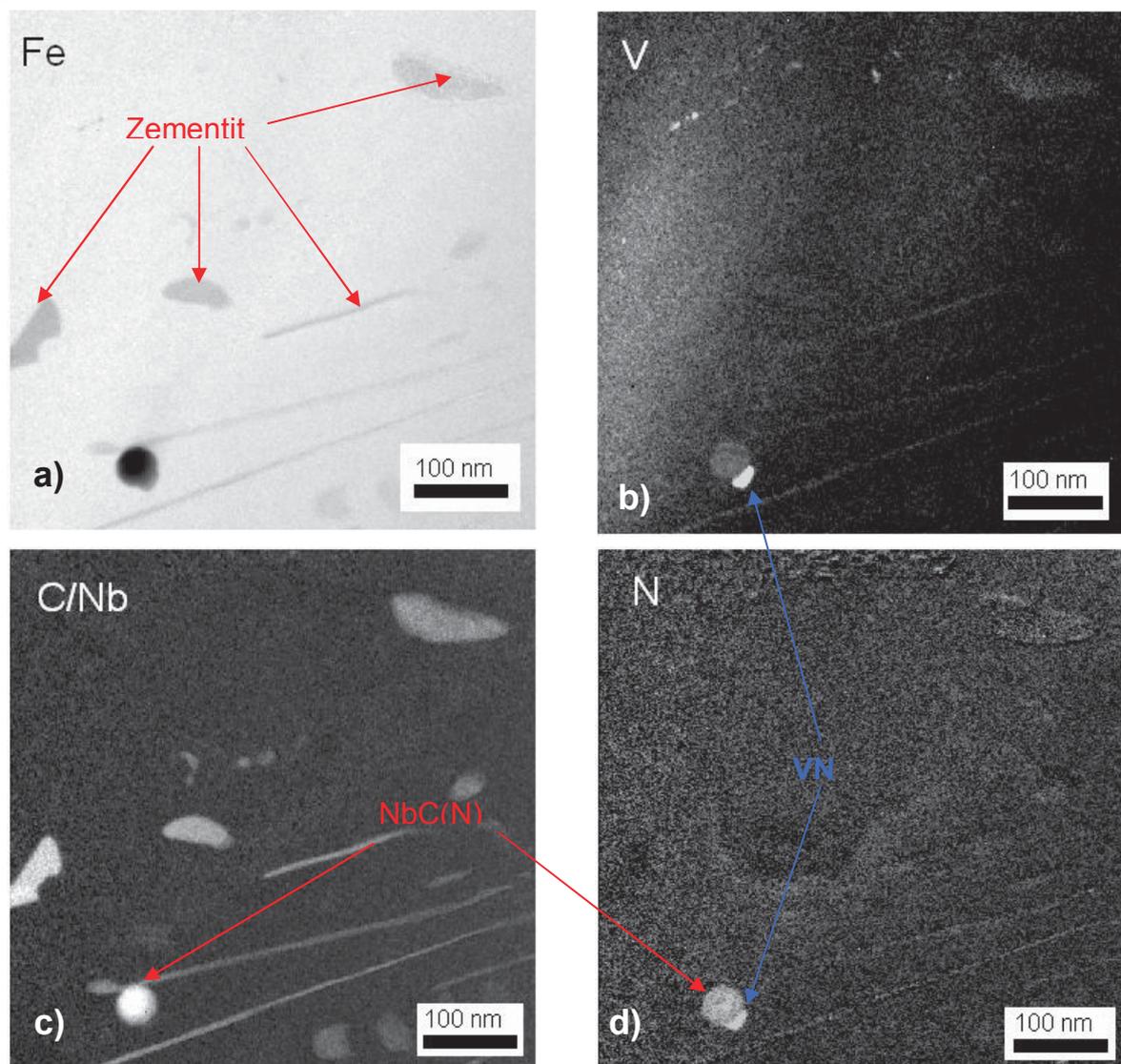


Abbildung 4-40: EFTEM-Aufnahmen des Gefüges der mikrolegierten Laborschmelze 50CrV4

- a) Elementspezifisches Verteilungsbild Fe
- b) Elementspezifisches Verteilungsbild V
- c) Elementspezifisches Verteilungsbild C/Nb
- d) Elementspezifisches Verteilungsbild N

Charakteristisch für die energiegefilterte Transmissionselektronenmikroskopie sind in Abbildung 4-40, die elementspezifischen Verteilungsbilder der jeweiligen

Elemente dargestellt. Deutlich ist im „V-Bild“ das an die Niob-Ausscheidung angelagerte Vanadinitrid bzw. die NbC(N) Ausscheidung zu erkennen.

Analog zum 16MnCrB5 weist der 50CrV4 Niob-Ausscheidungen vorwiegend im Korninneren auf. Neben VN wurden dabei NbC(N) die teilweise als Keimbildungsstellen für Vanadinitride dienen nachgewiesen.

4.8 Kornvergrößerungsverhalten

Um den Einfluss des Niobs auf das Kornvergrößerungsverhalten von Einsatz- und Vergütungsstählen aufzuzeigen, ist es unumgänglich diesen vor allem in Zusammenhang mit der kennzeichnenden Wärmebehandlung zu betrachten, die der jeweiligen Stahlgüte ihre charakteristischen Eigenschaften verleiht. Dementsprechend wurde der 16MnCrB5 240 Minuten lang bei unterschiedlichen Austenitisierungstemperaturen geglüht. Im Fall des 50CrV4 wurde eine Glühung für 90 Minuten durchgeführt.

4.8.1 Kornvergrößerungsverhalten 16 MnCrB 5

Tabelle 4-20 und die dazugehörige graphische Darstellung (Abbildung 4-41) zeigen die Korngröße der Referenzschmelze und der mikrolegierten Schmelze bei unterschiedlichen Austenitisierungstemperaturen und einer Haltezeit von 4 Stunden. Diese Zeit, entspricht in etwa der Aufkohlungsdauer beim Einsatzhärten entspricht. Die Werte in Klammer geben dabei die Korngröße des auftretenden Mischkornes an. In der graphischen Darstellung in Abbildung 4-41 ist dies an den aufgespaltenen Linien ersichtlich.

Tabelle 4-20: Austenitkorngröße 16 MnCrB 5 nach 4h Haltezeit

(Austenit)Korngröße 16MnCrB5 (4h Haltezeit)		
Austenitisierungstemperatur [°C]	Korngröße [ASTM]	
	Referenzschmelze	Mikrolegierte Schmelze
930	5 – 6 (4)	8 - 9
960	5 - 6 (1- 2)	8 - 9
1000	2 - 3 (1)	8
1050	1 - 2	5 (1)
1100	1-2	1 -2

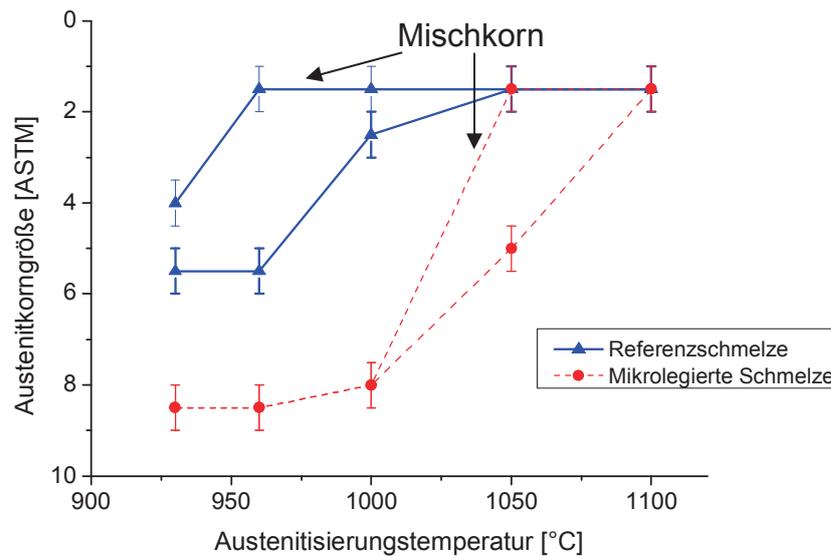


Abbildung 4-41: Kornwachstumsverhalten 16 MnCrB 5 bei einer Austenitisierungsdauer von 240 Minuten

Es zeigt sich, dass der mikrolegierte Stahl bis 1000°C ein homogenes feines Korn aufweist. Erst bei höheren Temperaturen setzt bedingt durch die Auflösung der Nb-Karbonitride Mischkornbildung ein, wobei der Übergang vom feinen zum groben Austenitkorn durch einen Inhomogenitätsbereich mit großen Korngrößenunterschieden gekennzeichnet ist. Bei 1100°C und der besagten Haltedauer von 4 Stunden ist kein Unterschied zur Referenzschmelze mehr erkennbar. Generell besitzt der mikrolegierte Stahl auch bei tieferen Austenitisierungstemperaturen ein deutlich feineres Korn als die Referenzschmelze, bei welcher bereits, ausgehend von einem deutlich größeren Korn, bei 930°C Mischkorn auftritt (Abbildung 4-41).

