

Michael Krysl

# Experimentelle Ermittlung von Schweiß-ZTU-Diagrammen für einen thermomechanisch gewalzten Stahl S700MC

Diplomarbeit

Zur Erlangung des Akademischen Grades

Diplom- Ingenieur

Technische Universität Graz

Fakultät für Maschinenbau und Wirtschaftswissenschaften

Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik

Vorstand:

Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Priv.-Doz. Christof Sommitsch

Beurteiler:

Assoc.Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. NorbertENZINGER

Betreuer:

Dipl.-Ing. Mizanur Rahman

Graz, 2012



Das K-Projekt Network of Excellence for Joining Technologies JOIN4+ wird im Rahmen von COMET - Competence Centers for Excellent Technologies durch BMVIT, BMWFJ, FFG, Land Oberösterreich, Land Steiermark, SFG und ZIT gefördert. Das Programm COMET wird durch die FFG abgewickelt.

Diese Diplomarbeit entstand aus dem Kooperationsprojekt JOIN4+ und wird von folgenden Fördergebern unterstützt:



Folgende Firmen/ Institutionen sind bei diesem Projekt beteiligt:



## Vorwort

### JOIN4+- PROJEKT 1.1- Weiche Zone beim Schweißen hochfester Stähle

Beim Verschweißen von thermomechanisch gewalzten Stählen kann es zu einem Härteabfall im Bereich der Wärmeeinflusszone kommen. Dieser Bereich wird als „Weiche Zone“ bezeichnet. Übergeordnetes Ziel dieses Projekts ist es, die Auswirkungen dieser weichen Zone zu charakterisieren, sowie diese Zone im Entstehen auf ein Minimum zu begrenzen. Dies soll im Weiteren zu schweißtechnischen Verarbeitungshinweisen für Kunden führen. [1]

Zum Thema Weiche Zone (WZ) wurden in diesem Projekt bereits 2 Diplomarbeiten durchgeführt:

Franz Hochhauser (2009) [2] verfasste eine Literaturstudie zum Phänomen Weiche Zone von Vergütungsstählen und Thermomechanisch gewalzten Stählen und führte MAG Schweißversuche an Blechen des thermomechanisch gewalzten Stahlbandes S700 MC durch. Dabei konnte gezeigt werden, dass die Zugfestigkeit durch die WZ nicht signifikant beeinträchtigt wird. Grund dafür ist die Stützwirkung des Grundwerkstoffs und die hohe Festigkeit des Schweißzusatzwerkstoffs. Geringer Wärmeeintrag beim Schweißen hält die weiche Zone schmal bei hoher Festigkeit.

Wilhelm Maurer (2010) [3] verglich am selben Werkstoff die WZ realer Schweißungen mit physikalischen Simulationen (Gleeble) und führte darüber hinaus Elektronenstrahlschweißversuche durch. In seiner Arbeit wurde gezeigt, dass beim Elektronenstrahlschweißen der Martensitanteil im Gefüge der WEZ größer wurde. Durch die geringere  $t_{8,5}$ -Zeit wurde die Härte des aufgeschmolzenen Bereichs gesteigert und die statische Zugfestigkeit erreichte das Niveau des Grundwerkstoffs.

Diese Diplomarbeiten führten jeweils zu Veröffentlichungen [4] und [5], welche in der Zeitschrift „Welding in the World“ 2012 veröffentlicht werden.

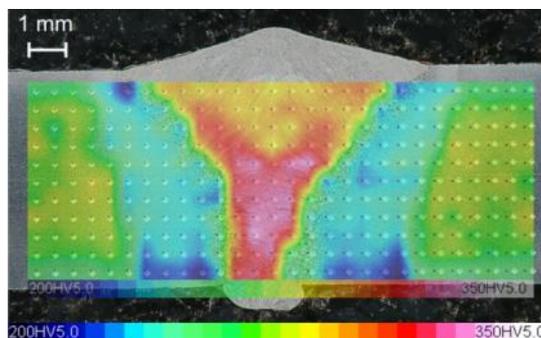


Abb. 0-1: Härtefeld einer typischen Schweißnaht [2]

## Kurzfassung

Mikrolegierte Stähle auf Ti-Nb-Basis haben große Bedeutung aufgrund ihrer mechanischen Eigenschaften und sind ein wichtiger Bestandteil für den Leichtbau. Sie besitzen bei hoher Festigkeit und Zähigkeit eine ausgezeichnete Kaltumformbarkeit und Schweißbarkeit.

Durch die beim Schweißen auftretende Wärmeeinbringung im Bereich der Wärmeeinflusszone (WEZ) kommt es zu Veränderungen der Mikrostruktur, welche in weiterer Folge die mechanischen Eigenschaften beeinflussen. Durch das Aufheizen und anschließend rasche Abkühlen durch den Schweißprozess kann es in einem Bereich der WEZ zu einer Härteverringerung kommen, welche als Weiche Zone (WZ) oder Härtesack bezeichnet wird. Abhängig von der zuordenbaren Spitztemperatur neben der Schweißnaht bzw. dem wirkenden Mechanismus tritt eine mehr oder weniger starke Umwandlungserweichung auf.

Dazu wurden zwei Schweiß-ZTU-Diagramme experimentell mit Hilfe der Dilatometrie erstellt. Eines wurde für die Spitztemperatur von 1300°C und das andere für 1000°C angefertigt. Diese ZTU-Diagramme dienen als wichtige Eingabe-Parameter für die Modellierung der Mikrostruktur und der mechanischen Eigenschaften. Die höhere Spitztemperatur verschiebt die kontinuierliche Umwandlung zu längeren Zeiten und führt anteilig zu mehr Martensit. Ferritbildung wurde bei der niedrigeren Spitztemperatur festgestellt, welche sich im Vergleich zu 1300°C zu einer stärkeren Erweichung in der WEZ auswirkt.

## Abstract

Ti-Nb containing micro-alloyed steels have been of great interest because of their beneficial mechanical properties. These steels are very important for industrial applications especially in lightweight design. They have excellent cold formability and weldability along with high strength and toughness.

Due to welding heat input, alterations of microstructures were observed in the welding HAZ (heat affected zone) which furthermore influence the mechanical properties. A reduction of hardness in the HAZ (soft zone) may occur as a result of heating and subsequent cooling due to the welding process. Depending on the peak temperature in the HAZ softening is referred to annealing or transformation softening.

In this Master thesis, two welding CCT diagrams were experimentally determined with the help of dilatometry. One was performed for peak temperature 1300°C and another was for 1000°C. These CCT diagrams are important input parameters for numerical simulation of the microstructure. The higher peak temperature shifted the continuous cooling transformation diagram to longer reaction times, thereby increasing the possibility of martensite formation. However, the tendency of more ferrite formation was observed for the peak temperature 1000°C compared to 1300°C which lead to increased softening at the lower temperature region in the HAZ.

## Danksagung

Ich möchte mich bei Institutsvorstand Prof. Dr. Sommitsch bedanken, der mir die Durchführung der Diplomarbeit am Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik ermöglicht hat.

Hervorzuheben sind Assoc.Prof Dr. Norbert Enzinger und Dr. Rudolf Vallant, welche mir unermüdlich mit Rat und Tat zur Seite gestanden sind.

Auch meinem Betreuer Dipl.-Ing. Mizanur Rahman möchte ich meinen herzlichen Dank aussprechen, neben der guten Zusammenarbeit gewährte er mir unvergessliche Einblicke in die bengalische Kultur.

Die Zusammenarbeit im Projekt 1.1 im Rahmen der Arbeitsgemeinschaft Join4+ war für mich sehr positiv und lehrreich, mein spezieller Dank gilt Dipl.- Ing. Wolfgang Ernst und Dipl.-Ing. Wilhelm Maurer von der voestalpine Stahl GmbH.

Mein Dank gilt ebenso den Labormitarbeitern sowohl am Institut für Werkstoffkunde als auch bei der voestalpine Stahl GmbH, welche mich in meinen Tätigkeiten unterstützt haben und von denen ich durch ihre langjährige Erfahrung wertvolle Tipps in der Praxis bekommen habe.

Durch die Gespräche mit den zahlreichen InstitutskollegInnen bekam ich wertvolle Impulse, welche mich oft über kleine Hürden hinweggebracht haben.

Ein spezieller Dank gilt meinen Eltern, welche mir das Studium ermöglicht und mich in dieser Zeit finanziell unterstützt haben.



© Martin Perscheid

Sehr geehrter Herr Perscheid!

Ich schreibe Diplomarbeit am Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik der TU Graz. Ich bin ein Fan ihrer Cartoons und würde gerne ein Bild in Vorwort/Danksagung meiner Diplomarbeit (Thema Stahl) verwenden.

Im Falle Ihrer Erlaubnis würde ich Sie selbverständlich dankend erwähnen, oder besitzt BullsPress das Copyright?

Mit freundlichen Grüßen

Michael Krysl

Hallo Herr Krysl,

zwar vermarktet Bulls die Cartoons, aber eine Diplomarbeit ist ja keine kommerzielle Verwendung, deshalb gerne. Ich hänge ihn nochmal in guter Qualität mit an. Und sollte ich mal eine Frage zum Thema Stahl haben, wende ich mich natürlich an Sie!

Grüße,

M. Perscheid

## EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

Ich erkläre an Eides statt, dass ich die vorliegende Arbeit selbstständig verfasst, andere als die angegebenen Quellen/Hilfsmittel nicht benutzt, und die den benutzten Quellen wörtliche und inhaltlich entnommene Stellen als solche kenntlich gemacht habe.

## STATUTORY DECLARATION

I declare that I have authored this thesis independently, that I have not used other than the declared sources / resources, and that I have explicitly marked which has been quoted either literally or by content from the used sources.

Graz, .....

.....

Michael Krysl

# Inhaltsverzeichnis

<b>1.</b>	<b>EINLEITUNG .....</b>	<b>1</b>
1.1.	Aufgabenstellung .....	1
1.2.	Durchführung .....	1
<b>2.</b>	<b>GRUNDLAGEN S700MC.....</b>	<b>2</b>
2.1.	Stahleinteilung .....	2
2.2.	Herstellverfahren.....	2
2.3.	Stahleigenschaften .....	3
2.3.1.	Zusammensetzung .....	3
2.3.2.	Kohlenstoffäquivalente .....	3
2.3.3.	Festigkeitsmechanismen.....	4
2.4.	Gefüge.....	4
2.4.1.	Ferrit und Karbide .....	4
2.4.2.	Perlit .....	6
2.4.3.	Bainit .....	6
2.4.4.	Martensit.....	9
<b>3.</b>	<b>ZEIT-TEMPERATUR-SCHAUBILDER .....</b>	<b>12</b>
3.1.	ZTA- Schaubilder.....	12
3.2.	ZTU-Schaubilder.....	12
3.2.1.	Isothermes ZTU-Schaubild .....	12
3.2.2.	Kontinuierliches ZTU-Schaubild .....	13
3.2.3.	Schweiß-ZTU-Diagramm.....	14
<b>4.</b>	<b>DILATOMETER- VERSUCHE.....</b>	<b>16</b>
4.1.	Grundlagen .....	16
4.2.	Versuchsaufbau .....	16
4.3.	Versuchsparameter .....	16
4.4.	Dilatometerproben .....	17
4.5.	Versuchsschema.....	18
4.6.	Probenvorbereitung .....	19
4.7.	Versuchsablauf .....	19
<b>5.</b>	<b>AUSWERTUNG DER DILATOMETERKURVE.....</b>	<b>21</b>
5.1.	Datenverarbeitung.....	21
5.2.	Tangentenmethode .....	21
5.3.	Bestimmung der $A_{c1}$ und $A_{c3}$ Temperatur .....	21
5.4.	Bestimmung der Umwandlungstemperaturen .....	22
5.5.	Vergleich von Voll- und Hohlproben.....	23

---

<b>6.</b>	<b>METALLOGRAFIE.....</b>	<b>27</b>
6.1.	Vorbereitung.....	27
6.2.	Einbettung.....	27
6.3.	Kennzeichnung.....	28
6.4.	Schleifen und polieren.....	28
6.5.	Reinigen.....	29
6.6.	Ätzen.....	30
<b>7.</b>	<b>NITAL 2% (N2).....</b>	<b>31</b>
7.1.	Zusammensetzung.....	31
7.2.	Anwendung.....	31
7.3.	Gewonnene Erfahrungen der Nital-Ätzung.....	31
<b>8.</b>	<b>LE PERA (LP) FARBNIEDERSCHLAGSÄTZUNG.....</b>	<b>32</b>
8.1.	Zusammensetzung.....	32
8.2.	Allgemeine Vorgehensweise bei der Verwendung von Farb-Ätzmitteln.....	32
8.3.	Grundlagen der LePera- Ätzung.....	33
8.4.	Gefügeidentifikation nach LePera.....	35
8.4.1.	Martensit (M).....	35
8.4.2.	Restaustenit (RA), Karbide (C).....	35
8.4.3.	Bainit (B).....	35
8.4.4.	Ferrit (F).....	35
8.4.5.	Perlit (P).....	35
8.5.	Gewonnene Erfahrungen der LePera-Ätzung.....	36
<b>9.</b>	<b>AUSWERTUNG DER SCHLIFFPROBEN.....</b>	<b>37</b>
9.1.	Lage der Aufnahmen.....	37
9.2.	Metallographische Auswertung.....	38
9.3.	Quantitative Bestimmung der Gefügezusammensetzung.....	40
9.3.1.	Überschlägige Quantifizierung.....	41
9.3.2.	Punktanalyse.....	42
9.3.3.	Auswertungsbeispiel 1300°C.....	42
9.3.4.	TEM-Untersuchungen.....	44
9.3.5.	Restaustenitmessung.....	45
9.4.	Bestimmung der Martensit-Starttemperatur.....	47
9.5.	Härteprüfungen.....	49
9.5.1.	Charakterisierung des Grundwerkstoffs.....	49
9.5.2.	SZTU- Härtemessung.....	50
9.5.3.	Härtemessung zur Gefügebestimmung- 1300°C.....	52
9.5.4.	Härtemessung zur Gefügebestimmung 1000°C.....	53
<b>10.</b>	<b>ERGEBNIS.....</b>	<b>55</b>

---

---

<b>10.1.</b>	<b>Erstellung des SZTU-Diagramms .....</b>	<b>55</b>
<b>10.2.</b>	<b>Schweiß-ZTU für 1000°C Spitztemperatur .....</b>	<b>56</b>
<b>10.3.</b>	<b>Schweiß-ZTU für 1300°C Spitztemperatur .....</b>	<b>57</b>
<b>11.</b>	<b>DISKUSSION.....</b>	<b>58</b>
<b>11.1.</b>	<b>Härte .....</b>	<b>58</b>
<b>11.2.</b>	<b>Gefüge - Vergleich von LePera und Nital .....</b>	<b>59</b>
<b>12.</b>	<b>ZUSAMMENFASSUNG .....</b>	<b>60</b>
<b>12.1.</b>	<b>Durchführung der Dilatometerversuche.....</b>	<b>60</b>
<b>12.2.</b>	<b>Auswertung der Dilatometerversuche.....</b>	<b>60</b>
<b>12.3.</b>	<b>SZTU- Härtemessungen.....</b>	<b>60</b>
<b>12.4.</b>	<b>Metallografie und Mikrohärtmessung.....</b>	<b>60</b>
12.4.1.	Grundwerkstoff .....	61
12.4.2.	Spitztemperatur 1300°C .....	61
12.4.3.	Spitztemperatur 1000°C .....	61
<b>13.</b>	<b>AUSBLICK.....</b>	<b>62</b>
<b>14.</b>	<b>ABBILDUNGSVERZEICHNIS .....</b>	<b>64</b>
<b>15.</b>	<b>TABELLENVERZEICHNIS .....</b>	<b>66</b>
<b>16.</b>	<b>LITERATURVERZEICHNIS .....</b>	<b>67</b>
<b>17.</b>	<b>ANHANG .....</b>	<b>69</b>



# 1. Einleitung

## 1.1. Aufgabenstellung

### **Experimentelle Ermittlung von Schweiß-ZTU-Diagrammen für den thermomechanisch gewalzten Stahl S700MC**

Das thermomechanisch gewalzte Stahlband S 700MC nach EN 10149-2, zeigt beim MAG-Schweißen eine Erweichung innerhalb der Wärmeeinflusszone (WEZ). Diese Erweichung ist auf verschiedene metallphysikalische Vorgänge zurück zu führen.

Für die numerische Mikrostruktur-Simulation in der WEZ während des Schweißprozesses sind Schweiß-Zeit-Temperatur-Umwandlungs-Diagramme als Funktion der Austenitierungstemperatur nötig, um sowohl die Mikrostruktur als auch die mechanischen Eigenschaften (Härte) in der WEZ bestimmen zu können.

## 1.2. Durchführung

Die Durchführung gliedert sich in folgende Teile:

- Literaturrecherche
- Durchführung Dilatometerversuche
- Herstellung metallographischer Schliffe
- Quantitative Ermittlung der Gefügeanteile
- Härtemessungen

Daraus erfolgt die Erstellung der Schweiß-ZTU-Diagramme für 1000°C und 1300°C Spitztemperatur.

## 2. Grundlagen S700MC

### 2.1. Stahleinteilung

Thermomechanisch gewalzte Stähle besitzen ein C-armes, feinkörniges Gefüge. Die Stähle sind für die Kaltumformung gut geeignet und aufgrund der chemischen Zusammensetzung (niedriges C-Äquivalent) sehr gut schweißbar. Außerdem weisen sie eine ausgezeichnete Schneid- und Stanzeignung auf. Verwendet werden diese Stähle unter anderem in der Automobilindustrie und im Kranbau. [6]

Anhand des nachfolgenden Bildes (Abb. 2-1) kann die Lage des untersuchten Stahles S700MC innerhalb des Eigenschaftsfensters der Warmbandstahlsorten entnommen werden.

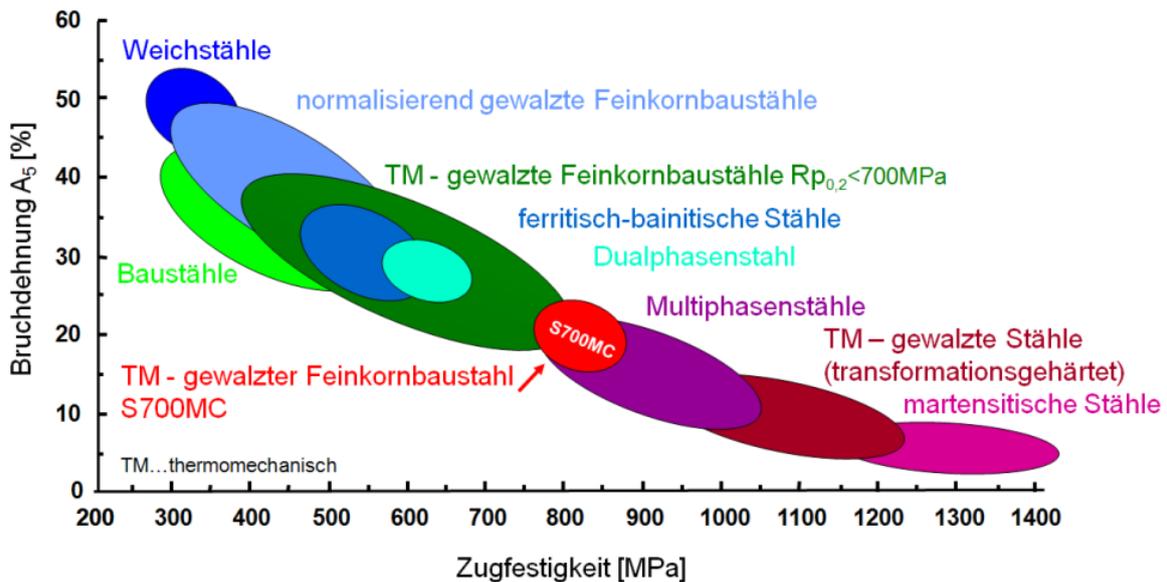


Abb. 2-1: Überblick Warmbandstahlsorten [7]

### 2.2. Herstellverfahren

Thermomechanisch gewalztes Stahlband wird üblicherweise mehrstufig gewalzt. In Abb. 2-2 sind typische Walzend- und Haspeltemperaturen dargestellt. Diese Temperaturen nehmen von der konventionellen über die normalisierende (N) zur thermomechanischen (TM) Fertigung hin ab. Beim thermomechanischen Walzen kann grundsätzlich noch zwischen Luftabkühlung und Wasserabkühlung (W) unterschieden werden. Durch die Wasserabkühlung wird die Perlitumwandlung unterdrückt und dadurch die Bainitumwandlung begünstigt. [8]

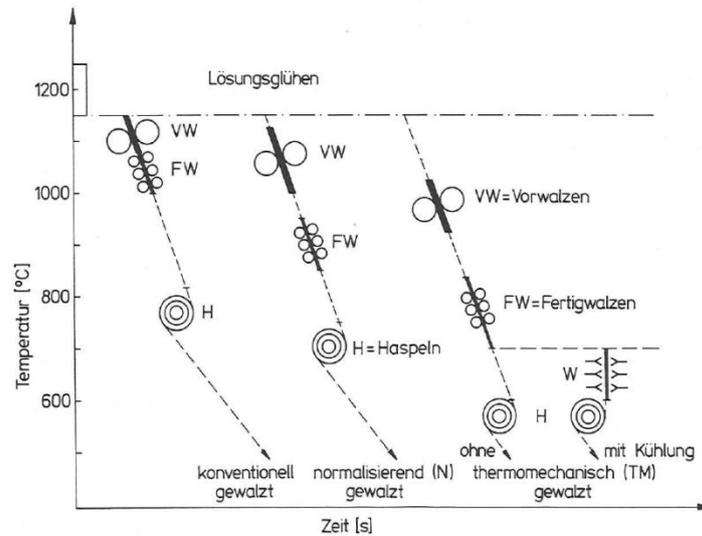


Abb. 2-2: Warmbandfertigung [8]

## 2.3. Stahleigenschaften

### 2.3.1. Zusammensetzung

Tabelle 2-1 zeigt die Zusammensetzung des Stahls S700MC.

S700MC	C	Si	Mn	P	S	Al	Nb+V+Ti	N
Istanalyse	0,07	0,03	1,95	0,007	0,002	0,052	0,18	0,0061

Tabelle 2-1: Zusammensetzung S700MC in Gewichts% [6]

### 2.3.2. Kohlenstoffäquivalente

Das Kaltrissverhalten von Schweißnähten ist laut IIW [9] unter anderem abhängig von der chemischen Zusammensetzung des Grundwerkstoffs bzw. des Schweißgutes. Dabei gilt, je mehr Legierungsbestandteile vorhanden sind, desto höher ist die Kaltrissgefahr. Mit Kohlenstoffäquivalenten werden die Wirkungsweisen verschiedener Legierungselemente in Bezug auf die Kaltrissneigung angegeben.

Das heute noch gängige Kohlenstoffäquivalent CEV basiert auf diesem IIW-Dokument aus dem Jahr 1967 (Tabelle 2-2). Grundlage dafür sind Untersuchungen zur Härtebarkeit unter der Annahme, dass Elemente, welche die Aufhärtebarkeit fördern, ebenso die Kaltrissneigung steigern. Durch weitere Untersuchungen konnte gezeigt werden, dass diese Annahme nicht allgemein gültig ist.[10] Mit dieser Erkenntnis entstand das Kohlenstoffäquivalent CET, welches in weiterer Folge zur Berechnung der Vorwärmtemperatur herangezogen wird. [11]

S700MC	für CEV <sup>1)</sup>	für CET <sup>2)</sup>
Istwert	0,40	0,26
<sup>1)</sup> nach IIW: $CEV = C + Mn/6 + (Cr + Mo + V)/5 + (Ni + Cu)/15$		
<sup>2)</sup> nach EN 1011-2/C3 bzw. SEW 088: $CET = C + (Mn + Mo)/10 + (Cr + Cu)/20 + Ni/40$		

Tabelle 2-2: Kohlenstoffäquivalente S700MC [6]

### 2.3.3. Festigkeitsmechanismen

Grundsätzlich gibt es vier Härtungsmechanismen:

1. Mischkristallverfestigung ( $\Delta\sigma_{MK}$ )
2. Feinkornverfestigung bzw. Korngrenzhärtung ( $\Delta\sigma_{KG}$ )
3. Kaltverfestigung ( $\Delta\sigma_V$ )
4. Teilchen- (Ausscheidungs-)Verfestigung ( $\Delta\sigma_T$ )

Diese sind je nach Stahltyp verschieden an der Gesamtfestigkeit beteiligt.

Entscheidend für die Festigkeit in Feinkornbaustählen ist die Feinkornverfestigung, auch Korngrenzhärtung genannt. Ein feinkörniges Gefüge besitzt viele Korngrenzen, welche den Versetzungsbewegungen entgegenwirken. Diese Versetzungen stauen sich an der Grenze auf und bewirken eine Festigkeitssteigerung. Gleichzeitig dämpfen die Korngrenzen zugeführte Schlagenergie, woraus die hohe Schlagzähigkeit von Feinkornbaustählen resultiert. [12]

Ebenso wichtig ist die Ausscheidungshärtung, welche durch Zugabe von Mikrolegierungselementen bei einer sehr genau einzuhaltenden Wärmebehandlung entsteht. Die wichtigsten Elemente dafür sind Niob, Vanadium und Titan. Während Vanadium hauptsächlich nur für die Ausscheidungshärtung relevant ist, wird durch Niob Ausscheidungshärtung und Kornfeinung erzielt. [12]

## 2.4. Gefüge

Im Folgenden werden die Gefügebestandteile erklärt, welche bei Feinkornbaustählen zu erwarten sind.

### 2.4.1. Ferrit und Karbide

Allotropie liegt vor, wenn ein chemisches Element in einem Aggregatzustand in zwei oder mehreren Strukturformen auftritt, welche sich bezüglich chemischer und physikalischer Reaktionsbereitschaft voneinander unterscheiden. Reineisen ist allotrop und unterliegt bei entsprechender Temperaturveränderungen Phasenumwandlungen. Diese kommen auch bei Eisenlegierungen vor. [13]

Generell bestehen bei reinen Metallen aufgrund dieser Phasenumwandlung Haltepunkte sowohl bei Aufheiz- als auch bei Abkühlkurven, welche unter Gleichgewichtsbedingungen aufgestellt worden sind (Abb. 2-3). Bei Stahl tritt zusätzlich der  $A_1$ - Haltepunkt auf.

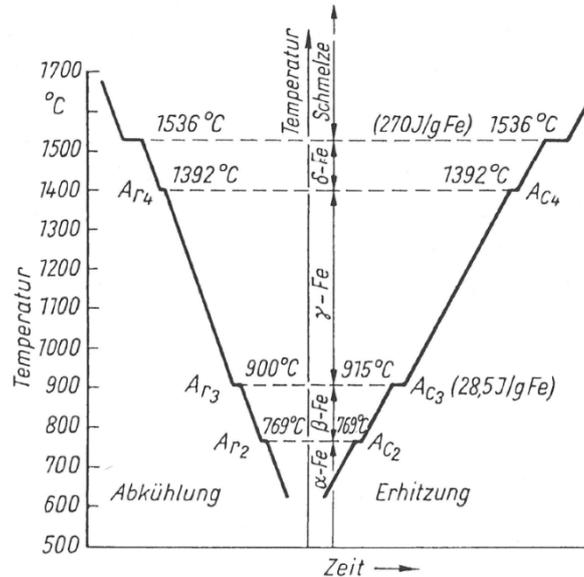


Abb. 2-3: Schematische Abkühlungs- und Erwärmungskurve des reinen Eisens [13]

Reines Eisen im Bereich von 911°C bis 1392°C wird als  $\gamma$ -Eisen oder Austenit bezeichnet, es besitzt eine kubisch-flächenzentrierte (kfz) Gitterstruktur. Zwischen 769°C und 911°C wird es  $\beta$ -Eisen genannt und ist kubisch-raumzentriert (krz). Unter 769°C spricht man von  $\alpha$ -Eisen (Ferrit), welches ebenfalls eine krz-Kristallstruktur besitzt.

