



Lehrstuhl für Eisen- und Stahlmetallurgie

Masterarbeit

Beobachtung des Austenitkornwachstums
in Nb-mikrolegierten Stählen und
Rückschluss auf Zener-Pinning-Kräfte bei
Temperaturen zwischen 950 und 1350 °C.

Lukas Hanifl, BSc

Mai 2024



MONTANUNIVERSITÄT LEOBEN

www.unileoben.ac.at

EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich diese Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen und Hilfsmittel nicht benutzt, den Einsatz von generativen Methoden und Modellen der künstlichen Intelligenz vollständig und wahrheitsgetreu ausgewiesen habe, und mich auch sonst keiner unerlaubten Hilfsmittel bedient habe.

Ich erkläre, dass ich den Satzungsteil „Gute wissenschaftliche Praxis“ der Montanuniversität Leoben gelesen, verstanden und befolgt habe.

Weiters erkläre ich, dass die elektronische und gedruckte Version der eingereichten wissenschaftlichen Abschlussarbeit formal und inhaltlich identisch sind.

Datum 13.05.2024

Unterschrift Verfasser/in
Lukas Hanifl

Danksagung

An dieser Stelle möchte ich mich zuerst bei Professor Christian Bernhard bedanken. Seine Unterstützung und seine wertvollen Hinweise während des gesamten Prozesses waren von unschätzbarem Wert. Seine beratenden Gespräche und Anregungen haben dazu beigetragen, die Qualität meiner Arbeit zu verbessern und neue Perspektiven zu eröffnen.

Weiterhin möchte ich mich bei meinem Betreuer Maximilian Kern bedanken. Seine fachliche Kompetenz, seine Geduld und sein Engagement haben maßgeblich dazu beigetragen, dass diese Arbeit erfolgreich abgeschlossen werden konnte.

Weiters möchte ich mich für die finanzielle Unterstützung im Rahmen des COMET-Programms im K2 Zentrum „Integrated Computational Material, Process and Product Engineering (IC-MPPE)“ (P3.16 „CastingQPS) bedanken. Dieses Programm wird von den österreichischen Bundesministerien für Klimaschutz, Umwelt, Energie, Mobilität, Innovation und Technologie (BMK) und für Arbeit und Wirtschaft (BMAW), vertreten durch die österreichische Forschungsförderungsgesellschaft (FFG), und den Bundesländern Steiermark, Oberösterreich und Tirol gefördert.

Kurzfassung

Die Größe der Austenitkörner beeinflusst maßgeblich die Eigenschaften von Stahlprodukten. Dieser Einfluss wird durch gezielte Maßnahmen, wie die Zugabe von Mikrolegierungselementen, kontrolliert. In dieser Arbeit wird der Fokus auf den Einfluss von Niob und Stickstoff auf das Austenitkornwachstum gelegt, insbesondere durch die Bildung von Nb(C,N)-Ausscheidungen und die daraus resultierenden Zener-Pinning-Kräfte. Dies ist von großer Bedeutung für die Herstellung hochwertiger Stähle mit den gewünschten mechanischen Eigenschaften.

Im experimentellen Teil wurden Laborschmelzen mit verschiedenen Gehalten an Niob (0.08 wt.-% und 0.02 wt.-%), Stickstoff (60, 80 und 120 ppm) und gleichen Kohlenstoffgehalt (0.15 wt.-%) hergestellt. Die Verwendung des Hochtemperatur-Laser-Scanning-Konfokalmikroskopie (HT-LSCM) war entscheidend für die experimentelle Analyse des Austenitkornwachstums. Diese fortschrittliche Mikroskopietechnik ermöglichte es, die Proben bei definierten Zeit-Temperatur-Verläufen zu untersuchen und hochauflösende Bilder der Probenoberfläche zu erhalten.

Zusammenfassend zeigen die Ergebnisse, dass Nb(C,N)-Partikel das Austenitkornwachstum hemmen und Legierungen mit höherem Niob-Gehalt eine stärkere Kornfeinung aufweisen. Der Einfluss des Stickstoffgehalts ist weniger ausgeprägt, aber eine Tendenz zur Kornverkleinerung ist erkennbar. Dieses Verständnis ist entscheidend für die Optimierung der Stahlherstellungsprozesse und die Entwicklung hochwertiger Stähle mit den gewünschten mechanischen Eigenschaften

Abstract

The size of the austenite grains has a significant influence on the properties of steel products. This influence is controlled by specific measures, such as the addition of microalloying elements. In this work, the focus is on the influence of niobium and nitrogen on austenite grain growth, in particular through the formation of Nb(C,N) precipitates and the resulting Zener pinning forces. This is of great importance for the production of high-quality steels with the desired mechanical properties.

In the experimental part, laboratory melts with different contents of niobium (0.08 wt.-% and 0.02 wt.-%), nitrogen (60, 80 and 120 ppm) and equal carbon content (0.15 wt.-%) were prepared. The use of high temperature laser scanning confocal microscopy (HT-LSCM) was crucial for the experimental analysis of austenite grain growth. This advanced microscopy technique made it possible to examine the samples at defined time-temperature curves and to obtain high-resolution images of the sample surface.

In summary, the results show that Nb(C,N) particles inhibit austenite grain growth and alloys with a higher niobium content exhibit greater grain refinement. The influence of the nitrogen content is less pronounced, but a tendency towards grain size reduction is recognizable. This understanding is crucial for the optimization of steel production processes and the development of high-quality steels with the desired mechanical properties.

Inhaltsverzeichnis

Eidesstattliche Erklärung	I
Danksagung	II
Kurzfassung	III
Abstract	IV
Inhaltsverzeichnis	V
1 Einleitung	8
2 Materialwissenschaftliche Aspekte von Stahl	10
2.1 Atomare Bindung	10
2.2 Kristalline und nichtkristalline Strukturen.....	11
2.3 Kristallstrukturen	12
2.4 Gitterbaufehler.....	14
2.4.1 Punktförmige Gitterbaufehler.....	15
2.4.2 Versetzungen.....	16
2.4.3 Korngrenzen	16
2.4.4 Phasengrenzflächen	17
2.5 Legierungen.....	17
2.5.1 Die Legierung Stahl	18
3 Erholung und Rekristallisation	20
3.1 Erholung	21
3.2 Rekristallisation	21

4	Kornwachstum im Werkstoff Stahl	23
4.1	Theorien zum Kornwachstum	24
4.2	Atomtransport, Diffusion und Grenzflächen.....	24
4.3	Topologische Voraussetzungen für das Kornwachstum.....	25
4.4	Parabolisches Kornwachstum.....	27
4.5	Ausscheidungsinduzierte Pinning-Effekt von Sekundärphasen „Second phase precipitation pinning effect“	30
4.6	Auswirkung von Fremdatomen auf die Austenitkorngrenzenmobilität	31
4.7	Austenitkornwachstum.....	33
4.8	Methoden zur Messung des Austenitkornwachstums	34
4.9	Ex-situ Methoden.....	34
4.9.1	Digitalmikroskop (DM)	35
4.10	In-situ Methoden.....	35
4.10.1	Echtzeit- Röntgendiffraktometer (XRD).....	36
4.10.2	Transmissionselektronenmikroskopie	36
4.10.3	Elektronenrückstreubeugung (EBSD)	36
4.10.4	Laser-Ultraschall.....	37
4.10.5	Hochtemperatur-Laser-Scanning-Konfokalmikroskopie (HT-LSCM)	37
4.10.5.1	Thermischer Ätzeffekt	39
5	Relevanz der Austenitkorngröße in der Stahlerzeugung	42
5.1	Ausscheidungen für die Kontrolle der Korngröße.....	44
5.1.1	Niob im Stahl	44
5.1.2	Stickstoff im Stahl	48
6	Experimenteller Teil.....	50
6.1	Legierungskonzept	50
6.2	Herstellung der Proben.....	51
6.2.1	Einwaage der Legierung.....	51
6.2.2	Einschmelzen an der Hochfrequenzumschmelzanlage	52
6.2.3	Probenanalyse.....	53
6.2.4	Metallographische Präparation für HT-LSCM Experimente	55
6.3	High Temperature Laser Scanning Confocal Microscope (HT-LSCM)	55
6.3.1	HT-LSCM Versuchsdurchführung	55
6.4	Quantifizierung der Austenitkorngrößen.....	57
6.4.1	Wahl des Längenmaßes.....	58

6.4.2	Verteilungsfunktion der Austenitkörner	60
7	Ergebnisse und Diskussion.....	68
7.1	Entwicklung der Austenitkorngröße	68
7.1.1	Entwicklung der Austenitkorngröße bei 950°C.....	68
7.1.2	Entwicklung der Austenitkorngröße bei 1050°C.....	69
7.1.3	Entwicklung der Austenitkorngröße bei 1150°C.....	70
7.1.4	Entwicklung der Austenitkorngröße bei 1250°C.....	71
7.1.5	Entwicklung der Austenitkorngröße bei 1350°C.....	72
7.2	Validierung der Pinning-Kräfte	73
7.3	Diskussion der Ergebnisse	77
7.3.1	Isotherme Haltetemperatur 950°C.....	78
7.3.2	Isotherme Haltetemperatur 1050°C.....	79
7.3.3	Isotherme Haltetemperatur 1150°C.....	79
7.3.4	Isotherme Haltetemperatur 1250°C.....	80
7.3.5	Isotherme Haltetemperatur 1350°C.....	80
7.4	Zusammenfassung	81
	Anhang A. Korngrößenverteilungen.....	83
	Anhang B. Austenitkorngröße	111
	Anhang B1 arithmetischer Mittelwert und Erwartungswert der Versuchslegierungen ..	112
	Anhang B2 arithmetischer Mittelwert der Referenzlegierungen	114
	Abkürzungen	116
	Liste der Parameter.....	117
	Tabellenverzeichnis	118
	Abbildungsverzeichnis.....	119
	Literaturverzeichnis	121

1 Einleitung

Die Größe der Austenitkörner in den Prozessen des Gießens, der Warmverformung und der Wärmebehandlungen beeinflusst maßgeblich die Eigenschaften der Stahlprodukte und ist deshalb eine wesentliche Zielgröße. Ganz allgemein führen feine Austenitkörner auch zu einem feinen Gefüge bei Raumtemperatur und beeinflussen Qualität, Festigkeit und Zähigkeit des Produkts positiv. Um hochwertige Stähle mit den gewünschten mechanischen Eigenschaften herzustellen, werden gezielte Maßnahmen ergriffen, um das Austenitkornwachstum zu steuern. Insbesondere die Einführung von mikrolegierten Stählen in den späten 1950er Jahren hat die Qualität durch eine feinere Kornstruktur wesentlich verbessert. Dabei spielen Legierungselemente wie Vanadium, Niob und Titan eine wichtige Rolle, da sie die Bildung von Karbiden und Nitriden fördern. [1],[2]

Der Begriff "austenite grain growth" (AGG) bezeichnet das Wachstum der Austenitkörner während der Stahlerzeugung und -verarbeitung. In dieser Arbeit liegt der Fokus auf dem wachstumshemmenden Einfluss von Niob und Stickstoff durch die Bildung von Nb(C,N)-Ausscheidungen und die damit verbundenen Zener-Pinning-Kräfte (P_z). Diese Aspekte sind von großer Bedeutung für die Herstellung von Stahl mit den gewünschten mechanischen Eigenschaften. Das Verständnis dieser Mechanismen ist von großer Bedeutung für die Stahlindustrie, da es ermöglicht, die Prozesse zur Herstellung und Verarbeitung von Stahl zu optimieren. In dieser Arbeit werden die Effekte von Niob und Stickstoff auf das Austenitkornwachstum im Detail untersucht, um ein umfassendes Verständnis der Zusammenhänge zu gewinnen und die Entwicklung von hochwertigem Stahl voranzutreiben.

Das Austenitkornwachstum wird durch verschiedene Faktoren beeinflusst, darunter die chemische Zusammensetzung des Stahls, die Temperaturführung bei der Herstellung, Ausscheidungen und Umformgrad und -geschwindigkeit. Eine gezielte Kontrolle des

Austenitkornwachstums ermöglicht die Herstellung von Stählen mit hoher Festigkeit, Zähigkeit und anderen gewünschten Eigenschaften [2]. Theorien zum Kornwachstum und topologische Voraussetzungen werden erläutert, um ein umfassendes Verständnis dieses wichtigen Prozesses zu ermöglichen.

Der experimentelle Teil dieser Arbeit zielt darauf ab, eine Grundlage für zukünftige Versuchsreihen und Experimente zu schaffen, um Daten für ein mathematisches Modell des Austenitkornwachstums zu generieren. Durch die hausinterne Herstellung von Laborschmelzen konnten der Gehalt an Niob, Stickstoff und Kohlenstoff in den Legierungen der Versuchsmatrix gezielt einstellen werden. Hierfür wurden zwei Legierungsreihen hergestellt, Fe-1 mit einem Nb-Gehalt von 0.08 wt.-% und Fe-2 mit einem Nb-Gehalt von 0.02 wt.-%. Zusätzlich wurde der Stickstoffgehalt jeweils in drei Stufen variiert (60, 80 und 120 ppm). Im High Temperature - Laser Scanning Confocal Microscope (HT-LSCM) konnten die Laborschmelzen bei definierte Zeit-Temperatur Verläufe experimentell analysiert werden. Die isothermen Haltetemperaturen wurden von 950-1350°C gewählt. Bei den untersuchten Legierungen erwartet man einen Kornfeinungseffekt bei niedrigeren Temperaturen (950-1050°C), wobei ab einer bestimmten Temperatur die Auflösung der Nb(C,N)-Ausscheidungen erfolgt und das Kornwachstum kaum unterdrückt wird. Es ist anzunehmen, dass mit steigendem Nb-Gehalt der Kornfeinungseffekt stärker ausgeprägt sein wird. Die Datenbank kann auf der Grundlage dieser neuen Daten erweitert werden, um bessere Vorhersagen des AGG beim Strangguss zu ermöglichen und zukünftige präzisere Prognose der finalen Austenitkorngröße in realen Stählen zu ermöglichen.

2 Materialwissenschaftliche Aspekte von Stahl

Als Stahl werden Eisenbasislegierungen mit maximal 2 wt.-% Kohlenstoffgehalt bezeichnet welche auf unterschiedlichste Weisen hergestellt und eingesetzt werden können. Stähle sind schon lange einer der wichtigsten Werkstoffe in allen Bereichen des alltäglichen Lebens. In den folgenden **Kapiteln 2.1-2.5** wird auf die physikalischen Grundlagen, insbesondere die Kristallstruktur, dieses Werkstoffes eingegangen.

2.1 Atomare Bindung

Für die Bildung fester Materie werden Atome benötigt, die aus einem Atomkern und einer Elektronenhülle bestehen. Die Elektronenhülle bestimmt hauptsächlich die Eigenschaften der Festkörper. Gemäß dem Bohrschen Atommodell sind die Elektronen auf Schalen angeordnet, und ihre Konfiguration wird durch die Quantenmechanik bestimmt. Die äußerste Schale, die noch Elektronen enthält, hat den größten Einfluss auf die Eigenschaften des Festkörpers. Dies liegt daran, dass Atome dazu neigen, bei Kontakt mit anderen Atomen ihre äußere Schale zu füllen, um einen energetisch günstigen Zustand zu erreichen, was die Grundlage der chemischen Bindung bildet. Ausgenommen sind Atome mit einer vollständigen äußeren Achterschale, wie die Edelgase, die eine geringe Neigung zur Wechselwirkung oder zur Erstarrung als Festkörper zeigen. Bei Atomsorten ohne Edelgaskonfiguration besteht die Tendenz, Valenzelektronen aufzunehmen, abzugeben oder zu teilen, dies ist mit Energiegewinn verbunden. Die grundlegenden Bindungstypen sind, Ionenpaar-Bindung, kovalente oder Elektronenpaar-Bindung, Van-der-Waals-Bindung und Metallische Bindung.

Wobei nur auf die Metallische Bindung kurz eingegangen wird. Wenn die Anzahl der Valenzelektronen weniger als vier beträgt, kann im Raumgitter keine Elektronenpaar-Bildung mehr stattfinden. In solchen Fällen geben die Atome ihre Valenzelektronen in ein gemeinsames "Elektronengas" ab. Dadurch übernehmen die Ionenrümpfe eine Edelgaskonfiguration, und die Elektronen im Elektronengas sind nicht mehr an ein bestimmtes Atom gebunden. Diese Bindungsform ist als metallische Bindung bekannt und gilt als die häufigste unter den Elementen, da etwa drei Viertel aller natürlichen Elemente metallische Eigenschaften aufweisen. Bei der metallischen Bindung sind die Elektronen nicht an einzelne Atome gebunden und gehören im Wesentlichen allen Atomen gemeinsam. Die geringe Lokalisierung der Elektronen bei dieser Bindung führt dazu, dass sie im Vergleich zu anderen Bindungstypen schwach ist. Dies ist einer der Gründe für die hohe Beweglichkeit von Versetzungen in Metallen und ihre ausgezeichnete Formbarkeit, was sie zu bevorzugten Materialien in der Konstruktion macht [3].

2.2 Kristalline und nichtkristalline Strukturen

Festkörper können verschiedene Ordnungsstrukturen besitzen. Es gibt insgesamt vier unterschiedliche Typen: kristallin, amorph, polykristallin und quasikristallin. Zum Beispiel besitzen Metalle eine kristalline Struktur. Diese Struktur ist dadurch gekennzeichnet, dass sie eine streng periodische Anordnung der Atome aufweist. Dabei stellt die Elementarzelle die kleinste Einheit der Atomanordnung dar. Werden an diese Elementarzelle weitere Elementarzellen in alle drei Richtungen des Raumes hinzugefügt, erhält man das Raumgitter. Als Gitterkonstante wird die Kantenlänge der Elementarzelle bezeichnet. Sind die Atome unregelmäßig geordnet, so werden diese nichtkristallinen Festkörper als amorph bezeichnet. Im Gegensatz zu Metallen können keramische Werkstoffe sowohl mit einer amorphen als auch mit einer regelmäßigen (kristallinen) Atomanordnung vorkommen. Andere Materialien wie zum Beispiel Glas besitzen hingegen immer eine amorphe räumliche Atomanordnung. **Abbildung 2-1** zeigt den Anteil der Bindungstypen bei den technisch wichtigsten Werkstoffgruppen [3],[4].

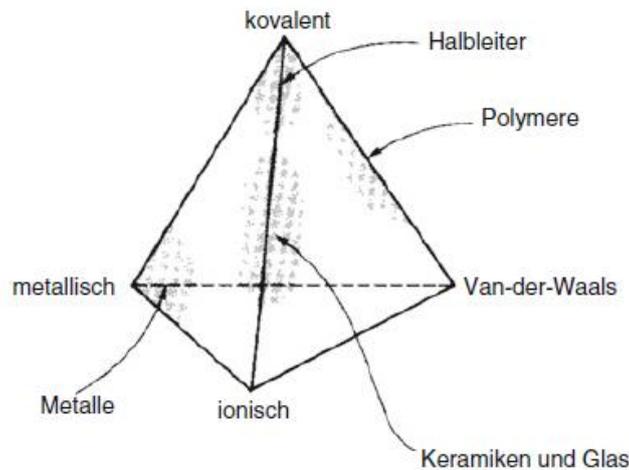


Abbildung 2-1: Anteil der Bindungstypen bei den technisch wichtigsten Werkstoffgruppen [3].

2.3 Kristallstrukturen

Es gibt insgesamt sieben Kristallsysteme mit 14 Bravais-Gittern. Dabei kristallisieren die Metalle überwiegend in drei Kristallsystemen: kubisch raumzentriert (krz), kubisch flächenzentriert (kfz) und hexagonal dichtest-gepackt (hdp). Diese sind in der **Abbildung 2-2** grafisch dargestellt.

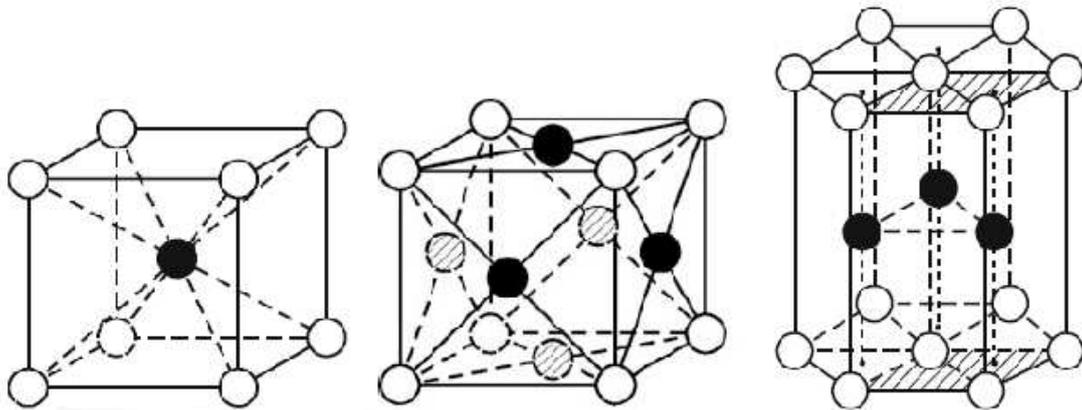


Abbildung 2-2: Von links nach rechts kubisch raumzentriertes-, kubisch flächenzentriertes- und Hexagonales Gitter [4].

Die mechanischen Eigenschaften der Metalle sind auch zu einem großen Teil von der Kristallstruktur abhängig. Bei einem krz Gitter befindet sich ein Atom in der Mitte und jeweils ein Atom in den Ecken der Elementarzelle. Im Vergleich dazu sitzen die Atome bei einem kfz Gitter auf allen Ecken und auf den Mittelpunkten aller Begrenzungsflächen. Das hexagonal

dichtest gepackte Gitter (hcp) ist in Schichten aufgebaut. Die Basis bildet ein Sechseck wie in **Abbildung 2-2** ersichtlich. Die nächst Schicht bilden drei Atome, welche sich in den Zwischenräumen der Basisschicht befinden. Daraus ergibt sich eine Stapelfolge ABAB [3].

Diese Arbeit beschäftigt sich mit dem Austenitkornwachstum, wobei in **Kapitel 4.7** näher darauf eingegangen wird. Aufgrund der kfz Gitterstruktur des Austenits wird eine detaillierte Betrachtung des kubisch-flächenzentrierten Gitters vorgenommen. Eine kfz Elementarzelle besitzt 4 Atome ($6 \cdot \frac{1}{2} + 8 \cdot \frac{1}{8} = 4$). Die Atome werden als starre Kugeln betrachtet und berühren sich entlang der Flächendiagonalen. Der Radius **R** der Atome und der Abstand **b** zwischen ihnen sind entsprechend mit dem Gitterparameter **a** verbunden. **Abbildung 2-3** veranschaulicht dies nochmal. **Gleichungen 1** und **2** beschreibt den Zusammenhang von **R** und **b** mit **a** [3].

$$R = \frac{a}{4} * \sqrt{2} \quad (1)$$

$$b = \frac{a}{2} * \sqrt{2} \quad (2)$$

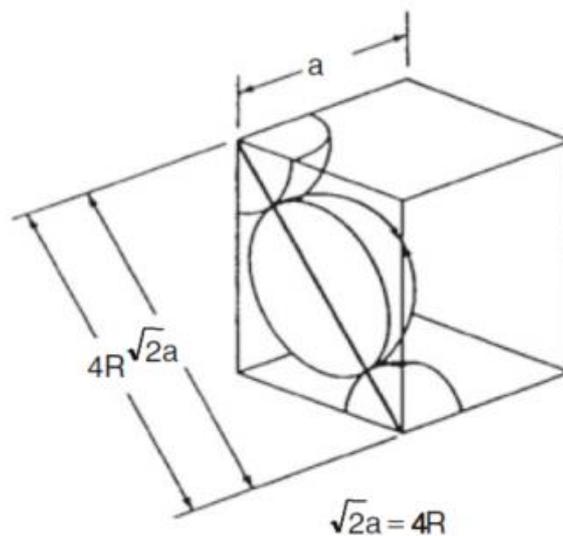


Abbildung 2-3: Die Atome berühren sich entlang der Flächendiagonalen [3].

Die Raumbfüllung des kfz Gitters beträgt 74%. Im Vergleich dazu beträgt die Raumbfüllung des krz Gitters nur 68%. Somit ist das kfz Gitter dichter gepackt. Die Oktaederlücken liegen sowohl in der Mitte des Würfels als auch an den Mittelpunkten der Kanten (siehe **Abbildung 2-4a**). Somit gibt es pro Elementarzelle vier Oktaederlücken, was der Anzahl der Atome entspricht. Die Tetraederlücken liegen jeweils 1/4 der Raumdiagonale von den Ecken entfernt (siehe **Abbildung 2-4b**). Infolgedessen gibt es insgesamt acht Tetraederlücken, was doppelt

so viele sind wie Atome oder Oktaederlücken. Im Gegensatz zum kubisch-raumzentrierten (krz) Gitter hat das kubisch-flächenzentrierte (kfz) Gitter weniger, jedoch dafür größere Oktaederlücken [3]. In den Lücken können sich kleinere Atome befinden, darauf wird in **Kapitel 2.5** noch näher eingegangen.

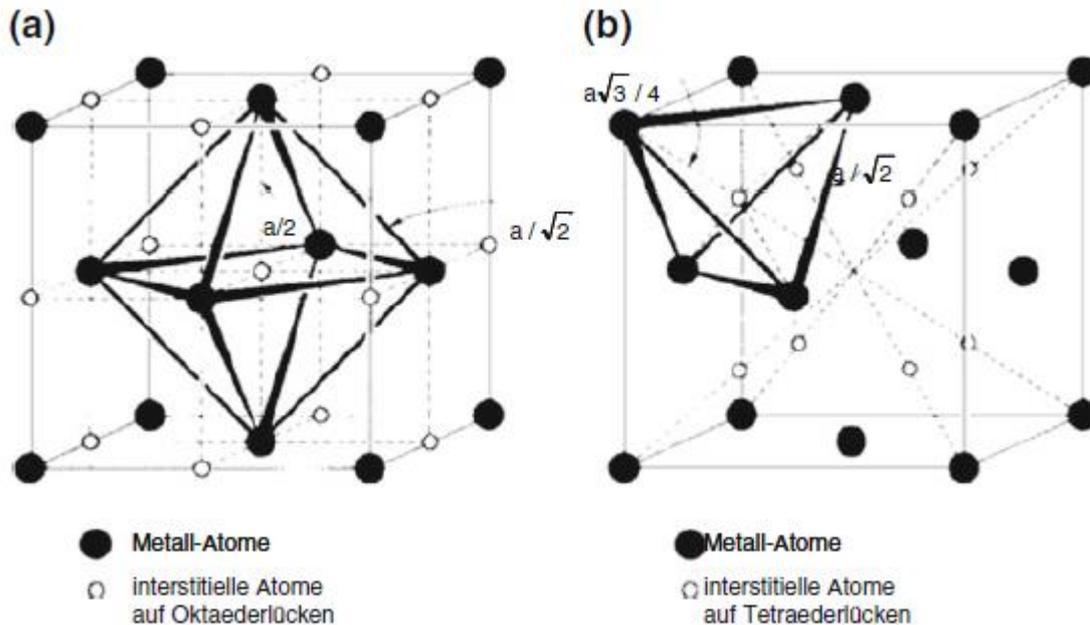


Abbildung 2-4: Lücken des kfz-Gitters. a Oktaederlücken; b Tetraederlücken [3].

2.4 Gitterbaufehler

Die Darstellung von Metallkristallen als Anordnung von Atomen in einem idealen Raumgitter ist tatsächlich nur eine Näherung. Tatsächlich treten Abweichungen von der regelmäßigen Besetzung der Gitterpunkte auf, die als Gitterbaufehler bekannt sind. Oberhalb des absoluten Nullpunkts sind in Kristallen stets eine gewisse Anzahl solcher Baufehler im thermodynamischen Gleichgewicht vorhanden. Die Eigenschaften von Metallen werden durch Gitterbaufehler beeinflusst, unabhängig davon, ob sie im thermodynamischen Gleichgewicht mit dem Kristallgitter stehen oder nicht. In **Tabelle 2-1** sind die Gitterbaufehler nach ihren geometrischen Eigenschaften eingeteilt [5]. Besonderes Augenmerk liegt auf den Korngrenzen und Phasengrenzen.

Tabelle 2-I: Einteilung der Gitterbaufehler nach ihren geometrischen Eigenschaften [5].

Geometrische Dimension	Spezieller Typ	Dichte	Spezifische Energie
0-dimensional	Leerstellen, Zwischengitteratome, Substituierte Atome	m^{-3}	J
1-dimensional	Versetzungen	m^{-2}	Jm^{-1}
2-dimensional	Korngrenzen, Zwillingsgrenzen, Stapelfehler, Antiphasengrenzen in geordneten Legierungen, Grenzflächen verschiedener Kristallarten oder Gläser	m^{-1}	Jm^{-2}

2.4.1 Punktförmige Gitterbaufehler

Leerstellen sind unbesetzte Gitterplätze. Die Dichte an Leerstellen variiert mit der Temperatur. Bei Raumtemperatur beträgt sie etwa $10^{-12} m^{-3}$, steigt aber bis zum Schmelzpunkt auf etwa $10^{-4} m^{-3}$. Diese Leerstellendichte beeinflusst thermisch aktivierte Prozesse wie die Diffusion. Die Leerstellendichte variiert mit der Temperatur, was bedeutet, dass der Kristall bei entsprechenden Bedingungen im thermodynamischen Gleichgewicht mit Leerstellen stehen kann. Diese Möglichkeit unterscheidet die Leerstellen von den meisten anderen Gitterbaufehlern. Ein Zwischengitteratom liegt vor, wenn ein Atom nicht auf einem Gitterplatz, sondern zwischen ihnen positioniert ist. Ein solches Zwischengitteratom entsteht oft, indem ein Atom seinen Gitterplatz verlässt und dadurch eine Leerstelle entsteht. Diese Anordnung wird als Frenkel-Paar bezeichnet. Fremdatome im Gitter stellen ebenfalls Fehler dar. Sie können entweder in die Plätze der Gitteratome einnehmen, diese werden als Austausch- oder Substitutionsatome bezeichnet. Befinden sich die Atome zwischen den Gitterplätzen, werden sie Einlagerungsatome oder interstitielle Atome genannt. Wenn größere Mengen einer zweiten Atomart in das Gitter eingebaut sind, spricht man von Mischkristallen (MK). Die Anwesenheit von Fremdatomen in den Mischkristallen führt zu einer Verspannung des Gitters, was unter anderem zu einer Erhöhung der Festigkeit führt (Mischkristallverfestigung) [6].

2.4.2 Versetzungen

Versetzung ist ein Begriff in der Materialwissenschaft, der auf lineare Defekte im Kristallgitter hinweist. Es gibt zwei Haupttypen von Versetzungen: Stufenversetzungen und Schraubenversetzungen. Stufenversetzungen kann man sich als die Grenzlinien zwischen den Gitterebenen vorstellen, die im Kristall enden. Eine andere Art von Versetzung entsteht, wenn die beiden Trennflächen nicht senkrecht, sondern parallel zur Begrenzungslinie des Schnitts um einen Atomabstand verschoben werden. Diese Art der Versetzung wird als Schraubenversetzung bezeichnet [3],[6]. Die Energie der Versetzungen, die etwa 10^{-12} J/m Versetzungslänge beträgt, führt dazu, dass die Gitter praktisch nie im thermodynamischen Gleichgewicht sind. Die weitreichenden Spannungsfelder der Versetzungen beeinflussen sich aufgrund ihrer Häufigkeit gegenseitig. Der Kraftaufwand, der benötigt wird, um Versetzungen zu bewegen, das heißt, um Verschiebungen innerhalb des Kristallgitters zu erzeugen, ist relativ gering. Die hohe plastische Verformbarkeit von Metallen beruht vor allem auf der relativ geringen Kraft, die erforderlich ist, um Versetzungen zu bewegen und somit Verschiebungen im Kristallgitter zu erzeugen. Bei der Kaltverformung beobachtet man jedoch eine Verfestigung, da während dieses Prozesses neue Versetzungen entstehen, die sich gegenseitig behindern [6].

2.4.3 Korngrenzen

Die wichtigste Gruppe der zweidimensionalen Gitterbaufehler sind Korngrenzen. Eine Korngrenze trennt Regionen mit identischer Kristallstruktur, aber unterschiedlichen Orientierungen. Bei einem großen Winkelunterschied zwischen zwei Kristalliten entsteht im Allgemeinen eine Übergangszone mit unregelmäßiger Atomanordnung, typischerweise mit einer Dicke von 2–3 Atomabständen (Nichtkoinzidenz-Grenzfläche). Die Grenze zwischen zwei Kristallen mit einem kleinen Winkelunterschied wird durch parallele Stufenversetzungen gebildet. Diese Beziehung wird durch den Winkel der beiden Kristallite, den Betrag des Burgers-Vektors und den Abstand der Versetzungen bestimmt. Ein Netz von Schraubenversetzungen kann entsprechend die Korngrenze zwischen zwei verdrehten Kristalliten bilden, wobei der Abstand der Versetzungen mit zunehmender Verdrehung abnimmt (Teilkohärenz). Bei großen Winkeln ist die Korngrenze im Allgemeinen nicht mehr aus einer regelmäßigen Anordnung einzelner Versetzungen aufgebaut. Korngrenzen entstehen während der Kristallisation, der Erholung (siehe **Kapitel 3.1**) verformter Kristalle (Kleinwinkelkorngrenzen) und der Rekristallisation (siehe **Kapitel 3.2**) (Großwinkelkorngrenzen) [3],[5].

2.4.4 Phasengrenzflächen

Im Gegensatz zu Korngrenzen ist die Struktur von Phasengrenzflächen noch komplizierter. Dies liegt daran, dass die benachbarten Kristalle sowohl unterschiedlich orientiert sein können als auch verschiedene Gitterstrukturen aufweisen können. Im einfachsten Fall entsteht eine kohärente Phasengrenze, wenn die Gitterkonstanten der benachbarten Phasen nur leicht voneinander abweichen oder wenn beide Phasen mit gleicher Kristallstruktur in Zwillingbeziehung zueinanderstehen. Mit zunehmendem Unterschied der Gitterkonstanten steigt die elastische Energie der Phasengrenze aufgrund der Fehlanpassung, und es wird energetisch günstiger, diese durch den Einbau von Stufenversetzungen zu kompensieren. In diesem Fall wird die Grenze als teilweise kohärent bezeichnet. Wenn die Phasen unterschiedliche Gitterstrukturen aufweisen, geht die Kohärenz vollständig verloren, und es entsteht eine inkohärente Phasengrenze. In jedem Fall bevorzugt die Natur energetisch günstige Anordnungen in der Grenzfläche, insbesondere solche mit guter Passung, wenn die elastische Energie eine wichtige Rolle spielt [3],[5].

2.5 Legierungen

Schon seit sehr langer Zeit ist der Menschheit bekannt, dass durch das Mischen von zwei schmelzflüssigen Metallen (Legieren), andere Eigenschaften erzielt werden können. Im Idealfall werden die Eigenschaften dadurch verbessert. Mindestens zwei chemische Elemente, von denen eines ein Metall sein muss, bilden eine Legierung. Bei einer Legierung liegen die Komponenten meist nicht in ihrer ursprünglichen Form vor, da sie zum Beispiel Mischkristalle oder Verbindungen bilden. Bei Mischkristallen sind von zwei oder mehreren Elementen die Atome entweder statistisch regellos verteilt oder nach einem Ordnungsprinzip im Gitter verteilt. Bei Mischkristallen unterscheidet man zwischen Einlagerungsmischkristallen (Interstitialmischkristalle) und Substitutionsmischkristallen. Bei den Einlagerungsmischkristallen befinden sich die Atome eines anderen Elements mit deutlich kleineren Atomradius auf den Zwischengitterplätzen. Solche Elemente wären im Eisengitter z.B. Kohlenstoff und Stickstoff. Bei Substitutionsmischkristalle sind die Gitterpunkte der Elementarzelle mit den gelösten Atomen des anderen Elements besetzt. Die Voraussetzungen dafür sind, dass die Atomradien eine ähnliche Größe aufweisen und die Elemente einen ähnlichen Gittertyp besitzen. Es können sich aber auch intermetallische Verbindungen (intermetallische Phasen) bilden. Diese besitzen ein Gitter welches sich von jenem des Ausgangsmaterials unterscheidet. Beispiele dafür wären Al_2Cu und CuZn . Auch intermediäre

Verbindungen (intermediäre Phasen) könne sich bilden. Diese bestehen aus Metall und Nichtmetall wie zum Beispiel Fe_3C in Stahl [4],[7].

2.5.1 Die Legierung Stahl

Praktisch alle Legierungen des Eisens bis zu ~2 wt.-% C werden als Stahl bezeichnet. Die Eisen-Kohlenstoff-Legierung stellt dabei die wichtigste Gruppe dar. Stahl wird in fast allen Bereichen (Industrie, Privathaushalte, Automobilindustrie) eingesetzt und ist nicht mehr wegzudenken. Gründe dafür sind unter anderem seine Eigenschaften, wie Festigkeit und Zähigkeit. Weiters ist Stahl wirtschaftlich attraktiv, da er in der Herstellung und Verarbeitung relativ kostengünstig ist und gut recycelt werden kann. Das Fe-C-Phasendiagramm im metastabilen Gleichgewicht (Eisenkarbid Zementit Fe_3C) stellt die Grundlage für alle Kohlenstoffstähle dar und ist in **Abbildung 2-5** schematisch abgebildet. Unter 0,8 % spricht man von untereutktoiden Stählen, darüber von übereutktoiden Stählen und ab 2,06% C spricht man von Gusseisen. Durch die Zugabe an anderen Legierungselementen kann es zu starken Abweichungen vom binären Eisen-Kohlenstoff-System kommen [8]. **Abbildung 2-6** zeigt die Abkühlkurve von reinem Eisen. Eisen ist ein allotroper Werkstoff und hat im festen Phasenzustand 2 verschiedene Kristallformen, die Temperaturabhängig stabile Bereiche aufweisen: δ -Eisen, γ -Eisen und α -Eisen. Bei der Abkühlung bildet sich zuerst δ -Eisen (krz) und wandelt dann bei 1392°C in γ -Eisen (kfz), auch als Austenit bekannt, um. Bei weiter Abkühlung wandelt der Austenit bei 911°C in α -Eisen (krz) um, welches umgangssprachlich nur als Ferrit bezeichnet wird. Durch das Legieren mit Kohlenstoff kommt es auch zur Bildung anderen Gefügebestandteile. Die Phasenumwandlungen welche im Zustandsschaubild (siehe **Abbildung 2-5**) festgehalten sind laufen bei dicken Querschnitten und mäßigem Wärmeübergang nahe am thermodynamischen Gleichgewicht ab [9]. Es bildet sich so auch eine intermediäre Phase mit dem Namen Zementit (Fe_3C). Dieser ist hart und sehr spröde. Aus Ferrit und Zementit bildet sich ein Kristallgemisch namens Perlits, welcher eine C-Gehalt von 0,8% aufweist. Perlit entsteht durch eutektische Entmischung im festen Zustand, ähnlich der eutektischen Erstarrung, wobei eine Phase in zwei andere zerfällt: γ in α und Fe_3C . Ferrit und Zementit haben verschiedene Zusammensetzungen und Kristallstrukturen aufgrund unterschiedlicher Löslichkeiten von Kohlenstoff (0,02 wt.-% C in Ferrit und 6,67 wt.-% C in Zementit). Durch Kohlenstoffdiffusion reichert sich Kohlenstoff im Zementit an, während Ferrit kohlenstoffärmer wird. Dies führt zur lamellaren Morphologie, mit abwechselnden kohlenstoffreichen (Zementit) und kohlenstoffarmen (Ferrit) Bereichen [3]. Bei höheren C-Gehalten zwischen 0,8-2,06% kommt es auch zur Ausscheidung von Korngrenzzementit. Ab

2,06% C kommt es auch zur Bildung des sogenannten Ledeburits. Dieser ist bei Raumtemperatur ein Gemenge aus Perlit- und Zementitkristallen [8],[10].

Das Legierungssystem entfernt sich im steigender Abkühlgeschwindigkeit immer mehr vom thermodynamischen Gleichgewicht. Der Einfluss der raschen Abkühlung auf das Gefüge ist von besonderem Interesse. Durch die rasche Abkühlung wird verhindert, dass sich Perlit bildet und der Kohlenstoff in den Zementit diffundieren kann. Es kommt zur Bildung von Martensit. Der Kohlenstoff bleibt im Martensit zwangsgelöst, wodurch das Eisengitter verspannt wird und die Härte steigt. Im Temperaturbereich zwischen Perlit und Martensit bildet sich der Bainit. Hier liegt eine Zwangslösung des Kohlenstoffs und eine Karbidausscheidung nebeneinander vor [34].

Durch zusätzliche Legierungsmittel und Wärmebehandlungen lassen sich ganz unterschiedliche Eigenschaften erzielen. Dadurch können die Eigenschaften wie Festigkeit und Zähigkeit positiv beeinflusst und die mechanischen Eigenschaften nach den jeweiligen Anforderungen nahezu unlimitiert eingestellt werden. Näheres dazu in **Kapitel 3** und **4**.

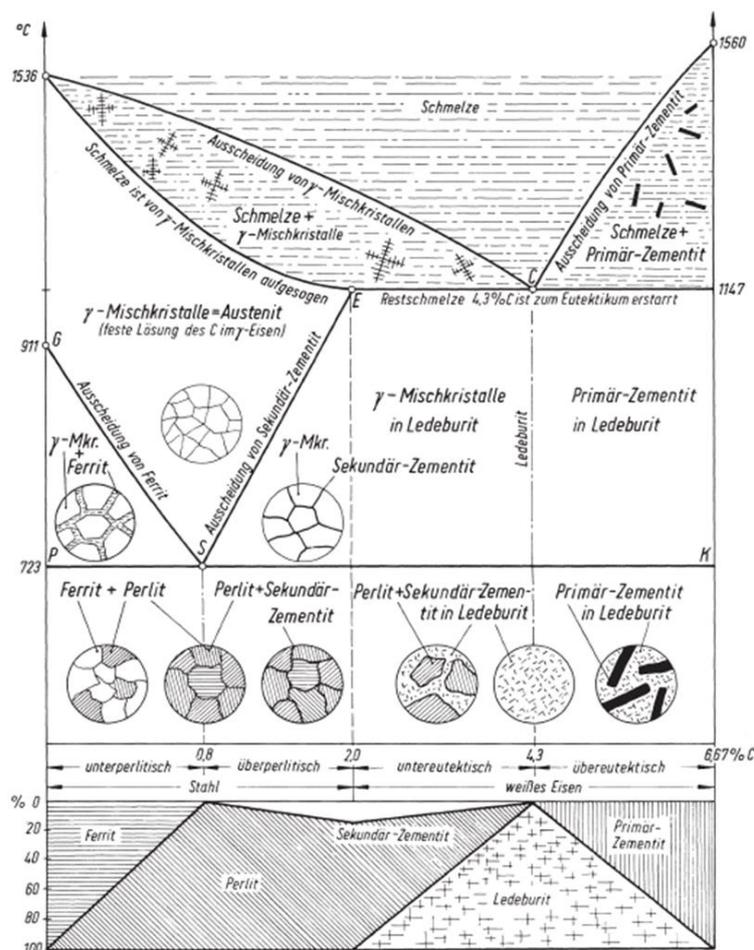


Abbildung 2-5: Eisen-Kohlenstoff-Diagramm, metastabiles System [10].

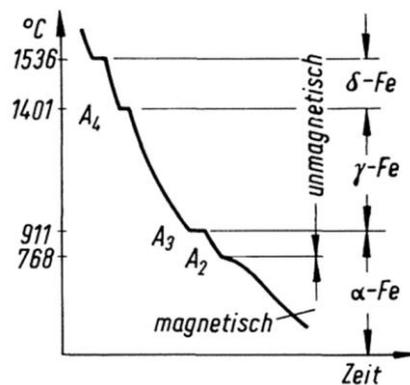


Abbildung 2-6: Abkühlungskurve des Reineisens [10]

3 Erholung und Rekristallisation

Die Wärmebehandlung metallischer Werkstoffe ist entscheidend, um sie als Konstruktionswerkstoffe nutzbar zu machen. Nach plastischer Verformung beeinflusst sie hauptsächlich die mechanischen Eigenschaften und Mikrostruktur. Plastische Verformung steigert die Festigkeit, verringert aber die Dehnung. Durch Wärmebehandlung wird die Festigkeit reduziert und die Verformbarkeit gesteigert. Dies ermöglicht es, große Umformgrade zu erreichen. Die physikalischen Ursachen dieser Effekte liegen in Versetzungen begründet. Ihr Aufbau während der Verformung führt zur Verfestigung, während ihre Umordnung und Beseitigung während der Wärmebehandlung zu einem Festigkeitsverlust führen. Dabei spielen Erholung und Rekristallisation eine zentrale Rolle [3].

3.1 Erholung

Der verformte Zustand eines Materials ist grundsätzlich instabil, da die Versetzungsstruktur, die durch die Verformung erzeugt wird, nicht im thermodynamischen Gleichgewicht ist. Trotzdem kann dieser Zustand bei niedrigen Verformungstemperaturen aufrechterhalten bleiben, da die Struktur mechanisch stabil ist und die Versetzungen nach Abschluss der Verformung auf ihren Gleitebenen im Gleichgewicht verharren. Mit steigender Temperatur kann jedoch diese mechanische Stabilität überwunden werden. Durch thermisch aktivierte Prozesse wie das Quergleiten von Schraubenversetzungen und das Klettern von Stufenversetzungen können die Versetzungen ihre Blockaden überwinden. Dadurch haben die Versetzungen die Möglichkeit, auf andere Gleitebenen zu wechseln, sich gegenseitig zu eliminieren oder den Kristall zu verlassen. Dieser Vorgang wird als Erholung bezeichnet und führt zu einer Verringerung der Versetzungsdichte sowie zur Bildung spezifischer Versetzungsmuster wie einem räumlichen Netzwerk von Kleinwinkelkorngrenzen, das als Polygonisation bekannt ist [3].

