Montanuniversität Leoben

Biegeverhalten von verzinkten presshärtenden Stählen



Die vorliegende Arbeit wurde am Department Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben in Kooperation mit der voestalpine Stahl GmbH, Linz durchgeführt.

Leoben, Februar 2018

Eidesstattliche Erklärung:

Ich erkläre an Eides statt, dass die vorliegende Arbeit von mir selbständig und nur unter Verwendung der angeführten Literatur erstellt wurde.

Manfred Stadler

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich bei allen bedanken, die mich während der Anfertigung dieser Masterarbeit unterstützt haben.

In erster Linie möchte ich mich bei Herrn Prof. Dr. Ronald Schnitzer bedanken, der mir die Verfassung dieser Masterarbeit ermöglicht hat.

Mein besonderer Dank gilt Frau Dr. Christina Hofer, die mich während meiner Masterarbeit hervorragend betreute und mir beim Verfassen dieser Arbeit mit Rat und Tat zur Seite stand.

Bedanken möchte ich mich ebenfalls bei den Mitarbeitern von voestalpine Stahl GmbH, Linz, besonders bei Dr. Thomas Kurz, für die Unterstützung.

Meinen Studienkollegen und Freunden danke ich für die schönen Stunden während zahlreicher extracurricularer Aktivitäten.

Auch meiner Freundin möchte ich danken, da sie mich bei meinen Vorhaben unterstützte und stets ein offenes Ohr für meine Probleme und Sorgen hat.

Zu guter Letzt möchte ich mich bei der wichtigsten Person in meinem Leben, meiner Mama bedanken. Sie ermutigte mich den Schritt auf die Montanuniversität zu wagen und unterstützt mich in jeder Lebenslage. Ohne ihre moralische und nicht zuletzt großzügige finanzielle Unterstützung wäre die Beendigung meines Studiums nicht möglich gewesen. Daher widme ich ihr diese Arbeit.

Kurzfassung:

Steigende Anforderungen der Automobilindustrie bezüglich Gewichtsreduktion durch Materialeinsparung und der damit verbundenen Reduktion des Kraftstoffverbrauchs treiben den Einsatz von hochfesten Werkstoffen voran. Im Bereich hochfester Crash-Komponenten mit komplexer Geometrie, wie der B-Säule, haben sich presshärtende Stähle aufgrund ihrer hohen Festigkeit bei gleichzeitig gutem Verformungsverhalten und geringer Rückfederung bewährt. Es hat sich gezeigt, dass die Kennwerte des Dreipunktbiegeversuchs, vor allem der Biegewinkel bei Maximalkraft, mit den Ergebnissen von Seitenaufprall-Tests korrelieren. Im Vorfeld durchgeführte Untersuchungen kamen zum Schluss, dass Proben der direkt mit einem Vorkühlschritt gehärteten Legierung 20MnB8 ein schlechteres Biegeverhalten aufweisen als jene der indirekt gehärteten Legierung 22MnB5. Ziel dieser Masterarbeit war es, diese beiden verzinkten presshärtenden Stähle miteinander zu vergleichen und die Unterschiede im Biegeverhalten zu erklären. Gefügeuntersuchungen zinkschichtnaher Bereiche zeigten Ferritinseln im sonst vollmartensitischen Gefüge des 20MnB8. Messungen des Härteverlaufs mittels Nanoindentierung ergaben große Härteunterschiede aufgrund dieser Ferritinseln, welche bei Belastung zu Spannungsspitzen führen und dadurch das Biegeverhalten zu verschlechtern scheinen. Eine Einschlussanalyse zeigte kettige in Walzrichtung ausgerichtete Nitride beim 22MnB5, welchen die schlechteren Biegewerte dieses Stahls in Längsrichtung zugeschrieben werden.

Abstract:

Increasing requirements of the automotive industry with regard to weight reduction by material savings and the associated reduction in fuel consumption are promoting the use of high-strength materials. In the field of high-strength crash components with complex geometries, such as the B-pillar, press-hardening steels have proven suitable due to their high strength, good deformation behaviour and low springback. It has been shown that the characteristic values of the three-point bending test, in particular the bending angle at maximum force, correlate with the results of side impact tests. Preliminary investigations clearly show that samples of the alloy 20MnB8, hardened directly with a pre-cooling step, showed poorer bending behaviour than those of the indirectly hardened alloy 22MnB5. The aim of this master thesis was to compare these two zinc coated press-hardening steels and to explain the differences in bending behaviour. Microstructural investigations of areas close to the zinc layer showed ferrite islands in the otherwise fully martensitic structure of the 20MnB8. Measurements of the hardness profile by means of nanoindentation showed large differences in hardness due to these ferrite islands, which lead to stress peaks under load and thus seem to deteriorate the bending behaviour. An inclusion analysis showed a chain-like arrangement of the nitrides in rolling direction in 22MnB5, presumeably causing poorer bending values of this steel in longitudinal direction.

Inhaltsverzeichnis

| Ak | ronyme | und Formelzeichen | |
|----|----------|---|----|
| 1. | Einleit | ung und Zielsetzung | 1 |
| 2. | Theore | etische Grundlagen | 3 |
| | 2.1 Eins | atzgebiet und Eigenschaften | 3 |
| | 2.2 Korr | osionsschutz | 5 |
| | 2.2.1 | Aluminium-Silizium-Beschichtung | 5 |
| | 2.2.2 | Zink-Beschichtung | 6 |
| | 2.2.3 | Flüssigmetallversprödung | 7 |
| | 2.3 Hers | stellung | 9 |
| | 2.3.1 | Indirekter Prozess | 9 |
| | 2.3.2 | Direkter Prozess | 10 |
| | 2.3.3 | Direkter Prozess mit Vorkühlung | 11 |
| | 2.4 Bieg | everhalten presshärtender Stähle | 13 |
| | 2.4.1 | Bedeutung des Biegeverhaltens | 13 |
| | 2.4.2 | Schädigungsverlauf im Biegeversuch | 13 |
| | 2.4.3 | Einflussfaktoren auf das Biegeverhalten | 14 |
| 3. | Experi | mentelles | 16 |
| | 3.1 Mat | erial | 16 |
| | 3.1.1 | Herstellung und Zusammensetzung | 16 |
| | 3.1.2 | Untersuchte Platinen | 16 |
| | 3.2 Mik | rostrukturcharakterisierung | 17 |
| | 3.2.1 | Lichtmikroskopie | 17 |
| | 3.2.2 | Stereomikroskopie | 17 |
| | 3.2.3 | Gefüge und Bruchflächenuntersuchung | 17 |
| | 3.2.4 | Seigerungszeilenanalyse | 17 |
| | 3.2.5 | Einschlussanalyse | 17 |
| | 3.3 Zugv | versuch | |
| | 3.4 Bieg | eversuch | |
| | 3.5 Nan | oindentierung | 19 |

| 4. | Ergebnis | 5se | 21 |
|------|-----------|--|----|
| 4 | .1 Gefüg | echarakterisierung | 21 |
| | 4.1.1 | Nitalätzung | 21 |
| | 4.1.2 | Pikrinsäureätzung | 22 |
| | 4.1.3 | Rasterelektronenmikroskopie | 23 |
| | 4.1.4 | Seigerungsanalyse | 24 |
| 4 | .2 Zugve | rsuch | 25 |
| | 4.2.1 | Mechanische Kennwerte | 25 |
| | 4.2.2 | Bruchflächen | 26 |
| 4 | .3 Biegev | versuche | 27 |
| | 4.3.1 | Mechanische Kennwerte | 27 |
| | 4.3.2 | Bruchflächen | 29 |
| | 4.3.3 | Unterbrochene Biegeversuche | |
| 4 | .4 Einsch | Ilussanalyse | 33 |
| 4 | .5 Nanoi | ndentierung | |
| | 4.5.1 | Nanoindentierung an ungebogenen Proben | |
| | 4.5.2 | Nanoindentierung an Scherbändern | 41 |
| 5. | Diskussi | on | 43 |
| 6. | Zusamm | nenfassung | 47 |
| Lite | raturverz | zeichnis | IV |

Akronyme und Formelzeichen

| α | maximaler | Biegewink | el |
|---|-----------|-----------|----|
| | | -0- | - |

- α^{\prime} Martensit
- γ Austenit
- BSE Rückstreuelektronen (engl.: backscattered electrons)
- ECD..... flächengleicher Kreisdurchmesser (engl.: equivalent circle diameter)
- EDX..... energiedispersive Röntgenspektroskopie
- F_{max}...... Maximalkraft beim Biegeversuch
- LIMI Lichtmikroskop
- LMIE Flüssigmetallversprödung (engl.: Liquid Metal Induced Embrittlement)
- PHS..... presshärtender Stahl
- REM..... Rasterelektronenmikroskop
- SE Sekundärelektronen
- TRIP engl.: TRansformation Induced Plasticity
- WDX wellenlängendispersive Röntgenspektroskopie
- ZTU...... Zeit-Temperatur-Umwandlung

1. Einleitung und Zielsetzung

Steigende Anforderungen der Automobilindustrie bezüglich Gewichtsreduktion durch Materialeinsparung und der damit verbundenen Reduktion des Kraftstoffverbrauchs treiben den Einsatz von hochfesten Werkstoffen voran. Im Bereich hochfester Crash-Komponenten mit komplexer Geometrie, wie der B-Säule haben, sich presshärtende Stähle (PHS), aufgrund ihrer hohen Festigkeit bei gleichzeitig gutem Verformungsverhalten und geringer Rückfederung, bewährt [1,2].

Das Besondere am Herstellprozess von PHS, im Vergleich zu konventionell gehärteten Stählen, ist die Kombination von Formgebung bei gleichzeitiger martensitischer Gefügeeinstellung durch Abschreckung. Dies ermöglicht endkonturnahe Fertigung hochfester Stähle mit Zugfestigkeiten bis zu 2000 MPa. Der Werkstoff 22MnB5, ein borlegierter Stahl, der eine gute Durchhärtbarkeit besitzt, wird seit Jahren standardmäßig als PHS eingesetzt. Zur Verbesserung der Korrosionsbeständigkeit dieses niedriglegierten Stahls werden Beschichtungen eingesetzt. AlSi-beschichtete Bauteile, deren Beschichtung einen reinen Barriereschutz bieten, werden im direkten presshärtenden Verfahren hergestellt. Zink-beschichtete Bauteile, die den Vorteil eines aktiven Korrosionsschutzes bieten, werden hauptsächlich im indirekten Verfahren hergestellt. Beim indirekten Verfahren geht dem Austenitisierungsschritt eine Kaltumformung voraus, welche zwar die Wirtschaftlichkeit senkt, aber bisher aufgrund der Gefahr des Auftretens von Flüssigmetallversprödung (engl. Liquid Metal Induced Embrittlement = LMIE) unverzichtbar war. LMIE tritt auf, wenn flüssiges Metall, in diesem Fall niedrigschmelzendes Zink, infolge von hohen Zugspannungen, wie sie beim Umformen auftreten, die Korngrenzen eines festen Metalls benetzt und so bei anschließender Abschreckung zu einer Versprödung führt [3–5].

Seit Jahren gibt es Bestrebungen verzinkte Bauteile im wirtschaftlicheren direkten Verfahren herzustellen. Um LMIE bei direkt hergestellten Bauteilen zu vermeiden, hat voestalpine das direkte Verfahren mit Vorkühlung entwickelt. Bei diesem Prozess wird LMIE verhindert, indem der Warmumformung ein Vorkühlschritt vorgeschalten wird, welcher das Bauteil auf Temperaturen vorkühlt, bei der kein flüssiges Zink vorliegt. Durch die Vorkühlung wird die kritische Abkühlzeit zur Erzielung eines vollkommen martensitischen Gefüges beim 22MnB5 allerdings nicht mehr erreicht. Dies führte zur Entwicklung des adaptierten Werkstoffs 20MnB8, welcher aufgrund seiner trägeren Umwandlungskinetik einen stabileren Prozess garantiert [6–9].

Ausgehend von Untersuchungen des Biegeverhaltens, die zum Schluss kamen, dass der mit Vorkühlschritt direkt gehärtete Werkstoff 20MnB8 niedrigere maximale Biegewinkel erreicht als der indirekt gehärtete 22MnB5, zielt diese Masterarbeit darauf ab, die beiden Stähle zu vergleichen, zu untersuchen und dieses unterschiedliche Verhalten zu ergründen. Des Weiteren wurde beim 22MnB5 eine Anisotropie der Biegewerte festgestellt, welche ebenfalls untersucht werden soll.

Für diese Masterarbeit wurden jeweils drei Platinen beider Stähle von voestalpine zur Verfügung gestellt. Daten, der im Vorfeld durchgeführten mechanischen Prüfungen, wurden analysiert. Mit Hilfe von unterbrochenen Biegeversuchen wurde der Schädigungverlauf von PHS während des Biegens untersucht und der Bruchcharakter bestimmt. Gefügeuntersuchungen zeigten Unterschiede in der Mikrostruktur auf, über Pikrinsäureätzung wurde die Größe der ehemaligen Austenitkörner verglichen und eine Seigerungszeilenanalyse wurde durchgeführt. Härtemessungen mittels Nanoindentierung zeigten eventuelle Inhomogenitäten im Härteverlauf zinkschichtnaher Bereiche auf. Durch eine Einschlussanalyse wurde die nichtmetallischen Einschlüsse charakterisiert. Mit Hilfe dieser Untersuchungen wurde eine Korrelation zwischen der Mikrostruktur und dem Biegeverhalten von PHS hergestellt und eine Optimierung des Herstellprozesses und somit eine Erweiterung des Einsatzgebietes dieser Stahlsorte ermöglicht werden.

2. Theoretische Grundlagen

2.1 Einsatzgebiet und Eigenschaften

Die weltweite CO₂-Emission trägt maßgeblich zum globalen Klimawandel bei. Nach der Energieerzeugung ist der Personen- und Warentransport der zweitgrößte Verursacher von CO₂-Emissionen, wobei annähernd 90 % dieses Anteils auf den Automobilbereich zurückfallen. Die Europäische Union hat sich zum Ziel gesetzt, die Werte von 1990 bis 2020 um 20 % zu senken. Die Vorgaben für 2020 liegen bei 95 g/km. Die Reduktion des Fahrzeuggewichts ist eine Möglichkeit, Kraftstoff und somit CO₂-Emissionen einzusparen, wobei eine Reduktion von 100 kg Fahrzeuggewicht die Reichweite eines Personenkraftwagens um etwa 1 km/l erhöht [10–12].

Für den Einsatz als sicherheitsrelevante Bauteile haben sich presshärtende Stähle im Bereich hochfester Bauteile bewährt. Diese Werkstoffklasse erreicht Zugfestigkeiten bis zu 2000 MPa und bietet gegenüber kaltumgeformten Teilen den Vorteil von deutlich geringerer Rückfederung [2]. Der Anteil an warmumgeformten hochfesten Stählen in der Karosserie nahm in den letzten Jahren deutlich zu. Dieser ist beispielsweise von 6 % im VW Golf VI auf 28 % im neuen VW Golf VII gestiegen [13]. In Abbildung 2-1 ist das Einsatzgebiet von PHS in einem modernen PKW abgebildet [10].