Die Temperatur von 769°C wird als Curie-Temperatur bezeichnet. In diesem Punkt findet keine Gitterveränderung im Eisen statt. Diese Temperatur bildet eine wichtige Grenze in Bezug auf den Magnetismus. Oberhalb der Curie-Temperatur spricht man von paramagnetischem Zustand des Eisens, darunter vom ferromagnetischen Zustand. In Abb. 2-3 ist weiters ersichtlich, dass bei  $A_3$  ein Temperaturunterschied zwischen Aufheizen und Abkühlen besteht aufgrund thermischer Effekte. [13]

Die Haltepunkte werden international einheitlich mit  $A_1$ ,  $A_2$ ,  $A_3$  und  $A_4$  bezeichnet. Die Indices „c“ und „r“ haben ihren Ursprung im französischen und bedeuten „chauffage“ - erwärmen bzw. „refroidissement“ - abkühlen.

Das Gefüge des reinen Eisens besteht bei Raumtemperatur aus Ferrit (lateinisch: ferrum). Bei technischem Weicheisen, welches üblicherweise mehr als 0,02 % Kohlenstoff besitzt, findet sich Perlit (Ferrit +  $Fe_3C$ ), welcher durch Ätzen sichtbar gemacht werden kann.

Beim Abkühlen von Austenit ( $\gamma$ -Eisen) wandelt dieser in Ferrit ( $\alpha$ -Eisen) um, dabei scheiden sich Karbide aus. Der Grund ist, dass der Austenit mit maximal 2,06% C-Gehalt wesentlich mehr Kohlenstoff aufnehmen kann als  $\alpha$ -Eisen, welches nur maximal 0,02% beinhalten kann. Der Kohlenstoff kann in verschiedener Form vorkommen, entweder im Mischkristall gelöst, als elementarer Kohlenstoff oder als chemische Verbindung in Form von Karbiden (Eisencarbid bzw. Zementit, legierte Misch- oder Sondercarbide). [13]

Für die Entstehung des Ferrits ist die sogenannte heterogene Keimbildung ausschlaggebend, an den Stellen dieser Keime entstehen bei dieser diffusionskontrollierten Umwandlung die Ferritkörner. Als Kristallisationskeime wirken Korngrenzen (bzw. deren Trippelpunkte), Ausscheidungen, aber auch Stellen mit höherer Versetzungsdichte. [12]

### 2.4.2. Perlit

Perlit besteht aus Ferrit und  $\text{Fe}_3\text{C}$  (Zementit) und ist in Abb. 2-4 schematisch dargestellt. Die Bildung von Perlit ist temperatur- und zeitabhängig, da eine beträchtliche Menge Kohlenstoff durch Diffusion umverteilt werden muss.



Abb. 2-4: Perlit-Wachstum [14]

Abb. 2-5 zeigt den theoretisch möglichen Perlitanteil einer reinen Eisen-Kohlenstofflegierung im Gleichgewicht in Abhängigkeit vom Kohlenstoffgehalt. Der hier untersuchte Stahl besitzt 0,07% Kohlenstoff, daraus könnten nur wenige Prozent Perlit entstehen. Wie in Kapitel 3.2 erwähnt, wird durch rasche Abkühlung (z.B. Wasserabkühlung oder Schweißen) die Perlitumwandlung unterdrückt und die Bainitumwandlung begünstigt. [13]

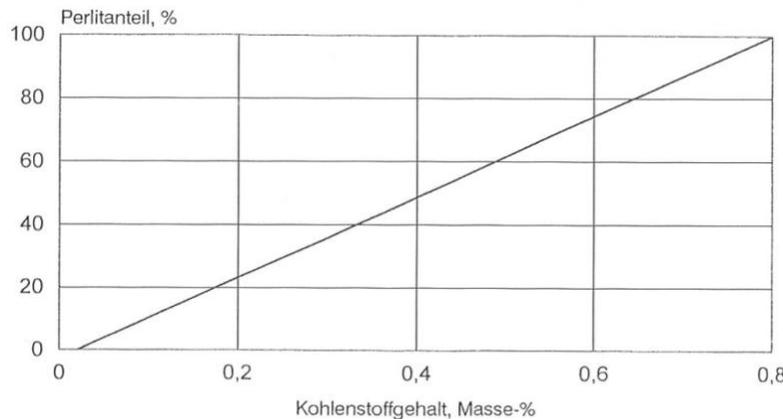


Abb. 2-5: Theoretischer Zusammenhang zwischen dem Kohlenstoffgehalt der reinen Eisen-Kohlenstofflegierung im Gleichgewicht und dem Perlitanteil im Gefüge [13]

### 2.4.3. Bainit

Der Bainit, auch Zwischenstufe genannt, befindet sich gefügemorphologisch und bezüglich des Entstehungsmechanismus bzw. der Entstehungstemperatur zwischen dem Perlit und dem Martensit. Bainitische Gefüge können Ähnlichkeiten sowohl zu perlitischen als auch zu martensitischen Gefügen besitzen. [13]

Bei diesem zweiphasigen Gefüge gibt es keinen definierten Beginn, sondern man spricht generell von einem Bainitbildungsbereich. Dieser liegt zwischen ca.  $600^\circ\text{C}$  und  $200^\circ\text{C}$ . Alle bainitischen Gefüge haben den bainitischen Ferrit (Zwischenstufenferrit) gemeinsam, welcher sich vom voreutektoiden und perlitischen Ferrit durch eine höhere Versetzungsdichte unterscheidet, und bestimmte Orientierungszusammenhänge zum Austenit besitzt. [13]

Das Ausgangsgefüge (Austenit) und der Bainit weisen global die gleiche chemische Zusammensetzung bei unterschiedlicher Gitterstruktur auf. Jedoch ist die chem. Zusammensetzung lokal unterschiedlich. Aus dem Austenit entstehen nichtlamellare Ferrit-Karbid-Aggregate, wobei Form, Größe, Anordnung und Verteilung von Ferrit und Carbid unterschiedlich sein können (Abb. 2-6).[13]

Für die Bainitbildung sind mehrere Vorgänge ausschlaggebend:

- Umklappvorgänge - Entstehung von Ferritkristallen
- Diffusion - Umverteilung von Kohlenstoff auf Austenit und Ferrit
- Karbidausscheidungen sowohl im Ferrit als auch im Austenit
- Spannungsrelaxationsvorgänge

Schon geringe Mengen von unterschiedlichen Legierungselementen und technologischen Faktoren beeinflussen diese Vorgänge erheblich. Deshalb existiert auch keine einheitliche Systematik bei bainitischen Gefügen. Auch die Auffassungen zur Entstehung bainitischer Gefüge sind nicht einheitlich. [13]

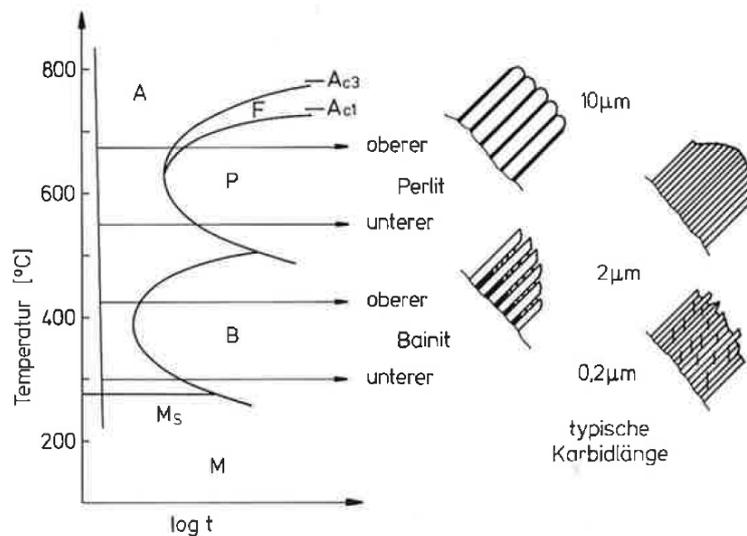


Abb. 2-6: Isotherme Umwandlung einer dünnen austenitisierten Probe. Mit sinkender Haltetemperatur nimmt die Größe der ausgeschiedenen Karbide ab und geht im Martensit gegen Null. [8]

Bei nicht isothermer Temperaturführung ergeben sich charakteristische Veränderungen des jeweils noch nicht umgewandelten Austenits gegenüber dem Ausgangsaustenit, welche für den weiteren Ablauf bestimmend sind. Es handelt sich dabei um die Veränderung der Zusammensetzung, Homogenität, Korngrenzenstruktur, Substruktur, Versetzungsanordnung und -dichte sowie des Spannungszustands. [13]

Grundsätzlich unterscheidet man zwischen unteren und oberen Bainit, die Bezeichnung bezieht sich auf die Entstehungstemperatur. Unterer Bainit wird bei tieferen Temperaturen gebildet als oberer Bainit, als Grenze wird etwa 350°C betrachtet, wobei mit abnehmendem Kohlenstoffgehalt diese Grenze höher zu liegen kommt (siehe Abb. 2-7).

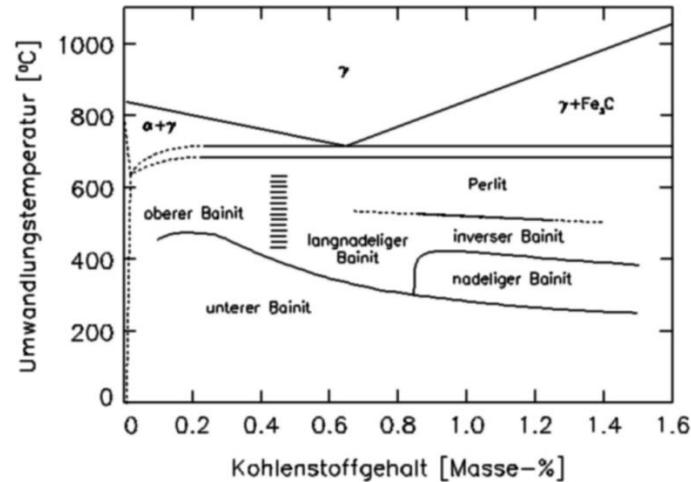


Abb. 2-7: Umwandlungstemperaturen der jeweils überwiegenden Bainit-Formen in Abhängigkeit vom Kohlenstoffgehalt. [15]

#### 2.4.3.1. Oberer Bainit

Morphologisch wird der obere Bainit (upper Bainite) durch Zementit-/Carbid-Teilchen gekennzeichnet, die sich parallel zwischen den Zwischenstufenferrit- bzw. Bainitkristallen befinden (Abb. 2-8). Zum Unterschied zur Martensitbildung ist zur Umwandlung in den oberen Bainit eine vorbereitende Kohlenstoffdiffusion nötig, welche eine weitere Verarmung der bereits C-verarmten Bereiche im Austenit bewirkt. [13]

Die Diffusionsfähigkeit beim oberen Bainit ist im Vergleich zum unteren Bainit aufgrund der höheren Temperaturen weniger eingeschränkt. Es ist also eine Kohlenstoffdiffusion zur Karbidausscheidung möglich. [13]

#### 2.4.3.2. Unterer Bainit

Beim unteren Bainit ist diese Kohlenstoffdiffusion noch möglich, jedoch aufgrund tieferer Temperaturen eingeschränkt. Im Gegensatz zum oberen Bainit besitzt der untere Bainit (lower Bainite) in den Zwischenstufenferritkristallen stäbchenförmige  $\epsilon$ -Karbidausscheidungen, welche schräg zur Hauptachse angeordnet sind (Abb. 2-8). Unterscheidungsprobleme bestehen zwischen unterem Bainit und selbstangelasenem Lanzettmartensit. [13]

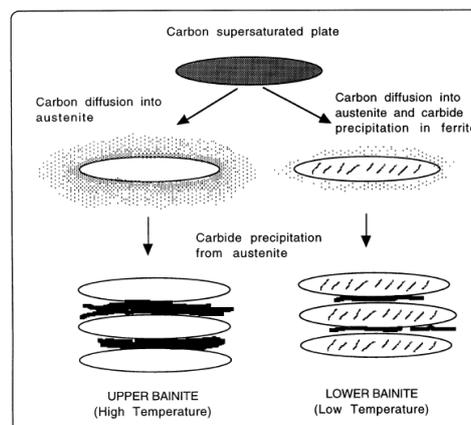


Abb. 2-8: schematische Darstellung des Übergangs von oberem zum unterem Bainit, nach Takahashi und Bhadeshia [14]

## 2.4.4. Martensit

Namensgeber dieser Gefügekomponente war Adolf von Martens (1850-1914).

Bei identer chemischer Zusammensetzung hat der Martensit eine höhere Härte als alle anderen Gefüge und gilt deshalb bei Stählen als Härtegefüge. Mit abnehmendem Kohlenstoffgehalt sinkt die Martensithärte, bei C- Gehalten  $< 0,2\%$  ist der Martensit relativ weich und zäh. [13] Ein C45 (Wst.-Nr:1.0503) mit 0,5% Kohlenstoff besitzt eine Martensithärte im Bereich von 700 HV30, während Martensit bei einem S355 (Wst.-Nr: 1.8963) mit 0,13% Kohlenstoff etwa 370 HV30 aufweist. [16]

Die Martensitbildung setzt bei  $M_s$ -Temperatur (Martensite-start) ein und endet bei der  $M_f$ -Temperatur (Martensite-finish) unter der Voraussetzung, dass die kritische Abkühlgeschwindigkeit  $v_k$  überschritten wird. [12]

Wird  $v_{uk}$  (untere kritische Geschwindigkeit) überschritten, entsteht Martensit erstmals in nachweisbaren Anteilen. Bei Überschreiten von  $v_{ok}$  (obere kritische Geschwindigkeit) wandelt der Austenit nur in Martensit um, wobei Restaustenitanteile bestehen bleiben können. In Abb. 2-9 ist die Abhängigkeit der oberen und unteren kritischen Abkühlgeschwindigkeit vom Kohlenstoffgehalt in reinen Fe-C-Legierungen dargestellt. Durch Kohlenstoff und andere Legierungselemente (z.B. Mn und Ni) wird die kritische Abkühlgeschwindigkeit reduziert. Weiters sinkt mit zunehmendem Kohlenstoffgehalt die Martensitstarttemperatur, dies erfordert eine größere Unterkühlung für die Martensitbildung. (Abb. 2-10) [12]

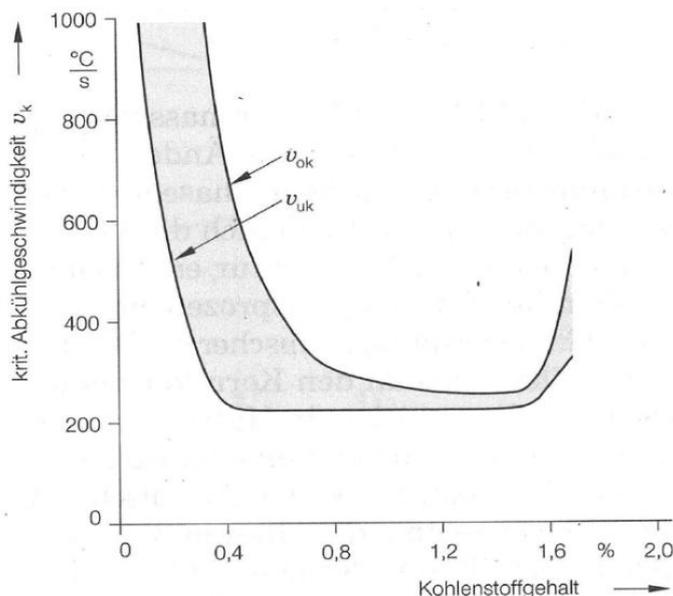


Abb. 2-9: Abhängigkeit der oberen und unteren kritischen Abkühlgeschwindigkeit vom Kohlenstoffgehalt in reinen Fe-C-Legierungen, nach Houdremont [12]

Metallographisch zeigt sich Martensit in vielen Varianten. Deshalb gibt es auch keine einheitliche Bezeichnung der martensitischen Gefüge. Prinzipiell gibt es  $\alpha$ - und  $\varepsilon$ -Martensit, wobei der letztgenannte z.B. bei CrNi- Stählen auftritt. Neben vielen in der Literatur [12] verwendeten Bezeichnungen wird beim  $\alpha$ -Martensit generell zwischen 2 Typen unterschieden:

Lanzettmartensit (lath martensite); Stähle mit  $C < 0,4\%$

Plattenmartensit (plate martensite); Stähle mit  $C > 0,4\%$

Abb. 2-10 zeigt auch die Ausbildungsformen des Martensits. Beim untersuchten Stahl kann also mit dem Auftreten von Lanzettmartensit gerechnet werden.

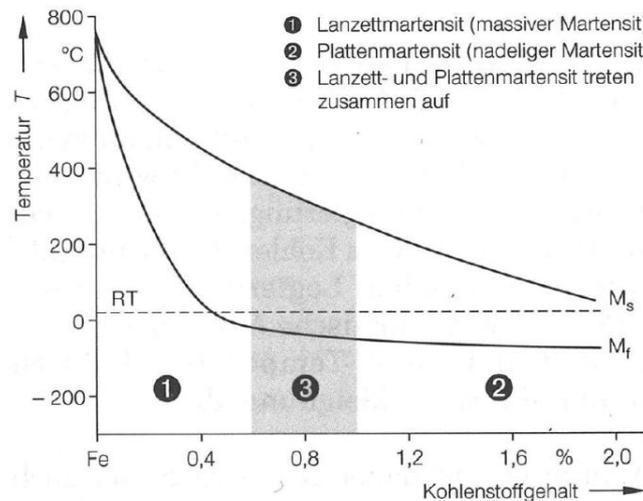


Abb. 2-10: Einfluss des C-Gehalts auf die M-Temperaturen bei reinen C-Stählen und auf die Ausbildungsformen des Martensits, nach Eckstein [12]

An Hand von Abb. 2-11 soll nun der Vorgang der Martensitbildung erläutert werden. Der kubisch flächen zentrierte (kfz) Austenit bei Fe-C-Legierungen wandelt diffusionslos, in Verbindung mit einer Scherbewegung von Atomgruppen, bei großer Unterkühlung in den Martensit um (beginnend bei  $T \leq M_s$ ). Deshalb hat der Martensit die gleiche Zusammensetzung wie der Austenit.

Sehr anschaulich und eine der ältesten Theorien ist der Bain-Mechanismus (Abb. 2-11). Er beschreibt die gitterverändernde Verformung bei der Austenit-Martensit-Umwandlung. Dabei befindet sich die virtuell vorgebildete raumzentrierte (rz) Zelle bereits im kfz Gitter. Das Martensitgitter erhält man durch Stauchen in z-Richtung (ca. 20%) und Dehnen (um 12%) jeweils in x- und y-Richtung. [12]

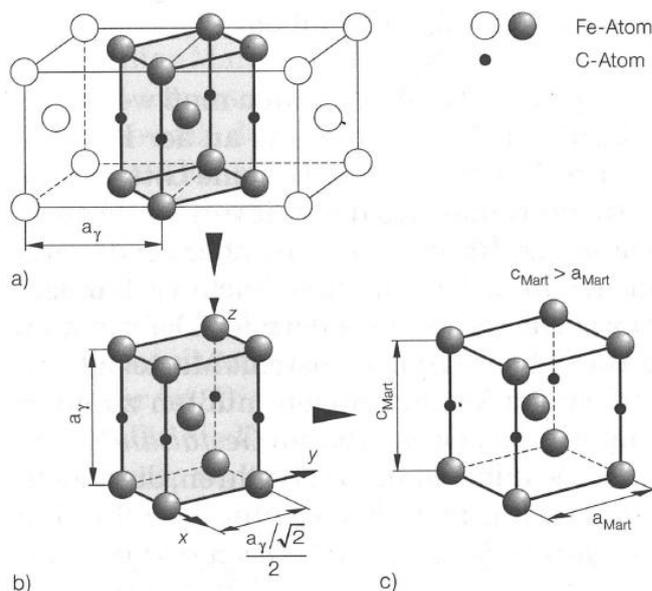


Abb. 2-11: Entstehung des Martensitgitters aus dem kfz Gitter nach Bain [12]

Aus Geometrie Gründen muss es eine unverzerrte und ungedrehte Gitterebene während der Umwandlung an der Phasengrenze Martensit/Austenit geben. Diese Habitusebene ist jedoch beim Bain-Mechanismus nicht vorhanden. Nach dem Bain-Modell müsste es zu makroskopisch erkennbarer Gestaltänderung kommen, welche aber in der Realität nicht zu beobachten ist. Aus diesem Grund muss es formerhaltene Gitterverzerrungen geben, sei es in Form von Gleitung oder Zwillingsbildung (siehe Abb. 2-12) [12]

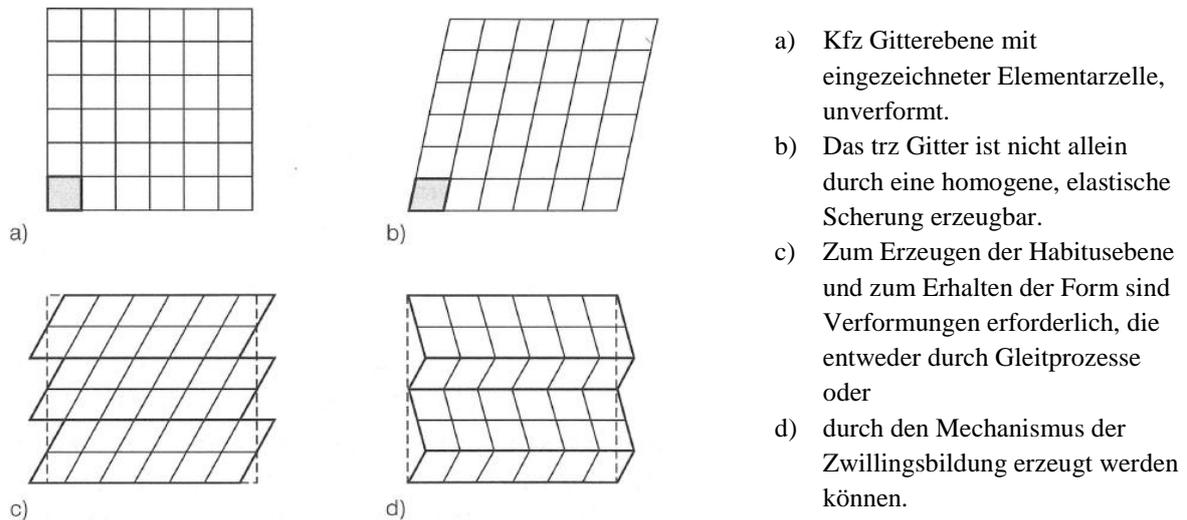


Abb. 2-12: Verformungsvorgänge bei der Martensitbildung, nach Bilby und Christian [12]

Der Weg, der von den einzelnen Atomen zurückgelegt werden kann, ist kleiner als die Gitterkonstante. Der zuvor im kfz Gitter gelöste Kohlenstoff verbleibt nach der Umwandlung im Martensitgitter zwangsgelöst und verursacht hohe Umwandlungsspannungen und dadurch in weiterer Folge hohe Härten. Durch diese Verzerrungen (Mischkristallverfestigung) kommt es zum tetragonalen Martensitgitter (vergl. Abb. 2-11). [12]

### 3. Zeit-Temperatur-Schaubilder

Es gibt sehr viele verschiedene Schaubilder, welche metallurgische Veränderungen sowohl beim Aufheizen als auch beim Abkühlen beschreiben. Je nach Anwendungsfall werden verschiedene Schaubild-Arten unterschieden.

#### 3.1. ZTA- Schaubilder

Zeit- Temperatur-Austenitisierungs-Schaubilder geben die Gefügeentwicklung beim Aufheizen von Stählen wieder. Sie stellen beispielsweise Kornwachstum oder Karbidauflösung dar. [12]

Unter anderem unterscheidet man:

- Isotherme ZTA-Schaubilder (Wärmebehandlungen)
- Kontinuierliche ZTA-Schaubilder (Schweißen, Härten)

#### 3.2. ZTU-Schaubilder

Die sogenannten Zeit-Temperatur-Umwandlungs-Schaubilder beschreiben die Austenitumwandlung unterschiedlicher Temperatur-Zeit-Verläufe nach einer definierten Haltezeit bei einer bestimmten Austenitisierungstemperatur. Sie dienen daher einer Abschätzung des Umwandlungsverhaltens bei Wärmebehandlungen. Ein ZTU-Schaubild gilt daher nur für einen bestimmten Werkstoff bzw. eine bestimmte Legierung. [12]

Man unterscheidet hier:

- Isotherme ZTU-Schaubilder (Zwischenstufenvergüten)
- Kontinuierliche ZTU-Schaubilder (Öl- oder Wasserabschreckung beim Härten)
- Schweiß-ZTU-Schaubilder

##### 3.2.1. Isothermes ZTU-Schaubild

Durch isotherme ZTU-Schaubilder können Umwandlungsvorgänge, die bei konstanten Temperaturen ablaufen, abgeschätzt werden. Anwendung finden sie beispielsweise beim Zwischenstufenvergüten, Patentieren, Umwandlungsglöhnen und beim Weichglöhnen, also bei isothermen Wärmebehandlungen. [18]

Abb. 3-1 zeigt ein isothermes ZTU Diagramm des Stahls 42CrMo4.



### 3.2.3. Schweiß-ZTU-Diagramm

Auf den ersten Blick unterscheidet sich das Schweiß-ZTU kaum vom kontinuierlichen ZTU-Diagramm. Es besitzt jedoch unter anderem eine höhere Austenitisierungstemperatur und wesentlich geringere Aufheiz- bzw. Abkühlzeiten. Während man bei der Aufheizgeschwindigkeit von einer Aufheizrate [ $^{\circ}\text{C}/\text{s}$ ] spricht, wird die Abkühlgeschwindigkeit durch die  $t_{8,5}$ -Zeit [s], also die Zeit zwischen  $800^{\circ}\text{C}$  und  $500^{\circ}\text{C}$  definiert.

Abb. 3-3 zeigt den Unterschied der Austenitisierungsbedingungen.