3.2 Rekristallisation

Rekristallisation bezeichnet den Prozess der Neuformierung der Gefügestruktur während der Wärmebehandlung von verformten Metallen. Dabei entstehen und bewegen sich Großwinkelkorngrenzen, wodurch die Verformungsstruktur beseitigt wird [3]. Auch nach dem Abschluss der Erholung verbleiben die Körner in einem Zustand mit hoher Spannungsenergie. Rekristallisation bezeichnet den Prozess, bei dem sich ein neuer Satz von Körnern bildet, die frei von Spannungen sind und annähernd gleichmäßige Abmessungen in allen Richtungen aufweisen. Die treibende Kraft hinter diesem Prozess ist der Unterschied in der inneren Energie zwischen dem verformten und unverformten Material. Die neuen Körner bilden sich als winzige Keime und wachsen allmählich, bis sie die ursprüngliche Materialstruktur vollständig ersetzt haben. Dieser Prozess erfolgt durch kurze Diffusionswege. Während der Rekristallisation werden auch die mechanischen Eigenschaften, die sich durch die Kaltverformung verändert haben, wieder auf ihre ursprünglichen Werte vor der Verformung zurückgeführt. Das bedeutet, dass das Metall weicher wird und die Festigkeit abnimmt aber gleichzeitig die Duktilität zunimmt. Einige Wärmebehandlungen sind darauf ausgelegt, die Rekristallisation unter Berücksichtigung dieser Modifikationen der mechanischen Eigenschaften zu ermöglichen. Der Grad der Rekristallisation hängt sowohl von der Zeit als

auch von der Temperatur ab. Die Menge der rekristallisierten Körner nimmt im Laufe der Zeit zu [11].

Der Einfluss der Glüh Temperatur auf die Zugfestigkeit und Duktilität einer Messinglegierung wird in **Abbildung 3-1** dargestellt. Zusätzlich wird die Korngröße in Abhängigkeit von der Glüh Temperatur angegeben. Schematische Darstellungen der Kornstrukturen während der Erholungs-, Rekristallisations- und Kornwachstumsphasen werden ebenfalls gezeigt, um die strukturellen Veränderungen bei verschiedenen Glüh Temperaturen zu verdeutlichen [11]. Auf das Kornwachstum wird in **Kapitel 4** näher eingegangen.

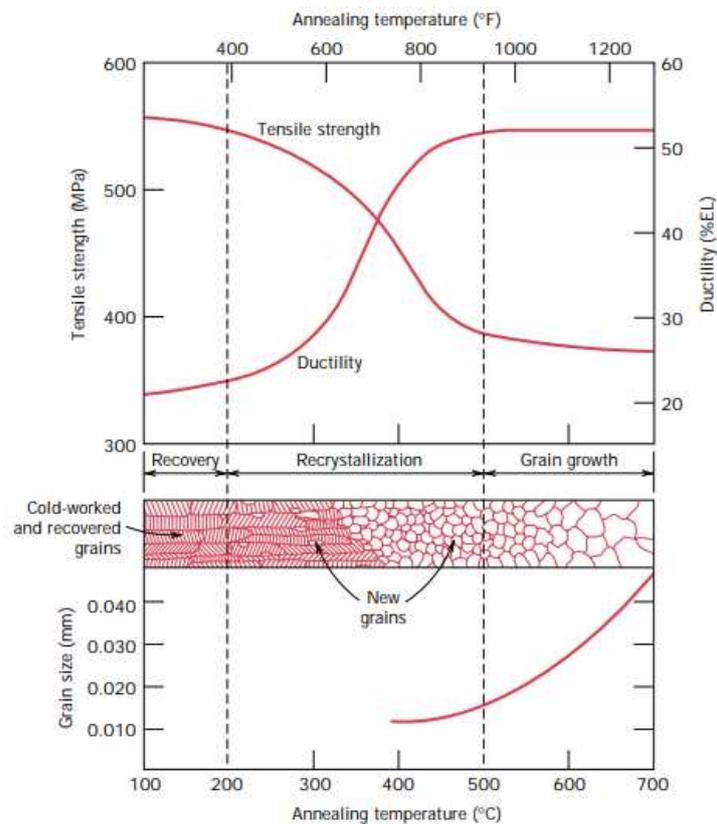


Abbildung 3-1: Der Einfluss der Glüh Temperatur auf die Zugfestigkeit und Duktilität einer Messinglegierung [11].

4 Kornwachstum im Werkstoff Stahl

Durch thermische Aktivierung kommt es bei polykristallinen Werkstoffen wie Metallen zur Zunahme der durchschnittlichen Kristallgröße des Materials. Historisch bedingt spricht man in der Metallurgie auch vom Kornwachstum, was in der vorliegenden Arbeit daher auch anschließend verwendet wird. Dieser Mechanismus hat zur Folge, dass die gesamte Korngrenzfläche pro Volumeneinheit sinkt. Wie in **Kapitel 2.4.3** beschrieben handelt es sich bei Korngrenzen um Gitterbaufehler, welche Bereiche mit unterschiedlicher Orientierung aber gleicher Kristallstruktur trennen [3]. Die meisten mechanischen Eigenschaften von polykristallinen Metallen werden maßgeblich von der Korngröße und anderen Kornmerkmalen beeinflusst. Eine der bekanntesten Auswirkungen der Korngröße ist die Hall-Petch-Beziehung. Sie besagt, dass die Streckgrenze eines polykristallinen Metalls mit dem Kehrwert der Quadratwurzel aus der Korngröße zusammenhängt. Die Erhaltung einer sehr kleinen Korngröße führt zu einer signifikanten Steigerung der Festigkeit. Ähnliche Effekte sind auch bei anderen Festigkeitseigenschaften der Dauerfestigkeit zu beobachten. Die Auswirkung der Korngröße auf die Duktilitäts-Übergangstemperatur bei Metallen mit krz Gitter ist besonders deutlich. Die Übergangstemperatur steht in einem inversen Verhältnis zum Kehrwert der Quadratwurzel der Korngröße. Durch die Verfeinerung der Korngröße können erforderliche niedrige Übergangstemperaturen erreicht werden, um einen Spröbruch zu verhindern. Die positive Auswirkung feiner Korngrößen auf die Kerbschlagzähigkeit macht die Kornfeinung zum einzigen Verfestigungsmechanismus, der gleichzeitig die Zähigkeit verbessert. Insgesamt ist die Korngröße ein entscheidender Faktor, der dramatische Auswirkungen auf die metallurgischen Eigenschaften hat und daher eine genaue Kontrolle erfordert. Die Forschung zu diesem Thema ist umfangreich und zeigt, dass die Manipulation der Korngröße und Kornorientierung ein wirksamer Weg ist, um die gewünschten mechanischen Eigenschaften von Metallen zu erreichen [2].

Im folgenden Kapiteln wird auf den Mechanismus des AGG eingegangen. Besonderes Augenmerk liegt dabei auf den beiden Effekten „Second phase precipitation pinning pressure“ und „impurity induced solute drag effect“ welche der Triebkraft des Kornwachstums als bremsende bzw. stoppende Kraft gegenüberstehen. Mehr dazu in den **Kapiteln 4.5** und **4.6**. Da sich diese Arbeit ausschließlich mit Austenitkornwachstum beschäftigt wird dies synonym für Kornwachstum in den folgenden Kapiteln verwendet.

4.1 Theorien zum Kornwachstum

Die Theorie besagt, dass das Wachstum aufgrund der Verringerung der Grenzflächenenergie des Systems stattfindet und es dadurch zu einer generellen Energieminimierung des Systems wachsen. Genauer gesagt passiert das durch den Atomtransport über gekrümmte Grenzflächen, wobei die Krümmung der Grenzfläche auf topologische Anforderungen der Kristallstruktur zurückzuführen ist. Dies wurde in den Veröffentlichungen Smith [6], Beck [7], and Burke und Turnbull [8] ausführlich beschrieben [9].

4.2 Atomtransport, Diffusion und Grenzflächen

Wie in **Kapitel 2.2** beschrieben, sind Metalle polykristalline Werkstoffe, wodurch die Körner durch Grenzflächen getrennt sind. Vergleichbar ist dies mit Blasen, welche durch gekrümmte Grenzflächen voneinander getrennt sind. Zwischen 2 Kristallen, auf der konvexen Seite der Grenzfläche, sind die Atome weniger von Atomen der eigenen Kristallstruktur umgeben als die Atome auf der konkaven Seite. Atome in Festkörpern können diffundieren und sich somit im Festkörper eingeschränkt bewegen. Die Diffusion ist stark vom temperaturabhängigen Diffusionskoeffizient vordefiniert und in Abhängigkeit diverser Eigenschaften wie z.B.: Atommasse, absolute Temperatur etc. Wenn eine ausreichende thermische Bewegung der Atome durch hohe Temperaturen möglich ist, dann beginnen diese zur Grenzfläche zu wandern. Die Atome bewegen sich bevorzugt zu der konkaven Seite der Grenzfläche, da die Atome auf dieser Seite einen energetisch günstigeren Zustand besitzen. Daraus resultiert eine Verschiebung der Korngrenze in Richtung der Mitte ihrer Krümmung (grain boundary migration). Energetisch vorteilhaft ist es, wenn sich drei Korngrenzen treffen, und diese in einem gewissen Winkel zueinanderstehen. Der ideale Winkel beträgt 120° und der Grund dafür wird in **Kapitel 4.3** genauer beschrieben. Der Winkel der Grenzen kann aber von den 120° abweichen. Dies hat zur Folge, dass die Atome des Kornes mit einem spitzen Winkel zu den anderen Körnern fließen, da die Atome in den anderen Körnern von mehr Atomen desselben Kristallsystems umgeben sind. Das Korn, welches vom spitzen Winkel eingeschlossen ist, schrumpft und verschwindet anschließend auf Kosten des anderen Kornes und es kommt zur Korngrenzwanderung [1],[12],[13].

4.3 Topologische Voraussetzungen für das Kornwachstum

Die polyedrischen Körner aus den metallischen Werkstoffen besitzen alle die folgenden Parameter: Flächen (**F**), Kanten (**E**), und Ecken (**C**). Wenn die Struktur zur Vereinfachung als 2-dimensional angenommen wird, dann verhält sich das System wie in **Gleichung 3** angegebenen Umwandlungsgesetz:

$$F - E + C = 1 \quad (3)$$

Die Anzahl aller Kanten, welche durch die Ecken (**C**) verbunden sind, beträgt in einem idealen System, sechs. Dadurch kann erklärt werden, dass ein System welches vierstrahlige Ecken aufweist instabil ist und in ein System mit dreistrahliger Ecke zerfällt. Der Gleichgewichtswinkel beträgt in 2-D-Systemen 120° und 109.28° für 3-D-Systeme, unter der Voraussetzung, dass die Grenzflächenspannung gleich groß ist. Die **Gleichung 4** muss erfüllt sein, damit an den Eckpunkten die Oberflächenspannung im Gleichgewicht ist [3]. **Abbildung 4-1** veranschaulicht dies.

$$\frac{\gamma_1}{\sin \alpha_1} = \frac{\gamma_2}{\sin \alpha_2} = \frac{\gamma_3}{\sin \alpha_3} \quad (4)$$

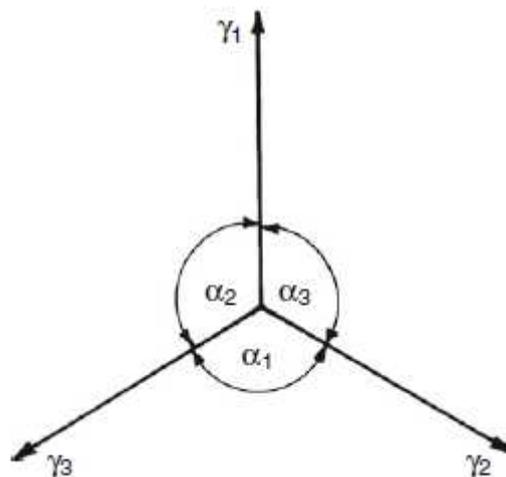


Abbildung 4-1: Schematische Darstellung eines Korneckpunktes und der dort wirkenden Kräfte [3]

Im 2-D-System ist das Kornwachstum nur durch eine absolut regelmäßige Anordnung von Sechsecken unterdrückbar. Das System wäre stabil. Wird ein Polygon mit einer Seitenzahl $n \neq 6$ in das System eingefügt, so kommt es zur Krümmung der Seiten der Körner, um an den

Scheitelpunkt wieder einen Winkel von 120° zu erreichen. Dies ist der Grund, warum es zu einer Krümmung der Korngrenzen kommt. **Abbildung 4-2** zeigt schematisch eine Störstelle (rot umrandet) [3],[13].

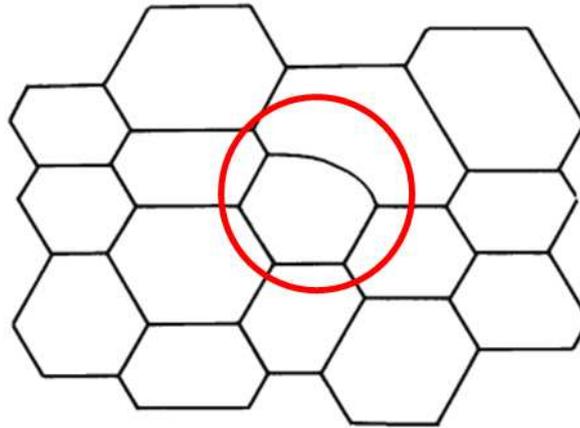


Abbildung 4-2: Schematische Darstellung eines Zweidimensionalen Gleichgewichtsgefüges mit nur Sechsecken mit 120° -Innenwinkeln und einer Störstelle [3]

Abbildung 4-3 zeigt, wie sich die Körner bei unterschiedlicher Seitenzahl verhalten. Beträgt die Anzahl der Seiten weniger als sechs, dann weisen die Körner eine konvex gekrümmte Korngrenze auf. Weist das Korn mehr als sechs Ecken auf so nimmt es eine konkave Form an. Die Krümmung fördert die Migration der Korngrenzen. Dadurch werden Körner mit weniger als sechs Ecken kleiner und umgekehrt [1],[14]. Im 3-D-System existiert kein regelmäßiger Polyeder mit einem Gleichgewichtswinkel von 109.28° und Seiten. Dadurch kommt es immer zur Krümmung der Korngrenzen und folglich ist ein Kornwachstum unvermeidlich [13]. Nach dieser Theorie würde es zu einem Einkristall (Monokristall) kommen. Da die Realität oft etwas komplexer ist und dieser Vorgang nicht nur von der Temperatur abhängt, kommt es nicht zur Bildung eines Einkristalls.

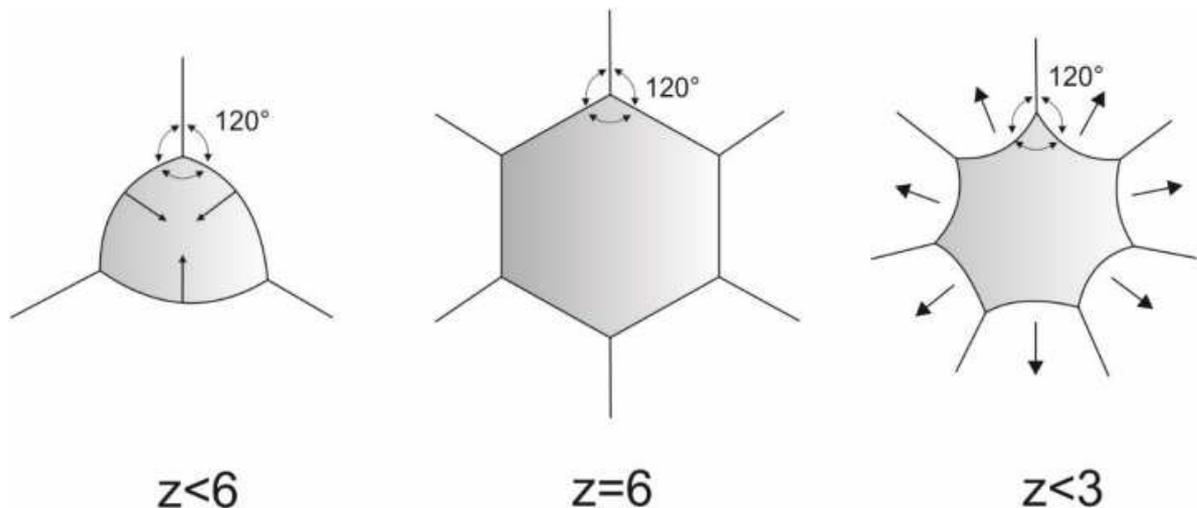


Abbildung 4-3: Unterschiedliche Krümmungen der Seiten von regelmäßigen Vielecken mit einem Innenwinkel von 120° [1]

4.4 Parabolisches Kornwachstum

Beim Kornwachstum neigen die Korngrenzen dazu in Richtung ihres Krümmungsmittelpunkts zu wandern [12]. Der Grund dafür ist, dass die Grenzfläche verringert wird und die Energie des gesamten Systems abnimmt. Die treibende Kraft welche für das Kornwachstum verantwortlich ist, P_D , resultiert aus der Oberflächenspannung und kann mit **Gleichung 5** beschrieben werden [1].

$$P_D = \gamma * V * \left(\frac{1}{r_1} - \frac{1}{r_2} \right) \quad (5)$$

Wobei γ die Grenzflächenspannung der Korngrenzen ist und V für das atomare Volumen steht. Durch r_1 und r_2 werden die Radien der Krümmungen, zwischen denen der Atomtransport stattfindet, beschrieben. Die Beziehung zwischen r_1 und r_2 kann nach **Gleichung 6** beschrieben werden, da die Annahme getroffen werden kann, dass die Korngrenzen zwischen den Körnern Teil einer Kugel sind und in festen Metallen keine Hohlräume aufweist.

$$r_1 = -r_2 \quad (6)$$

Aufgrund dieser Beziehung ist eine Vereinfachung siehe **Gleichung 7** möglich.

$$\left(\frac{1}{r_1} - \frac{1}{r_2}\right) = 2 \left(\frac{1}{r_1}\right) \quad (7)$$

Die Triebkraft für Kornwachstum kann vereinfacht werden zu der **Gleichung 8**.

$$P_D = \gamma * V * 2 \left(\frac{1}{r_1}\right) \quad (8)$$

Diese Definition stellt den Zusammenhang zwischen der mittleren Korngröße und der für die Vorhersage der Mikrostrukturentwicklung erforderlichen Zeit dar. Es müssen die folgenden Annahmen getroffen werden, um die Zeitabhängigkeit einzuführen [1],[12],[15]:

- Die Oberflächenenergie γ ist für alle Korngrenzen gleich groß und unabhängig von der Korngröße.
- Der Krümmungsradius ist proportional zum Korndurchmesser und zum mittleren Radius eines individuellen Kornes. Dieser Zusammenhang wird durch $r_1 = C_1 * D$ beschrieben, wobei D der Korndurchmesser und C_1 eine Konstante ist.
- Proportional zum Antriebsdruck P_D verhält sich die Änderung der Korngröße über die Zeit dD/dt . Daraus ergibt sich $\frac{dD}{dt} = P_D * C_2$, wobei er sich bei C_2 um eine geometrische Konstante handelt.
- Die einzigen Kräfte, welche auf die Korngrenze wirken sind der Oberflächenkrümmung zuzurechnen.

Die **Gleichung 8** kann unter Berücksichtigung der Annahmen in eine Differentialgleichung (siehe **Gleichung 9**) umgeschrieben werden.

$$\frac{dD}{dt} = \frac{2 * C_2 * \gamma * V}{C_1 * D} \quad (9)$$

Durch die analytische Lösung der **Gleichung 9** über ein Intervall $[D_0/D]$ und einer neuen Zusammenfassung der beiden Konstanten zu einer neuen Konstante K ergibt dies **Gleichung 10** auch bekannt als parabolische Wachstumsfunktion:

$$D^2 - D_0^2 = \gamma * V * K * t \quad (10)$$

Der anfängliche Korndurchmesser D_0 zum Zeitpunkt $t=0s$ kann vernachlässigt werden, wenn dieser viel kleiner ist als D ($D_0^2 \ll D^2$). Daraus ergibt sich die **Gleichung 11** welches das parabolische Kornwachstumsgesetz darstellt.

$$D = \sqrt{\gamma * V * K * t} \quad (11)$$

Eine lineare Beziehung zwischen dem Logarithmus der Zeit und dem Logarithmus des Korndurchmessers wird durch **Gleichung 11** vorhergesagt, wobei die Steigung 0.5 [12] beträgt. Dies trifft auf viele metallische Werkstoffe zu und konnte experimentell von Beck et al. [16],[17] nachgewiesen werden. Jedoch kann der Zeitexponent n deutlich von 0.5 abweichen. Aus diesem Grund gibt es auch allgemeinere Gleichungen wie **Gleichung 12**.

$$D^n - D_0^n = K * t \quad (12)$$

Durch Differenzieren von **Gleichung 12** ergibt sich **Gleichung 13**. Durch umformen der **Gleichung 13** ergibt sich **Gleichung 14** [18].

$$\frac{dD}{dt} = n * K^{\frac{1}{n}} * D^{1-\frac{1}{n}} \quad (13)$$

$$\frac{dD}{dt} = n * K^{\frac{1}{n}} * \left(\frac{1}{D}\right)^{\left(\frac{1}{n}\right)-1} \quad (14)$$

Bei dieser Schreibweise liegt der Vorteil, darin dass $1/D$ proportional zur Korngrenzfläche pro Volumeneinheit ist und somit ihre physikalische Bedeutung deutlicher wird [19]. Zur Beschreibung des Wachstums für zufällige Körner kann die **Gleichung 14** zu der **Gleichung 15** umgeformt werden.

$$\frac{dD}{dt} = K' * \left(\frac{Y}{D}\right)^{\left(\frac{1}{n}\right)-1} \quad (15)$$

Bei K' handelt es sich um einen temperaturabhängigen Parameter und bei Y handelt es sich um die spezifische freie Grenzflächenenergie der Körner. Die **Gleichung 15** zeigt, dass die Grenzflächenenergie pro Volumeneinheit die treibende Kraft für das Kornwachstum darstellt. K' wird auch als M bezeichnet, wobei es sich hierbei um die „Mobilität“ der Korngrenzen handelt.

$$K' = M = M_0 * e^{-\frac{Q}{RT}} \quad (16)$$

Gleichung 17 spiegelt das Konzept wider, wonach die freie Oberflächenenergie pro Volumeneinheit die Hauptursache für das Kornwachstum darstellt. Die Gleichung beschreibt den Zusammenhang zwischen Antriebskraft und Geschwindigkeit. Dabei bezeichnet V die Korngrenzen Geschwindigkeit, M ist die Mobilität der Grenzfläche und P die treibende Nettokraft für das Kornwachstum [1].

$$V = M * (\Delta P)^m \quad (17)$$

4.5 Ausscheidungsinduzierte Pinning-Effekt von Sekundärphasen „Second phase precipitation pinning effect“

Der Triebkraft eines nicht idealen Systems mit wachsenden Körnern wirken Kräfte entgegen. Eine dieser Kräfte ist die Zener Pinning-Kraft. Diese wird aktiviert, wenn eine bewegliche Korngrenze auf eine Ausscheidung eines 2. Phasenpartikels trifft. Dadurch wird die Bewegungsgeschwindigkeit der Korngrenze herabgesetzt, bzw. die Bewegung der Korngrenze komplett unterbunden. Von Zener [20] wird der Pinning-Effekt als ein Pinning-Druck beschrieben, welchen die Partikel auf die Korngrenzen ausüben und aufgrund der Krümmung der Korngrenzen gegen den treibenden Druck des Kornwachstums wirkt. Wenn die Austenitkorngröße den kritischen maximalen Kornradius (R_c) erreicht, kommt es zur vollständigen Hemmung des normale Kornwachstum.

$$R_c = \frac{4 * r}{3 * f} \quad (18)$$

Wobei r der Radius der Teilchen ist und f der Volumenanteil.

Durch die Zener-Grenze wird der kritischen Kornradius angegeben, bei dem das Korn weder wächst noch schrumpft. **Gleichung 18** zeigt auf, dass in Materialien mit Ausscheidungen durch die Reduktion der Ausscheidungsgröße und/oder Erhöhung der Volumenfraktion der Ausscheidungen das Kornwachstum abnimmt, wie dies bei mikrolegierten Stählen der Fall ist [21]. In mikrolegierten Stählen werden Partikel wie TiN und AlN für die Kontrolle der Korngröße eingesetzt, da sie einen sehr großen Pinning-Effekt besitzen [22]. Der Pinning-Effekt wird in der **Abbildung 4-4** schematisch dargestellt.

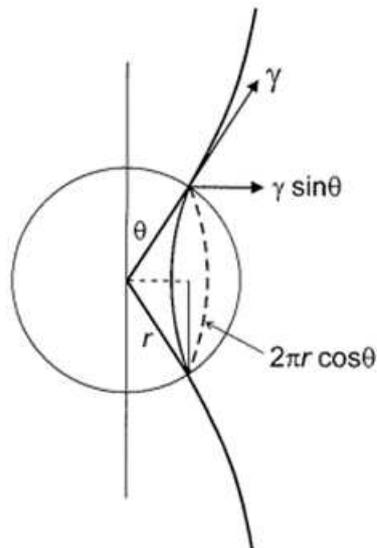


Abbildung 4-4: Pinning von Korngrenzen durch sphärisches Partikel [20]

4.6 Auswirkung von Fremdatomen auf die Austenitkorngrenzenmobilität

Durch die Seigerung von Atomen an die Korngrenzen kann die Beweglichkeit dieser drastisch verringert werden. Lucke und Detert [23] beobachteten diesen Effekt in ihrer Arbeit. Die Experimente zeigten, dass durch die Zugabe von 0,01 wt.-% Mn oder Fe zu hochreinem Al die Rekristallisationsrate um viele Größenordnungen reduziert wurde. Aus dieser Beobachtung schlossen sie darauf, dass es zwischen den gelösten Atomen und den bewegten Korngrenzen eine Wechselwirkung geben muss. Sind die Korngrenzen mit Fremdatomen belegt und die Korngrenze bewegt sich, dann muss die Korngrenze über die Fremdatome migrieren. Jedoch besitzen die Fremdatome das Bestreben die Korngrenzen durch Diffusion wieder zu erreichen, um die elastische Verzerrungsenergie zu verringern. Dieser geschwindigkeitsabhängige Effekt übt eine rücktreibende Kraft auf die Korngrenze aus und wird zumeist als „Solute-Drag-Effekt“ bezeichnet. **Abbildung 4-5** zeigt eine schematische Darstellung des Solute-Drag-Effektes [24].

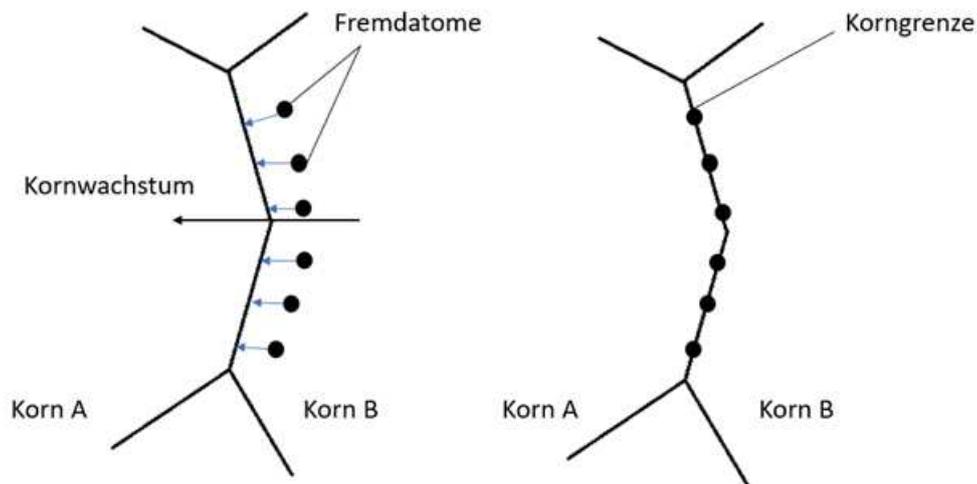


Abbildung 4-5: Schematische Darstellung des Solute-Drag-Effektes

Das Kornwachstum wird durch die gelösten Atome behindert. Wie stark die Behinderung der Korngrenzenbewegung ist, hängt von der Wechselwirkung der Atome mit der Korngrenze und dem Verhältnis der Diffusionsgeschwindigkeit der gelösten Atome zur Korngrenzengeschwindigkeit ab. Bei geringen Geschwindigkeiten bremsen schwer diffundierende Atome das Kornwachstum stärker als bei hohen Geschwindigkeiten wo es genau umgekehrt ist. **Abbildung 4-6** zeigt die Korngrenzengeschwindigkeit als Funktion der Triebkraft. **Bereich I:** Diffusionskontrolliert, bedeutet, dass bei steigender Triebkraft die Korngrenzenmobilität nicht ideal linear mit verändert. **Bereich II:** Eine Kombination aus den Effekten aus Bereich I und einem kritischen Wendepunkt. Bei diesem Wendepunkt kommt es zu einem Knick in der Veränderung der Korngrenzengeschwindigkeit. Erreicht die Triebkraft einen kritischen Wert, können sich die Korngrenze von den geseigerten Atomen losreißen. Dies hat zur Folge, dass es zu einem sprunghaften Anstieg der Korngrenzengeschwindigkeit kommt. **Bereich III:** Die Korngrenzen werden von der Rückhaltekraft der geseigerten Atome nicht mehr beeinflusst. Die treibende Kraft für das Kornwachstum kann aufgrund einer durchschnittlich sehr großen Korngröße klein sein. **Gleichung 15** zeigt, dass die Triebkraft für das Kornwachstum (γ/D) ist und somit mit zunehmender Korngröße die Triebkraft für das Kornwachstum abnimmt. Dies hat zur Folge, dass somit das Wachstum nach Bereich I stattfindet. Bei sehr feinem Gefüge ist die Triebkraft für das Kornwachstum oft höher, dadurch können sich die Korngrenzen von den Fremdatomen losreißen und es kommt zum Kornwachstum nach Bereich III. Bei Gefügen mit unterschiedlichen Korngrößen kann es vorkommen, dass die größeren Körner wachsen und die kleineren am Wachstum gehindert werden und es zu abnormalen Kornwachstum kommt [25],[26].

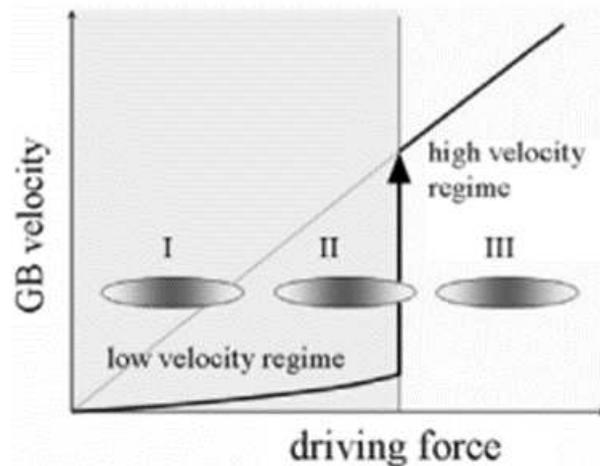


Abbildung 4-6: Einfluss des Solute-Drag-Effektes auf die Korngrenzgeschwindigkeit [25]

4.7 Austenitkornwachstum

Es gibt unterschiedliche Einflussfaktoren auf das AGG. Die wichtigsten Einflussfaktoren sind, die chemische Zusammensetzung, Temperaturführung, Temperaturgradienten, Erstarrungsparameter, nicht metallische Einschlüsse, Umformgrade und die Textur. Bei der chemischen Zusammensetzung sind vor allem Fremdatome von Bedeutung welche dazu neigen an den Korngrenzen zu seignern. Diese Fremdatome können zum Beispiel C, Si, Mn, P, S, N and Nb und viele weitere sein [27]. Dadurch kommt es zum zuvor beschriebenen Solute-Drag-Effekt. Da der Solute-Drag-Effekt ein temperaturabhängiger Effekt ist steigt das Kornwachstum mit zunehmender Temperatur. Partikel können durch den zuvor beschriebenen Pinning Effekt den größten Einfluss auf das Kornwachstum ausüben, sodass durch eine hohe Anzahl von feinen Ausscheidungen das Kornwachstum komplett unterdrückt werden kann. Bei den Ausscheidungen kann es sich zum Beispiel um TiN handeln [27]. Deshalb werden Mikrolegierungselemente auch so erfolgreich bei der Steuerung der Korngröße eingesetzt. Die Triebkraft für das Kornwachstum kann aber auch bei Metallen mit einer starken Textur herabgesetzt werden. Der Grund dafür ist die hohe Anzahl an niederenergetischen Korngrenzen [12],[27]–[32]. Beim Kornwachstum kann auch noch zwischen normalen und abnormalem Kornwachstum unterschieden werden. Kommt es zu normalem Kornwachstum, dann resultiert das in einer logarithmischen Normalverteilung der Körner. Hingegen spricht man von abnormalem Kornwachstum, wenn die Korngrößenverteilung ungleichmäßig (binomialverteilt) ist und es massive Größenunterschiede der einzelnen Körner gibt [1],[31],[33].

4.8 Methoden zur Messung des Austenitkornwachstums

Die Erfassung der Entwicklung der Korngröße erfordert die Bestimmung eines Mittelwerts, der die Matrix in mehreren Zeitabschnitten repräsentiert. Oftmals erfolgt die Bestimmung der Korngröße des Austenits durch metallographische Verfahren, gefolgt von optischer oder Elektronenmikroskopie zur anschließenden quantitativen Analyse. Um das Kornwachstum über die einen längeren Zeitraum beobachten zu können, werden häufig *in-situ*-Methoden verwendet. Im Folgenden wird ein kurzer Überblick über die Messmethoden geliefert. Wobei der Fokus auf der Hochtemperatur-Laser-Scanning-Konfokalmikroskopie (**Kapitel 4.10.5**) und dem Digitalmikroskop (**Kapitel 4.9.1**) liegt, da in dieser Arbeit diese Methoden zur Bestimmung des Austenitkornwachstums genutzt wurden [1].

4.9 Ex-situ Methoden

Gängige in der Stahlforschung angewendete *ex-situ*- oder indirekte Messmethoden beinhalten die Bestimmung der vorherigen Austenitkorngröße bei Raumtemperatur durch chemisches Ätzen, um das vorherige Korngrenzennetzwerk sichtbar zu machen. Anschließend wird das untersuchte Material auf die gewünschte Temperatur erhitzt, für eine definierte Zeit gehalten und dann auf Raumtemperatur abgeschreckt, um die Austenitkornstruktur zu erhalten. Die Korngrenzen werden durch klassische metallografische Verfahren, einschließlich Trennen, Schleifen, Polieren und chemisches Ätzen, freigelegt, um das Gefüge zu bestimmen. Obwohl dieses etablierte Verfahren zuverlässige Ergebnisse liefert, weist es einige Nachteile auf [1],[34],[35]:

- Die Effektivität des chemischen Ätzens zur Freilegung der Korngrenzen hängt stark von der Stahlzusammensetzung ab. Insbesondere bei Stählen mit niedrigem Kohlenstoffgehalt sind die Ergebnisse oft unzureichend.
- Selbst wenn die Korngrenzen sichtbar sind, können Schwierigkeiten bei der klaren Abgrenzung zu Fehlern bei der Messung führen, da die Genauigkeit stark von der Klarheit der Korngrenzen abhängt.
- Zeitaufgelöste Messungen erfordern einen erheblichen Aufwand an Proben, Experimenten und metallografischen Verfahren, was zu einem arbeitsintensiven Prozess führt.
- Informationen über das Austenitkornwachstum zwischen den Messzeitpunkten werden nicht berücksichtigt.

Diese Schwierigkeiten haben die Nachfrage nach alternativen In-situ- oder direkten Kornwachstumsmessverfahren erhöht, die Änderungen der Korngröße während der Wärmebehandlung beobachten können [1].

4.9.1 Digitalmikroskop (DM)

Das Digitalmikroskop (DM) wird verwendet, um nach gezielter Erwärmung einer Probe die Endkorngröße des Austenits zu bestimmen, ohne dass eine chemische Ätzung erforderlich ist. Die Proben müssen zuvor durch klassische metallografische Verfahren, einschließlich Trennen, Schleifen und Polieren, vorbereitet werden. Nachdem die Probe auf die gewünschte Temperatur erhitzt und für eine festgelegte Zeit gehalten wurde, wird sie abgekühlt. Durch den thermischen Ätzeffekt (siehe **Kapitel 4.10.5.1**) werden die Austenitkörner sichtbar, und Aufnahmen der Probenoberfläche können mit dem DM gemacht werden. Dabei werden Serienaufnahmen gemacht und automatisch vom Digitalmikroskop zusammengesetzt, was zu Bildern mit hoher Auflösung führt. Diese Methode ermöglicht die Betrachtung der gesamten Probenoberfläche und ermöglicht somit eine präzisere Bestimmung der Endkorngröße.

In dieser Arbeit wurde das Digitalmikroskop (DM) auch als *ex-situ* Methode genutzt, um die Austenitkorngröße nach den HT-LSCM-Versuchen (siehe **Kapitel 6.3**) zu bestimmen. Dadurch war keine Erwärmung der Probe mehr erforderlich.

4.10 In-situ Methoden

Die Vorzüge einer *in-situ* Methode im Vergleich zu *ex-situ* Verfahren sind offenkundig: Die Messung ist nicht von der Wirksamkeit eines chemischen Ätzmittels abhängig, was ihre Anwendbarkeit auf Materialien erweitert, bei denen herkömmliche Verfahren versagen könnten. Das Kornwachstum wird während des Prozesses beobachtet, was potenzielle Probleme mit dem Aufheizen oder Abkühlen umgeht. Des Weiteren ermöglicht es, Kornwachstumskurven für einen spezifischen thermischen Zyklus in einem einzigen Durchgang zu erfassen. Durch die kontinuierliche Beobachtung desselben Teils oder Volumens der Probe wird das Verständnis der Kornwachstumskinetik im Vergleich zu Daten aus verschiedenen Proben und Glühversuchen weiter verbessert. In den vergangenen Jahrzehnten wurden verschiedene *in-situ* Methoden in der Materialforschung entwickelt, die sich hinsichtlich ihres Ansatzes zur Datenerfassung, der anwendbaren Heiz- und Kühlraten, der Datenerfassungsraten und der statistischen Auswertung der Ergebnisse unterscheiden. Im Weiteren werden die am häufigsten verwendeten Methoden kurz erläutert [1].

4.10.1 Echtzeit- Röntgendiffraktometer (XRD)

Die Echtzeit-Röntgendiffraktometrie ermöglicht die Analyse von Bragg-Peaks in Röntgendiffraktogrammen während des Glühens *in-situ*. Diese Peaks liefern Informationen über die Mikrostruktur der Probe, einschließlich Winkelposition, Intensität und Linienbreite, die auf die Korngröße und -verteilung schließen lassen. Kleine Körner verursachen eine Verbreiterung der Peaks. Synchrotronquellen bieten die höchste Auflösung für die Datenerfassung, jedoch ist die Methode aufgrund ihres breiten Anwendungsspektrums mit hohem experimentellem Aufwand und Kosten verbunden. Fehler können bei der Umwandlung der Peaks in Korngrößeninformationen auftreten, z. B. durch Stapelfehler [1],[36].

4.10.2 Transmissionselektronenmikroskopie

Die Transmissionselektronenmikroskopie ermöglicht hochauflösende Materialbeobachtungen auf atomarer Ebene, besonders in Bezug auf das Kornwachstum während der Wärmebehandlung. Allerdings sind die Erwärmungs- und Abkühlungsraten begrenzt, und die Probenvorbereitung erfordert dünnere Materialschichten, was die Anwendung auf grobkörnige Materialien einschränkt. Trotz der potenziellen chemischen Auflösung und zusätzlicher Einblicke in Kornwachstum und andere Gefügemerkmale wird die Methode aufgrund hoher Kosten und aufwendiger Probenvorbereitung in der Stahlforschung nicht häufig für dynamische Kornwachstumsbeobachtungen verwendet [1].

4.10.3 Elektronenrückstreubeugung (EBSD)

Die *in-situ* Elektronenrückstreubeugung (EBSD) ist eine etablierte Methode zur Untersuchung des Kornwachstums von Stahlproben unter hohen Temperaturen. Hierbei wird die Oberfläche der Probe schrittweise von einem Elektronenstrahl abgetastet, wodurch Phasen und kristallografische Orientierungen anhand der Beugungsmuster bestimmt werden können. Diese Informationen werden genutzt, um detaillierte Karten des Mikrogefüges der Probe zu erstellen. Im Gegensatz zu konventionellen Methoden zur Beurteilung von Korngrenzen, die auf subjektiven Einschätzungen beruhen, bietet die EBSD Messung eine objektive Bewertung. Allerdings berücksichtigt die EBSD Methode nur die oberflächennahen Körner, da die gebeugten Elektronen nur aus den oberen 10-20 μm der Probe austreten können. Untersuchungen haben gezeigt, dass Oberflächeneffekte keinen signifikanten Einfluss auf die beobachteten Veränderungen haben. Die Erwärmung erfolgt üblicherweise durch Widerstandsheizung, was die Aufheiz- und Abkühlraten des Systems begrenzt. Trotz

dieser Einschränkungen bietet die EBSD Methode wertvolle Einblicke in das Kornwachstum von Stahlproben bei hohen Temperaturen [1],[37].

4.10.4 Laser-Ultraschall

Die Laser-Ultraschalltechnik basiert auf der Erzeugung und Erfassung von Ultraschallwellen mithilfe eines Lasers. Diese Wellen durchlaufen das Material, interagieren mit seiner Mikrostruktur und liefern Informationen über Geschwindigkeit und Dämpfung des Ultraschallimpulses, was spezifische Materialinformationen bietet. Die Kornwachstumsinformation wird aus der Dämpfung abgeleitet, die von der Streuung an der Mikrostruktur, insbesondere den Körnern, abhängt. Zur Dämpfungsnormierung wird das Signal einer feinkörnigen Referenzprobe verwendet. Die Methode zeigt gute Übereinstimmung mit standardmäßigen metallografischen Korngrößenbestimmungen. Ein Vorteil ist die Möglichkeit, die Laser-Ultraschalltechnik mit verschiedenen Geräten zu koppeln, um das Kornwachstum während des Aufheizens, Abkühlens und der Verformung zu beobachten. Die hohe Datenerfassungsrate ermöglicht eine ausgezeichnete Zeitauflösung für die detaillierte Bestimmung der Rekristallisation. Insgesamt hat die Laser-Ultraschalltechnik großes Potenzial in der Stahlforschung, erfordert jedoch beträchtlichen Kalibrierungsaufwand und kann in Systemen mit ungleichmäßigen Verteilungen an ihre Grenzen stoßen [1],[38].

4.10.5 Hochtemperatur-Laser-Scanning-Konfokalmikroskopie (HT-LSCM)

Das Hochtemperatur-Laser-Scanning-Konfokalmikroskopie (HT-LSCM) ermöglicht eine *in-situ* Untersuchung des Austenitkornwachstums. Das bedeutet, dass das Austenitkornwachstum in Echtzeit beobachtet werden kann. Die Methodik umfasst Referenzieren mittels Thermoelements, um eine genaue Temperaturkontrolle zu gewährleisten. Dies muss vor jeder Versuchsserie durchgeführt werden. Der Aufbau des HT-LSCM kann grundsätzlich in zwei Teile geteilt werden. Die zwei wichtigsten Hauptteile sind die Hochtemperaturkammer und der HeNe-Laser. Wobei der HeNe-Laser als Lichtquelle/Detektorsystem dient und durch eine Lochblende gekoppelt ist. Die Oberfläche der zu untersuchenden Probe wird durch den HeNe-Laserstrahl mit einer Wellenlänge von 405 nm abgetastet, um ein zweidimensionales Bild zu erzeugen. Für die Fokussierung des Lasers auf die Probenoberfläche wird eine Polarisationsplatte und eine Objektivlinse verwendet. Der auftreffende Laser wird von der Probenoberfläche reflektiert und durch eine Linse auf den Detektor fokussiert, welcher hinter einer konfokalen Lochblende liegt. Durch die Lochblende kann nur das von der Brennebene einfallende Licht hindurchtreten. Dadurch entsteht ein sehr

dünnere optischer Bereich, welcher eine sehr gute Tiefenauflösung ermöglicht. Dadurch ist es einfach Vertiefungen oder Erhebungen auf der Probenoberfläche zu erkennen. Ein weiterer Vorteil dieser Untersuchung ist, dass auch bei hohen Temperaturen ein hochauflösendes Bild erzeugt werden kann, da die Wärmestrahlung scharf geblockt wird. In einem Bildgebungssystem werden die Bilder, welche durch Scannen der Probe erzeugt werden, gespeichert und können später wiedergegeben werden. Die maximale Bildrate beträgt 60 Hz, wodurch auch schnelle Ereignisse gut beobachtet werden können. Die Hochtemperaturkammer, in welcher die Erwärmung der Probe stattfindet, besitzt eine ellipsenartige Form. In dem Ofen bildet der Probenhalter den oberen Brennpunkt und die 1,5-kW-Halogenlampe den unteren Brennpunkt. Die Halogenlampe ist für die Erwärmung der Probe verantwortlich. Damit das emittierte Infrarotlicht auch gut von der Innenseite des Ofens reflektiert, wird diese mit einer Goldschicht versehen, welche eine gleichmäßige Erwärmung der Probe garantiert. Wobei die maximale Heizrate bei 20 °C/s liegt und die Kühlrate ist auf 10 °C/s beschränkt. Bei niedrigen Temperaturen (>600 °C) wird die Kühlrate durch die Wärmekapazität des Probenhalters vermindert. **Abbildung 4-7** zeigt den Aufbau des HT-LSCM.