Abbildung 2-1: Überblick über den Einsatz presshärtender Bauteile in der Karosserie eines modernen PKW [10].

Das Besondere am presshärtenden Verfahren ist die Kombination aus Formgebung und gleichzeitiger Gefügeeinstellung, wodurch endkonturnahe Fertigung aufgrund geringer Rückfederung ermöglicht wird. Als Ausgangsmaterial dient ein kaltgewalztes Band, welches ein ferritisch/perlitisches Gefüge und eine Härte von etwa 270 HV aufweist. Dieses Band wird bei circa 900 °C austenitisiert und anschließend abgeschreckt, wodurch ein verspanntes, martensitisches Gefüge mit einer Härte von bis zu 480 HV erreicht wird [14]. Abbildung 2-2 (a) zeigt das Gefüge eines PHS vor dem Härten. Die Gefügebestandteile sind ferritisch (weiße Bereiche) und perlitisch (braune Bereiche), wobei eine Vorzugsorientierung aufgrund des Walzvorgangs zu erkennen ist. Beim Presshärten wandelt das Gefüge, wie in Abbildung 2-2 (b) dargestellt ist, in Martensit um.



Abbildung 2-2: Lichtmikroskopische (LIMI) Aufnahme des Gefüges eines PHS: a) kaltgewalztes Ausgangsmaterial, Ferrit (weiß) und Perlit (braun), b) nach dem Härten (Martensit) [14].

Die Zugfestigkeit dieser Stähle erhöht sich von etwa 600 MPa des ferritisch/perlitischen Ausgangsmaterials auf circa 1500 MPa im gehärteten Zustand, mit einer Bruchdehnung von 5 - 7 % [2]. Abbildung 2-3 zeigt die Lage dieser Stähle im Vergleich mit anderen Stählen, die in der Automobilindustrie eingesetzt werden.



Abbildung 2-3: Lage der PHS; PHS erreichen im gehärteten Zustand hohe Festigkeit bei geringer Bruchdehnung [2].

Um eine vollständige martensitische Umwandlung zu ermöglichen, muss ein umwandlungsträger Werkstoff verwendet werden. Dabei hat sich der Einsatz von mit Bor legierten Manganstählen bewährt, da Bor die Durchhärtbarkeit stark verbessert [15]. Die Legierungselemente Mangan und Chrom erhöhen die Durchhärtbarkeit ebenfalls. Im Bereich der PHS hat sich vor allem der Stahl 22MnB5 durchgesetzt [2]. Das kontinuierliche Zeit-Temperatur-Umwandlungs (ZTU)-Diagramm dieser Legierung, welches in Abbildung 2-4 (a) zu sehen ist, zeigt ihr umwandlungsträges Verhalten. Verglichen mit einer borfreien Legierung ähnlicher Zusammensetzung in Abbildung 2-4 (b) kann die kritische Abkühlrate durch Zugabe von etwa 50 ppm Bor von 100 °C/s auf 30 °C/s verringert werden [16].



Abbildung 2-4: Kontinuierliches ZTU-Diagramm einer a) 22MnB5 Legierung mit 50 ppm Bor (kritische Abkühlrate 30 °C/s) und b) borfreien Legierung ähnlicher Zusammensetzung (kritische Abkühlrate 100 °C/s) [16].

2.2 Korrosionsschutz

Presshärtende Stähle gehören zur Gruppe der niedriglegierten Stähle. Der Einsatz in der Automobilindustrie erfordert ein Mindestmaß an Korrosionsbeständigkeit. Um diese Eigenschaften zu erreichen, müssen pressgehärtete Bauteile zusätzlich beschichtet werden. Beschichtungen werden bereits vor der Austenitisierung aufgetragen, da der Werkstoff dadurch zusätzlich vor Oxidation während der Austenitisierung geschützt wird und eine nachträgliche Auftragung zu Anlasseffekten führen würde. Die Herstellung dieser Beschichtungen ist von großem technischem Interesse, da diese beispielsweise Werkzeugverschleiß und Schweißbarkeit des Bauteils beeinflussen. Auf dem Gebiet der Beschichtungstechnik wird unter anderem versucht, den Beschichtungs- und Austenitisierungsvorgang zu kombinieren [17]. Gegenwärtig kommen hauptsächlich AlSi- und Zink-Beschichtungen zum Einsatz, wobei aber auch Kombinationen dieser beiden Beschichtungsklassen getestet werden [18–22].

2.2.1 Aluminium-Silizium-Beschichtung

Das Konzept, PHS mit einer AlSi-Legierung zu beschichten, wird gegenwärtig bevorzugt angewendet. Der kaltgewalzte Stahl wird dabei schmelzgetaucht und das aluminierte Stahlband anschließend austenitisiert. Während des Austenitisierungsvorgangs bilden sich aluminiumreiche, thermodynamisch stabile Oxide des Typs MO und M₂O₃, welche den Stahl vor weiterer Oxidation schützen. Der große Wärmeeintrag fördert die Diffusion zwischen Eisen und Aluminium. Eisenatome diffundieren hierbei von dem Stahlsubstrat in Richtung der Schichtoberfläche, während Aluminiumatome in Richtung des Substrats diffundieren. Der sich bildenden Al-Fe-Mischkristall und intermetallische Phasen wachsen in Richtung der Oberfläche und schützen die Beschichtung aufgrund ihres hohen Schmelzpunkts, im Vergleich zu Aluminium, vor dem Schmelzen [19]. Abbildung 2-5 zeigt die rasterelektronenmikroskopische (REM)-Aufnahme eines AlSi-beschichteten PHS, in der intermetallische Phasen mit unterschiedlichem Fe-Gehalt vorhanden sind.



Abbildung 2-5: REM-Aufnahme im Rückstreuelektronenkontrast (BSE) eines AlSi-beschichteten 22MnB5 der bei 920 °C für 6 min austenitisiert und anschließend abgeschreckt wurde [19].

Der Vorteil dieses Beschichtungskonzepts ist die hohe Prozessstabilität. Die Nachteile sind die schlechte Kaltumformbarkeit und die Tatsache, dass diese Beschichtungen aufgrund ihrer Lage in der elektrochemischen Spannungsreihe lediglich einen passiven Korrosionsschutz bieten. Dadurch wird der Grundwerkstoff nur an Bereichen intakter Beschichtung geschützt und geringe Beschädigungen, zum Beispiel in der Form von Kratzern, machen den darunter-liegenden Werkstoff für Korrosion anfällig [2].

2.2.2 Zink-Beschichtung

Als Korrosionsschutz kaltumgeformter Automobilbleche kommen hauptsächlich Zink-Beschichtungen zum Einsatz. Dieses Beschichtungskonzept wird auch auf PHS angewendet, jedoch in geringerem Ausmaß als bei anderen Stahlsorten. Hierbei sind ebenfalls die Verhinderung der Hochtemperatur-Oxidation sowie der Korrosionsschutz der Bauteile von Bedeutung. Die Zinkschicht wird via Feuerverzinkung aufgebracht. Ähnlich wie bei AlSi-Beschichtungen bilden sich auch hier während des Austenitisierens vor Hochtemperatur-Oxidation schützende Oxide [19]. Durch Diffusion entstehen während des Austenitisierungsvorganges ein Mischkristall und intermetallische Phasen. Der Eisengehalt der substratnahen Bereiche ist dabei, wie aus Abbildung 2-6 hervorgeht, höher als jener der substratfernen. Die eisenreichen Bereiche erscheinen hierbei aufgrund der höheren Massenzahl von Eisen im Vergleich zu Zink im BSE-Kontrast des REM dunkler [18]. Der Vorteil dieser Beschichtungsvariante liegt im unedlen Charakter von Zink. Dies führt zu einem aktiven Korrosionsschutz, da auch bei leichten Beschädigungen immer zuerst das unedle Zink angegriffen wird und nicht der Grundwerkstoff. Des Weiteren besitzen verzinkte Bleche eine bessere Kaltumformbarkeit als jene, die mit AlSi beschichtet sind. Der Nachteil dieser Technik ist die mit Zink einhergehende Gefahr der Flüssigmetallversprödung, die im Folgenden erläutert wird [18,23–25].



Abbildung 2-6: REM-Aufnahme im BSE-Kontrast eines bei 950 °C für 150 s austenitisierten, zinkbeschichteten 22MnB5. Eisenarme Bereiche erscheinen aufgrund der geringeren Massenzahl von Zink heller [18].

2.2.3 Flüssigmetallversprödung

Als Flüssigmetallversprödung wird im Allgemeinen die Reduktion der maximal ertragbaren Dehnung eines unter Zugspannung stehenden duktilen Metalls bezeichnet, dessen Korngrenzen von einer flüssigen Phase eines niedrigschmelzenden Metalls benetzt sind [26]. Verzinkte PHS sind aufgrund des niedrigen Schmelzpunkts von Zink und den hohen Zugspannungen, welche beim Umformprozess herrschen, besonders gefährdet. Wie im Phasendiagramm in Abbildung 2-7 zu erkennen ist, findet die peritektische Reaktion einer Eisen-Zink-Legierung bei einer Temperatur von 782 °C statt. Die Austenitisierungstemperatur konventioneller PHS liegt bei circa 850-950 °C, woraus die Gefahr eines Vorliegens von flüssigem Zink vor der Umformung resultiert. Betroffen sind Zusammensetzungen der Eisen-Zink-Legierung die im Phasendiagramm grau markierten sind. LMIE kann daher ab einem Zink-Anteil von 30 Massenprozent auftreten. Die Soliduslinie ist die Grenze zwischen dem festen α -Fe-Mischkristall und dem Bereich wo flüssige- und feste Zinkphasen im Gleichgewicht vorliegen und somit LMIE auftreten kann [27].



Abbildung 2-7: Fe-Zn-Phasendiagramm. Die grauen Bereiche markieren Zusammensetzungen, bei denen bei 950 °C flüssige Anteile vorliegen und welche daher von LMIE betroffen sind [5].

Liegen am Ende der Austenitisierung flüssige Anteile der Zinkbeschichtung vor, kann die Schädigung, wie von Cho et al. [27] beschrieben und in Abbildung 2-8 dargestellt, ablaufen. Bei beginnender Umformung der Bleche reißen die α -Fe(Zn) Bereiche an der Oberfläche aufgrund ihrer niedrigen Festigkeit auf und legen das austenitische Grundmaterial (y), das nun in direktem Kontakt mit flüssigem Zn(Fe), wie in Abbildung 2-8 (a) ersichtlich ist, frei. Entlang dieser Austenitkorngrenzen können Zinkatome diffundieren und da Zink ein Ferritstabilisator ist, wandelt der Austenit an den Korngrenzen teilweise in Ferrit (α -Fe(Zn)) um, was in Abbildung 2-8 (b) verdeutlicht wird. Diese ferritischen Bereiche besitzen wiederum eine geringere Festigkeit als der Austenit, das ein Aufreißen entlang dieser Bereiche entlang der Korngrenzen, wie in Abbildung 2-8 (c) zu sehen ist, zur Folge hat. Durch die Kapillarwirkung dringt das flüssige Zink, wie in Abbildung 2-8 (d) dargestellt, weiter vor und der Austenit an der Rissspitze wird wiederum in α -Fe(Zn) umgewandelt, wodurch der Riss weiter wachsen kann. Infolge der Abschreckung wandelt das flüssige Zn(Fe) entsprechend der peritektischen Reaktion teilweise in die spröde F-Fe₃Zn₁₀ Phase um. Das austenitische Grundmaterial wird martensitisch (α'). An den Korngrenzen ist diese martensitische Umwandlung aufgrund der vorhandenen α -Fe(Zn) Phase, wie in Abbildung 2-8 (e) zu sehen ist, allerdings nicht möglich, das nach der Abschreckung zu ferritischen Bereichen niedriger Festigkeit entlang der Korngrenzen im sonst martensitischen Material führt. Der weiche Ferrit und die spröde Γ-Fe₃Zn₁₀ Phase sorgen für eine deutliche Verschlechterung der mechanischen Eigenschaften des fertigen Bauteils [27].



Abbildung 2-8: Schematischer Schädigungsverlauf bei LMIE. a) Die niedrigfeste α -Fe(Zn)-Phase bildet Risse. b) Zinkatome diffundieren entlang der Korngrenzen ins austenitische Grundmaterial (γ) und sorgen für eine Umwandlung $\gamma \rightarrow \alpha$ -Fe(Zn). c) Entlang des weichen α -Fe(Zn) kommt es zur Rissbildung. d) Flüssiges Zink benetzt die Korngrenzen und sorgt für ständige Umwandlung der Rissspitze von $\gamma \rightarrow \alpha$ -Fe(Zn). Dies lässt den Riss weiter wachsen. e) Beim Abschrecken wandelt das flüssige Zn(Fe) teilweise in die spröde Γ -Fe₃Zn₁₀-Phase um und das austenitische Grundmaterial (γ) in Martensit (α') [27].

Um LMIE zu verhindern, darf während des Umformens kein flüssiges Zink vorhanden sein. Dies kann unter anderem durch längere Glühzeiten erreicht werden, da dadurch mehr Diffusion von Eisen und Zink stattfindet, das einen festen α -Fe(Zn) Mischkristall zur Folge hat. Ab einem Eisenanteil von 70 % liegt bei 950 °C keine flüssige Phase mehr vor (Abbildung 2-7). Dies führt allerdings zu einer Veredelung der Zinkschicht, wodurch die Korrosionsbeständigkeit des späteren Bauteils verschlechtert wird [5].

2.3 Herstellung

2.3.1 Indirekter Prozess

Derzeit werden verzinkte presshärtende Bauteile hauptsächlich über den indirekten Prozess, welcher in Abbildung 2-9 dargestellt ist, hergestellt. In diesem Prozess wird das verzinkte Stahlband bereits vor der Austenitisierung entsprechend der gewünschten Bauteilgeometrie kaltumgeformt. Anschließend wird das Bauteil, abhängig von der Geometrie, bis zu einige Minuten lang auf der Austenitisierungstemperatur von circa 900 °C gehalten. Die anschließende Härtung und gleichzeitige Fixierung der Bauteilgeometrie, die sogenannte Formhärtung, wird in gekühlten Werkzeugen durchgeführt. Ein optionaler Konditionierungsschritt sorgt abschließend für die gewünschten Bauteileigenschaften. Durch die vorgelagerte Kaltumformung wird LMIE verhindert, da die Voraussetzungen dafür, hohe Spannungen in Gegenwart von flüssigem Zink, nicht gegeben sind. Aufgrund der schlechten Kaltumformbarkeit

von AlSi-Beschichtungen beschränkt sich dieses Verfahren auf die Herstellung verzinkter Bauteile [28].



Abbildung 2-9: Schematische Darstellung des indirekten Prozesses zur Herstellung verzinkter presshärtender Bauteile [28].