Bei der Industrieschmelze waren im Kornwachstumsverhalten keine signifikanten Unterschiede zur Referenz(labor)schmelze zu erkennen. Lediglich bei tieferen Austenitisierungstemperaturen wies die Industrieschmelze tendenziell ein etwas größeres Korn auf, was jedoch auch durch die Messunsicherheit beim subjektiven Bestimmen der Korngröße liegen könnte.

4.8.2 Kornvergrößerungsverhalten 50CrV4

Wie bereits in den vorherigen Kapiteln erfolgt beim 50CrV4 der Vergleich hinsichtlich des Kornwachstumsverhaltens zwischen Industrieschmelze und Referenz(labor)schmelze. Die Austenitkorngrößen nach einer Haltezeit von 90 Minuten und der

anschließenden Abschreckung in Wasser sind in Tabelle 4-21 und in Abbildung 4-42 graphisch dargestellt.

Tabelle 4-21: Austenitkorngrößen nach 90 Minuten Haltezeit

(Austenit)Korngröße 50CrV4 (90min Haltezeit)		
Austenitisierungstemperatur [°C]	Korngröße [ASTM]	
	Industrieschmelze	Mikrolegierte Schmelze
850	8 (6)	8 - 9
900	6	7 - 8
950	4	6 - 7
1000	3	5
1050	2	3 - 4

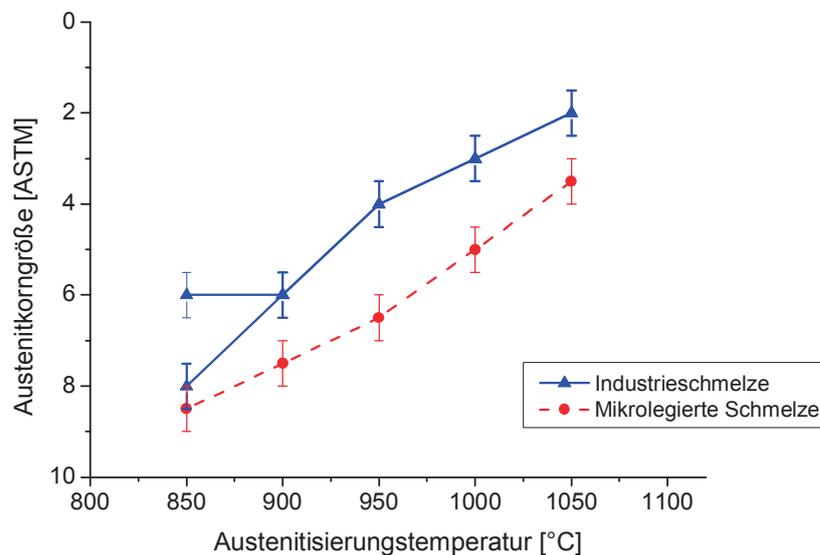


Abbildung 4-42: Kornwachstumsverhalten 50CrV4 bei einer Austenitisierungsdauer von 90 Minuten

Aus Abbildung 4-42 ist auch hier deutlich der kornfeinende Einfluss des Niobs erkennbar. Im Vergleich zum 16MnCrB5 ergeben sich jedoch zwei wesentliche Unterschiede. Zum einen ist die kornwachstumshemmende Wirkung bei tieferen Austenitisierungstemperaturen nicht so ausgeprägt, und zum anderen zeigt die mikrolegierte Schmelze keinen plötzlichen, ausgeprägten Anstieg der Korngröße. Dadurch weist allerdings die mikrolegierte Schmelze auch bei höheren Austenitisierungstemperaturen ein feineres Korn als die Industrieschmelze auf.

Interessant in diesem Zusammenhang ist auch der Vergleich zur Referenz(labor)schmelze, die einen erhöhten Al-Gehalt aufweist. Die dabei ermittelten Korngrößen sind in Tabelle 4-22 zusammengefasst.

Tabelle 4-22: Kornwachstumsverhalten Referenz(labor)schmelze 50CrV4 bei einer Haltezeit von 90 Minuten

(Austenit)Korngröße Referenz(labor)schmelze 50CrV4 (90min Haltezeit)	
Austenitisierungstemperatur [°C]	Korngröße [ASTM]
850	9 - 10 (6 - 7)
900	8 (5 - 6)
950	7 (4)
1000	5 - 6 (2 - 3)
1050	2 - 3 (1 - 2)

Die Referenz(labor)schmelze zeigt bei tieferen Austenitisierungstemperaturen teilweise sogar ein feineres Korn als die mikrolegierte Schmelze, neigt jedoch über den gesamten untersuchten Temperaturbereich zur Mischkornbildung. Ein Charakteristikum, das auf die teilweise lokale Auflösung von Aluminiumnitriden hindeutet. Die Abbildungen 4-43 und 4-44 zeigen exemplarisch für T_A 900°C und 950°C das durch die teilweise Auflösung der Al-Nitride auftretende Mischkorn. Dementsprechend wäre auch ein direkter Vergleich zur mikrolegierten Schmelze nicht legitim.

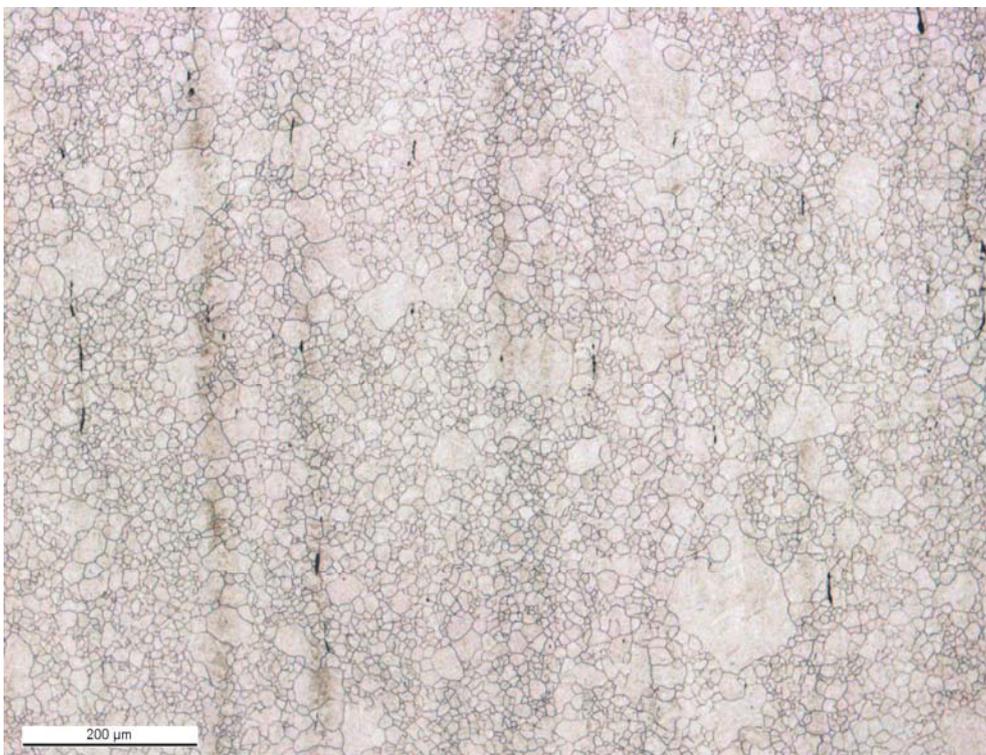


Abbildung 4-43: Ehemalige Austenitkorgrenzen der Referenz(labor)schmelze 50CrV4 mit teilweise inhomogenem Kornwachstum, Bechet-Beaujard-Ätzung, T_A : 900°C, Haltezeit: 90 Minuten