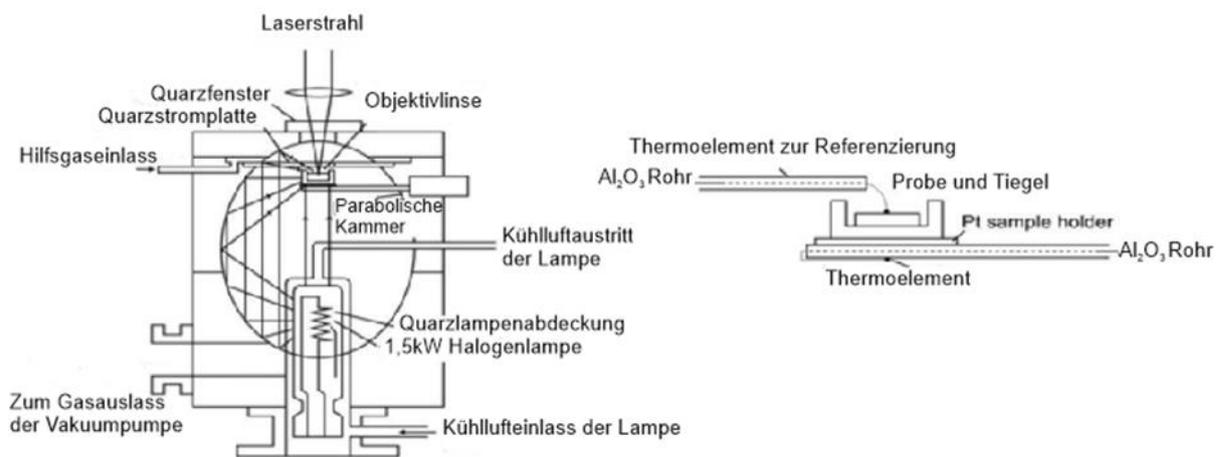


Abbildung 4-7: Querschnitt durch den Infrarotofen (linke Seite) und Schnitt durch den Probenhalter mit Position des Thermoelementes (rechte Seite) [39]

Der Effekt, welcher eine *in-situ* Beobachtung der AGG im HT-LSCM ermöglicht, ist der thermische Ätzeffekt. In **Kapitel 4.10.5.1** wird näher darauf eingegangen.

4.10.5.1 Thermischer Ätzeffekt

Der thermische Ätzeffekt wurde von W. W. Mullins 1956 [40] im Detail beschrieben. Aufgrund dieses Effektes bildet sich bei der Erhöhung der Temperatur eine Rille entlang der Korngrenzen auf der polierten Stahloberfläche. Durch die Erhöhung der Temperatur wird die Diffusion an den Grenzflächen der Körner in Richtung der Oberfläche gesteigert. Dies führt zu der Bildung der Rillen an den Schnittpunkten der Korngrenzen und der freien Oberfläche. Die Rillen können sowohl an stationären sowie an beweglichen Korngrenzen entstehen. Dadurch ist es möglich, das Kornwachstum zu beobachten [1],[39],[41]. In der **Abbildung 4-8** ist eine stationäre Rille dargestellt, welche mit derselben Geschwindigkeit wie die darunter liegende Korngrenze wandert [41].

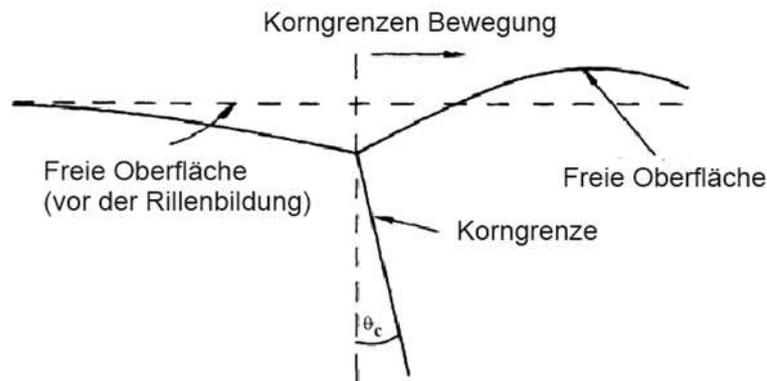


Abbildung 4-8: Stationäre thermische Rille, welche an einer freien Oberfläche durch eine sich bewegende Korngrenze gebildet wird. θ_c ist der kritische Korngrenzwinkel [41].

Die thermischen Rillen, die sich am Schnittpunkt von Korngrenze und Oberfläche bilden, werden auch als Hindernis für die bewegten Korngrenzen angesehen. Der Grund dafür wird durch die Bedingungen einer stationären Rille deutlich welche in **Abbildung 4-9** ersichtlich sind. Durch die Verschiebung der Korngrenze um dx muss die Korngrenzenlänge um $2dy$ verlängert werden, wodurch die Energie des Systems ansteigt [1],[42].

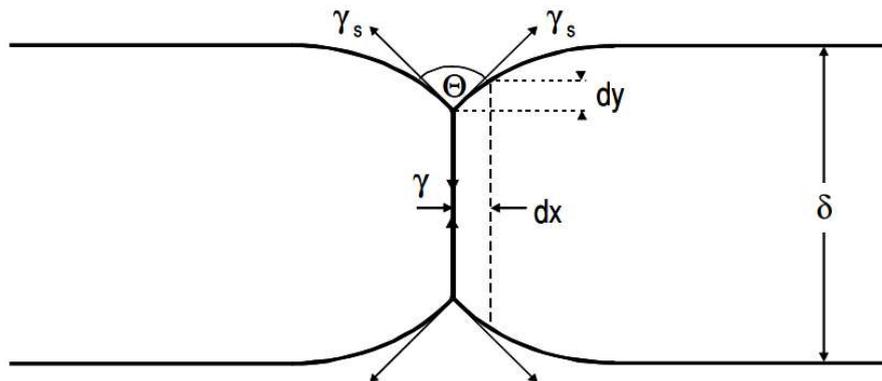


Abbildung 4-9: Bildung einer thermischen Rille und die Bedingungen an der Schnittstelle zwischen Korngrenze und Oberfläche [42].

Aufgrund der Zunahme der Korngrenzlänge und der Beziehung zwischen der Oberflächenenergie der freien Oberfläche γ_s und der Korngrenze γ kann die Nettowiderstandskraft P_G nach **Gleichung 19** berechnet werden.

$$P_G = -\frac{2\gamma * dy}{\delta * dx} = -\frac{2\gamma}{\delta} * \cot \frac{\theta}{2} \cong -\frac{\gamma^2}{\delta \gamma_s} \quad (19)$$

mit den Annahmen, $2\gamma_s \cos \theta/2 = \gamma$ und $\sin \theta/2 \cong 1$, da θ in der Nähe von π liegt.

Ist der Korndurchmesser größer als die Probendicke, so würde die Korngrenzen der einzelnen Körner auf beiden Seiten der Probe von der Oberfläche geschnitten werden. Folglich würde sich auf beiden Seiten entlang derselben Korngrenze eine Rille bilden, wodurch die Widerstandskraft P_G doppelt so hoch wäre [1],[42].

Während des Kornwachstum kommt es zur Bewegung der Korngrenze und der Rille. **Abbildung 4-10** zeigt, wie Bewegungen stattfinden. Die thermische Rille wirkt als Hindernis für die Bewegung der Korngrenze an der Oberfläche. Allerdings hängt der Widerstand der Rille vom Winkel θ zwischen der Normalen zur freien Oberfläche und der thermischen Rille ab. Damit die Korngrenze sich von der verankerten Rille lösen kann, muss sie ihre spezifische Oberfläche vergrößern, wenn der Winkel $\theta < \theta_c$ ist. θ_c wird als kritischer Korngrenzwinkel bezeichnet. Wenn $\theta \geq \theta_c$, kann sich die Korngrenze von der Rille lösen. Dabei verkürzt sich die Länge der Korngrenze und somit auch ihre Energie. Die Korngrenze bewegt sich dabei mit hoher Geschwindigkeit weiter. Nach dieser schnellen Bewegung stellt sich an der Grenzfläche wieder ein Gleichgewicht ein. Eine neue Rille bildet sich, und die Bewegung der Korngrenze wird verhindert, bis der Winkel θ wieder θ_c übersteigt [1],[42].

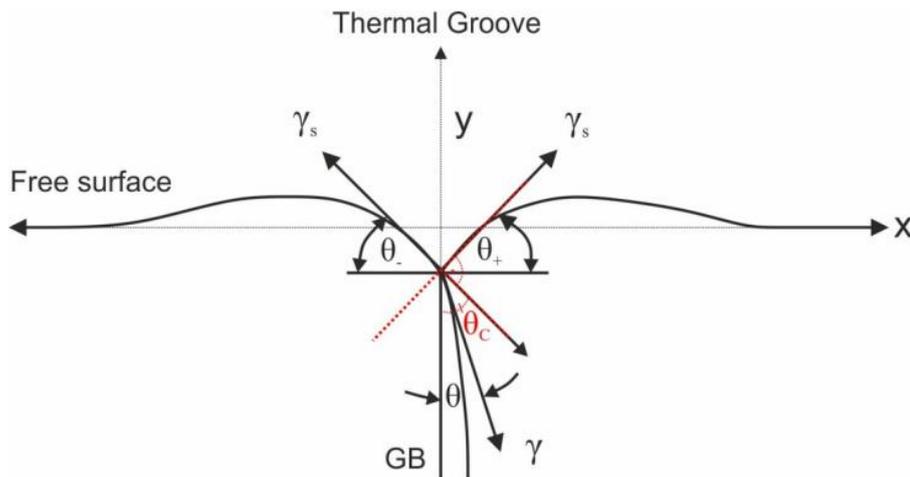


Abbildung 4-10: Gleichgewicht der Kräfte aufgrund von Oberflächen- und Korngrenzenspannung [1],[42].

Während dem HT-LSCM Versuch können Änderungen in der Korngrenzengeschwindigkeit sogenannte Geisterspuren hinterlassen. **Abbildung 4-11** zeigen einen solchen Vorgang. **Abbildung 4-11 a** zeigt das Ausgangskorn, wobei angenommen wird, dass im Inneren die Korngrenze gekippt ist und sich noch nicht von der Rille lösen konnte. In **Abbildung 4-11 b** ist der Vorgang der schnellen Bewegung der Korngrenze dargestellt. Die Korngrenze konnte sich von der Rille lösen, da der Winkel $\theta \geq \theta_c$ ist. **Abbildung 4-11 c** zeigt, die Bildung einer neuen Rille an der Stelle, an der die Korngrenze von der Oberfläche geschnitten wird. Die alte Vertiefung ist noch sichtbar und wird durch Diffusion ausgelöscht [1].

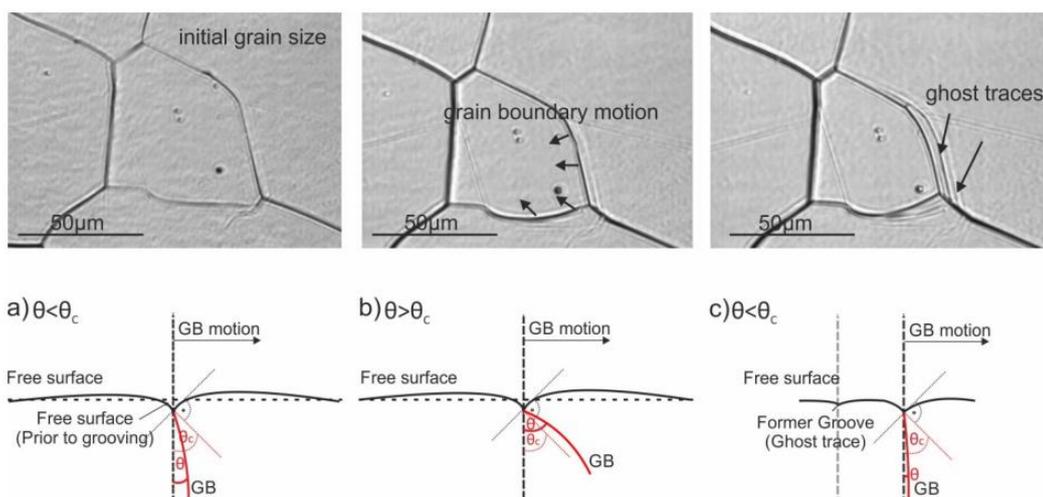


Abbildung 4-11: Gekoppelte Bewegung der Korngrenze im Grundmaterial und die damit verbundene thermische Rille an der Probenoberfläche [1].

5 Relevanz der AustenitkorngröÙe in der Stahlerzeugung

Schon lange ist bekannt, dass die Prozess- und Materialeigenschaften bei der Produktion durch die AustenitkorngröÙe maßgeblich beeinflusst werden. Das AGG beginnt beim StranggieÙen sehr rasch nach der Erstarrung und durch die hohen Temperaturen bei diesem Prozess wirkt eine hohe Triebkraft auf das Kornwachstum. Dies kann dazu führen, dass die Austenitkörner eine GröÙe von mehreren Millimetern erreichen können. Jedoch wirken sich große Austenitkörner nachteilig auf die Oberflächen- und Innenqualität der Bramme aus [33],[43].

Die KorngröÙe besitzt einen großen Einfluss auf das Kriechverhalten von Metallen. In der Richtzone beim StranggieÙen bewegt sich der Dehnratenbereich innerhalb der Kriechbedingungen. Ein Grund, warum der KorngröÙe lange Zeit zu wenig Aufmerksamkeit geschenkt wurde, ist darauf zurückzuführen, dass es schwierig ist eine Parametrisierung der einzelnen Einflussfaktoren zu erschaffen. In Kriechstudien konnte aber festgestellt werden, dass mit abnehmender KorngröÙe die Hochtemperaturduktilität zunimmt [44],[45].

Handelt es sich beim Versagen des Werkstoffes nicht um intergranulares Versagen, dann wird das Risswachstum durch folgende Punkte durch die KorngröÙe beeinflusst:

- Die Spannungskonzentration in der Rissspitze wird durch das Riss-Seitenverhältnis gesteuert. Bei feinkörnigen Materialien nimmt dieses Verhältnis ab, wodurch auf diese Weise die Ausbreitung des Risses erschwert wird [46].

- Kleine Risse welche durch das Gleiten durch Trippelpunkte entstehen werden an der Ausbreitung gehindert [46].
- Die spezifische Korngrenzfläche steigt mit abnehmender Korngröße. Dadurch sinkt die Ausscheidungsichte an den Korngrenzen, wenn der Volumenanteil der Ausscheidungen konstant bleibt [45].
- Durch die Erhöhung der Anzahl der Keimstellen an den Korngrenzen wird die kritische Dehnung für die dynamische Rekristallisation herabgesetzt. Dies ermöglicht eine Erhöhung der Duktilität durch Korngrenzwanderung [44].

All diese positiven Effekte werden aber durch die negativen Effekte aufgewogen. Da in diesem Dehnungsbereich eher das Kriechen dominiert und die Diffusion entlang der Korngrenzen schneller ist als die Volumendiffusion.

Daten zum Thema „Einfluss der Korngröße auf die Querrissbildung“ existieren und decken aber nur den für das Stranggießen relevanten Bereich ab (0.5-5 mm). Ein grobes Austenitkorn steht dabei mit Querrissen in Verbindung. Durch die gezielte Erhöhung der Abkühlgeschwindigkeit in der sekundären Kühlzone kann ein feineres Austenitkorn erzielt werden und somit die Rissneigung reduziert werden [44].

Nach dem Stranggießen werden die gegossenen Produkte weiterverarbeitet. Dabei wird bei einer möglichen Wärmebehandlung auf das AGG geachtet und versucht dieses möglichst klein zu halten [47]. Beim Warmwalzen spielt das AGG eine sehr wichtige Rolle. Durch die Austenitkorngröße nach dem Walzprozess wird die endgültige Ferritkorngröße bestimmt. Somit können auch die mechanischen Eigenschaften, welche mit der Korngröße in Verbindung stehen, wie zum Beispiel die Zähigkeit und die Festigkeit positiv beeinflusst werden [30].

Auch bei der Weiterverarbeitung des Stahls ist das AGG in der Wärmeeinflusszone beim Schweißen von Bedeutung. Der Grund dafür liegt darin, dass die Kinetik der Phasenumwandlung während des Abkühlens von der Austenitkorngröße beeinflusst wird [48].

Abbildung 5-1 zeigt schematisch das AGG in den unterschiedlichen Prozessschritten.

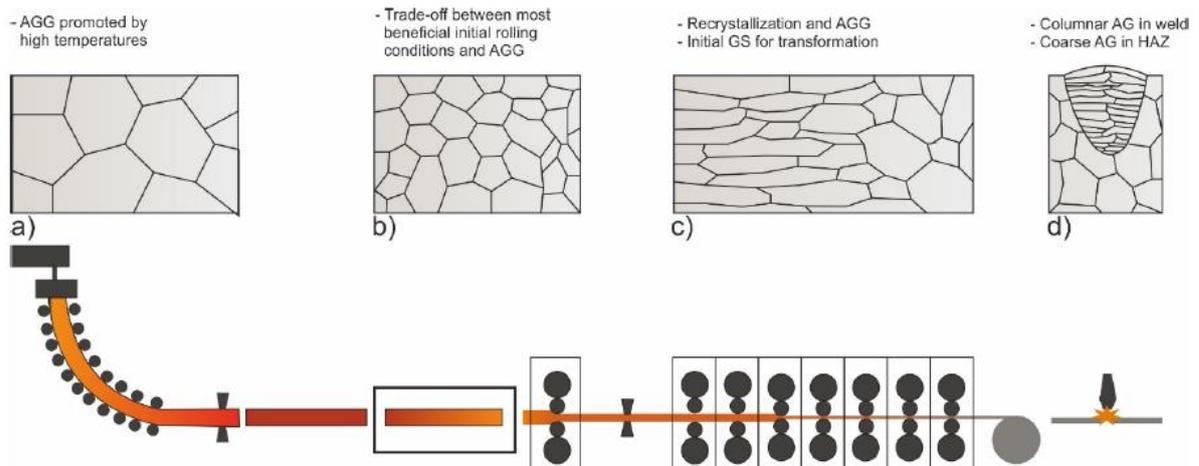


Abbildung 5-1: Entwicklung des Korngefüges bei der Stahlherstellung und -verarbeitung: a) Strangguss, b) Wiedererwärmung, c) Walzen und d) Schweißen [1].

5.1 Ausscheidungen für die Kontrolle der Korngröße

Einer der effektivsten Methoden um das Kornwachstum von polykristallinen Materialien zu verlangsamen oder einzufrieren ist gezielte einbringen von Ausscheidungen. Ausscheidungen entstehen aufgrund ihrer thermodynamischen Stabilität und können durch thermische und thermomechanische Behandlungen sowie Legierungsdesign beeinflusst werden. Die Ausscheidungen stellen Hindernisse für die Bewegung der Korngrenzen da, wie in **Kapitel 4.5** beschrieben. Der dafür verantwortliche Effekt ist der sogenannte Pinning-Effekt. Aus diesem Grund sind Ausscheidungen bei vielen Werkstoffen für die Korngrößenkontrolle ein wichtiges Thema. In den späten 1950er Jahren wurden mikrolegierte Stähle eingeführt, eine neuartige Stahlklasse, die sich durch ihre verbesserte Qualität auszeichnete. Ein wesentliches Merkmal ihres Erfolgs war ihre feine Kornstruktur, die entweder während des Herstellungsprozesses, wie beispielsweise beim Warmwalzen, oder durch nachfolgende Behandlungen erreicht wurde. Elemente wie Vanadium, Niob und Titan spielten dabei eine wichtige Rolle, da sie Karbide und Nitride in Stahl bilden können. Die Wirkung dieser Kornverfeinerungszusätze hängt von der Bildung von Nitriden, Karbiden oder Carbonitriden ab [2],[49].

5.1.1 Niob im Stahl

In den letzten Jahren wurde an der Anwendung von Niob im Stahl immer weiter geforscht, sodass es heute viele Stähle gibt, welche die Vorteile dieses Legierungselements nutzen. Niob (Nb) ist auch eine wichtiges Legierungselement für hochfeste Mehrphasenstähle [34]. Nb als

Legierungselement bringt gewisse Vorteile mit sich. So kann durch die gezielte Zugabe das Gefüge in high-strength low-alloy (HSLA) Stählen verbessert werden. Dabei muss allerdings unterschieden werden, in welcher Form Nb vorliegt.

Liegt Nb gelöst vor, so fördert es die Bildung von Bainit. Dieser besitzt eine hohe Festigkeit. Hingegen fördern Nb-reiche Phasen die Bildung von intragranularem Ferrit und dieser besitzt eine hohe Zähigkeit und Plastizität. Durch gezielte Änderung des Legierungsgehalts und Einstellung in welcher Form Nb vorliegt, kann das Verhältnis der beiden Phasen verändert werden. Dadurch ist es möglich eine ideale Kombination aus Zähigkeit und Festigkeit zu erzielen [50].

Die Karbide und Nitride der Mikrolegierungselemente Niob, Titan und Vanadium haben alle eine kubisch-flächenzentrierte Kristallstruktur (kfz) und ähnliche Gitterparameter. Aufgrund dieser strukturellen Ähnlichkeiten überrascht es nicht, dass sie eine umfassende gegenseitige Löslichkeit aufweisen, was bedeutet, dass sie in der Lage sind, komplexe Carbonitride zu bilden. In Stählen sind sowohl Kohlenstoff als auch Stickstoff vorhanden. Daher kann die Zugabe des einzigen Mikrolegierungszusatzes Niob sowohl mit Kohlenstoff als auch mit Stickstoff reagieren, um Niobcarbonitrid ($\text{Nb}(\text{C},\text{N})$) zu bilden [2]. Liegt Nb nicht gelöst vor sondern in Form einer Ausscheidung wie $\text{Nb}(\text{C},\text{N})$ kommt es dadurch zu einer Verbesserung der Festigkeit. Die Prozessparameter der thermomechanischen Behandlung und des Glühens können so eingestellt werden, dass die Ausscheidung von $\text{Nb}(\text{C},\text{N})$ in Ferrit oder Bainit gefördert wird [50].

Abbildung 5-2 zeigt die Temperaturabhängigkeit des gelösten Nb-Gehalts im Gleichgewicht mit $\text{Nb}(\text{C},\text{N})$ in einem Stahl mit der angegebenen Zusammensetzung (0,1 wt.-% C, 0,005 wt.-% N, 0,03 wt.-% Nb). Der Gehalt des gelösten Niobs steigt von etwa 0,003 wt.-% bei 900°C auf 0,029 wt.-% bei 1100°C an. Hinsichtlich der Kornfeinung ist jedoch besonders relevant, dass der Gehalt des $\text{Nb}(\text{C},\text{N})$ in diesem Temperaturbereich von 0,027 wt.-% auf 0,00 wt.-% abnimmt. **Abbildung 5-2** zeigt, dass sich das $\text{Nb}(\text{C},\text{N})$ bei einer Temperatur von etwa 1105°C vollständig auflösen würde. Eine Verringerung des Anteils an $\text{Nb}(\text{C},\text{N})$ hätte deutliche Auswirkungen auf die Kontrolle der Korngröße. Der Anteil an $\text{Nb}(\text{C},\text{N})$ hängt natürlich von den Gehalten an Kohlenstoff, Stickstoff und Niob ab. Eine Erhöhung eines dieser Stoffe würde die Menge an Carbonitrid oder die Temperatur, bei der es sich vollständig auflöst, erhöhen [2].

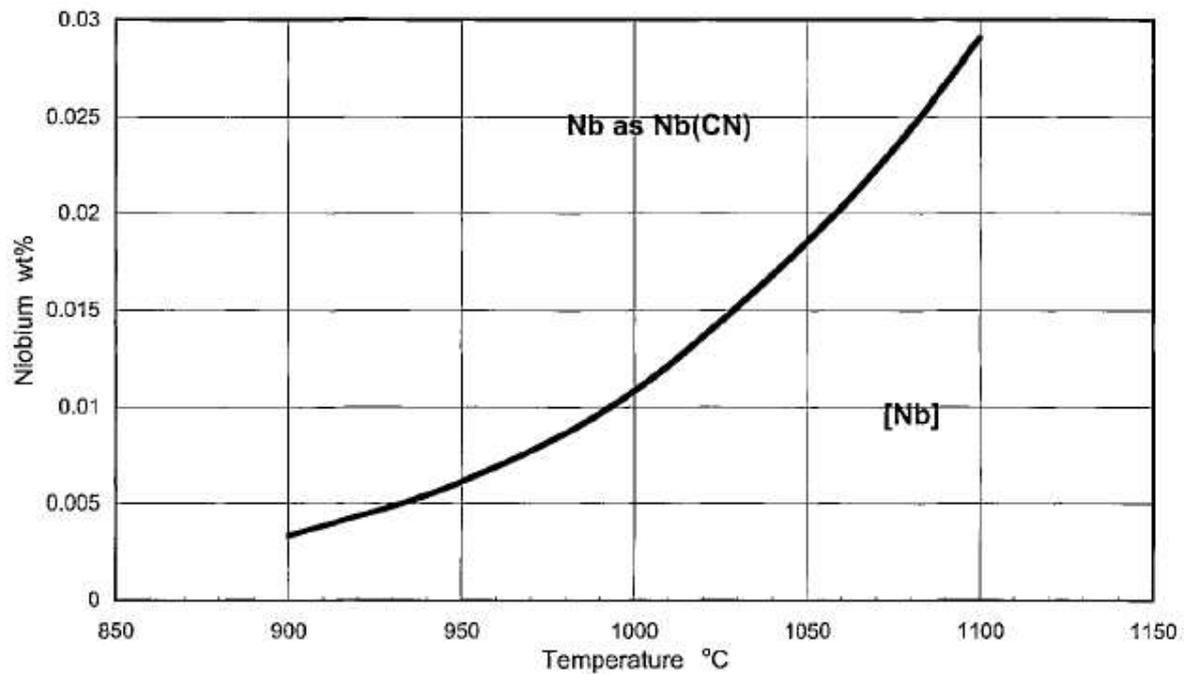


Abbildung 5-2: Auswirkung der Temperatur auf den Gehalt an gelöstem Niob in einem Stahl mit 0,1 wt.-%C-O,005 wt.-%N-O,03 wt.-%Nb [2].

Der letzte Effekt auf den näher eingegangen wird ist der Kornfeinungseffekt. Die Verringerung der Korngröße ist die einzige Möglichkeit die Festigkeit und zugleich die Zähigkeit zu erhöhen. Nb kann beim Austenitisierungsprozess das Kornwachstum hemmen und die Temperatur, ab der es zur Vergrößerung der Austenitkörner kommt, erhöhen. So konnte Yuan et al [51] feststellen, dass durch die Erhöhung des Nb-Gehaltes die Austenitkorngröße von 248 auf 69 μm bei gleicher Austenitisierungstemperatur und Zeit gesenkt werden konnte. Das Ergebnis ist in der **Abbildung 5-3** grafisch dargestellt [50].

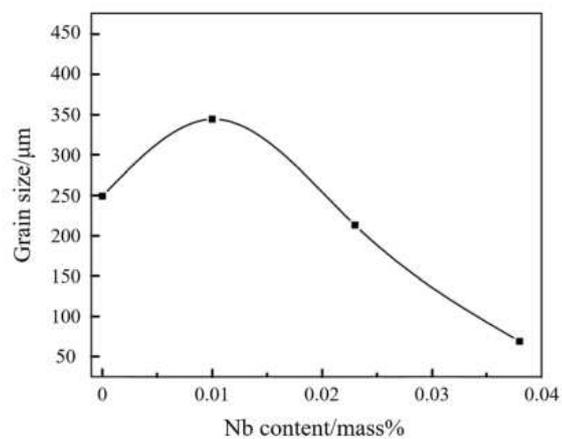


Abbildung 5-3: Veränderung der Austenitkorngröße mit zunehmendem Nb-Gehalt [51].

Der geläufigere Einsatz für Niob ist allerdings durch die Bildung von Ausscheidung in der Form von Nb(C,N) und deren Auswirkungen auf das AGG zurückzuführen. Kommt es aber zum Auflösen der Nb(C,N) Ausscheidungen, ist mit einer starken Zunahme der Korngröße zu rechnen. Zhang et al [52] konnten in ihrer Forschung feststellen, dass es zu einem starken Anstieg des Kornwachstums kommt, wenn Wärmebehandlungen mit Temperaturen über 1050°C durchgeführt wurden. Der Grund dafür liegt darin, dass sich ab dieser Temperatur die Nb(C,N) Ausscheidungen der untersuchten Legierung auflösen. **Abbildung 5-4** stellt die Resultate dieser Untersuchung grafisch dar.

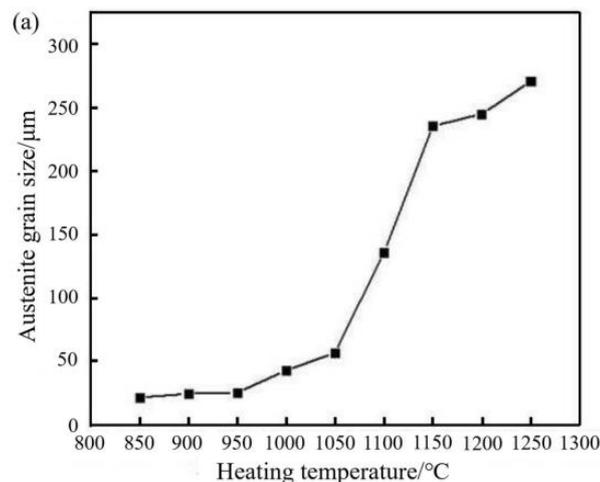


Abbildung 5-4: Veränderung der Austenitkorngröße mit zunehmender Temperatur [52].

Aber auch im gelösten Zustand kann Nb das AGG durch den Solute-Drag-Effekt beeinflussen. Da der Atomradius von Nb größer als jener von Fe ist verursacht die Lösung der Nb Atome in der Matrix eine große Verzerrungsenergie und führt somit zu einem hohen Seigerungspotenzial. In Untersuchungen konnte festgestellt werden, dass Nb bis zu einer bestimmten Temperatur von ungefähr 1230°C einen deutlichen Effekt auf das AGG aufweist [50]. Mit zunehmender Temperatur sinkt die Konzentration der Nb Atome an den Korngrenzen und die Mobilität oder auch grain boundary mobility (GBM) genannt nimmt zu. Zusammenfassend lässt sich sagen, dass sowohl der Pinning-Effekt der Nb Ausscheidungen als auch der Solute Drag Effekt der gelösten Nb Atome das AGG verringert. Jedoch ist die Wirkung dieser Effekt nur bis zu gewissen Temperaturen gegeben. Dies kann eine plötzliche Kornvergrößerung zur Folge haben. Es kann auch zum abnormalen Kornwachstum kommen, wodurch die Eigenschaften des Endproduktes negativ beeinflusst werden.

Nb hemmt die Rekristallisation von Austenit. Durch die gelösten Nb Atome und die Nb Phasen wird die Bewegung der Korngrenzen und Fehlstellen behindert, wodurch die Rekristallisation des Austenits gehemmt wird. Die Verformungsspannung im Austenit steigt

dadurch. Diese Spannung dient als Triebkraft für die Austenit/Ferrit Umwandlung, wodurch die Keimbildungsrate von Ferrit gesteigert wird und somit ein feiner Ferrit entsteht. Xiao et al. [53] kamen zu dem Erkenntnis, dass bei der dynamischen Rekristallisation die gelösten Nb Atome eine höhere Wirkung besitzen. Bei der statischen Rekristallisation jedoch die Nb Phasen einen stärkeren Effekt aufweisen [50].

5.1.2 Stickstoff im Stahl

Stickstoff (N) als Legierungselement gewinnt immer mehr an Bedeutung, vor allem bei korrosionsbeständigen Stählen. Jedoch ist die Löslichkeit von N in flüssigen Fe- und Fe-Basis-Legierungen begrenzt. So liegt die Löslichkeit von N in flüssigen Fe bei 0.045 % (1600°C) unter atmosphärischen Druck. Um einen höheren Stickstoffgehalt in der Schmelze zu erzielen wurden spezielle Verfahren entwickelt, unter Berücksichtigung des Sievert'schen Quadratwurzelgesetz. Nach diesem Gesetz ist die Löslichkeit von N in der Schmelze proportional zur Quadratwurzel des N_2 -Gasdrucks über der Schmelze. Durch die Erhöhung des Gasdruckes oder durch Erhöhung der Konzentration kommt es demnach zu einer Erhöhung des N-Gehalts in der Schmelze. Mögliche Verfahren sind zum Beispiel das Schmelzen unter heißem isostatischen Druck (HIP) [54] und das Elektroschlack-Umschmelzen unter Druck (PESR). Dabei gibt es zwei Mechanismen welche für das Legieren mit N genutzt werden. Der erste Mechanismus ist die Aufnahme von N aus der Gasphase und die zweite Möglichkeit ist das Einbringen von stickstoffhaltigen Metallen oder Verbindungen direkt in die Schmelze. Stähle welche durch eine besondere Behandlung mehr Stickstoff enthalten also unter normaler Atmosphäre möglich ist, sollten als „stickstoffreich“ bezeichnet werden. Bei den meisten austenitischen Stählen liegt die Löslichkeitsgrenze unter atmosphärischen Druck bei 0.4 % N und bei ferritischen Stählen liegt die Grenze bei 0.08 %. N bringt als Legierungselement auch einige Vorteile mit sich. So wirkt N als starkes festigkeitssteigerndes Element in Mischkristallen, dadurch kann bei austenitischen Stählen mit hohem N-Gehalt um 200-350 % höhere Streckgrenze festgestellt werden, im Gegensatz zu austenitischen Standardsorten auf Kohlenstoffbasis. Im Vergleich zu herkömmlichen nichtrostenden Stählen kann die Streckgrenze und Zugfestigkeit verbessert werden ohne dabei die Zähigkeit zu verringern. Durch Kaltumformen kann die Streckgrenze noch weiter erhöht werden. Jedoch kann es bei der Anwesenheit von starken Nitridbildnern wie V, Nb und Ti zur Ausscheidung von Cr_2N kommen, wodurch es zu einer nitridinduzierten Versprödung kommen kann. Deshalb ist N als Verfestigungsmittel am wirksamsten im gelösten Zustand, da sich die Nitride negativ auf Duktilität, Zugfestigkeit und Kerbschlagzähigkeit auswirken. Weiters kann durch den austenitstabilisierenden Effekt von N die benötigte Ni-Menge für die

Erzeugung eines austenitschen Stahls reduziert werden. Ein weiterer Effekt ist, dass ein erhöhter N-Gehalt sich auch positiv auf die Pitting Resistance Equivalent Number (PREN) auswirkt und somit auf die Beständigkeit gegenüber Lochfraß verbessert wird [55]. Durch den hohem Festigkeitsvorteil sind austenitische Werkstoffe mit höheren N-Gehalt für viele Anwendungen von Interesse, wie zum Beispiel Gehäuse für supraleitende Magnete und hochfeste Bolzen [56].

Stasko R. et al konnten in den von Ihnen durchgeführten Untersuchungen feststellen, dass der gelöste Stickstoff im Austenit das AGG fördert, da die Aktivierungsenergie für das AGG verringert wird [57].

6 Experimenteller Teil

Ziel ist es, eine Basis für zukünftige Versuchsserien und Untersuchungen darzustellen im Hinblick auf Nb(C,N) Ausscheidungen auf das Austenitkornwachstum durch die Quantifizierung der Korngrößen, damit rückwirkend die Zener Pinning Kräfte bestimmt und experimentelle Daten für ein mathematisches Modell generiert werden können. Dafür wurden Legierungen mit definierten Stickstoff-, Niob- und Kohlenstoffgehalten mittels Hochfrequenzschmelzanlage hergestellt. Anschließend wurde das AGG dieser Legierungen experimentell im High Temperature Laser Scanning Confocal Microscope (HT-LSCM) untersucht und ausgewertet.

In den folgenden Kapiteln wird das Vorgehen bei den praktischen Untersuchungen beschrieben.

6.1 Legierungskonzept

Tabelle 6-I zeigt die angestrebten Zusammensetzungen der Modelllegierungen für die HT-LSCM Versuche. Die Zusammensetzung wurde gewählt, um Legierungen zu erhalten, welche ein weites Spektrum von möglichen Legierungskonzepten abdecken. Die Nb-Gehalte wurden so gewählt, dass die Unter- und Obergrenze der in der Stahlindustrie typischen Nb-Gehalte abgedeckt sind.

Tabelle 6-I: Modelllegierungen für die HTLSCM Untersuchung.

Proben Bezeichnung	wt.-% Nb	wt.-% C	ppm N
Fe-1-60	0.08	0.15	60
Fe-1-80	0.08	0.15	80
Fe-1-120	0.08	0.15	120
Fe-2-60	0.02	0.15	60
Fe-2-80	0.02	0.15	80
Fe-2-120	0.02	0.15	120

6.2 Herstellung der Proben

Die Modelllegierungen wurden an der Hochfrequenzschmelzanlage Linn High Therm Lifumat-Met-3.3 (HFU) geschmolzen und gegossen. Diese Proben wurden anschließend mittels optischer Funkenemissionsspektrometrie analysiert. Zusätzlich wurden aus den Legierungen noch Proben mit 1g für die Messung mit dem LECO TC-436DR geschnitten. Nach der Herstellung der Legierungen und der Bestimmung der Zusammensetzung wurden diese in die für die HTLSCM benötigte Dimensionen von 5x5x1.5 mm geschnitten. Die Proben wurden daraufhin eingebettet, geschliffen und poliert. Auf die exakte Vorgehensweise wird im folgenden Teil eingegangen.

6.2.1 Einwaage der Legierung

Für die genaue Einstellung des Legierungsgehalts wurde bei der Einwaage ein iterativer Legierungsrechner verwendet. Durch die Eingabe der genauen Zielgehalte von Fe, Nb und C wird vom Legierungsrechner die genaue Einwaage der einzelnen Ausgangsmaterialien berechnet.

Die folgenden Ausgangsmaterialien wurden verwendet:

- technisch reine Eisenzylinder (99.9 wt.-% Fe; 0.009 wt.-% C)
- Fe-C Legierung mit 4.4 wt.-% C, Tammannofen Vorschmelze aus Ferro35 und hochreinen Graphit (Sigma-Aldrich, ProduktNr: 282863-1KG, Lot Nr: BCBB5882)
- hochreines Graphit (Sigma-Aldrich, ProduktNr: 282863-1KG, Lot Nr: BCBB5882),
- Niobstücke (99,8 wt.-%, Alfa Aesar LOT: M08A015)

Aus **Tabelle 6-II** sind die eingewogenen Mengen zu entnehmen. Für die Einwaage wurde die RADWAG WAS 160/X Waage verwendet. Bei der Serie 1 (Fe-1) der Legierungen wurde Graphit als Legierungselement verwendet. Es kam zu keinen Problemen in Bezug auf die Probenqualität (Poren). Bei der Serie 2 (Fe-2) wurde zunächst ebenfalls Graphit verwendet, um den gewünschten C-Gehalt einzustellen. Wie in **Abbildung 6-1** zu erkennen ist, kam es hierbei aber zu einer starken Porenbildung im Probenkörper, weshalb diese Proben unbrauchbar für die Versuche waren. Deshalb mussten die Legierungen der Serie 2 erneut hergestellt werden. Hierfür wurde nun eine Fe-C Legierung verwendet, um den gewünschten

C-Gehalt einzustellen und es kam zu keiner Bildung von Poren. Die Fe-C Legierung und die Niobstücke mussten hierfür mit einer Zange vom jeweiligen Grundmaterial abgetrennt werden, um die gewünschte Menge einwiegen zu können.



Abbildung 6-1: Poröse Probe der Versuchsserie 2

Tabelle 6-II: Einwaage

	Fe-1-60	Fe-1-80	Fe-1-120	Fe-2-60	Fe-2-80	Fe-2-120
Eisenzylinder	63.153 g	65.389 g	63.292 g	65.133 g	65.233 g	64.468 g
Graphit	0.096 g	0.099 g	0.099 g			
Fe-C Legierung				2.299 g	2.205 g	2.277 g
Niobstücke	0.050 g	0.052 g	0.052 g	0.015 g	0.014 g	0.013 g

Eine Desoxidation mit Al wurde nicht vorgenommen, um einen möglichen Einfluss von Al Ausscheidungen auf das AGG ausschließen zu können.

6.2.2 Einschmelzen an der Hochfrequenzumschmelzanlage

Für das Umschmelzen der Legierung wurde eine Hochfrequenz-Umschmelzanlagen Lifumat-Met-3,3 (HFU) von der Firma Linn High Term GmbH verwendet. Die Schmelzmasse bei dieser Anlage liegt bei ca. 60 g. Als Tiegel wurde ein hochreiner Al_2O_3 -Schmelztiegel verwendet.

Da die Proben zusätzlich mit Stickstoff (N) legiert wurden, kam eine Argon/Stickstoff-Mischatmosphäre zum Einsatz. Für die Berechnung der genauen Zusammensetzung der Mischatmosphäre wurde ein Excel Berechnungstool verwendet. Die Basisformel für die Berechnung der genauen Zusammensetzung stellt dabei das Sievert'sche Quadratwurzelgesetz dar. Der Durchfluss von Stickstoff N₂ (99.999%) und Argon 5.0 (Ar) (99.999%) wurde durch Druckregler mit Flow-Metern vorreguliert. Abhängig von der benötigten Durchflussmenge von N₂ wurden unterschiedliche Flow-Meter verwendet. Bei einer Durchflussmenge von 0.02-2 L/min wurde das digitale Flow-Meter MV-302 MASS FLOW REGULATOR des Herstellers Bronkhorst verwendet. Bei höheren Durchflussmengen von 1-10 L/min kam das manuelle Schwebekörper Flow-Meter der Firma VAF-Fluid-Technik zum Einsatz. Argon wurde durch ein manuelles Schwebekörper Flow-Meter der Firma VAF-Fluid-Technik feingeregelt und besitzt einen Einstellbereich von 4-44 L/min. Die Mischung der beiden Gase erfolgte durch ein Y-Ventil und die Mischung gelangte dann in die Schmelzkammer.

Nachdem die Probe im Ofen platziert und die Schmelzkammer verschlossen wurde, musste mit Ar 5 Minuten gespült werden. Dabei musste auch kontrolliert werden, ob das Y-Ventil auch vollständig geöffnet ist. Danach erfolgte das Aufschmelzen durch ein hochfrequentes Induktionsfeld. Das Aufschmelzen der Probe dauerte circa 2 Minuten. Der Schmelzprozess musste immer beobachtet werden, da durch die Farbe der Schmelze eine grobe Einschätzung der Temperatur möglich ist. Nachdem die Probe vollständig aufgeschmolzen war, musste für 2 Minuten aufgestickt werden. Währenddessen wurde die Schmelze durch Umschalten zwischen Stufe 1 & 2 auf Temperatur gehalten. Während diesem Vorgang wurde auch „gewirbelt“, da dadurch die N Aufnahme verbessert werden kann und eine Homogenisierung der Legierung erreicht werden kann. Nach dem Aufsticken wurde die Induktionsspule heruntergefahren und die Kammer geschleudert. Aufgrund der dadurch entstehenden Zentrifugalkraft wurde die Schmelze in eine Kupfer-Kokille gedrückt. Die flüssige Probe erstarrt in der Kokille zum Probenkörper. Anschließend wurde die Kokille mit der Probe entnommen und in Wasser abgeschreckt um zu verhindern, dass es zur Ausscheidung von Nb(C,N) kommt. Dies soll verhindern, dass die Proben bereits vor den HT-LSCM Experimenten Ausscheidungen in der Matrix hat und somit die Ergebnisse beeinflussen würde.

6.2.3 Probenanalyse

Für die Probenanalyse wurde ein optisches Funkenemissionsspektrometer SPECTROMAXx (Optical Emission Spectrometer, OES) und ein LECO TC-436DR verwendet. Im Inneren des Geräts wird eine elektrische Entladung unter Luft (Bogenanregung) oder unter

Schutzgas (Funkenanregung) genutzt, um das zu untersuchende Material zu verdampfen. Die dabei freigesetzten Atome und Ionen emittieren Licht. Mit Hilfe von optischen Systemen wird über das emittierte Licht die Zusammensetzung der Probe bestimmt. In der **Tabelle 6-III** sind die Ergebnisse der OES Analyse ersichtlich. Die Summe aller anderen Elemente ist <0.2 wt.-%. Die Ergebnisse dieser Analyse stimmen gut mit den angestrebten Werten überein. Dies zeigt auch, dass die Legierungsberechnung gut mit der tatsächlichen Zusammensetzung übereinstimmt. Weiters kann auch festgehalten werden, dass das Legieren mit N über die Gasphase gut einstellbar ist und die angestrebten Gehalte erzielt werden konnten. Für eine weitere Bestimmung des N-Gehaltes wurde noch eine Messung mit dem LECO TC-436DR vorgenommen. Hierfür mussten aus dem Legierungen Proben mit 1 g hergestellt werden. Dies geschah mit dem Trennjäger ATM Brillant 221 wobei die Proben anschließend zur Kontrolle abgewogen wurden. Für die Messung muss eine Probe in einem Graphittiegel aufgeschmolzen werden. Die dabei freierwerden Gase Sauerstoff, Stickstoff und Wasserstoff werden durch das Gerät gemessen. Jedoch kam es rund um die Messungen der Legierungsserie 1 zu Messungenauigkeiten des LECO TC-436DR, sodass die Ergebnisse nicht valide sind. Vor der Messung der Legierungsserie 2 wurde das LECO TC-436DR neu serviciert und kalibriert. Hier konnte festgestellt werden, dass die Ergebnisse der LECO Messung gut mit den Ergebnissen des OES übereinstimmen. Die Ergebnisse der LECO Messung sind aus **Tabelle 6-IV** zu entnehmen. Deshalb lässt sich daraus schließen, dass die Ergebnisse der OES der Legierungsserie 1 dem N-Gehalt in den Proben widerspiegeln.