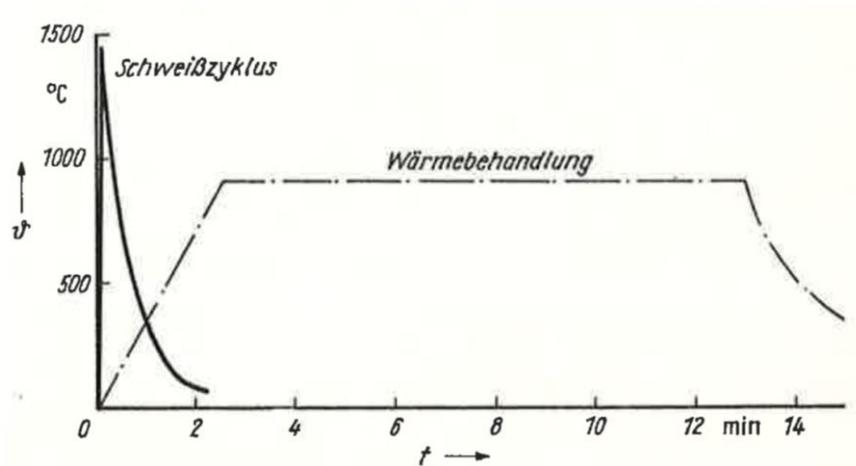


Abb. 3-3: Austenitisierungsbedingungen beim Schweißen und bei üblicher Wärmebehandlung [18]

Um so ein Schweiß-ZTU zu erstellen, ist der gemessene Zeit- Temperaturverlauf einer Schweißung notwendig. Für den Fall einer MAG-Schweißung eines Stumpfstoßes zweier 6mm starken S700MC Bleche ist dieser in Abb. 3-4 dargestellt.

Das Thermoelement der Position 2 befand sich genau an der Fusionslinie, also zwischen Schweißgut und Wärmeeinflußzone. Alle weitere Positionen befinden sich jeweils 1mm weiter von der Schweißnaht weg als das vorige Thermoelement.

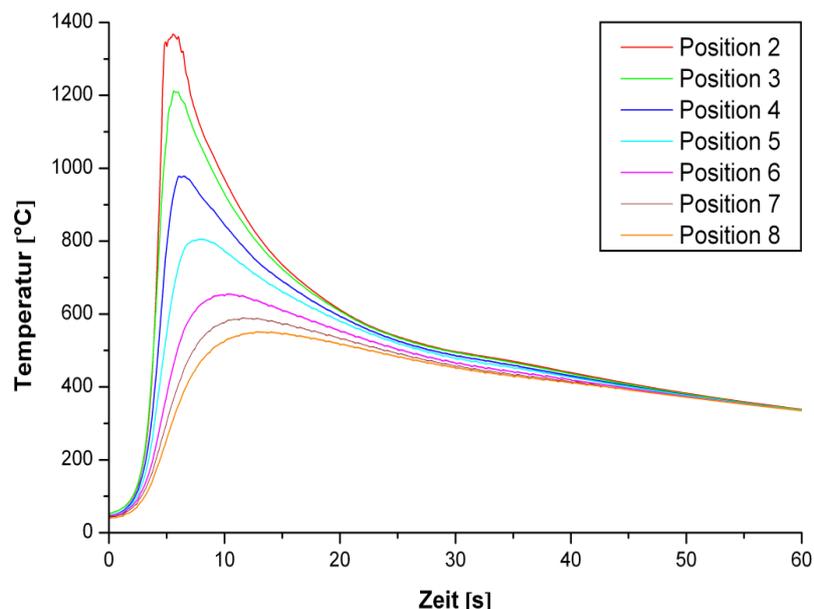


Abb. 3-4: Temperaturzyklen einer Realschweißung an S700MC- Blechen mit dem MAG Prozess. [19]

Diese MAG- Schweißung wurde mit folgenden Schweiß- Parametern durchgeführt[19] :

- Schweißstrom  $I = 223 \text{ A}$
- Schweißspannung  $U = 22,5\text{V}$
- Schweißgeschwindigkeit  $v = 550\text{mm/min}$
- Wirkungsgrad des Schweißprozesses (MAG)  $\eta = 0,8$
- Streckenenergie  $E = U * I * 60 / (v * 1000) = 0,55 \text{ [kJ/mm]}$
- Wärmeeinbringung  $Q = E * \eta = 0,44 \text{ [kJ/mm]}$
- $t_{8,5}$  gerechnet = 5s
- 2 Bleche a 150 x 500mm, Schweißnahtvorbereitung HV

## 4. Dilatometer- Versuche

### 4.1. Grundlagen

Werden Eisenlegierungen erwärmt, kommt es zur Umwandlung von  $\alpha$ -Eisen in  $\gamma$ -Eisen. Diese Umwandlung verursacht eine Volumen- bzw. Längenänderung; bei Abkühlen kommt es entsprechend zu einer Verkürzung. Durch Messen dieser Längenänderung kann bei gleichzeitiger Aufnahme der Temperatur eine Dilatometerkurve erstellt werden.

Bei der Verwendung langer Proben ( $>50\text{mm}$ ) ergibt sich eine große Längenänderung, allerdings kann dann eine homogene Temperaturverteilung über die Länge nicht gewährleistet werden. Aus diesem Grund werden prismatische Proben mit einer Länge von 10 bis 50mm verwendet. Wegen der dadurch geringen Längenänderung müssen der Genauigkeit der Messung und der Verstärkung des Messwerts große Bedeutung beigemessen werden. Durch Auswertung der Dilatometerkurve können Umwandlungstemperaturen bestimmt werden. [18]

### 4.2. Versuchsaufbau

Das Dilatometer der Fa. Bähr besteht aus einem Arbeitstisch, welcher die Steuerungs- und die Messeinheit beinhaltet. Des Weiteren ist darauf die Messkammer montiert (Abb. 4-1). Dahinter befindet sich die Hydraulikeinheit, welche jedoch nur bei Versuchen mit Umformvorgängen zum Einsatz kommt. Daneben steht die Vakuumpumpe zur Evakuierung der Messkammer.



Abb. 4-1: Abschreck- bzw. Umformdilatometer BÄHR Dil805A/D

### 4.3. Versuchsparameter

Innerhalb der Software „WinTA“ der Fa. Bähr wird der Temperatur-Zeit-Zyklus der Versuche festgelegt.

Dieser Temperaturzyklus wird schrittweise unter Berücksichtigung der geforderten Aufheizrate, der notwendigen Haltezeit sowie der gewünschten Kühlart erstellt. Die Abkühlung kann als Abkühlrate oder als Abkühlung mit bestimmter  $t_{8,5}$ -Zeit definiert werden.

Die Aufheizung der Proben erfolgt induktiv. Die Probe ist zwischen zwei stabförmigen Probenhaltern innerhalb einer Kupferspule eingeklemmt. Diese zweiteilige Kupferspule besteht aus einer äußeren wassergekühlten Spule und einer inneren gelochten Spule, welche vom jeweiligen Abschreckmedium (Helium oder Argon) durchströmt wird. Durch die innenliegenden Löcher trifft das Gas auf die Probe wodurch auch hohe Abkühlraten (je nach Probengeometrie ca. 300-450°C/s) möglich sind.

Durch das Magnetfeld der Spule werden in der Probe Wirbelströme induziert, welche innerhalb der Probe eine Erwärmung hervorrufen. Da die Proben von der Spule in Längsrichtung deutlich überragt werden, kann auf der gesamten Länge von einer relativ einheitlichen Aufwärmung gesprochen werden, wenn man von der möglichen Kühlbeeinflussung der stirnseitigen Probenhalter absieht. Aus diesem Grund wurde später bei der Metallografie dieser Randbereich entfernt. Der Versuchsaufbau entspricht der Anordnung in Abb. 4-2 rechts oben mit dem Unterschied, dass die Spule im Dilatometer der Fa. Bähr im Vergleich zur Probe wesentlich länger ist (vergl. Abb. 4-7).

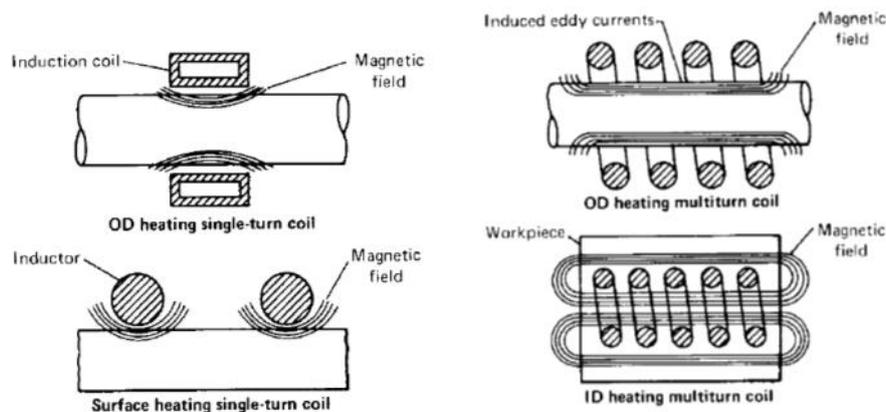


Abb. 4-2: Induktionsspule mit elektromagnetischen Feldern, OD = outside diameter (Außendurchmesser), ID = inner diameter (Innendurchmesser) [20]

Die Eindringtiefe der Wirbelströme ist frequenzabhängig. Laut Hersteller [21] kann man von etwa 260 kHz Spulenfrequenz ausgehen. Dieser Wert entspricht einer Eindringtiefe in der Probe von etwa 0,2 mm. Das bedeutet, dass innerhalb dieser schmalen Randschicht die Wärme entsteht und sich von dort durch Wärmeleitung nach innen ausbreitet. Es entsteht also ein radialer Temperaturgradient.

Ebenso kann es zu einem Temperaturgradienten über die Probenlänge kommen. Messungen [22] an einer Eisen-Nickel-Legierung (Fe- 5,91%Ni) ergaben eine Verringerung der Randtemperatur gegenüber der an der Mitte um ca. 12°C bei einer Abkühlrate von 140°C/min. Dieser Gradient ist umso höher, je größer die Aufheizrate/Abkühlrate ist. Die verwendete Probengeometrie war 10mm Länge mit 5mm Durchmesser.

#### 4.4. Dilatometerproben

Die Proben wurden dem Stahlband in Walzrichtung entnommen (Abb. 4-3). Dazu wurde ein Streifen aus dem Band geschnitten und anschließend wurden daraus die Proben erodiert. Generell werden zylindrische Proben verwendet, im vorliegenden Fall mit 4mm Außendurchmesser und 10mm Länge. Für sehr rasche Abkühlgeschwindigkeiten wurden auch Hohlproben mit einem Innendurchmesser von 2,5mm verwendet.

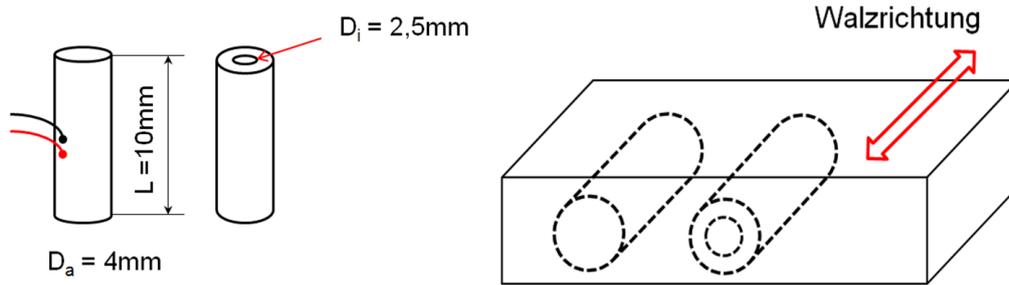


Abb. 4-3: Probenabmessungen und Probenlage

## 4.5. Versuchsschema

In Abb. 4-4 ist das Schema des Versuchsablaufes erkennbar. Für beide ZTU-Diagramme (1300°C und 1000°C) wurden je 15 Proben verwendet, wobei alle Versuche zweimal wiederholt wurden.

Alle ZTU-Proben wurden im Dilatometer einem Temperaturzyklus unterworfen und anschließend metallografisch untersucht sowie die Dilatometerergebnisse ausgewertet.

Jeweils eine Probenserie (15 Proben) beider Spitzentemperaturen wurde nach LePera geätzt, eine zweite Probenserie von beiden Spitzentemperaturen wurde mit Nital 2% geätzt.

Nach dem Ätzen wurden Härtemessungen durchgeführt. Um eine Vergleichbarkeit der Härte zum Grundwerkstoff zu gewährleisten, wurde auch eine Probe des Grundwerkstoffs ohne Temperaturbehandlung untersucht.

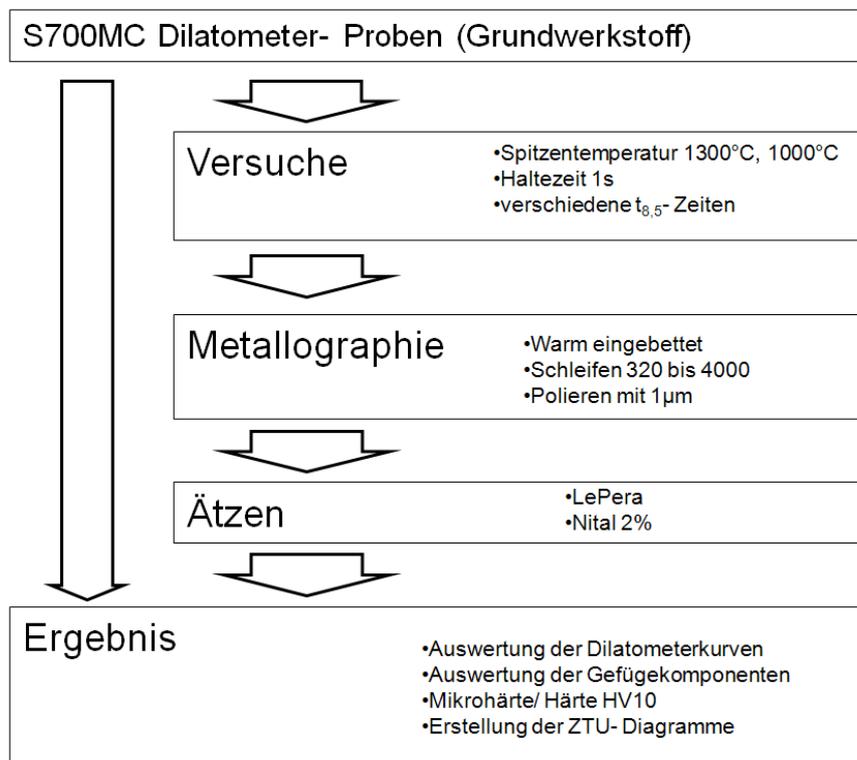


Abb. 4-4: Arbeits- und Versuchsablauf

## 4.6. Probenvorbereitung

Die Proben wurden an der Mantelfläche mittig angeschliffen, damit die Thermoelementdrähte angeschweißt werden können (siehe Abb. 4-5). Es handelte sich dabei um Pt-Pt/Rh-Drähte des Typs S mit einem Durchmesser von 0,1mm. Aus Isolations- und Festigkeitsgründen wurden die Drähte jeweils mit Geflechschläuchen versehen. Am anderen Ende wurde eine verpolungssichere Steckverbindung angelötet (Abb. 4-6).



Abb. 4-5: Dilatometerproben, eine davon bereits angeschliffen



Abb. 4-6: vorbereitete Dilatometerprobe

## 4.7. Versuchsablauf

Nachdem der Temperaturzyklus in der Software definiert wurde, ist es empfehlenswert, diesen mit einer vorbereiteten Musterprobe zu testen, um zu sehen, ob dieser Zyklus richtig definiert wurde, die gewünschten Werte erreicht werden können, oder Anpassungen notwendig sind.

Das betrifft im speziellen die Wahl des Abschreckventils in Bezug auf den Kühlvolumenstrom. Für rasche Abkühlungen wurde das „große Ventil“ verwendet, für langsame Abkühlungen war das „kleine Ventil“ ausreichend. Bei sehr langsamen Abkühlungen wurde das kleine Ventil in Kombination mit der Heizung verwendet, da sonst die natürliche Abkühlung schneller als die gewünschte Abkühlung ist.

Durch diese mehrfach verwendbare Musterprobe konnten Proben-Ausschüsse verringert werden. Anschließend wurde die eigentliche Probe in die Messkammer eingebaut.

Zuerst wird das Thermoelement angesteckt, dann wird die Probe zwischen die beiden zylinderförmigen Stäbe innerhalb der Messkammer gespannt (Abb. 4-7). Auf eine korrekte Zentrierung ist zu achten, da diese Stäbe die Längenänderung an das Messsystem übertragen. Anschließend wird durch den Schlitten die Probe in die Spule positioniert. Beim Bewegen des Schlittens sind Erschütterungen zu vermeiden, es besteht die Gefahr, dass die Probe verrutscht und dadurch das Ergebnis beeinflusst wird.

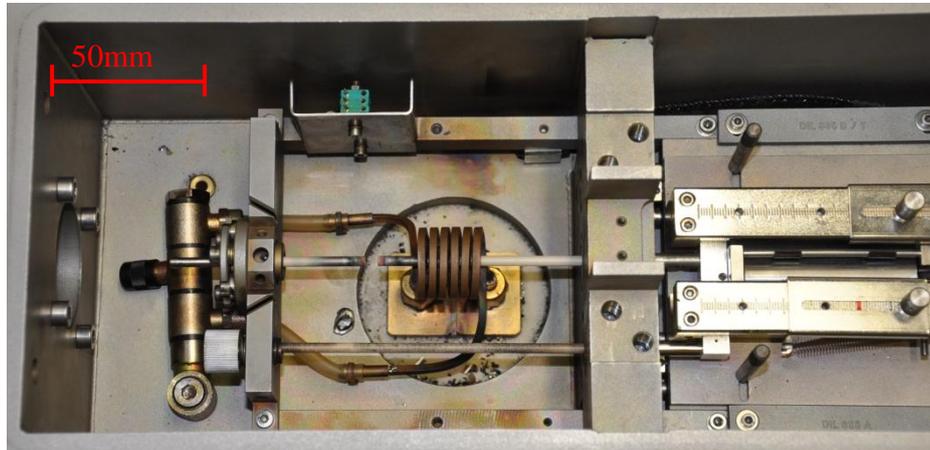


Abb. 4-7: Versuchskammer des Dilatometers

Sobald der Deckel geschlossen ist, kann der Versuch gestartet werden. Die fertige Probe (Abb. 4-8) kann im Anschluss gleich für die Metallografie vorbereitet werden. Hier besteht die größte Gefahr der Probenverwechslung, aus diesem Grund ist eine sorgfältige Beschriftung notwendig.



Abb. 4-8: Probe unmittelbar nach dem Dilatometerversuch, mit Helium abgeschreckt

## 5. Auswertung der Dilatometerkurve

### 5.1. Datenverarbeitung

Die Versuchsergebnisse wurden als csv-File (comma separate value) exportiert. Um beim Importieren in Excel Komma-, Punkt- und andere Konvertierungsprobleme zu vermeiden, gibt es unter anderem die Möglichkeit, die Systemsprache auf Englisch (USA) umzustellen. Sobald das importierte File als Excel-Arbeitsmappe gespeichert wurde, kann diese Einstellung rückgängig gemacht werden.

### 5.2. Tangentenmethode

Um Umwandlungspunkte bestimmen zu können, ist die Art und Weise der Auswertung entscheidend. Bei Reineisen kommt es zu einem Sprung in der Kurve, also zu einem Umwandlungspunkt, welcher unproblematisch bestimmt werden kann.

Bei Legierungen kommt es aufgrund von zeitabhängigen Diffusionsvorgängen zu Umwandlungsbereichen, welche sich durch Übergangsradien in der Dilatometerkurve äußern (Abb. 5-1). In diesem Fall wird der Verlauf der Kurve einer angelegten Tangente als Beginn der Umwandlung und der Kurveneintritt an der Tangente der neuen Phase als Umwandlungsende bezeichnet. [18]

Diese Auswertung kann manuell auf dem ausgedruckten Graph geschehen oder mit Excel, wobei in dieser Arbeit beide Methoden verwendet wurden. Dazu wird der lineare Bereich vor der Umwandlung ausgewählt und dessen Trendlinie verlängert. Anschließend kann bei der höchsten Vergrößerung die Stelle markiert werden, an der die Kurve von der Tangente abweicht. Diese Stelle kann eindeutig zu finden sein (Abb. 5-1) oder hinterlässt Interpretationsspielraum (Abb. 5-1).

### 5.3. Bestimmung der $Ac_1$ und $Ac_3$ Temperatur

Die Umwandlung von  $\alpha$  (Ferrit) zu  $\gamma$  (Austenit) beim Aufheizen wird durch  $Ac_1$  (Beginn) und  $Ac_3$  (Ende) gekennzeichnet. Dieser Vorgang wird auch Austenitisierung genannt. Bei unendlich langsamer Aufheizung von reinem Eisen würden Beginn und Ende in einen Punkt ( $Ac$ ) zusammenfallen.

Die Bestimmung von  $Ac_1$  und  $Ac_3$  erfolgte bei einer Aufheizrate von  $0,5^\circ\text{C/s}$ , die Auswertung von  $Ac_1$  und  $Ac_3$  erfolgte mit der Tangentenmethode.

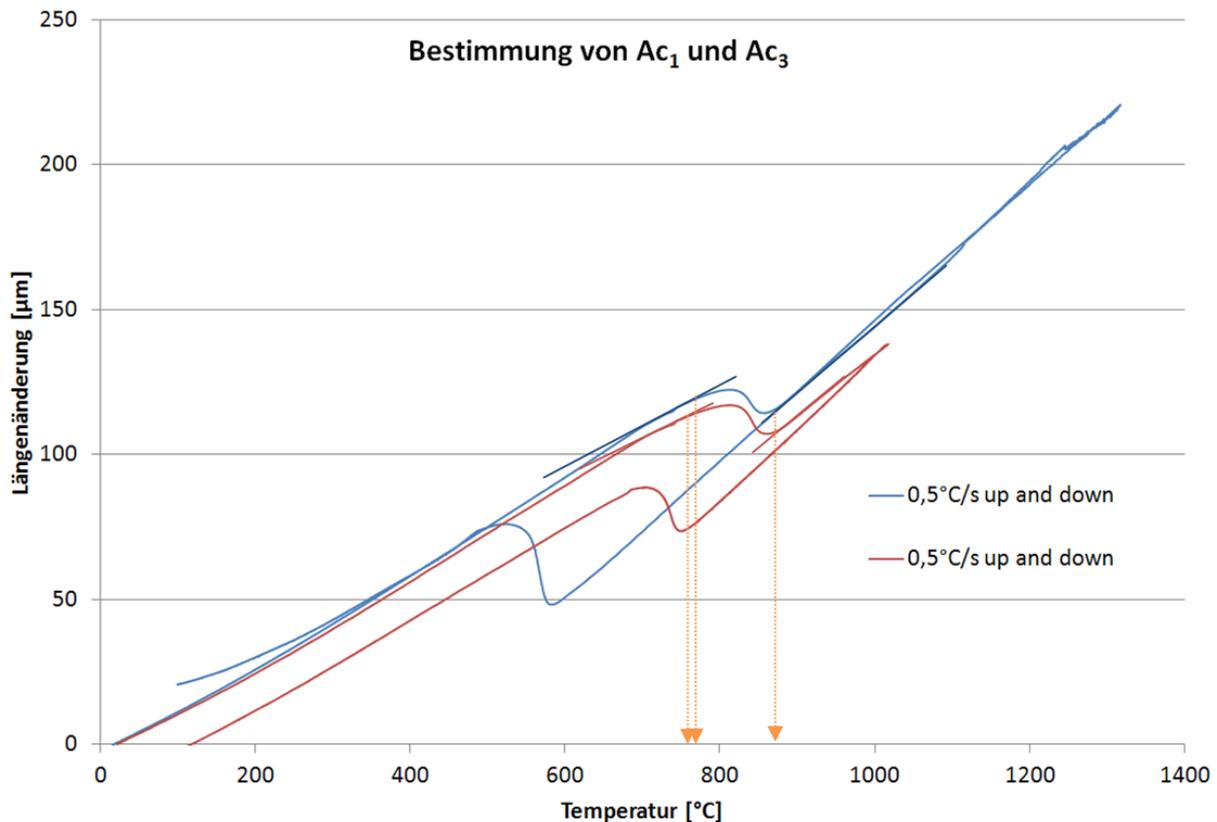


Abb. 5-1: Bestimmung von  $Ac_1$  und  $Ac_3$  für die Spitzentemperatur  $1300^\circ\text{C}$  mit einer Aufheizgeschwindigkeit von  $0,5^\circ\text{C/s}$

Zusätzlich konnten auch Umwandlungsbeginn und -ende der Austenitisierung der Dilatometerversuche für beide SZTU bestimmt werden. Da diese den Schweißzyklus repräsentieren und dabei eine gleichgewichtserne Umwandlung durchlaufen, wurden diese als  $Ac_1^*$  und  $Ac_3^*$  bezeichnet. Die Ergebnisse sind in Tabelle 5-1 zusammengefasst.

Die Spitzentemperatur von  $1300^\circ\text{C}$  wurde mit einer Aufheizrate von  $575^\circ\text{C/s}$  erzielt, hingegen kam bei  $1000^\circ\text{C}$  Spitzentemperatur eine Aufheizrate von  $340^\circ\text{C/s}$  zur Anwendung.

	$Ac_1$ [ $^\circ\text{C}$ ]	$Ac_3$ [ $^\circ\text{C}$ ]	$Ac_1^*$ [ $^\circ\text{C}$ ]	$Ac_3^*$ [ $^\circ\text{C}$ ]
$1300^\circ\text{C}$	781	878	825	932
$1000^\circ\text{C}$	771	878	812	914

Tabelle 5-1: Ergebnisse von  $Ac_1$  und  $Ac_3$  für unterschiedliche Spitzentemperaturen und Aufheizraten

## 5.4. Bestimmung der Umwandlungstemperaturen

Bei der Abkühlung (nach Erreichen der Austenitisierungstemperatur) werden bei der Umwandlung von  $\gamma$  in  $\alpha$  ebenfalls Beginn ( $Ar_3$ ) und Ende ( $Ar_1$ ) durchlaufen. Auch hier gäbe es bei unendlich langsamer Abkühlung nur einen Umwandlungspunkt  $A_r$ .

Die Abkühlrate wurde ebenso mit  $0,5^\circ\text{C/s}$  gewählt. Durch einen Fehler bei der Parameterwahl für die Abkühlung (vergl. Kapitel 4.7) wurde jedoch die Dilatometerkurve beeinträchtigt,

weshalb ein Abschätzen der  $Ar_1$  und  $Ar_3$ -Temperatur unmöglich wurde. Dieser Fehler macht sich als Knickpunkt am Umwandlungsende bemerkbar (siehe Abb. 5-1).

Abb. 5-2 zeigt die Längenänderung einer Dilatometerprobe mit gleichgewichtsferner Umwandlungsgeschwindigkeit. Da die Umwandlung bei der Abkühlung betrachtet wird ist der Punkt mit der höheren Temperatur der Umwandlungsstartpunkt  $U_s$ , und jener mit dem niedrigeren Wert der Umwandlungsendpunkt  $U_e$ .