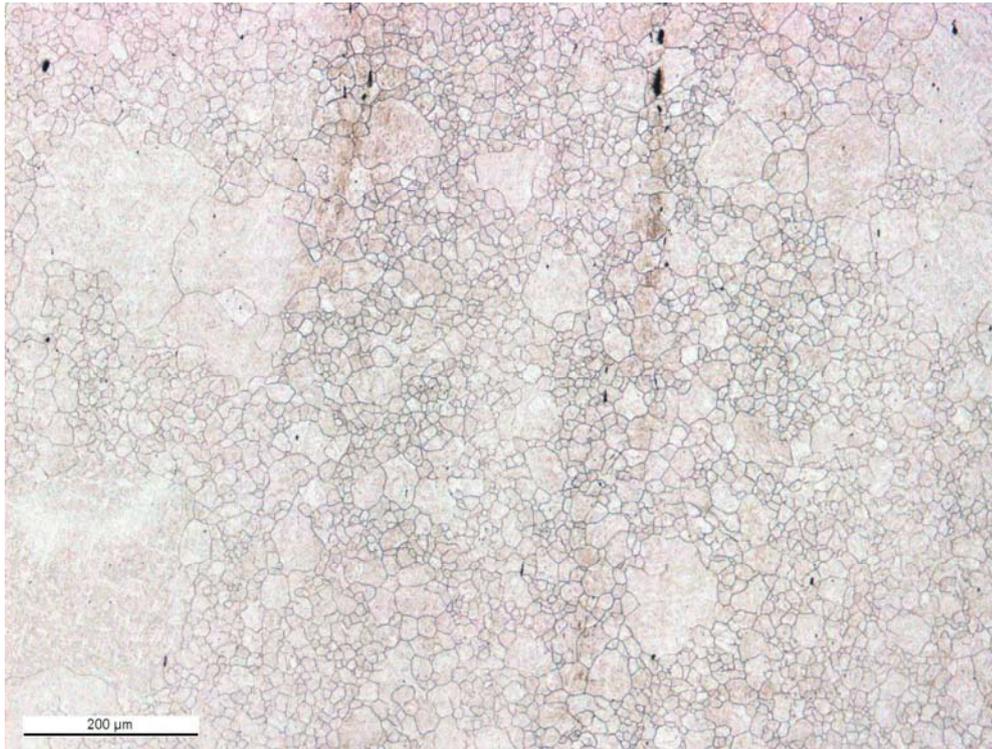


Abbildung 4-44: Ehemalige Austenitkorn Grenzen der Referenz(labor)schmelze 50CrV4 mit teilweise Kornwachstum, Bechet-Beaujard-Ätzung, T_A : 950°C, Haltezeit: 90 Minuten

4.9 Einfluss der Mikrolegierung auf die (Ein)Härtbarkeit

Da beide Stähle im gehärteten bzw. angelassenen Zustand dem jeweiligen Einsatzzweck zugeführt werden, ist es von großem Interesse, den Einfluss des Niobs auf das Härteverhalten beider Stähle aufzuzeigen. Demzufolge sind in den folgenden Kapiteln 4.9.1 und 4.9.2 die Ergebnisse der Jominy-Versuche an beiden Stählen dargestellt.

4.9.1 Härteverhalten 16MnCrB5

Die im Stirnabschreckversuch ermittelten Jominy-Kurven für die Industrie-, Referenz- und mikrolegierte Schmelze sind in den Abbildungen 4-45 bis 4-47 ersichtlich.

Bahn 1 bezeichnet dabei den Härteverlauf auf der gegenüberliegenden Probenseite zu den auf Bahn 2 gemessenen Härtewerten. Die blaue Linie gibt den Mittelwert aus beiden Härteverläufen an.

Jominy-Kurve Referenz(labor)schmelze 16MnCrB5

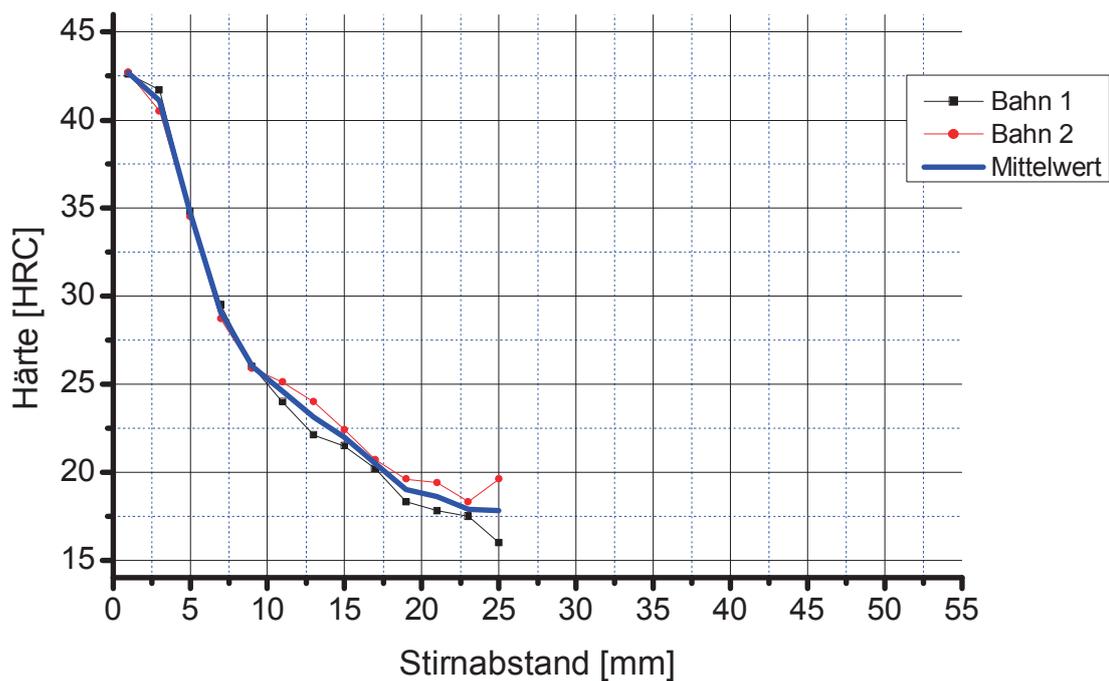


Abbildung 4-45: Härteverlauf der Stirnabschreckprobe der Referenz(labor)schmelze 1 16 MnCrB5, Härtetemperatur: 870°C, Haltzeit: 30 Minuten

Jominy-Kurve Mikrolegierte Laborschmelze 16MnCrB5

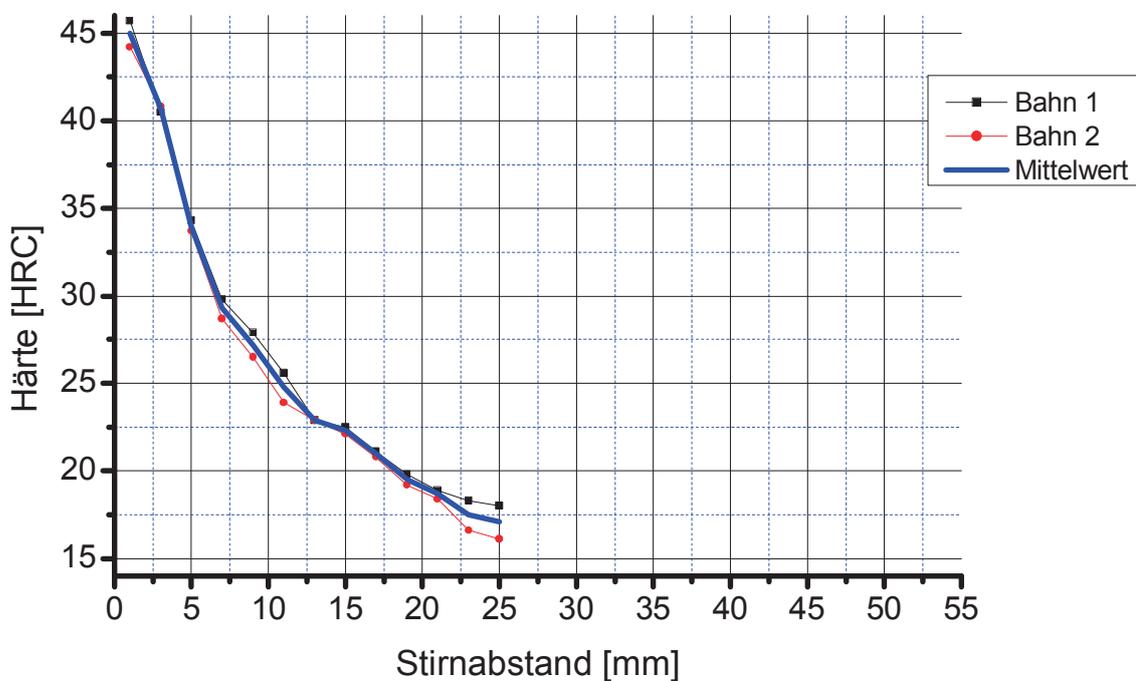


Abbildung 4-46: Härteverlauf der Stirnabschreckprobe der mikrolegierten Laborschmelze 2 16 MnCrB5, Härtetemperatur: 870°C, Haltzeit: 30 Minuten