Tabelle 6-III: Messergebnisse optischer Funkenemissionsspektrometrie

Proben Bezeichnung	wt.% Nb	wt.% C	ppm N	wt.% Fe
Fe-1-60	0.083	0.13	62	99.6
Fe-1-80	0.0808	0.13	75	99.6
Fe-1-120	0.0845	0.12	112	99.6
Fe-2-60	0.0224	0.15	65.2	99.7
Fe-2-80	0.0232	0.15	78.9	99.7
Fe-2-120	0.0192	0.15	118	99.7

Tabelle 6-IV: Messergebnisse LECO

Proben Bezeichnung	ppm O	ppm N
Fe-2-60	75.1	67
Fe-2-80	51.03	81.5
Fe-2-120	67.85	125

6.2.4 Metallographische Präparation für HT-LSCM Experimente

Von jeder Versuchslegierung wurden 10 Proben für die HT-LSCM Versuche hergestellt. Dafür wurde der Trennjäger ATM Brillant 221 verwendet. Die Proben für die Untersuchung besitzen die Maße 5x5x1.5 mm. Nach dem zuschneiden der Proben wurden diese mit der Opal 450 Embedding Maschine in Kunststoff eingebettet. Die eingebetteten Proben wurden dann mit der Schleifmaschine – ATM SAPHIR 350 geschliffen, dabei wurde eine Körnung von 180, 320, 600 und 1200 verwendet. Anschließend wurden die Proben am Schleif und Poliergerät – ATM RUBIN 520 mit einer 9, 3 und 1 µm Diamantsuspension poliert. Danach wurden die Proben aus der Einbettmasse mithilfe einer Säge entnommen und waren bereit für die Untersuchung im HTLSCM.

6.3 High Temperature Laser Scanning Confocal Microscope (HT-LSCM)

In **Kapitel 4.10.5** wird das Hochtemperatur-Laser-Scanning-Konfokalmikroskopie (HT-LSCM) und seine Funktionsweise kurz beschrieben. In **Kapitel 6.3.1** wird auf die durchgeführten Versuche und die gewählten Parameter eingegangen.

6.3.1 HT-LSCM Versuchsdurchführung

Vor dem Versuch wurden die Stahlproben auf der zu Untersuchenden Seite nochmal mit Alkohol gereinigt, um mögliche Verunreinigungen zu entfernen und die Proben wurden in einen keramischen Al₂O₃-Tiegel gelegt. Der Tiegel wurde anschließend auf den Probenhalter des HT-LSCM platziert. Die Probekammer wurde geschlossen und die Probe noch ausgerichtet.

Da die polierte Probenoberfläche sehr anfällig für Oxidation ist müssen ein Vakuum angelegt und anschließend mit Ar gespült werden. Wenn der Restsauerstoffgehalt im Ofenraum unter 2ppm liegt, ist gewährleistet, dass es zu keinen Oxidationsproblemen kommt und die Validierung des Experiments eingehalten wird. Es wurde noch ein Tantalring am Tiegel befestigt, um einer Oxidation der Probe entgegen zu wirken. Die Oxidation der Probe soll verhindert werden, da die Sichtbarkeit der Korngrenzen darunter leidet, wenn alle Körner von einer Oxidschicht bedeckt sind. Weiters kann auch die Oberfläche nicht mehr betrachtet werden, wenn diese mit einer Oxidschicht überzogen ist. Wenn es nur zu leichter Oxidation an wenigen Stellen kommt stellt dies kein Problem für die Untersuchung dar. Während der gesamten Versuchsdauer wird ein Video aufgenommen, sodass im Anschluss das AGG beobachtet werden kann und die Korngrößenveränderung bestimmt werden kann. Dabei wurde einer Bildrate von 30 fps verwendet.

In der vorliegenden Arbeit wurden 5 verschiedene Glühzyklen verwendet, welche in **Abbildung 6-2** dargestellt sind. Zu Beginn wurde langsame auf 150°C aufgeheizt und anschließende mit einer Aufheizrate von +600°C/min die isotherme Haltetemperatur erreicht. Die 5 unterschiedlichen Haltetemperaturen waren 950°C, 1050°C, 1150°C, 1250°C und 1350°C. Die Versuchsdauer beträgt 2700s, wobei kurz danach mit einer Abkühlrate von -400°C/min abgekühlt wurde. Im Diagramm ist der Zeitpunkt durch Linie 2 (orange) gekennzeichnet, ab dem der Ferrit in den Austenit vollständig umwandelt und das Kornwachstum beginnt. Die Umwandlungstemperatur des Ferrits zu Austenit liegt etwa bei 860°C.

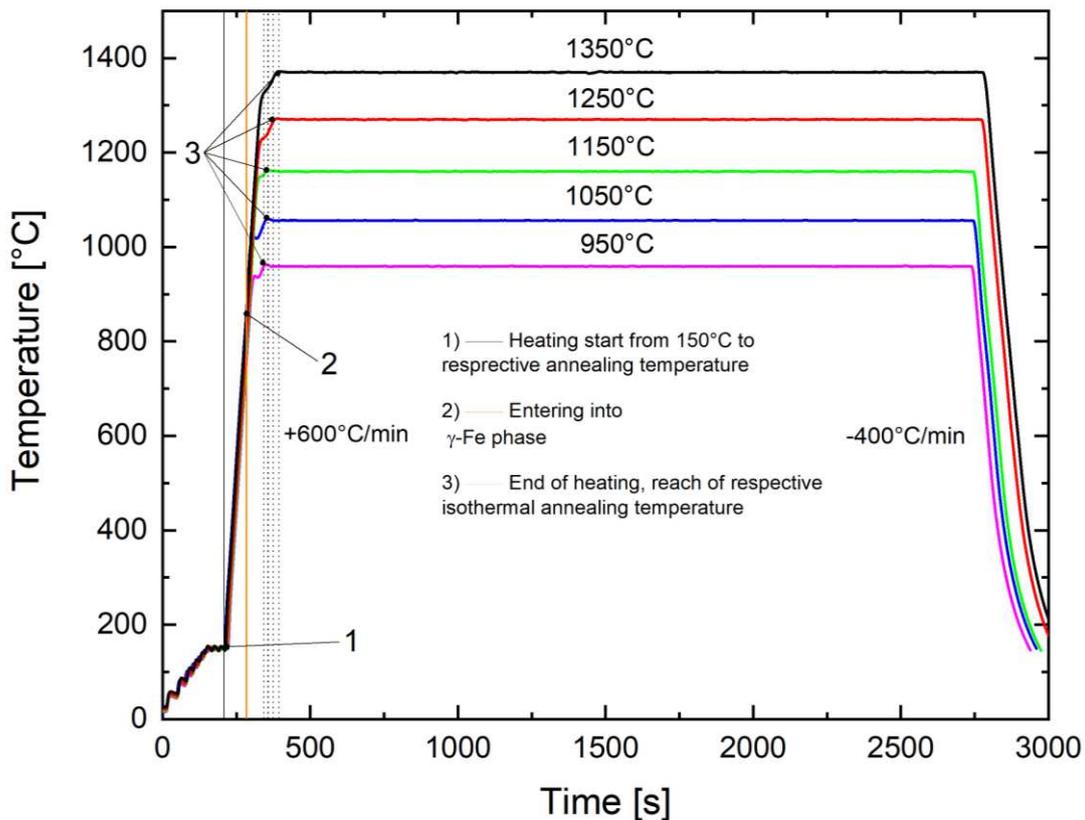


Abbildung 6-2: Temperaturzyklus für die HT-LSCM Experimente.

6.4 Quantifizierung der Austenitkorngrößen

Bei den HT-LSCM Versuchen wurden Videos aufgezeichnet, welche das Kornwachstum während dem Versuch zeigen. Aus diesen Videos wurden zu verschiedenen Zeitschritten Bilder entnommen um die Korngröße zu diesen Zeitpunkten zu bestimmen. Für die Vermessung der Korngröße wurde die Bildanalysesoftware CLEMEX verwendet. Die Bilder bei den unterschiedlichen Zeitschritten wurden dafür in das Programm geladen und mithilfe des Linienschnittverfahren die Korngröße bestimmt. Das Linienschnittverfahren wurde nach der Norm ASTM E112-10 [58] durchgeführt. Des weiten wurden nach den Versuch Bilder der Proben im Digitalmikroskop KEYENCE VHX-7000 aufgenommen und ebenfalls in CLEMEX die Endkorngröße ermittelt. Bei dem Linienschnittverfahren werden gerade Linien über das Bild gelegt (horizontal, diagonal oder vertikal). Jedes Mal, wenn die eine der geraden Linien von einer Korngrenze geschnitten wird, dann muss händisch eine Linie (grün horizontal, blau vertikal) von dem ersten Schnittpunkt zum nächsten gezogen werden. **Abbildung 6-3** zeigt schematisch das Linienschnittverfahren.

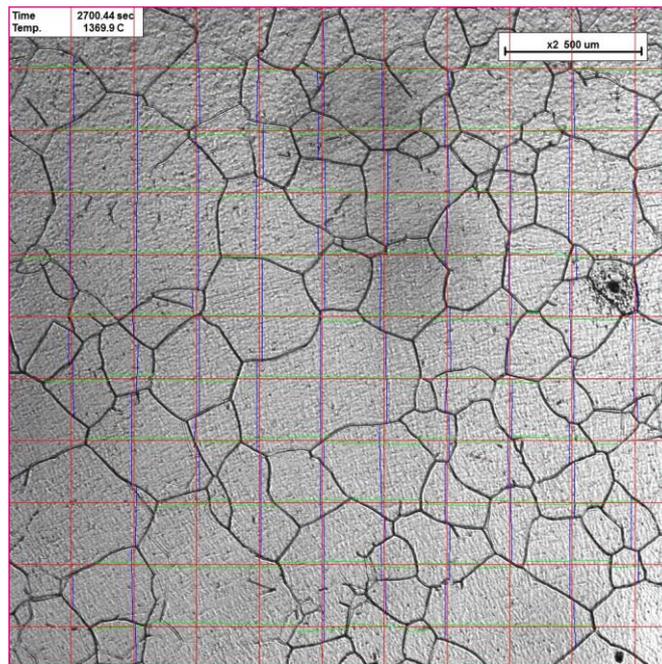


Abbildung 6-3: Schematische Darstellung der Korngrößenbestimmung in CLEMEX.

6.4.1 Wahl des Längenmaßes

Die Länge der einzelnen Linien wird durch CLEMEX erfasst. Die so gewonnenen Daten wurden in eine Excel Datei exportiert. Aus den Daten wurde das arithmetische Mittel \bar{x} der Austenitkorngröße nach **Gleichung 20** bestimmt [59].

$$\bar{x} = \frac{1}{n} * \sum_{i=1}^n x_i \quad (20)$$

Wobei x_i gemessen Längen in CLEMEX sind und n die Anzahl der gemessen Längen.

Andere Lagemaße wären z.b. Median x_{med} , Modus x_{mod} . Bei der Kornklassenverteilung, welche in **Abbildung 6-5 - Abbildung 6-9** ersichtlich sind handelt es sich um eine linkssteile Verteilung und für diese gilt $\bar{x} > x_{med} > x_{mod}$. Mit der Wahl des arithmetischen Mittels \bar{x} sollte die zu erwartende Korngröße deshalb nicht unterschätzt werden. Bei dem Median sind 50% vor und nach x_{med} und für die Abschätzung der Korngröße nicht gut geeignet. Der Modus gibt die Ausprägung der größten Häufigkeit an, dadurch ist der Modus stark von der Wahl der Klassengröße abhängig und deshalb auch ungeeignet.

Der Stichprobenumfang bezeichnet die Anzahl der Elemente oder Einheiten, die in einer Stichprobe enthalten sind. Ein größerer Stichprobenumfang führt zu genaueren Schätzungen von Parametern wie Mittelwert oder Anteil, da er die Auswirkungen von Zufallsvariationen reduziert. Eine Stichprobe sollte repräsentativ für die Gesamtpopulation sein, um

verallgemeinerbare Ergebnisse zu erzielen. Bei der Bestimmung des Stichprobenumfangs müssen Faktoren wie die Genauigkeit der Schätzung, die Repräsentativität, verfügbare Ressourcen wie Zeit und Geld sowie praktische Erwägungen berücksichtigt werden [59]. Für die Berechnung des erforderlichen Stichprobenumfangs wurde die Website <https://questionstar.de/> verwendet. Zu diesem Zweck wurde die Grundgesamtheit der Körner bestimmt, die Ergebnisse sind aus **Tabelle 6-V** zu entnehmen. Die Legierung Fe-1-120 wurde exemplarisch betrachtet, um die benötigte Stichprobenmenge für zwei Haltetemperaturen (1350°C und 950°C) zu ermitteln. Dies geschah aufgrund der unterschiedlichen Größe der Körner bei den beiden Temperaturen 1350°C und 950°C. Bei 1350°C sind die Körner am größten und die Grundgesamtheit ist entsprechend am niedrigsten, während bei 950°C die Körner am kleinsten sind und somit die Grundgesamtheit am höchsten ist. Die benötigte Stichprobenmenge für andere Haltetemperaturen liegt zwischen diesen beiden Werten. Die Grundgesamtheit der Körner bei 1350°C wurde manuell bestimmt, während die Grundgesamtheit bei 950°C berechnet wurde. Hierfür wurde angenommen, dass die Austenitkorngröße 5 µm beträgt und die Kantenlänge der Probe 5 mm ist. Eine Fehlerspanne von 10 % und ein Konfidenzniveau von 95 % wurden festgelegt.

Tabelle 6-V: Notwendige Stichprobengröße für die Legierung Fe-1-120, berechnet mit der Website <https://questionstar.de/>.

Temperatur [°C]	Grundgesamtheit	Notwendige Stichprobengröße
950	1000000	97
1350	340	76

Wie aus der **Tabelle 6-V** zu entnehmen liegt die benötigte Stichprobengröße zwischen 76-97. Bei der Auswertung wurde darauf geachtet, dass mindestens um die 120 Messungen durchgeführt wurden. Somit ist die Stichprobenmenge immer ausreichend.

Fuchs N. [7] beschreibt in ihrer Dissertation, dass die Mindestanzahl der ausgewerteten Körner bei 50 liegen sollte, da sonst einzelne Körner mehrmals vermessen werden und somit die Richtigkeit der bestimmten Korngröße sinkt. Bei den HT-LSCM Versuchen bei 1350°C konnte festgestellt werden, dass nicht alle Aufnahmen 50 Körner aufwiesen. Jedoch zeigte sich, dass die Endkorngröße das den HT-LSCM Versuchen mit der Endkorngröße aus den DM-Aufnahmen sehr gut übereinstimmt und somit auch die Richtigkeit gewährleistet ist.

Bei der Messung der Korngröße konnte nur eine Stichprobe genommen werden. Der Grund dafür liegt darin, dass je nach Auflösung bei den HT-LSCM nur ein bestimmter Bereich der Probe beobachtet wurde und möglicherweise nicht alle Körner von einer Linie geschnitten wurden und folglich konnte die Korngröße der Grundgesamtheit nicht bestimmt werden. Bei den Aufnahmen des Digitalmikroskop konnte zwar die gesamte Probe betrachtet werden, aber auch hier wurde nicht jedes Korn geschnitten. Da die Korngröße der Grundgesamtheit deshalb nicht bestimmt werden konnte, wurde noch ein Konfidenzintervall angegeben um den Bereich der wahren durchschnittlichen Austenitkorngröße anzugeben. Für die Berechnung des Konfidenzintervalls wurde **Gleichung 21** verwendet. Dabei ist \bar{x} der Mittelwert der Stichprobe, n der Stichprobenumfang und μ der Mittelwert der Grundgesamtheit. Hierbei stellt $t_{1-\alpha/2}*(n-1)$ das $(1-\alpha/2)$ Quantil der t-Verteilung mit $n-1$ Freiheitsgraden dar. Für die Berechnung wurde $t_{.975}$ gewählt [59].

$$\bar{X} - t_{1-\alpha/2} * (n - 1) * \frac{S}{\sqrt{n}} < \mu < \bar{X} + t_{1-\alpha/2} * (n - 1) * \frac{S}{\sqrt{n}} \quad (21)$$

Wobei die Varianz der Stichprobe S nach **Gleichung 22** berechnet wird.

$$S = \sqrt{\frac{1}{n-1} * \sum_i (X_i - \bar{X})^2} \quad (22)$$

6.4.2 Verteilungsfunktion der Austenitkörner

Beim Wachstum von Austenitkörnern kann zwischen normalen und abnormalen Kornwachstum unterschieden werden. Beim normalen Kornwachstum kommt es zu einem gleichmäßigen Wachstum der Körner. Die Verteilung der Korngröße ist dabei relativ konstant. Im Gegensatz dazu kommt es beim abnormalen Kornwachstum zu einer unregelmäßigen Kornvergrößerung. So wuchsen einige Körner stärker als andere. Dies hat einer ungleichmäßige Korngrößenverteilung zur Folge und es entstehen grobe und feine Kornabschnitte. Das abnormale Kornwachstum steht oft in Verbindung mit der Vergrößerung und Auflösung von Ausscheidungen und sobald die groben Körner auftreten setzt auch wieder normales Kornwachstum ein [1]. Die Metallstruktur nach abnormalen Kornwachstum verschlechtert die Material Eigenschaften. Als Verdeutlichung dient das Hall-Pech Gesetz betrachtet (**Gleichung 23**)

$$\sigma_y = \sigma_0 + \frac{k_y}{\sqrt{d}} \quad (23)$$

Wobei σ_y die Streckgrenze, σ_0 Startspannung für die Versetzungsbewegung und k_y der Korngrenzwiderstand ist. Für unsere Betrachtung entscheidend ist aber die Abhängigkeit der Streckgrenze von d der Korngröße. Daraus folgt, dass durch eine größer Korngröße die Streckgrenze sinkt und deshalb das abnormale Kornwachstum sich negativ auf die mechanischen Eigenschaften auswirkt.

Für die Überprüfung, um welches Kornwachstum es sich handelt wurde mit den Daten aus dem Linienschnittverfahren Histogramme in Origin erstellt um die Verteilung des Klassenanteils der Korngrößen darzustellen. Bei normalen Kornwachstum ist der Klassenanteil über die Klassenmitte logarithmisch normalverteilt. Bei abnormalen Kornwachstum treten hingegen abnormale Peaks auf und die Verteilung der Korngröße ist in diesem Fall bimodal. Subjektiv betrachtet konnte keine bimodale Verteilung festgestellt werden weshalb ein abnormales Kornwachstum ausgeschlossen wurde. Weiters wurde mit dem Kolmogorov-Smirnov Test überprüft, ob die Verteilungen der Messwerte wirklich log-normal verteilt sind. Hierbei wurde festgestellt, dass die Messwerte aus den HT-LSCM Versuchen alle log-normalverteilt sind. Bei der Endkorngrößenbestimmung aus den DM-Aufnahmen wurde festgestellt, dass nicht bei allen Auswertungen die Messwerte log-normalverteilt sind. Die betroffenen Proben sind Fe-1-120 bei 1350°C, Fe-2-80 bei 1050°C und 1150°C sowie Fe-2-120 bei 1050 und 1150°C. Trotzdem wichen diese Messwerte nicht signifikant von einer log-Normalverteilung ab, sodass auch hier von keinem abnormalen Kornwachstum ausgegangen wurde. Um festzustellen, ob der arithmetische Mittelwert auch den Erwartungswert $E(X)$ der log-Normalverteilung widerspiegelt wurde dieser nach der **Gleichung 24** bestimmt [59].

$$E(X) = e^{\mu + \frac{\sigma^2}{2}} \quad (24)$$

σ bezeichnet dabei die Varianz und μ den Mittelwert der log-Normalverteilung. Für die Bestimmung von $E(X)$ müssen aber die Varianz und der Mittelwert berechnet werden. Da dies aber sehr zeitintensiv ist und $E(X)$ vom arithmetischen Mittel nicht stark abweicht wurde für die Auswertung \bar{x} für die Bestimmung der mittleren Korngröße gewählt. Für die Endkorngröße wurden die beide Werte ($E(X)$ und \bar{x}) jedoch zur Kontrolle bestimmt. Für die Berechnung von σ und μ wurde das Programm Origin verwendet. Hier bei konnte festgestellt werden, dass $E(X)$ kaum von arithmetischem Mittelwert \bar{x} abweicht und somit kein abnormales Kornwachstum vorliegt. **Abbildung 6-4** zeigt das Korrelationsdiagramm, in dem eine gute Übereinstimmung zwischen dem Erwartungswert und dem arithmetischen Mittelwert zu erkennen ist. Diese Beobachtung deutet darauf hin, dass es sich um normales Kornwachstum handelt. Außerdem

zeigt dies, dass der arithmetische Mittelwert das richtige Lagemaß für die Beschreibung der Korngröße ist. Da die Bestimmung des Erwartungswerts für jeden Zeitschritt zu zeitaufwendig wäre, wurde der Erwartungswert nur für die Endkorngröße bestimmt und in den Histogrammen (siehe **Abbildung 6-5**-**Abbildung 6-9** und **Anhang A**) angegeben. Für den Verlauf des Kornwachstums wurde der arithmetische Mittelwert verwendet.

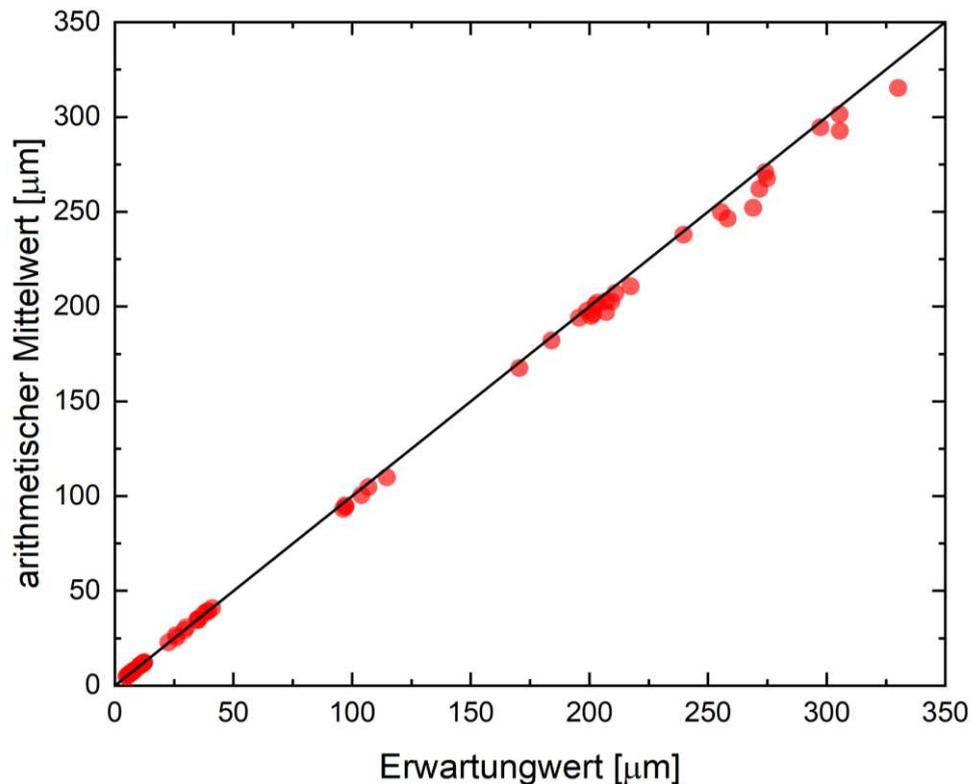
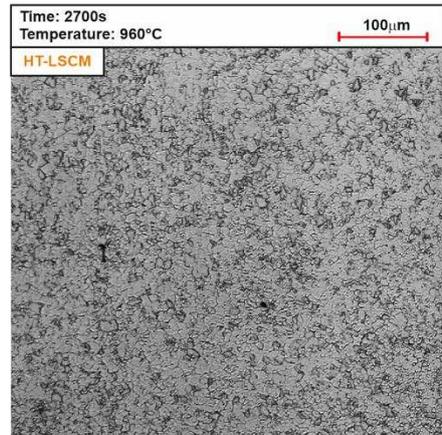
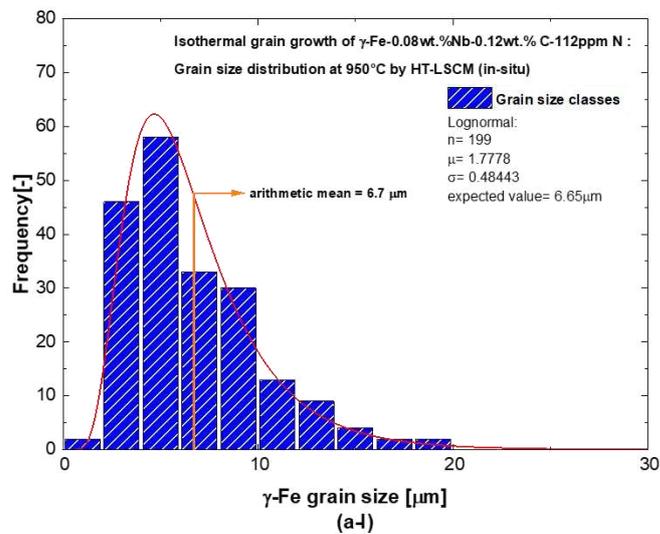
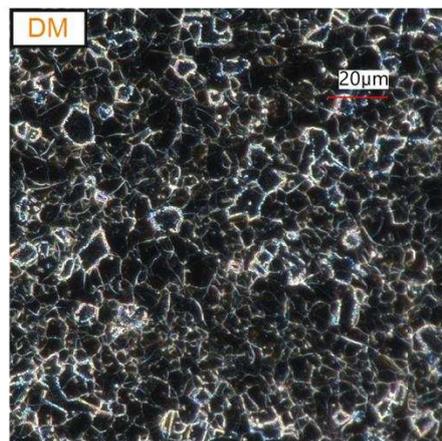
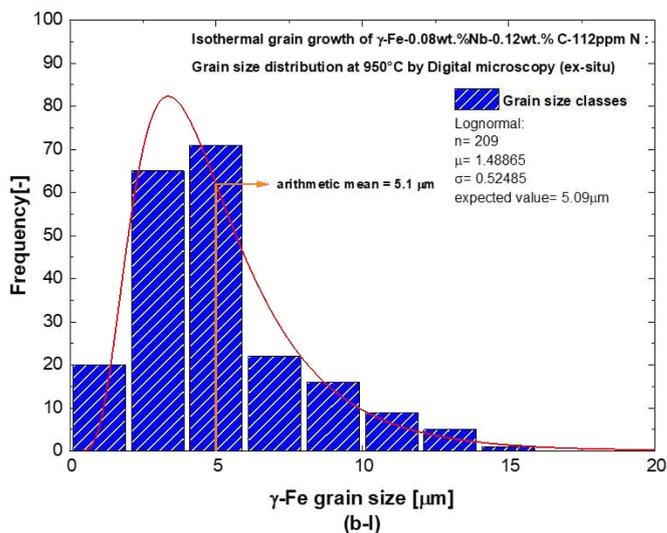


Abbildung 6-4: Korrelationsdiagramm zwischen arithmetischem Mittelwert und Erwartungswert.

Mit Hilfe der Histogramme und mit dem zuvor durchgeführten Test auf log-Normalverteilung konnte gezeigt werden, dass es sich um normales Kornwachstum handelt. **Abbildung 6-5**-**Abbildung 6-9** zeigen die Histogramme der Korngrößenverteilung der Legierung Fe-1-120, wobei die restlichen Histogramme dem **Anhang A** zu entnehmen sind. **Abbildung 6-5** zeigt exemplarisch die Korngrößenverteilung und Gefügebilder der Fe-1-120 Legierung bei 950°C. Bei allen Versuchen bei 950°C konnte eine log-Normalverteilung der Korngröße festgestellt werden. Bei dieser Versuchstemperatur ist dies auch sehr gut in allen Histogrammen zu erkennen und nachzuvollziehen. Bei den Gefügebildern ist auch gut zu erkennen, dass es sich um ein sehr feines und homogenes Korn handelt. Dies liegt vermutlich auch darin, dass es bei dieser Versuchstemperatur kaum zu Kornwachstum kam, wobei auf den Korngrößenverlauf in **Kapitel 7.1.1** genauer eingegangen wird.



HT-LSCM image (a-II)



Digital microscope image (b-II)

Abbildung 6-5: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-120 bei 950°C, a(II) HT-LSCM Mikrofoto Fe-1-120 bei 950°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-120 bei 950°C, b(II) DM Mikrofoto Fe-1-120 bei 950°C

Abbildung 6-6 zeigt die Korngrößenverteilung und Gefügebilder der Fe-1-120 Legierung bei 1050°C. Bei dieser Versuchstemperatur besitzen alle Korngrößenverläufe der HT-LSCM Versuche eine log-Normalverteilung. Jedoch wurde bei der DM-Endkorngrößenbestimmung festgestellt, dass bei den Legierungen Fe-2-80 und Fe-2-120 die log-Normalverteilung zurückgewiesen wurde. Die Korngrößenverteilung und Gefügebilder der anderen Legierungen sind dem **Anhand A** zu entnehmen. Trotzdem liegen die Ergebnisse nicht deutlich von einer log-Normalverteilung entfernt, wie auch die Histogramme zeigen. Zudem ist anhand der Histogramme erkennbar, dass es sich auch nicht um eine Binomialverteilung der Korngröße

handelt. Zusammen mit den Gefügebildern konnte deshalb auch abnormales Kornwachstum ausgeschlossen werden. In den Gefügebildern der Legierungsserie 2 ist bereits ein Anstieg in der Korngröße erkennbar, worauf in **Kapitel 7.1.2** näher eingegangen wird.

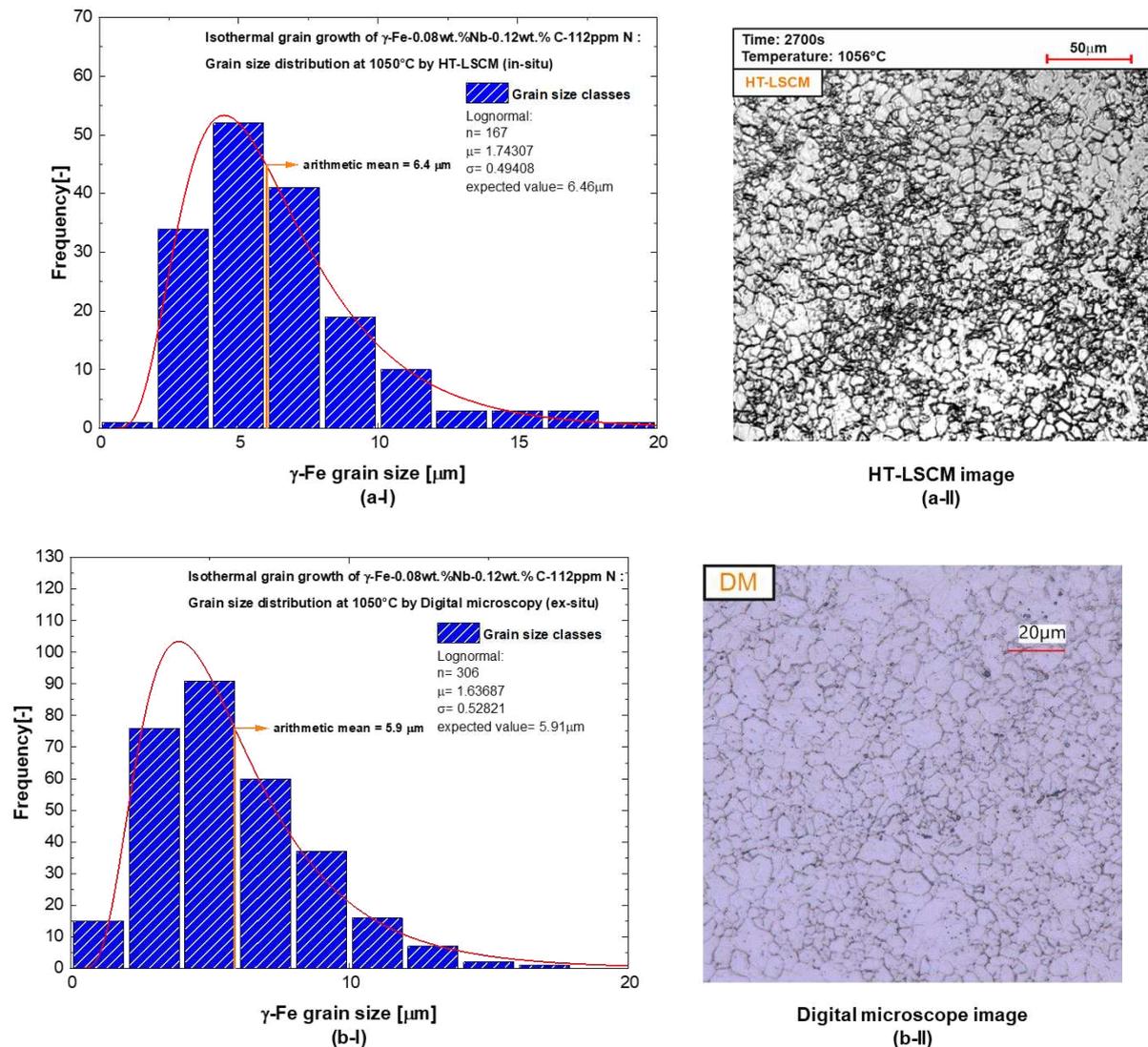


Abbildung 6-6: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-120 bei 1050°C, a(II) HT-LSCM Mikrofoto Fe-1-120 bei 1050°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-120 bei 1050°C, b(II) DM Mikrofoto Fe-1-120 bei 1050°C

Abbildung 6-7 zeigt die Korngrößenverteilung und Gefügebilder der Fe-1-120 Legierung bei 1150°C. Bei dieser Versuchstemperatur besitzen alle Korngrößenverläufe der HT-LSCM Versuche eine log-Normalverteilung. Jedoch konnte bei der Endkorngrößenbestimmung der DM-Aufnahmen bei den Legierungen Fe-2-80 und Fe-2-120 wieder eine Abweichung der Korngrößenverteilung von log-Normal festgestellt werden. Aber auch hier wichen die

Ergebnisse nicht weit von einer log-Normalverteilung ab und wiesen auch keine Binomialverteilung auf. Weiters ist auch in den Gefügebildern kein abnormales Kornwachstum ersichtlich. Die Kornverteilungen und Gefügebilder der anderen Legierungen können den **Anhang A** entnommen werden. Hier ist bei allen Gefügebildern schon ein Anstieg in der Korngröße zu sehen worauf in **Kapitel 7.1.3** genauer eingegangen wird.

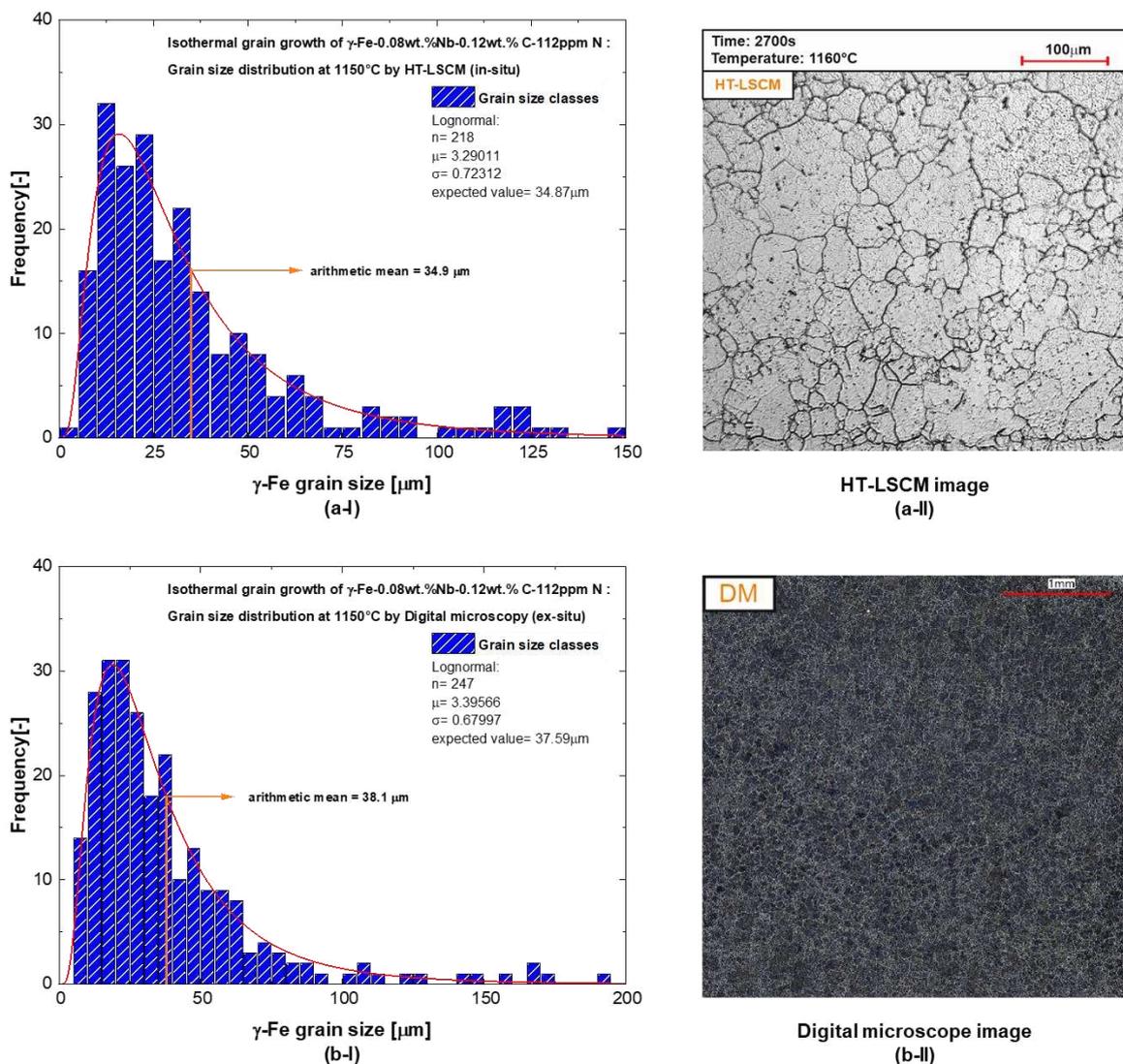


Abbildung 6-7: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-120 bei 1150°C, a(II) HT-LSCM Mikrofoto Fe-1-120 bei 1150°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-120 bei 1150°C, b(II) DM Mikrofoto Fe-1-120 bei 1150°C

Abbildung 6-8 zeigt die Korngrößenverteilung und Gefügebilder der Fe-1-120 Legierung bei 1250°C. Bei dieser Versuchstemperatur besitzen alle Korngrößenverläufe eine log-Normalverteilung und es wurde bei keiner Auswertung eine log-Normalverteilung zurückgewiesen. Bei dieser Haltetemperatur konnte in den Gefügebildern einen deutlichen

Anstieg der Korngröße festgestellt werden, worauf in **Kapitel 7.1.4** näher eingegangen wird. Die Korngrößenverteilungen und Gefügebilder der restlichen Legierungen sind **Anhand A** zu entnehmen.

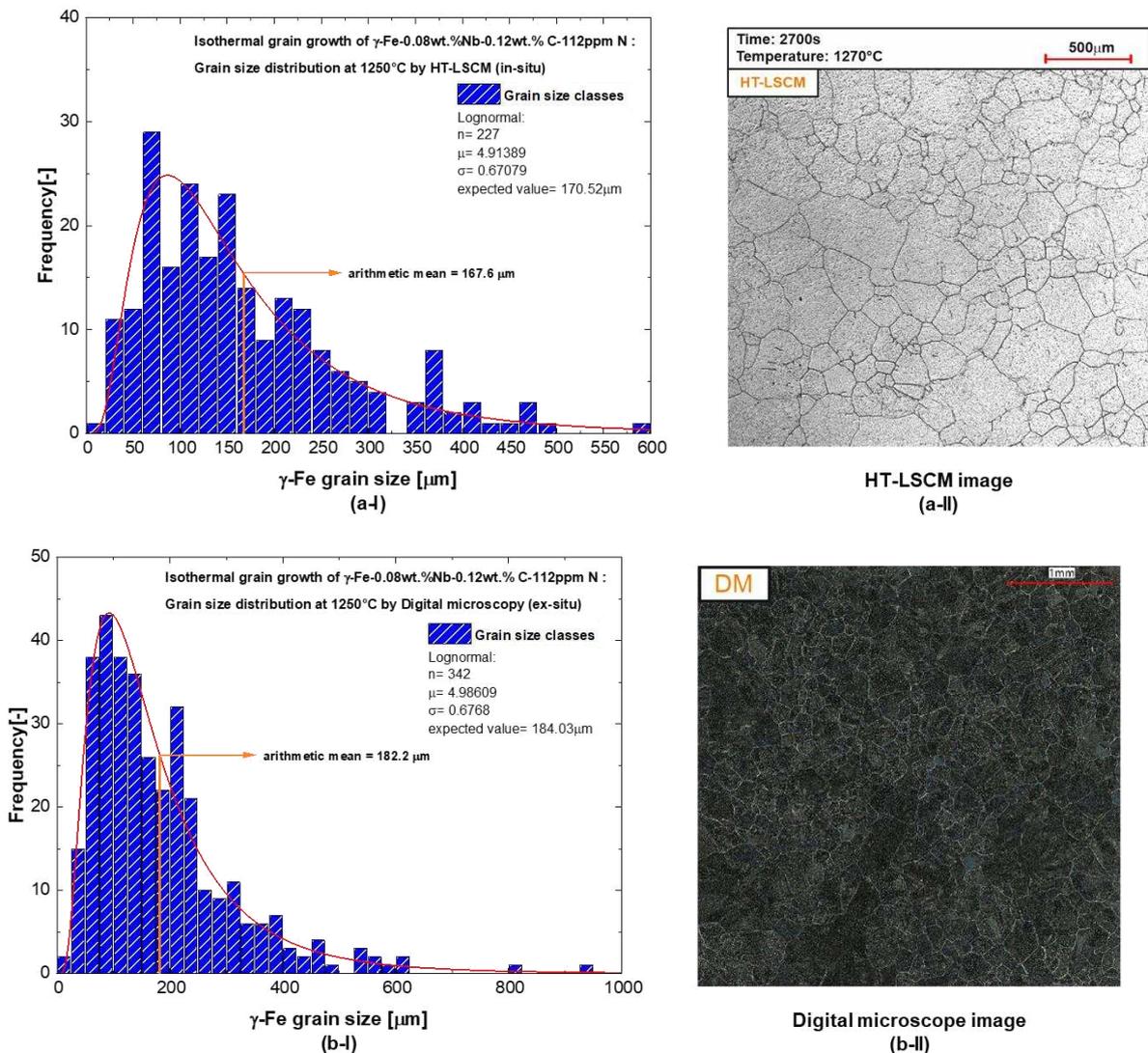


Abbildung 6-8: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-120 bei 1250°C, a(II) HT-LSCM Mikrofoto Fe-1-120 bei 1250°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-120 bei 1250°C, b(II) DM Mikrofoto Fe-1-120 bei 1250°C

Abbildung 6-9 zeigt die Korngrößenverteilung und Gefügebilder der Fe-1-120 Legierung bei 1350°C. Bei dieser Versuchstemperatur besitzen alle Korngrößenverläufe der HT-LSCM Versuche eine log-Normalverteilung. Bei der Endkorngrößenbestimmung der DM-Aufnahmen wurde festgestellt, dass bei der Legierung Fe-1-120 die log-Normalverteilung zurückgewiesen wurde. Auch hier lagen nicht viele Messpunkte außerhalb der log-Normalverteilung. In

Abbildung 6-9 ist zu erkennen, dass das Histogramm auf kein abnormaler Kornwachstum hindeutet. Das Gefügebild lässt auch den Schluss zu, dass es hier ebenfalls um normales Kornwachstum handelt und abnormales Kornwachstum ausgeschlossen werden kann. Die Korngrößen Verteilungen und Gefügebilder der anderen Legierungen sind aus **Anhang A** zu entnehmen.