2.3.2 Direkter Prozess

Im Gegensatz zu Zink-beschichteten Bauteilen werden AlSi-beschichtete vorwiegend im direkten Prozess hergestellt [24]. Wie in Abbildung 2-10 ersichtlich ist, wird die Platine in diesem Prozess ohne vorgeschaltete Kaltumformung austenitisiert. Das Blech wird anschließend in gekühlten Werkzeugen umgeformt und nach der Presshärtung endbearbeitet [7]. Der Vorteil dieses Verfahrens ist seine Wirtschaftlichkeit, da im Gegensatz zum indirekten Prozess auf die Kaltumformung verzichtet werden kann. Seit Jahren gibt es Bemühungen, die direkte Presshärtung auch für verzinkte Bleche anzuwenden. Dem Problem des LMIE wurde versucht durch Variation der Austenitisierungstemperatur bzw. –zeit beizukommen. Durch diese Maßnahmen wurde eine vollständige Umwandlung in festes α -Fe(Zn) gewährleistet und somit das Vorhandensein von flüssigem Zink, das Voraussetzung für LMIE ist, verhindert. Der Nachteil dieses Ansatzes ist jedoch der deutlich herabgesetzte Korrosionsschutz durch die Anreicherung der Zinkschicht mit Eisen [9].



Abbildung 2-10: Schematische Darstellung des direkten Prozesses zur Herstellung AlSi-beschichteter presshärtender Bauteile [8].

2.3.3 Direkter Prozess mit Vorkühlung

Ein vielversprechender Ansatz verzinkte Bauteile direkt zu härten, ist der in Abbildung 2-11 dargestellte Einbau eines Vorkühlschritts [7]. Das Grundprinzip hinter diesem Verfahren ist es, die Warmumformung bei einer Temperatur durchzuführen, wo kein flüssiges Zink mehr vorliegt. Die verzinkte Platine wird auf 900 °C erwärmt und, abhängig von der Blechdicke, für bis zu einige Minuten lang gehalten. Das austenitisierte Blech wird mit Luft kontaktlos auf etwa 550 °C vorgekühlt. Bei der anschließenden Warmumformung liegen somit keine flüssigen Zink-Phasen vor, wodurch die Bildung von Rissen in Folge von LMIE verhindert wird. Der Prozess endet wiederum mit dem Beschnitt und einer optionalen Konditionierung. Der Vorteil dieses Prozesses liegt in der Integrierbarkeit der bereits bestehenden Warmumformunglagen, da lediglich der Vorkühlschritt vorgeschaltet werden muss [7].



Abbildung 2-11: Schematische Darstellung des direkten Prozesses mit Vorkühlung zur Herstellung Zink-beschichteter presshärtender Bauteile [8].

Die Einführung einer Vorkühlstufe auf 550 °C führt dazu, dass beim Transfer zur Warmumformung die Gefahr einer unerwünschten, vorzeitigen Phasenumwandlung aufgrund der verringerten Platinentemperatur gegeben ist. Wie im isothermen ZTU-Diagramm des 22MnB5 in Abbildung 2-12 mit einem roten Pfeil dargestellt, beginnt der Werkstoff bei einer Vorkühltemperatur von 550 °C bereits nach 2 s diffusionsgesteuert umzuwandeln. Diese kurze Zeit sorgt für eine deutliche Verschlechterung der Prozessstabilität beim Transfer, da für die vollmartensitische Umwandlung eine möglichst homogene, austenitische Mikrostruktur vor der Abschreckung vorhanden sein muss. Um die Prozessstabilität zu erhöhen, hat voestalpine die chemische Zusammensetzung des 22MnB5 adaptiert und den Stahl 20MnB8 entwickelt. Aufgrund des höheren Mangangehalts startet die Umwandlung bei der für den Prozess typischen Transfertemperatur von 550 °C, wie in Abbildung 2-13 ersichtlich, erst nach circa 20 s [8].



Abbildung 2-12: Isothermes ZTU-Diagramm des Werkstoffs 22MnB5. Die Umwandlung startet bei einer Vorkühltemperatur von 550 °C nach 2 s [8].



Abbildung 2-13: Isothermes ZTU-Diagramm des adaptierten Werkstoffs 20MnB8. Die Umwandlung startet bei einer Vorkühltemperatur von 550 °C nach 20 s [8].

2.4 Biegeverhalten presshärtender Stähle

2.4.1 Bedeutung des Biegeverhaltens

Presshärtende Stähle werden vor allem in Crash-Komponenten eingesetzt. Es hat sich gezeigt, dass die Kennwerte des Dreipunktbiegeversuchs, vor allem der Biegewinkel bei Maximalkraft, mit den Ergebnissen von Seitenaufprall-Tests korrelieren [8]. Dadurch können Biegeversuche die sehr aufwändigen Crash-Tests teilweise ersetzen. Beim Dreipunktbiegeversuch wird eine auf Rollen gelagerte, plättchenförmige Probe von einem Biegestempel, wie in Abbildung 2-14 schematisch dargestellt ist, bis zum Versagen belastet. Der Verlauf der Kraft in Abhängigkeit des Weges wird aufgezeichnet und daraus der maximale Biegewinkel α , entsprechend der Norm VDA 238-100 [29], berechnet.



Abbildung 2-14: a) Aufbau des Biegeversuch nach der Norm VDA 238-100 [29]. b) Darstellung der Probe nach dem Biegeversuch mit dem maximalen Biegewinkel α [8,29].

2.4.2 Schädigungsverlauf im Biegeversuch

Zur Klärung des Schädigungsmechanismus während des Biegens von presshärtenden Stählen wurden in einer Arbeit von Benedyk [30] Untersuchungen an verzinkten Proben der Legierung 22MnB5 durchgeführt. An Proben, bei denen der Biegversuch bei verschiedenen Biegewinkeln unterbrochen wurde, konnte der Schädigungsverlauf dabei gut beobachtet werden [30]. Die Schädigung beginnt, wie in Abbildung 2-15 (b) dargestellt ist, mit Rissbildung in der weichen Fe(Zn)-Phase und es kommt zur Bildung von Kerben, von denen Scherbänder ausgehen. Bei zunehmender Belastung werden die Kerben größer und der Martensit in der Nähe der Kerben wird, wie in Abbildung 2-15 (c) verdeutlicht wird, umgeformt. Der zum Versagen führende Anriss bildet sich aufgrund von oberflächennahen Defekten wie Poren und nichtmetallischen Einschlüssen aus, welche sich in der in Abbildung 2-15 (d) dargestellten Zone der Scherbänder befinden. Anrissbildung und der folgende Rissfortschritt finden dann unter circa 45 ° zur Oberfläche statt. Ein ähnlicher Schädigungsverlauf wurde auch bei Nichteisenmetallen beobachtet [31,32].



Abbildung 2-15: Schematischer Schädigungsverlauf eines verzinkten presshärtenden Stahls während des Biegeversuchs: a) Zu Beginn ist die Probe unverformt. b) Die Kerbenbildung beginnt in der weichen Fe(Zn)-Phase und Scherbänder entstehen an Kerben. c) Die Kerben wachsen. d) Es kommt zur Anrissbildung in der Zone der Scherbänder aufgrund von Poren oder nichtmetallischen Einschlüssen. e) Der Riss schreitet unter 45° fort [30].

2.4.3 Einflussfaktoren auf das Biegeverhalten

Bei Aluminiumlegierungen wurde beobachtet, dass das Gefüge einen großen Einfluss auf das Biegeverhalten hat. Stranggegossenes Material besitzt aufgrund des grobkörnigen Gefüges und Ausscheidungen an den Korngrenzen sehr schlechte Biegeeigenschaften. Gleichzeitig wurde eine ausgeprägte Anisotropie der Biegeeigenschaften bei gepresstem und kaltgewalztem Material festgestellt [33]. Andere Untersuchungen zeigten, dass aufgrund von langgestreckten Einschlüssen Längsproben schlechtere Biegewerte aufwiesen als Querproben [34]. Es wurde festgestellt, dass langgestreckte inkohärente Partikel in Al-Mg-Legierungen die Rissgeschwindigkeit erhöhen können [35]. Grobe primäre Einschlüsse können die Scherbandbildung beeinflussen und so zur Rissinitierung führen [30,36]. In Stählen können nichtmetallische Einschlüsse, wie zum Beispiel Titannitride, Ausgangspunkt für Porenwachstum sein. Im Bereich der Scherbänder kann dies zum Versagen führen [30].

Da die Schädigung beim Biegeversuch von der Oberfläche bzw. oberflächennahen Bereichen ausgeht, sind diese Bereiche von besonderem Interesse. In hochfesten Stählen wurde durch künstlich eingebrachte Oberflächenrisse die kritische Risslänge während des Biegeversuchs abgeschätzt. Es zeigte sich, dass die kritische Risslänge mit der Härte der Stähle abnimmt [37]. Versuche an "TRansformation-Induced-Plasticity" (TRIP) Stählen zeigen, dass sich oberflächennahe bandartige Hartphasen im Zugbereich besonders negativ auf das Biegeverhalten auswirken. Ferrit/Martensit-Phasengrenzen können ebenfalls rissauslösend wirken [38]. Versagen an Ferrit/Martensit-Grenzflächen wird auch bei Dualphasen-Stählen beobachtet [30].

Es gibt verschiedene Ansätze, die Biegeeigenschaften presshärtender Stähle zu verbessern. Biegeversuche an bei 450 °C angelassenen PHS zeigen einen deutlichen Anstieg des maximalen Biegewinkels, allerdings bei gleichzeitiger Festigkeitsabnahme [30]. Gezieltes Entkohlen unbeschichteter Proben, durch Variation der Glühzeiten, beeinflusst das Biegeverhalten laut Choi et al. positiv [39]. Der in Abbildung 2-16 dargestellte entkohlte Bereich reicht etwa 30 µm in das Grundmaterial. Mit steigender Entkohlungstiefe steigt nicht nur der maximale Biegewinkel, sondern es ändert sich auch der Schädigungsverlauf, wodurch es zu einem Versagen ohne vorhergehende Kerbenbildung kommt [30].



Abbildung 2-16: REM-Aufnahmen im Sekundärelektronenkontrast (SE) einer a) unbeschichteten nicht entkohlten vollmartensitischen Probe und b) unbeschichteten entkohlten Probe mit einer Entkohlungstiefe von 30 μm [39].

3. Experimentelles

3.1 Material

3.1.1 Herstellung und Zusammensetzung

Die untersuchten Legierungen, 22MnB5 und 20MnB8, werden beide großtechnisch bei voestalpine Stahl GmbH hergestellt. Ausgangsmaterial sind 210 mm dicke Brammen, die im Stoßofen auf 1200 °C erhitzt werden. Die Brammen werden mittels fünf reversierender Stiche am Vorgerüst und sieben anschließenden Stichen auf der Fertigstraße auf die gewünschte Banddicke warmgewalzt, anschließend abgekühlt und gehaspelt. Nach dem Durchlaufen der Beize werden die Bänder Kaltwalzwerk auf ihre endgültige Dicke von 1,5 mm gewalzt. In der Feuerverzinkungsanlage werden die Bänder anschließend rekristallisiert und verzinkt. Im Zuge der Verzinkung werden die Bänder gezielt randentkohlt. Das ferritisch/perlitische Ausgangsmaterial wird danach in Platinen mit 600 mm Kantenlänge geschnitten. Diese Tafeln werden in einem Durchlaufofen bei circa 900 °C austenitisiert. Die Austenitisierungszeit wurde beim 22MnB5 mit 45 s und beim 20MnB8 mit 45 s und 200 s festgelegt. Die für 200 s austenitisierten Proben sollten Aufschluss über den Zusammenhang zwischen Korngröße und Austenitisierungszeit geben. Die austenitisierten Platten des 22MnB5 wurden dann in einem gekühlten Plattenwerkzeug gehärtet. Beim 20MnB8 wurde zusätzlich ein Vorkühlschritt durchgeführt. Das Ergebnis der chemischen Analyse der beiden Stahlsorten ist in Tabelle 3-1 zu sehen.

| | С | Si | Mn | Р | S | Al | Cr | Ti | В | N |
|--------|-------|------|------|-------|--------|------|------|-------|--------|--------|
| | [m%] | [m%] | [m%] | [m%] | [m%] | [m%] | [m%] | [m%] | [m%] | [m%] |
| 22MnB5 | 0,206 | 0,19 | 1,23 | 0,012 | 0,0007 | 0,05 | 0,22 | 0,036 | 0,0029 | 0,0032 |
| 20MnB8 | 0,186 | 0,18 | 2,00 | 0,011 | 0,0007 | 0,05 | 0,04 | 0,032 | 0,0036 | 0,0052 |

Tabelle 3-1: Ergebnis der chemischen Analyse der beiden Stähle.

3.1.2 Untersuchte Platinen

Im Zuge dieser Masterarbeit wurden insgesamt jeweils drei verschiedene Platinen beider Legierungen untersucht. Diese drei Platinen wurden jeweils demselben Band entnommen. Platine 1 diente zur Werkstoffcharakterisierung und an ihr wurden keine mechanischen Prüfungen durchgeführt. An Proben der Platine 2 wurden im Vorfeld Zug- und Biegeversuche durchgeführt. Die Ergebnisse dieser Prüfungen dienten als Ausgangspunkt der in dieser Masterarbeit behandelten Problemstellung. An Proben, die der Platine 3 entnommen wurden, wurden unterbrochene Biegeversuche durchgeführt.

3.2 Mikrostrukturcharakterisierung

3.2.1 Lichtmikroskopie

Es kam ein LIMI des Typs Imager M1M mit einer Kamera des Typs AxioCam MRc5 der Firma Zeiss zum Einsatz. Für die Untersuchungen wurden Längs- und Querproben mit einer Kantenlänge von circa 10 mm in ein leitfähiges Kunstharz (Polyfast) an einer Citopress-20 der Firma Struers eingebettet und danach mit einer Schleifmaschine des Typs Tegramin-30 geschliffen und auf 1 µm poliert. Die Schliffe wurden anschließend für etwa 3 s nitalgeätzt.

3.2.2 Stereomikroskopie

Zur Untersuchung der Bruchoberflächen wurde ein Stereomikroskop des Typs Discovery V20 mit der Kamera AxioCam MRc5, beide von der Firma Zeiss, verwendet.

3.2.3 Gefüge und Bruchflächenuntersuchung

Zur Gefügebeurteilung und für die Untersuchung der Bruchflächen kam ein REM des Typs EVO 50 der Firma Zeiss zum Einsatz. Die Beschleunigungsspannung betrug 30 kV und es wurden Aufnahmen im BSE- und im SE-Kontrast angefertigt.