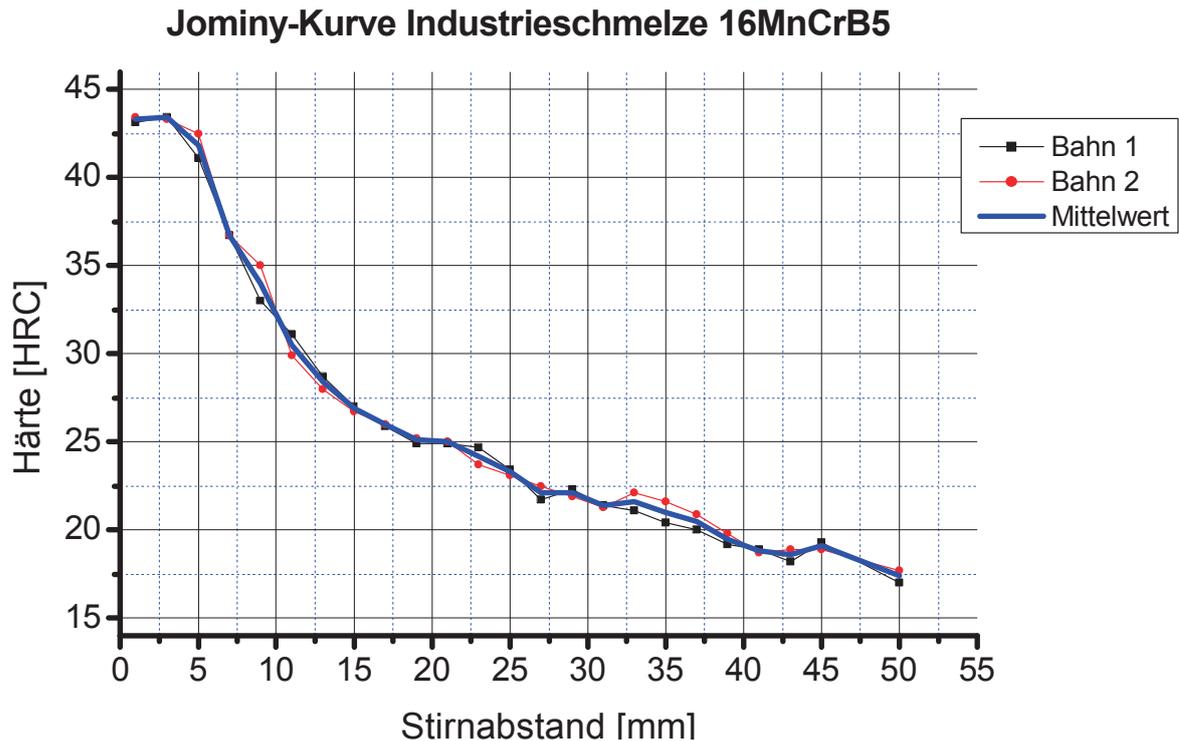


Abbildung 4-47: Härteverlauf der Stirnabschreckprobe der Industrieschmelze 16 MnCrB5, Härtetemperatur: 870°C, Haltzeit: 30 Minuten

Bedingt durch den geringen B und C-Gehalt (vgl. Kapitel 4.2) der Laborschmelzen im Vergleich zur Industrieschmelze ergibt sich ein grundlegend unterschiedliches Härteverhalten der beiden Laborschmelzen. Dies zeigt sich auch sehr deutlich beim Vergleich der Abbildungen 4-45 und 4-46 mit Abbildung 4-47, die den Härteverlauf der Industrieschmelze zeigt. Bedingt durch den höheren B- und C-Gehalt weist die Industrieschmelze ein deutlich besseres (Ein)Härteverhalten als die beiden Laborschmelzen auf, wobei die unterschiedliche Ansprunghärte zwischen den Laborschmelzen auf vorhandenen Restaustenit zurückzuführen sein könnte. Abgesehen von dieser etwas höheren Ansprunghärte der mikrolegierten Schmelze sind zwischen den beiden Laborschmelzen keine wesentlichen Unterschiede hinsichtlich der (Ein)Härtebarkeit feststellbar.

Es zeigt sich also, dass im Fall des Einsatzstahles die zusätzliche Mikrolegierung durch Niob keinen erkennbaren Einfluss auf das Härteverhalten ausübt.

4.9.2 Härteverhalten 50CrV4

Die für den 50CrV4 ermittelten Jominy-Kurven sind in den Abbildungen 4-48 bis 4-50 abgebildet. Da für den Vergütungsstahl im Gegensatz zum Einsatzstahl eine Durchhärtung angestrebt wird, ist vor allem die Ansprunghärte und weniger der Verlauf der Härtekurve von Interesse. Um jedoch generell den Einfluss des Niobs auf

die Härtebarkeit aufzuzeigen, ist es nichtsdestotrotz sinnvoll, auch den Verlauf der Härtekurve in Betracht zu ziehen.

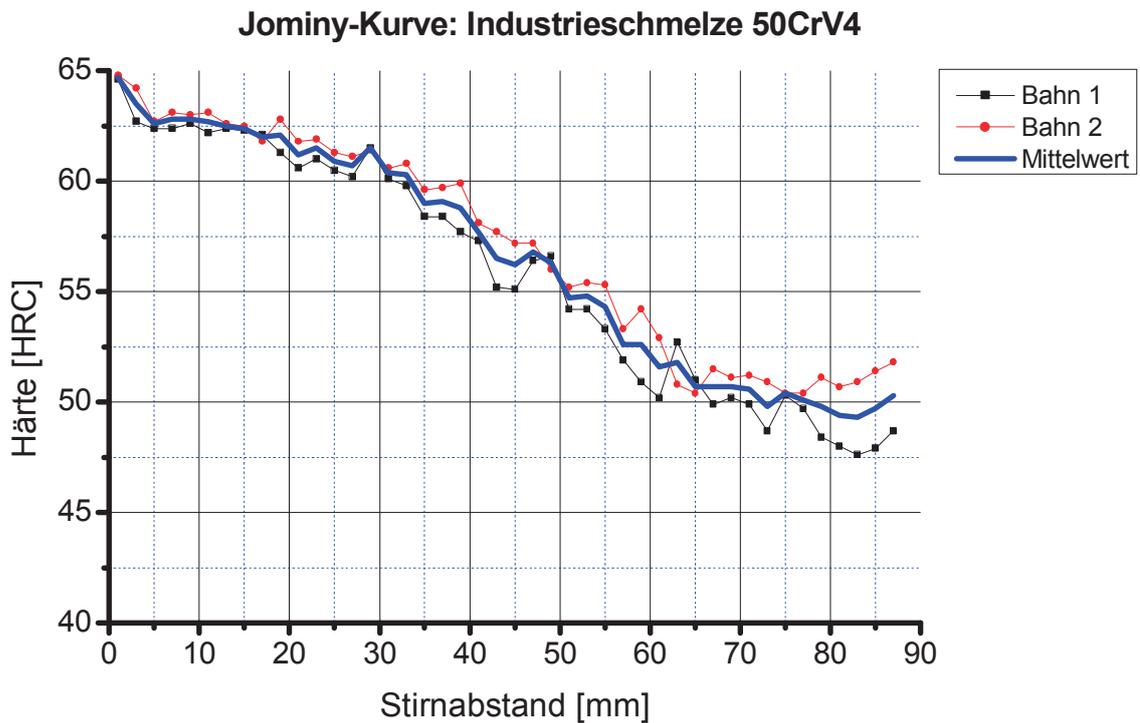


Abbildung 4-48: Härteverlauf der Stirnabschreckprobe der Industrieschmelze 50CrV4, Härtetemperatur: 850°C, Haltzeit: 30 Minuten

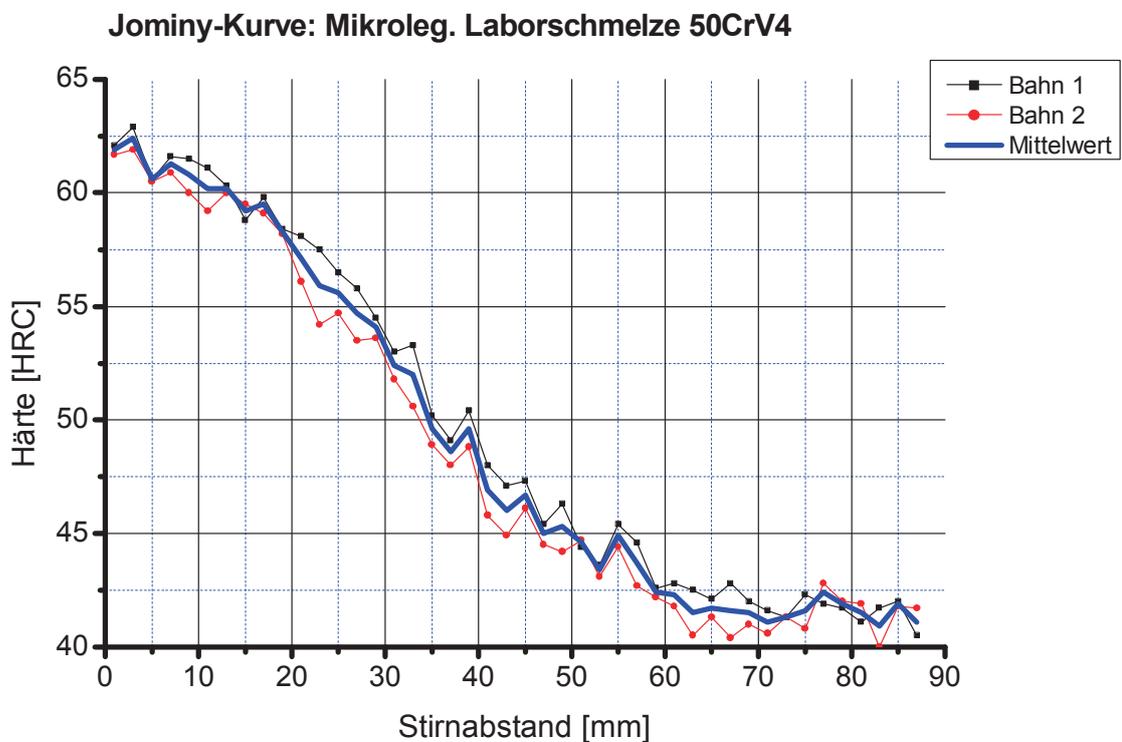


Abbildung 4-49: Härteverlauf der Stirnabschreckprobe der mikrolegierten Laborschmelze 50CrV4, Härtetemperatur: 850°C, Haltzeit: 30 Minuten