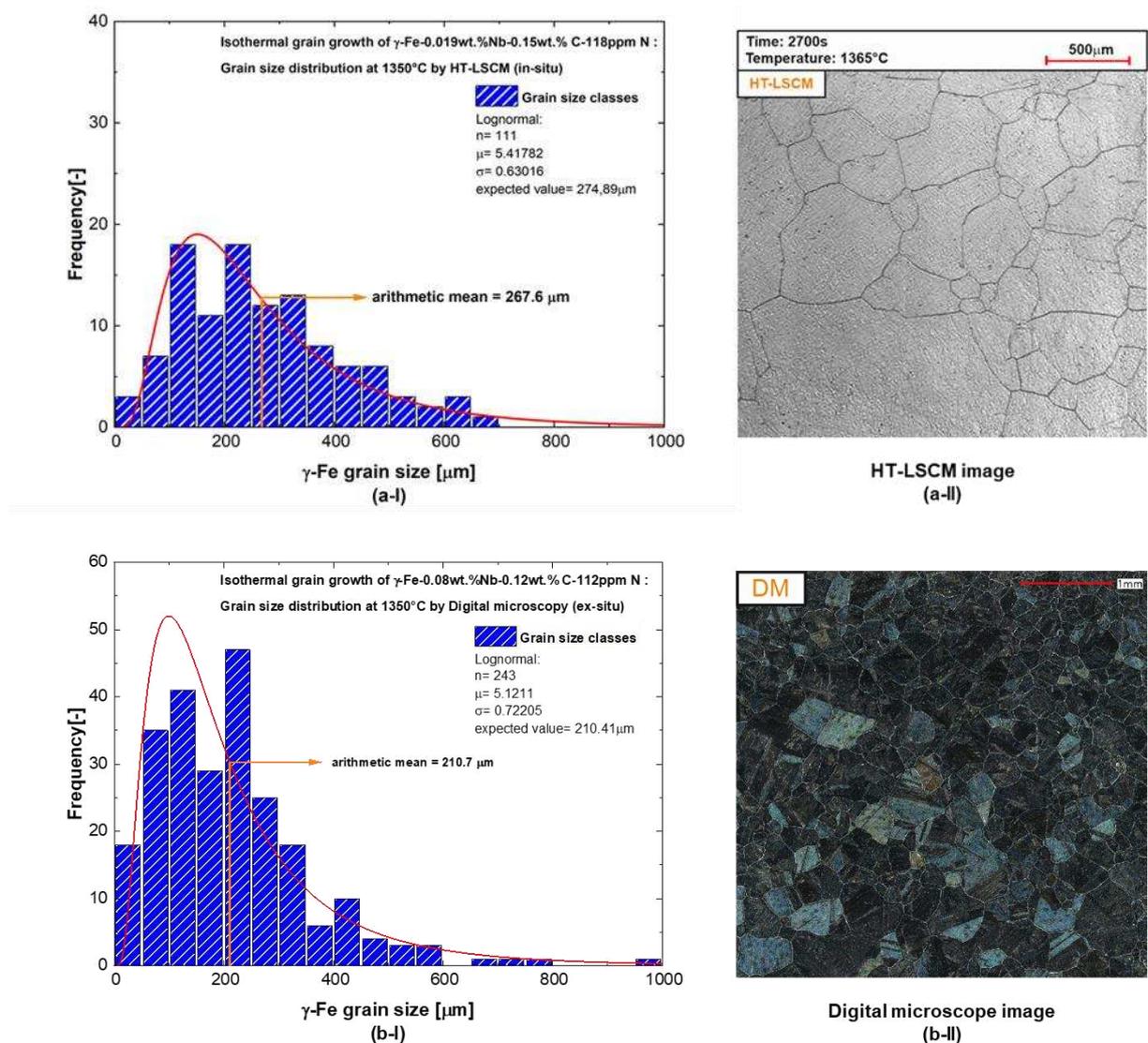


Abbildung 6-9: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-120 bei 1350°C, a(II) HT-LSCM Mikrofoto Fe-1-120 bei 1350°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-120 bei 1350°C, b(II) DM Mikrofoto Fe-1-120 bei 1350°C

Abschließend lässt sich festhalten, dass die Ergebnisse zumeist log-normalverteilt sind und es sich um normales Kornwachstum handelt.

7 Ergebnisse und Diskussion

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der Untersuchung zusammengefasst und die Ergebnisse interpretiert.

7.1 Entwicklung der Austenitkorngröße

In diesem Kapitel wird auf den Verlauf der Austenitkorngröße bei den unterschiedlichen isothermen Haltetemperaturen näher eingegangen. Die Ausgangskorngröße wurde auf 5 μm festgelegt, da die kleinsten gemessenen Korngrößen bei etwa 5 μm lagen. Aus diesem Grund wurde angenommen, dass die Anfangskorngröße ebenfalls in der Nähe von 5 μm liegt. Alle gemessenen Ergebnisse werden mit einem Konfidenzintervall von 95% angegeben. Die Kornwachstumsfunktionen wurden mithilfe von Origin erstellt. Durch die Anpassung dieser Kurven wurde auf die Korngröße zum Zeitpunkt des Erreichens der Haltetemperatur zurückgerechnet, falls eine direkte Korngrößenbestimmung zu diesem Zeitpunkt nicht möglich war.

7.1.1 Entwicklung der Austenitkorngröße bei 950°C

Abbildung 7-1 zeigt die Entwicklung der Austenitkorngröße bei einer isothermen Haltetemperatur von 950°C. Es ist ein klarer Unterschied zwischen den beiden Legierungsserien (Fe-1 und Fe-2) zu erkennen. Die Serie Fe-2 mit einem Nb-Gehalt von ca. 0.02 wt.-% zeigt eine deutlich größere mittlere Korngröße im Vergleich zur Serie Fe-1 mit etwa 0.08 wt.-% Nb. Jedoch kam es bei beiden Legierungsserien zu keinem starken Kornwachstum. Bei den HT-LSCM Versuchen wurden für Fe-1-60 eine Endkorngröße von 7.64 μm , für Fe-1-80 von 5.84 μm und für Fe-1-120 von 6.66 μm festgestellt. Aus den DM-Aufnahmen ergab sich eine Endkorngröße von 6.25 μm für Fe-1-60, 5.85 μm für Fe-1-80 und 6.65 μm für Fe-1-120. Im Vergleich dazu wurde bei den HT-LSCM Versuchen eine Korngröße von 11.07 μm für Fe-2-60, 11.02 μm für Fe-2-80 und 12.14 μm für Fe-2-120 bestimmt. Aus den DM-Aufnahmen ergab sich eine Endkorngröße von 12.37 μm für Fe-2-60, 12.07 μm für Fe-2-80 und 11.93 μm für Fe-2-120. Somit unterscheidet sich die Korngröße der beiden Legierungsserien um etwas 5-6.5 μm bei dieser Haltetemperatur. Die Interpretation der Ergebnisse erfolgt in **Kapitel 7.3.1**.

Die Ergebnisse der Messungen mit den Erwartungswerten sind dem **Anhang B 1** zu entnehmen.

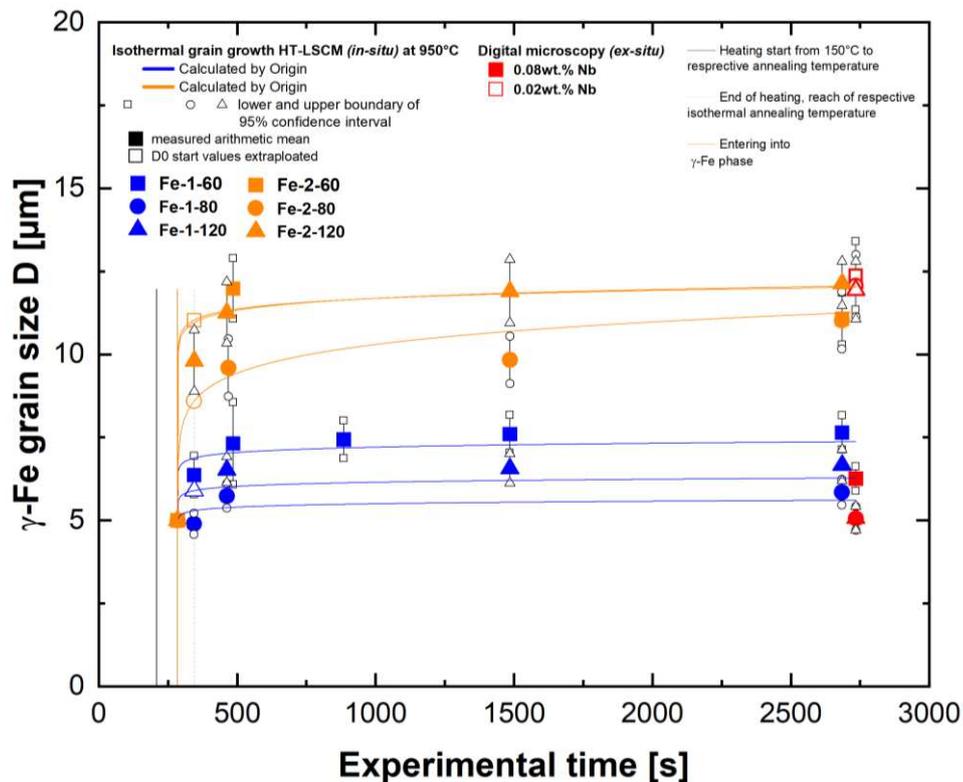


Abbildung 7-1: Entwicklung der Austenitkorngröße bei 950°C.

7.1.2 Entwicklung der Austenitkorngröße bei 1050°C

Abbildung 7-2 zeigt das Austenitkornwachstum während dem HT-LSCM bei einer Haltetemperatur von 1050°C. Dabei zeigt sich ein noch deutlicherer Unterschied zwischen den beiden Legierungsserien. In der Serie Fe-1 ist weiterhin kaum Kornwachstum zu beobachten, während bei der Legierungsserie Fe-2 ein deutlicher Anstieg der Korngröße zu verzeichnen ist. Die Endkorngröße bei den HT-LSCM Versuchen beträgt für Fe-1-60 10.97 µm, für Fe-1-80 10.43 µm und für Fe-1-120 6.44 µm. Aus den DM-Aufnahmen konnte eine Endkorngröße von 8.20 µm für Fe-1-60, 8.15 µm für Fe-1-80 und 5.86 µm für Fe-1-120 ermittelt werden. Im Gegensatz dazu beträgt gemessene Endkorngröße aus den HT-LSCM Versuchen bei Fe-2-60 29.26 µm, bei Fe-2-80 25.45 µm und bei Fe-2-120 22.84 µm. Die aus den DM-Aufnahmen bestimmte Endkorngröße beträgt für Fe-2-60 35.41 µm, für Fe-2-80 30.93 µm und für Fe-2-120 26.64 µm. Die Fe-2 Legierungen zeigen zu Beginn ein deutliches Kornwachstum welches über die Zeit abnimmt. In **Kapitel 7.3.2** wird noch näher darauf eingegangen. Dem **Anhand B1** sind die Endkorngrößen und die Erwartungswerte zu entnehmen.

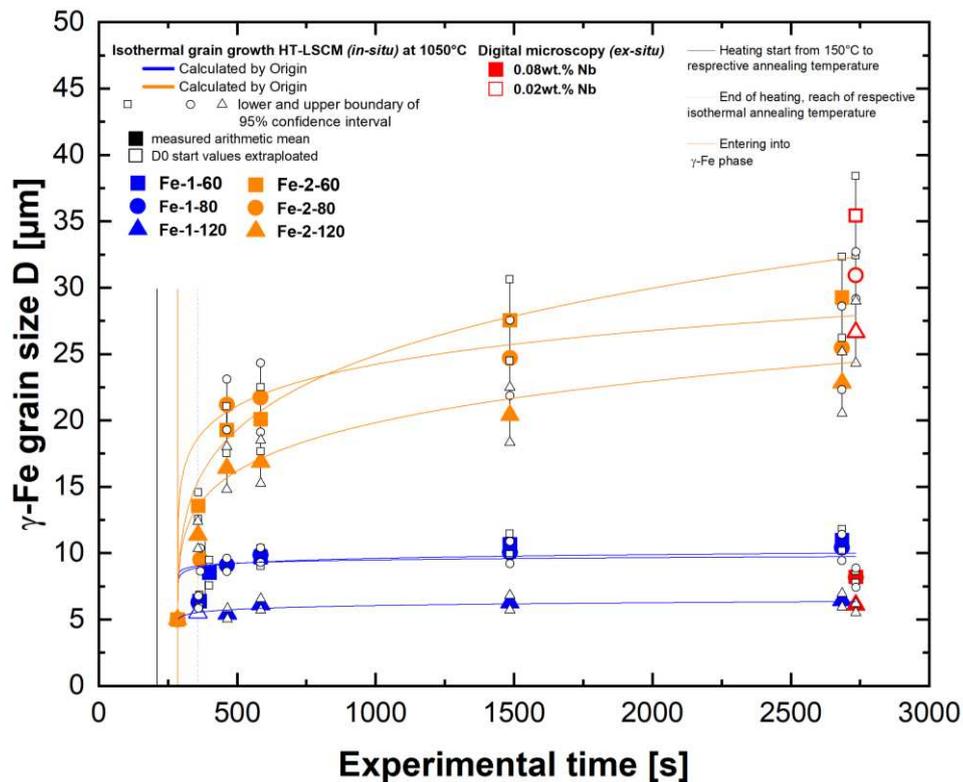


Abbildung 7-2: Entwicklung der Austenitkorngröße bei 1050°C.

7.1.3 Entwicklung der Austenitkorngröße bei 1150°C

Abbildung 7-3 zeigt den Verlauf der Austenitkorngröße bei einer Haltetemperatur von 1150°C. Auch hier weisen die beiden Legierungsserien sehr unterschiedliche Endkorngrößen auf. Die Körner der Fe-2 Serie sind rund 60 μm größer als jene der Fe-1 Serie. Bei den Fe-1 Legierungen tritt zu Beginn Kornwachstum auf, jedoch nimmt dieses im Laufe der Zeit stark ab. Bei Fe-2 Legierungen ist zu Beginn eine deutliche Vergrößerung der Körner feststellbar. Im Verlauf des Versuchs flacht die Kornwachstumskurve aber auch etwas ab, da mit steigender Korngröße die Triebkraft für das Kornwachstum abnimmt. In HT-LSCM-Untersuchungen wurde festgestellt, dass die Endkorngrößen für Fe-1-60 bei 39.20 μm , für Fe-1-80 bei 34.61 μm und für Fe-1-120 bei 34.95 μm liegen. Aus den DM-Aufnahmen ergaben sich Korngrößen von 40.97 μm für Fe-1-60, 39.41 μm für Fe-1-80 und 38.05 μm für Fe-1-120. Die Endkorngröße von Fe-2-60, Fe-2-80 und Fe-2-120 liegen bei den HT-LSCM Versuchen bei 95.11 μm , 93.28 μm und 94.31 μm . Bei den DM-Aufnahmen wurde für Fe-2-60, Fe-2-80 und Fe-2-120 eine leicht größere Endkorngröße von 104.82 μm , 109.98 μm und 100.58 μm ermittelt. In Kapitel 7.3.3 wird noch näher auf mögliche Gründe eingegangen. In Anhand B1

sind der arithmetische Mittelwert und der Erwartungswert der einzelnen Legierungen bei der Haltetemperatur von 1150°C aufgeführt.

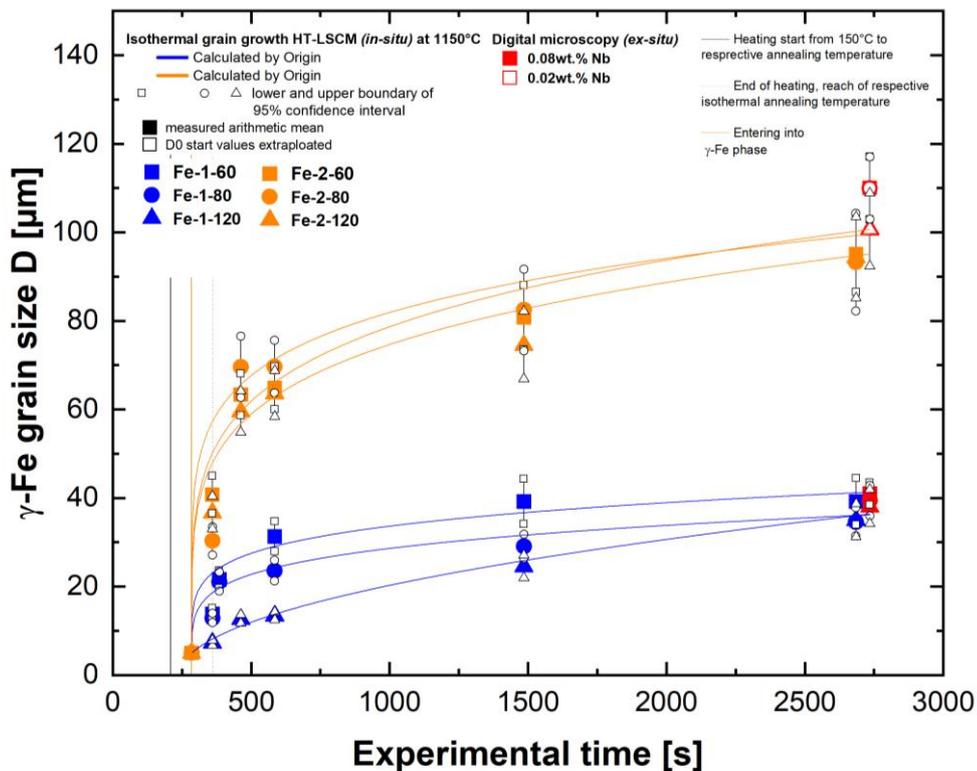


Abbildung 7-3: Entwicklung der Austenitkorngröße bei 1150°C.

7.1.4 Entwicklung der Austenitkorngröße bei 1250°C

Abbildung 7-4 zeigt das AGG bei einer isothermen Haltetemperatur von 1250°C. Darin ist zu erkennen, dass die Körner der Fe-1 Legierungen zu Beginn etwas langsamer wachsen als jene der Fe-2 Legierungen. Jedoch nähert sich die Endkorngröße der Fe-1 Serie stark an jene der Fe-2 Serie an. Wodurch die Endkorngröße dieser Legierungen bei dieser Temperatur sehr ähnlich ist. Bei allen Proben kam es zu einem deutlichen Kornwachstum über die gesamte Versuchsdauer, wobei mit der Zunahme der Korngröße das Kornwachstum etwas abnimmt. Die HT-LSCM Untersuchungen ergaben für Fe-1-60 eine Endkorngröße von 196.25 μm , für Fe-1-80 von 194.20 μm und für Fe-1-120 von 167.59 μm . Die DM-Aufnahmen lieferte Korngrößen von 207.14 μm für Fe-1-60, 202.11 μm für Fe-1-80 und 182.20 μm für Fe-1-120. Im Vergleich dazu konnte bei den HT-LSCM-Versuchen eine Endkorngröße von 200.76 μm für Fe-2-60, 202.72 μm für Fe-2-80 und 197.79 μm für Fe-2-120 bestimmt werden. Aus den DM-Aufnahmen wurden für Fe-2-60, Fe-2-80 und Fe-2-120 ähnliche Werte von 195.08 μm , 202.87 μm bzw. 197.14 μm festgestellt. Wie zuvor erwähnt befindet sich die Endkorngröße aller

Legierungen im selben Bereich. In dem **Kapitel 7.3.4** wird noch näher auf die Hintergründe eingegangen. Dem **Anhang B1** sind der arithmetische Mittelwert und der Erwartungswert der einzelnen Legierungen bei der Haltetemperatur von 1250°C zu entnehmen.

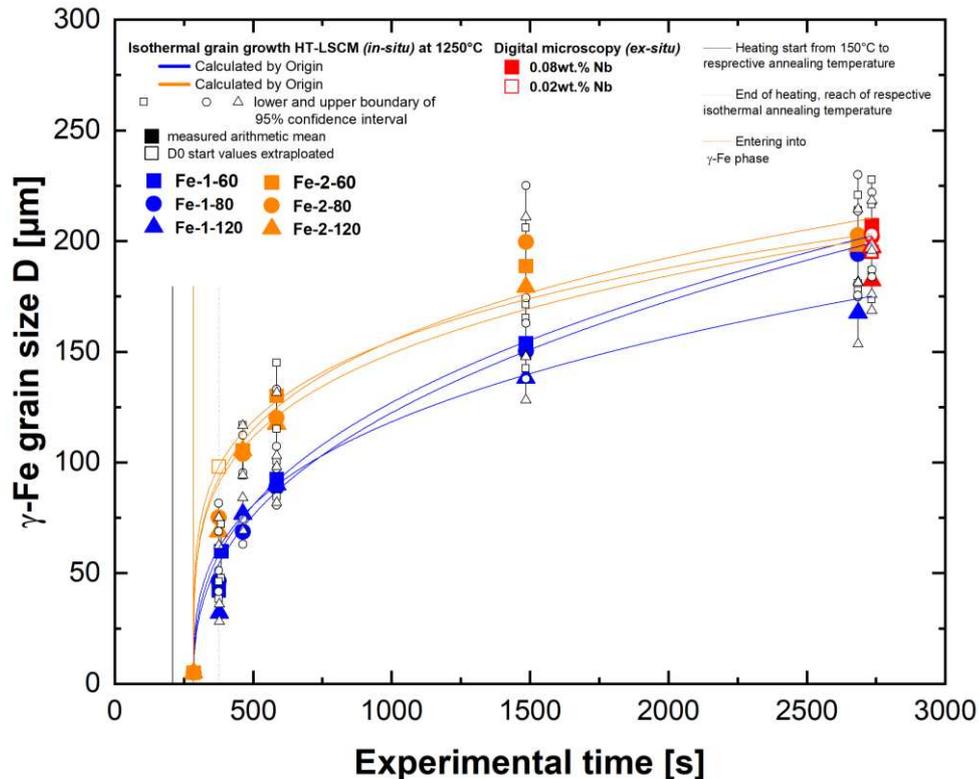


Abbildung 7-4: Entwicklung der Austenitkorngröße bei 1250°C.

7.1.5 Entwicklung der Austenitkorngröße bei 1350°C

Abbildung 7-5 zeigt das AGG während dem HT-LSCM Versuchs bei einer Haltetemperatur von 1350°C. Hier kommt es gleich zu Beginn zu einer starken Zunahme der Korngröße. Jedoch flacht die Kurve danach wieder stark ab. Bei dieser Haltetemperatur ist das Kornwachstum der beiden Legierungssysteme sehr ähnlich. Hier kann kaum ein Unterschied zwischen den beiden Legierungssystemen festgestellt werden. Die Ergebnisse der HT-LSCM-Untersuchungen zeigten eine Endkorngröße von 294.65 μm für Fe-1-60, 301.45 μm für Fe-1-80 und 237.92 μm für Fe-1-120. Die DM-Aufnahmen ergaben Korngrößen von 315.30 μm für Fe-1-60, 292.77 μm für Fe-1-80 und 210.71 μm für Fe-1-120. Im Vergleich dazu wurden bei den HT-LSCM-Versuchen Endkorngrößen von 249.81 μm für Fe-2-60, 270.90 μm für Fe-2-80 und 267.57 μm für Fe-2-120 ermittelt. Die DM-Aufnahmen ergaben ähnliche Werte von 262.17 μm für Fe-2-60, 246.45 μm für Fe-2-80 und 252.14 μm für Fe-2-120. In **Kapitel 7.3.5** wird noch näher auf die Hintergründe eingegangen. Dem **Anhang B1** sind der arithmetische Mittelwert

und der Erwartungswert der einzelnen Legierungen bei der Haltetemperatur von 1350°C zu entnehmen.

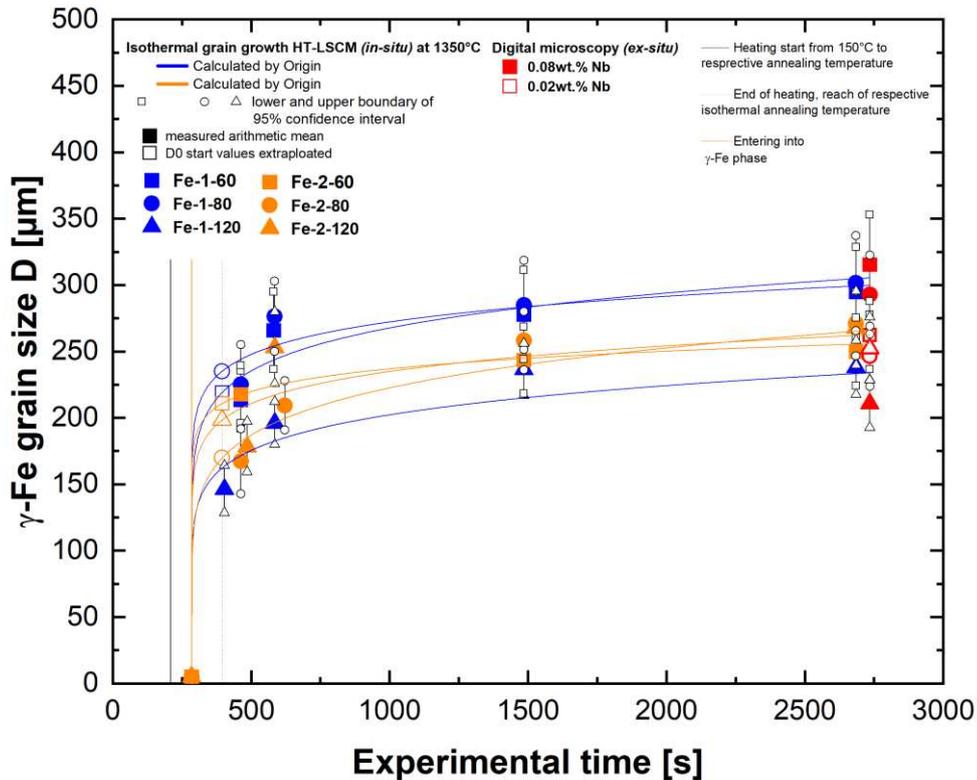


Abbildung 7-5: Entwicklung der Austenitkorngröße bei 1350°C.

7.2 Validierung der Pinning-Kräfte

Im **Kapitel 4.4** wird bereits beschrieben, dass für das Kornwachstum eine treibende Kraft benötigt wird. Allerdings können dieser treibenden Kraft auch Kräfte entgegenwirken. Diese Kräfte umfassen den Pinning-Effekt (**Kapitel 4.5**) und/oder den Solute-Drag-Effekt (**Kapitel 4.6**). Um die Pinning-Kraft berechnen zu können, wurden im Rahmen einer anderen Arbeit Referenzproben mit den drei unterschiedlichen N-Gehalte (60 ppm, 80 ppm, 120 ppm) hergestellt und bei den 5 Haltetemperaturen HT-LSCM-Versuche durchgeführt. Die Analyseergebnisse der Referenzproben sind aus der **Tabelle 7-I** zu entnehmen.

Tabelle 7-I: Chemische Zusammensetzung der Referenzproben.

Proben Bezeichnung	wt.% C	wt.% Nb	ppm N	wt.% Fe
Fe-C-N_R1	0.14	<0.01	58.30	99.70
Fe-C-N_R2	0.14	<0.01	72.10	99.70
Fe-C-N_R3	0.13	<0.01	109.00	99.70

Wobei nur bis zur Haltetemperatur 1250°C die Berechnungen durchgeführt wurden, da die Datenlage der Referenzlegierungen über 1350°C zu dünn war. Fuchs N. [1] beschreibt in ihrer Dissertation die Modellierung des Austenitkornwachstums und wie daraus die Pinning-Kraft berechnet werden kann. Entsprechend dieser Methode wurde auch in dieser Arbeit vorgegangen, um die Pinning-Kraft zu berechnen, die dem Kornwachstum entgegenwirkt. Für die Berechnung wurde die **Gleichung 17** als Grundlage verwendet. Durch Umformen erhält man die **Gleichung 25**, wobei **Gleichung 16** die Mobilität **M** ersetzt. **ΔP** wird als (**P_D**-**P_Z**) definiert, wobei **P_D** die treibende Kraft für das Kornwachstum darstellt und **P_Z** die entgegenwirkende Kraft repräsentiert. Der Zeitexponenten **n** wird durch **m** repräsentiert, wobei **m=(1/n)-1** gilt und entsprechend ersetzt wird.

$$v = M_0 * e^{\left(\frac{-Q}{R*T}\right)} * (P_D - P_Z) \left(\frac{1}{n}\right)^{-1} \quad (25)$$

Gleichung 25 wird noch weiter umgeformt, durch das Ersetzen von **v** durch $\frac{1}{2} \frac{dD}{dt}$ und Definition von **M₀*=2M₀** ergibt sich die einfache Differentialgleichung nach **Gleichung 26**.

$$\frac{dD}{dt} = M_0^* * e^{\left(\frac{-Q}{R*T}\right)} * \left(\gamma * \frac{k_D}{D} - P_Z\right) \left(\frac{1}{n}\right)^{-1} \quad (26)$$

Die Gleichung wird diskretisiert, um sie für die Modellierung anwendbar zu machen. Aus diesem Grund werden die Gesamtzeit **t** in Zeitschritte von **Δt = 0,5 s** unterteilt. Der aktuelle Zeitschritt wird durch **t+Δt** definiert. Der Zeitpunkt ab dem ein vollständig austenitisches Gefüge vorliegt ist der Zeitpunkt Null. Dies entspricht dem Temperaturschritt bei 860°C während der Erwärmung. Die Anfangskorngröße **D₀** konnte zu diesem Zeitpunkt noch nicht bestimmt werden und wurde deshalb auf 5 μm festgelegt, da dies etwa der kleinsten gemessenen Korngröße entspricht. Für die Berechnung werden die thermischen Zyklen aus **Abbildung 6-2** verwendet wobei die Zeitschritte **Δt** entsprechen. Daraus ergibt sich **Gleichung 27**.

$$D_{t+\Delta t} = D_{\Delta t} + \Delta t * M_0^* * e^{\left(\frac{-Q}{R*T_{t+\Delta t}}\right)} * \left(\gamma * \frac{k_D}{D_{\Delta t}} - P_Z\right)^{\left(\frac{1}{n}\right)-1} \quad (27)$$

Dank der Referenzlegierungen konnte die Endkorngröße bestimmt werden, wenn kein Nb legiert ist und sich deshalb keine Nb(C,N) bilden konnten. Für die Berechnung wurde die Endkorngröße der Referenzlegierungen verwendet, welche aus den DM-Aufnahmen bestimmt wurde. Mit Ausnahme von R3 bei der Haltetemperatur von 1250°C, hier wurde die Endkorngröße aus den HT-LSCM Versuch verwendet, da nicht genügend Datenpunkte aus den DM-Aufnahmen vorhanden waren. Die genauen Endkorngrößen der Referenzlegierungen sind dem **Anhang B2** zu entnehmen. Dadurch konnte für jeden N-Gehalt die Aktivierungsenergie **Q** bei den vier Haltetemperaturen (950-1250°C) bestimmt werden. **Abbildung 7-6** zeigt die unterschiedlichen **Q** bei den isothermen Haltetemperaturen. Die Korngröße zu dem aktuellen Zeitschritten wird durch definiert **D_{t+Δt}**. Die Korngröße des davor berechneten Zeitschrittes wird durch **D_{Δt}** angegeben. Der Prä-Mobilitäts-Faktor **M₀** wurde mit 0.002 festgelegt [1]. Der treibende Kraftkoeffizient wird gemäß der modifizierten Zener-Annahme mit **k_D=1** angenommen [1]. Die Oberflächenenergie **γ** wurde nach **Gleichung 28** berechnet [30]. Für den Zeitexponenten **n** gilt, **n=0.5** [1].

$$\gamma = (0.8 - 0.35 * \text{wt. \%C}^{0.68}) \quad (28)$$

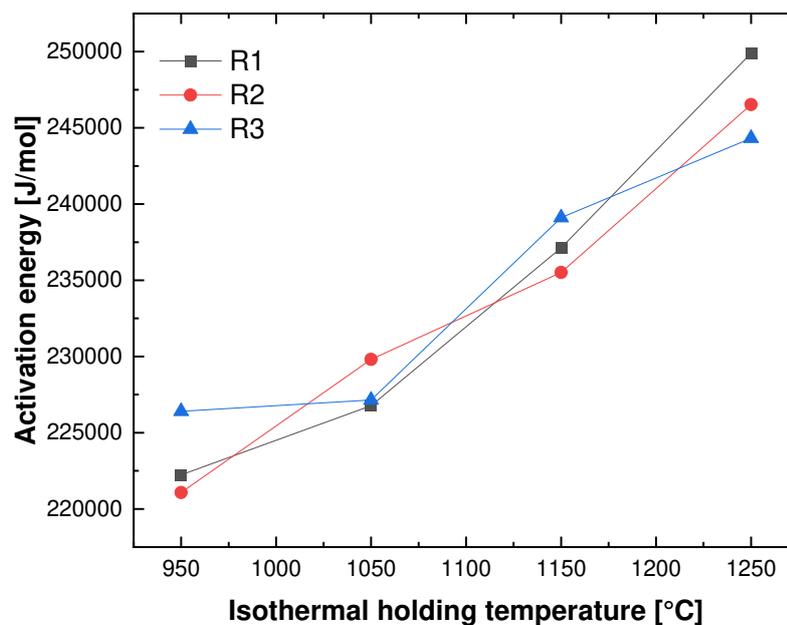


Abbildung 7-6: Aktivierungsenergie Q der Referenzlegierungen bei den Haltetemperaturen.

Nach Berechnung der Aktivierungsenergien wurde die erforderliche Pinning-Kraft (P_2) bestimmt, um die Endkorngröße der Versuchslegierungen zu erreichen. Hierbei wurde die Endkorngröße verwendet, die aus den DM-Aufnahmen ermittelt wurde (siehe **Anhang B1**). Das Verfahren bietet eine grobe Abschätzung der Pinning-Kraft, jedoch ohne detaillierte Informationen über Volumenanteile und Größe der Pinning-Teilchen. **Abbildung 7-7** stellt die geschätzten Pinning-Kräfte für verschiedene Temperaturen und Legierungen dar. Die Pinning-Kraft wird als konstante Kraft betrachtet und durch die Balken im Diagramm visualisiert. Diese Darstellung bietet lediglich eine grobe Einschätzung der Pinning-Größenordnung und zeigt, dass die höchsten Pinning-Kräfte im Bereich von mehreren 10000 J/m³ liegen. Aus dem Diagramm lässt sich auch ablesen, dass die Nb(C,N)-Partikel sich ab einer bestimmten Temperatur auflösen und die Pinning-Kraft abnimmt. Im Diagramm ist klar ersichtlich, dass die Pinning-Kraft bei der Legierungsserie 1 am deutlichsten ausgeprägt ist, und selbst bei 1150°C immer noch eine bedeutende Pinning-Wirkung festgestellt werden kann. Des Weiteren zeigt sich, dass die Pinning-Kraft bei der Legierungsserie 2 signifikant geringer ist im Vergleich zur Legierungsserie 1. Ab 1250°C wird jedoch deutlich, dass die Pinning-Kraft gegen das Kornwachstum kaum noch wirksam ist. Diese Entwicklung wird in **Kapitel 7.3** genauer beleuchtet.

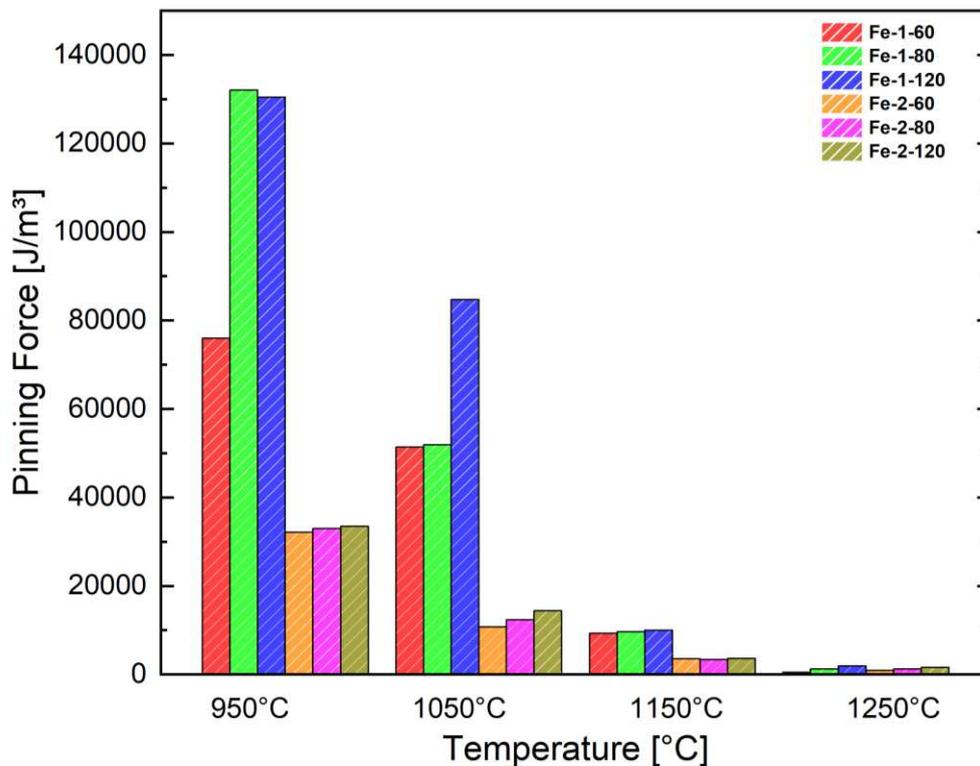


Abbildung 7-7: Geschätzte Pinning-Kräfte, die von Nb(C,N) ausgeübt werden.

7.3 Diskussion der Ergebnisse

Zur Diskussion der Ergebnisse wird **Abbildung 7-8** herangezogen, die das Austenitkornwachstum anschaulich darstellt. Die Endkorngrößen sind jene die aus den DM-Aufnahmen bestimmt wurden. Im Diagramm ist deutlich ersichtlich, dass die Korngröße mit steigender Temperatur zunimmt. Um den Zusammenhang zwischen dem Pinning-Effekt und der Korngröße genauer zu untersuchen, wurde **Abbildung 7-9** erstellt. Durch die Kombination dieser beiden Darstellungen lässt sich der Verlauf der Korngröße anschaulich erklären und der Einfluss des Pinning-Effekts besser verstehen. In den folgenden Unterkapiteln wird auf jede Haltetemperatur genauer eingegangen.

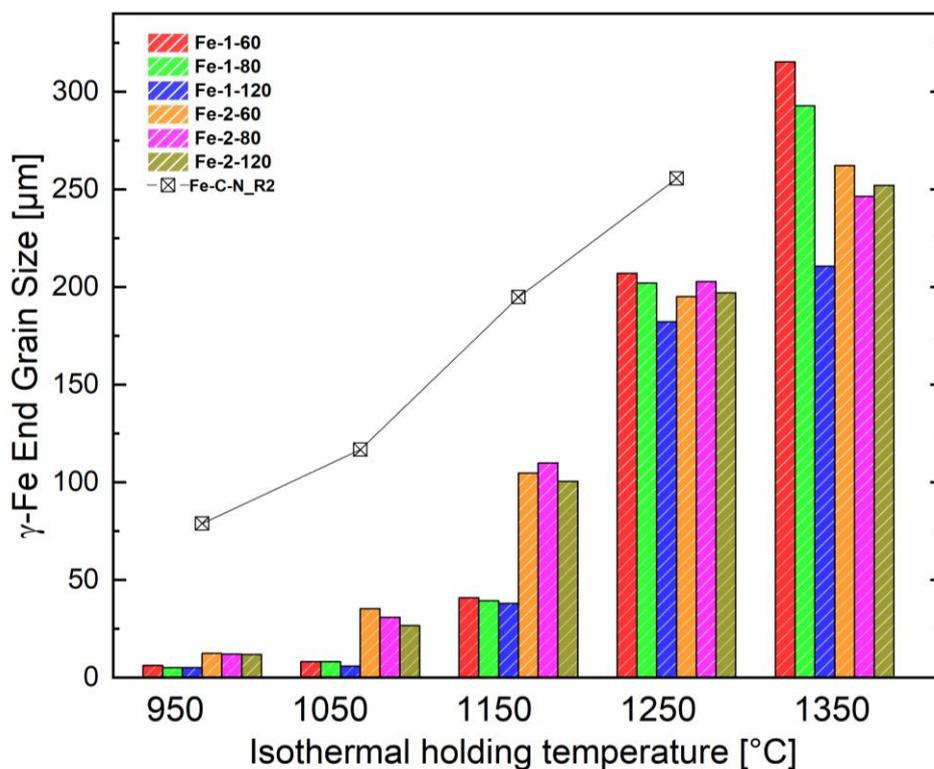


Abbildung 7-8: Endgültige Austenitkorngröße nach 2400 s isothermem Halten.

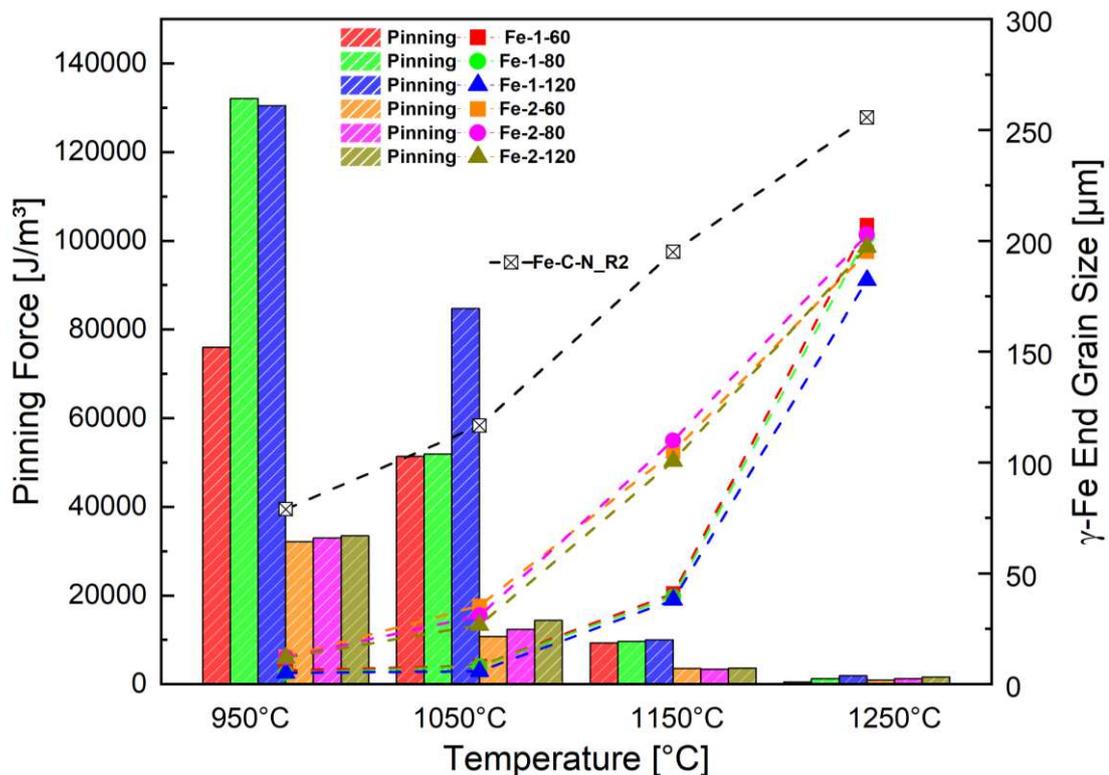


Abbildung 7-9: Geschätzte Pinning-Kräfte und Endgültige Austenitkorngröße nach 2400 s isothermem Halten.

7.3.1 Isotherme Haltetemperatur 950°C

Bei dieser Haltetemperatur ist deutlich zu erkennen, dass das Kornwachstum bei allen Versuchslegierungen stark unterdrückt wurde. Die Nb(C,N)-Partikel sind bei dieser Temperatur stabil und lösen sich nicht auf, was die starken Pinning-Kräfte erklärt. Bei allen Versuchslegierungen konnte ein starker Kornfeinungseffekt beobachtet werden, wodurch die Korngröße um 50-70 μm im Vergleich zu den Referenzlegierungen gesenkt wurde. Die Legierungsserie Fe-1 besitzt einen höheren Nb-Gehalt (0,08 wt.-%), was zur Bildung von zahlreichen Nb(C,N)-Ausscheidungen führt und folglich das Kornwachstum stark behindert. Auch die Legierungsserie Fe-2 zeigt einen starken Pinning-Effekt bei dieser Haltetemperatur, jedoch liegen die geschätzten Pinning-Kräfte einige 10000 J/m^3 niedriger (siehe **Abbildung 7-9**). Dies führt zu einer leicht größeren Korngröße im Vergleich zu der Legierungsserie Fe-1. Dennoch ist auch hier eine deutlich kleinere Korngröße zu beobachten. Mit der Erhöhung des N-Gehalts konnte festgestellt werden, dass auch die Korngröße etwas kleiner wurde. Allerdings konnten bei dieser Haltetemperatur keine signifikanten Effekte durch die Erhöhung des N-Gehalts auf die Korngröße festgestellt werden. Dennoch ist ein Trend erkennbar. Bei allen Versuchslegierungen konnte ein starker Kornfeinungseffekt beobachtet werden. Dies

war durch die Bildung von Nb(C,N)-Partikeln zu erwarten und bestätigt die Erwartungen an die durchgeführten Versuche.