3.2.4 Seigerungszeilenanalyse

Auch die Seigerungszeilenanalyse wurde am REM des Typs EVO 50 der Firma Zeiss durchgeführt. Zur qualitativen Bestimmung der Konzentrationsänderung der Elemente kamen sowohl energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX) als auch wellenlängendispersive Röntgenspektroskopie (WDX) Systeme des Typs Inca Plattform der Firma Oxford Instruments zum Einsatz. Die zu untersuchende Probe wurde dafür zuerst wie für die Mikrostrukturuntersuchung präpariert, geätzt und im LIMI untersucht. Die damit sichtbargemachte Seigerungszeile wurde mittels Härteeindrücke oberhalb und unterhalb dieser Zeile markiert. Der Schliff wurde danach wieder aufpoliert, ausgebettet und der Bereich zwischen den Härteeindrücken wurde im REM untersucht.

3.2.5 Einschlussanalyse

Die Analyse der nichtmetallischen Einschlüsse wurde am Lehrstuhl für Eisen- und Stahlmetallurgie der Montanuniversität Leoben an einem REM des Typs 7200F der Firma JEOL durchgeführt. Die geschliffenen Querproben wurden mit einem Diamantpoliertuch Quick Step der Firma Industrieservice Siegmund Bigott auf 9 µm und 3 µm wasserfrei poliert. Bei der Einschlussanalyse wird die Probe mit zurückgestreuten Elektronen nach einem vorab eingestellten Muster abgerastert. Da sich die Atommassen der nichtmetallischen Einschlüsse von jenen der Eisenmatrix unterscheiden, weisen diese eine andere Graustufe auf. Diese Graustufen werden mittels EDX-Detektor chemisch analysiert. Das Abrastern erfolgte durch das Programm Atec V3.3 der Firma Oxford Instruments. Darin wurden auch alle Parameter für die automatische Merkmalanalyse eingestellt. Die nachträgliche Auswertung der Datensätze erfolgte über eine vom Lehrstuhl für Eisen-und Stahlmetallurgie entwickelte Einschlussklassifizierung, bei welcher Messartefakte und Fehlmessungen ausgesondert wurden. Der kleinstmöglich messbare Partikeldurchmesser beträgt etwa 1 µm.

3.3 Zugversuch

Die Zugprüfungen wurden bei der voestalpine Stahl GmbH (Linz) an einer Prüfmaschine des Typs RKM 400/10 der Firma Roell & Korthaus durchgeführt. Geprüft wurden Flachzugproben mit einer Bezugslänge von 30 mm und einer Dicke von 1,5 mm in Anlehnung an die Norm DIN EN ISO 6892-1 [40].

3.4 Biegeversuch

Die Biegeprüfungen wurden auf einer Prüfmaschine des Typs RKM 400/10 der Firma Roell & Korthaus, ebenfalls bei voestalpine Stahl GmbH (Linz), nach der Norm VDA 238-100 [29] durchgeführt. Der Biegestempel verläuft bei Längsproben parallel zur Walzrichtung (Abbildung 3-1) (a) und bei Querproben normal darauf (Abbildung 3-1) (b). Die Probenlänge betrug 60 mm und die Probenbreite betrug 30 mm. Die Probendicke entsprach der Blechdicke (1,5 mm).



Abbildung 3-1: Definition von a) Längsproben und b) Querproben beim Dreipunktbiegeversuch [29].

Die unterbrochenen Biegeversuche wurden an Proben der Platine 3 durchgeführt. Hierbei wurden zur Bestimmung der Maximalkraft für jede Legierung jeweils zwei Längs- und Querproben bis zum Versagen geprüft. Ausgehend von diesen Daten wurden an der kraftgeregelten Prüfmaschine Werte knapp unter dieser Maximalkraft angesteuert und beim Erreichen dieser der Biegeversuch gestoppt. Um bei Werten zu stoppen die knapp über der Maximalkraft liegen, wurde die Maschine so eingestellt, dass sie bei einem bestimmten Kraftabfall stoppt.

3.5 Nanoindentierung

Nanoindentierung ist ein Härteprüfverfahren, welches wie die klassischen Verfahren auf dem Prinzip der Eindringung eines harten Prüfkörpers in das zu testende Material basiert. Während bei Verfahren wie beispielsweise der Vickersprüfung ein verbleibender Eindruck des Prüfkörpers in Folge der plastischen Verformung optisch vermessen wird, wird bei der Nanoindentierung Kraft und Eindringtiefe kontinuierlich gemessen. Diese kontinuierliche Messung ermöglicht die Bestimmung der mechanischen Eigenschaften, vorwiegend des E-Moduls und der Härte, selbst für sehr kleine Eindrücke, die optisch schwer zu vermessen wären. Somit eignet sich dieses Verfahren besonders zur Messung kleiner Phasenanteile oder dünner Schichten [41–43]. Um aussagekräftige Messergebnisse zu erhalten wird eine glatte, saubere, verformungsfrei präparierte Oberfläche vorausgesetzt. Die Proben wurden daher circa drei Stunden mittels OPS-Suspension an einer Poliermaschine des Typs Vibromet 2 der Firma Buehlert vibropoliert.

Die Bestimmung der mechanischen Kennwerte erfolgt über die Auswertung der Krafteindringkurve, die in Abbildung 3-2 schematisch dargestellt ist, nach dem Ansatz von Oliver und Pharr [43]. Die Härte H ist als der Quotient der Kraft F und der Kontaktfläche A_c definiert.

$$H = \frac{F}{A_c} \tag{3.1}$$

Für die Berechnung von A_c muss die Kontakttiefe h_c bekannt sein. Diese ergibt sich aus der Eindringtiefe h, der dazugehörigen Kraft F, einem Geometriefaktor ε und der Kontaktsteifigkeit S. Die Kontaktsteifigkeit ist die Steigung der an die Entlastungskurve angelegten Tangente, wie in Abbildung 3-2 schematisch dargestellt ist.

$$h_{\rm c} = h - \varepsilon * \frac{F}{S} \tag{3.2}$$

Die Kontaktfläche kann nun mit Hilfe einer von der genauen Spitzengeometrie abhängigen Flächenfunktion und der Kontakttiefe h_c berechnet werden. Für einen idealen dreiseitigen Berkovich-Indenter aus Diamant, welcher auch im Zuge dieser Masterarbeit zum Einsatz kam, lautet diese beispielsweise

$$A_{\rm c} = 24,56 * h_{\rm c}^2 \tag{3.3}$$

Das Einsetzen in Formel 3.1 ergibt dann die Härte H. Durch Kenntnis des E-Moduls E_i und der Querkontraktionszahl v_i sowie der Querkontraktionszahl der Probe v, kann über den reduzierten Modul

$$Er = \frac{\sqrt{\pi}}{2} * \frac{S}{\sqrt{A_c}} \tag{3.4}$$

ebenfalls der E-Modul der Probe berechnet werden [41,43,44].



Abbildung 3-2: Schematische Darstellung einer Krafteindringkurve mit den charakteristischen Kennwerten [41].

Im Zuge dieser Masterarbeit wurde ein intrinsisch kraftgeregelter Keysight Nanoindenter G200 mit CSM-Modul (continuous stiffness measurement) verwendet. Dieses erlaubt es die Kontaktsteifigkeit und somit Härte und Modul durch ein sinusoidal überlagertes Kraftsignal kontinuierlich tiefenabhängig zu ermitteln. Die Maximalkraft ist 500 mN. Alle Eindrücke wurden mit einer Indentierungsdehnrate von 0,05 s⁻¹ gemessen, wobei die Eindringtiefe je nach Messfeld zwischen 100 und 200 nm, bei größeren Eindrücken 2500 nm betrug.

4. Ergebnisse

4.1 Gefügecharakterisierung

4.1.1 Nitalätzung

Zur Charakterisierung des Gefüges der PHS wurden LIMI-Aufnahmen angefertigt. Da die Schädigung während des Biegeversuchs von der Oberfläche beginnt, war besonders das Gefüge knapp unter der Zinkschicht von Interesse. Es wurden die Gefüge aller drei Platinen untersucht, wobei sich Platine 1 und 2 nicht unterschieden. Eine Anisotropie, die durch den Walzprozess entstehen kann, konnte bei den LIMI-Aufnahmen nicht festgestellt werden, weswegen die folgenden Ergebnisse für Längs- und Querproben repräsentativ sind. Das Gefüge des Schliffs der Legierung 22MnB5, welches in Abbildung 4-1 (a) zu sehen ist, ist vollmartensitisch. Im Gegensatz dazu sind bei gleicher Vergrößerung im Schliffbild des 20MnB8, wie in Abbildung 4-1 (b) dargestellt ist, weiße inselförmige ferritische Bereiche in der martensitischen Matrix zu erkennen. Diese Inseln sind bis etwa 20 µm unter der Zinkschicht zu finden und einige Mikrometer groß. In Schliffen, die der Platine 3 entnommen wurden, sind bei beiden Legierungen Ferritinseln zu erkennen, wie in Abbildung 4-1 (c) und (d) ersichtlich ist. Die Mikrostruktur des 22MnB5 unterscheidet sich somit zwischen den Platinen, obwohl diese vom selben Band stammen. Die Zinkschicht ist in allen Schliffbildern durch die Nitalätzung stark angegriffen.



Abbildung 4-1: Schliffbilder der Legierungen: a) 22MnB5 der Platine 2 (vollmartensitisch), b) 20MnB8 der Platine 2 (mit Ferritinseln), c) 22MnB5 der Platine 3 (mit Ferritinseln) und d) 20MnB8 der Platine 3 (mit Ferritinseln).

4.1.2 Pikrinsäureätzung

Zur Sichtbarmachung der ehemaligen Austenitkorngrenzen wurde eine Pikrinsäureätzung angewendet. Diese gab Auskunft über Größe und Morphologie der ehemaligen Austenitkörner. Wie in Abbildung 4-2 ersichtlich ist, wurde die Zinkschicht durch die Ätzung in beiden Werkstoffen vollkommen abgetragen. Die ehemaligen Austenitkörner des 22MnB5 in Abbildung 4-2 (a) haben eine Korngröße von etwa 10 μ m. Die Morphologie der Körner unterscheidet sich nicht und es ist keine Vorzugsrichtung in der Kornorientierung durch das Walzen zu erkennen. Ähnliches gilt auch für den in Abbildung 4-2 (b) dargestellten 20MnB8. Generell liefert die Ätzung bei diesem Stahl ein deutlich schwächeres Ätzergebnis und die Körner sind mit etwa 15-20 μ m größer als jene des 22MnB5. Eine bevorzugte Kornorientierung aufgrund des Walzens ist auch hier nicht zu erkennen. In Abbildung 4-3 ist ein mit Pikrinsäure geätzter Schliff eines für 200 s auf Austenitisierungstemperatur gehaltenen 20MnB8 dargestellt. Die ehemaligen Austenitkörner sind in diesem Schliff geringfügig größer als jene des für 45 s austenitisierten.

Ergebnisse



Abbildung 4-2: Mit Pikrinsäure geätzter Schliff eines für 45 s auf Austenitisierungstemperatur gehaltenen a) 22MnB5 und b) 20MnB8.



Abbildung 4-3: Mit Pikrinsäure geätzter Schliff eines für 200 s auf Austenitisierungstemperatur gehaltenen 20MnB8.

4.1.3 Rasterelektronenmikroskopie

Zur höheren Auflösung des Gefüges und zur besseren Bestimmung der Morphologie der Ferritinseln wurden REM-Aufnahmen angefertigt. Es wurden Proben der Platine 1 untersucht. Ferritische Bereiche werden von der Ätzung stärker angegriffen als martensitische. Dies führt zu einem Relief, welches im REM mittels SE-Kontrast abgebildet werden kann. Aus Abbildung 4-4 (a) ist ersichtlich, dass auch in der REM-Aufnahme des 22MnB5 kein Ferrit nachzuweisen ist. Im Gegensatz dazu sind beim 20MnB8, der in Abbildung 4-4 (b) dargestellt ist, Ferritinseln zu erkennen. Sie erscheinen als Vertiefungen im sonst martensitischen Grundgefüge. Die Größe dieser Bereiche nimmt mit kleiner werdender Distanz zur Zinkschicht zu. Um eine Änderung des Gefüges durch unterschiedlich lange Glühzeiten zu eruieren, wurde ebenfalls ein Schliff eines für 200 s gehaltenen 20MnB8 im REM untersucht, ohne Unterschiede festzustellen.



Abbildung 4-4: REM-Aufnahmen im SE-Kontrast des Randbereichs der Legierungen a) 22MnB5 und b) 20MnB8 der Platine 1.

4.1.4 Seigerungsanalyse

Im Zuge der LIMI-Aufnahmen wurden auch randferne Bereiche des Blechs untersucht. In Abbildung 4-5 ist die Aufnahme eines geätzten Längsschliffs des Werkstoffs 22MnB5 zu sehen. Auffallend dabei ist der gerade, schmale, weiße Bereich, der sich mittig über die gesamte Probenlänge erstreckt. Solche Seigerungszeilen waren in mehreren Proben beider Stähle sowohl in den Längs- als auch den Querschliffen zu erkennen.



Abbildung 4-5: Seigerungszeilen im Längsschliff eines 22MnB5.

Um die chemische Zusammensetzung der Seigerungszeile zu analysieren, wurden Scans mittels EDX und WDX im REM durchgeführt. In Abbildung 4-6 (a) ist der mittels Härteeindrücke markierte, etwa 80 µm große abgescannte Bereich dargestellt. Abbildung 4-6 (b) zeigt die Ergebnisse dieses Scans, welche allerdings nur qualitative, keine quantitativen Aussagen zulassen. In der Grafik steht jede Farbe für ein Element, wie in der Legende in Abbildung 4-6 (b), zu sehen ist. Die Vermerke Ka1 bedeuten, dass mittels EDX gemessen wurde, beim Vermerk WD wurde mittels WDX gemessen. Das Diagramm zeigt einen leichten Anstieg der Counts des Elements Mangan über einen Bereich von circa 20 µm, während die Counts anderer Elemente wie Chrom oder Silizium nicht ansteigen. Um zu klären wie sich diese Manganseigerung auf den Mangangehalt der restlichen Probe auswirkt, wurden ebenfalls Scans an anderen Bereichen des Blechs durchgeführt. Es stellte sich heraus, dass die Seigerungszeile keine Auswirkung auf den Mangangehalt der restlichen Probe, vor allem nicht auf die für das Biegeverhalten relevanten, zinkschichtnahen Bereiche hat.



Abbildung 4-6: Ergebnis der Untersuchung der Seigerungszeile: a) abgescannter Bereich und b) chemische Analyse.