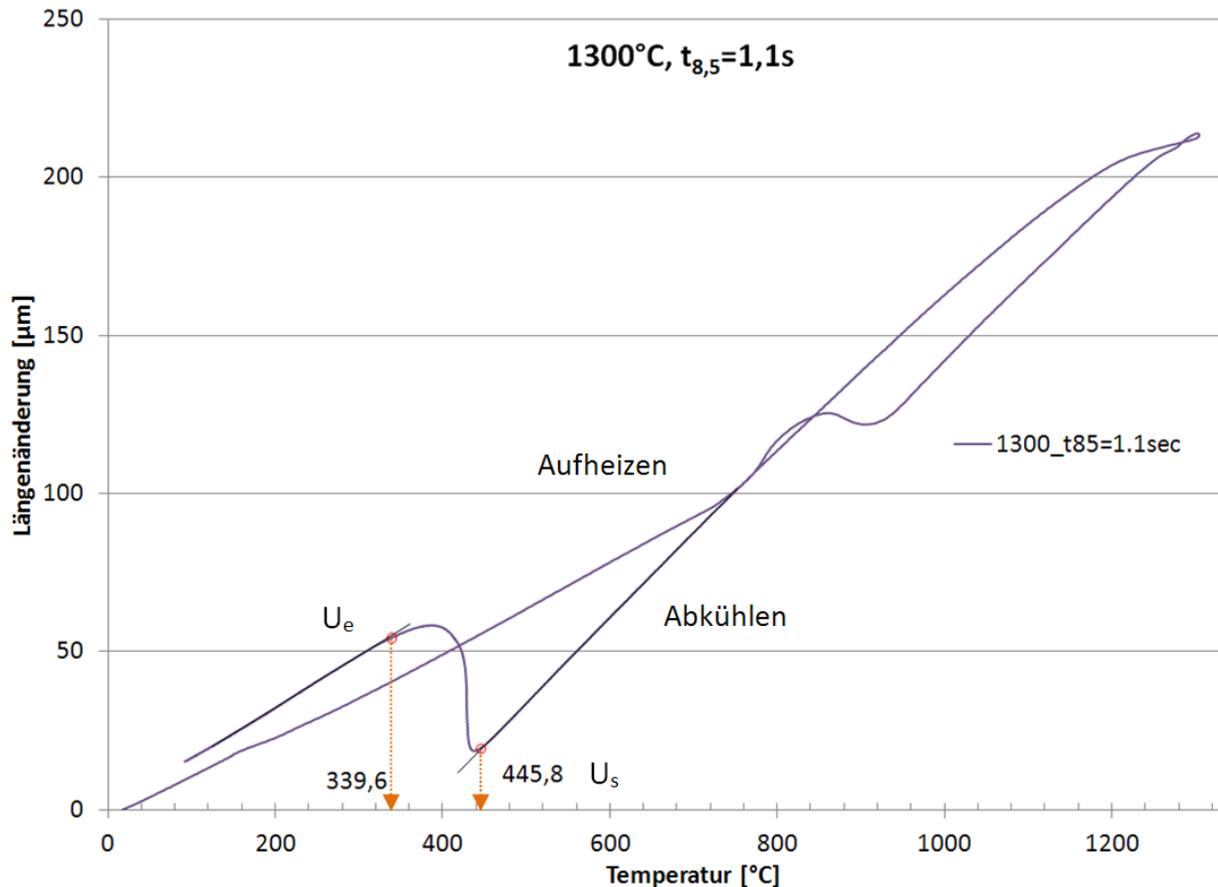


Abb. 5-2: Bestimmung der Umwandlungstemperaturen

## 5.5. Vergleich von Voll- und Hohlproben

Generell wurde der  $t_{8,5}$ -Bereich von 2s bis 100s gefordert. Nachträglich wurde dieser Bereich in Richtung rascherer Abkühlung erweitert, um zu sehen, ob eine vollständig martensitische Dilatometerprobe herstellbar ist. Diese geringen  $t_{8,5}$ -Zeiten sind für das Schweißverfahren mit hoher Energiedichte, z.B. Elektronenstrahlschweißen relevant.

Da mit Vollproben dieses Stahls eine minimale  $t_{8,5}$ -Zeit von 1,1s (1300°C) bzw. 1,4s (1000°C) nicht zu unterschreiten war, wurden Hohlproben verwendet. Diese besitzen außer der geringeren Masse (und der damit geringeren abzuführenden Wärmemenge) die Möglichkeit der zusätzlichen Innenkühlung.

Auf diese Innenkühlung wurde jedoch verzichtet, da es beim Austritt des Kühlgases zu Stößen kommt, welche sich auf die Wegaufnehmer ungünstig auswirken können. Diese Innenkühlung ist daher nur für reine Wärmebehandlungen ohne Dilatometrie empfehlenswert.

Im nachfolgend beschriebenen Versuch wurde untersucht, ob die Härte der Hohlprobe von der Härte der Vollproben bei gleicher  $t_{8,5}$ -Zeit übereinstimmt, um die Zulässigkeit der Hohlproben

sicherzustellen. Dazu wurden jeweils eine Hohl- und eine Vollprobe mit der geringstmöglichen  $t_{8,5}$ -Zeit von 1,1s für Vollproben (1300°C Spitztemperatur) abgekühlt.

Die Dilatometerkurven wurden, wie im vorigen Kapitel erklärt, ausgewertet und gegenübergestellt (Abb. 5-3). Gut erkennbar ist der Buckel vor der Umwandlung beim Aufheizen der Vollprobe (grün), welcher bei der Hohlprobe weniger ausgeprägt ist.

Der Grund dafür dürfte unter anderem der radiale Temperaturgradient innerhalb der Vollprobe sein, da die Wärmeausbreitung im Vergleich zur Aufheizgeschwindigkeit langsamer ist. [20], [21], [22]

Dieser Buckel wurde im Zusammenhang mit rascher Aufheizung beobachtet und befindet sich etwa im Bereich des Curie- Punktes. Da er für den Abkühlvorgang in keinsten Weise relevant ist, wurde er nicht weiter untersucht.

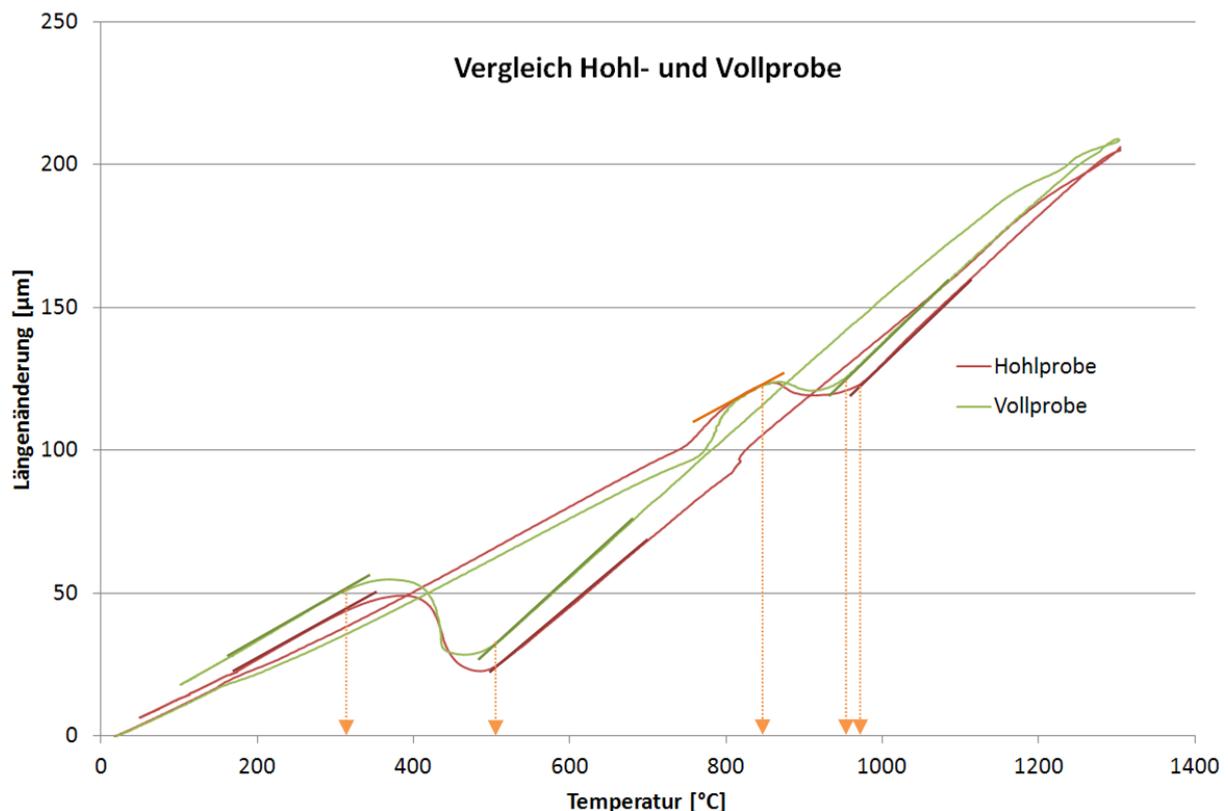


Abb. 5-3: Vergleich von Hohl- und Vollprobe

Anschließend wurden die Proben mit Nital 2% geätzt und Mikrohärtedrucke HV0,01 innerhalb der Körner an vergleichbarer Position durchgeführt. Die Mikrohärtmessungen wurden mit einem Mikrohärtmesssystem durchgeführt. Dieses ist an Stelle eines Objektivs in einem Mikroskop eingebaut. Nach der jeweiligen Härtemessung erfolgte die softwaregestützte Auswertung.

Abb. 5-4 und Abb. 5-5 zeigt die Gegenüberstellung beider Proben. Die Härtelinien sind mit einem Pfeil angedeutet.

Abb. 5-6 zeigt zur Veranschaulichung einen einzelnen Mikrohärtmesspunkt.

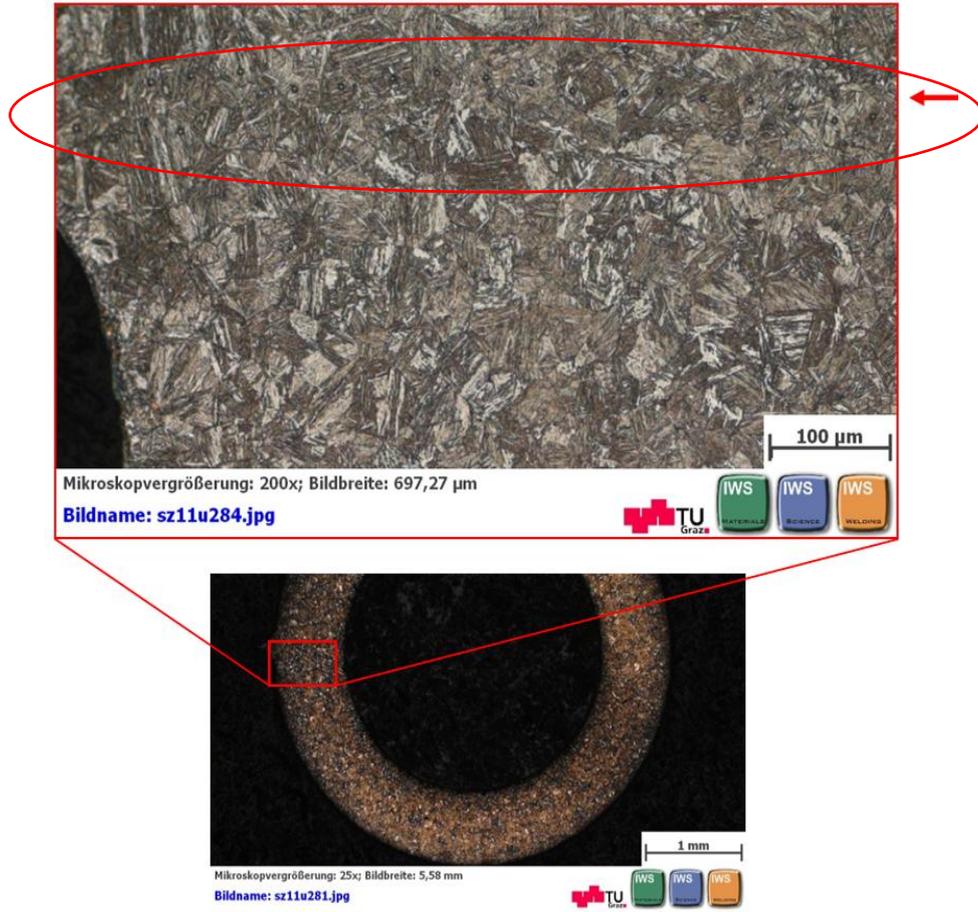


Abb. 5-4: Mikrohärtmessungen Hohlprobe

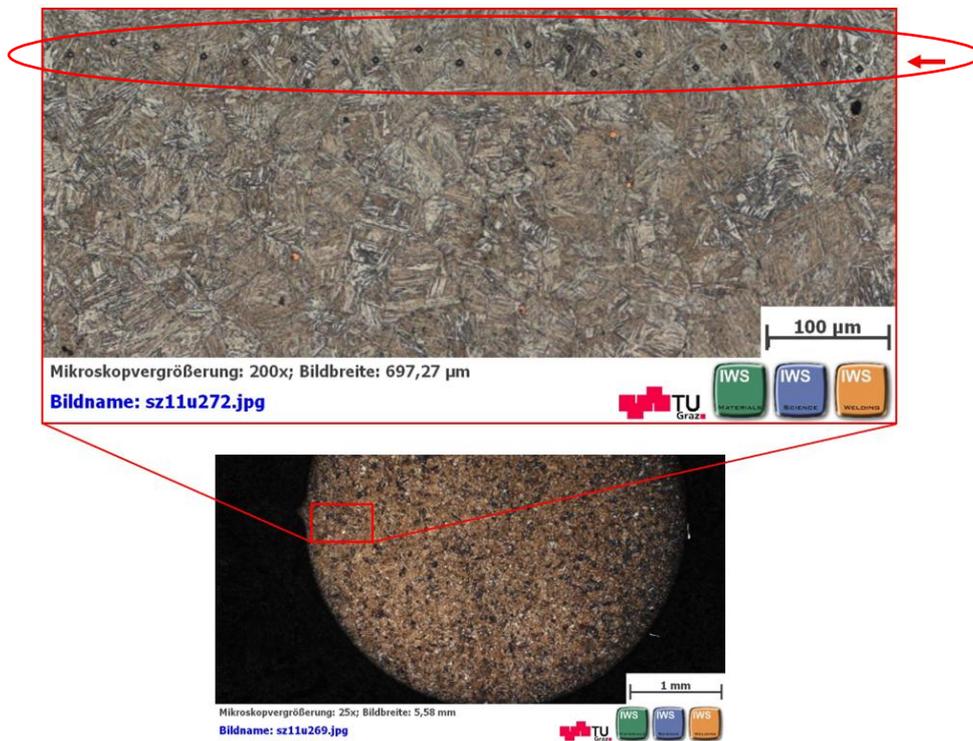


Abb. 5-5: Mikrohärtmessungen Vollprobe

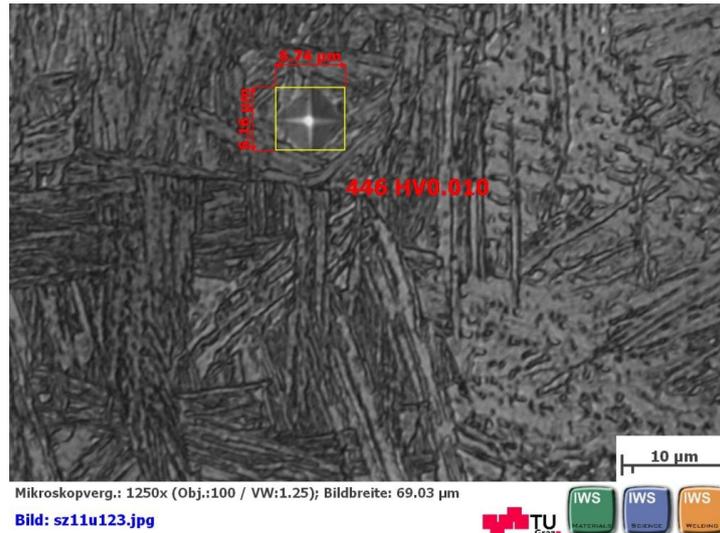


Abb. 5-6: Mikrohärteeindruck einer Nital- geätzten Probe ( $1300^{\circ}\text{C}$ ,  $t_{8,5} = 4\text{s}$ )

Nun wurden die jeweils 20 Mikrohärtemesswerte für die jeweiligen Proben gemittelt. Das Ergebnis ist in Tabelle 5-2 dargestellt. Bei gleichen gemessenen T/t- Verläufen an der Probenoberfläche ist die Hohlprobe im Mittel nur unwesentlich härter, weshalb die die Hohlprobe verwendbar ist. Dieser geringe Härteunterschied zeigt den Masseinfluß der Proben. Während die Hohlprobe aufgrund der dünnen Wandstärke rasch abkühlt, besitzt die Vollprobe eine geringfügig langsamere Abkühlung.

Messpunkt	Vollprobe	Hohlprobe
1	381	421
2	434	423
3	414	432
4	432	456
5	402	459
6	406	445
7	419	389
8	394	384
9	410	439
10	464	430
11	363	430
12	351	410
13	408	398
14	414	408
15	439	379
16	464	442
17	414	456
18	413	475
19	390	473
20	408	425
<b>Mittelwert</b>	<b>411</b>	<b>429</b>
<b>Standardabweichung</b>	<b>28,0</b>	<b>28,2</b>

Tabelle 5-2: Mikrohärtevergleich von Voll- und Hohlprobe,  $1300^{\circ}\text{C}$ ,  $t_{8,5} = 1,1\text{s}$

## 6. Metallografie

### 6.1. Vorbereitung

Aufgrund der geringen Probenabmessung ist eine trennende Bearbeitung nicht erforderlich. Es gibt die Möglichkeit, die Proben in der Mitte zu teilen, um idente Proben für Ätzvergleiche zu erhalten. Dies ist relevant bei Ätzungen, bei denen die optimalen Ätzparameter noch unbekannt und deshalb viele Versuche notwendig sind. Das hat jedoch den Nachteil, dass die Probe damit sehr kurz wird und unter Umständen eine neue Probe benötigt wird. Aus diesem Grund wurde auf die Probenteilung verzichtet.

### 6.2. Einbettung

Die Proben des vorliegenden Stahls sind bezüglich der Einbettung nicht temperaturempfindlich, auch wird keine besondere Randschärfe benötigt, da das Gefüge unmittelbar am Rand beeinträchtigt ist. Deshalb ist es Geschmacksache, ob Warmeinbettung oder Kalteinbettung gewählt wird (Abb. 6-1). Für die in dieser Arbeit verwendeten Proben wurde die Methode der Warmeinbettung angewendet. Die Einbettung erfolgte mittels CitroPress10 von Struers (Abb. 6-2), als Einbettmittel wurde Multifast Black gewählt. Abb. 6-2 zeigt die fertige Probe, wobei auf eine zentrierte Einbettposition zu achten ist.

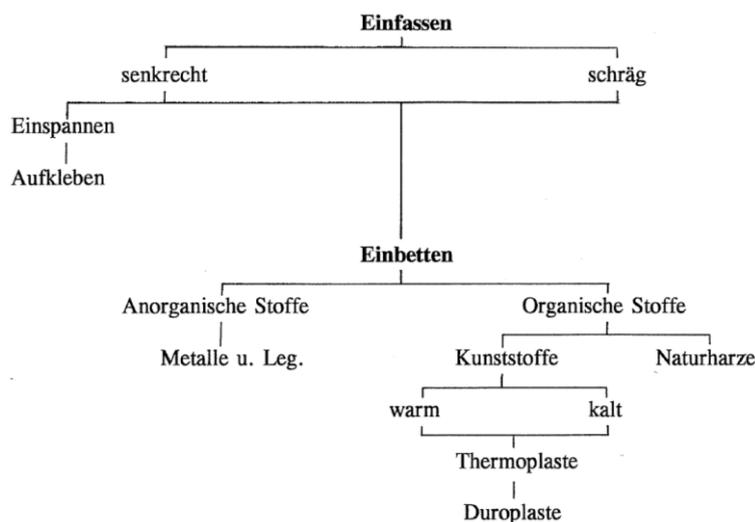


Abb. 6-1: Methoden zum Einfassen metallographischer Proben [23]



Abb. 6-2: CitroPress10 von Fa. Struers

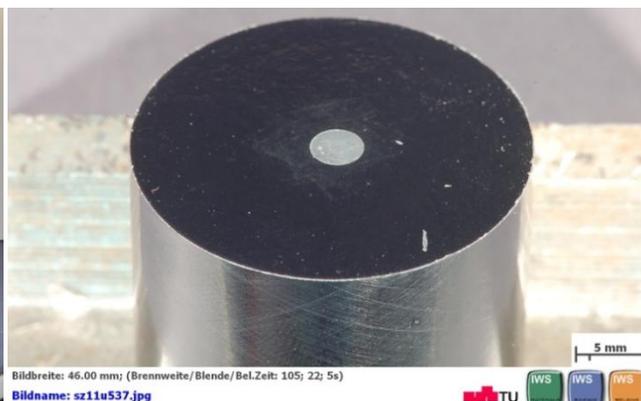


Abb. 6-3: Probe fertig eingebettet

### 6.3. Kennzeichnung

Die Probenkennzeichnung gehört zu den wichtigsten Tätigkeiten in der Metallografie (Abb. 6-4). Ein Vorteil der Warmeinbettung ist die einfachere Beschriftungsmöglichkeit. Das Gravieren geht wesentlich deutlicher als bei Kalteinbettung und wird auf der Stirnseite, also auf der der Probenfläche entgegengesetzten Fläche, durchgeführt. Trotzdem empfiehlt sich eine redundante Beschriftung auf der Mantelfläche, da gelegentlich ein Einwirken der Ätzlösung (Nital) auf die Beschriftung beobachtet wurde.

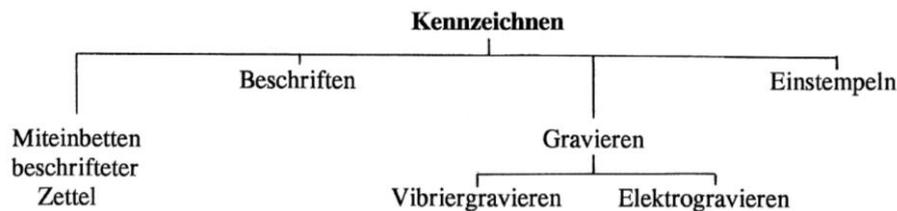


Abb. 6-4: Methoden zum Kennzeichnen von metallischen Proben [23]

### 6.4. Schleifen und polieren

Ziel dabei ist eine ebene, verformungsarme und kratzerfreie Probenoberfläche. Abb. 6-5 zeigt die Vielfalt der Schleif- und Poliermethoden.

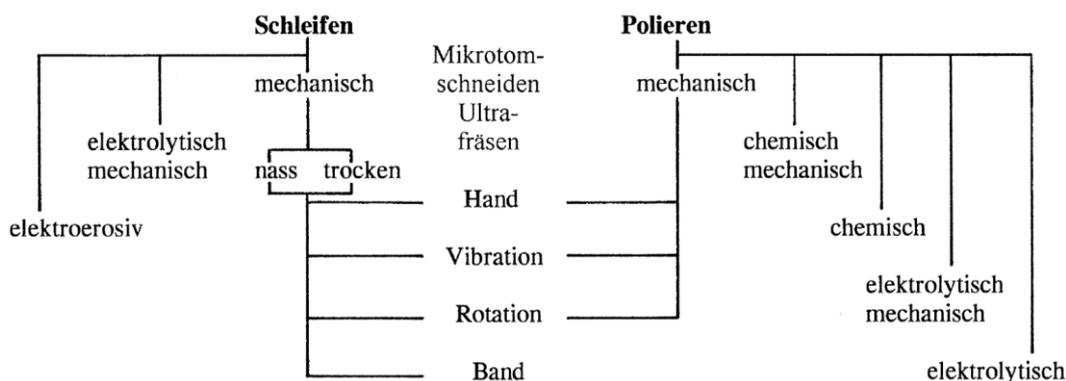


Abb. 6-5: Methoden zum metallographischen Schleifen und Polieren [23]

Die Proben werden je nach Bearbeitungsart einzeln (beim Polieren) oder gruppenweise im Halter (beim Schleifen) eingespannt und geschliffen bzw. poliert.

Idealerweise würde man die Probe auf die Hälfte abschleifen, das setzt jedoch einen bekannten Ätzvorgang voraus. Um möglichst viele (eventuell notwendigen) Ätzversuche und die deshalb notwendigen Schleifschritte durchführen zu können, wurden wie schon früher erwähnt etwa 2mm stirnseitig abgeschliffen, um mögliche Randeinflüsse auf die Mikrostruktur zu vermeiden. Dadurch erhält man 6mm verwendbare Probenlänge.

Sämtliche Proben dieser Arbeit wurden halbautomatisch auf einer Rotations Scheibe nass geschliffen. Die verwendete Maschine ist eine TegraPol 31/ TegraForce-5 von Struers (Abb. 6-6). Die Parameter Zeit, Anpressdruck und Geschwindigkeit können eingestellt werden. Von Stufe zu Stufe wird die Körnung des Schleifpapiers feiner gewählt. Wichtig ist sorgfältiges Spülen aller Teile, die mit dem Schleifprozess in Berührung stehen, da sonst gröbere Körner und Schleifreste in die nächste feinere Stufe geschleppt werden. Zum Schleifen wurden SiC Nassschleifpapiere verwendet.



Abb. 6-6: TegraPol 31/ TegraForce-5 von Struers [24]

Zwischen Schleifen und Polieren gibt es keine Abgrenzung. Beim Schleifen befinden sich die Körner gebunden auf dem jeweiligen Träger (Papier oder Gewebe). Beim Polieren sind die Körner lose und werden als Paste oder als Suspension auf die Polierscheibe (Kunstseide- oder Baumwolltuch auf Trägerplatte aufgeklebt) aufgebracht. Hier wurde eine MD-Nap-Scheibe mit DiaDuo (Diamantsuspension-Schmiermittelgemisch) verwendet. Tabelle 6-1 zeigt die verwendeten Körnungen der einzelnen Arbeitsstufen.

Stufe	Körnung	
	Schleifen	Polieren
1	320	
2	500	
3	800	
4	1200	
5	2000	
6	4000	
7		3 $\mu$ m
8		1 $\mu$ m

Tabelle 6-1: Arbeitsschritte beim Schleifen/ Polieren

## 6.5. Reinigen

Die Reinigung ist ein wesentliches Thema in der Metallografie (Abb. 6-7). Nicht nur beim Schleifen und Polieren (vergl. Kapitel 6.4) sondern auch nach dem Ätzen ist die Reinigung der Probe wichtig. Am Ende des Polierens und zumeist auch nach Ätzvorgängen werden nach der Reinigung durch Wasser anschließende Wasserrückstände mit Alkohol entfernt, um Kalkablagerungen zu vermeiden.

Speziell beim Polieren sind häufig Rückstände festgestellt worden, welche sich weder durch Spülen mit Wasser/Alkohol noch durch eine Ultraschallreinigung entfernen lassen. Abhilfe verschafft ein alkoholgetränktes zusammengefaltetes Papiertuch, mit welchem möglichst druckfrei über die Probenfläche gewischt wird.

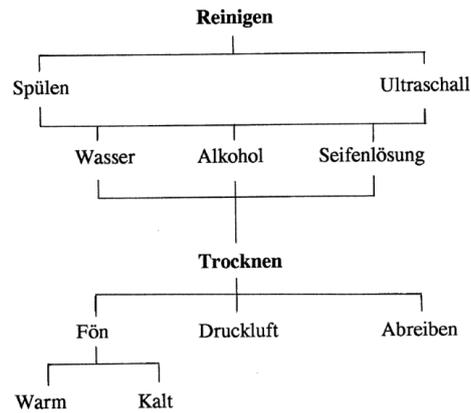


Abb. 6-7: Methoden zum Reinigen metallographischer Proben [23]

## 6.6. Ätzen

Grundsätzlich gibt es viele unterschiedliche Ätzmethode und Varianten, welche ansatzweise in Abb. 6-8 ersichtlich sind.