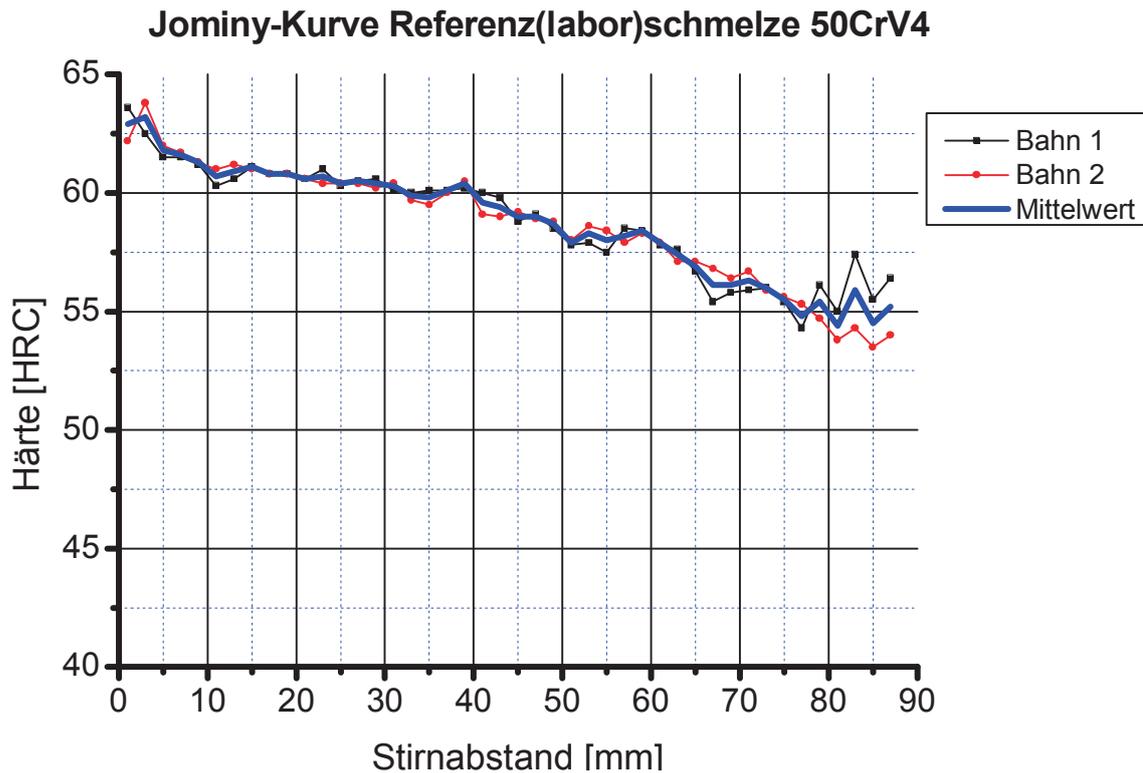


Abbildung 4-50: Härteverlauf der Stirnabschreckprobe der Referenz(labor)schmelze 50CrV4, Härtetemperatur: 850°C, Haltzeit: 30 Minuten

Es zeigt sich beim Vergleich der mikrolegierten Schmelze mit der Industrieschmelze, deren C-Gehalt nur geringfügig kleiner als jener der mikrolegierten Schmelze ist, dass aufgrund der Mikrolegierung die Härtebarkeit des Federstahles verschlechtert wird. Der Vergleich zwischen Abbildung 4-48 und 4-49 zeigt, dass, ausgehend von einer etwas geringeren Ansprunghärte, die Härte mit zunehmendem Abstand von der Stirnfläche beim mit Niob mikrolegierten Stahl deutlich stärker abfällt als bei der Industrieschmelze. Im Abstand von 90 mm beispielsweise, gemessen von der Stirnseite, weist der mikrolegierte Stahl lediglich einer Härte von 42 HRC auf, wohingegen die Industrieschmelze noch eine Härte von ca. 50 HRC besitzt. Ein Faktum, dem in der Praxis durch einen erhöhten Anteil an härtebarkeitssteigernden Elementen wie Molybdän, Mangan oder Chrom Rechnung getragen werden müsste.

Bezüglich der Referenzlaborschmelze kann aus Abbildung 4-50 festgestellt werden, dass der Stahl nahezu keinen markanten Härteabfall aufweist, eine Tatsache, die sich aus werkstoffkundlicher Sicht nicht erklären lässt. Auch aus einer chemischen Analyse der untersuchten Jominy-Probe, die stirnseitig bzw. im Abstand von 80 mm von der Stirnseite durchgeführt wurde, zeigten sich hinsichtlich der chemischen Zusammensetzung keine markanten Unterschiede. Auch eine Wiederholung der Versuchsserie führte zum selben Ergebnis. Da der einzige Unterschied zu den beiden anderen Schmelzen der erhöhte Al-Gehalt ist, könnte darin die Erklärung des

Phänomens begründet sein. Aus der Literatur ist jedoch bekannt, dass Aluminium eher dazu neigt die Umwandlung des Austenits zu beschleunigen und damit die Härbarkeit zu verschlechtern [69].

4.10 Einfluss des Niobs auf die mechanischen Eigenschaften

Wie in Kapitel 3.8 beschrieben, erfolgte zum Aufzeigen des Einflusses des Niobs auf die mechanischen Eigenschaften in Abhängigkeit von der Anlasstemperatur die Erstellung von Vergütungsschaubildern für den Federstahl 50CrV4. In den Abbildungen 4-51 bis 4-53 sind die durch Zugversuche ermittelten Vergütungsschaubilder für die Industrie- und die beiden Laborschmelzen 3 und 4 dargestellt.

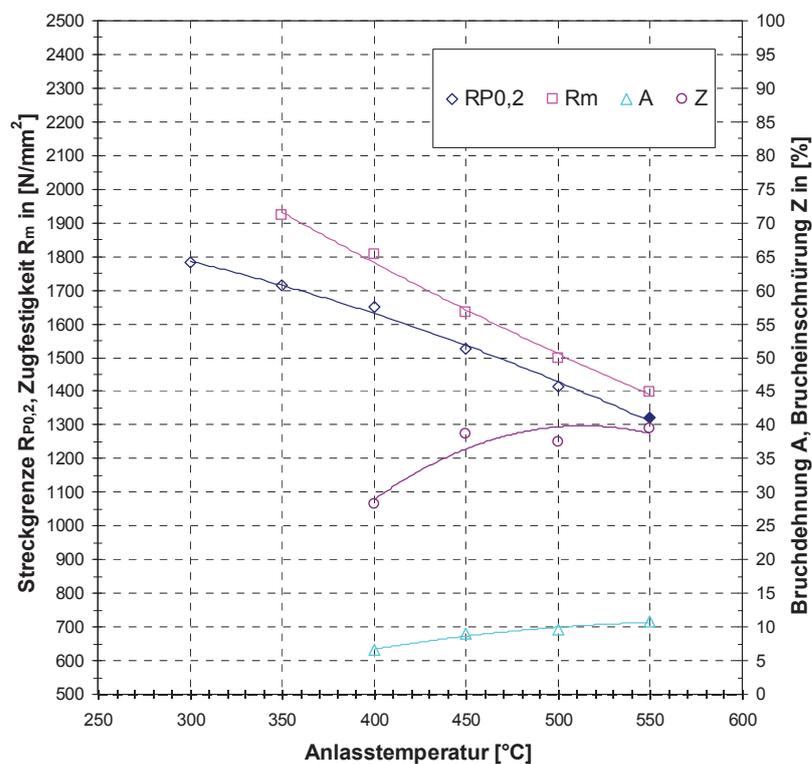


Abbildung 4-51: Vergütungsschaubild der Industrieschmelze 50CrV4, Härtetemperatur: 840°C bei einer Haltzeit von 30 Minuten, Anlasszeit: 30 Minuten