4.2 Zugversuch

4.2.1 Mechanische Kennwerte

Die Zugversuchsergebnisse des Stahls 22MnB5 von jeweils acht Proben sind in Tabelle 4-1 angegeben. Die Kennwerte des Zugversuchs wie die Dehngrenze bei 0,2 % plastischer Verformung ($R_{p0,2}$), die Zugfestigkeit (R_m), die Gleichmaßdehnung (A_g) und die Bruchdehnung (A_{30}) unterscheiden sich zwischen Längs- und Querproben kaum. Die Standardabweichung der Kennwerte $R_{p0,2}$ und R_m sind sehr gering und bewegen sich in der Größenordnung von 1 %, die Standardabweichung der Gleichmaß- und Bruchdehnung sind allerdings deutlich höher. Die Bruchspannung (R_b) und damit der Wert $\frac{R_m - R_b}{R_m}$, welcher das Einschnürverhalten beschreibt, zeigen die stärkste Richtungsabhängigkeit. Der Bereich zwischen R_m und R_b ist jener, in dem der Werkstoff einschnürt und die geometrische Entfestigung größer ist als die Werkstoffverfestigung. Dies lässt auf eine Richtungsabhängigkeit des Einschnürverhaltens schließen.

| | R _{p0,2} [MPa] | R _m [MPa] | R₀ [MPa] | А _g [%] | A ₃₀ [%] | $\frac{R_{m}-R_{b}}{R_{m}}$ |
|------------|----------------------------|-------------------------|-------------|-----------------------|------------------------|-----------------------------|
| Längsprobe | 1126 ± 17 | 1517 ± 11 | 1044 ± 44 | 3,65 ± 0,23 | 7,76 ± 0,30 | 0,31 ± 0,03 |
| Querprobe | 1106 ± 11 | 1512 ± 8 | 1103 ± 60 | 3,66 ± 0,25 | 7,50 ± 0,55 | 0,27 ± 0,04 |

Tabelle 4-1: Kennwerte des Zugversuchs des Werkstoffs 22MnB5 der Platine 2, L₀=30 mm, Anzahl der geprüften Proben=8.

Auch die Zugversuchskennwerte des 20MnB8, die in Tabelle 4-2 dargestellt sind, zeigen nur eine geringe Richtungsabhängigkeit. Die Bruchspannung der Querproben ist, wie beim 22MnB5, im Vergleich zu den Längsproben höher, das zu kleineren Werten von $\frac{R_m-R_b}{R_m}$ führt. Auch bei diesem Werkstoff streuen die Werte der jeweils acht Proben kaum. Vergleicht man die Kennwerte der beiden Werkstoffe 22MnB5 und 20MnB8, so erkennt man, dass sowohl R_{p0,2}, R_m, A_g und A₃₀ beim 22MnB5 geringfügig höher sind, während der Werkstoff 20MnB8 höhere Bruchfestigkeiten zeigt. Dies führt wiederum zu niedrigeren Werten von $\frac{R_m-R_b}{R_m}$, womit sich das Einschnürverhalten der Stähle unterscheidet.. Die Kennwerte des für 200 s auf Austenitisierungstemperatur gehaltenen 20MnB8, die in Tabelle 4-3 zu sehen sind, unterscheiden sich kaum von jenen des für 45 s gehaltenen.

Tabelle 4-2: Kennwerte des Zugversuchs des für 45 s auf Austenitisierungstemperatur gehaltenen Werkstoffs 20MnB8 der Platine 2, L_o=30 mm, Anzahl der Proben=8.

| | R _{p0,2} [MPa] | R _m [MPa] | R _b [MPa] | A _g [%] | A ₃₀ [%] | $\frac{R_{m}-R_{b}}{R_{m}}$ |
|------------|----------------------------|-------------------------|-------------------------|-----------------------|------------------------|-----------------------------|
| Längsprobe | 1066 ± 24 | 1472 ± 23 | 1085 ± 22 | 3,53 ± 0,16 | 7,24 ± 0,20 | 0,26 ± 0,01 |
| Querprobe | 1077 ± 20 | 1489 ± 13 | 1142 ± 38 | 3,65 ± 0,21 | 7,25 ± 0,44 | 0,23 ± 0,03 |

Tabelle 4-3: Kennwerte des Zugversuchs des für 200 s auf Austenitisierungstemperatur gehaltenen Werkstoffs 20MnB8 der Platine 2, L₀=30 mm, Anzahl der Proben=8.

| | R _{p0,2} [MPa] | R _m [MPa] | R₅ [MPa] | А _g [%] | A ₃₀ [%] | $\frac{R_m - R_b}{R_m}$ |
|------------|----------------------------|-------------------------|-------------|-----------------------|------------------------|-------------------------|
| Längsprobe | 1058 ± 23 | 1458 ± 21 | 1103 ± 39 | 3,65 ± 0,20 | 7,38 ± 0,52 | 0,24 ± 0,02 |
| Querprobe | 1065 ± 15 | 1465 ± 8 | 1129 ± 52 | 3,35 ± 0,29 | 6,84 ± 0,53 | 0,23 ± 0,03 |

4.2.2 Bruchflächen

Die Auswertung der mechanischen Kennwerte lässt Unterschiede im Einschnürverhalten der Werkstoffe vermuten. Zur Beurteilung der Einschnürung und der Versagensursache der Werkstoffe während des Zugversuchs wurden die Bruchflächen im REM untersucht. Der für das Biegeverhalten besonders interessante äußere Bereich der Probe weist, wie in Abbildung 4-7 (a) und in Abbildung 4-7 (c) ersichtlich ist, bei beiden Werkstoffen einen abgescherten Bereich knapp unter der Zinkschicht auf. In mittigen Bereichen der Zugprobe, welche in Abbildung 4-7 (b) und Abbildung 4-7 (d) dargestellt sind, erscheint der Bruchcharakter vollständig duktil mit tiefen Waben. Mit einem EDX-Scan wurde, wie in Abbildung 4-8 zu sehen ist, ein titanhältiger Einschluss, allem Anschein nach ein Titannitrid, in einer Wabe im mittigen Bereich der Zugprobe nachgewiesen.



Abbildung 4-7: REM-Aufnahmen im SE-Kontrast der Zugversuchs-Bruchflächen des Werkstoffs 22MnB5: a) Randbereich und b) Probenmitte; sowie des Werkstoffs 20MnB8:c) Randbereich und d) Probenmitte.



Abbildung 4-8: Titanhältiger Einschluss in einer Wabe der Bruchfläche einer Zugprobe des 20MnB8.

4.3 Biegeversuche

4.3.1 Mechanische Kennwerte

Es wurden Biegeversuche an zwei verschiedenen Platinen beider Werkstoffe durchgeführt. Proben der Platine 2 wurden bis zum Versagen geprüft. An Proben der Platine 3 wurden unterbrochene Biegeversuche durchgeführt, um den Schädigungsverlauf während des Biegens zu untersuchen. Um den Rissfortschritt zu beobachten, wurden dabei einige Proben über das Kraftmaximum hinaus belastet. Somit konnten sowohl das Kraftmaximum als auch der maximale Biegewinkel nachträglich aus den Rohdaten des Biegeversuchs dieser Platine berechnet werden. Die Ergebnisse dieser Auswertungen, verglichen mit den Kennwerten der Platine 2, sind in Tabelle 4-4 wiedergegeben. Aus dieser Tabelle ist ersichtlich, dass der Werkstoff 22MnB5 bei beiden Platinen höhere Werte der Maximalkraft in Querrichtung aufweist als in Längsrichtung. Diese Anisotropie ist beim 20MnB8 nicht feststellbar. Die Kraftmaxima des 22MnB5 liegen generell bei beiden Platinen höher als jene des 20MnB8. Des Weiteren erreichen Biegeproben der Platine 3 des 20MnB8 geringfügig höhere Werte als jene, die der Platine 2 entnommen wurden. Dieser Unterschied zwischen den Platinen wird beim 22MnB5 nicht beobachtet. Die Standardabweichung ist bei beiden Werkstoffen gering. Vergleicht man die maximalen Biegewinkel beider Werkstoffe, so stellt man fest, dass sich die Anisotropie des 22MnB5 auch an den maximalen Biegewinkeln beider Platinen widerspiegelt. Querproben dieser Legierung erreichen bei beiden Platinen deutlich höhere Biegewinkel als Längsproben. Diese Anisotropie ist beim 20MnB8 geringer ausgeprägt und bewegt sich in der Größenordnung der Standardabweichung. Während sich die Werte der maximalen Biegewinkel beim 20MnB8 zwischen den beiden Platinen kaum unterscheiden, ist beim 22MnB5 eine deutliche Abhängigkeit des Biegewinkels von der Platine zu beobachten. Proben, die der Platine 2 entnommen wurden, weisen ein vollmartensitisches Gefüge auf und erreichen höhere maximale Biegewinkel als Proben der Platine 3, welche Ferritinseln enthält. Die Biegewerte von Proben des 22MnB5 und des 20MnB8, die der Platine 3 entnommen wurden und somit Ferritinseln zeigen, unterscheiden sich nur noch geringfügig voneinander. Die Standardabweichung ist wiederum bei beiden Werkstoffen ähnlich. In Abbildung 4-9 sind die maximalen Biegewinkel beider Stähle aufgetragen.

| | Platiı | าе 2 | Platine 3 | | |
|----------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|--|
| | F _{max} [N] | α _{max} [°] | F _{max} [N] | α _{max} [°] | |
| 22MnB5_L | 5280 ± 192 (n=8) | 65,3 ± 3,0 (n=8) | 5249 ± 110 (n=9) | 53,3 ± 2,0 (n=9) | |
| 22MnB5_Q | 5435 ± 117 (n=8) | 71,6 ± 2,0 (n=8) | 5406 ± 85 (n=11) | 57,9 ± 0,7 (n=11) | |
| 20MnB8_L | 5002 ± 72 (n=8) | 51,2 ± 1,5 (n=8) | 5137 ± 120 (n=11) | 49,6 ± 1,8 (n=11) | |
| 20MnB8_Q | 4996 ± 107 (n=8) | 52,6 ± 1,7 (n=8) | 5166 ± 118 (n=10) | 51,9 ± 2,2 (n=10) | |

Tabelle 4-4: Maximal aufgezeichnete Kraft und maximaler Biegewinkel im Biegeversuch der beiden Werkstoffe 22MnB5 und 20MnB8 jeweils in Längs- und Querrichtung der Platinen 2 und 3.



Abbildung 4-9: Vergleich der maximalen Biegewinkel der beiden Stähle für die Platinen 2 und 3.

4.3.2 Bruchflächen

Zur Beurteilung der Versagensursache während des Biegeversuchs wurden gebrochene Proben der Platine 3 beider Stähle untersucht. Der oberflächliche Riss der Längsprobe des 22MnB5, der in Abbildung 4-10 (a) dargestellt ist, verläuft geradlinig. Im Gegensatz dazu zeigt die in Abbildung 4-10 (b) dargestellte Querprobe einen stufenförmig verlaufenden Riss. Bei diesem Werkstoff ist somit eine Anisotropie feststellbar. Der Riss bei Proben des 20MnB8 verläuft sowohl bei Längs- als auch bei Querproben in Abbildung 4-10 (c) und Abbildung 4-10 (d) stufenförmig. Die Stufigkeit ist bei Proben des 20MnB8 stärker ausgeprägt als bei der Querprobe des 22MnB5. Die Anisotropie des 22MnB5 spiegelt sich auch auf den Bruchflächen wider. Die Bruchfläche der Längsprobe, wie in der REM-Aufnahme in Abbildung 4-11 (a) dargestellt, verläuft in einer Ebene durch die Probe. Im Gegensatz dazu weist die in Abbildung 4-11 (b) dargestellte Bruchfläche der Querprobe mehrere Erhöhungen und Vertiefungen. Im zugseitigen Randbereich sind stufenförmige Bereiche erkennbar. Die Anisotropie der Biegeeigenschaften, die bereits aus der Auswertung der Biegekennwerte hervorging, resultiert somit auch in einem unterschiedlichen Bruchbild. Der Bruchcharakter aller Proben ist duktil, mit abgescherten Bereichen in den Randzonen, ähnlich wie bei den Zugproben.



Abbildung 4-10: Oberflächliches Schädigungsbild im Stereomikroskop des Werkstoffs 22MnB5 einer a) Längs- und b) Querprobe, sowie des Werkstoffs 20MnB8 einer c) Längs- und d) Querprobe.



Abbildung 4-11: REM-Aufnahmen im SE-Kontrast der Bruchflächen der Biegeproben einer a) Längs- und b) Querprobe des Werkstoffs 22MnB5.

4.3.3 Unterbrochene Biegeversuche

Um den Schädigungsverlauf beider Werkstoffe während des Biegeversuchs zu dokumentieren, wurden unterbrochene Biegeversuche an Proben der Platine 3 durchgeführt. Die Biegeversuche wurden kraftgesteuert gefahren und bei voreingestellten Werten gestoppt. Von besonderem Interesse waren dabei Werte um die maximal ertragbare Kraft F_{max} . Zur Bestimmung dieser wurden daher vorab Referenzproben bis zum Versagen gebogen. Schliffbilder von Biegeproben des 22MnB5, die bei verschiedenen Werten gestoppt wurden, sind in Abbildung 4-12 dargestellt. Abbildung 4-12 (a) zeigt die Schädigung einer knapp unter F_{max} gestoppten Probe des 22MnB5. An dieser ist bereits Kerbenbildung an einigen Stellen der Oberfläche zu beobachten. Eine tiefe Schädigung des Grundmaterials ist allerdings noch nicht festzustellen. Aus Abbildung 4-12 (b) geht hervor, dass bei F_{max} bereits Anrissbildung an Kerben ins Grundmaterial erfolgt. Bei einem Abfall der Maximalkraft um 1 % ist der Riss unter einem Winkel von circa45° bereits etwa 20 µm ins Grundmaterial vorgedrungen (siehe Abbildung 4-12 (c)). Der Riss verläuft bei der durchgebogenen Probe anfangs zickzackförmig und nimmt, wie in Abbildung 4-12 (d) zu sehen ist, nach etwa 500 µm eine geradlinigen Verlauf durch die Probe.



Abbildung 4-12: Schädigungsverlauf während des Biegeversuchs beim 22MnB5: a) Knapp unter F_{max} ist die Bildung von Kerben zu beobachten. b) Bei F_{max} bilden sich Anrisse an diesen Kerben. c) Fällt die Kraft um 1 % ab, ist der Riss bereits etwa 20 μm unter einem Winkel von circa 45° ins Grundmaterial vorgedrungen. d) Der Riss verläuft bei der durchgebogenen Probe zuerst zickzackförmig und danach gerade.

Der Schädigungsverlauf beim 20MnB8 unterscheidet sich kaum von jenem des 22MnB5. Aus Abbildung 4-13 (a) geht allerdings hervor, dass der Riss bereits bei F_{max} einige Mikrometer ins Grundmaterial vordringt. Fällt die Kraft, wie in Abbildung 4-13 (b) ersichtlich, um 1 % ab, beträgt die Risslänge unter einem Winkel von etwa 45° bereits circa 100 µm. Der Riss schreitet damit schneller fort als im 22MnB5. Des Weiteren sind die Kerben, von denen die Risse ausgehen, im 20MnB8 deutlich breiter und reichen tiefer ins Grundmaterial als beim 22MnB5.



Abbildung 4-13: Schädigungsverlauf während des Biegeversuchs beim 20MnB8: a) Bei F_{max} ist der Riss einige Mikrometer ins Grundmaterial vorgedrungen. b) Bei 1 % Kraftabfall beträgt die Risslänge bereits circa 100 μm und geht von einer breiten, tiefen Kerbe aus.