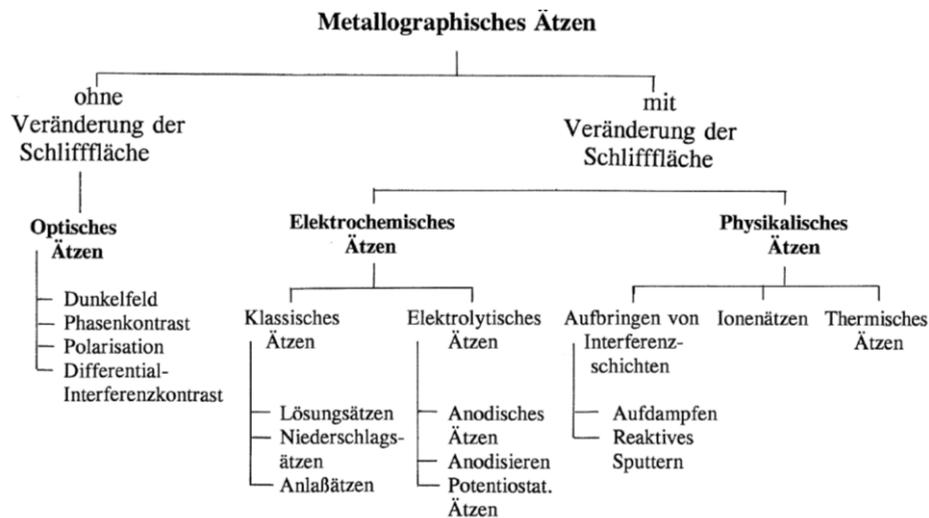


Abb. 6-8: Methoden zum metallographischen Ätzen [23]

Bei dieser Arbeit wurden 2 Ätzmethode angewandt, es handelt sich dabei um eine Farbniederschlagsätzung nach LePera und um eine mit Alkohol verdünnte 2-prozentige Salpetersäure, auch Nital 2% genannt, welche die Phasen selektiv angreift.

## 7. Nital 2% (N2)

### 7.1. Zusammensetzung

- 98ml Ethanol
- 2ml Salpetersäure

Die Ätzung geschieht bei Raumtemperatur; als Ätzdauer gilt der Richtwert von ca. 6 bis 12s.

Dieses sehr häufige Ätzmittel ist eine Lösung von konzentrierter Salpetersäure in Alkohol. Der Name **Nital** ist ein Akronym für Salpetersäure (**nitric acid**) und **Alkohol**.

Wenn Nital mit einer Konzentration über 4% erforderlich ist, sollte Methanol anstelle von Ethanol verwendet werden, da die Mischungen mit Ethanol bei höheren Salpetersäure-Konzentrationen instabil werden können. Auch sollten diese höheren Konzentrationen nicht gelagert werden. Generell wird Ethanol gegenüber Methanol bevorzugt, weil es weniger toxisch ist.

Ethanol mit einer kleinen Menge Methanol vergällt ist ein preiswerter Ersatz für reines Ethanol. Wenn Ethanol eingesetzt wird, sind Denaturierungsmittel wie Benzol und Flugbenzin zu vermeiden. Diese Mittel verändern das Ansprechverhalten der Ätzung und können üblicherweise durch Geruch erkannt werden.

Beim Mischen der Lösung empfiehlt es sich, dass die Salpetersäure in ein Becherglas mit der gemessenen Menge an Alkohol gegossen wird. Dabei ist die Verwendung eines magnetischen Rührwerkes sinnvoll. [25]

### 7.2. Anwendung

Die hauptsächliche Verwendung für Nital ist die Erkennung von Ferritkörnern und Martensit in den meisten kohlenstoffarmen und niedriglegierten Stählen bzw. Gusseisen.

Des Weiteren ist es möglich, bainitische Stähle zu ätzen. Das Ätzmittel greift Ferritkörner und Korngrenzen an und erzeugt ein Relief auf der Probenoberfläche.

Eine 1%ige Lösung von Nital reagiert langsamer als eine 2%ige. Je höher die Konzentration von Salpetersäure ist, desto schneller spricht die Ätzung an. [25]

### 7.3. Gewonnene Erfahrungen der Nital-Ätzung

Die Proben, welche mit einer Spitztemperatur von 1300°C beaufschlagt wurden, wurden alle etwa 8s bei Raumtemperatur geätzt. Die Ätzung wurde zur Abschätzung der Gefügeanteile der 1300°C Proben verwendet und dient als Vergleich zur LePera Ätzung (vergl. Kapitel 9.3.1).

Ätzversuche des Verfassers an Proben mit einer Spitztemperatur von 1000°C waren nicht zufrieden stellend. Die Ätzung scheint für das feine Gefüge zu aggressiv zu wirken und es sind kaum Details erkennbar.

Mit zunehmender Erfahrung entstanden bessere Ätzungen bzw. deren Fotos für 1000°C. Aufgrund des großen Aufwands wurden nicht alle Ätzungen wiederholt.

## 8. Le Pera (LP) Farbniederschlagsätzung

### 8.1. Zusammensetzung

Die Zusammensetzung wurde folgender Quelle entnommen [26]:

- Stammlösung (i): 1% Natriumdisulfit in dest. H<sub>2</sub>O
- Stammlösung (ii): 4% Pikrinsäure in Ethanol

Lösung mit je 50% von (i) und (ii) frisch ansetzen, geätzt wird bei Raumtemperatur.

Als Ätzdauer gelten ca. 10s als Richtwert.

### 8.2. Allgemeine Vorgehensweise bei der Verwendung von Farb-Ätzmitteln

Diese allgemeine Vorgehensweise stammt aus der Literatur. In der Praxis wurde immer wieder eine *abweichende Handhabung* [6] im Vergleich zu dieser Vorgehensweise festgestellt, welche im folgenden Textteil kursiv gedruckt in Klammern dargestellt ist.

Die Oberflächenbeschaffenheit der Proben ist extrem wichtig und muss sorgfältig vorbereitet werden, um eine einheitliche und wirksame chemische Ablagerung zu gewährleisten. Es wird empfohlen, den folgenden Satz von einfachen Regeln für die richtige Farb-Ätzung zu befolgen:

- Verwenden Sie immer eine frisch gemischte Lösung. Im Allgemeinen sind Farb-Ätzmittel für eine spätere Verwendung nicht geeignet.
- Verwenden Sie stets eine frisch polierte Oberfläche. Wenn keine Reaktion auf der Probenoberfläche entstanden ist oder die Reaktion fleckig ist, kann die Probe zu lange an der Luft gewesen sein und eine passive Schicht hat sich auf der Oberfläche gebildet. Zur Wiederherstellung der Oberfläche sollte die Probe in 2% Nital leicht vorgeätzt werden. Nach der Vorätzung, tauchen sie die Probe in das Wasser und dann in die Farb-Ätzlösung. Trocknen sie die Probenoberfläche nicht vor dem Eintauchen in die Farb-Ätzlösung.
- Beobachten sie immer die Probenoberfläche während der Ätzung. Es ist wichtig, die richtige Farbe aus dem Farb-Ätzmittel zu erhalten. Die Kenntnis der richtigen Farbe kommt mit der Erfahrung.
- Die Ätzlösung nicht mit der Probe aufrühren. Die Bewegung der Probe stört die empfindliche Oberfläche des chemisch abgeschiedenen Films. (*Die Probe wird in der Ätzlösung bewegt bzw. geschwenkt.*)
- Die Probenoberfläche während der Ätzung nicht verwischen. Wischtests beschädigen und entfernen physisch den chemisch abgeschiedenen Oberflächenfilm.
- Wenn die Probenoberfläche unterätzt ist, muss der Metallograph wieder von vorne beginnen. Legen sie niemals die Probe wieder in die Lösung ohne die Oberfläche nachzupolieren. Ein kurzes nachpolieren (weniger als zehn Sekunden) mit 0,3 µm Aluminiumoxid ist ausreichend. Denken sie daran, es handelt sich um eine dünne Oberflächenschicht und sie ist nicht durch chemischen Angriff gebildet worden (wie im Falle der meisten Ätzmittel).

- Spülen Sie niemals die Probenoberfläche unter dem Wasserhahn. Spülen Sie die Probe mit Wasser durch vorsichtiges Eintauchen in ein Becherglas. (*Die Probe wird unter dem Wasserhahn abgespült.*)
- Das Wasser sanft von der Probenoberfläche mit einer geringen Menge Alkohol spülen. Zu viel Alkohol kann die Eigenschaften der Farbmittel ändern.
- Wischen Sie die Probe niemals trocken. Trocknen Sie die empfindliche Probenoberfläche unter sanftem Luftstrom. (*Die Probe wird mit dem Fön getrocknet.*)
- Verwenden Sie im Falle einer wässrigen Ätzlösung immer destilliertes Wasser mit einem pH-Wert von 2 bis 4. Bei Wasser mit einem pH-Wertes größer 7 wird die Ätzung nicht funktionieren.

### 8.3. Grundlagen der LePera- Ätzung

Das Kapitel „Grundlagen der LePera- Ätzung“ entstammt einer Veröffentlichung der voestalpine Stahl GmbH [27].

Die LePera- Ätzung besteht aus 2 verschiedenen Wirkkomponenten:

- a. Phasenätzung durch selektive Auflösung
- b. Kontrastierung durch Niederschlagsbildung

Ad a) Bei Kontakt einer blanken Schliffoberfläche mit einer Elektrolytlösung kann es abhängig von der Zusammensetzung der Phasenbestandteile zu einer Anätzung des Werkstoffs kommen. Bei dieser aktiven Auflösung gehen Metallionen direkt in die Elektrolytlösung.

Entscheidend für diesen Materialabtrag sind neben der kristallografischen Orientierung der Kristallite auch Defektstrukturen wie z.B. Versetzungen, Ausscheidungen, Subkorn Grenzen.

Ad b) Wird nun der Elektrolyt derart gewählt, dass das Reaktionsprodukt nicht in Lösung geht, entsteht ein stabiler Niederschlag auf der Metalloberfläche. Auf die Metallografie bezogen bedeutet es, dass es durch unterschiedliche Gefügebestandteile zu unterschiedlichen Niederschlägen kommt, welche optisch unterschieden werden können.

In der Praxis gibt es verschiedene Versionen von Niederschlagsätzungen. Ein typischer Vertreter ist die Niederschlagsätzung nach Klemm, während LePera eine abgewandelte Lösung verwendet. Bei beiden kommt es zu einer Färbung der anodischen Bereiche.

Ursache für den Materialabtrag ist die elektrochemische Spannungsreihe. Je mehr Kohlenstoff eine Phase besitzt, desto höher ist die Potentialdifferenz, welche Literaturhinweisen entnommen bzw. berechnet wird. Ferrit als kohlenstoffärmste Phase in Stahl (0,02%) wirkt anodisch, während Zementit (6,67%C) kathodisch wirkt. Es ergibt sich also bezüglich des Abtrags als Modell (Abb. 8-1) die Reihenfolge:

- **Austenit:** geringer bis kein Abtrag, daher eher glatte Oberflächenmorphologie zu erwarten
- **Martensit:** geringer Abtrag, sehr ähnlich wie bei Austenit; leichter Abtrag mit einer Ätzstruktur zu erwarten; der Ätzangriff ist auch eine Funktion vom C-Gehalt im Martensit
- **angelassener Martensit:** Verhalten zwischen Martensit und Bainit
- **Bainit:** Abtrag wie Ferrit, relativ stark; karbidische Ausscheidungen sollten erhaben bleiben; Gefahr des Herauslösen der Ausscheidungen und damit des Verlorengehens

- **Ferrit:** stärkster Abtrag; starke Abhängigkeit von der Kornorientierung; Die Korngrenzenstruktur ist gut ersichtlich; in Abhängigkeit der Kornorientierung erkennt man eine leichte Ätzstruktur

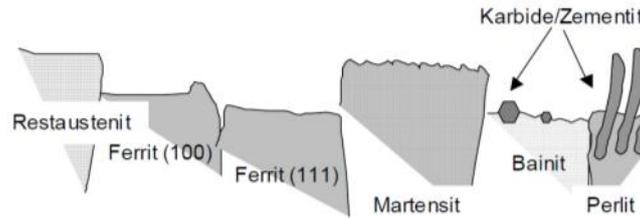


Abb. 8-1: Modell der selektiven Phasenätzung an Mehrphasenstählen [27]

Zusätzlich kommt es zu einem dünnen Film, welcher sich bei LePera als Sulfidschicht (aus der Ätzlösung) auf die anodischen Bereiche legt (Abb. 8-2). Ferrit wirkt anodisch, während Martensit und Restaustenit als Kathode wirken. Dazwischen liegt Bainit.

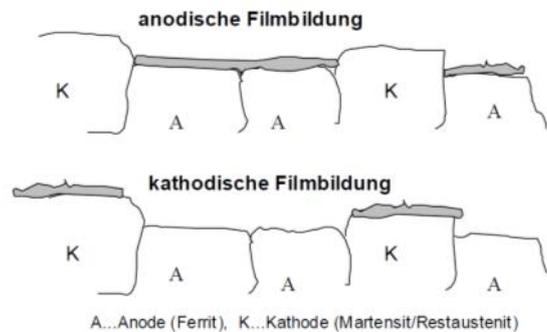


Abb. 8-2: Modell der anodischen und kathodischen Niederschlagsätzung für Mehrphasenstähle [27]

Durch die LePera Ätzung wird der Ferrit bläulich gefärbt, die kathodischen Gefügebestandteile (Restaustenit-Inseln) bleiben „blank“, d.h. niederschlagsfrei und erscheinen im LIMi hell. Dies stimmt mit dem Modell gut überein.

Der Martensit wird jedoch unterschiedlich kontrastiert und entspricht daher auf den ersten Blick nicht den Modellvorstellungen der Niederschlagsbildung.

REM-Untersuchungen zeigten jedoch, dass es sich bei der Braunfärbung nicht um einen Niederschlag handelt. Es handelt sich dabei um eine Mikrostruktur der martensitischen Bereiche hervorgerufen durch die Ätzung, die zu einer diffusen Lichtreflexion und damit zu einer optischen „Braun-Färbung“ führt.

Die LePera-Ätzung hat damit neben ihrer anodischen Niederschlagsfunktion auch eine selektive Lösungswirkung (durch den Pikrinsäureanteil), dies gilt sowohl für Ferrit als auch für niedrigkohlenstoffhaltige martensitische Bereiche.

Bei einem Stahl mit einem lokal höheren Kohlenstoffgehalt im Martensit sind die Martensit-Inseln satt-weiß und der Ferrit bläulich gefärbt, dies entspricht der Modellvorstellung für die anodische Niederschlagsätzung nach LePera. Durch den höheren Kohlenstoffgehalt kommt es offensichtlich zu keinem Ätzangriff auf die Martensitphase.

Die LePera-Ätzung wirkt daher bei hohen C-Gehalten von Martensit (ab ca. 0.6m-%) als reine anodische Niederschlagsätzung, bei geringeren Gehalten (kleiner 0.6m-%) kann es zusätzlich zu einem selektiven Angriff des niedrigkohlenstoffhaltigen Martensits – und damit zu einer leichten Färbung - kommen.

## 8.4. Gefügeidentifikation nach LePera

Durch die in Kapitel 8.3 getroffenen Überlegungen ergeben sich folgende Kriterien für die Gefügekomponenten. [27]

### 8.4.1. Martensit (M)

#### a) Vollmartensit (VM)

Dieser stellt sich aufgrund des höheren Kohlenstoffgehaltes und des resultierenden geringen Ätzangriffes farblich sehr hell (weiß) dar, eine Struktur ist zumeist nicht mehr erkennbar.

#### b) angelassener Martensit

- kohlenstoffreicher Martensit (AM c+) ist bräunlich gefärbt und weiß umrandet und besteht aus weiß-braunen Bereichen und hat eine kaum erkennbare Struktur.
- kohlenstoffarmer Martensit (AM c-) besitzt die typische Lamellenstruktur, häufig im 60° Winkel zueinander. Die grundsätzliche Farbe ist braun, teilweise wirkt die Farbe violett.

### 8.4.2. Restaustenit (RA), Karbide (C)

Aufgrund der Annahme, dass es sich um den gleichen Kohlenstoffgehalt wie bei Martensit handelt, kommt es ebenfalls zu einem geringen Ätzangriff, welcher hell (weiß) in der Darstellung wirkt.

### 8.4.3. Bainit (B)

Bainit besitzt prinzipiell eine nadelige Struktur, welche stirnseitig angeschliffen dann punktförmig aussieht. Die Farbgebung ist beige oder grau und kann zuweilen einen Blaustich haben.

### 8.4.4. Ferrit (F)

Der Ferrit ist graublau und kann Carbid- Ausscheidungen bzw. Restaustenitinseln haben.

### 8.4.5. Perlit (P)

Perlit wurde nicht gefunden [27]. Dies deckt sich auch mit der Literatur [13].

## 8.5. Gewonnene Erfahrungen der LePera-Ätzung

Trotz zahlreicher Versuche war der Verfasser selbst erfolglos in der Durchführung der LePera-Ätzung. Jedoch wurde ein Dualphasenstahl am Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik bereits mit LePera erfolgreich geätzt. Der Richtwert für die Ätzdauer lag je nach Probe zwischen 30 und 40s. [28]

Für den S700MC gab es ursprünglich keinen Richtwert für die Ätzdauer. Aus diesem Grund wurden viele Ätzversuche im Bereich von 30, 45 und 60s gemacht, jedoch waren die Ätzergebnisse nicht zufriedenstellend, das Ergebnis wirkte immer überätzt.

Ebenso wurden kurze Ätzversuche im Bereich von 15s durchgeführt, es zeigte sich jedoch kein Ätzangriff.

Dies war umso verwunderlicher, als sich laut voestalpine Stahl GmbH die Größenordnung der Ätzdauer bei etwa 10s befand. Nach Rücksprache mit dem dortigen Spezialisten wurde klar, dass diese Ätzung ein sehr kleines „Zeitfenster“ von 1,5s besitzt. Das heißt, am Anfang dieses Bereichs liegt unterätzter Zustand vor, am Ende ist die Probe bereits überätzt.

Damit könnte es sein dass es andere Parameter gibt, welche nicht oder zu ungenau bedacht wurden.

Sämtliche LePera Proben wurden daher von einem Spezialisten der voestalpine Stahl GmbH in Linz geätzt.

## 9. Auswertung der Schliifproben

### 9.1. Lage der Aufnahmen

In Übereinstimmung mit voestalpine Stahl GmbH wurden sämtliche Randbereiche und die Mitte nicht betrachtet. Die Aufnahmen wurde etwa im Bereich  $D_a/4$  bei Vollproben und ca. bei  $(D_a + D_i)/2$  bei den Hohlproben angefertigt, um vergleichbare Ergebnisse zu erhalten. Abb. 9-1 zeigt die Lage der Aufnahmen anhand einer mit Nital geätzten Probe. Diese wurden mit einem Lichtmikroskop der Fa. Zeiss erstellt, wie in Abb. 9-2 ersichtlich.

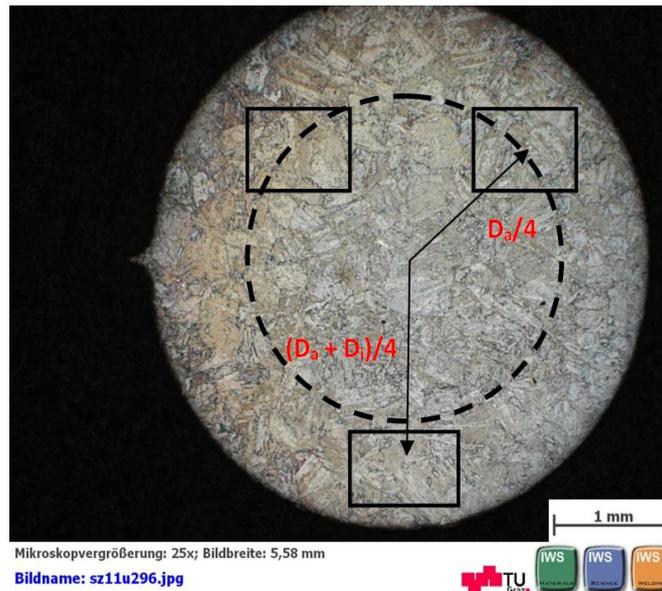


Abb. 9-1: Lage der Aufnahme



Abb. 9-2: Lichtmikroskop der Fa. Zeiss

## 9.2. Metallographische Auswertung

Wie in Kapitel 8.3 erwähnt kommt es zu einem Farbniederschlag in Kombination mit selektiver Anätzung. Primär ist die Gefügestruktur zu beachten, die Farbgebung ist sekundär.

Anhand dreier LePera- Bilder soll nun die Identifikation exemplarisch gezeigt werden.

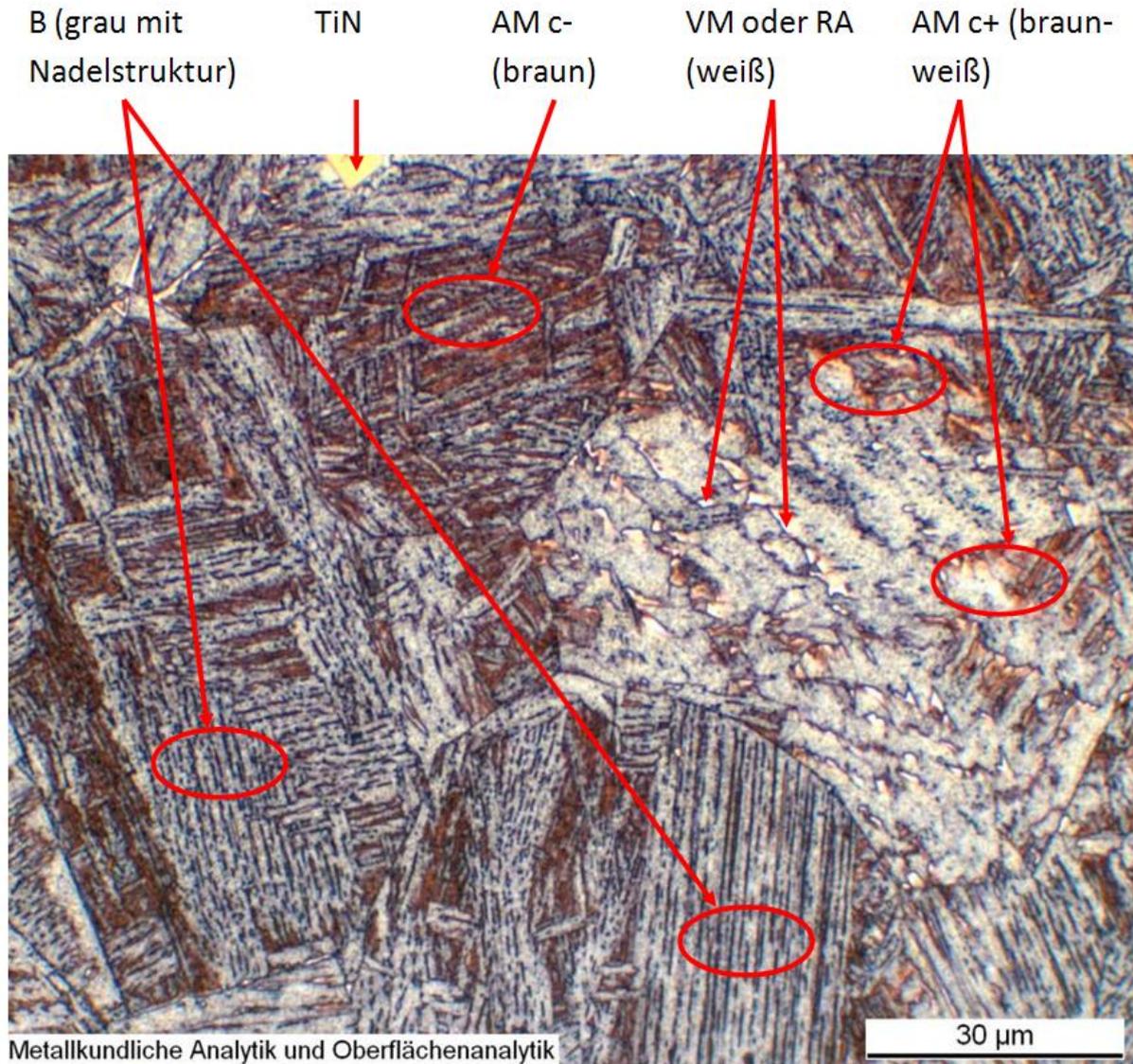


Abb. 9-3: 1300°C,  $t_{8,5} = 6s$ , mit LePera geätzt [6]

Man erkennt in Abb. 9-3 und auch in Abb. 9-4, dass die Unterscheidung mit der in dieser Arbeit angewandten Lichtmikroskopie zwischen M, RA und eventuell vorhandenen Karbiden schwierig bzw. fast unmöglich ist. Aus diesem Grund wurde die Quantifizierung für diese drei Komponenten in Summe getätigt. Aufgrund der TEM-Untersuchungen (vergl. Kapitel 9.3.4) kann der äußerst geringe Karbidanteil in der Metallografie praktisch vernachlässigt werden. Der RA-Anteil wird mittels Restaustenitmessung bestimmt, siehe dazu Kapitel 9.3.5.