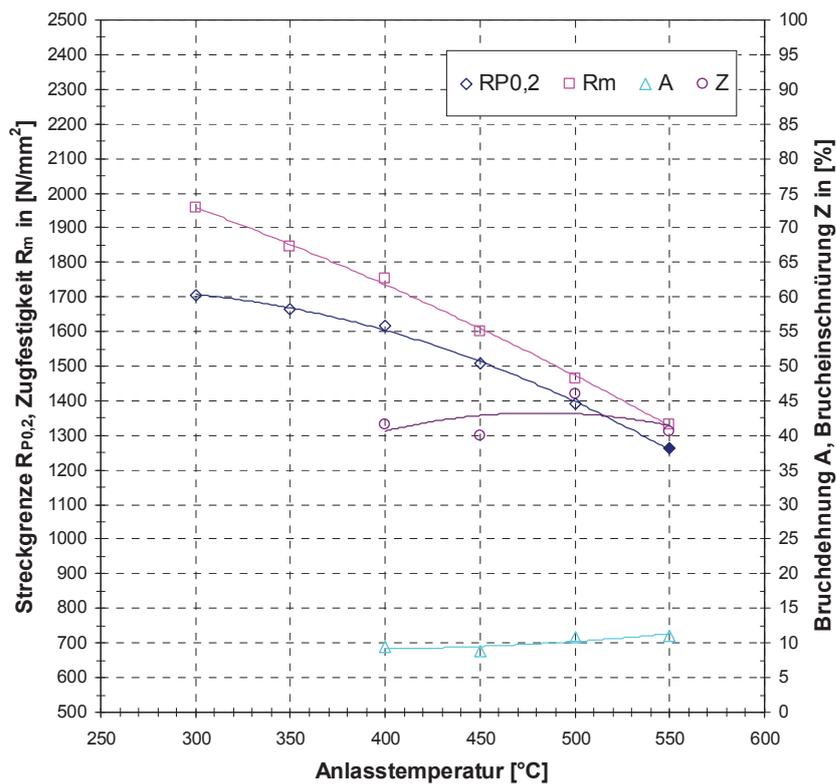


Abbildung 4-52: Vergütungsschaubild der Referenz(labor)schmelze 3, Härtetemperatur: 840°C bei einer Haltzeit von 30 Minuten, Anlasszeit: 30 Minuten

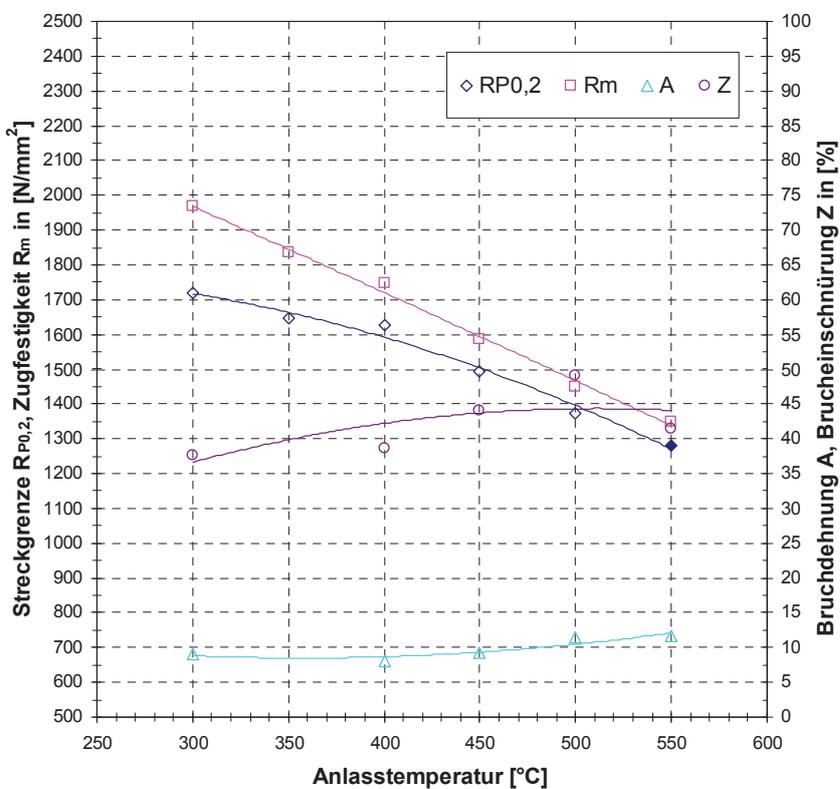


Abbildung 4-53: Vergütungsschaubild der mikrolegierten Laborschmelze 4, Härtetemperatur: 840°C bei einer Haltzeit von 30 Minuten, Anlasszeit: 30 Minuten

Zu den Abbildungen 4-51 und 4-52 ist zu bemerken, dass aufgrund des spröden Werkstoffverhaltens bei Anlasstemperaturen $\leq 350^{\circ}\text{C}$ die Proben teilweise vollkommen spröd brachen und dementsprechend Brucheinschnürung und Bruchdehnung nicht ermittelt werden konnten. Bei einer Anlasstemperatur von 350°C erfolgten die Brüche für die mikrolegierte Laborschmelze und die Industrieschmelze zudem außerhalb der Einschnürung, was vermutlich auf die große Kerbempfindlichkeit der harten Proben zurückzuführen ist

Aufgrund der niedrigen Härtetemperatur von 850°C ist ein Einfluss des erhöhten Al-Gehaltes der Referenz(labor)schmelze 3 zu vernachlässigen. Dies geht auch aus Untersuchungen hinsichtlich des Gefüges und der Korngröße der bei 300°C angelassenen Zugproben hervor. Dabei zeigt sich, dass für alle drei Schmelzen eine Durchhärtung bis zum Kern erreicht wurde. Die Bestimmung der Austenitkorngröße zeigt außerdem, dass zwischen Industrie- und Referenz(labor)schmelze nahezu keine Unterschiede vorhanden sind bzw. dass die Industrieschmelze mit einer Korngröße von ASTM 10-11 sogar ein etwas feineres Korn als die Referenz(labor)schmelze (ASTM 10) aufweist. Die Korngröße der mikrolegierten Laborschmelze betrug ASTM (10-)11. Somit ist auch hier ein Vergleich zwischen den beiden Laborschmelzen hinsichtlich ihrer mechanischen Eigenschaften zulässig.

Prinzipiell weist die Industrieschmelze aufgrund ihres höheren Kohlenstoffgehaltes ein etwas höheres Festigkeitsniveau als die beiden Laborschmelzen auf. Hinsichtlich der Streckgrenze und Zugfestigkeit verhalten sich sowohl die Referenz(labor)- als auch die mikrolegierte Schmelze nahezu identisch. Es zeigen sich keine markanten Unterschiede. Bei gleichem Festigkeitsniveau weist die mikrolegierte Schmelze jedoch tendenziell eine höhere Duktilität als die Referenz(labor)schmelze auf. Während bei Anlasstemperaturen von 300°C die Referenz(labor)schmelze vollkommen spröd bricht, besitzt die mikrolegierte Schmelze noch ausreichende Zähigkeit. Die Industrieschmelze dagegen zeigt entsprechend ihres hohen Kohlenstoffgehaltes ein deutlich verschlechtertes Duktilitätsverhalten.

Zusammenfassend kann festgehalten werden, dass die Nb-Mikrolegierung nicht zu einem unmittelbaren Anstieg der Festigkeit führt. Bedingt durch die verbesserte Duktilität sind aber durch die Nb-Mikrolegierung bei gleicher Zähigkeit höhere Festigkeiten erreichbar.

4.11 Resümee des Vergleichs der Labor- und Industrieschmelzen

Um einen etwaigen Einfluss einer unterschiedlichen Schmelzengröße (Industrie- und Laborschmelzen) aufzuzeigen und damit die Übertragbarkeit der im Labor erhaltenen Ergebnisse in die Praxis unter großindustriellen Bedingungen zu gewährleisten, erfolgten sämtliche Versuche sowohl an den mikrolegierten Labor- und Referenzlaborschmelzen als auch für die Industrieschmelzen; um in weiterer Folge durch den Vergleich der Industrieschmelzen mit den Referenzlaborschmelzen einen möglichen Einfluss der Schmelzengröße aufzuzeigen.

Aufgrund der in Kapitel 4.2 beschriebenen Unterschiede in der chemischen Zusammensetzung ist es jedoch nur schwer realisierbar einen möglichen Einfluss der Schmelzengröße herauszufiltern. Sofern jedoch einen Einfluss aufgrund der geringfügig unterschiedlichen Zusammensetzungen ausgeschlossen werden kann, zeigt sich, dass die Schmelzengröße keinen signifikanten Einfluss auf die Ergebnisse ausübt. So ist aus den Korngrößenuntersuchungen bezüglich des 16MnCrB5 ersichtlich, dass sich Referenz(labor)schmelze und Industrieschmelze anhand ihres Kornvergrößerungsverhaltens nahezu nicht unterscheiden. Beim 50CrV4 kann aufgrund des hohen Al-Gehaltes der Referenzlaborschmelze ein derartiger Vergleich nicht gezogen werden. In Bezug auf die mechanischen Eigenschaften zeigt sich anhand der Vergütungsschaubilder der Referenzlaborschmelze 3 und der Industrieschmelze 50CrV4, dass, abgesehen vom etwas höheren Festigkeitsniveau der Industrieschmelze und der damit verbundenen geringeren Zähigkeit, die auf den etwas höheren C-Gehalt zurückzuführen ist, sich die Referenz- und die Industrieschmelze nicht wesentlich unterscheiden.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass auch wenn durch die unterschiedlichen chemischen Zusammensetzungen der Industrie- und Referenzlaborschmelzen der etwaige Einfluss der verschiedenen Schmelzengröße teilweise überdeckt wird, und somit dieser nicht dezidiert ausgeschlossen werden kann, sich aufgrund der gewonnenen Erkenntnisse dennoch zeigt, dass der Einfluss der Schmelzengröße eine untergeordnete Rolle spielt und eine Übertragbarkeit der im Labor gewonnenen Erkenntnisse auf großindustrielle Anwendungen durchaus gerechtfertigt ist.