Von besonderem Interesse ist die Rolle der Ferritinseln bei der Rissbildung. Der Rissinitiierung geht beim Schädigungsverlauf von PHS die Bildung von Kerben voraus, welche tief ins Material vordringen. Da die Ferritinseln allerdings nur circa 10–20 μ m ins Grundmaterial reichen, war es schwierig, ihre Rolle bei der Rissinitiierung zu untersuchen. Im Randbereich herrscht ein zweiachsiger Spannungszustand und das Material kann Spannungen mittels plastischer Deformation abbauen, weswegen Risse deutlich kürzer sind als in mittigen Bereichen. Deshalb wurden Schliffe vom Randbereich der Biegeproben, wie in Abbildung 4-14 (a) dargestellt, angefertigt. Des Weiteren ist in diesen Randbereichen auch die Kerbenbildung deutlich schwächer ausgeprägt. Der in Abbildung 4-14 (b) dargestellte Riss im Randbereich einer Biegeprobe des 20MnB8 ist nur etwa 5 μ m lang und dringt ohne vorhergehende Kerbenbildung ins Grundmaterial ein. Die Rissbildung erfolgt scheinbar entlang der Phasengrenzfläche von Ferrit und Martensit.



Abbildung 4-14: a) Aufnahme einer Biegeprobe. Im Randbereich kann das Material die Spannungen durch plastische Deformation abbauen. b) REM-Aufnahme eines 20MnB8 im SE-Kontrast. Der Riss scheint an der Phasengrenze zwischen Ferrit und Martensit fortzuschreiten.

4.4 Einschlussanalyse

Nichtmetallische Einschlüsse spielen beim Versagen von Stählen eine entscheidende Rolle. Bei PHS können vor allem zinkschichtnahe nichtmetallische Einschlüsse rissinitiierend wirken und das Biegeverhalten, wie im theoretischen Teil beschrieben, verschlechtern. Bei den Ll-MI-Untersuchungen geätzter Proben wurden bei beiden Werkstoffen Titannitride beobachtet. Diese erscheinen im geätzten Schliffbild, wie in Abbildung 4-15 ersichtlich, eckig und goldfarben und weisen eine Kantenlänge von einigen Mikrometern auf.

Die chemische Analyse ergab, dass sich der Stickstoffgehalt der beiden Werkstoffe unterscheidet. Während der 22MnB5 durchschnittlich 32 ppm Stickstoff enthält, weist der 20MnB8 einen Stickstoffgehalt von 52 ppm auf. Dies warf die Frage auf, ob der erhöhte Stickstoffgehalt im 20MnB8 auch zu einer höheren Anzahl von Nitriden im Werkstoff führt.



Abbildung 4-15: LIMI-Aufnahme eines a) 22MnB5 und b) 20MnB8 mit Titannitriden.

Um die Anzahl der nichtmetallischen Einschlüsse im Allgemeinen und jene der Nitride im Speziellen zu bestimmen, wurde eine Einschlussanalyse an Proben der Platine 1 durchgeführt. Hierbei wurde jeweils ein Längsschliff beider Werkstoffe im REM untersucht. Die Ergebnisse der Einschlussanalyse, die in Tabelle 4-5 dargestellt sind, zeigen, dass sich die Anzahl und der Flächenanteil der nichtmetallischen Einschlüsse bei beiden Werkstoffen kaum unterscheiden. Der flächengleiche Kreisdurchmesser (engl. Equivalent Circle Diameter = ECD) der ein Maß für die Größe eines Einschlusses ist, unterscheidet sich ebenfalls kaum zwischen den beiden Werkstoffen. Die farbig hinterlegte Zeile in Tabelle 4-5 hebt die nitridischen Einschlüsse hervor, welche von besonderem Interesse waren und den mit Abstand am häufigsten detektierten Einschlusstyp darstellen. Einschlüsse dieses Typs wurden im 20MnB8 geringfügig häufiger detektiert und weisen auch einen etwas größeren ECD auf. Der deutlich höhere Anteil von Stickstoff im 20MnB8 resultiert allerdings nicht in einer signifikant höheren Anzahl von Nitriden. Da der ECD nur die durchschnittliche Größe der Einschlüsse angibt, jedoch nichts über die Größenverteilung aussagt, wurden zusätzlich Histogramme der Größe der Nitride angefertigt. Aus diesen Histogrammen, die in Abbildung 4-16 dargestellt sind, geht hervor, dass sich die Größenverteilung der Nitride in beiden Werkstoffen ebenfalls kaum unterscheidet. Demnach weist der Großteil der Einschlüsse eine Größe von 1,5 μm und kleiner auf.

| Werkstoff | 22MnB5 | | | | 20MnB8 | |
|-----------------|--------|---------|-----------|------|---------|-----------|
| Einschlusstyp | ECD | Anzahl | Fläche | ECD | Anzahl | Fläche |
| | [µm] | [N/mm²] | [µm²/mm²] | [µm] | [N/mm²] | [µm²/mm²] |
| Oxide | 1,67 | 10,90 | 29,40 | 1,80 | 6,91 | 23,36 |
| Sulfide | 1,15 | 4,67 | 5,34 | 1,08 | 4,46 | 4,24 |
| Oxisulfide | 2,40 | 8,38 | 65,40 | 2,44 | 8,40 | 53,88 |
| Nitride | 1,55 | 73,53 | 175,51 | 1,64 | 68,80 | 186,36 |
| Oxinitride | 2,10 | 1,26 | 5,61 | 1,50 | 2,29 | 5,28 |
| Nitrosulfide | 1,43 | 2,40 | 4,53 | 1,36 | 6,00 | 10,08 |
| Oxinitrosulfide | 2,00 | 0,66 | 2,55 | 1,93 | 2,23 | 8,77 |
| Gesamt | 1,62 | 101,80 | 275,64 | 1,68 | 99,09 | 267,84 |

Tabelle 4-5: Ergebnisse der Einschlussanalyse der beiden Werkstoffe.



Abbildung 4-16: Größenverteilung der Nitride in den Werkstoffen a) 22MnB5 und b) 20MnB8.

Um festzustellen, ob sich die Morphologie der Nitride zwischen den Werkstoffen unterscheidet, wurden Aufnahmen von titanhältigen Nitriden miteinander verglichen. Die Titannitride im 22MnB5 sind, wie in Abbildung 4-17 (a) dargestellt, oftmals kettig in Walzrichtung angeordnet. Im Gegensatz dazu ist die Anordnung der Nitride im 20MnB8, wie in Abbildung 4-17 (b) zu sehen ist, einzeln und gleichmäßig verteilt.



Abbildung 4-17: REM-Aufnahmen im BSE-Kontrast von Titannitriden a) Im 22MnB5 sind die Titannitride häufig kettig angeordnet. b) Im 20MnB8 wurde keine kettige Anordnung gefunden.

Im Zuge der Einschlussanalyse wurden ebenfalls die Positionen der nichtmetallischen Einschlüsse auf der Schliffoberfläche aufgezeichnet. Um die kettige Anordnung der Nitride zu visualisieren, wurden deren Positionen nachgezeichnet, wobei die Blechdicke, zur besseren Erkennung der Nitride, gestreckt wurde. Die kettige Anordnung der Nitride am Schliff des 22MnB5 ist in Abbildung 4-18 (a) zu erkennen. Im Gegensatz dazu ist die Nitridverteilung in der Probe des 20MnB8, die in Abbildung 4-18 (b) dargestellt ist, gleichmäßiger. Die Nitriddichte wirkt beim 20MnB8 deutlich höher, was allerdings zum Großteil der größeren abgerasterten Probenfläche zuzuschreiben ist. Der weiße Bereich im rechten oberen Eck der Abbildung 4-18 (b) ist messtechnisch bedingt. Die für die Auswertung benötigte Anzahl an nichtmetallischen Einschlüssen war vor dem Abrastern dieser Fläche erreicht und die Messung wurde daher gestoppt.



Abbildung 4-18: Darstellung der Nitridanordnung auf der Schliffoberfläche beim a) 22MnB5 und am b) 20MnB8.

Zur Klärung der Frage welche Nitride zur Kettenbildung neigen und ob es eine Korrelation zwischen der Nitridgröße und deren Position gibt, wurden diese ebenfalls dargestellt. Wie aus Abbildung 4-19 (a) ersichtlich, ordnen sich vor allem kleine Nitride, die in der Grafik blau und grün dargestellt sind, kettig an. Die größeren Nitride, die in der Grafik rot und schwarz dargestellt sind, sind gleichmäßig verteilt. Die Verteilung der Nitride im 20MnB8 ist in Abbildung 4-19 (b) dargestellt. Auch hier scheint keine Korrelation von Position und Nitridgröße zu bestehen.



Abbildung 4-19: Größenverteilung der Nitride über das Blech beim a) 22MnB5 und beim 20MnB8.

4.5 Nanoindentierung

4.5.1 Nanoindentierung an ungebogenen Proben

Die Untersuchungen des Gefüges der Platinen 1 und 2 ergaben, dass sich die Werkstoffe hauptsächlich durch die Ferritinseln nahe der Zinkschicht unterscheiden. Rèche et. al zeigte, dass sich oberflächennahe Hartphasen und der daraus resultierenden Härteunterschiede negativ auf das Biegeverhalten auswirken können [38]. Das Ziel der Nanoindentierung war es, die Härte der ferritischen und martensitischen Bereiche zu bestimmen und Härteunterschiede aufzuzeigen. In Abbildung 4-20 (a) ist das Härteprofil einer vollmartensitischen Probe der Platine 1 des 22MnB5 knapp unter der Zinkschicht zu sehen. Die Entfernung von der Zinkschicht steigt hierbei mit steigender Nummer des Härteeindrucks. Der Härteverlauf ist sehr homogen, wobei sich die Härtewerte bis zum Härteeindruck Nummer 10, der circa 10 µm von der Zinkschicht entfernt liegt, im Bereich von 6-8 GPa bewegen und mit zunehmender Entfernung von der Zinkschicht steigen. Im Gegensatz dazu sind im Härteverlauf des 20MnB8, der ferritische Bereiche besitzt und in Abbildung 4-20 (b) dargestellt ist, große Härtesprünge zu beobachten. Diese Härtesprünge sind vor allem in zinkschichtnahen Bereichen zu beobachten. Mit weiterer Entfernung von der Zinkschicht ist der Härteverlauf konstanter.



Abbildung 4-20: Durch Nanoindentierung gemessener Härteverlauf von Proben der Platine 1 des a) 22MnB5 (vollmartensitisch) und b) 20MnB8 (mit Ferrit).

Um die Frage zu klären, in welche Phase die jeweiligen Härteeindrücke beim 20MnB8 trafen, wurde mit dem Ziel die Härtesprünge zu erklären, REM-Bilder aufgenommen. Die in Abbildung 4-21 dargestellte REM-Aufnahme des indentierten Bereichs zeigt, dass sowohl ferritische als auch martensitische Bereiche von den Härteeindrücken getroffen wurden. Die Härtewerte des weit im Grundmaterial befindlichen, ferritfernen Bereichs liegen hierbei relativ konstant im Bereich von 7-9 GPa. Lediglich ein Wert liegt mit circa 6 GPa etwas niedriger. Die Härtewerte der ferritnahen martensitischen Bereiche liegen im Bereich von 11 GPa und sind damit härter als die ferritfernen martensitischen Bereiche. Die Ferritinseln zeigen eine Härte von circa 4-5 GPa.



Abbildung 4-21: REM-Aufnahme im SE-Kontrast des nanoindentierten Bereichs des 20MnB8.

Um den Einfluss der Ferritinseln auf die Homogenität des Härteverlaufs zu überprüfen, wurden ebenfalls Proben des 22MnB5, die der Platine 3 entnommen wurden und daher Ferritinseln aufweisen, indentiert. Aus Abbildung 4-22 geht hervor, dass der 22MnB5 ähnliche Sprünge im Härteprofil aufweist wie der 20MnB8 in Abbildung 4-20 (b). Die Härtewerte zwischen benachbarten Härteeindrücken, beispielsweise Nummer 7 und 8 oder Nummer 21 und 22, wechseln teilweise von über 13 GPa auf circa 5 GPa.



Abbildung 4-22: Durch Nanoindentierung gemessener Härteverlauf eines 22MnB5 mit Ferritinseln.

Auch von dieser Probe wurden REM-Bilder des indentierten Bereichs gemacht. Die in Abbildung 4-23 dargestellte Aufnahme des 22MnB5 zeigt, dass die Härtewerte der Ferritinseln in einem Bereich von circa 4-5 GPa liegen. Martensitische Bereiche sind deutlich härter. Die Härteeindrücke Nummer 4, 5, 6 und 7 deuten auf eine Abhängigkeit der Härtewerte von der Entfernung zur Ferritinsel hin. Der Abstand zwischen dem Härteeindruck Nummer 7 und der Ferritinsel ist am geringsten. Der Härtewert liegt mit 13,4 GPa höher als jener des Eindrucks Nummer 4, der etwas weiter vom Ferrit entfernt liegt. Die Eindrücke Nummer 5 und 6 weisen den größten Abstand zur Ferritinsel auf. Ihre Härtewerte sind mit 9,7 GPa und 10,4 GPa geringer als jene die nahe an den Ferritinseln liegen. Den großen Härteunterschied zwischen ferritnahem Martensit und dem Ferrit verdeutlichen die Eindrücke Nummer 21 und 22. Die Härte nimmt hierbei, bei einem Abstand von weniger als 1 µm zwischen den Eindrücken, von 13,4 GPa auf 5,4 GPa ab. Ein ähnlich hoher Härtesprung ist zwischen den Eindrücken Nummer 7 und 8 zu beobachten. Da die Moduli annähernd konstant sind, werden die Härtewerte als verlässlich angesehen.



Abbildung 4-23: REM-Aufnahme im SE-Kontrast des nanoindentierten Bereichs des 22MnB5 der Platine 3.

Die Krafteindringkurven eines Eindrucks im Martensit und im Ferrit sind in Abbildung 4-24 dargestellt. Die durch die Tiefenregelung aufgenommene Belastungskurve des Martensits, die in Abbildung 4-24 (a) zu sehen ist, erreicht hierbei einen deutlich höheren Wert der Maximalkraft als die Belastungskurve des Ferrits, die in Abbildung 4-24 (b) dargestellt ist. Der deutlich steilere Anstieg dieser Kurve beim Martensit verdeutlicht den, im Gegensatz zum Ferrit, höheren Widerstand des Materials gegen das Eindringen und somit die höhere Härte. Die Entlastungskurve ist beim Ferrit steiler und führt daher zu einer größeren plastischen Verformung. Dies deckt sich mit den Beobachtungen aus Abbildung 4-23, da der Eindruck Nummer 22 deutlich größer ist als jener mit der Nummer 21. Der kleinere Eindruck Nummer 21 ist deutlich härter als jener mit der Nummer 22, während die Moduli konstant sind.



Abbildung 4-24: Die Krafteindringkurven eines Härteeindrucks a) im Martensit und b) im Ferrit.