VM oder RA (weiß)

AMc- (braun)

B (grau mit Nadelstruktur)

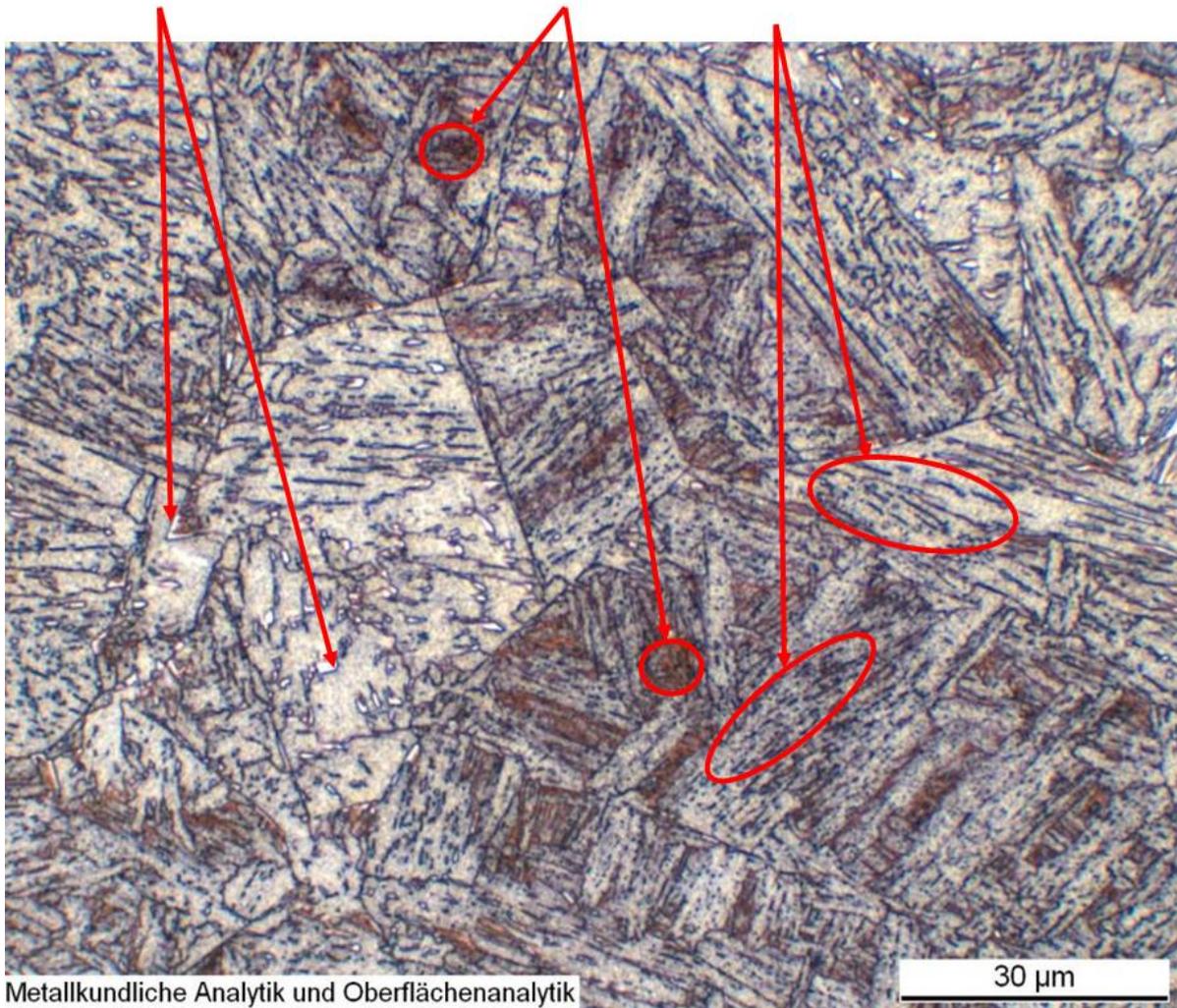


Abb. 9-4: Probe 1300°C, t<sub>8,5</sub> = 15s, mit LePera geätzt [6]

In Abb. 9-5 ist neben Martensit (M) und/oder Restaustenit (RA) auch Bainit (B) und Ferrit (F) zu erkennen. Ob es sich beim Restgefüge noch um Bainit oder schon um vorbainitischen Ferrit handelt, kann nicht eindeutig gesagt werden. Aufgrund der langsamen Abkühlgeschwindigkeit ist mit großer Wahrscheinlichkeit das Vorliegen von Martensit auszuschließen.

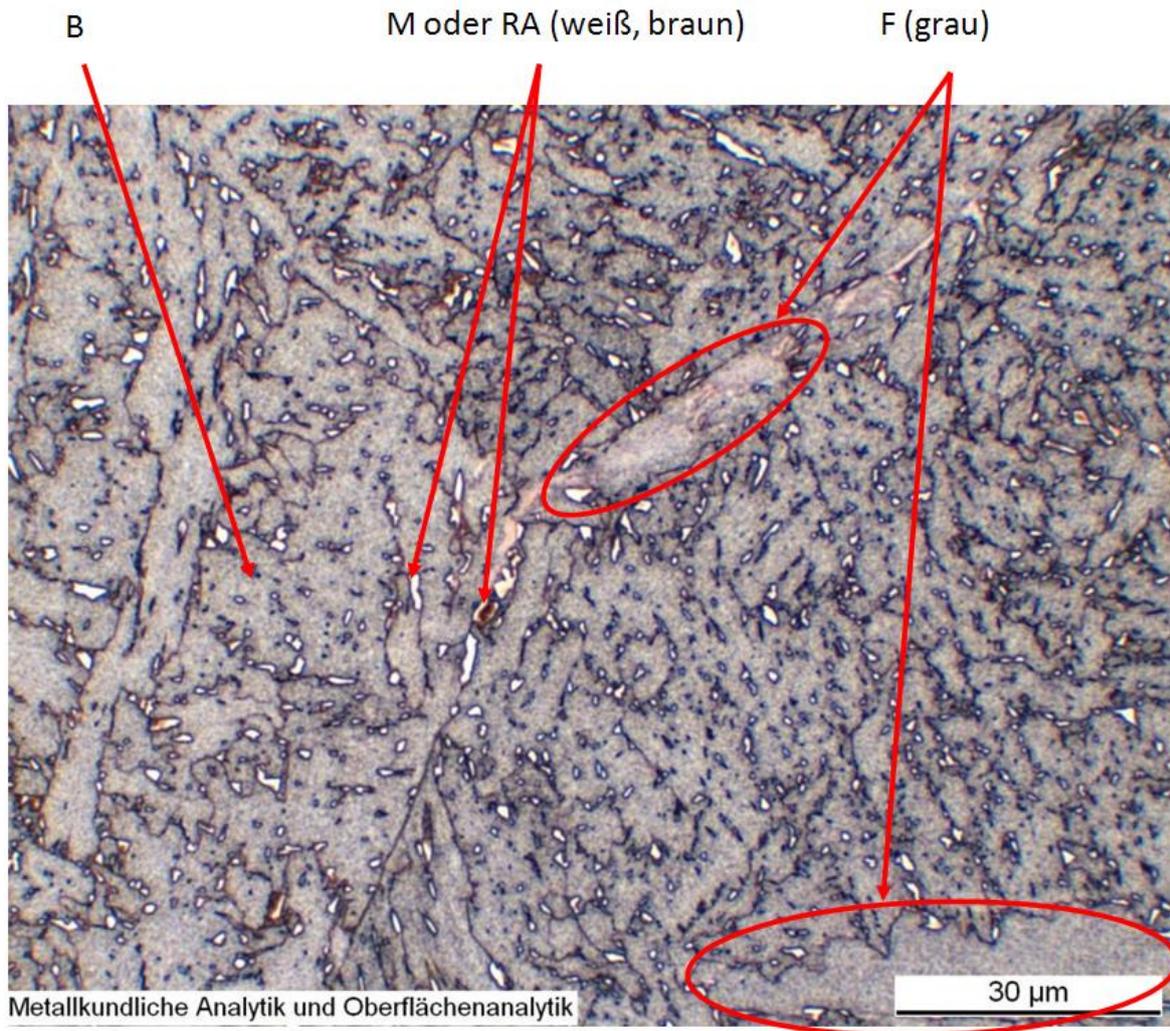


Abb. 9-5: Probe 1300°C, t<sub>8,5</sub> = 100s, mit LePera geätzt [6]

### 9.3. Quantitative Bestimmung der Gefügezusammensetzung

Es gibt zahlreiche Möglichkeiten, um den Anteil von Gefügen zu bestimmen, allerdings ist nicht jede Methode überall gleich anwendbar und besitzt Vor- und Nachteile.

Saltikov [29] beschreibt unter anderem:

- Planimetrische Methode (Netzmethode), es werden einzelne Flächenelemente aufsummiert.
- Punktzählverfahren (Punktmethode), einzelne Punkte werden gezählt.
- Linearanalyse, dabei werden Linien vermessen.

Es gibt jedoch auch die Möglichkeit der überschlägigen Quantifizierung vorhandener Gefügekomponten, um eine Aussage über die Zusammensetzung zu erhalten. Dabei werden einzelne Gefügebereiche durch vereinfachte Flächen angenähert und/oder rein durch Augenmaß abgeschätzt. Diese Methode ist recht einfach und schnell in der Anwendung, aber weniger genau.

### 9.3.1. Überschlägige Quantifizierung

Vorerst wurden die anteiligen Gefügekomponenten des SZTU-Diagramms mit 1300°C Spitztemperatur überschlagsmäßig bestimmt. Dies wurde sowohl für die Probenserie 1 (LePera) sowie für die Probenserie 2 (Nital2%) durchgeführt. Das Ergebnis (Abb. 9-6) wurde verwendet, um einen Überblick über das Gefüge zu erhalten. Ziel ist es, die jeweils geringere Phasenkomponente soweit möglich mit der Punktmethode zu bestimmen.

Die beobachteten, großen Abweichungen kommen durch mehrere Faktoren zustande:

- Überschlagsmäßige Quantifizierung der Anteile
- Zwei verschiedene Probensätze
- statistisch verteilte Lage der Ätzfotos
- zwei Ätzmethoden

Die Verwendung zweier Probensätze hat sich nachträglich als nicht optimal herausgestellt. Grund dafür war einerseits die bessere Flexibilität bei der Metallografie, andererseits konnte im Vorhinein nicht abgeschätzt werden, wie viele Ätzversuche für ein Ergebnis benötigt werden. Der große Nachteil ist, dass deshalb beide Ätzungen nicht auf derselben Probe durchgeführt wurden. Anschließend hätte bei der exakt gleichen Positionierung der Fotos die Identifikation eine große Schwierigkeit dargestellt.

Der Vergleich der zwei Verfahren ist schwierig, da manche Komponenten nicht eindeutig zu identifizieren sind.

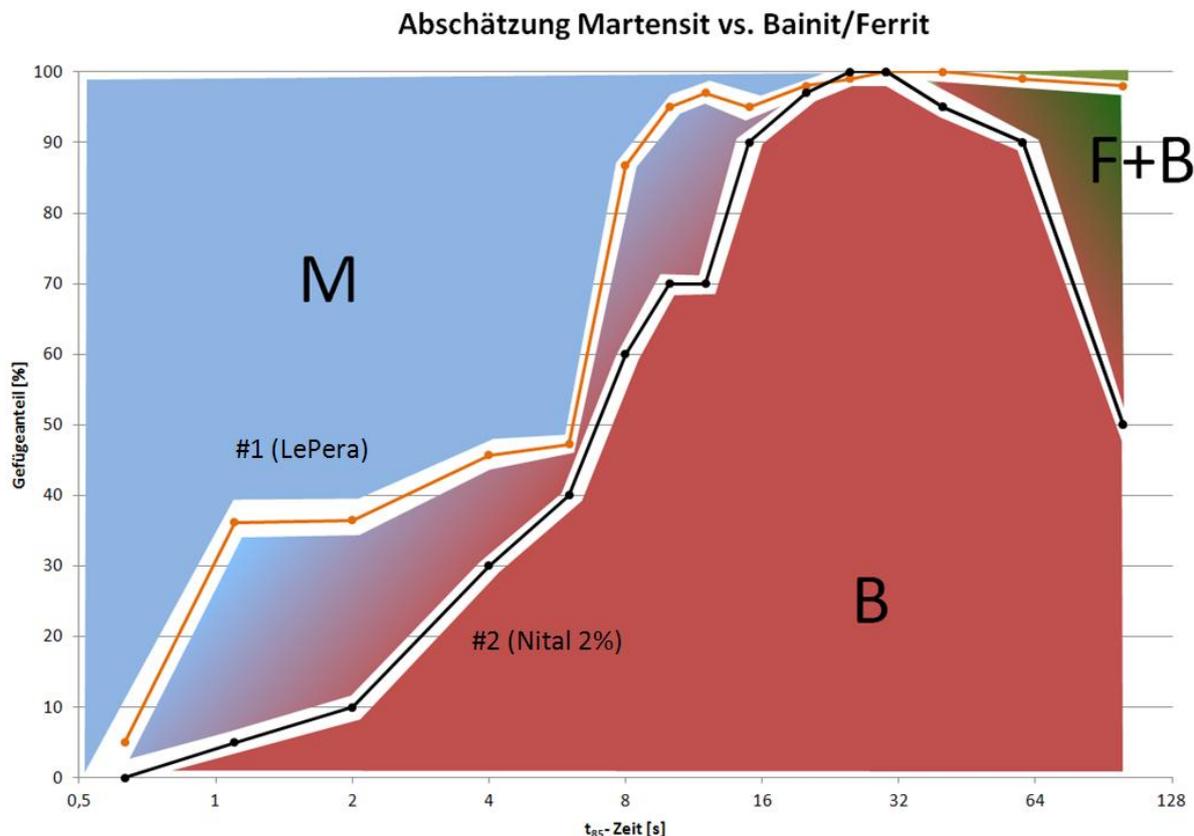


Abb. 9-6: Vergleich der Gefügeabschätzung zweier Ätzmethoden

### 9.3.2. Punktanalyse

Zur Quantifizierung des Gefüges wurde die Punktanalyse in Anlehnung an ASTM [30] gewählt. Die Punktanalyse ist eine einfache und effektive Methode zur quantitativen Gefügebestimmung. Die Punkte (Gitterkreuzungspunkte), welche auf einem Gefügebestandteil zu liegen kommen, werden als Punktanteil bezeichnet. Dieser Punktanteil ist gleich dem Volumenanteil eines Gefüges. Die Anzahl der gezählten Punkte dividiert durch die Gesamtanzahl aller Punkte ergibt damit den Gefügeanteil in Prozent.[13]

Aus statistischer Sicht wäre ein hexagonales Gitter vorteilhaft, aus praktischen Gründen werden aber quadratische Gitter verwendet.[13]

In diesem Fall wurde ein Gitter mit 5mm Maschenweite gewählt (Bild 8-6), welches im A4-Format auf Klarsichtfolie gedruckt wurde.

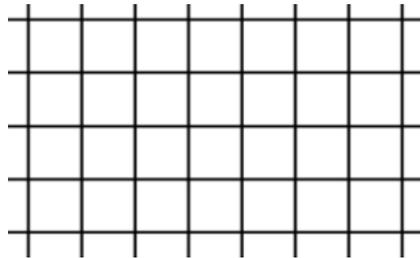


Abb. 9-7: Ausschnitt des Messgitters mit 5mm Maschenweite

### 9.3.3. Auswertungsbeispiel 1300°C

An Hand eines Beispiels soll der gesamte Auswertungsprozess erklärt werden. In diesem Fall handelt es sich um eine Probe mit 1300°C Spitztemperatur, welche mit  $t_{8,5} = 1,1s$  abgekühlt wurde. Abb. 9-8 zeigt eine Gefügaufnahme dieser Probe, welche durch voestalpine Stahl GmbH mit LePera- geätzt wurde. Für die Auswertung wurde das Bild auf A4 vergrößert und ausgedruckt.

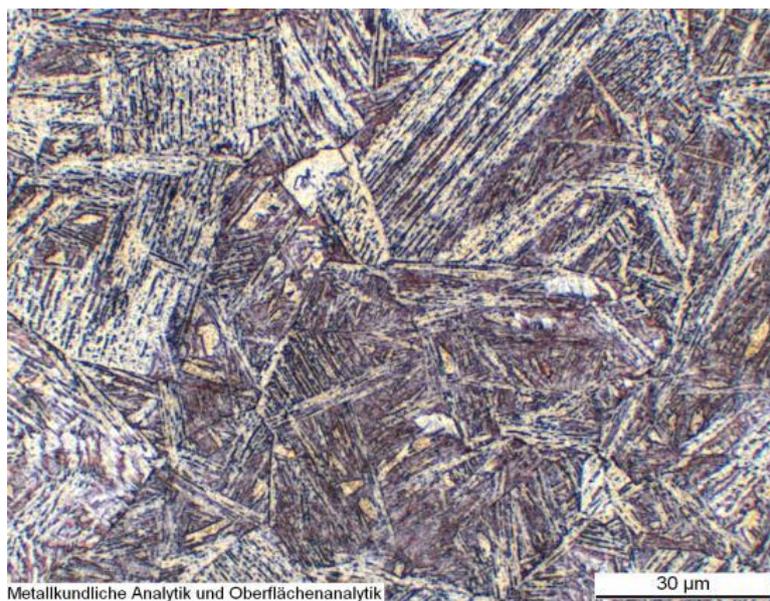


Abb. 9-8: S700MC, 1300°C,  $t_{8,5} = 1,1s$  (Vollprobe), geätzt mit LePera [6]

Anschließend wurde das Raster über die jeweiligen Bilder gelegt und fixiert, um ein Verrutschen zu verhindern (Abb. 9-9). Wichtig sind nicht die Maschen, sondern die Gitterkreuzungspunkte. Der jeweilige Bildbereich der LePera-Ätzung wurde von insgesamt 1408 Gitterkreuzungspunkten abgedeckt, welche 100% Gefüge entsprechen.

Es wurde jeweils diejenige Gefügekomponente ausgewertet, welche bei der überschlägigen Quantifizierung (Kapitel 9.3.1) in geringerem Ausmaß zu erwarten war. Im vorliegenden Fall ergab die überschlägige Bestimmung, dass quantitativ der Martensit überwiegt, deshalb wurde mit der Punktmethode der Anteil des Bainits bestimmt.

Die Punkte, welche auf Bainit lagen, wurden markiert und im Anschluss abgezählt.



Abb. 9-9: Messraster mit Punktmarkierungen

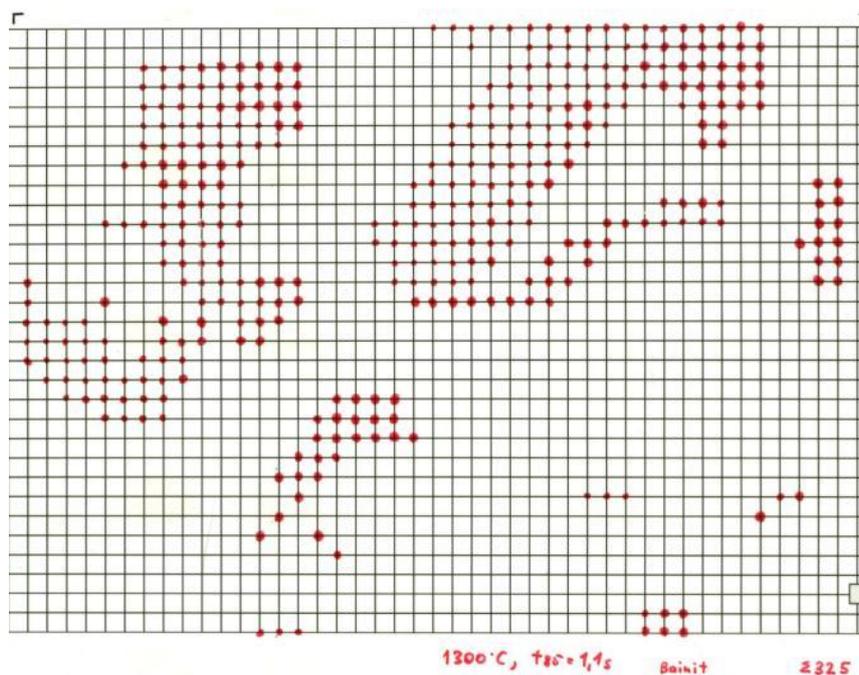


Abb. 9-10: Markierte Rasterfolie

Wie in Abb. 9-10 zu sehen ist, ergab die Auszählung 325 Punkte. Dies entspricht einem Bainit-Anteil im Gefüge von  $325/1408 = 23\%$ . Demzufolge muss der Rest, also 77% aus Martensit bzw. Restaustenit bestehen.

Die Quantifizierung der Anteile ist damit gut möglich, die eindeutige Identifikation durch den Auswerter kann jedoch zur Schwierigkeit werden. Dies wurde an einer groß angelegten Versuchsreihe, welche unter anderem auch am Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik durchgeführt wurde, gezeigt. [31]

In Abb. 9-11 sieht man die Summenkurven von M und RA beider Spitzentemperaturen. Der Rest ist hauptsächlich Bainit. Nur bei den höchsten  $t_{8,5}$  Zeiten findet sich bei  $1300^{\circ}\text{C}$  auch Ferrit.

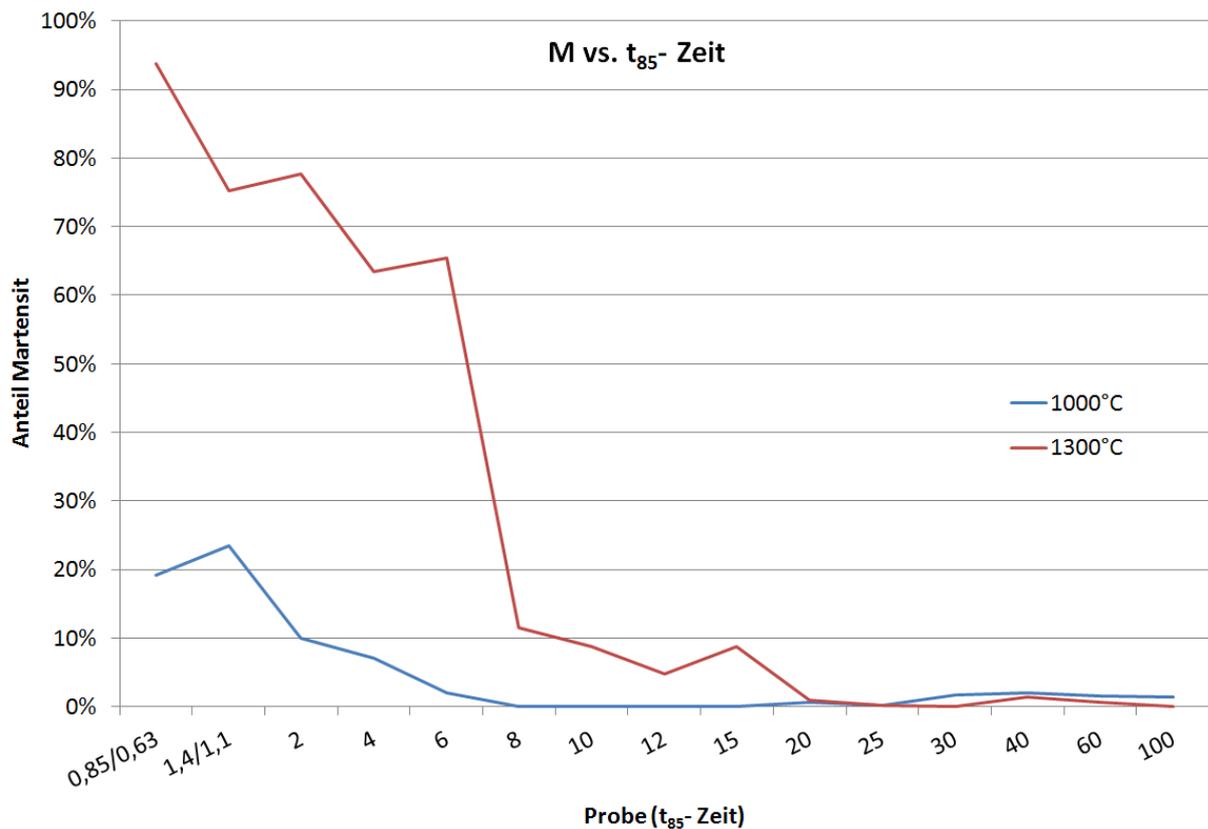


Abb. 9-11: Summe von Martensit und Restaustenit

Da die LePera- Ätzung zwischen Martensit, Restaustenit und Karbiden nicht unterscheidet, muss der Restaustenitgehalt bzw. der Karbidanteil durch andere Methoden (z.B. Bestimmung des Restaustenitgehalts) bestimmt und diese Anteile von der Restsumme (77%) abgezogen werden.

### 9.3.4. TEM-Untersuchungen

TEM-Untersuchungen haben gezeigt, dass Karbide in sehr geringen Phasenanteilen vorkommen und auch sehr klein (äquivalenter Durchmesser 0,02 bis 0,4  $\mu\text{m}$ ) sind. Dieses Ergebnisse wurden mit einer MatCalc- Simulation verglichen, Abb. 9-12 zeigt die Phasenanteile verschiedener Karbidarten. Des Weiteren sind die Größenordnungen der Carbide in Abhängigkeit von der Temperatur ersichtlich. Abb. 9-13 zeigt ein größeres TiNbC-

Teilchen bei einer Probe mit 1300°C Spitztemperatur und zahlreiche kleine Ausscheidungen bei einer anderen mit 1100°C Spitztemperatur.

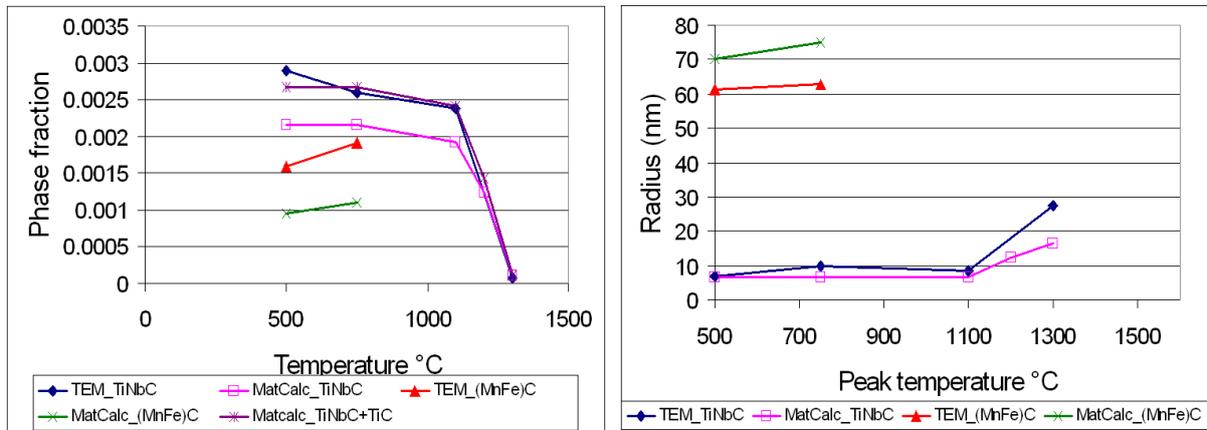


Abb. 9-12: Ergebnisse von TEM-Analyse und MatCalc-Simulation [16]

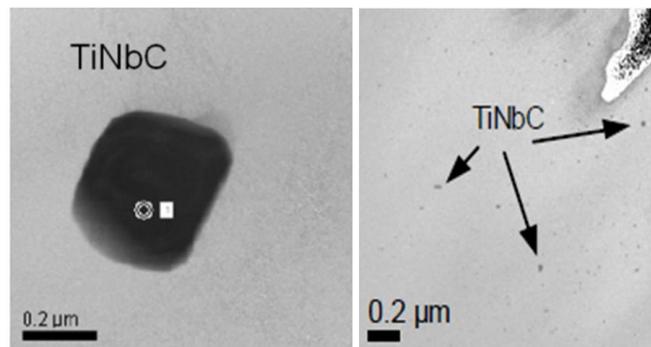


Abb. 9-13: TiNbC bei 1300°C(links) und bei 1100°C(rechts) [16]

### 9.3.5. Restaustenitmessung

Die RA-Bestimmung erfolgt durch ein Messgerät der Fa. Vatron. Das Prinzip dieser induktiven Messmethode nutzt die verschiedenen Eigenschaften von Ferrit (magnetisch) und Austenit (unmagnetisch). Die Messgenauigkeit beträgt < 0,5%.