7.3.2 Isotherme Haltetemperatur 1050°C

Auch bei dieser Haltezeit zeigt sich ein ausgeprägter Pinning-Effekt. Die geschätzten Pinning-Kräfte für die Fe-1 Proben liegen deutlich über 10.000 J/m^3 , während sie für die Fe-2 Legierungen im Bereich um die 10.000 J/m^3 liegen (siehe **Abbildung 7-9**). Daher weisen die Fe-2 Legierungen im Vergleich zu den Fe-1 Proben eine größere Korngröße auf, mit einem Unterschied von etwa $15\text{-}20 \mu\text{m}$ zwischen den beiden Serien. Im Gegensatz dazu zeigen die Nb-legierten Stähle im Vergleich zu den Referenzlegierungen eine signifikant kleinere Korngröße, was ebenfalls auf die Nb(C,N)-Ausscheidungen zurückzuführen ist. Es wird angenommen, dass diese Ausscheidungen bei dieser Haltezeit stabil sind und sich nicht auflösen, wie bereits in **Kapitel 5.1.1** beschrieben. Durch den höheren Nb-Gehalt in den Fe-1 Legierungen können mehr Carbonitride gebildet werden, was das Kornwachstum stärker hemmt und zu einer geringeren Korngröße führt. Die Erhöhung des N-Gehalts in den Legierungen hat ebenfalls eine Kornverkleinerung zur Folge, wobei anzunehmen ist, dass der erhöhte N-Gehalt die Bildung der Ausscheidungen begünstigt. Alle untersuchten Legierungen zeigen einen hemmenden Effekt auf das Kornwachstum.

7.3.3 Isotherme Haltetemperatur 1150°C

Die isotherme Haltetemperatur von 1150°C ist besonders interessant, da sie die letzte Temperatur ist, bei der noch deutliche Pinning-Effekte beobachtet werden konnten. **Abbildung 7-9** zeigt eindeutig, dass die Pinning-Kräfte bei dieser Temperatur deutlich geringer sind als bei den niedrigeren Temperaturen. Aufgrund der deutlichen Zunahmen der Korngröße bei den Fe-2 Legierungen, könnte man vermuten, dass sich die Nb(C,N)-Ausscheidungen bei dieser Temperatur auflösen. Dennoch ist die Korngröße im Vergleich zu den Referenzlegierungen immer noch deutlich kleiner, was darauf hindeutet, dass die Carbonitride bis zur Auflösung das Kornwachstum noch stark unterdrückten, oder nicht vollständig aufgelöst wurden. Das AGG beginnt beim Aufheizen der Proben ab der Umwandlung von Ferrit in Austenit, wobei die Umwandlungstemperatur bei etwa 860°C liegt (siehe **Kapitel 6.3.1**). Ab diesem Zeitpunkt kommt es zwar zum Kornwachstum, jedoch sind die Nb(C,N)-Ausscheidungen noch stabil und hemmen das Kornwachstum, bis sie sich auflösen. Somit wird während dem Aufheizen das Kornwachstum gehemmt. Nach der Auflösung der Nb(C,N)-Ausscheidungen liegen die Nb-Atome gelöst in der Matrix und können

über den Solute-Drag-Effekt dem Kornwachstum entgegenwirken. Bei der Fe-1 Legierung ist der Kornfeinde-Effekt natürlich noch viel stärker ausgeprägt, was zu einer deutlich kleineren Korngröße führt (siehe **Abbildung 7-8**). Ein weiteres Indiz dafür, dass auch in den Fe-2 Legierungen ein Kornfeinender-Effekt vorliegen muss, ist das Verhältnis der Korngrößen von Fe-1 zu Fe-2, das ähnlich wie bei den Haltetemperaturen von 950°C und 1050°C ist. Die Korngröße ist etwa immer doppelt so groß. Der Einfluss des N-Gehalts auf die Korngröße war nicht ganz so deutlich wie bei den Versuchen mit 1050°C, dennoch konnte auch hier ein Trend erkannt werden.

7.3.4 Isotherme Haltetemperatur 1250°C

Ab dieser isothermen Haltetemperatur von 1250°C kann angenommen werden, dass die Nb(C,N)-Ausscheidungen sich auflösen. Die **Abbildung 7-9** zeigt, dass kaum eine hemmende Wirkung des Kornwachstums festgestellt werden konnte. Trotzdem weisen beide Legierungsserien (Fe-1 und Fe-2) eine geringere Korngröße als die Referenzlegierungen auf, was darauf hindeutet, dass andere Kräfte das Kornwachstum beeinflussen. Wie in **Kapitel 7.3.3** beschrieben beginnt das AGG der Proben ab der Umwandlung von Ferrit in Austenit und kann zu Beginn durch die Nb(C,N)-Ausscheidungen gehemmt werden, bis sie sich auflösen. Nach der Auflösung der Nb(C,N)-Ausscheidungen liegen die Nb-Atome gelöst in der Matrix und können über den Solute-Drag-Effekt dem Kornwachstum entgegenwirken. Dieser Effekt ist jedoch wesentlich schwächer als der Pinning-Effekt und hat bei hohen Temperaturen nur einen geringen Einfluss auf das AGG. Die Endkorngröße der beiden Legierungsserien ist sehr ähnlich. Zunächst wachsen die Körner bei den Fe-1 Legierungen deutlich langsamer, was auf die größere Anzahl an stabilen Nb(C,N)-Ausscheidungen zurückzuführen ist. Jedoch nähert sich die Korngröße der Fe-1 Serie derjenigen der Fe-2 Serie stark an. Daher kann ab dieser Haltetemperatur und bei langen Haltezeiten kaum ein Einfluss des erhöhten Nb-Gehalts festgestellt werden. Die unterschiedlichen Nb-Gehalte zeigten auch keinen eindeutigen Einfluss auf das AGG.

7.3.5 Isotherme Haltetemperatur 1350°C

Bei dieser Haltetemperatur wurden keine Berechnungen bezüglich der Widerstandskräfte gegen das AGG durchgeführt, da die Datenlage der Referenzproben bei dieser Temperatur nicht ausreichend war. Es kann jedoch angenommen werden, dass sich das AGG ähnlich wie bei der Haltetemperatur von 1250°C verhält, wobei der Kornfeinde-Effekt vermutlich noch schwächer ausfällt. Dabei ist anzunehmen, dass bei dieser Temperatur auch keine Nb(C,N)-

Ausscheidungen vorliegen. Die Endkorngrößen der Legierungen sind recht ähnlich und die Konfidenzintervalle überschneiden sich. Es konnte kein eindeutiger Effekt der Legierungszusammensetzung auf das AGG festgestellt werden. Dies liegt vermutlich auch daran, dass bei dieser hohen Temperatur die Mobilität der Korngrenzen stark erhöht ist, was bedeutet, dass sie sich leichter bewegen können und der Solute-Drag-Effekt daher kaum wirksam wird. Bei den Fe-1 Legierungen konnte eine Abnahme der Korngröße mit zunehmendem N-Gehalt beobachtet werden, jedoch nicht bei der Fe-2 Serie. Daher ist unklar, inwieweit der N-Gehalt einen Einfluss auf das AGG besitzt.

7.4 Zusammenfassung

Bei den untersuchten isothermen Haltetemperaturen von 950°C, 1050°C, 1150°C, 1250°C und 1350°C wurde das Kornwachstum in verschiedenen Legierungen analysiert, um den Einfluss von Nb(C,N)-Partikeln auf dieses Phänomen zu verstehen:

- **950°C:** Bei dieser Temperatur wurde festgestellt, dass das Kornwachstum bei allen Versuchslegierungen stark unterdrückt war. Dies wurde auf die Bildung von stabilen Nb(C,N)-Partikeln zurückgeführt, welche starke Pinning-Kräfte erzeugten. Legierungen mit höherem Nb-Gehalt (wie die Fe-1 Serie) zeigten noch eine ausgeprägte Kornfeinung, da sie mehr Nb(C,N)-Ausscheidungen aufwiesen. Durch die Nb(C,N) Ausscheidungen wurde die Korngröße im Vergleich zu Referenzlegierungen um 50-70 µm reduziert.
- **1050°C:** Auch bei 1050°C war ein ausgeprägter Pinning-Effekt zu sehen. Fe-1 Legierungen hatten höhere Pinning-Kräfte und daher kleinere Korngrößen im Vergleich zu Fe-2. Die Nb-legierten Stähle zeigten ebenfalls kleinere Korngrößen aufgrund stabiler Nb(C,N)-Ausscheidungen. Ein höherer Nb-Gehalt führte zu einer stärkeren Kornverfeinerung, ebenso wie eine Erhöhung des N-Gehalts.
- **1150°C:** Bei 1150°C waren Pinning-Effekte immer noch vorhanden, aber schwächer als bei niedrigeren Temperaturen. Fe-2 Legierungen zeigten größere Korngrößen im Vergleich zu Fe-1, was darauf hindeutet, dass Nb(C,N)-Ausscheidungen sich auflösen könnten. Dennoch waren die Korngrößen im Vergleich zu Referenzlegierungen klein. Der Einfluss des N-Gehalts war hier weniger deutlich als bei 1050°C.
- **1250°C:** Bei der isothermen Haltetemperatur von 1250°C lösten sich die Nb(C,N)-Ausscheidungen auf. Dennoch wiesen sowohl die Fe-1 als auch die Fe-2

Legierungen eine geringere Korngröße als die Referenzlegierungen auf. Die Endkorngröße der Fe-1 und Fe-2 Legierungen war ähnlich, was darauf hindeutet, dass der erhöhte Nb-Gehalt keinen deutlichen Einfluss auf das Kornwachstum hatte. Insgesamt war bei 1250°C noch immer ein Effekt auf das Kornwachstum zu beobachten, jedoch weniger ausgeprägt als bei niedrigeren Temperaturen

- **1350°C:** Hier war der Einfluss der Legierungszusammensetzung auf das Kornwachstum weniger deutlich. Durch die sehr hohe Temperatur war, die Mobilität der Korngrenzen stark erhöht, was bedeutet, dass sich die Körner leichter bewegen konnten und der Effekt des gelösten Nb sehr gering war. Die Endkorngrößen der Legierungen waren recht ähnlich, und es konnte kein eindeutiger Effekt der Legierungszusammensetzung auf das Kornwachstum festgestellt werden.

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass Nb(C,N)-Partikel das Kornwachstum bei den untersuchten Temperaturen hemmten. Legierungen mit höherem Nb-Gehalt zeigten eine stärkere Kornfeinung. Der Einfluss des N-Gehalts auf das Kornwachstum war weniger deutlich, obwohl eine Tendenz zur Kornverkleinerung beobachtet wurde.

Anhang A. Korngrößenverteilungen

Für die bessere Übersicht wurden die restlichen Korngrößenverteilungen im Anhang beigelegt.

Abbildung A 1: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-60 bei 950°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-1-60 bei 950°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-60 bei 950°C, b(II) DM Gefügebild Fe-1-60 bei 950°C86

Abbildung A 2: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-60 bei 1050°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-1-60 bei 1050°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-60 bei 1050°C, b(II) DM Gefügebild Fe-1-60 bei 1050°C87

Abbildung A 3: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-60 bei 1150°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-1-60 bei 1150°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-60 bei 1150°C, b(II) DM Gefügebild Fe-1-60 bei 1150°C88

Abbildung A 4: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-60 bei 1250°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-1-60 bei 1250°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-60 bei 1250°C, b(II) DM Gefügebild Fe-1-60 bei 1250°C89

Abbildung A 5: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-60 bei 1350°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-1-60 bei 1350°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-60 bei 1350°C, b(II) DM Gefügebild Fe-1-60 bei 1350°C90

Abbildung A 6: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-80 bei 950°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-1-80 bei 950°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-80 bei 950°C, b(II) DM Gefügebild Fe-1-80 bei 950°C91

Abbildung A 7: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-80 bei 1050°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-1-80 bei 1050°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-80 bei 1050°C, b(II) DM Gefügebild Fe-1-80 bei 1050°C92

Abbildung A 8: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-80 bei 1150°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-1-80 bei 1150°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-80 bei 1150°C, b(II) DM Gefügebild Fe-1-80 bei 1150°C93

Abbildung A 9: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-80 bei 1250°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-1-80 bei 1250°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-80 bei 1250°C, b(II) DM Gefügebild Fe-1-80 bei 1250°C	94
Abbildung A 10: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-80 bei 1350°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-1-80 bei 1350°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-80 bei 1350°C, b(II) DM Gefügebild Fe-1-80 bei 1350°C	95
Abbildung A 11: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-60 bei 950°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-60 bei 950°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-60 bei 950°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-60 bei 950°C	96
Abbildung A 12: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-60 bei 1050°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-60 bei 1050°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-60 bei 1050°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-60 bei 1050°C	97
Abbildung A 13: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-60 bei 1150°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-60 bei 1150°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-60 bei 1150°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-60 bei 1150°C	98
Abbildung A 14: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-60 bei 1250°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-60 bei 1250°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-60 bei 1250°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-60 bei 1250°C	99
Abbildung A 15: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-60 bei 1350°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-60 bei 1350°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-60 bei 1350°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-60 bei 1350°C	100
Abbildung A 16: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-80 bei 950°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-80 bei 950°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-80 bei 950°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-80 bei 950°C	101
Abbildung A 17: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-80 bei 1050°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-80 bei 1050°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-80 bei 1050°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-80 bei 1050°C	102
Abbildung A 18: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-80 bei 1150°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-80 bei 1150°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-80 bei 1150°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-80 bei 1150°C	103
Abbildung A 19: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-80 bei 1250°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-80 bei 1250°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-80 bei 1250°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-80 bei 1250°C	104

Abbildung A 20: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-80 bei 1350°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-80 bei 1350°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-80 bei 1350°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-80 bei 1350°C 105

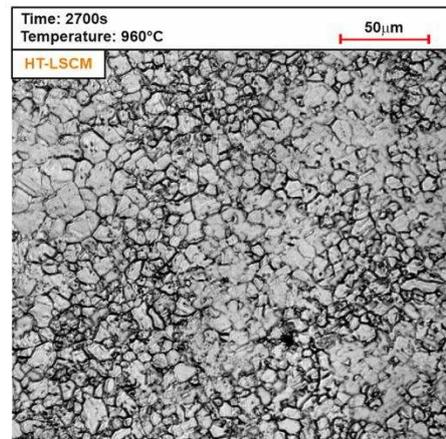
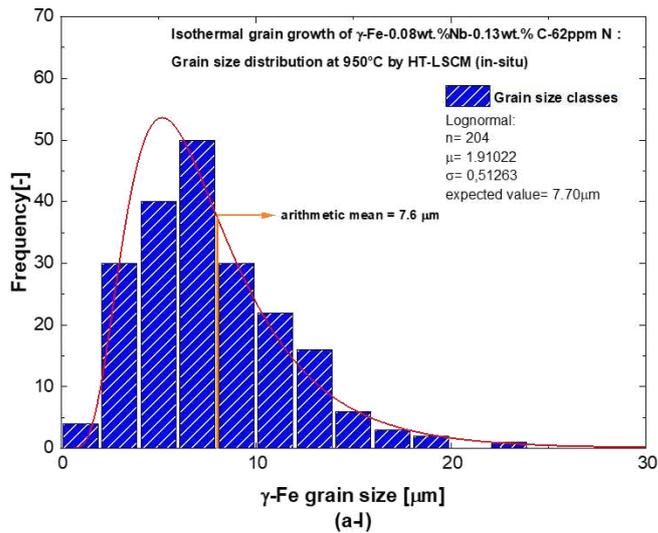
Abbildung A 21: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-120 bei 950°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-120 bei 950°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-120 bei 950°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-120 bei 950°C 106

Abbildung A 22: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-120 bei 1050°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-120 bei 1050°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-120 bei 1050°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-120 bei 1050°C..... 107

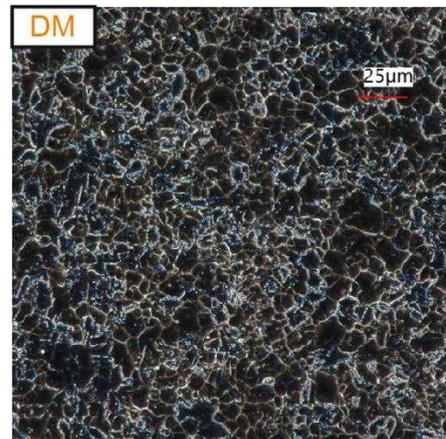
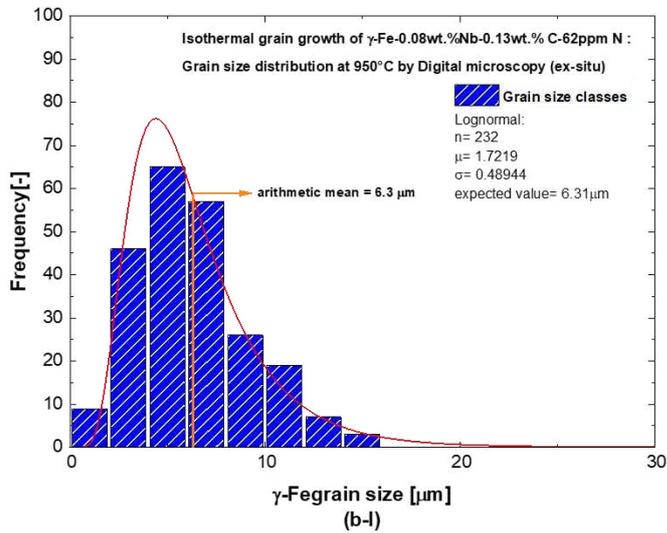
Abbildung A 23: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-120 bei 1150°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-120 bei 1150°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-120 bei 1150°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-120 bei 1150°C..... 108

Abbildung A 24: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-120 bei 1250°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-120 bei 1250°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-120 bei 1250°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-120 bei 1250°C..... 109

Abbildung A 25: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-120 bei 1350°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-120 bei 1350°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-120 bei 1350°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-120 bei 1350°C..... 110

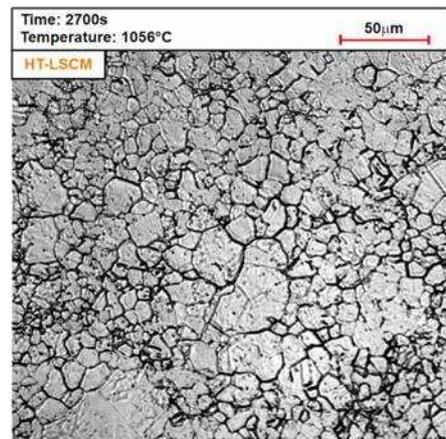
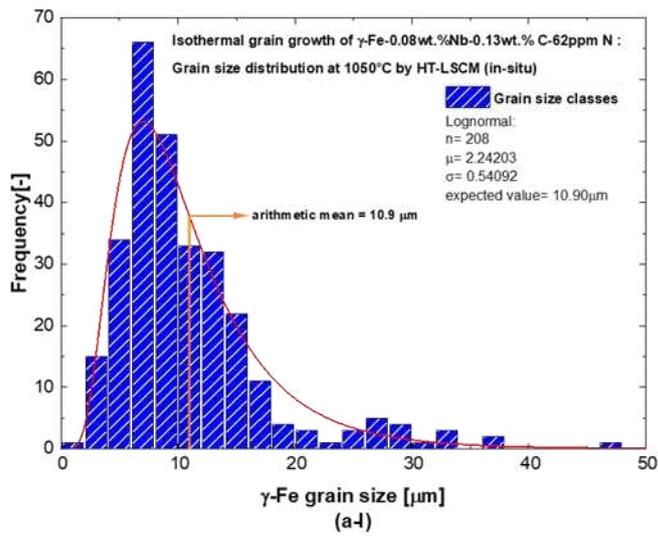


HT-LSCM image
(a-II)

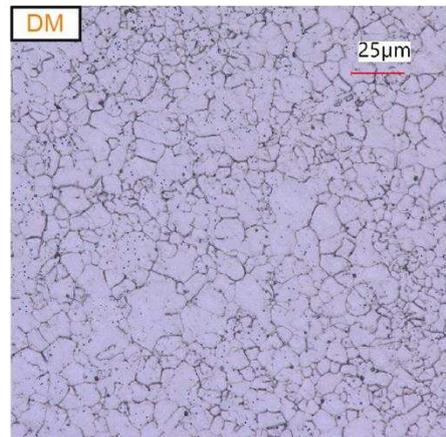
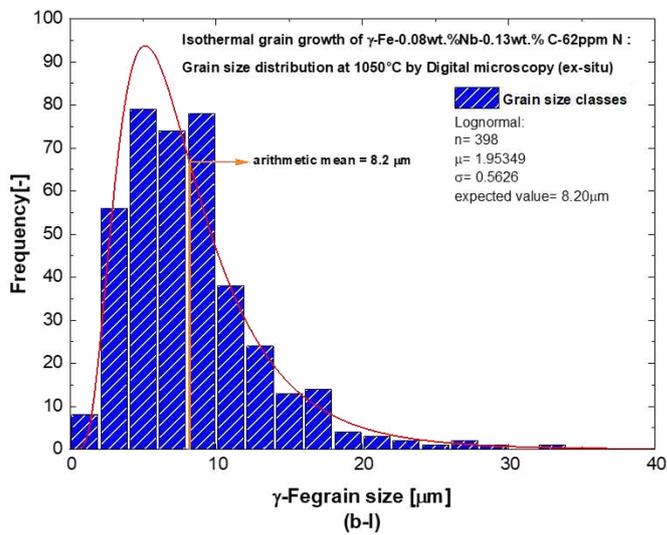


Digital microscope image
(b-II)

Abbildung A 1: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-60 bei 950°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-1-60 bei 950°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-60 bei 950°C, b(II) DM Gefügebild Fe-1-60 bei 950°C



HT-LSCM image
(a-II)



Digital microscope image
(b-II)

Abbildung A 2: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-60 bei 1050°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-1-60 bei 1050°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-60 bei 1050°C, b(II) DM Gefügebild Fe-1-60 bei 1050°C

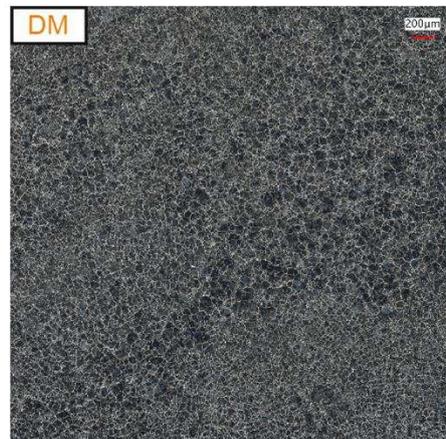
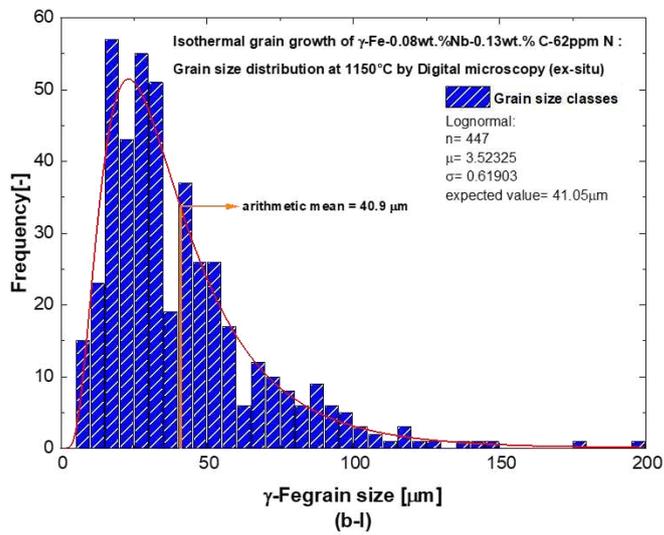
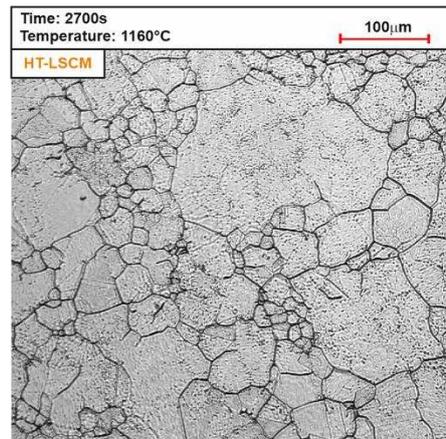
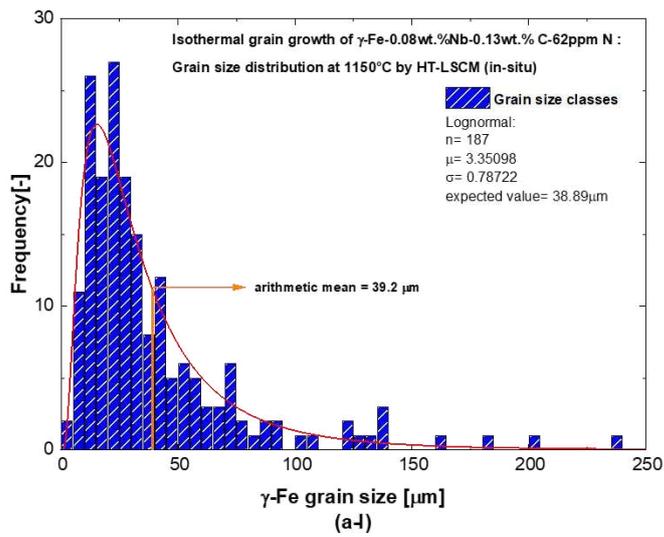
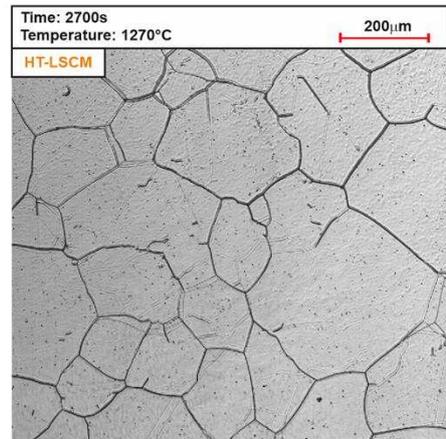
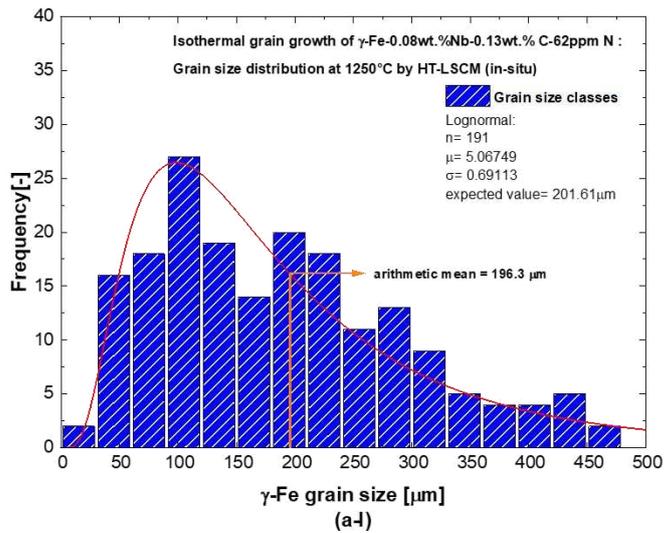
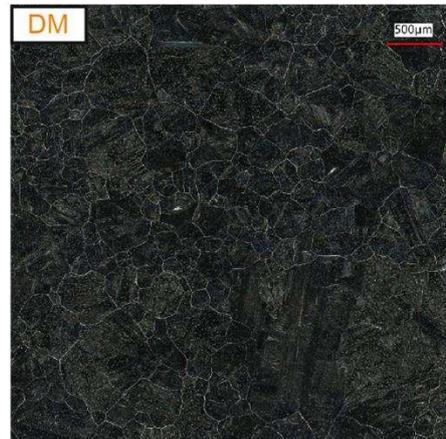
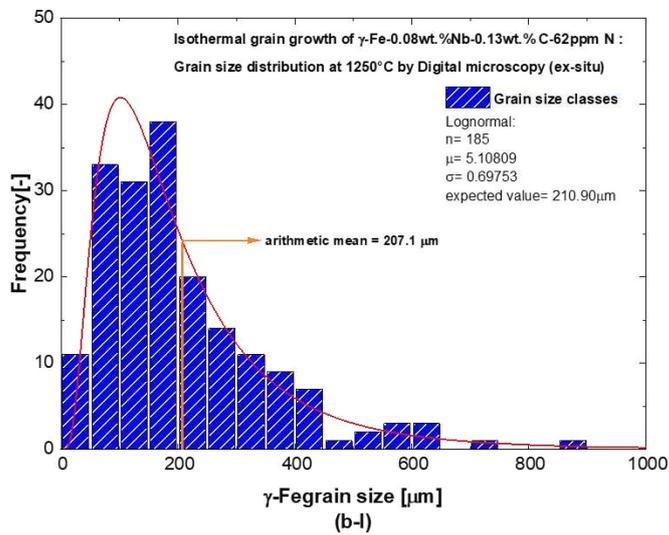


Abbildung A 3: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-60 bei 1150°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-1-60 bei 1150°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-60 bei 1150°C, b(II) DM Gefügebild Fe-1-60 bei 1150°C

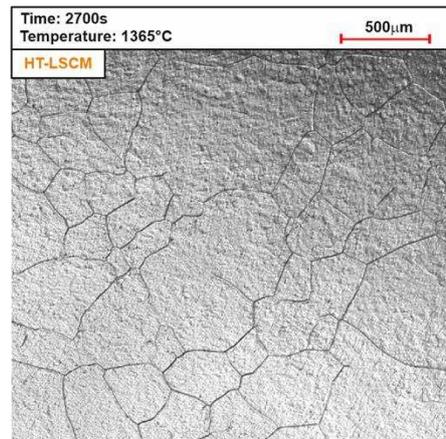
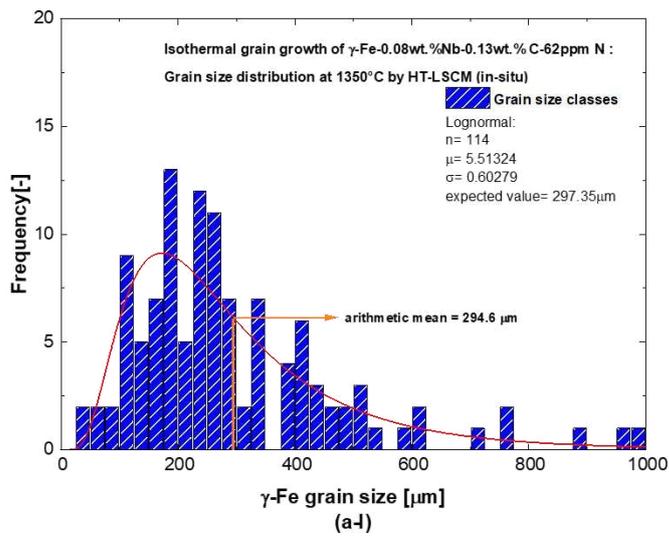


HT-LSCM image
(a-II)

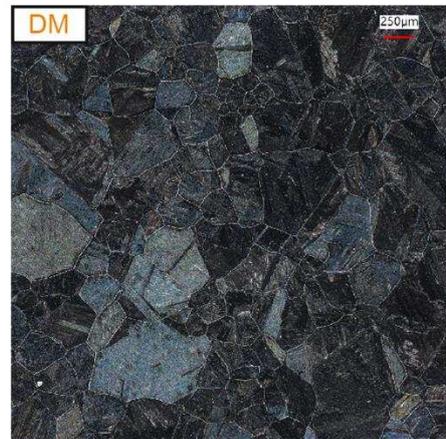
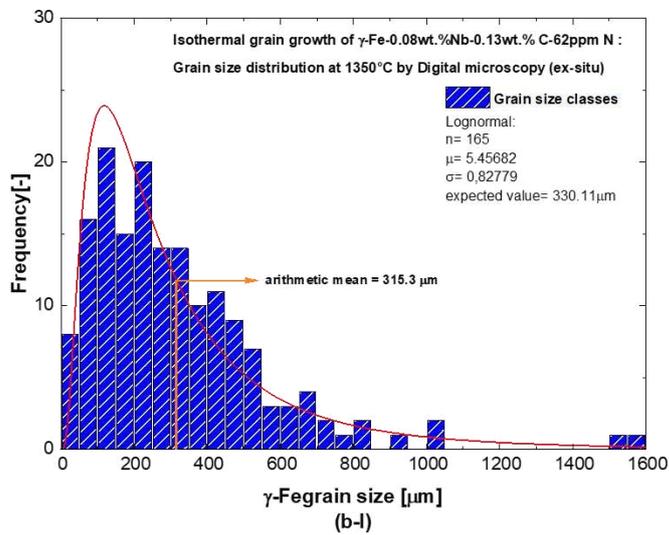


Digital microscope image
(b-II)

Abbildung A 4: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-60 bei 1250°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-1-60 bei 1250°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-60 bei 1250°C, b(II) DM Gefügebild Fe-1-60 bei 1250°C

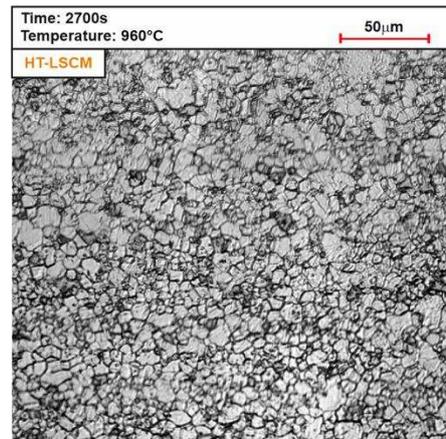
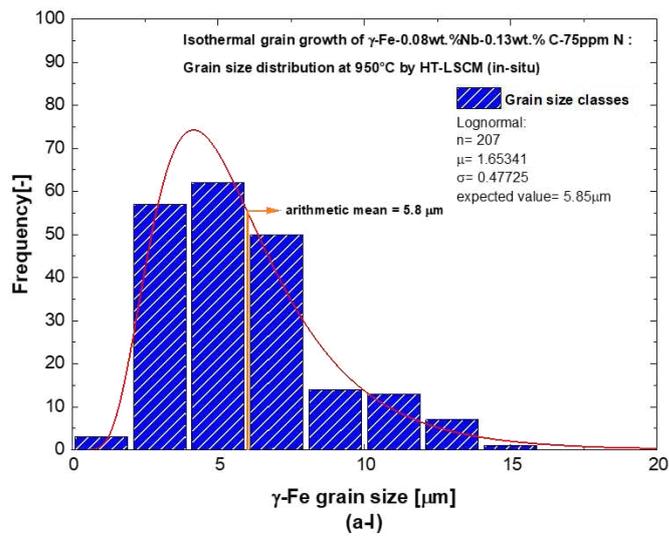


HT-LSCM image
(a-II)

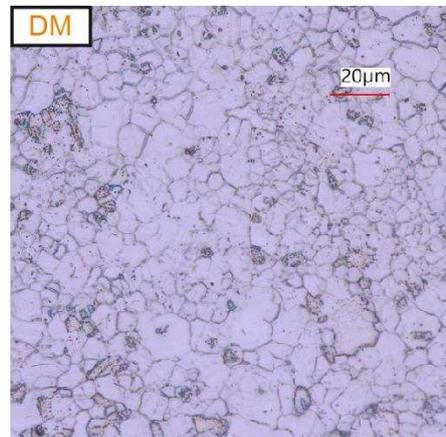
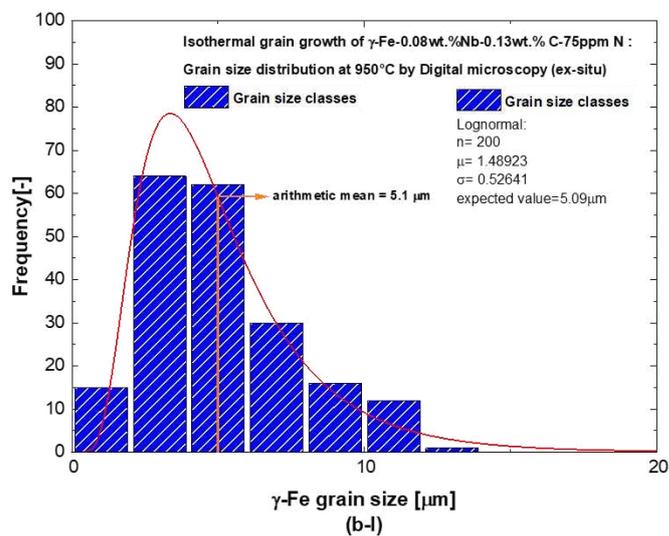


Digital microscope image
(b-II)

Abbildung A 5: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-60 bei 1350°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-1-60 bei 1350°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-60 bei 1350°C, b(II) DM Gefügebild Fe-1-60 bei 1350°C

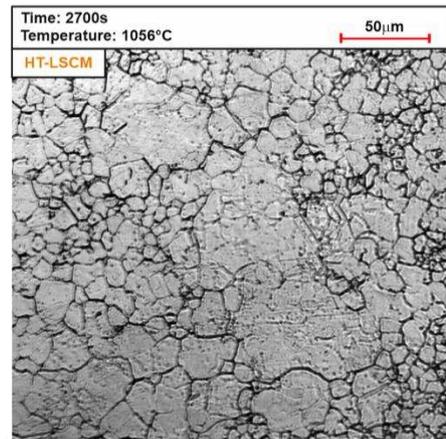
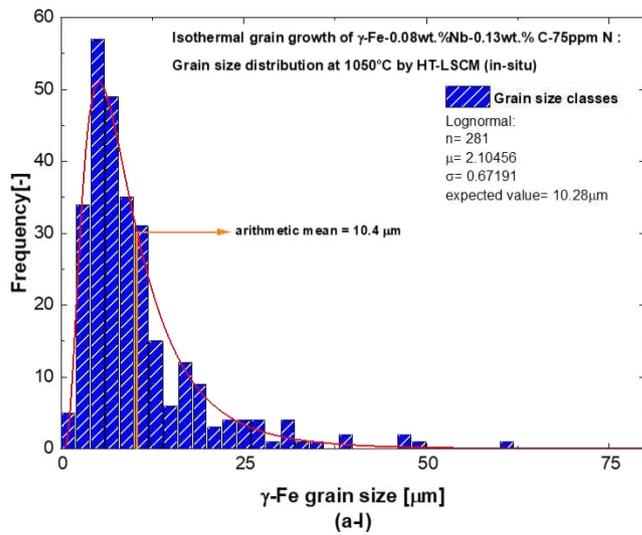


HT-LSCM image
(a-II)

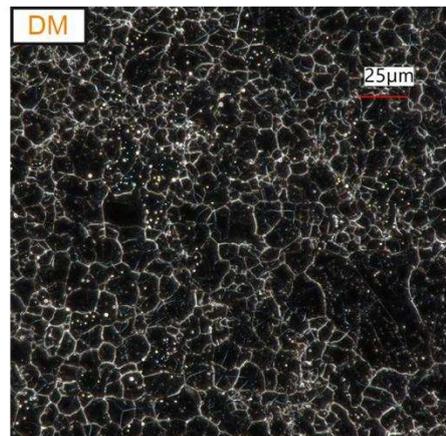
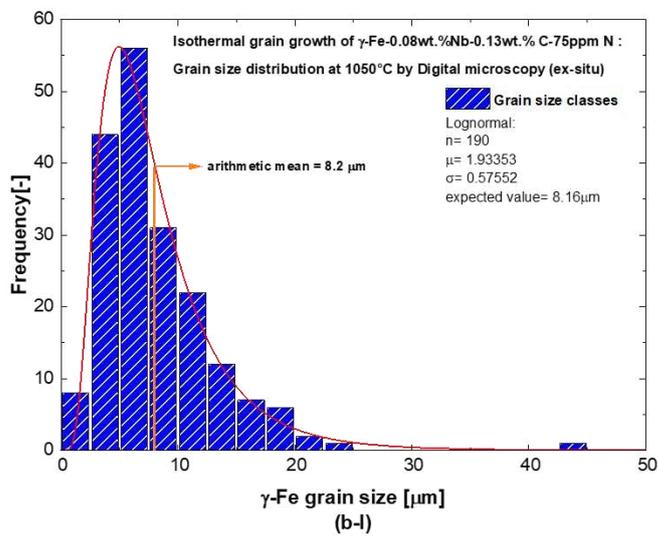


Digital microscope image
(b-II)

Abbildung A 6: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-80 bei 950°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-1-80 bei 950°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-80 bei 950°C, b(II) DM Gefügebild Fe-1-80 bei 950°C

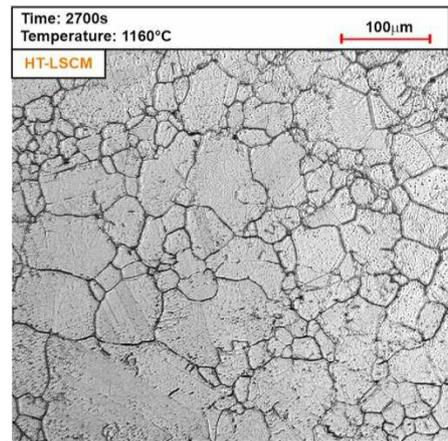
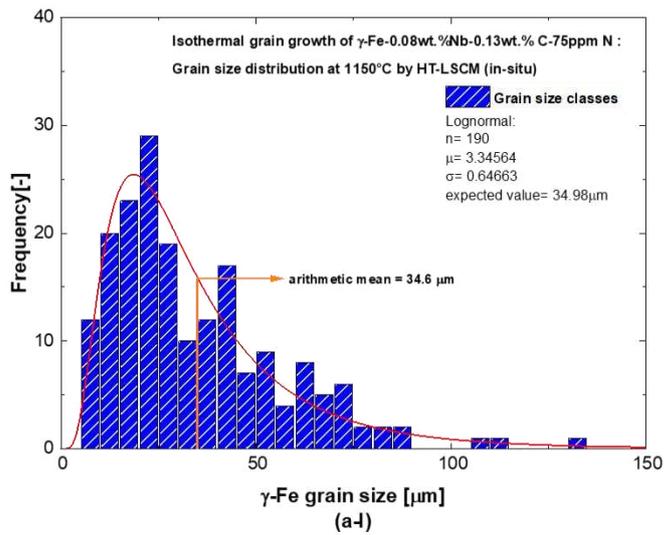


(a-II)

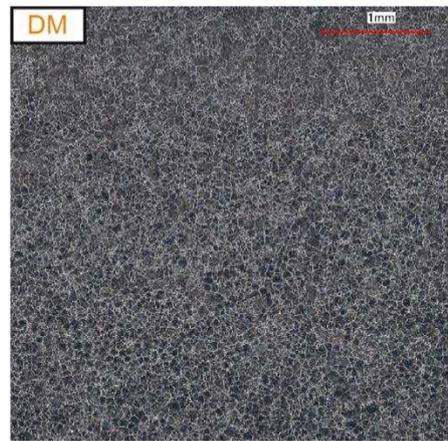
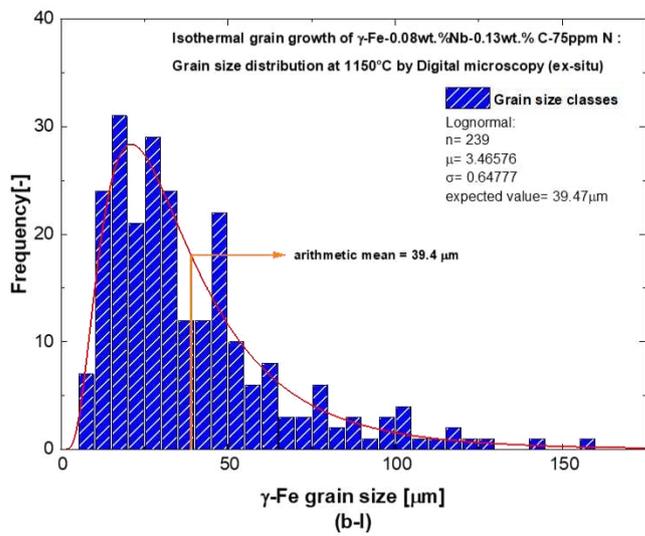


(b-II)

Abbildung A 7: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-80 bei 1050°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-1-80 bei 1050°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-80 bei 1050°C, b(II) DM Gefügebild Fe-1-80 bei 1050°C

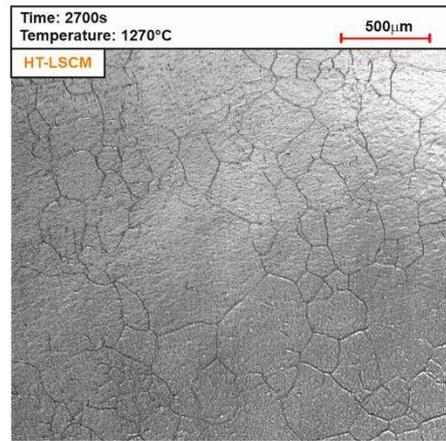
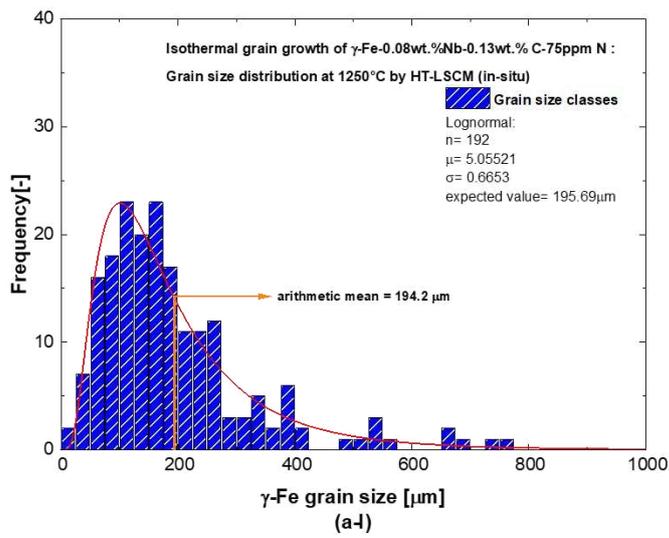


HT-LSCM image
(a-II)