5 Zusammenfassung

Im Literaturteil der vorliegenden Arbeiten wurde, neben dem Aufzeigen der grundlegenden Wirkmechanismen der Mikrolegierungselemente Nb und V bei Stählen mit mittlerem Kohlenstoffgehalt, auch das Ausscheidungsverhalten und deren Einfluss auf die Eigenschaften bei Einsatz- und Vergütungsstählen erörtert. Das Studium der in der Literatur untersuchten mikrolegierten (Vergütungs-)Stähle mit mittlerem C-Gehalt zeigt, dass vor allem Niob durch Kornfeinung ausreichend Potenzial besitzt, die mechanischen Eigenschaften in Hinblick auf verbesserte Zähigkeitseigenschaften zu steigern. Vanadin dagegen spielt aufgrund seiner großen Löslichkeit auch bei höheren Kohlenstoffgehalten eine untergeordnete Rolle.

Bei Einsatzstählen zielt die Mikrolegierung in erster Linie darauf ab, das Kornwachstum in einen höheren Temperaturbereich zu verschieben, um somit den Aufkohlungsvorgang bei höherer Temperatur und folglich kürzerer Zeit durchzuführen. Aufgrund der eingegrenzten Variationsbreite der praktischen Walzbedingungen wurde die Mikrolegierung im experimentellen Teil auf Niob beschränkt. Dementsprechend wurden auf Basis von Industrieschmelzen des Federstahles 50CrV4 und des Einsatzstahles 16MnCrB5 Laborschmelzen mit und ohne Niob hergestellt. Um den Einfluss der Schmelzengröße beurteilen zu können, erfolgte die Versuchsdurchführung sowohl für die Laborschmelzen als auch für die Industrieschmelzen.

Ziel der Arbeit war es in erster Linie die Möglichkeiten aufzuzeigen, die durch die Mikrolegierung in Hinblick auf die Feinkornbildung beim Walzprozess bzw. der nachfolgenden charakteristischen Wärmebehandlung und der damit verbundenen verbesserten mechanischen Eigenschaften erzielt werden können.

Mithilfe eines Umformdilatometers wurden Walzbedingungen bei unterschiedlichen Austenitisierungstemperaturen simuliert. Dabei zeigte sich, dass sich eine Niob-Mikrolegierung effektiv dazu eignet, ein feinkörnigeres Sekundärkorn zu erzielen. Zurückzuführen ist dies in erster Linie auf die Behinderung des Austenitkornwachstums durch unaufgelöste Nb-Ausscheidungen bzw. durch den wechselseitigen Einfluss zwischen Mikrolegierung und Umformung. Der Effekt wird durch ein Absenken der Austenitisierungs- bzw. Umformtemperatur zusätzlich begünstigt. Die in diesem Zusammenhang ermittelten Umwandlungstemperaturen wurden durch die Nb-Mikrolegierung und den damit verbundenem Nb-Ausscheidungen zu kürzeren Zeiten und höheren Temperaturen verschoben.

Durch Untersuchungen zum Ausscheidungsverhalten konnten vereinzelte Nb-Ausscheidungen an den Korngrenzen detektiert werden, der Großteil der Ausscheidungen befindet sich jedoch im Korninneren. Für den 50CrV4 lagen dabei teilweise Mischausscheidungen vor, die auch Chrom und Vanadin enthielten. Zudem zeigt sich, dass im Fall des 50CrV4 die Niobausscheidungen teilweise als Keimbildungsstellen für die Bildung von VN fungierten. Im Fall des 16MnCrB5 dienten die Niob-Karbonitride teilweise als Keimbildungsstellen für CrN.

Aus Kornwachstumsuntersuchungen zeigte sich weiters, dass durch die Nb-Mikrolegierung vor allem im Fall des Einsatzstahles ein wesentlich feineres Korn erzielt werden kann und die Feinkornbeständigkeit bis ca. 1000°C erhalten bleibt. Bei Temperaturen > als 1050°C kann jedoch durch eine alleinige Nb-Mikrolegierung keine Feinkornbeständigkeit gewährleistet werden. Um eine Feinkornbeständigkeit bei noch höheren Austenitisierungstemperaturen sicherzustellen, wäre zusätzlich eine Mikrolegierung mit Titan erforderlich [39]. Für den Federstahl zeigt sich ebenfalls dass durch die Nb-Mikrolegierung ein deutlich feineres Austenitkorn erreicht werden kann.

Aus Stirnabschreck-Versuchen die zur Überprüfung der (Ein)Härtbarkeit durchgeführt wurden geht hervor, dass im Fall des Federstahles 50CrV4 das Härteverhalten verschlechtert wird. Ein Faktum, dem in der Praxis durch erhöhte Anteile an härtefördernden Elementen Rechnung getragen werden müsste. Der Einsatzstahl 16MnCrB5 weist durch die Nb-Mikrolegierung dagegen keine verschlechterte Einhärtbarkeit auf.

Um den Einfluss der Nb-Mikrolegierung auf die mechanischen Eigenschaften des Federstahles 50CrV4 aufzuzeigen, erfolgte die Durchführung von Zugversuchen zur Erstellung von Vergütungsschaubildern mit und ohne Mikrolegierung. Dabei wies die mit Niob mikrolegierte Variante des 50CrV4 tendenziell bei gleicher Festigkeit eine verbesserte Zähigkeit auf. Damit zeigte sich, dass es prinzipiell möglich ist, durch die Mikrolegierung bei gleichem Zähigkeitsniveau höhere Festigkeiten zu erreichen.

Die Beurteilung des Einflusses der Schmelzengröße hinsichtlich Labor – und Industrieschmelzen war insofern schwierig zu bewerten, da sich die Laborschmelze aufgrund der Herstellung in einem herkömmlichen Induktionsofen in ihrer chemischen Zusammensetzung von jenen der Industrieschmelzen geringfügig unterschied. Aus den Vergleichsuntersuchungen geht jedoch hervor, dass sofern der Einfluss der unterschiedlichen chemischen Zusammensetzungen vernachlässigt werden kann, kein unmittelbarer Einfluss der Schmelzengröße bestand.

Literaturverzeichnis

- [1] S. Trute, W. Bleck, F. Hoffmann, R. Kawalla: Effects and benefits of microalloying in medium carbon steels, Aus: Recent Advances of Nb Containing Materials in Europe 20/05/05, Proceedings pp. 123-133
- [2] http://www.imwf.uni-stuttgart.de/lehre/vd/wk_2/Folien/27_04_06.pdf
Oktober 2006
- [3] B. Huchtemann, S. Engineer, V. Schüle: Ein mikrolegierter Stahl mit verbesserter Zähigkeit, HTM 44 (1989) S. 17 - 24
- [4] Gladman T. The physical metallurgy of microalloyed steels. The Institute of Metals (1997)
- [5] K. Hulka, A. Kern, U. Schriever: Application of Niobium in Quenched and Tempered High-Strength Steels, Materials Science Forum Vols. 500-501 (November 2005) pp 519-526
- [6] K. Hulka, F. Heisterkamp: Role and Implication of Niobium in as-forged Steels, Proceedings of International Symposium in Golden Colorado, July 8-10, 1986
- [7] Julie Mougín, Pierre Dierickx, Daniel Robot, Jaime Fofes Vernis: Gears and Springs in Niobium Microalloyed Steels for Automotive Applications, Materials Science Forum Vols 500-501 (November 2005) pp. 753-760
- [8] C. Fossaert, G. Rees, T. Maurickx, A.J. DeArdo: Met. Mat. Transactions A Vol 25A (1994) p. 277
- [9] L. Meyer, Mikrolegierungselemente im Stahl, Thyssen Technische Berichte, Heft 1/84 S. 34 -44
- [10] R. Lagneborg, T. Siwecki, S. Zajac, B. Hutchinson: The Role of Vanadium in Microalloyed Steels, Scandinavian Journal of Metallurgy, Volume 38, issue 5, October 1999
- [11] Koschlig M.: Umformtechnische Schriften, Band 23, Stahl und Eisen (1990)
- [12] <http://www.mbau.fhannover.de/imperia/md/content/fbm/personen/rahlfslinse>
(Oktober 2006)
- [13] A. Von den Steinen, S. Engineer, E. Hom, G. Reis; Stahl und Eisen, Vol. 95 Nr. 6, 1975, S.209-214
- [14] A. Quispe, S.F. Medina, P. Valles, M. Gomez; Recrystallization and Grain Growth, Proceedings of the First Joint Int. Conf., Springer Verlag 2001 pp. 1155 - 1160
- [15] K. Narita: Physical chemistry of the group IVa, V and rare earth elements in steel. Trans ISIJ 1975; pp 145 - 152