Die Vorteile dieser Methode sind:

- unabhängig von der Probenform
- Sicherheitseinrichtungen sind nicht notwendig (verglichen mit Röntgenbeugungsmessung)
- schnelle und präzise Messung

Zuerst wird die Probe durch ein Magnetfeld magnetisiert (Abb. 9-14). Anschließend wird sie durch eine Messspule bewegt und induziert darin eine Spannung welche proportional zur vorherigen Magnetisierung ist. Weil nur der Ferritanteil der Probe magnetisiert wird, ist die Höhe der Spannung vom Restaustenitanteil abhängig. [32]

Zur Berechnung des Restaustenitgehalts ist noch die Sättigungsmagnetisierung zu bestimmen welche aufgrund verschiedener Legierungselemente wie z.B. C, Al, Mn niedriger ist als die Sättigungsmagnetisierung von reinem Eisen. [33]

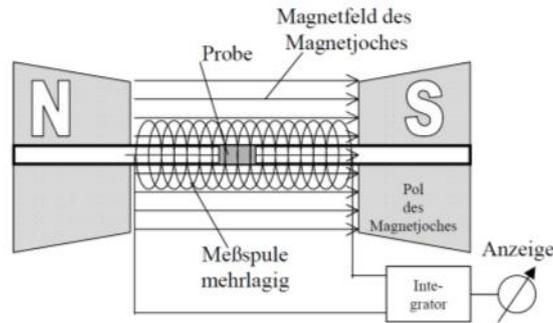


Abb. 9-14: Prinzip der RA- Messung [32]

Abb. 9-15 zeigt die Ergebnisse der Restaustenitmessung für beide Spitzentemperaturen. Zu erwähnen ist, dass zum Zeitpunkt der Messung drei Proben nicht verfügbar waren. Aufgrund der relativ geringen Werte und eines klar erkennbaren Trends wurden diese durch lineare Extrapolation abgeschätzt. Diese besagten Werte sind durch einen Kreis markiert.

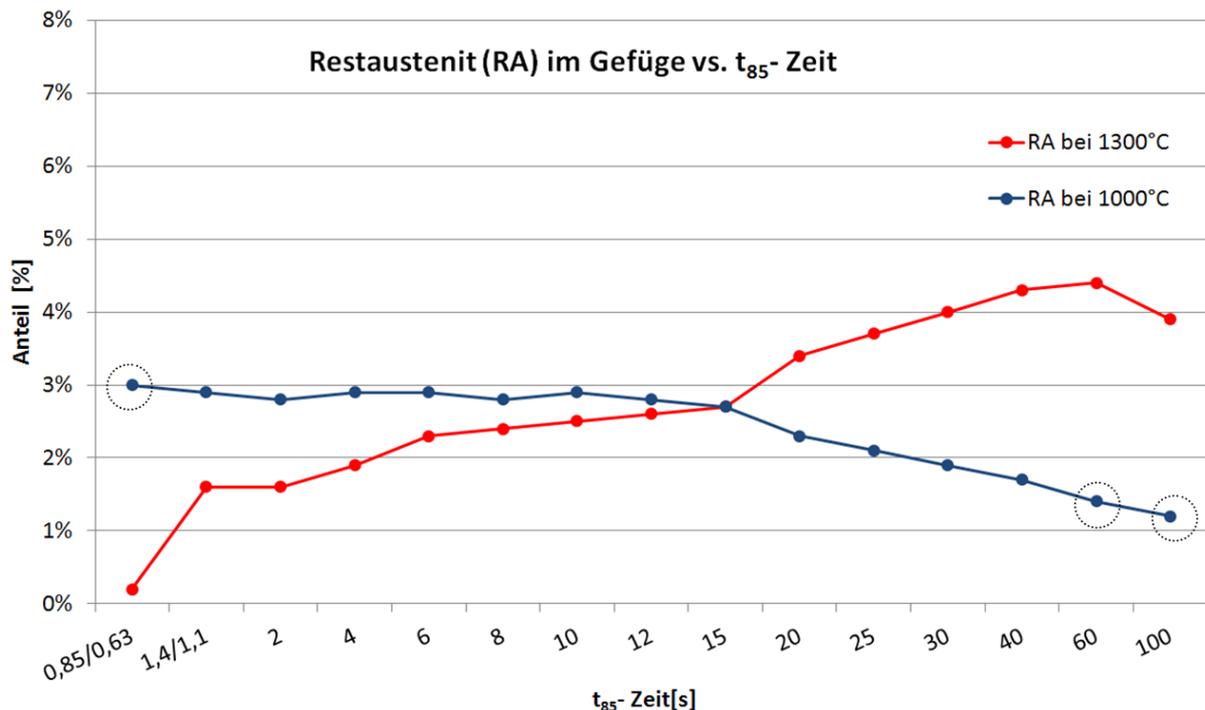


Abb. 9-15: Ergebnis der Restaustenitmessung, kreisförmig markierte Werte wurden extrapoliert.

Allgemein verbleibt bei sehr rascher Abkühlung mehr RA (Restaustenit) im Gefüge als bei langsamer Abkühlung. Da eine vollständige Umwandlung des Restaustenits diffusionsgesteuert erfolgt, wird eine bestimmte Zeit benötigt. Wird diese Zeit unterschritten, kann der Austenit nicht vollständig umwandeln und verbleibt als RA im Gefüge.

Es zeigt sich allerdings für 1300°C Spitzentemperatur ein gegenteiliger Trend gegenüber 1000°C. Mit Zunahme der  $t_{85}$ - Zeit steigt der RA- Anteil im Gefüge. Eine Erklärung für die Bildung von RA könnte die Ausscheidungskinetik, also die Auflösung der Ausscheidungen mit der entsprechenden Kohlenstoffzunahme der  $\gamma$ -Matrix sein. Die MatCalc- Simulation (Abb. 9-12) zeigte, dass ein großer Anteil von TiNbC- Ausscheidungen aufgelöst wurde und deshalb der Kohlenstoffgehalt der  $\gamma$ -Matrix zunahm. Dadurch wurde während der Abkühlung

die Martensitbildung (vergl. 2.4.1) bei der Phasenumwandlung möglich gemacht. Dabei muss die kritische Abkühlgeschwindigkeit zur Martensitbildung erreicht werden.

Jedoch nimmt mit steigender  $t_{8,5}$ -Zeit die Stärke der Unterkühlung ab, sodass die treibende Kraft zur Umwandlung von Austenit zu Martensit nicht groß genug ist, es bleiben kleine Restaustenitinseln zurück. Mit zunehmender  $t_{8,5}$ -Zeit steigt auch die Möglichkeit zur Diffusion des Kohlenstoffs, welcher in den Restaustenit verdrängt wird. Die RA-Inseln sind aufgrund des größeren Ausdehnungskoeffizienten innerhalb der umgebenden Gefüge stark eingespannt und können nicht umwandeln. Die Bestätigung dieses Erklärungsversuchs macht weitere Untersuchungen notwendig (z.B. Anlassbehandlung).

#### 9.4. Bestimmung der Martensit-Starttemperatur

Generell sind in Dilatometerkurven die verschiedenen Phasenumwandlungen sichtbar. [28] Allerdings zeigen die Kurven dieser Arbeit nur eine definierte Umwandlung trotz vorliegen mehrerer Gefügekomponenten. Da selbst bei der raschesten Abkühlung nicht vollständig martensitisches Gefüge erreicht wurde, kann die Martensit-Starttemperatur nur mit Hilfe des Strahlensatzes bestimmt werden. [34]

Abb. 9-16 zeigt die graphische Ermittlung der Martensitstarttemperatur.

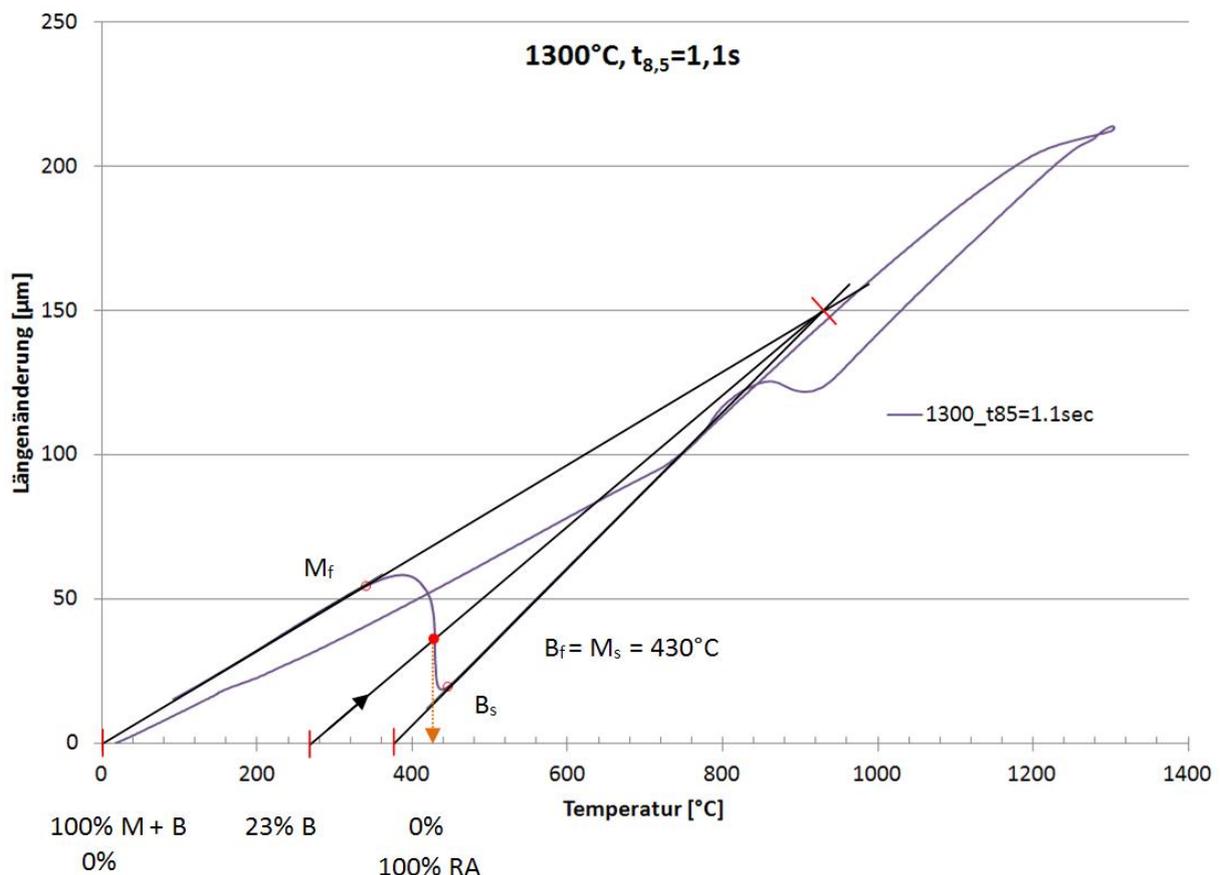


Abb. 9-16: Bestimmung der Martensit-Starttemperatur

Dazu werden die beiden Tangenten von Umwandlungsbeginn bzw. Umwandlungsende in beide Richtungen verlängert. Einerseits entsteht ein gemeinsamer Schnittpunkt, andererseits entstehen zwei Schnittpunkte mit der x-Achse.

Da aufgrund der Entstehungstemperatur der Bainit vor dem Martensit entsteht, muss demzufolge der Umwandlungsbeginn gleich der Bainit-Start ( $B_s$ ) sein. Ebenso entspricht das Umwandlungsende dem Martensit- Finish ( $M_f$ ), sofern kein Restaustenit vorliegt.

Der Schnittpunkt der  $B_s$ -Tangente mit der x-Achse entspricht 100% Restaustenit (RA), der Schnittpunkt der  $M_f$ -Tangente mit der x-Achse entspricht 100% Martensit + Bainit (M + B).

Dazwischen wird nun der jeweilig abgeschätzte Bainitgehalt aufgetragen und dieser Wert mit dem Tangentschnittpunkt (S) verbunden. Dort, wo sich diese Linie mit der Dilatometerkurve schneidet, befindet sich der Martensit- Startpunkt, welcher ident mit dem Bainit- Endpunkt ( $B_f$  bainite finish) ist.

Jetzt kann auf der x- Achse die jeweilige Martensit-Starttemperatur ( $M_s$ ) abgelesen werden. Bei dieser Probe befindet sich  $M_s$  bei etwa  $430^\circ\text{C}$ .

Diese Auswertung wird für alle anderen relevanten Proben wiederholt, diese individuellen Martensit-Starttemperaturen sind in Abb. 9-17 dargestellt. Innerhalb dieses  $M_{si}$  – Wertebereichs befindet sich die Martensit- Starttemperatur  $M_s$ .

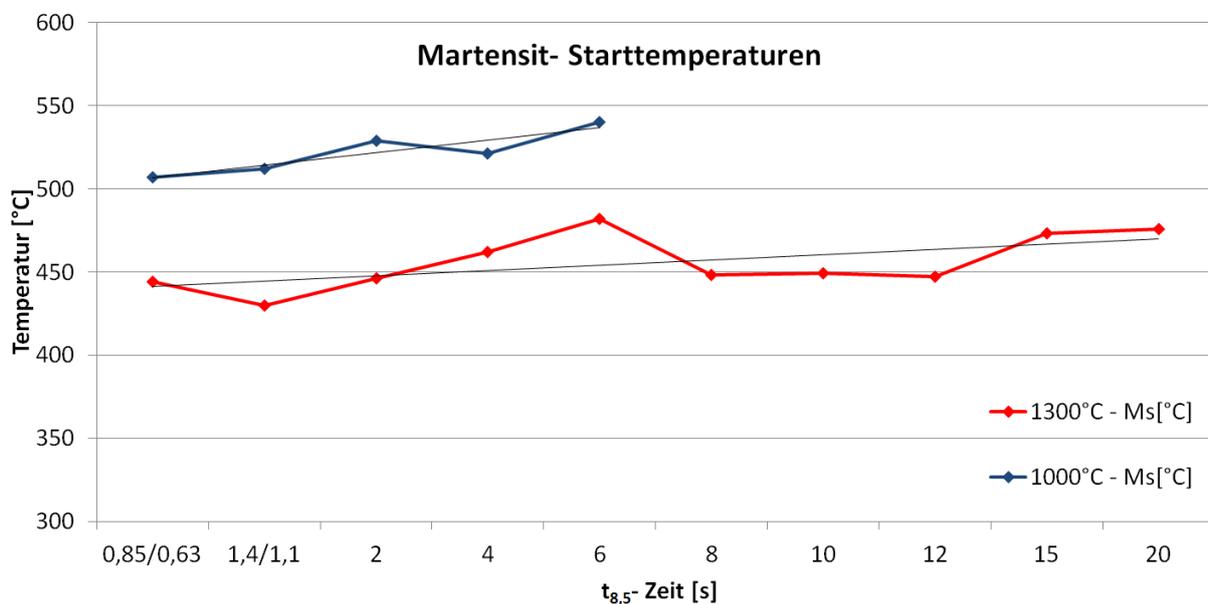


Abb. 9-17: Martensit- Starttemperaturen

Tabelle 9-1 zeigt die Auswertergebnisse der Martensit- Starttemperaturen. Da es sich nicht empfiehlt, alle Werte ins ZTU Diagramm einzutragen, wird stellvertretend der Median gewählt, dieser ist stabil gegenüber Ausreißern und gleicht somit Schwankungen aus.

$M_s$ [°C]	Min	Max	Mittelwert	Median
$1300^\circ\text{C}$	430	482	456	449
$1000^\circ\text{C}$	507	540	522	521

Tabelle 9-1: Auswertergebnisse der Martensitstarttemperatur

## 9.5. Härteprüfungen

### 9.5.1. Charakterisierung des Grundwerkstoffs

Der Grundwerkstoff Abb. 9-18 ist als Längsschliff mit LePera geätzt dargestellt.

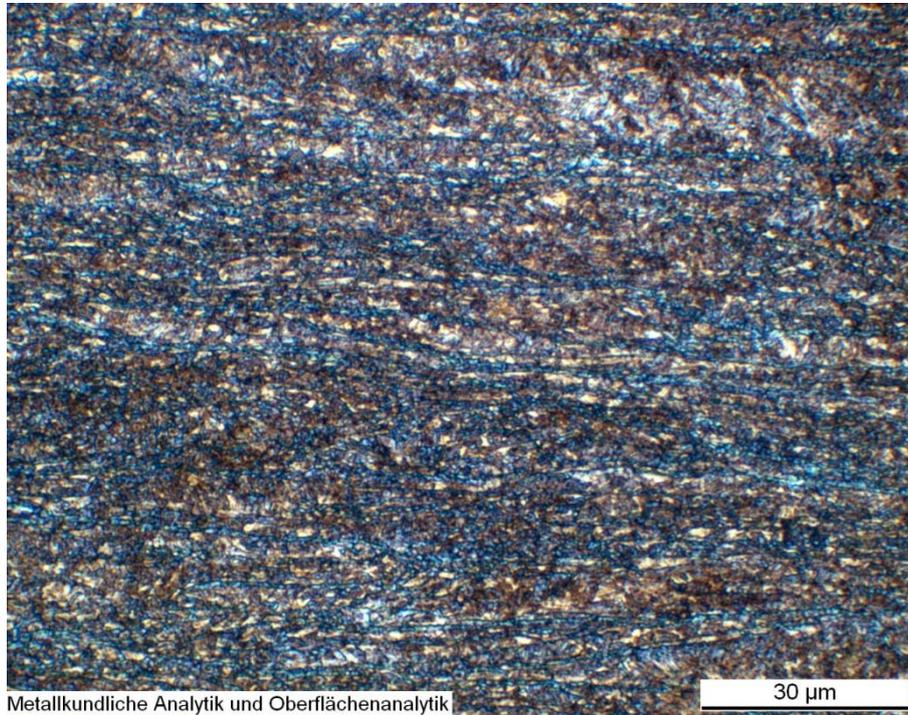


Abb. 9-18: Grundwerkstoff Längsschliff, mit LePera geätzt [6]

Zusätzlich wurde ein Längsschliff mit Nital 2% geätzt, an dem zahlreiche Mikrohärtemessungen HV 0,001 durchgeführt wurden. Abb. 9-19 zeigt diesen Längsschliff mit zwei Härtmessspunkten beispielhaft für die unterschiedlichen Härteniveaus.

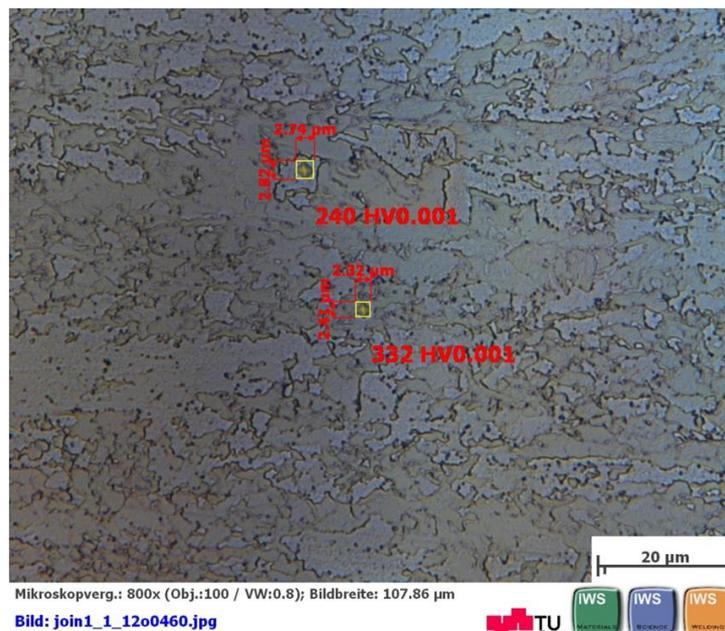


Abb. 9-19: Grundwerkstoff Längsschliff, mit Nital 2% geätzt [36]

Der „hellere Bereich“ ist, wie an den Messwerten ersichtlich, weicher als der „dunklere Bereich“ und entspricht damit Ferrit. Der „dunklere Bereich“ entspricht dem Bainit. Abb. 9-19 zeigt etwa 35 bis 40% Ferrit, der Rest ist Bainit.

Diese mehrfachen Härtemessungen wurden mit der Metallografie verglichen und anschließend in Härtebereiche eingeteilt. Tabelle 9-2 zeigt die Härtebereiche der Gefüge des Grundwerkstoffs.

HV 0,001	Martensit	unterer Bainit	oberer Bainit	Ferrit	RA/M
Mittelwert	-	294	-	224	-
Bereich der Messwerte	-	270 bis 330	-	190 bis 240	-

Tabelle 9-2: Mikrohärtmessungen Grundwerkstoff

### 9.5.2. SZTU- Härtemessung

Die Gefügehärtete für beide SZTU Diagramme wurde mittels EMCO Härtemessgerät bestimmt. Es handelt sich dabei um eine manuelle Härtemessmaschine für Vickers Härteprüfungen nach DIN 50133.

Dabei kam HV10 zur Anwendung. Bei jeder Probe wurden jeweils vier Härteeindrücke erzeugt und vermessen, wobei mindestens drei davon zulässig sein mussten um einen repräsentativen Mittelwert zu erhalten. Unzulässig waren Positionen zu weit am Rand bzw. zu weit in der Mitte (vergl. Kapitel 9.1). Die Schwierigkeit bestand in der Positionierungsgenauigkeit für die Härtemessung. Im Zweifelsfall wurden weitere Eindrücke erzeugt. Bild (Abb. 9-20) zeigt zulässige und unzulässige Härteeindrücke.

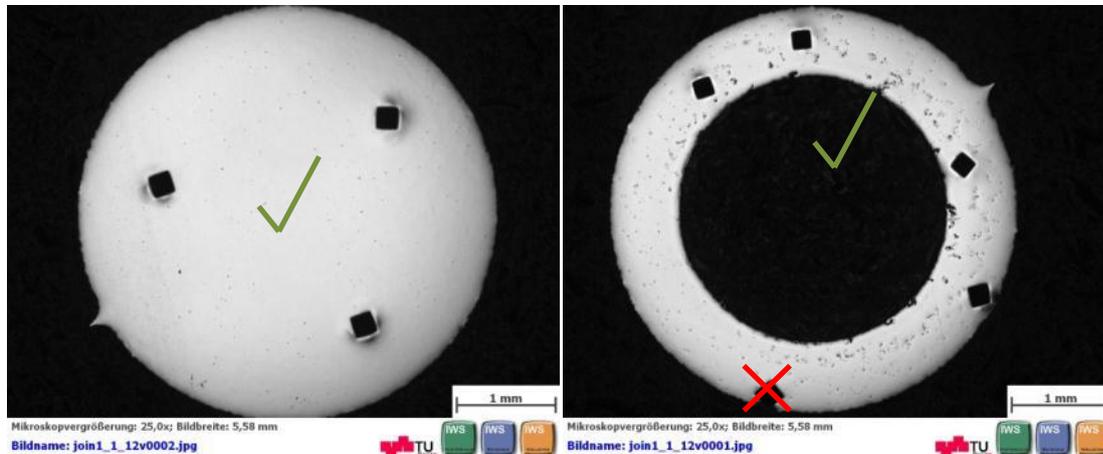


Abb. 9-20: Lage der Härteeindrücke bei Voll- und Hohlprobe

Die HV10-Mittelwerte für die einzelnen Proben sind in Abb. 9-21 zusammengefasst. Es werden zwei Probenserien mit 1300°C Spitzentemperatur (grüne und blaue Balken) und eine Probenserie mit 1000°C Spitzentemperatur (rote Balken) mit dem Grundwerkstoff (grau) verglichen.

Bei 1300°C Spitzentemperatur kann auf die Wiederholbarkeit der Versuche geschlossen werden. Während die Mittelwerte größtenteils vergleichbar sind, gibt es stellenweise große Unterschiede der einzelnen Messwerte.

## Mittelwerte HV10

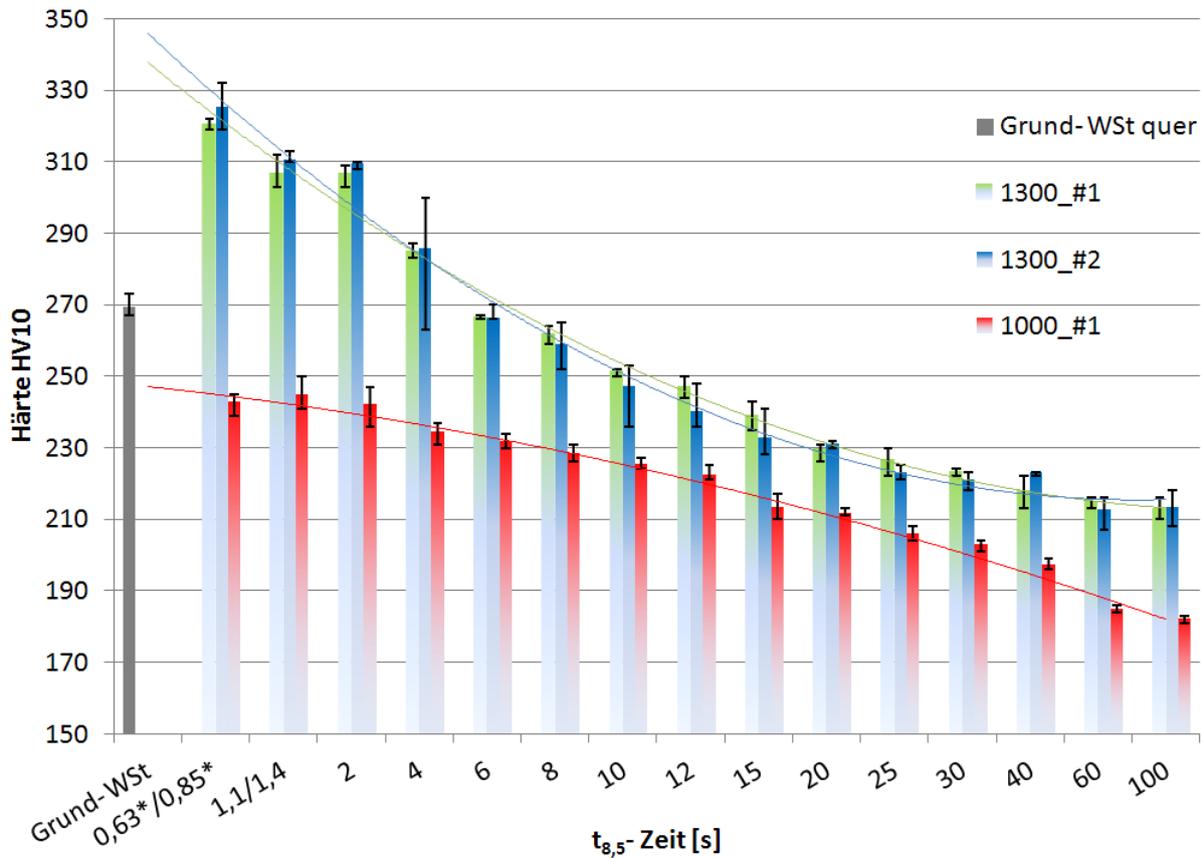


Abb. 9-21: Vergleich der SZTU- Härtewerte

Für die Spitzentemperatur 1300°C liegt die Härte bei kurzen  $t_{8,5}$ -Zeiten (0,63s bis 4s) mit 320-285 HV10 über jenen des Grundwerkstoffs (270 HV10).

Die Härte der Probe mit der  $t_{8,5}$ -Zeit von 6s ist ident mit der Härte des Grundwerkstoffs, mit steigenden  $t_{8,5}$ -Zeiten sinkt die Härte degressiv bis auf ca. 210 HV10 bei der  $t_{8,5}$ -Zeit von 100s.

Die Härtewerte bei Spitzentemperatur 1000°C sind zwischen 245 und 180 HV10 ( $t_{8,5}$ -Zeit von 0,85s bis 100s) und liegen damit immer unter der Härte des Grundwerkstoff (270 HV10).