4.5.2 Nanoindentierung an Scherbändern

Die Pikrinsäureätzung wurde auch an gebogenen Proben beider Werkstoffe angewendet. Ziel war es dabei, Scherbänder an Kerben in Form von langgestreckten ehemaligen Austenitkörnern sichtbar zu machen. Wie in Abbildung 4-25 (a) zu sehen ist, sind die Austenitkörner, die sich in Bereichen befinden, wo Scherbänder zu vermuten sind, deutlich gestreckt und kaum noch als solche zu erkennen. Ähnliches war auch an Kerben des 20MnB8 zu beobachten, wobei das Ätzergebnis, wie in Abbildung 4-25 (b) zu sehen ist, deutlich schlechter als beim 22MnB5 ausfiel.



Abbildung 4-25: Pikrinsäureätzung an gebogenen Proben an Kerben der Werkstoffe a) 22MnB5 und b) 20MnB8.

Um festzustellen, wie sich die Scherbänder auf die Festigkeit bzw. Härte des Werkstoffs an Kerben auswirken, wurden Bereiche, an denen Scherbänder zu vermuten sind, nanoindentiert. In Abbildung 4-26 (a) ist die REM-Aufnahme des indentierten Bereichs an einer Kerbe des 20MnB8 zu sehen. Diese Linie liegt nahe an der Kerbe und erfasst den gesamten Bereich, an dem das Scherband vermutet wird. Der Härteverlauf der Linie ist in Abbildung 4-26 (b) dargestellt. Die Härtewerte der Eindrücke Nummer 4, 5 und 7 liegen mit knapp 11 GPa etwas über den Werten des restlichen Bereichs. Auch die Härtemessungen an der Spitze eines Anrisses in Abbildung 4-27 führte zum Ergebnis, dass die Härte im Scherbandbereich nicht signifikant ansteigt. Der Härteverlauf, der in Abbildung 4-27 (b) dargestellt ist, ist annähernd konstant.



Abbildung 4-26: Härtemessung an einer Kerbe des Werkstoffs 20MnB8: a) REM-Aufnahme des Messbereichs und b) Härteverlauf des Messbereichs.



Abbildung 4-27: Härtemessung an einem Anriss des Werkstoffs 22MnB5: a) REM-Aufnahme des Messbereichs und b) Härteverlauf des Messbereichs.

5. Diskussion

Das Ziel dieser Arbeit war es, die beiden Stähle 22MnB5 und 20MnB8 hinsichtlich ihres Biegeverhaltens zu vergleichen und das unterschiedliche Verhalten zu erklären. Untersuchungen ergaben, dass der direkt mit Vorkühlschritt gehärtete Stahl 20MnB8 ein schlechteres Biegeverhalten aufweist als der indirekt gehärtete 22MnB5. Des Weiteren zeigen Proben der Legierung 22MnB5 eine Anisotropie der Biegewerte. Die im Zuge dieser Masterarbeit durchgeführten Untersuchungen sollten Gründe für diese Unterschiede aufzeigen, Korrelationen zwischen der Mikrostruktur und dem Biegeverhalten von PHS herstellen und zeigen, welche Einflussfaktoren sich auf das Biegeverhalten auswirken.

Die Auswertung der durchgeführten Biegeversuche, welche in Tabelle 4-4 zusammengefasst sind, zeigt, dass der 22MnB5 höhere maximale Biegewinkel bei einer höheren Maximalkraft erreicht. Während sich die Biegekennwerte beim 20MnB8 zwischen den Platinen 2 und 3 kaum unterscheiden, wurden beim 22MnB5 deutliche Unterschiede festgestellt. Proben, die der Platine 3 entnommen wurden, erreichen geringere maximale Biegewinkel als jene der Platine 2. Diese Werte liegen nur noch geringfügig höher als jene des 20MnB8. Querproben des 22MnB5 erreichen einen höheren maximalen Biegewinkel als Längsproben. Diese Anisotropie wurde beim 20MnB8 nicht festgestellt. Die Auswertung der Zugversuchsdaten (Tabelle 4-1 bis Tabelle 4-3) zeigte, dass die Legierung 22MnB5 bezüglich Streckgrenze, Zugfestigkeit, Gleichmaßdehnung und Bruchdehnung geringfügig höhere Werte erreicht als die Legierung 20MnB8. Die Bruchspannung ist allerdings geringer, was Unterschiede im Einschnürverhalten vermuten lässt. Diese Unterschiede spiegeln sich auf den Bruchflächen nicht wider. Der Bruchcharakter sowohl der Biege- als auch der Zugproben beider Werkstoffe ist duktil.

Unterbrochene Biegeversuche wurden durchgeführt, um den Schädigungsverlauf von PHS während des Biegeversuchs zu beobachten. Der theoretische Versagensablauf während des Biegens wurde für den 22MnB5 in der Literatur bereits beschrieben [30] und deckt sich mit den Ergebnissen dieser Masterarbeit. Die Untersuchungen zeigten, dass sich die beiden Stähle hier kaum voneinander unterscheiden, der Riss beim 20MnB8 jedoch schneller wächst. Während des Biegeversuchs kommt es, wie in Abbildung 4-12 zu sehen ist, zuerst zu Kerben- und danach zur Rissbildung an diesen Kerben unter einem Winkel von circa 45°. Auch der Zick-Zack-Verlauf des Risses bei deutlichem Überschreiten der Maximalkraft ist charakteristisch. Messungen des Härteverlaufs an Kerben mittels Nanoindentierung sollten klären, ob im dort vermuteten Scherbandbereich eine Verfestigung auftritt. Eine merkliche Verfestigung konnte jedoch nicht nachgewiesen werden.

Mit Hilfe einer Pikrinsäureätzung wurden die ehemaligen Austenitkorngrenzen sichtbar gemacht. Ein feineres Ausgangsgefüge resultiert in einem feineren Martensit [45], welcher

nach dem Hall-Petch-Gesetz zu einer höheren Festigkeit führt. Die Ergebnisse dieser Ätzung der beiden für 45 s auf Austenitisierungstemperatur gehaltenen Stähle sind in Abbildung 4-2 dargestellt. Der Vergleich zeigt, dass die Körner des 22MnB5 mit circa 10 µm kleiner sind als jene circa 15 µm großen Körner des 20MnB8. Dies korreliert mit den Ergebnissen der mechanischen Prüfungen, in denen der 22MnB5 eine höhere Biege- als auch Zugfestigkeit erreicht. Längere Glühzeiten resultieren, wie in Abbildung 4-3 zu sehen, in Kornwachstum. Unterschiede der Kornmorphologie oder ein Einfluss der Walzrichtung konnten nicht festgestellt werden. Nitalätzung von Schliffen beider Stähle machten Seigerungszeilen in der Mitte der Bleche sichtbar. Deren Analyse führte zum Ergebnis, dass der Mangangehalt in diesen Bereichen erhöht ist. Eine Untersuchung zeigt, dass ein erhöhter Mangangehalt die Martensitstarttemperatur senkt und somit die Umwandlungskinetik beeinflusst [46]. Eine ausgeprägte mittige Seigerung zieht im Umkehrschluss Mangan von den Randbereichen ab und lässt diese an Mangan verarmen. Dies führt wiederum zu einer veränderten Umwandlungskinetik der Randbereiche, welche die Eigenschaften des Martensits beeinflusst. Da diese Seigerungszeile, wie in Abbildung 4-6 zu sehen ist, jedoch sehr schmal und der Mangangehalt nur leicht erhöht ist, hat eine solche Zeile keinen Einfluss auf den Mangangehalt der für das Biegeverhalten relevanten Randzone. Oberflächennahe Messungen des Mangangehalts bestätigen dies.

Die Gefügeuntersuchungen von Schliffen der Platinen 2 und 3 beider Stähle zeigten Unterschiede in der Mikrostruktur auf. Während das Gefüge des 22MnB5 der Platine 2, wie in Abbildung 4-1 (a) zu sehen ist, vollmartensitisch bis unter die Zinkschicht ist, sind im Gefüge des 20MnB8 beider Platinen (Abbildung 4-1 (b) und Abbildung 4-1 (d)), sowie beim 22MnB5 der Platine 3 (Abbildung 4-1 (c)) Ferritinseln zu erkennen. In der Literatur wurden ferritische Bereiche an unbeschichteten Proben des 22MnB5 dokumentiert [39]. Im Zuge einer Dissertation wurden Proben der Legierung 22MnB5 außerdem gezielt randentkohlt, um ferritische Bereiche unter der Zinkschicht zu erhalten und deren Auswirkungen aufs Biegeverhalten zu untersuchen [30]. Die maximalen Biegewinkel stiegen dabei mit steigender Entkohlungstiefe [30]. Um einen weicheren Martensit zu erhalten und somit die Biegeeigenschaften zu verbessern, wurden die in dieser Masterarbeit untersuchten presshärtenden Stähle standardmäßig während der Verzinkung gezielt randentkohlt. Die mögliche Entstehung von Ferrit wird dabei als unkritisch angesehen. Dies steht jedoch im Widerspruch mit den Ergebnissen dieser Arbeit, da der Werkstoff mit Ferritinseln beim Biegetest schlechter abschnitt. Während die ferritischen Bereiche in diesen Veröffentlichungen [30,39], wie aus Abbildung 2-16 (b) hervorgeht, große einheitliche Bereiche knapp unter der Zinkschicht darstellen, erscheinen die ferritischen Bereiche in dieser Arbeit klein, inselförmig und ungleichmäßig verteilt. Dies warf die Frage auf, ob die weichen Ferritinseln zu einer Inhomogenität der Härte der Randbereiche führen. In der Literatur werden Spannungsspitzen aufgrund von Härteunterschieden als rissinitierend angesehen, was mit einer Verschlechterung des Biegeverhaltens einhergeht [38]. Härtemessungen wurden im Zuge dieser Arbeit mittels Nanoindentierung durchgeführt. Es stellte sich heraus, dass die Martensithärte mit steigender Entfernung zur Zinkschicht anstieg, das wiederum auf den niedrigeren Kohlenstoffgehalt der Randzone infolge der Entkohlung zurückzuführen ist. Des Weiteren wurde festgestellt, dass vor allem die martensitischen Bereiche, die direkt an eine Ferritinsel grenzen, deutlich härter waren als jene, in deren Nähe kein Ferrit zu finden war. Dies legt die Vermutung nahe, dass der sich während der Abkühlung bildende Ferrit aufgrund seiner niedrigen Kohlenstofflöslichkeit den direkt angrenzenden austenitischen Bereich mit Kohlenstoff anreicherte. Der kohlenstoffreiche Austenit wandelte während der Abkühlung in kohlenstoffreichen Martensit um, welcher aufgrund des höheren Kohlenstoffgehalts deutlich härter ist als ferritferner Martensit. Die in Abbildung 4-23 dargestellten Ergebnisse zeigen eine Abhängigkeit der Martensithärte vom Abstand zur Ferritinsel und unterstützen somit diese Vermutung. Die in Abbildung 4-24 dargestellten Krafteindringkurven zeigen das unterschiedliche Verhalten der beiden Phasen im Be- und Entlastungsfall. Anhand der flacheren Entlastungskurve lässt sich ein deutlich elastischeres Verhalten des Martensits im Gegensatz zum Ferrit ableiten. Diese

ein deutlich elastischeres Verhalten des Martensits im Gegensatz zum Ferrit ableiten. Diese Tatsache hat zur Folge, dass die Härteeindrücke im Martensit deutlich kleiner sind als im Ferrit. Die hohen Härteunterschiede an den Grenzflächen von Ferrit und Martensit (Abbildung 4-23) und das unterschiedliche Verhalten der beiden Phasen bei Belastung führen allem Anschein nach zu rissinitierenden Spannungsspitzen während des Biegens. Diese These wird durch Abbildung 4-14 (b), in der ein Riss an der Phasengrenze von Ferrit und Martensit zu wachsen scheint, unterstützt. Ein weiteres Indiz dafür, dass Ferritinseln das Biegeverhalten verschlechtern, liefern die Ergebnisse der Biegeversuche von Proben der Platine 3 des 22MnB5. Diese Platine zeigte, obwohl sie vom selben Band stammte wie die Platinen 1 und 2, aus unbekannten Gründen ebenfalls Ferritinseln (Abbildung 4-1). Die maximal erreichten Biegewinkel von Proben dieser Platine sind deutlich geringer als jene der vollmartensitischen Platine 2. Der direkte Vergleich der Biegewerte dieser zwei Platinen des Werkstoffs 22MnB5, die sich nur durch die Mikrostruktur knapp unter der Zinkschicht unterschieden, führt zum Schluss, dass inselförmige ferritische Bereiche das Biegeverhalten von presshärtenden Stählen negativ beeinflussen.

In der chemischen Analyse wies die Legierung 20MnB8 einen erhöhten Stickstoffgehalt auf. Zur Klärung der Frage, ob ein erhöhter Stickstoffgehalt zu mehr Titannitriden führt, welche zu Poren- und Rissbildung führen können [30], wurde eine Einschlussanalyse durchgeführt. Aus Tabelle 4-5 geht hervor, dass sich sowohl Anzahl als auch Größe der Nitride zwischen den Stählen kaum unterscheidet. Die Untersuchung der Morphologie der Nitride zeigte jedoch, dass die Nitride beim 22MnB5, wie in Abbildung 4-17 (a) ersichtlich, vorwiegend kettig angeordnet sind. Diese Kettigkeit der Nitride wird auch in der Literatur, als Folge des Warmwalzens, beschrieben [47]. Beim 20MnB8 war diese kettige Anordnung nicht feststellbar. Die Nitride sind, wie in Abbildung 4-18 (b) dargestellt, zufällig verteilt. Die Nitridketten sind beim Biegeversuch einer Längsprobe parallel zum Biegeschwert ausgerichtet, während sie bei einer Querprobe normal zur Ausrichtung des Biegeschwerts stehen. Während eine solche Anisotropie in der Literatur meist langgestreckten Mangansulfiden zugeschrieben wird [48], könnten hier entlang von oberflächennahen, kettig in Biegeschwertrichtung angeordneten Titannitridketten Spannungsspitzen entstehen, die zu frühzeitiger Rissinitiierung und in weiterer Folge zum Versagen führen. Der gerade, oberflächliche Rissverlauf der Längsprobe des 22MnB5, welcher in Abbildung 4-10 (a) dargestellt ist, unterstützt die Vermutung, dass der Riss an kettig angeordneten Nitriden verläuft und so zu einer Anisotropie der Biegeeigenschaften führt.