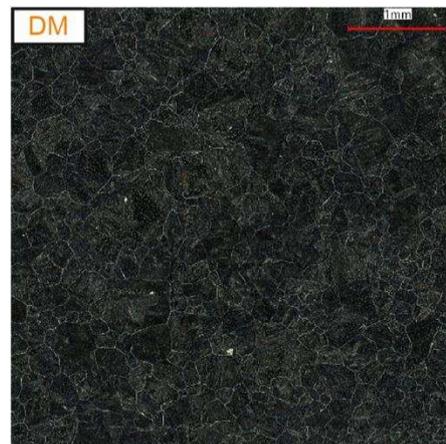
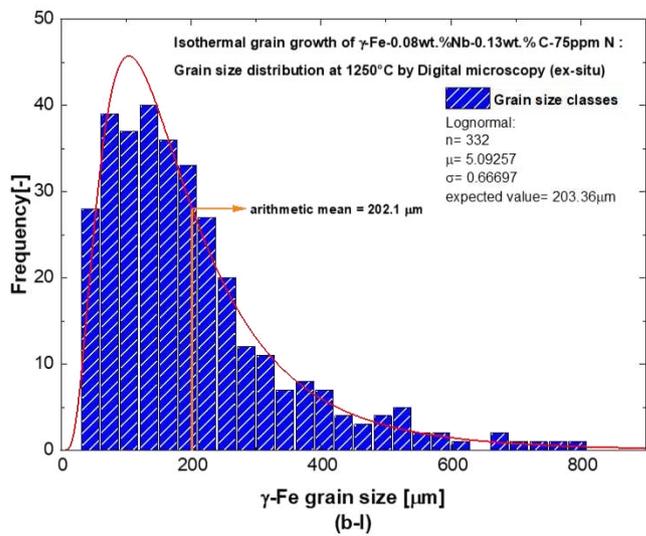


Digital microscope image
(b-II)

Abbildung A 8: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-80 bei 1150°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-1-80 bei 1150°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-80 bei 1150°C, b(II) DM Gefügebild Fe-1-80 bei 1150°C

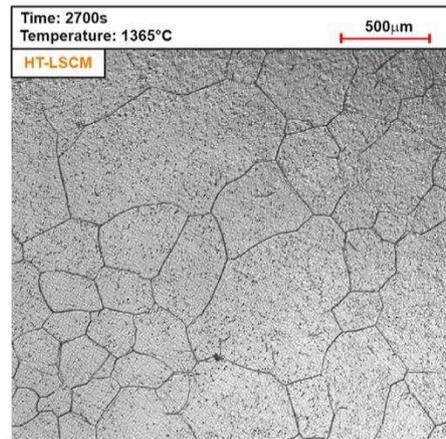
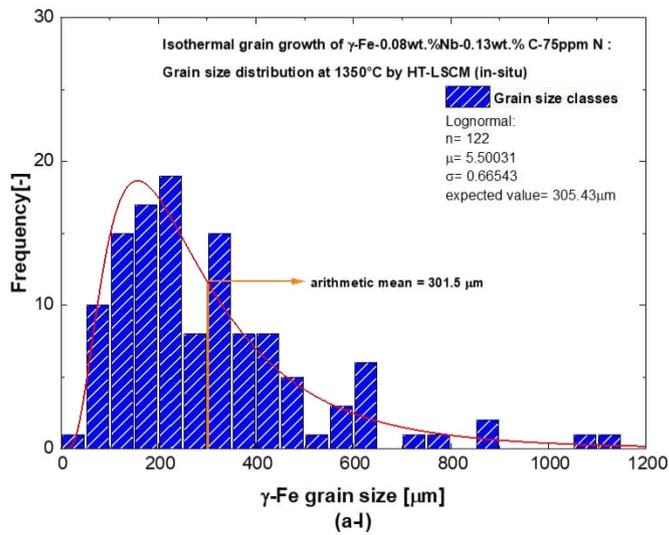


HT-LSCM image
(a-II)

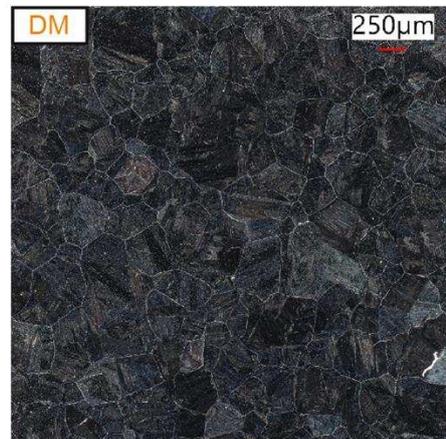
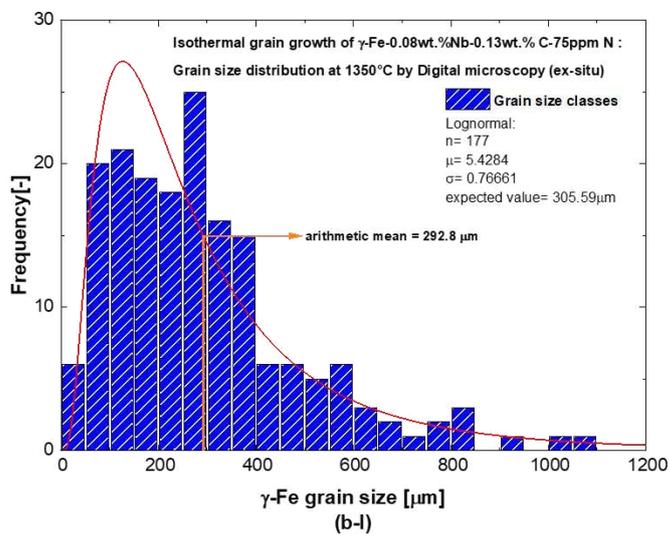


Digital microscope image
(b-II)

Abbildung A 9: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-80 bei 1250°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-1-80 bei 1250°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-80 bei 1250°C, b(II) DM Gefügebild Fe-1-80 bei 1250°C

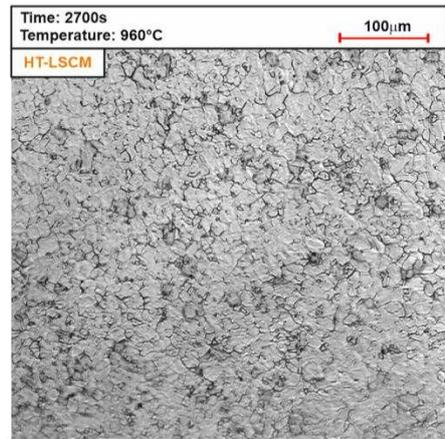
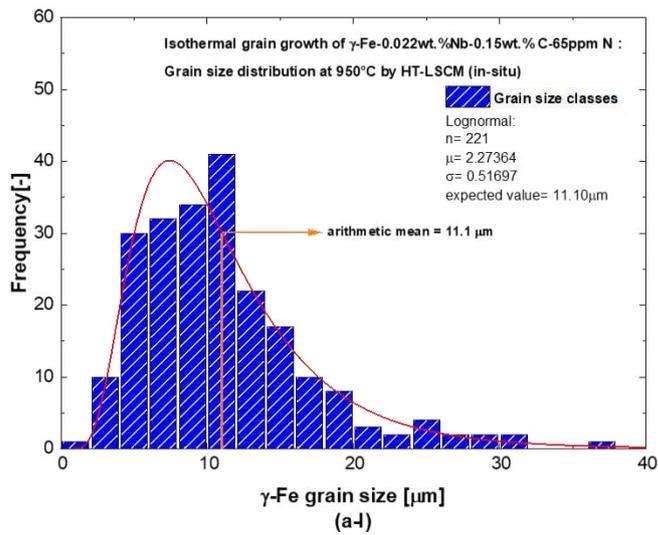


HT-LSCM image
(a-II)

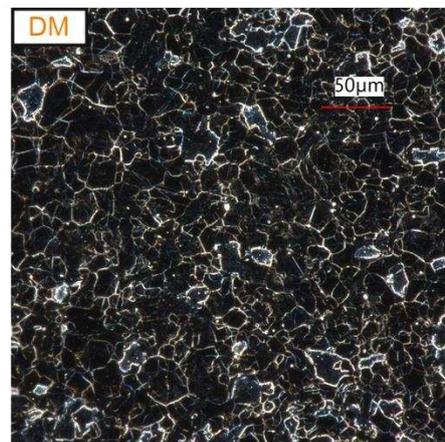
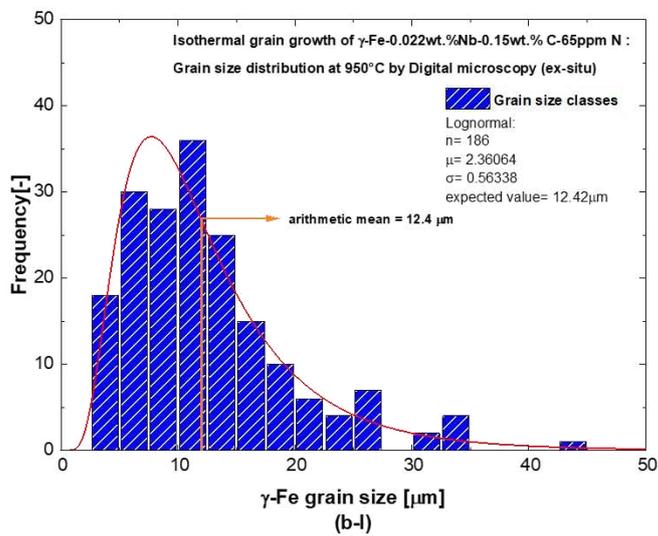


Digital microscope image
(b-II)

Abbildung A 10: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-80 bei 1350°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-1-80 bei 1350°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-80 bei 1350°C, b(II) DM Gefügebild Fe-1-80 bei 1350°C



HT-LSCM image
(a-II)



Digital microscope image
(b-II)

Abbildung A 11: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-60 bei 950°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-60 bei 950°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-60 bei 950°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-60 bei 950°C

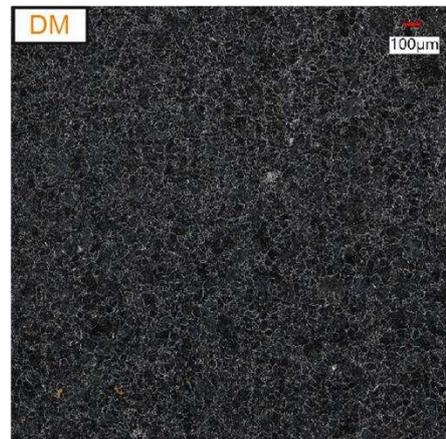
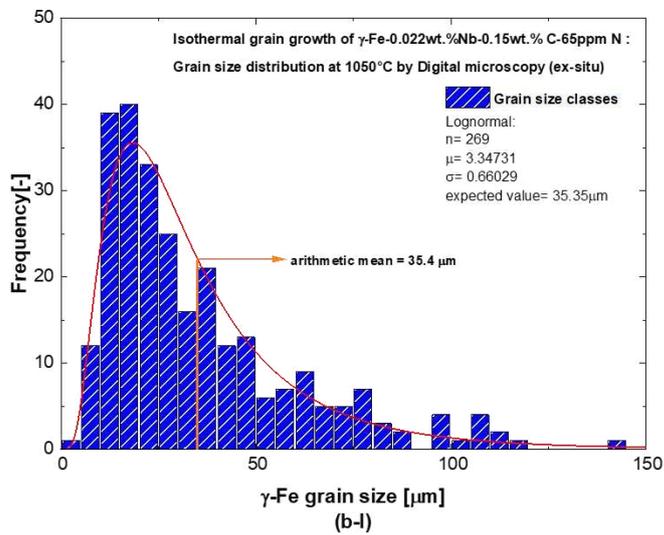
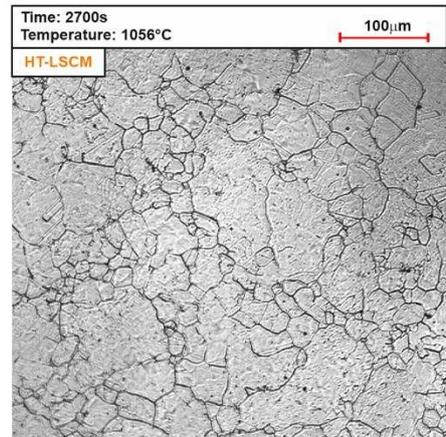
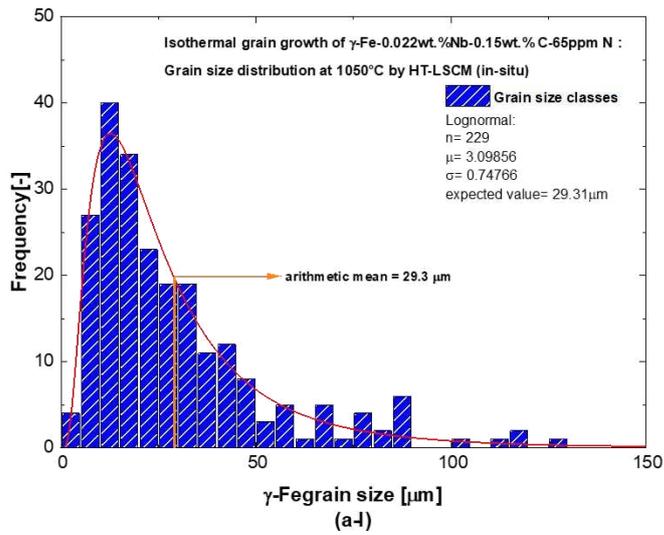
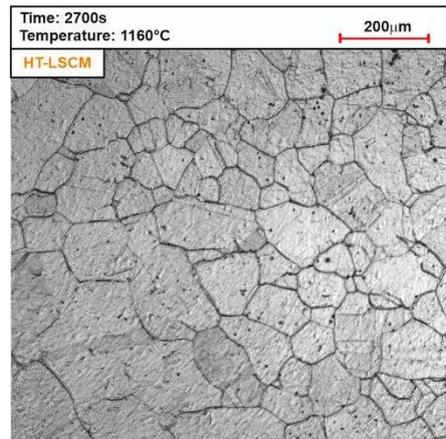
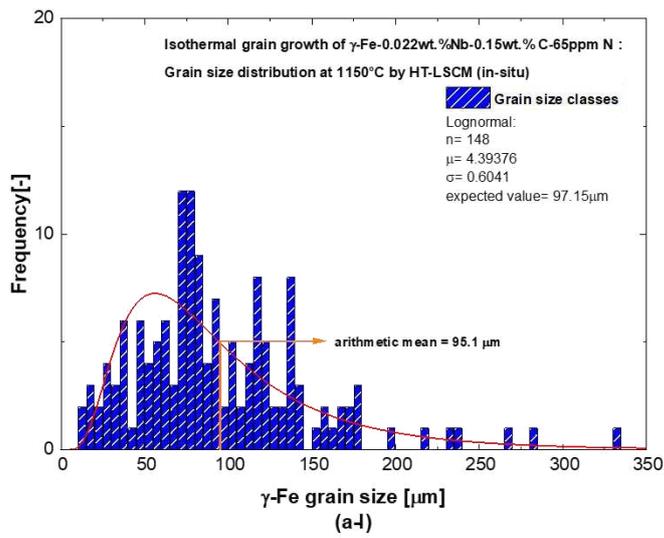
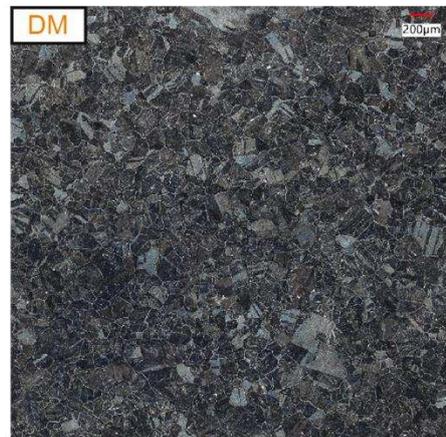
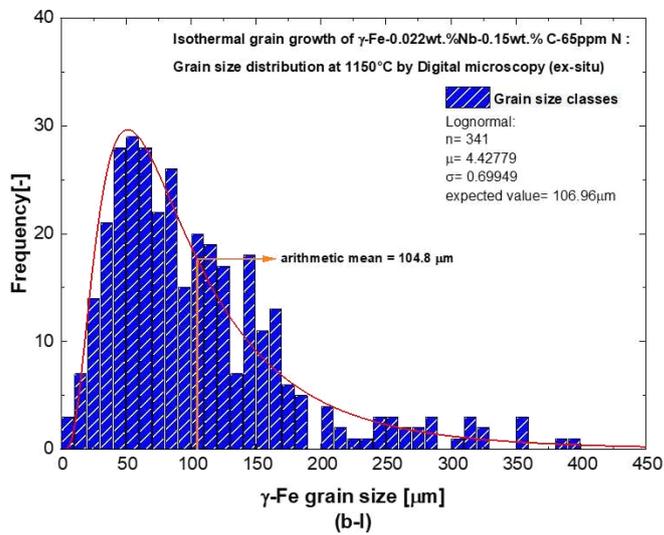


Abbildung A 12: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-60 bei 1050°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-60 bei 1050°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-60 bei 1050°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-60 bei 1050°C

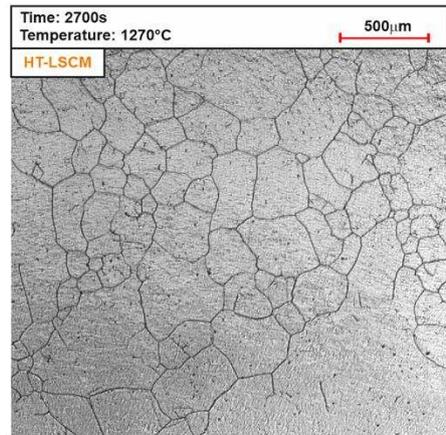
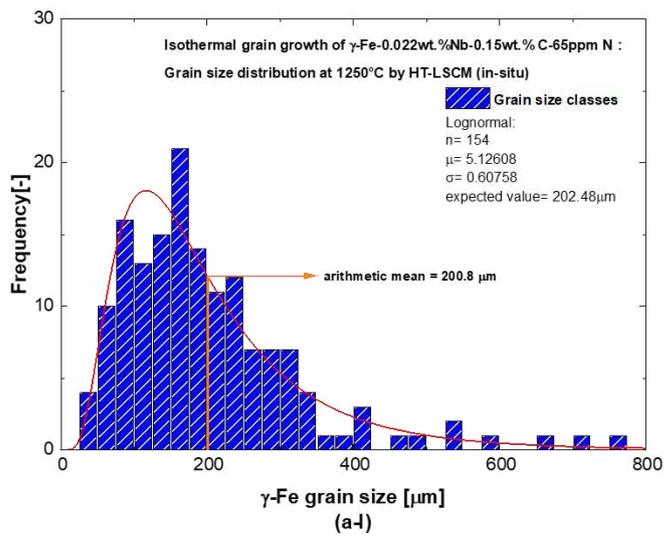


HT-LSCM image
(a-II)

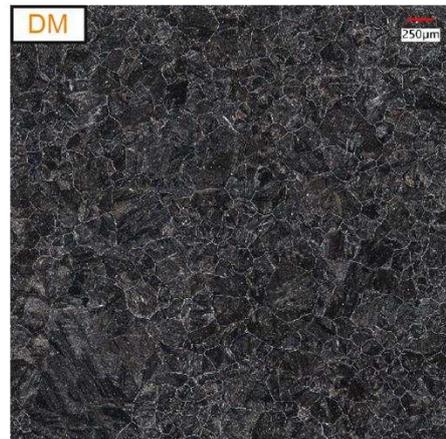
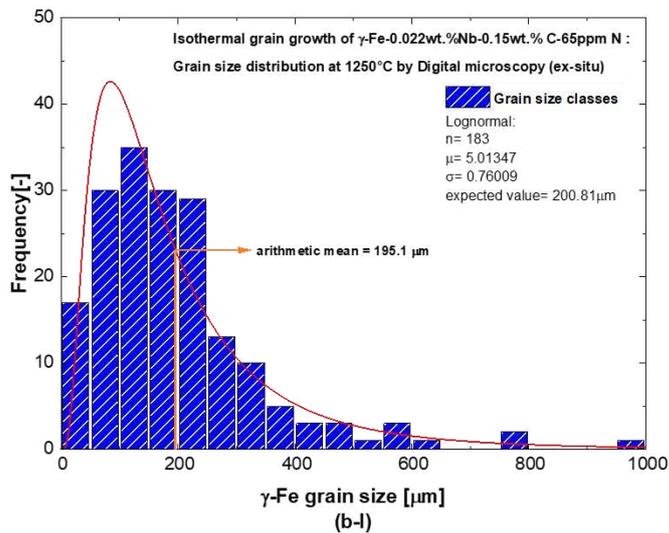


Digital microscope image
(b-II)

Abbildung A 13: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-60 bei 1150°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-60 bei 1150°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-60 bei 1150°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-60 bei 1150°C

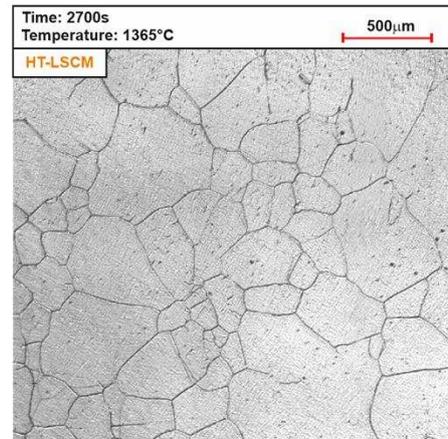
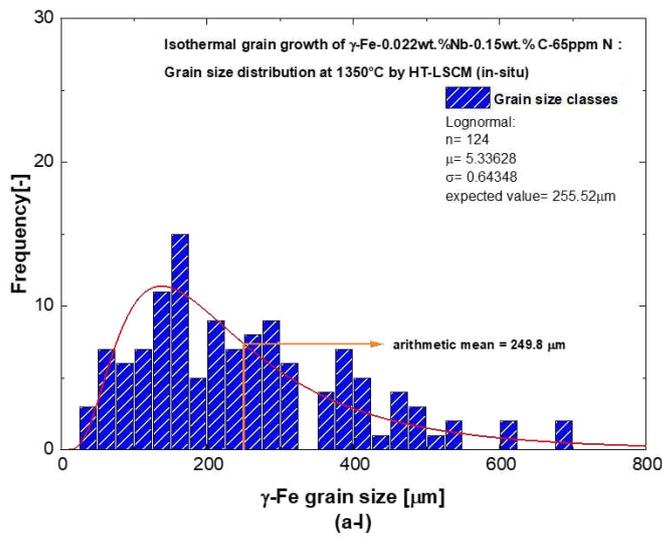


HT-LSCM image
(a-II)

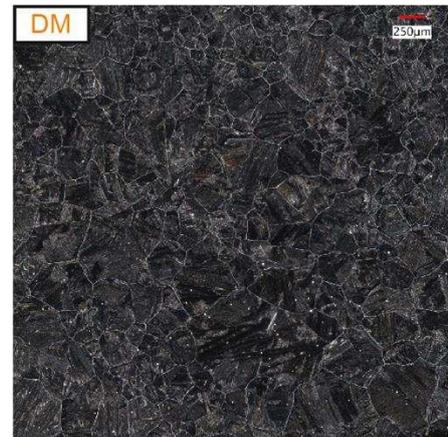
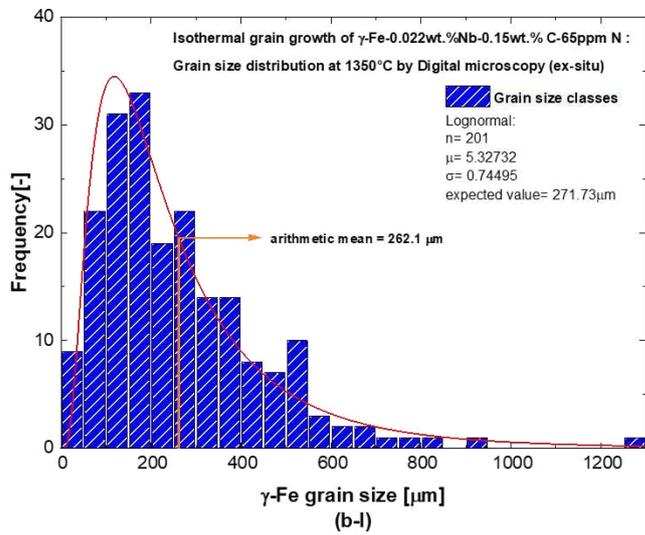


Digital microscope image
(b-II)

Abbildung A 14: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-60 bei 1250°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-60 bei 1250°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-60 bei 1250°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-60 bei 1250°C

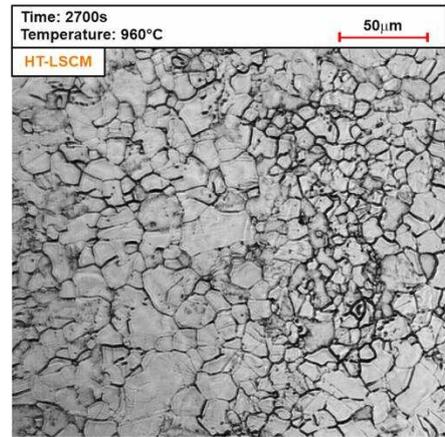
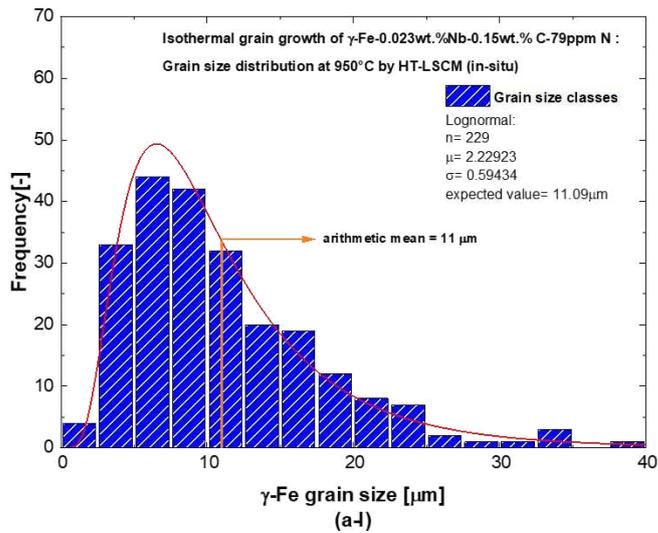


HT-LSCM image
(a-II)

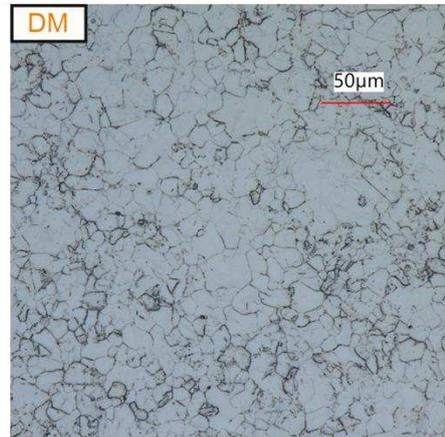
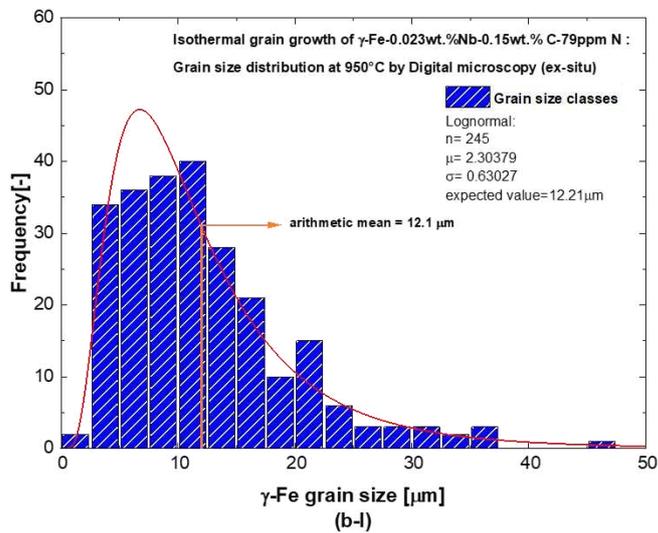


Digital microscope image
(b-II)

Abbildung A 15: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-60 bei 1350°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-60 bei 1350°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-60 bei 1350°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-60 bei 1350°C



HT-LSCM image
(a-II)



Digital microscope image
(b-II)

Abbildung A 16: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-80 bei 950°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-80 bei 950°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-80 bei 950°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-80 bei 950°C

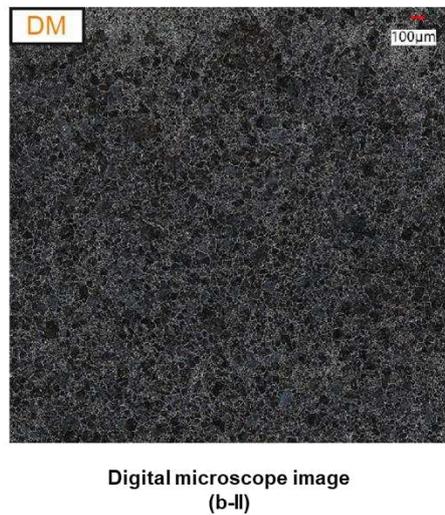
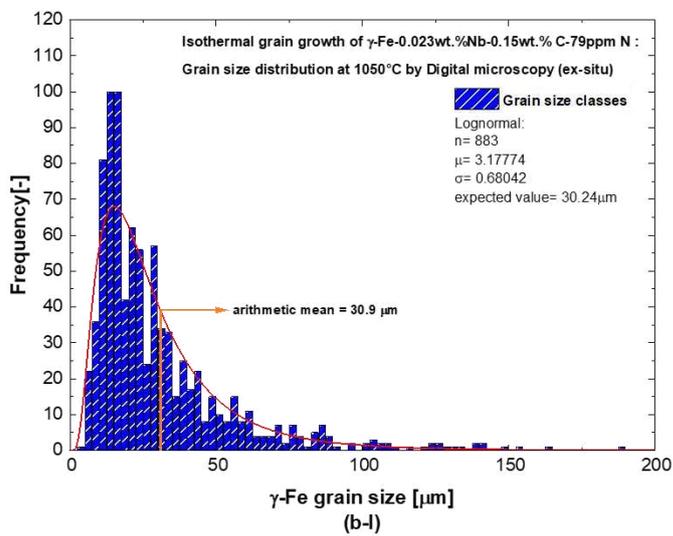
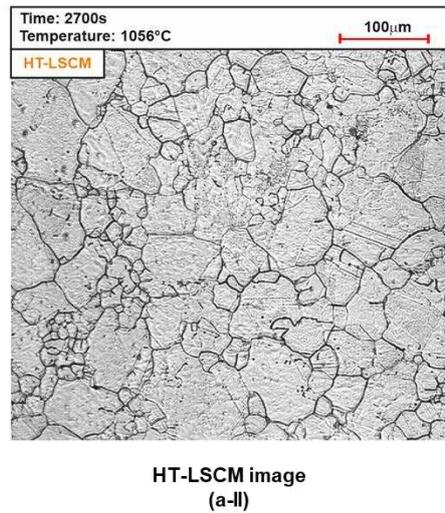
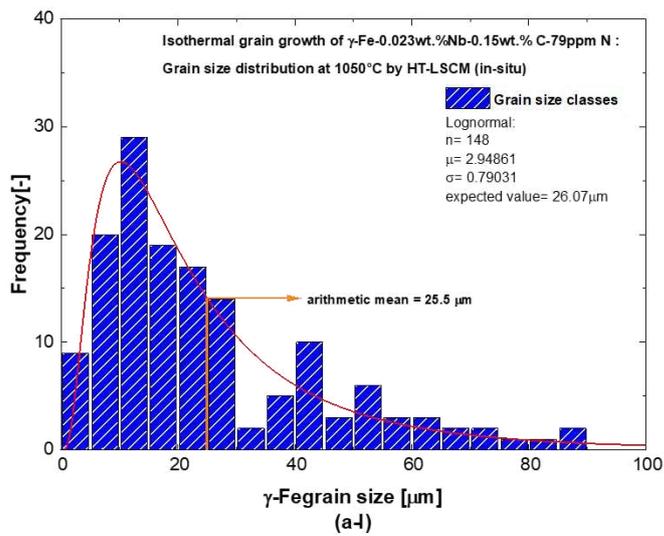
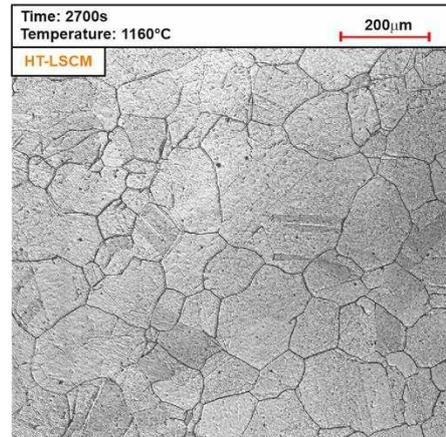
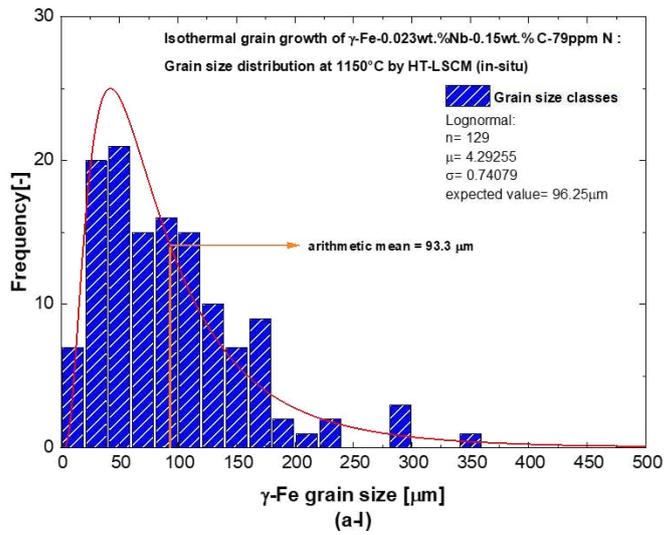
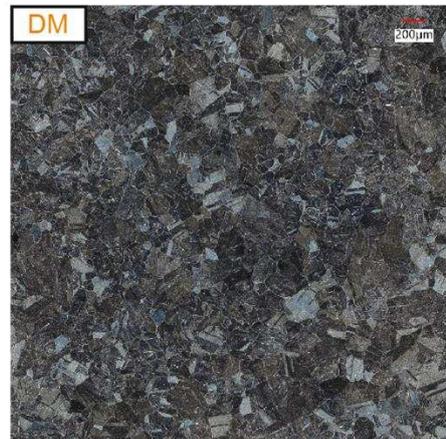
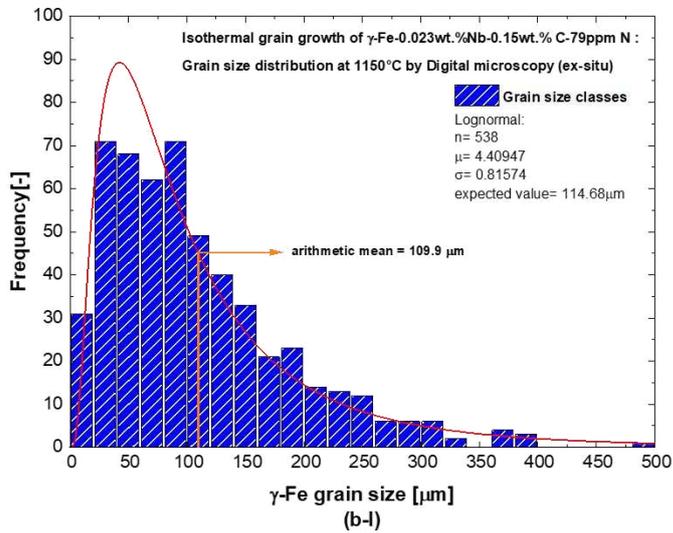


Abbildung A 17: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-80 bei 1050°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-80 bei 1050°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-80 bei 1050°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-80 bei 1050°C

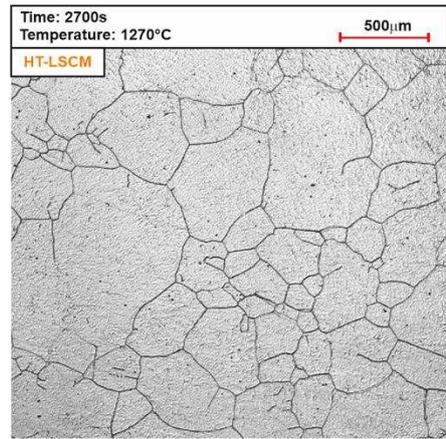
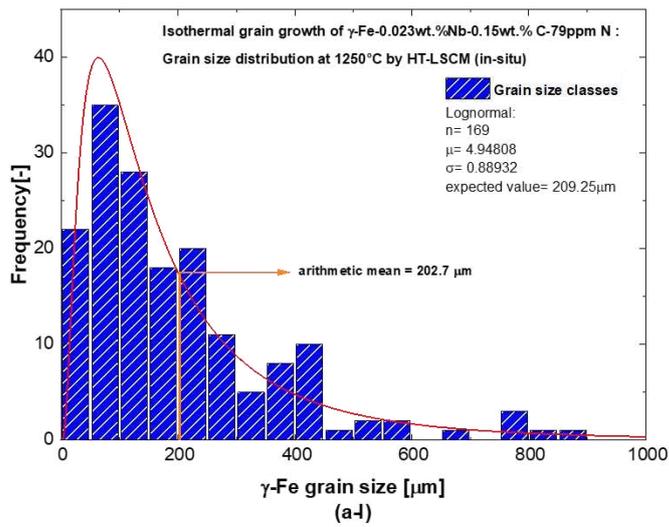


HT-LSCM image
(a-II)

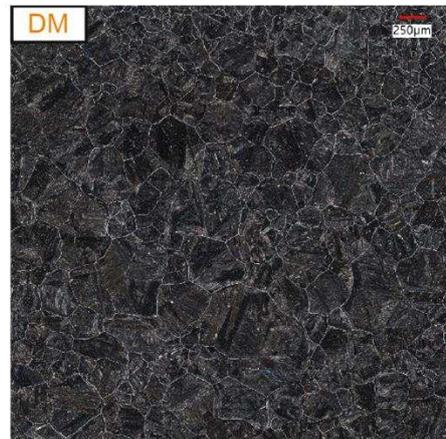
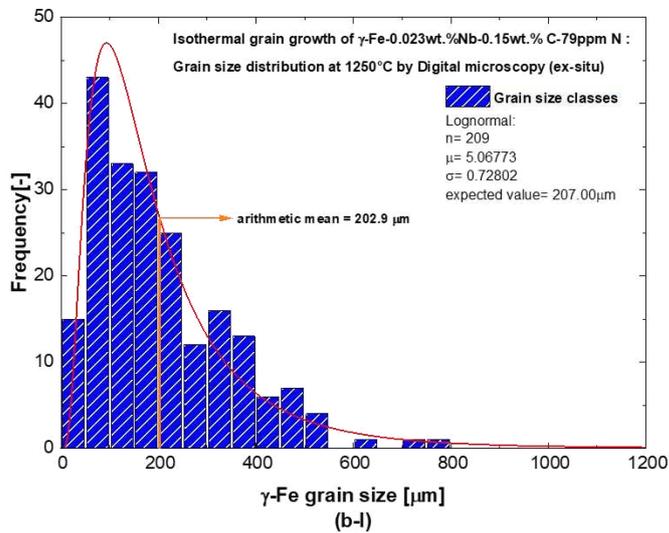


Digital microscope image
(b-II)

Abbildung A 18: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-80 bei 1150°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-80 bei 1150°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-80 bei 1150°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-80 bei 1150°C

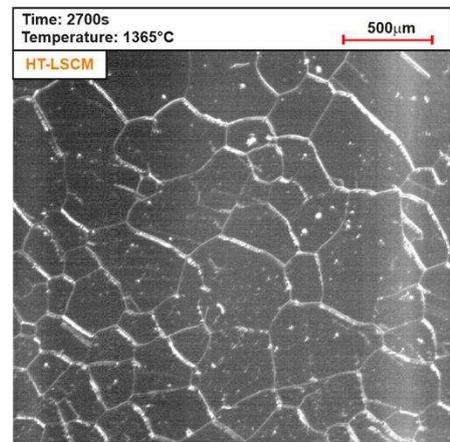
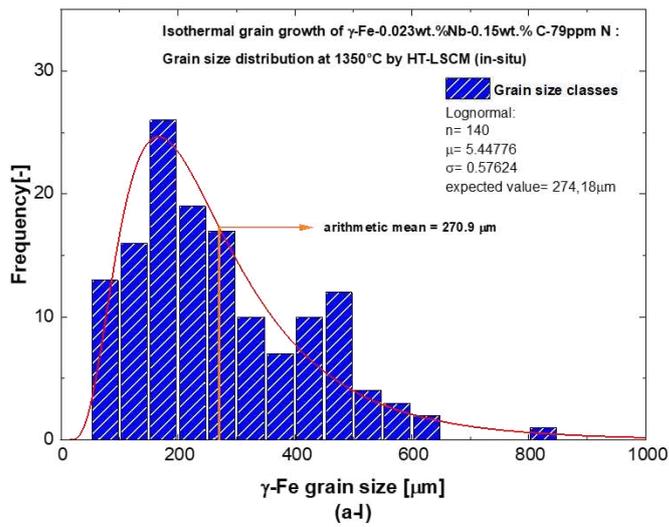


HT-LSCM image
(a-II)

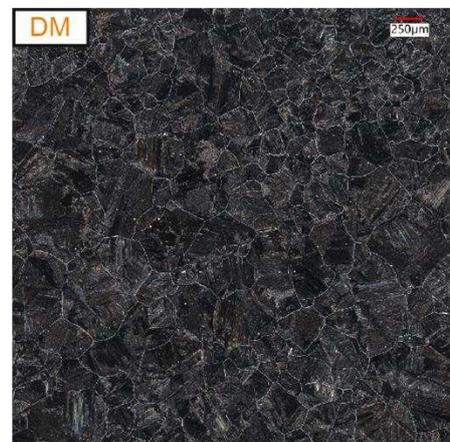
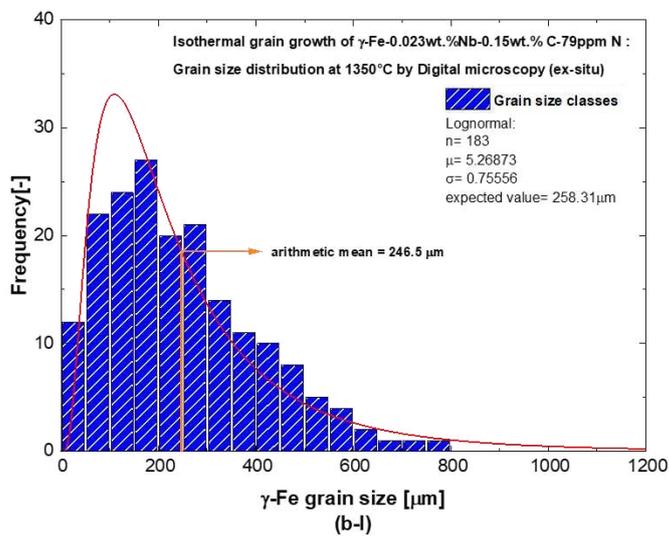


Digital microscope image
(b-II)

Abbildung A 19: a(I) HT-LSCM Korngößenverteilung Fe-2-80 bei 1250°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-80 bei 1250°C, b(I) DM Korngößenverteilung Fe-2-80 bei 1250°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-80 bei 1250°C

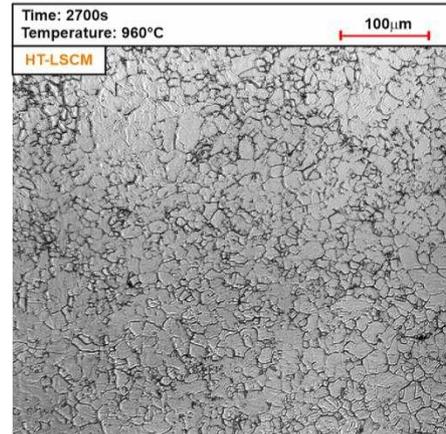
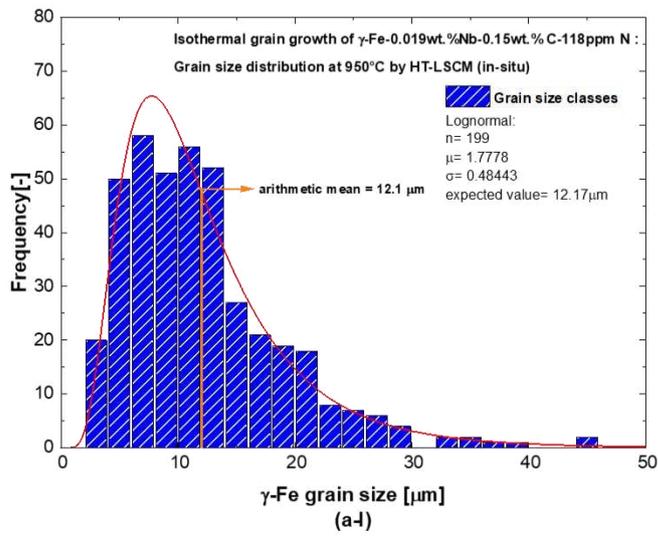


HT-LSCM image
(a-II)