-
- [16] Kunze J. Güth A.: Entstehung und Wirkung von Ausscheidungen in mikrolegierten Stählen, Neue Hütte, 30 Jahrgang Heft 10, Oktober 1985
- [17] C. Straßburger: "Entwicklungen zur Festigkeitssteigerung der Stähle", 1976, Verlag Stahleisen m.b.H., Düsseldorf
- [18] M. Michelitsch: Diplomarbeit, Leoben 1987
- [19] C. Klinkenberg, K. Hulka, W. Bleck: Niobium Carbide Precipitation in Microalloyed Steel, steel research int. 75 (2004) No 11, pp. 744-752
- [20] L. Chabbi: Dissertation, Freiberg 1995
- [21] L. Meyer: Stahl und Eisen, Vol. 101 Nr.7, 1987, S.483-491
- [22] B. Dutta, C.M. Sellars: Mater. Sci. Technol., 3 (1987), 197/206
- [23] W. J. Liu Metall. Mater. Trans. A, 26A (1995), 1641/57
- [24] Baker RG, Nutting J.: The Tempering of a Cr-Mo-V-W and a Mo-V Steel, Precipitation Processes in Steels, ISI Report No 64, London 1969, 1-22
- [25] D. Hernandez, B. Lopez, J.M. Rodriguez-Ibabe: Ferrite Grain Size Refinement in Vanadium Microalloyed Structural Steels, Materials Science Forum Vols 500-501 (November 2005) pp.411-418
- [26] Davenport AT, Honeycombe RK.: Precipitation of carbides at austenite/ferrite boundaries in alloy steels. Proc Roy Soc London 1971: 322: 191-205
- [27] S. Zajac, T. Siwecki, W.B. Hutchinson, R. Lagneborg: Strengthening Mechanisms in V Microalloyed Steels Intended for Long Products, ISIJ International, Vol. 38 (1998), No. 10, pp. 1130-1139
- [28] De Boer H., Beenken H., Branscheid P., Floßdorf F.J., Houmann W., Hof W., Litzke H.: Stahl und Eisen, vol. 105, Nr 22, 185 S. 1297-1305
- [29] A. Peters: Verbesserung der mechanischen Eigenschaften von Federstählen durch Mikrolegierung und thermomechanische Behandlung, Umformtechnische Schriften, Band 69, Shaker Verlag Aachen 1997
- [30] Eckstein H.J., Günther K.: Draht, Vol. 42, Nr. 9 S. 627-631
- [31] G.Gottstein: Physikalische Grundlagen der Materialkunde, Springer Verlag Berlin Heidelberg, 2 Auflage (2001).
- [32] C.M.Sellars, H. Beynon: Proc. Int. Conf. Of HSLA Steels, Wollongong, 1984
- [33] W. Bleck et al.: Development of Carburizing Steels for Ultra High Process Temperatures, European Commission Report, no. EUR 20630 (2003)
- [34] S.G. Davidson, J.p. Wise, J.G. Speer: Proc. Of the 20th ASM Heat Treating conference, St. Louis, MO (2000), p.1144
- [35] Braun H., Dobler H.D., Doll W., Fischer U.: Fachkunde Metall, Verlag Europa Lehrmittel, 52 Auflage 1996
- [36] Spitzer H., Stahl und Eisen 118 (198) Nr. 5, S. 67-75
- [37] Wyss U.: HTM 43 (1988) 1, S. 27- 35

-
- [38] Flesch R., Spitzer H. Bleck W.: Literaturrecherche T 701 „Feinkornstahl“ Forschungsheft Nr. 549, Forschungsvereinigung Antriebstechnik e.V., 1998
- [39] Hippenstiel F.: Mikrolegierte Einsatzstähle als maßgeschneiderte Werkstofflösung zur Hochtemperaturaufkohlung von Getriebekomponenten, Berichte aus dem Institut für Eisenhüttenkunde RWTH Aachen, Shaker Verlag Band 6/2002
- [40] A. Jöller: Bor-legierte Stähle für Langprodukte unter Berücksichtigung der Härbarkeit, Vortrag im U-Ausschuss für Baustähle und Werkstoffprüfung der EHÖ 1999
- [41] Knorr W., Peters H.J., Tacke G., HTM 36 (1981) 3, S. 129 - 133
- [42] W. Bleck, F. Hippenstiel, F. Hoffmann, C. Pichard, A. Kueper, H. Smith, R. Leppänen, C. Bertrand: Development of carburising steels for ultra high process temperatures, ECC steel publications (2003)
- [43] K.Klenke, R. Kohlmann: Einsatzstähle in ihrer Feinkornbeständigkeit, heute und morgen, HTM Band 60, (2005) Heft 5 Seite 260-270
- [44] Meyer L., Stahl und Eisen, Vol.101, Nr. 7, 1987, s. 483 – 491
- [45] G. R. Speich: Int. Conf. On Phase Transformations in Ferrous Alloys, Philadelphia 1983, Conf. Proc., Met. Soc. AIME, S 341
- [46] Kaspar R.; Kapellner W.; Pawelski O.; HTM, Vol. 41, Nr. 4, 1986, S. 177 – 185
- [47] <http://www.mpie.de/fileadmin/pics/MU-pics/lectures/conferences/2002/Direktwalzen.pdf> (November 2006)
- [48] Arndt J.:Entwicklung einer TMB-Strategie für Fahrzeugtragfedern Konferenz-Einzelbericht: SFU, Sächsische Fachtagung Umformtechnik, 5 *(1998) Seite 45.1-45.13
- [49] Peters A., Kaspar R., Janovec J, Pawlski O., steel research 67 (1996) No.7, S. 291-297
- [50] Peters A, Kaspar R., Pawelski O.: steel research 67 (1996) No.10, S. 412-418
- [51] P. Zhao, J.D. Boyd: Microstructure-property relationships in thermo-mechanically processed microalloyed medium carbon steel. Materials Science an Technology, June 2004, Vol 20
- [52] StahlWissen – NaviMat v301 12.2005
- [53] Europäische Norm EN 10083-1:1996 – 10, Vergütungsstähle
- [54] Holland P., Dahl W., Draht, Vol. 43, Nr 9, 1992, S. 755-760
- [55] Granottier Ch., Guy M., Maillard-Salin C., Lieurade H.-P.: Einfluss des Gießverfahrens und des Warmwalzgrades auf die Dauerfestigkeit eines Federstahles 50 CrV 4. Stahl und Eisen 108 (1988) S. 69-73
- [56] ZF 15-53; 2005-11; Probenvorbereitung und Prüfung von ZF-Einsatzstählen Herausgeber: ZF Friedrichshafen AG, Zentrale Technik/Normung

-
- [57] STAHL-EISEN-Prüfblätter SEP 1681, 2. Ausgabe, Juni 1998
- [58] DIN 50610, August 1985, Ermittlung der Ferrit- oder Austenitkorngröße von Stahl und Eisenwerkstoffen
- [59] www.Lamp.tu-graz.c.at/nanoanal/de/sub_loesungen.php, März 2007
- [60] Europäische Norm EN 10084:1998-06, Einsatzstähle
- [61] A. Legat, F. Kubik, A. Moser: Ein Beitrag zur Frage des Korngrößenverhältnisses von Stählen, Radex Rundschau, Heft 4, 1961
- [62] www.saarstahl.com/deutsch/produkte/walzstahlsorten/PDF-dokumente/m_7160_16MnCrB5.pdf, Februar 2007
- [63] M. Windhager, Diplomarbeit Leoben 1989
- [64] Y. J. Hwu, J. G. Lenard: J. Eng. Mater. Technol., 120 (1998), 19
- [65] X. Q. Yuan, Z. Y. Liu, S.H. Jiao, L.Q. Ma, G.D. Wang: The Onset Temperatures of γ to α -Phase Transformation in Hot Deformed and Non-deformed Nb Micro-alloyed Steels, ISIJ International, Vol. 46. (2006), No. 4, pp. 579-585
- [66] Seung Chan Hong, Sung Hwan Lim: Effects of Nb on strain induced ferrite transformation in C-Mn steel, Materials Science and Engineering A355 (2003) pp. 241-248
- [67] www.saarstahl.com/deutsch/produkte/walzstahlsorten/PDF-dokumente/m_8159_51CrV4.pdf, Februar 2007
- [68] M. Ayada, M. Yuga, N. Tsuji, Y. Saito, A. Yoneguti: Effect of V and Nb on Restoration Behavior after Hot Deformation in Medium Carbon Spring Steels, ISIJ International, Vol. 38 (1998); No. 9, pp. 1022-1031
- [69] Materials Science & Metallurgy, Lecture 10: Ferrous Alloys H. K. D. H. Bhadishia, www.msm.com.ac.uk/phase-trans/abstracts/L10.pdf