6. Zusammenfassung

In dieser Masterarbeit wurden die presshärtenden Stähle 22MnB5 und 20MnB8 ausgehend von ihrem unterschiedlichen Biegeverhalten miteinander verglichen. Auswertungen von Biegedaten ergaben für die indirekt gehärtete Legierung 22MnB5 höhere maximale Biegewinkel als für die direkt mit Vorkühlschritt gehärtete Legierung 20MnB8. Außerdem wurde eine Anisotropie der Biegewerte beim 22MnB5 dokumentiert. Auf Basis dieser Daten, wurden an insgesamt drei Platinen beider Stähle Untersuchungen durchgeführt. Diese umfassten Auswertungen der Ergebnisse mechanischer Prüfverfahren, Untersuchungen des Schädigungsverlaufs durch unterbrochene Biegeversuche sowie eine grundlegende Werkstoffcharakterisierung durch Untersuchungen der Mikrostruktur und des Bruchcharakters. Des Weiteren wurden die nichtmetallischen Einschlüsse charakterisiert und Härtemessungen mittels Nanoindentierung durchgeführt. Mit Hilfe der Ergebnisse dieser Untersuchungen sollten die Einflussfaktoren bestimmt werden, die das Biegeverhalten des 20MnB8 im Gegensatz zum 22MnB5 negativ beeinflussen. Ferner sollten Gründe angeführt werden, die die stärker ausgeprägte Anisotropie der Biegeeigenschaften des 22MnB5 erklären.

Die Auswertung der mechanischen Prüfungen zeigte, dass sich die Werkstoffe hinsichtlich ihrer Zugversuchskennwerte kaum unterschieden. Einzig die Bruchdehnung war beim 22MnB5 niedriger, das bei gleichzeitig geringfügig höherer Zugfestigkeit auf Unterschiede im Einschnürverhalten schließen lässt. Die Legierung 22MnB5 erreichte beim Biegeversuch höhere maximale Biegewinkel bei höherer Maximalkraft, jedoch wurde bei diesem Stahl eine Abhängigkeit des maximalen Biegewinkels von der entnommenen Platine festgestellt. Eine Anisotropie wurde nur beim 22MnB5 festgestellt. Die Bruchflächen unterschieden sich kaum voneinander. Der Bruchcharakter war bei beiden Stählen duktil mit abgescherten Bereichen.

Die Untersuchungen von Proben, an denen unterbrochene Biegeversuche durchgeführt wurden, zeigten, dass der Schädigungsverlauf mit dem in der Literatur beschriebenen Verlauf übereinstimmt. Hierbei kam es während des Biegens zuerst zu Kerben- und Rissbildung unter circa 45°. Der Riss schien im 20MnB8 schneller fortzuschreiten, ansonsten unterschieden sich die Stähle hinsichtlich des Schädigungsverlaufs kaum.

Die Mikrostrukturuntersuchungen zeigten, dass die ehemaligen Austenitkörner beim 22MnB5 etwas kleiner waren und mit der höheren Biege- und Zugfestigkeit korrelierten. Die Analyse einer mittig in der Probe sichtbar gemachten Manganseigerungszeile ergab, dass diese die Verteilung der Legierungselemente nicht wesentlich beeinflusst.

Die Gefügeuntersuchungen zeigten des Weiteren, dass alle Platinen des 20MnB8 und eine Platine des 22MnB5 Ferritinseln unter der Zinkschicht aufweisen. Da Proben dieser Platinen geringere maximale Biegewinkel als die vollmartensitischen Proben erreichten, wurde vermutet, dass sich diese Inseln negativ auf das Biegeverhalten auswirken. Um Härteunterschiede an der Ferrit/Martensit-Grenzfläche zu untersuchen, wurden Härtemessungen mittels Nanoindentierung an zinkschichtnahen Bereichen durchgeführt. Diese ergaben, dass martensitische Bereiche, die nahe an Ferritinseln lagen, deutlich härter waren als Bereiche, die weit von Ferritinseln entfernt lagen. Des Weiteren konnte eine Abnahme der Martensithärte mit steigender Entfernung von der Zinkschicht gezeigt werden. Durch Auswertung der Krafteindringkurven wurde außerdem das unterschiedliche Verhalten der beiden Phasen im Be- und Entlastungsfall gezeigt. Den Härtunterschieden zwischen Ferrit und Martensit und den daraus folgenden Spannungsspitzen während des Biegeversuchs werden die schlechteren Biegeeigenschaften zugeschrieben.

Eine Analyse der nichtmetallischen Einschlüsse zeigte, dass der erhöhte Stickstoffgehalt im 20MnB8 zu keiner größeren Anzahl an Nitriden führt. Während die Nitride in der Längsprobe des 20MnB8 zufällig verteilt waren, wurde beim 22MnB5 eine kettige Anordnung der Nitride dokumentiert. Diese kettige Anordnung wird, unterstützt durch den geraden, oberflächlichen Rissverlauf, als mitverantwortlich für die Anisotropie der Biegewerte beim 22MnB5 angesehen.

Literaturverzeichnis

- O. Bouaziz, H. Zurob, M. Huang, Driving force and logic of development of advanced high strength steels for automotive applications, Steel Research International 12 (2013) 937-947.
- H. Karbasian, A.E. Tekkaya, A review on hot stamping, Journal of Materials Processing Technology 210 (2010) 2103–2118.
- [3] J. Chen, X. Li, X. Han, in S. Hashmi (ed.), "Comprehensive Materials Processing", Elsevier, 2014, 351–370.
- [4] S. Kim, I. Son, D. Kim, Cracking issues of Zn coated press hardening steel in direct hot press forming, in Proc. 4th Int. Conf. "Hot Sheet Metal Forming of High-Performance Steel", Lulea, 2013, 537-544.
- [5] C.W. Lee, D.W. Fan, I.R. Sohn, S.-J. Lee, B.C. de Cooman, Liquid-metal-induced embrittlement of Zn-coated hot stamping steel, Metallurgical and Materials Transactions A 43 (2012) 5122–5127.
- [6] R. Autengruber, G. Luckeneder, A.W. Hassel, Corrosion of press-hardened galvanized steel, Corrosion Science 63 (2012) 12–19.
- [7] T. Kurz, G. Luckeneder, T. Manzenreiter, H. Schwinghammer, A. Sommer, Zinc coated press-hardening steel: Challenges and solutions, in Proc. 5th Int. Conf. "Hot Sheet Metal Forming of High Performance Steel", Toronto, 2015, 345-354.
- [8] T. Kurz, P. Larour, J. Lackner, T. Steck, G. Jesner, Press-hardening of zinc coated steel -Characterization of a new material for a new process, in IDDRG2016 Conf. "Challenges in Forming High-Strength Sheets", Linz, 2016, 1-16.
- [9] H. Schwinghammer, G. Luckeneder, T. Manzenreiter, M. Rosner, P. Tsipouridas, T. Kurz, Zinc coated press hardening steel for the direct process, in Proc. 4th Int. Conf. "Hot Sheet Metal Forming of High Performance Steel", Lulea, 2013, 525-536.
- [10] K. Mori, P.F. Bariani, B.-A. Behrens, A. Brosius, S. Bruschi, T. Maeno, M. Merklein, J. Yanagimoto, Hot stamping of ultra-high strength steel parts, CIRP Annals - Manufacturing Technology 66 (2017) 755–777.
- [11] D. Meszler, J. German, P. Mock, A. Bandivadekar, "CO₂ reduction technologies for the European car and van fleet, a 2025–2030 assessment: Impact of mass reduction discounting on compliance costs for future EU CO₂ standards", www.theicct.org/sites/default/files/publications/EU-Cost-Curves_ICCT_nov2016.pdf, November 2017.

- [12] S. Díaz, "CO₂ emissions from new passenger cars in the EU: Car manufacturers' performance in 2015", www.theicct.org/sites/default/files/publications/PV-EU-OEM_ICCT-Briefing_03072017_vF.pdf, November 2017.
- [13] Stahl-online.de, "Stahl für nachhaltige Mobilität", www.stahlonline.de/index.php/themen/stahlanwendung/mobilitaet, November 2017.
- [14] H. Järvinen, M. Isakov, T. Nyyssönen, M. Järvenpää, P. Peura, The effect of initial microstructure on the final properties of press hardened 22MnB5 steels, Materials Science and Engineering: A 676 (2016) 109–120.
- [15] M. Naderi, M. Ketabchi, M. Abbasi, W. Bleck, Analysis of microstructure and mechanical properties of different boron and non-boron alloyed steels after being hot stamped, Procedia Engineering 10 (2011) 460–465.
- [16] L. Zhu, Z. Gu, H. Xu, Y. Lü, J. Chao, Modeling of microstructure evolution in 22MnB5 steel during hot stamping, Journal of Iron and Steel Research International 21 (2014) 197–201.
- [17] R. Neugebauer, R. Müller, A. Bester, Innovative concept for combining the austienitization and surface coating of steel into one step, Journal of Engineering Manufacture 226 (2012) 1281–1284.
- [18] R. Autengruber, G. Luckeneder, S. Kolnberger, J. Faderl, A.W. Hassel, Surface and coating analysis of press-hardened hot-dip galvanized steel sheet, Steel Research International 83 (2012) 1005–1011.
- [19] M. Windmann, A. Röttger, W. Theisen, Formation of intermetallic phases in Al-coated hot-stamped 22MnB5 sheets in terms of coating thickness and Si content, Surface and Coatings Technology 246 (2014) 17–25.
- [20] D. Close, P. Feuser, R. Lallement, Design of press tools to investigate the hot stamping behaviour of alternative coatings for press-hardened steel parts, Key Engineering Materials 639 (2015) 227–234.
- [21] C. Kim, M.J. Kang, Y.D. Park, Laser welding of Al-Si coated hot stamping steel, Procedia Engineering 10 (2011) 2226–2231.
- [22] C.W. Lee, W.S. Choi, Y.R. Cho, B.C. de Cooman, Microstructure evolution of a 55wt.% Al–Zn coating on press hardening steel during rapid heating, Surface and Coatings Technology 281 (2015) 35–43.

- [23] V. Janik, Y. Lan, P. Beentjes, D. Norman, G. Hensen, S. Sridhar, Zn diffusion and α-Fe(Zn) layer growth during annealing of Zn-coated B steel, Metallurgical and Materials Transactions A 47 (2016) 400–411.
- [24] H. Järvinen, S. Järn, E. Lepikko, M. Järvenpää, P. Peura, ZnFe coated 22MnB5 steels in direct press hardening: The relationships between coating structure and process parameters, Key Engineering Materials 674 (2016) 331–336.
- [25] J. Kondratiuk, P. Kuhn, E. Labrenz, C. Bischoff, Zinc coatings for hot sheet metal forming: Comparison of phase evolution and microstructure during heat treatment, Surface and Coatings Technology 205 (2011) 4141–4153.
- [26] M.G. Nicholas, C.F. Old, Liquid metal embrittlement, Journal of Materials Science 14 (1979) 1–18.
- [27] L. Cho, H. Kang, C. Lee, B.C. de Cooman, Microstructure of liquid metal embrittlement cracks on Zn-coated 22MnB5 press-hardened steel, Scripta Materialia 90-91 (2014) 25-28.
- [28] voestalpine Stahl GmbH, "Prozess phs-ultraform[®] ThinkZinc", www.voestalpine.com/thinkzinc/phs-ultraform-R/Prozess, November 2017.
- [29] voestalpine Stahl GmbH. Interne Unterlagen: Spezifikation Prüfvorschrift 3 Pkt. Biegeversuch, 2010.
- [30] K. Benedyk, "Die Versagensmechanismen pressgehärteter Stähle im Dreipunkt-Biegeversuch", Dissertation, Montanuniversität Leoben, 2014.
- [31] M. Dao, M. Lie, A micromechanics study on strain-localization-induced fracture initiation in bending using crystal plasticity models, Philosophical Magazine A 81 (2001) 1997-2020.
- [32] N. Triantafyllidis, A. Needleman, V. Tvergaard, On the development of shear bands in pure bending, International Journal of Solids and Structures 18 (1982) 121–138.
- [33] I. Westermann, K.E. Snilsberg, Z. Sharifi, O.S. Hopperstad, K. Marthinsen, B. Holmedal, Three-point bending of heat-treatable aluminum alloys: influence of microstructure and texture on bendability and fracture behavior, Metallurgical and Materials Transactions A 42 (2011) 3386–3398.
- [34] W.B. Lievers, A.K. Pilkey, D.J. Lloyd, The influence of iron content on the bendability of AA6111 sheet, Materials Science and Engineering: A 361 (2003) 312–320.

- [35] A. Davidkov, M.K. Jain, R.H. Petrov, D.S. Wilkinson, R.K. Mishra, Strain localization and damage development during bending of Al–Mg alloy sheets, Materials Science and Engineering: A 550 (2012) 395–407.
- P. Castany, F. Diologent, A. Rossoll, J.-F. Despois, C. Bezençon, A. Mortensen, Influence of quench rate and microstructure on bendability of AA6016 aluminum alloys, Materials Science and Engineering: A 559 (2013) 558–565.
- [37] A. Määttä, A. Järvenpää, M. Jaskari, K. Mäntyjärvi, J.A. Karjalainen, Influence of predetermined surface defect to the bendability of ultra-high-strength steel, Key Engineering Materials 504-506 (2012) 901–906.
- [38] D. Rèche, T. Sturel, O. Bouaziz, A. Col, A.F. Gourgues-Lorenzon, Damage development in low alloy TRIP-aided steels during air-bending, Materials Science and Engineering: A 528 (2011) 5241–5250.
- [39] W.S. Choi, B.C. de Cooman, Characterization of the bendability of press-hardened
 22MnB5 steel, Steel Research International 85 (2014) 824–835.
- [40] voestalpine Stahl GmbH. Interne Unterlagen: Zugprobe flach, F0A; ProbenkatalogPrüftechnik & Analytik, Bezugsnorm DIN EN ISO 6892-1, 2009.
- [41] K. Durst, M. Göken, Nanoindentierung Eine Sonde für die lokalen mechanischen Eigenschaften, Sonderband der praktischen Metallographie 36 (2004) 319-328.
- [42] Y. Mazaheri, A. Kermanpur, A. Najafizadeh, Nanoindentation study of ferrite– martensite dual phase steels developed by a new thermomechanical processing, Materials Science and Engineering: A 639 (2015) 8–14.
- [43] W.C. Oliver, G.M. Pharr, An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments, Journal of Materials Research 7 (1992) 1564–1583.
- [44] J. Hay, Introduction to instrumented indentation testing, Experimental Techniques 33 (2009) 66–72.
- [45] S. Morito, H. Yoshida, T. Maki, X. Huang, Effect of block size on the strength of lath martensite in low carbon steels, Materials Science and Engineering: A 438-440 (2006) 237–240.
- [46] F. HajyAkbary, J. Sietsma, R.H. Petrov, G. Miyamoto, T. Furuhara, M.J. Santofimia, A quantitative investigation of the effect of Mn segregation on microstructural properties of quenching and partitioning steels, Scripta Materialia 137 (2017) 27–30.

- [47] W. Bleck (ed.), "Werkstoffkunde Stahl für Studium und Praxis", 3rd ed., Mainz, 2010, 117-118.
- [48] A. Kaijalainen, L.P. Karjalainen, P. Suikkanen, J. Kömi, Effect of inclusions on the properties of ultrahigh-strength low-alloy steel with a martensitic-bainitic microstructure, in Proc. 8th Int. Conf. "Clean Steel", Budapest, 2012, 1-5.