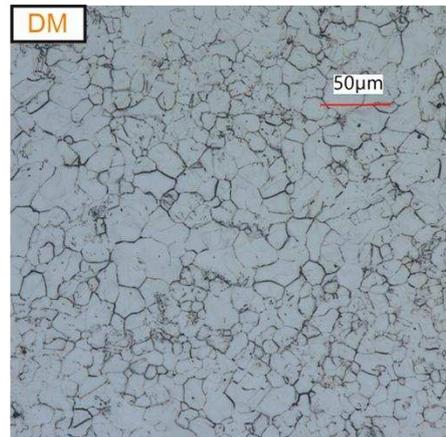
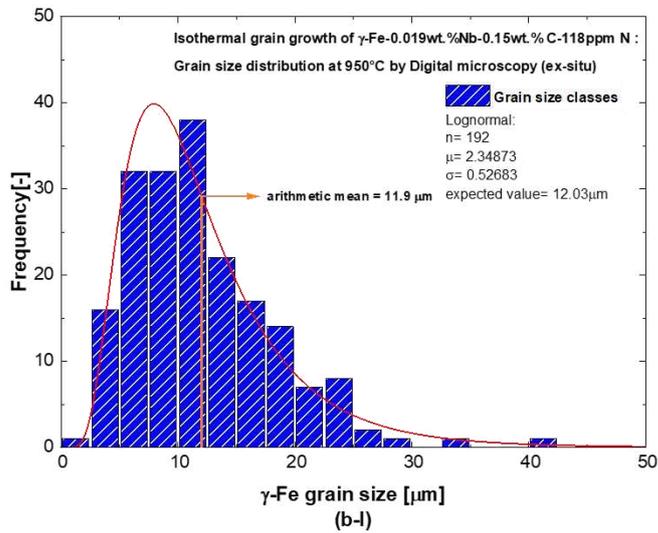


Digital microscope image
(b-II)

Abbildung A 20: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-80 bei 1350°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-80 bei 1350°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-80 bei 1350°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-80 bei 1350°C

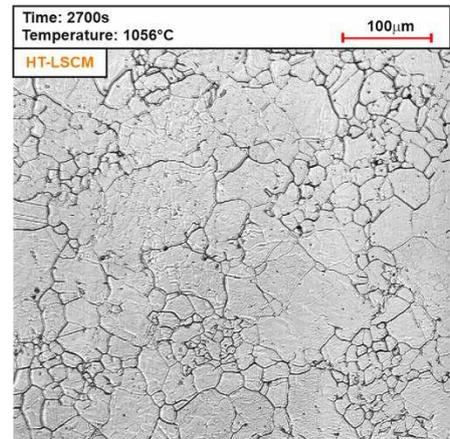
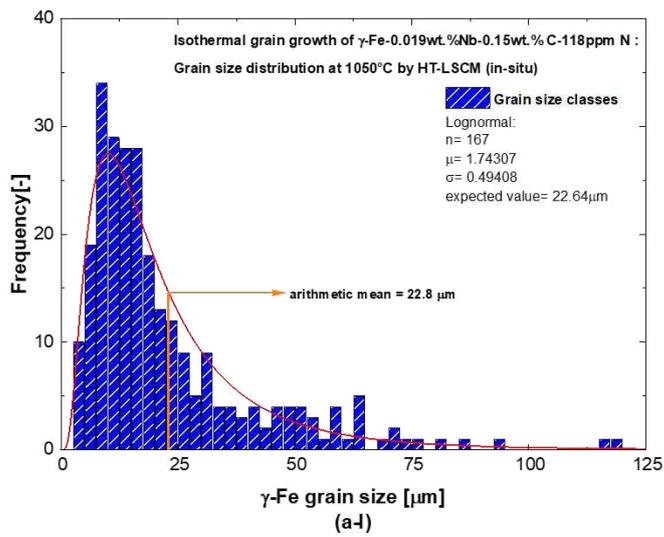


HT-LSCM image
(a-II)

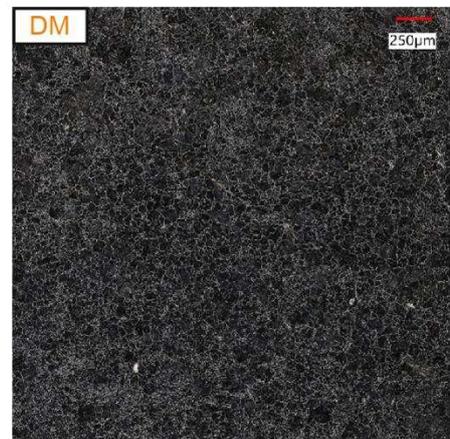
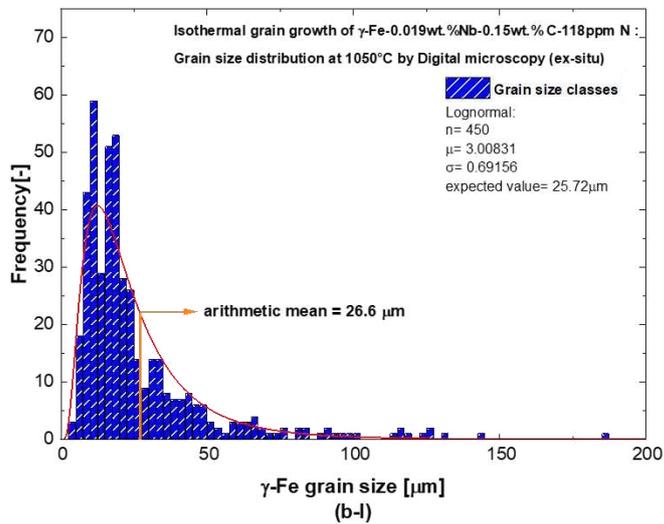


Digital microscope image

Abbildung A 21: a(I) HT-LSCM Korngößenverteilung Fe-2-120 bei 950°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-120 bei 950°C, b(I) DM Korngößenverteilung Fe-2-120 bei 950°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-120 bei 950°C

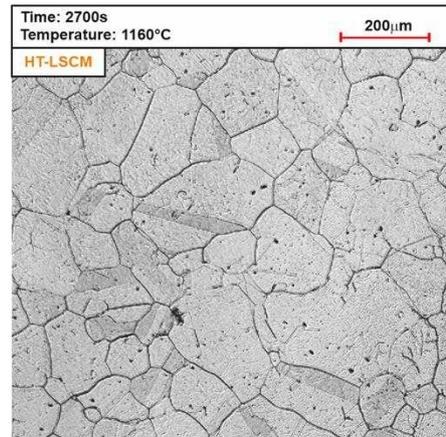
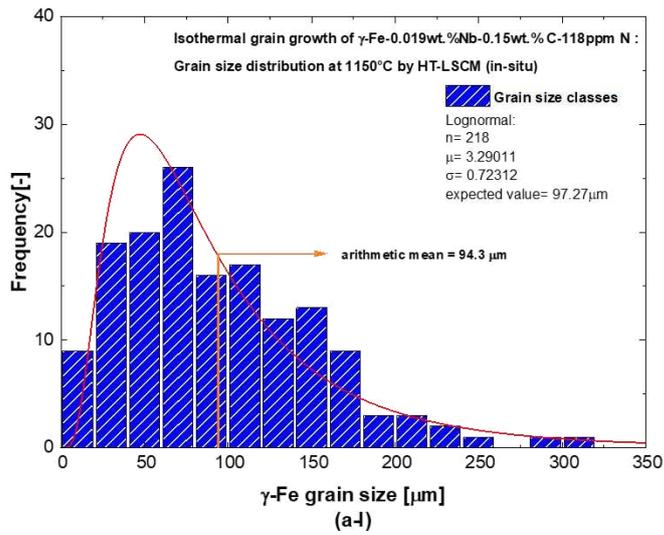


HT-LSCM image (a-II)

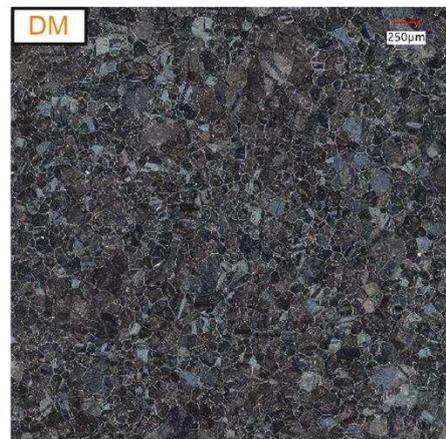
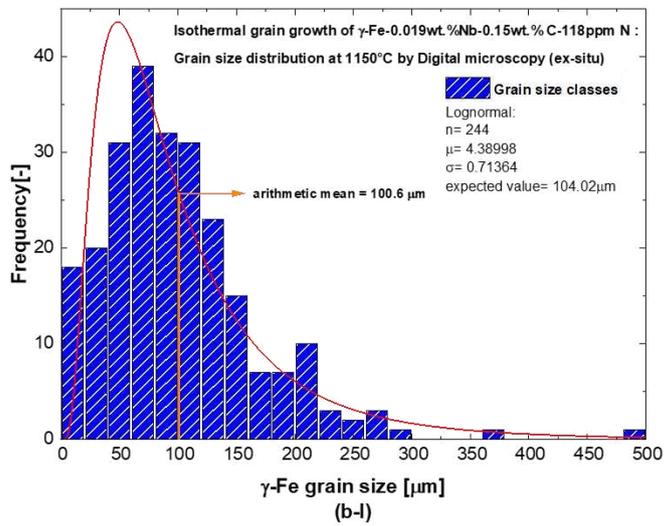


Digital microscope image (b-II)

Abbildung A 22: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-120 bei 1050°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-120 bei 1050°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-120 bei 1050°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-120 bei 1050°C

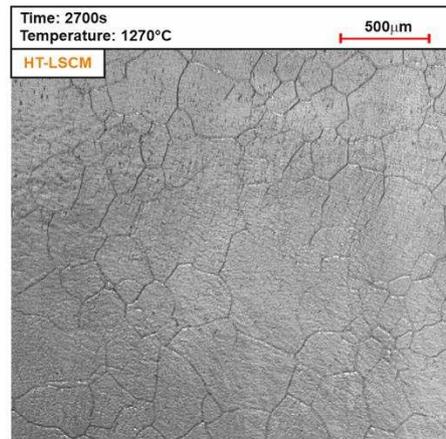
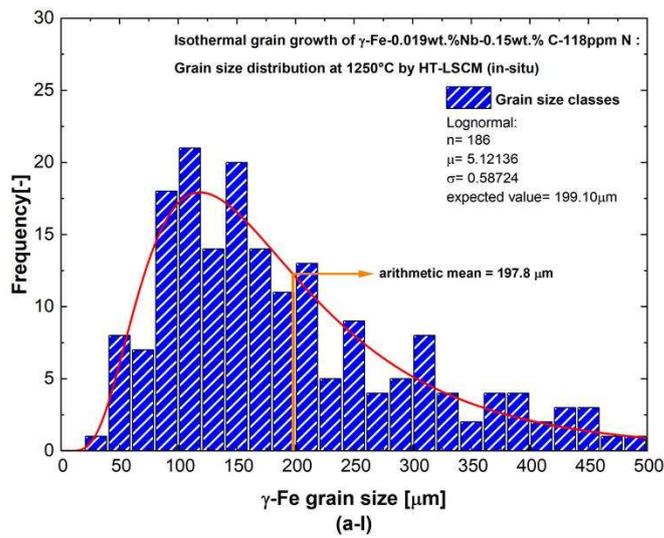


HT-LSCM image
(a-II)

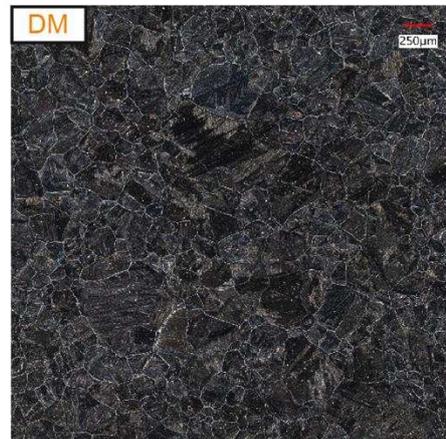
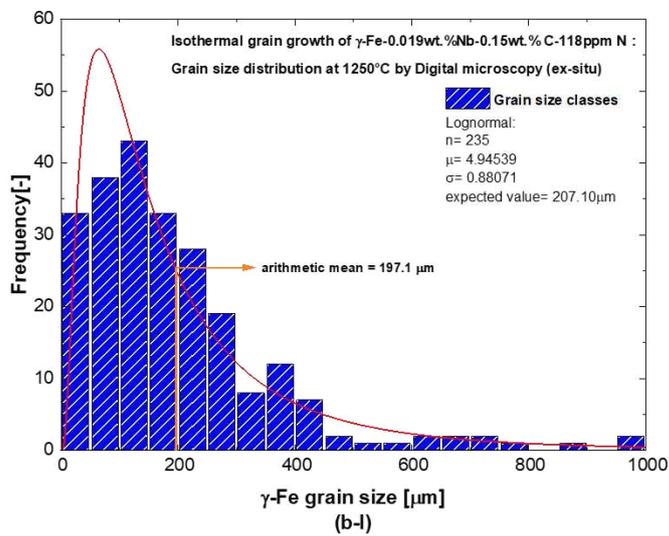


Digital microscope image
(b-II)

Abbildung A 23: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-120 bei 1150°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-120 bei 1150°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-120 bei 1150°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-120 bei 1150°C

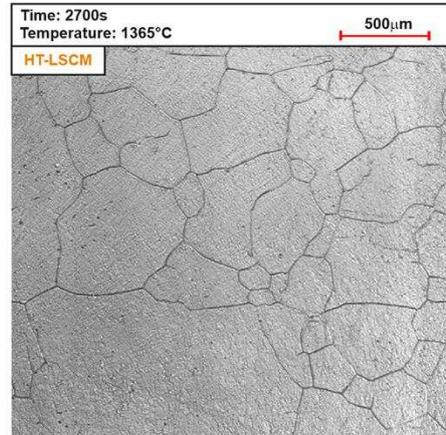
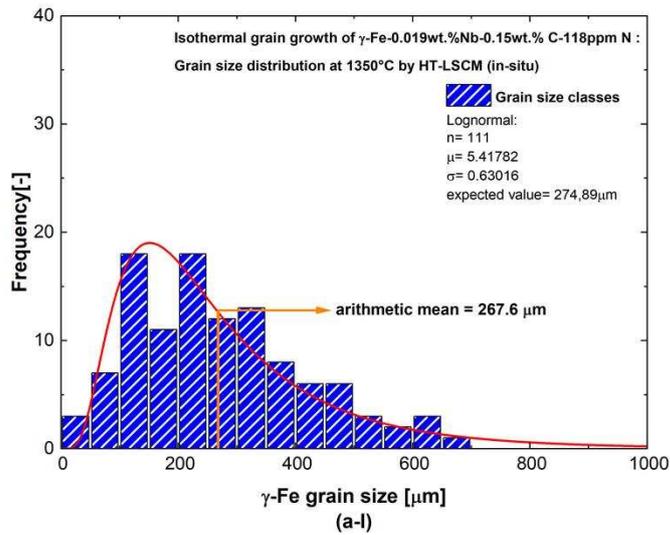


HT-LSCM image
(a-II)

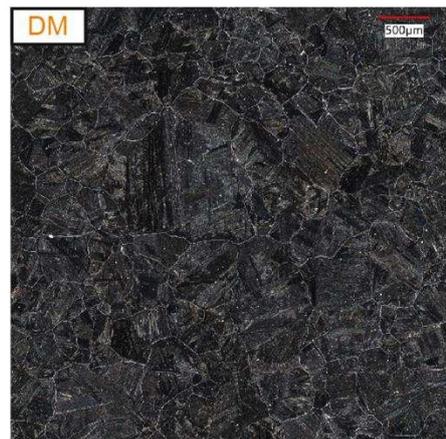
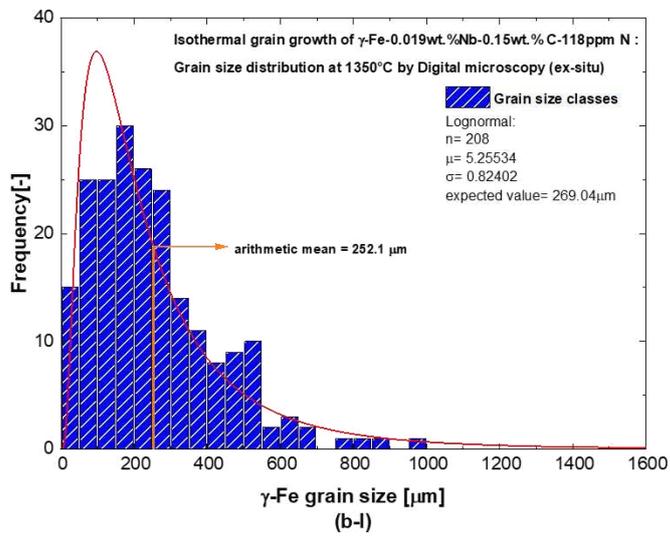


Digital microscope image
(b-II)

Abbildung A 24: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-120 bei 1250°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-120 bei 1250°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-120 bei 1250°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-120 bei 1250°C



HT-LSCM image
(a-II)



Digital microscope image
(b-II)

Abbildung A 25: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-2-120 bei 1350°C, a(II) HT-LSCM Gefügebild Fe-2-120 bei 1350°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-2-120 bei 1350°C, b(II) DM Gefügebild Fe-2-120 bei 1350°C

Anhang B. Austenitkorngröße

Für eine bessere Übersicht wurden dem Anhang die Endkorngrößen der Versuche dem Anhang zugefügt.

Tabelle B- I: arithmetischer Mittelwert und Erwartungswert der Endkorngröße der Austenitkörner aus den HT-LSCM-Versuchen und DM-Aufnahmen bei einer isothermen Haltetemperatur von 950°C.....112

Tabelle B- II: arithmetischer Mittelwert und Erwartungswert der Endkorngröße der Austenitkörner aus den HT-LSCM-Versuchen und DM-Aufnahmen bei einer isothermen Haltetemperatur von 1050°C.....112

Tabelle B- III: arithmetischer Mittelwert und Erwartungswert der Endkorngröße der Austenitkörner aus den HT-LSCM-Versuchen und DM-Aufnahmen bei einer isothermen Haltetemperatur von 1150°C.....113

Tabelle B- IV: arithmetischer Mittelwert und Erwartungswert der Endkorngröße der Austenitkörner aus den HT-LSCM-Versuchen und DM-Aufnahmen bei einer isothermen Haltetemperatur von 1250°C.....113

Tabelle B- V: arithmetischer Mittelwert und Erwartungswert der Endkorngröße der Austenitkörner aus den HT-LSCM-Versuchen und DM-Aufnahmen bei einer isothermen Haltetemperatur von 1350°C.....114

Tabelle B- VI: arithmetischer Mittelwert der Endkorngröße der Referenzlegierungen aus den DM-Aufnahmen bei unterschiedlichen isothermen Haltetemperaturen.....114

Tabelle B- VII: arithmetischer Mittelwert der Endkorngröße der Referenzlegierungen aus den DM-Aufnahmen bei unterschiedlichen isothermen Haltetemperaturen.....114

Anhang B1 arithmetischer Mittelwert und Erwartungswert der Versuchslegierungen

Tabelle B- I: arithmetischer Mittelwert und Erwartungswert der Endkorngröße der Austenitkörner aus den HT-LSCM-Versuchen und DM-Aufnahmen bei einer isothermen Haltetemperatur von 950°C.

T=950°C	HT-LSCM		DM	
	Mittelwert	Erwartungswert	Mittelwert	Erwartungswert
[µm]				
Fe-1-60	7.64	7.70	6.25	6.31
Fe-1-80	5.84	5.85	5.05	5.09
Fe-1-120	6.66	6.65	5.06	5.09
Fe-2-60	11.07	11.10	12.37	12.42
Fe-2-80	11.02	11.09	12.07	12.21
Fe-2-120	12.14	12.17	11.93	12.03

Tabelle B- II: arithmetischer Mittelwert und Erwartungswert der Endkorngröße der Austenitkörner aus den HT-LSCM-Versuchen und DM-Aufnahmen bei einer isothermen Haltetemperatur von 1050°C.

T=1050°C	HT-LSCM		DM	
	Mittelwert	Erwartungswert	Mittelwert	Erwartungswert
[µm]				
Fe-1-60	10.97	10.90	8.20	8.26
Fe-1-80	10.43	10.28	8.15	8.16
Fe-1-120	6.44	6.46	5.86	5.91
Fe-2-60	29.26	29.31	35.41	35.35
Fe-2-80	25.45	26.07	30.93	30.24
Fe-2-120	22.84	22.64	26.64	25.72

Tabelle B- III: arithmetischer Mittelwert und Erwartungswert der Endkorngröße der Austenitkörner aus den HT-LSCM-Versuchen und DM-Aufnahmen bei einer isothermen Haltetemperatur von 1150°C.

T=1150°C	HT-LSCM		DM	
	Mittelwert	Erwartungswert	Mittelwert	Erwartungswert
[µm]				
Fe-1-60	39.20	38.89	40.97	41.05
Fe-1-80	34.61	34.98	39.41	39.47
Fe-1-120	34.95	34.87	38.05	37.59
Fe-2-60	95.11	97.15	104.82	106.96
Fe-2-80	93.28	96.25	109.98	114.68
Fe-2-120	94.31	97.27	100.58	104.02

Tabelle B- IV: arithmetischer Mittelwert und Erwartungswert der Endkorngröße der Austenitkörner aus den HT-LSCM-Versuchen und DM-Aufnahmen bei einer isothermen Haltetemperatur von 1250°C.

T=1250°C	HT-LSCM		DM	
	Mittelwert	Erwartungswert	Mittelwert	Erwartungswert
[µm]				
Fe-1-60	196.25	201.61	207.14	210.90
Fe-1-80	194.20	195.69	202.11	203.36
Fe-1-120	167.59	170.52	182.20	184.03
Fe-2-60	200.76	202.48	195.08	200.81
Fe-2-80	202.72	209.25	202.87	207.00
Fe-2-120	197.79	199.10	197.14	207.10

Tabelle B- V: arithmetischer Mittelwert und Erwartungswert der Endkorngröße der Austenitkörner aus den HT-LSCM-Versuchen und DM-Aufnahmen bei einer isothermen Haltetemperatur von 1350°C.

T=1350°C	HT-LSCM		DM	
	Mittelwert	Erwartungswert	Mittelwert	Erwartungswert
[µm]				
Fe-1-60	294.65	297.35	315.30	330.11
Fe-1-80	301.45	305.43	292.77	305.59
Fe-1-120	237.92	239.73	210.71	217.41
Fe-2-60	249.81	255.52	262.17	271.73
Fe-2-80	270.90	274.18	246.45	258.31
Fe-2-120	267.57	274.89	252.14	269.04

Anhang B2 arithmetischer Mittelwert der Referenzlegierungen

Tabelle B- VI: arithmetischer Mittelwert der Endkorngröße der Referenzlegierungen aus den DM-Aufnahmen bei unterschiedlichen isothermen Haltetemperaturen.

Temperatur	DM Mittelwert [µm]			
	950°C	1050°C	1150°C	1250°C
Fe-C-N_R1	74.62	133.88	182.17	224.18
Fe-C-N_R2	78.94	116.70	194.95	255.67
Fe-C-N_R3	60.93	131.62	167.64	-

Tabelle B- VII: arithmetischer Mittelwert der Endkorngröße der Referenzlegierungen aus den DM-Aufnahmen bei unterschiedlichen isothermen Haltetemperaturen.

Temperatur	HT-LSCM Mittelwert [µm]			
	950°C	1050°C	1150°C	1250°C

Fe-C-N_R1	55.86	121.72	203.55	204.384
Fe-C-N_R2	47.64	113.95	186.75	278.43
Fe-C-N_R3	54.29	118.40	153.49	278.68

Abkürzungen

AGG	austenite grain growth
HT-LSCM	High Temperature - Laser Scanning Confocal Microsocpe
ktz	kubisch raumzentriert
kfz	kubisch flächenzentriert
hdp	hexagonal dichtest-gepackt
MK	Mischkristallen
HSLA	high-strength low-alloy
GBM	grain boundary mobility
HIP	heißem isostatischen Druck
PESR	Elektroschlacke-Umschmelzen unter Druck
PREN	Pitting Resistance Equivalent Number
HFU	Hochfrequenz-Umschmelzanlagen Lifumat-Met-3,3
OES	Optical Emission Spectrometer
XRD	Echtzeit- Röntgendiffraktometer
EBSD	Elektronenrückstreubeugung

Liste der Parameter

P_D	treibende Kraft	J/m^3
γ	Grenzflächenenergie	J/m^2
V	atomares Volumen	m^3/mol
r	Radius der Krümmung	m
D	Korndurchmesser	m
C_1	Konstante	-
C_2	Konstante	-
t	Zeit	s
K	Konstante	-
n	Zeitexponent	-
$K'=M$	Mobilität	m^4/Js
M_0	Prä-Mobilitätsfaktor	m^4/Js
V	Geschwindigkeit der Korngrenze	m/s
ΔP	Netto-Triebkraft	J/m^3
m	Exponent der treibenden Kraft	-
P_z	Pinning-Kraft	J/m^3
Q	Aktivierungsenergie	J/mol
R	Ideale Gaskonstante	$J/mol K$
T	Temperatur	K
k_D	Skalierungsfaktor treibende Kraft	-

Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-I: Einteilung der Gitterbaufehler nach ihren geometrischen Eigenschaften [5].	15
Tabelle 6-I: Modelllegierungen für die HTLSCM Untersuchung.	50
Tabelle 6-II: Einwaage	52
Tabelle 6-III: Messergebnisse optischer Funkenemissionsspektrometrie	54
Tabelle 6-IV: Messergebnisse LECO	55
Tabelle 6-V: Notwendige Stichprobengröße für die Legierung Fe-1-120, berechnet mit der Website https://questionstar.de/ .	59
Tabelle 7-I: Chemische Zusammensetzung der Referenzproben.	74

Abbildungsverzeichnis

Abbildung 2-1: Anteil der Bindungstypen bei den technisch wichtigsten Werkstoffgruppen [3].....12

Abbildung 2-2: Von links nach rechts kubisch raumzentriertes-, kubisch flächenzentriertes- und Hexagonales Gitter [4].....12

Abbildung 2-3: Die Atome berühren sich entlang der Flächendiagonalen [3].....13

Abbildung 2-4: Lücken des kfz-Gitters. a Oktaederlücken; b Tetraederlücken [3].....14

Abbildung 2-5: Eisen-Kohlenstoff-Diagramm, metastabiles System [10].19

Abbildung 2-6: Abkühlungskurve des Reineisens [10].....20

Abbildung 3-1: Der Einfluss der Glühtemperatur auf die Zugfestigkeit und Duktilität einer Messinglegierung [11].22

Abbildung 4-1: Schematische Darstellung eines Kerneckpunktes und der dort wirkenden Kräfte [3]25

Abbildung 4-2: Schematische Darstellung eines Zweidimensionalen Gleichgewichtsgefüge mit nur Sechsecken mit 120°-Innenwinkeln und einer Störstelle [3].....26

Abbildung 4-3: Unterschiedliche Krümmungen der Seiten von regelmäßigen Vielecken mit einem Innenwinkel von 120° [1].....27

Abbildung 4-4: Pinning von Korngrenzen durch sphärisches Partikel [20].....31

Abbildung 4-5: Schematische Darstellung des solute drag effects32

Abbildung 4-6: Einfluss des Solute-Drag-Effektes auf die Korngrenzgeschwindigkeit [25]33

Abbildung 4-7: Querschnitt durch den Infrartheizofen (linke Seite) und Schnitt durch den Probenhalter mit Position des Thermoelements (rechte Seite) [39]38

Abbildung 4-8: Stationäre thermische Rille, welche an einer freien Oberfläche durch eine sich bewegende Korngrenze gebildet wird. θ_c ist der kritische Korngrenzwinkel [41].39

Abbildung 4-9: Bildung einer thermischen Rille und die Bedingungen an der Schnittstelle zwischen Korngrenze und Oberfläche [42].40

Abbildung 4-10: Gleichgewicht der Kräfte aufgrund von Oberflächen- und Korngrenzenspannung [1],[42].	41
Abbildung 4-11: Gekoppelte Bewegung der Korngrenze im Grundmaterial und die damit verbundene thermische Rille an der Probenoberfläche [1].	41
Abbildung 5-1: Entwicklung des Korngefüges bei der Stahlherstellung und -verarbeitung: a) Strangguss, b) Wiedererwärmung, c) Walzen und d) Schweißen [1].	44
Abbildung 5-2: Auswirkung der Temperatur auf den Gehalt an gelöstem Niob in einem Stahl mit 0,1 wt.-%C-O,005 wt.-%N-O,03 wt.-%Nb [2].	46
Abbildung 5-3: Veränderung der Austenitkorngröße mit zunehmendem Nb-Gehalt [51].	46
Abbildung 5-4: Veränderung der Austenitkorngröße mit zunehmender Temperatur [52].	47
Abbildung 6-1: Poröse Probe der Versuchsserie 2.	52
Abbildung 6-2: Temperaturzyklus für die HT-LSCM Experimente.	57
Abbildung 6-3: Schematische Darstellung der Korngrößenbestimmung in CLEMEX.	58
Abbildung 6-4: Korrelationsdiagramm zwischen arithmetischen Mittelwert und Erwartungswert.	62
Abbildung 6-5: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-120 bei 950°C, a(II) HT-LSCM Mikrofoto Fe-1-120 bei 950°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-120 bei 950°C, b(II) DM Mikrofoto Fe-1-120 bei 950°C	63
Abbildung 6-6: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-120 bei 1050°C, a(II) HT-LSCM Mikrofoto Fe-1-120 bei 1050°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-120 bei 1050°C, b(II) DM Mikrofoto Fe-1-120 bei 1050°C.	64
Abbildung 6-7: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-120 bei 1150°C, a(II) HT-LSCM Mikrofoto Fe-1-120 bei 1150°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-120 bei 1150°C, b(II) DM Mikrofoto Fe-1-120 bei 1150°C.	65
Abbildung 6-8: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-120 bei 1250°C, a(II) HT-LSCM Mikrofoto Fe-1-120 bei 1250°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-120 bei 1250°C, b(II) DM Mikrofoto Fe-1-120 bei 1250°C.	66
Abbildung 6-9: a(I) HT-LSCM Korngrößenverteilung Fe-1-120 bei 1350°C, a(II) HT-LSCM Mikrofoto Fe-1-120 bei 1350°C, b(I) DM Korngrößenverteilung Fe-1-120 bei 1350°C, b(II) DM Mikrofoto Fe-1-120 bei 1350°C.	67
Abbildung 7-1: Entwicklung der Austenitkorngröße bei 950°C.	69

Abbildung 7-2: Entwicklung der Austenitkorngröße bei 1050°C.....	70
Abbildung 7-3: Entwicklung der Austenitkorngröße bei 1150°C.....	71
Abbildung 7-4: Entwicklung der Austenitkorngröße bei 1250°C.....	72
Abbildung 7-5: Entwicklung der Austenitkorngröße bei 1350°C.	73
Abbildung 7-6: Aktivierungsenergie Q der Referenzlegierungen bei den Halte-temperaturen.....	75
Abbildung 7-7: Geschätzte Pinning-Kräfte, die von Nb(C,N) ausgeübt werden.	76
Abbildung 7-8: Endgültige Austenitkorngröße nach 2400 s isothermem Halten.	77
Abbildung 7-9: Geschätzte Pinning-Kräfte und Endgültige Austenitkorngröße nach 2400 s isothermem Halten.	78

Literaturverzeichnis

[1] Nora Fuchs, Conclusions on AlN-precipitation kinetics in steel from HT-LSCM austenite grain growth observations (2021).

[2] T. Gladman, Grain Size Control. 1st Edition, London (2004), CRC Press.

[3] Günter Gottstein, Materialwissenschaft und Werkstofftechnik_ Physikalische Grundlagen. 4. Auflage (2014), Springer Vieweg.

[4] H.W. Jürgen Ruge, Technologie der Werkstoffe_ Herstellung, Verarbeitung, Einsatz. 9. Auflage (2013), Vieweg+Teubner Verlag.

[5] H.W. Erhard Hornbogen, Metalle: Struktur und Eigenschaften der Metalle und Legierungen. 6. Auflage, Heidelberg (2016), Springer Vieweg.

- [6] G.S. Hans-Jürgen Bargel, *Werkstoffkunde*. 12. Auflage, Berlin, Heidelberg (2018), Springer Vieweg.
- [7] E. Hornbogen, G. Eggeler and E. Werner, *Werkstoffe: Aufbau und Eigenschaften von Keramik-, Metall-, Polymer- und Verbundwerkstoffen*. 10. Aufl. 2012, Berlin, Heidelberg (2011), Springer Berlin Heidelberg.
- [8] Prof. Dr. Erhard Hornbogen, Prof. Dr. Hans Warlimont (auth.), *Metallkunde_ Aufbau und Eigenschaften von Metallen und Legierungen* (2001), Springer Berlin Heidelberg.
- [9] Peter R. Sahm, Iván Egry, Thomas Volkmann, *Schmelze, Erstarrung, Grenzflächen: Eine Einführung in die Physik und Technologie flüssiger und fester Metalle*. Wiesbaden (1999), Springer.
- [10] A. Böge, *Technologie/Technik: Eisen-Kohlenstoff-Diagramm und Wärmebehandlung*. Wiesbaden (1988), Vieweg+Teubner Verlag.
- [11] William D. Callister, *Fundamentals of materials science and engineering: An interactive etext*. 5. Auflage, New York (2001), John Wiley & Sons, Inc.
- [12] J.E. Burke and D. Turnbull, Recrystallization and grain growth. *Progress in Metal Physics* 3 (1952), pp. 220–292. doi:10.1016/0502-8205(52)90009-9
- [13] H.V. Atkinson, Overview no. 65: Theories of normal grain growth in pure single phase systems. *Acta Metallurgica* 36 (1988), 3, pp. 469–491. doi:10.1016/0001-6160(88)90079-X
- [14] G.S. Rohrer, "Introduction to Grains, Phases, and Interfaces—an Interpretation of Microstructure," *Trans. AIME*, 1948, vol. 175, pp. 15–51, by C.S. Smith. *Metall Mater Trans A* 41 (2010), 5, pp. 1063–1100. doi:10.1007/s11661-010-0215-5
- [15] H. Hu and B.B. Rath, On the time exponent in isothermal grain growth. *Metallurgical Transactions* 1 (1970), 11, pp. 3181–3184. doi:10.1007/BF03038435
- [16] Paul A. Beck, Effect of Recrystallized Grain Size on Grain Growth. *Journal of Applied Physics* 19 (1948), 507. doi:10.1063/1.1698164
- [17] P.A. Beck, M.L. Holzworth and H. Hu, Instantaneous Rates of Grain Growth. *Phys. Rev.* 73 (1948), 5, pp. 526–527. doi:10.1103/PhysRev.73.526
- [18] Beck, Paul A. and Holzworth, M. L. and Hu, Hsun, Instantaneous Rates of Grain Growth. *Phys. Rev.* (1948), 526--527. doi:10.1103/PhysRev.73.526
- [19] C.S. Smith and L. Guttman, Measurement of Internal Boundaries in Three-Dimensional Structures By Random Sectioning. *JOM* 5 (1953), 1, pp. 81–87. doi:10.1007/BF03397456

- [20] P.A. Manohar, M. Ferry and T. Chandra, Five Decades of the Zener Equation. *ISIJ International* 38 (1998), 9, pp. 913–924. doi:10.2355/isijinternational.38.913
- [21] W. Guo, Z. Wang, Y. Li, N. Xu and J. Shi, Effect of Phosphorus Content on Properties of Warm-Rolled Interstitial-Free Steel Sheets. *Metallogr. Microstruct. Anal.* 2 (2013), 4, pp. 249–256. doi:10.1007/s13632-013-0086-4
- [22] Sebastián F. Medina, Manuel Marchena Gómez, Bernardo J. Fernández and Pedro Pablo Gómez, ROLE OF TiN AND AlN PARTICLES IN HOT ROLLING OF HSLA STEELS. *Materials Science* (2010)
- [23] Kurt Lücke and Klaus Detert, A quantitative theory of grain-boundary motion and recrystallization in metals in the presence of impurities. *Acta Metallurgica* 5 (1957), pp. 628–637. doi:10.1016/0001-6160(57)90109-8
- [24] Christopher Ross Hutchinson and Yves Bréchet, Solute Drag, pp. 155–166. doi:10.1007/978-94-010-0219-6_9
- [25] S.G. Kim and Y.B. Park, Grain boundary segregation, solute drag and abnormal grain growth. *Acta Materialia* 56 (2008), 15, pp. 3739–3753. doi:10.1016/j.actamat.2008.04.007
- [26] J.W. Cahn, The impurity-drag effect in grain boundary motion. *Acta Metallurgica* 10 (1962), 9, pp. 789–798. doi:10.1016/0001-6160(62)90092-5
- [27] N. Fujiyama, T. Nishibata, A. Seki, H. Hirata, K. Kojima and K. Ogawa, Austenite grain growth simulation considering the solute-drag effect and pinning effect. *Science and technology of advanced materials* 18 (2017), 1, pp. 88–95. doi:10.1080/14686996.2016.1244473
- [28] L.M. Fu, H.R. Wang, W. Wang and A.D. Shan, Austenite grain growth prediction coupling with drag and pinning effects in low carbon Nb. *Materials Science and Technology* 27 (2011), 6, pp. 996–1001. doi:10.1179/1743284711Y.0000000001
- [29] K. Banerjee, M. Militzer, M. Perez and X. Wang, Nonisothermal Austenite Grain Growth Kinetics in a Microalloyed X80 Linepipe Steel. *Metall and Mat Trans A* 41 (2010), 12, pp. 3161–3172. doi:10.1007/s11661-010-0376-2
- [30] M. Militzer, E.B. Hawbolt, T. Ray Meadowcroft and A. Giumelli, Austenite grain growth kinetics in Al-killed plain carbon steels. *Metall and Mat Trans A* 27 (1996), 11, pp. 3399–3409. doi:10.1007/BF02595433
- [31] I. Andersen and Ø. Grong, Analytical modelling of grain growth in metals and alloys in the presence of growing and. *Acta Metallurgica et Materialia* 43 (1995), pp. 2673–2688. doi:10.1016/0956-7151(94)00488-4

- [32] M.H. F.J. Humphreys, Chapter 11 - Grain Growth Following Recrystallization, in: pp. 333–378 .
- [33] J. Reiter, C. Bernhard and H. Presslinger, Austenite grain size in the continuous casting process: Metallographic methods and evaluation. *Materials Characterization* 59 (2008), 6, pp. 737–746. doi:10.1016/j.matchar.2007.06.003
- [34] K.S. Cho, H.S. Sim, J.H. Kim, J.H. Choi, K.B. Lee, H.R. Yang and H. Kwon, A novel etchant for revealing the prior austenite grain boundaries and matrix information in high alloy steels. *Materials Characterization* 59 (2008), 6, pp. 786–793. doi:10.1016/j.matchar.2007.06.013
- [35] G. de Andrés, C. Bartolomé, M. Capdevila, S. Martín, D. Caballero, F. López and V, Metallographic techniques for the determination of the austenite grain size in medium-carbon microalloyed steels. *Materials Characterization* (2001), 46, pp. 389–398. doi:10.1016/S1044-5803(01)00142-5
- [36] H. Natter, M. Schmelzer, M.-S. Löffler, C.E. Krill, A. Fitch and R. Hempelmann, Grain-Growth Kinetics of Nanocrystalline Iron Studied In Situ by Synchrotron Real-Time X-ray Diffraction. *J. Phys. Chem. B* 104 (2000), 11, pp. 2467–2476. doi:10.1021/jp991622d
- [37] S. Takajo, C.C. Merriman, S.C. Vogel and D.P. Field, In-situ EBSD study on the cube texture evolution in 3 wt% Si steel complemented by ex-situ EBSD experiment — From nucleation to grain growth. *Acta Materialia* 166 (2019), pp. 100–112. doi:10.1016/j.actamat.2018.11.054
- [38] Marc Dubois, Matthias Militzer, Andre Moreau, and Jean F. Bussiere, A new technique for the quantitative real-time monitoring of austenite grain growth in steel. *Scripta Materialia* (2000), pp. 867–874. doi:10.1016/S1359-6462(00)00305-5
- [39] N. Fuchs, P. Krajewski and C. Bernhard, In-situ Observation of Austenite Grain Growth in Plain Carbon Steels by Means of High-temperature Laser Scanning Confocal Microscopy. *Berg Huettenmaenn Monatsh* 160 (2015), 5, pp. 214–220. doi:10.1007/s00501-015-0356-3
- [40] W.W. Mullins, Theory of Thermal Grooving. *Journal of Applied Physics* 28 (1957), 3, pp. 333–339. doi:10.1063/1.1722742
- [41] C. García de Andrés, F. Caballero, C. Capdevila and D. San Martín, Revealing austenite grain boundaries by thermal etching: advantages and disadvantages. *Materials Characterization* 49 (2002), 2, pp. 121–127. doi:10.1016/S1044-5803(03)00002-0
- [42] Günter Gottstein and Lasar S. Shvindlerman, Grain Boundary Migration in Metals: Metals Thermodynamics, Kinetics, Applications. 2nd Edition, Boca Raton (2009), CRC Press.

- [43] R. Dippenaar, S.-C. Moon and E. Szekeres, Strand Surface Cracks - The Role of Abnormally Large Prior-austenite Grains. *Iron and Steel Technology* 4 (2007)
- [44] B. Mintz and D.N. Crowther, Hot ductility of steels and its relationship to the problem of transverse cracking during continuous casting. *International Materials Reviews* 55 (2010), 3, pp. 168–196. doi:10.1179/095066009X12572530170624
- [45] C. OUCHI and K. MATSUMOTO, Hot Ductility in Nb-bearing High-strength Low-alloy Steels. *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan* 22 (1982), 3, pp. 181–189. doi:10.2355/isijinternational1966.22.181
- [46] V.K. Rao, D.M.R. Taplin and P.R. Rao, The grain size dependence of flow and fracture in a Cr-Mn-N austenitic steel from 300 to 1300K. *Metallurgical Transactions A* 6 (1975), 1, pp. 77–86. doi:10.1007/BF02673673
- [47] L. DUAN, J. WANG, Q. LIU, X. SUN and J. CAO, Austenite Grain Growth Behavior of X80 Pipeline Steel in Heating Process. *J. Iron Steel Res. Int.* 17 (2010), 3, pp. 62–66. doi:10.1016/S1006-706X(10)60074-X
- [48] J. Moon, J. Lee and C. Lee, Prediction for the austenite grain size in the presence of growing particles in the weld HAZ of Ti-microalloyed steel. *Materials Science and Engineering: A* 459 (2007), 1-2, pp. 40–46. doi:10.1016/j.msea.2006.12.073
- [49] K. Chang, W. Feng and L.-Q. Chen, Effect of second-phase particle morphology on grain growth kinetics. *Acta Materialia* 57 (2009), 17, pp. 5229–5236. doi:10.1016/j.actamat.2009.07.025
- [50] L. Sun, X. Liu, X. Xu, S. Lei, H. Li and Q. Zhai, Review on niobium application in microalloyed steel. *J. Iron Steel Res. Int.* 29 (2022), 10, pp. 1513–1525. doi:10.1007/s42243-022-00789-1
- [51] X. Yuan, Z. Liu, S. Jiao, L. Ma and G. Wang, The Onset Temperatures of γ to α -Phase Transformation in Hot Deformed and Non-deformed Nb Micro-alloyed Steels. *Isij International - ISIJ INT* 46 (2006), pp. 579–585. doi:10.2355/isijinternational.46.579
- [52] L.C. Zhang, X.L. Wen and Y.Z. Liu, Effect of Precipitates on Austenite Grain Growth Behavior in a Low-Carbon Nb-V Microalloyed Steel. *MSF* 898 (2017), pp. 783–790. doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.898.783
- [53] F. Xiao, Y. Cao, G. Qiao, X. Zhang and B. Liao, Effect of Nb Solute and NbC Precipitates on Dynamic or Static Recrystallization in Nb Steels. *J. Iron Steel Res. Int.* 19 (2012), 11, pp. 52–56. doi:10.1016/S1006-706X(13)60020-5

[54] Simmons, J. W., Atteridge, D. G., & Rawers, J., Microstructural characterization of as-cast high-nitrogen Fe-15Cr-15Ni alloys. *Journal of Materials Science* 27 (1992), pp. 6105–6115. doi:10.1007/BF01133757

[55] A. Poonguzhali, M.G. Pujar and U. Kamachi Mudali, Effect of Nitrogen and Sensitization on the Microstructure and Pitting Corrosion Behavior of AISI Type 316LN Stainless Steels. *J. of Materi Eng and Perform* 22 (2013), 4, pp. 1170–1178. doi:10.1007/s11665-012-0356-3

[56] J.W. Simmons, Overview: high-nitrogen alloying of stainless steels. *Materials Science and Engineering: A* 207 (1996), pp. 159–169. doi:10.1016/0921-5093(95)09991-3

[57] R. Staško, H. Adrian and A. Adrian, Effect of nitrogen and vanadium on austenite grain growth kinetics of a low alloy steel. *Materials Characterization* 56 (2006), 4-5, pp. 340–347. doi:10.1016/j.matchar.2005.09.012

[58] American Society for Testing and Materials, Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. ASTM-E112 19.120 (2010).

[59] L. Fahrmeir, C. Heumann, R. Künstler, I. Pigeot and G. Tutz, *Statistik*. Berlin, Heidelberg (2016), Springer Berlin Heidelberg.