Bei den  $t_{8,5}$ -Zeiten von 0,85s bis 6s liegt die Härte bei 240- 230HV10, im  $t_{8,5}$ -Bereich von 8s bis 20s wurden 230-210HV10 gemessen und bei den  $t_{8,5}$ -Zeiten von 25s bis 100s ergab die Messung 205-180HV10. Das bedeutet, der Härteabfall wird mit längerer  $t_{8,5}$ -Zeit immer größer, er besitzt progressive Tendenz.

### 9.5.3. Härtemessung zur Gefügebestimmung- 1300°C

Zum Vergleich wurden bei 1300°C Spitztemperatur Mikrohärtmessungen an den Proben mit den  $t_{8,5}$ - Zeiten 2s, 10s, 40s und 60s gemacht. Die Übersicht ist in Tabelle 9-3 dargestellt.

HV 0,001	Martensit	unterer Bainit	oberer Bainit	Ferrit	RA/M
Mittelwert	439	321	216	-	333
Bereich der Messwerte	420 bis 480	280 bis 340	200 bis 240	-	240 bis 400

Tabelle 9-3: Mikrohärtmessungen bei 1300°C Spitztemperatur

Die Härteeindrücke in Abb. 9-22 und Abb. 9-23 repräsentieren die jeweiligen Gefügekomponenten.

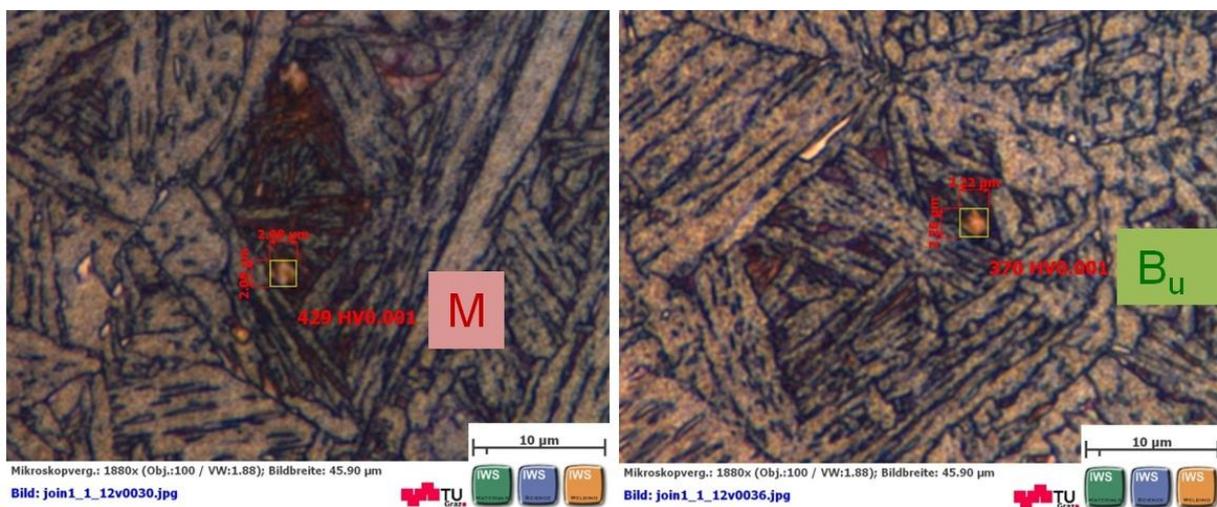


Abb. 9-22: Mikrohärtteeindrücke bei LePera- geätzter Dilatometerprobe 1300°C und  $t_{8,5}$ -Zeit = 10s (M mit 429 HV 0,001 bzw.  $B_u$  mit 370 HV 0,001)

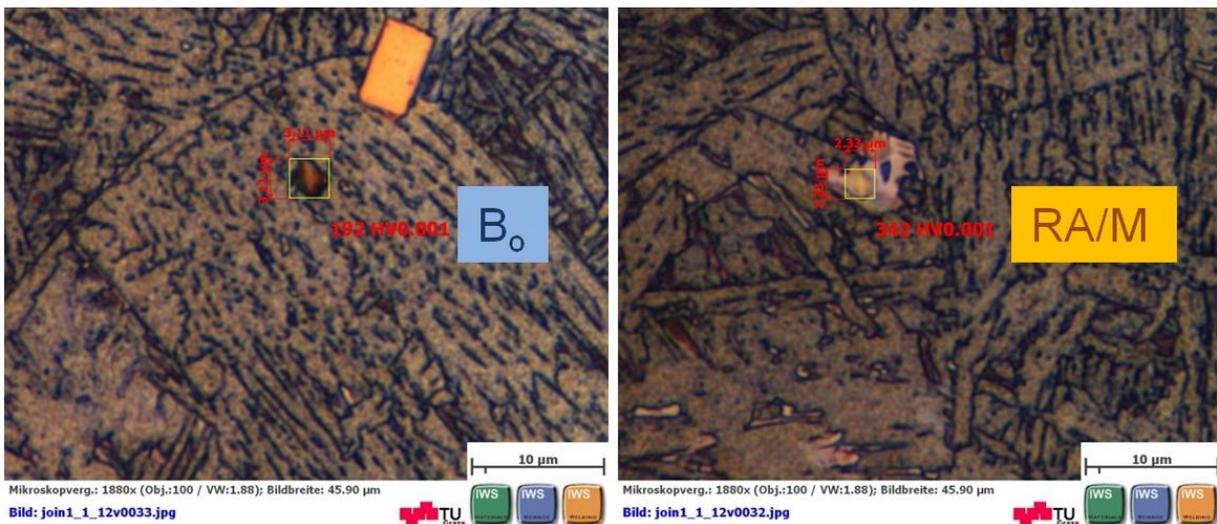


Abb. 9-23: Mikrohärtteeindrücke bei bei LePera- geätzter Dilatometerprobe 1300°C mit  $t_{8,5}$ - Zeit = 10s ( $B_o$  mit 192 HV 0,001 bzw. RA/M mit 342 HV 0,001)

Die quantitative Unterscheidung zwischen oberem und unterem Bainit kann mit rein optischen Verfahren sehr ungenau ausfallen. Deshalb wurde der Bainitbereich als Summe von oberem und unterem Bainit ( $B_u + B_o$ ) bezeichnet.

#### 9.5.4. Härtemessung zur Gefügebestimmung 1000°C

Da bei den LePera geätzten Dilatometerproben mit 1000°C Spitztemperatur die Unterscheidung zwischen Bainit und Ferrit praktisch unmöglich war, wurden weitere Mikrohärtmessungen durchgeführt, allerdings mit HV 0,001. Dadurch konnten einzelne Körner möglichst ohne Korngrenzeinfluß gemessen werden.

Die Mikrohärtmessungen wurden an Proben mit  $t_{8,5}$ -Zeiten von 1,4s, 10s, 25s und 100s durchgeführt. Tabelle 9-4 zeigt die Gefügekomponten mit den dazugehörigen Härtebereichen.

HV 0,001	Mart.	Mart./unterer Bainit	oberer Bainit	Ferrit	RAM
Mittelwert	-	282	-	184	399
Bereich der Messwerte	-	280, 283	-	130 bis 230	399

Tabelle 9-4: Mikrohärtmessungen bei 1000°C Spitztemperatur

Abb. 9-24 und Abb. 9-25 zeigen repräsentative Mikrohärtedrucke der Gefüge.

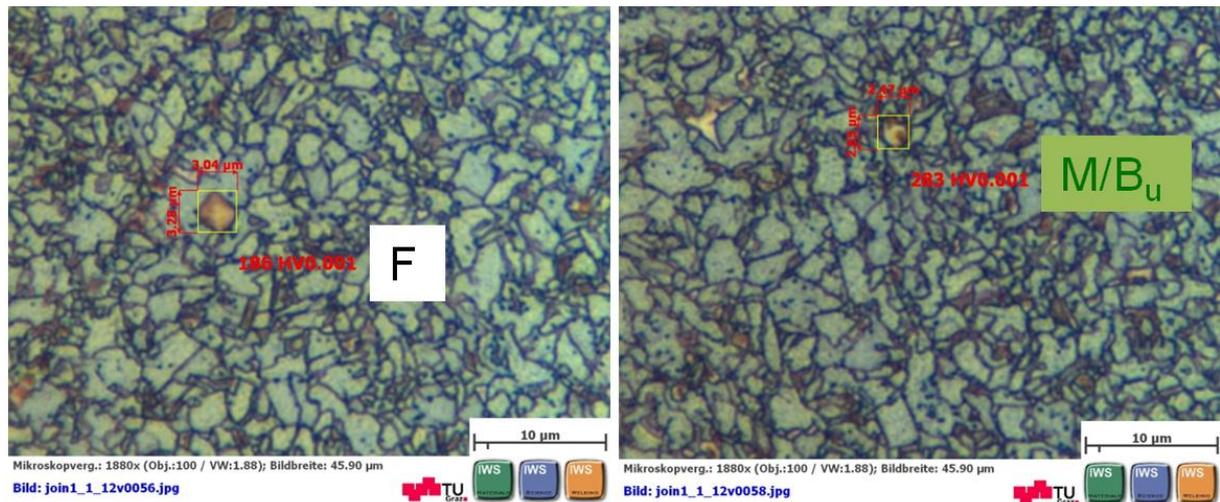


Abb. 9-24: Mikrohärtedrucke bei LePera- geätzter Dilatometerprobe 1000°C und  $t_{8,5}$ - Zeit = 1,4s (F mit 186 HV 0,001 bzw. M/ $B_u$  mit 283 HV 0,001)

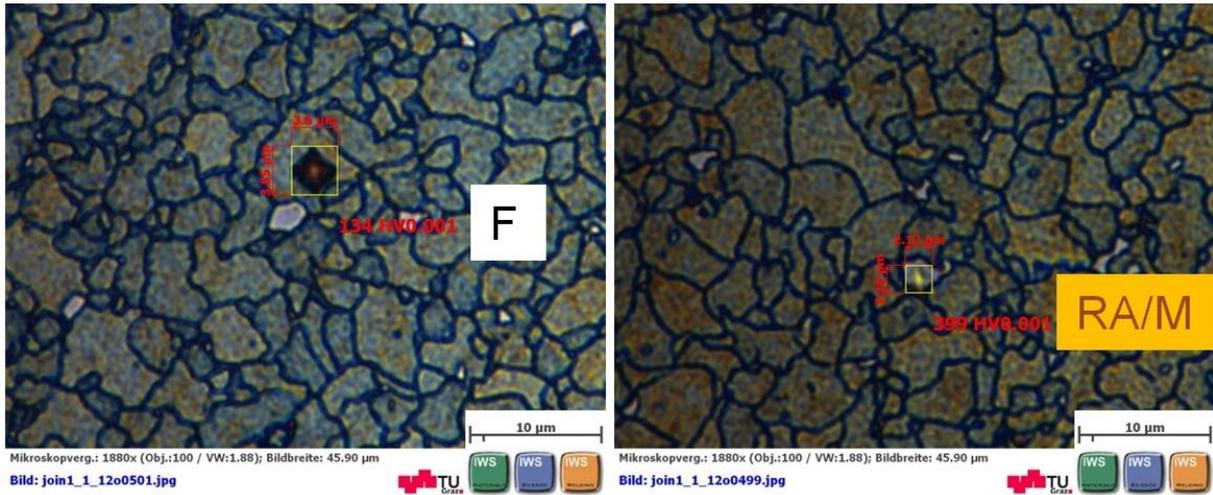


Abb. 9-25: Mikrohärteeindrücke bei bei LePera- geätzter Dilatometerprobe 1000°C und  $t_{8,5}$ - Zeit = 100s (F mit 134 HV 0,001 bzw. M/RA mit 399 HV 0,001)

## 10. Ergebnis

### 10.1. Erstellung des SZTU-Diagramms

Zur Erstellung der SZTU Diagramme in Excel wurden die Zeit-Temperatur Verläufe der 15 Dilatometerversuche in ein Diagramm eingetragen. Für die Abkühlkurven waren dementsprechend nur die Temperaturverläufe nach der Haltezeit von einer Sekunde relevant. Anschließend wurden alle Temperaturpunkte von Umwandlungsbeginn und –ende eingezeichnet und mit einer Linie verbunden.

Ebenso wird der Median der  $M_s$  (Martensit-Starttemperatur) eingetragen. Da es sich nicht direkt um Martensit- Temperaturen aus der Dilatometerkurve handelt, sondern diese mit Hilfe von Metallographie und des Strahlensatzes indirekt bestimmt wurden, sind die  $M_s$  – Linien strichliert gezeichnet worden.

Auf jeden Fall müssen wichtige Daten wie  $Ac_1$  und  $Ac_3$ , Aufheizrate, Austenitisierungstemperatur und Haltezeit in den SZTU–Diagrammen vermerkt werden. Die Werkstoffzusammensetzungen und Legende zur Erklärung dürfen auch nicht fehlen.

Zu den Abkühlkurven werden die dazugehörigen Härtewerte eingetragen sowie die jeweiligen Gefügebereiche gekennzeichnet. Auch die Gefügeanteile in Prozent werden vermerkt. Für Martensit und Restaustenit ist dies im vorliegenden Fall recht gut möglich, die Unterscheidung zwischen Bainit und Ferrit kann jedoch für das ZTU mit 1000°C Spitztemperatur durch die Punktmethod nicht bestimmt werden.

Aus diesem Grund wurden bei einigen Proben die Ätzungen von LePera und Nital verglichen und die Gefügebestandteile überschlagsmäßig quantifiziert. Es handelt sich dabei um die Proben mit den  $t_{8,5}$ -Zeiten von 1,4s, 10s, 25s und 100s bei 1000°C Spitztemperatur. Diese Werte wurden eingetragen. Die Trennlinie zwischen Bainit und Ferrit wird punktiert eingezeichnet, da es keine Umwandlungspunkte im Dilatometer gegeben hat.

Zum Vergleich mit der ermittelten Martensit-Starttemperatur wurde der mit JMatPro [37] errechnete Wert [16] eingetragen. Weiters wurde der empfohlene Schweißbereich [6] für diesen Stahl in Form des  $t_{8,5}$ -Bereichs zwischen 5 und 25s eingezeichnet.

Die Zyklen mit der kürzesten  $t_{8,5}$ -Zeit von 0,63s bzw. 0,85s konnten nur durch Verwendung von Hohlproben erreicht werden und wurden deshalb mit einem „○“ oberhalb der Härtewerte gekennzeichnet.

Der Restaustenitanteil wurde im SZTU oberhalb der Härtewerte auf ganze Prozent gerundet eingetragen.

In den nachfolgenden Bildern sind die ZTU Diagramme für beide Spitztemperaturen zu sehen.

## 10.2. Schweiß-ZTU für 1000°C Spitztemperatur

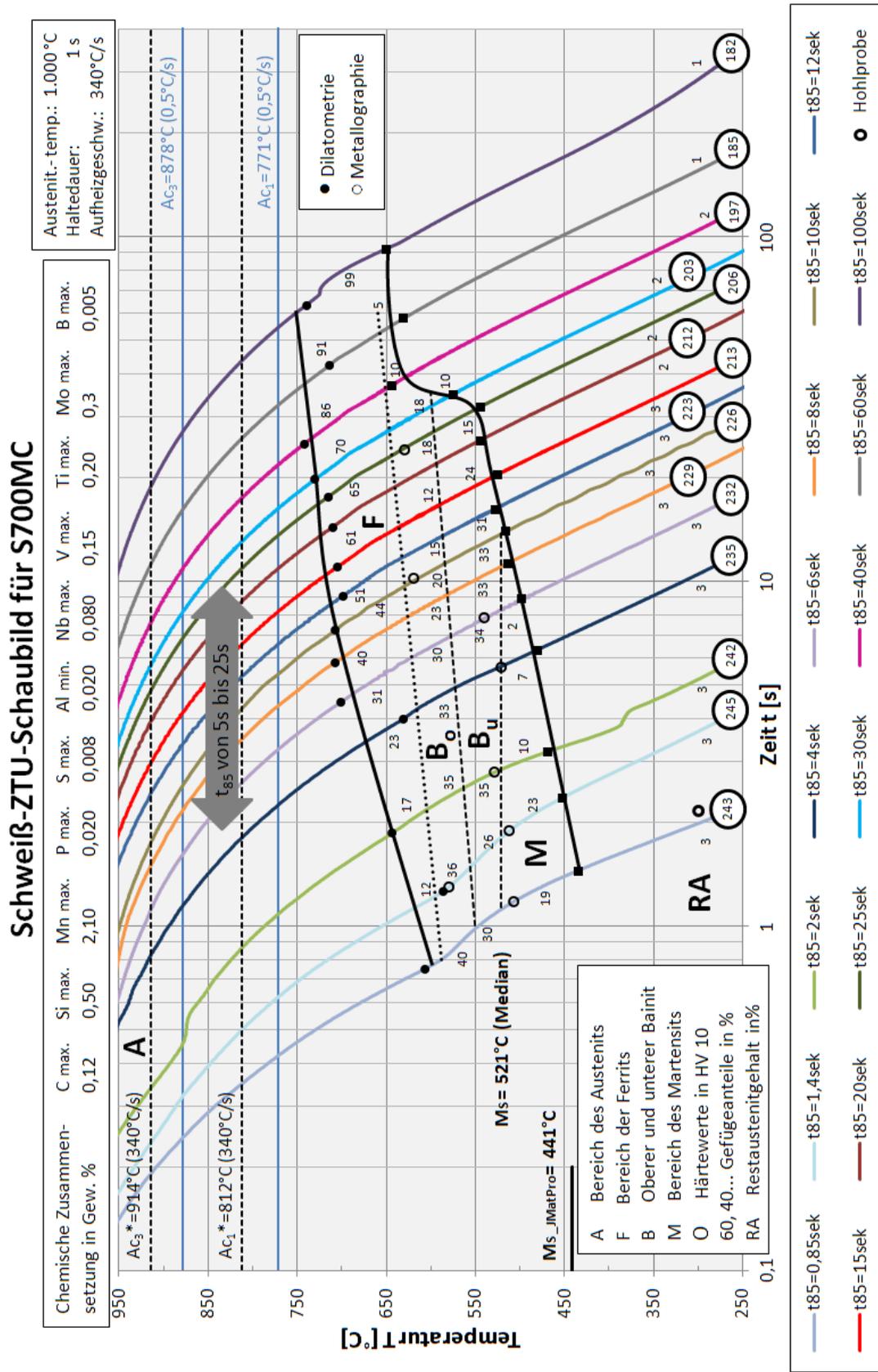


Abb. 10-1: S- ZTU für 1000°C Spitztemperatur

### 10.3. Schweiß-ZTU für 1300°C Spitzentemperatur

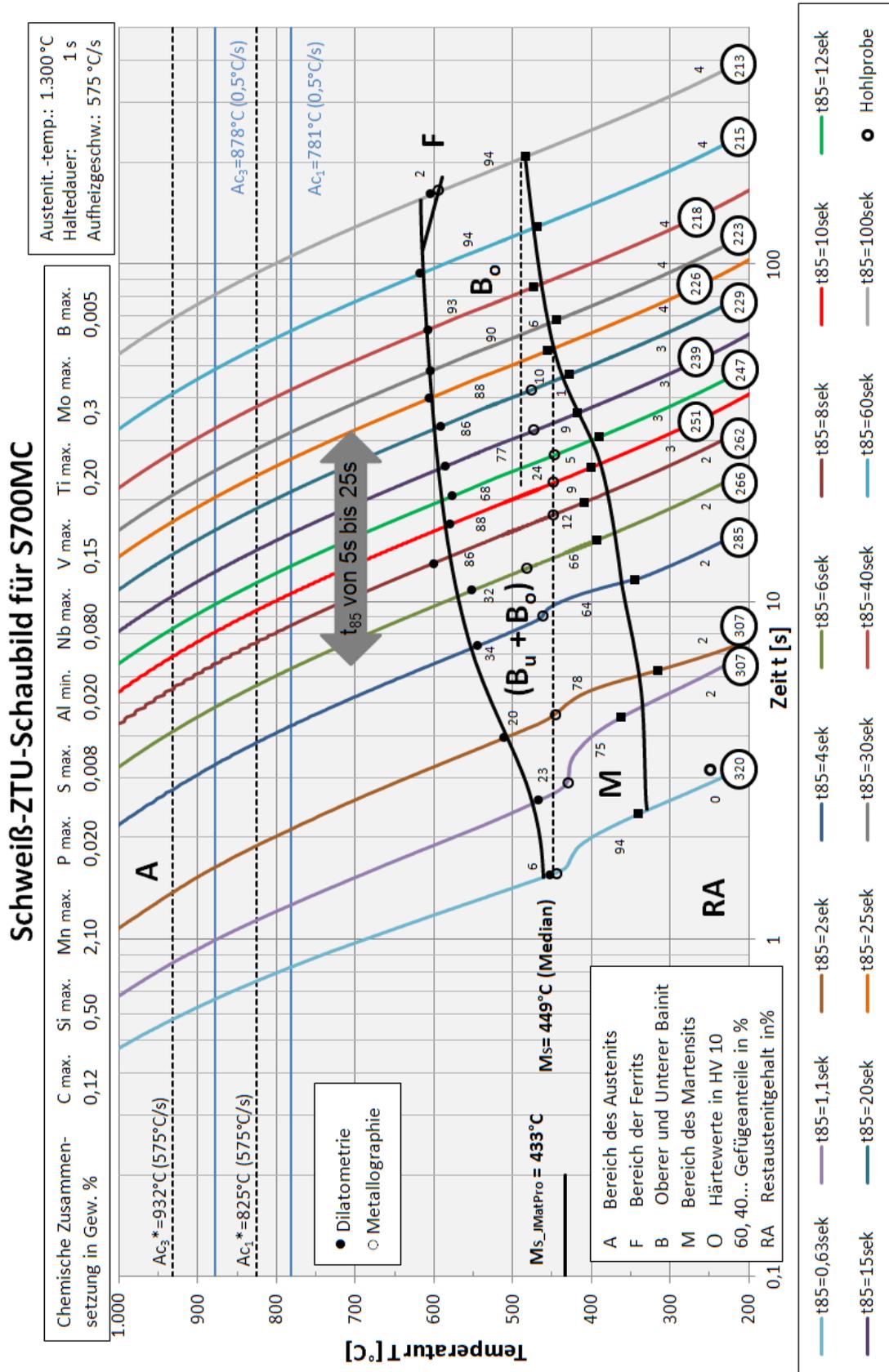


Abb. 10-2: S- ZTU für 1300°C Spitzentemperatur

## 11. Diskussion

### 11.1. Härte

Der Vergleich der hier ermittelten Härtewerte mit vergleichbaren Härtelinien der Schweißnaht ist in den nächsten Bildern zu sehen. Der Bereich der weichen Zone liegt in etwa um  $A_{c3}$ , also knapp unter  $1000^{\circ}\text{C}$ . Tabelle 11-1 zeigt die Zuordnung der jeweiligen Bilder mit den Härtewerten des ZTU von  $1000^{\circ}\text{C}$ . Tendenziell sind HV5- Werte etwas größer als HV10- Werte.

	Schweißnaht		Dilatometerproben $1000^{\circ}\text{C}$	
	$t_{8,5}[\text{s}]$	HV5 gemittelt	$t_{8,5}[\text{s}]$	HV10
C1H_V	5,5s	236	6s	232
B1H_V	8,5s	234	8s	229
A1H_V	18s	229	20s	212

Tabelle 11-1: Härtevergleich

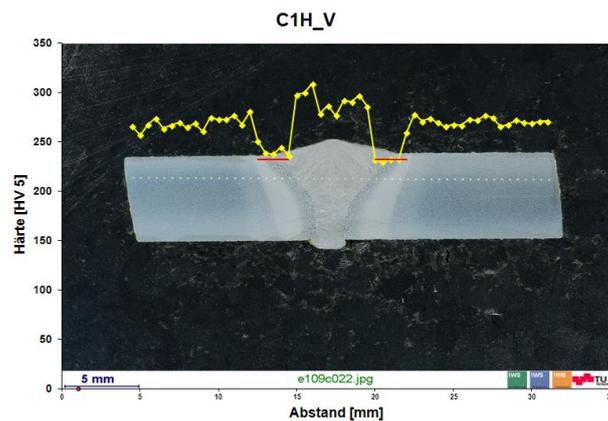


Abb. 11-1: Härteprofil für  $t_{8,5} = 5,5\text{s}$  [2]

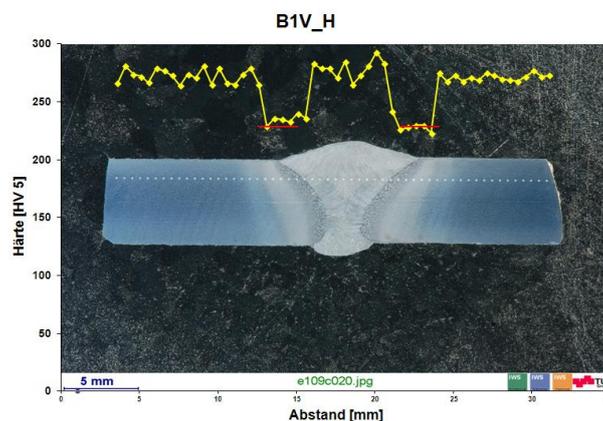


Abb. 11-2: Härteprofil für  $t_{8,5} = 8,5\text{s}$  [2]

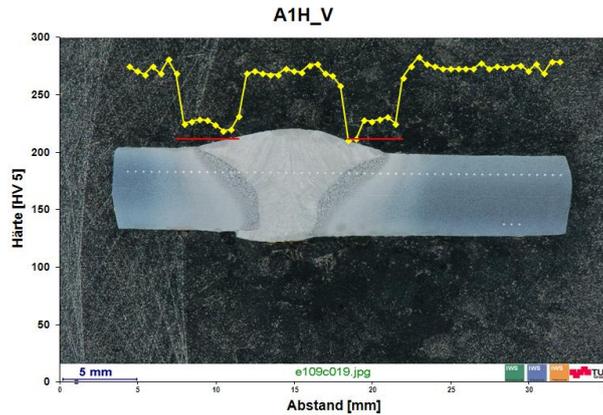


Abb. 11-3: Härtelinie für  $t_{8,5} = 18s$  [2]

## 11.2. Gefüge - Vergleich von LePera und Nital

Es ist zu erkennen, dass die höhere Spitztemperatur die kontinuierliche Umwandlung zu längeren Reaktionszeiten (tieferen Temperaturen) verschiebt, was die Wahrscheinlichkeit zur Martensitbildung erhöht. Die Ausscheidungen gehen bei  $1300^{\circ}\text{C}$  in Lösung, die Austenitkörner sind daher kohlenstoffreicher als bei einer Spitztemperatur von  $1000^{\circ}\text{C}$ , dadurch sind Martensitstart- und Martensitendtemperatur tiefer. Bei  $1300^{\circ}\text{C}$  und sehr langsamer Abkühlung kommt es aufgrund weniger Kristallisationskeime zu Ferritbildung in Spuren, diese erscheint bei LePera gering, die überschlagsmäßige Quantifizierung des Gefüges durch Nital zeigt einen größeren Ferritanteil.

Mit der Nital-Ätzung bei  $1300^{\circ}\text{C}$  sind die Gefüge-Komponenten prinzipiell gut erkennbar, jedoch ist z. B. ein vorhandener Restaustenit nicht klar zu identifizieren. Dies gilt ebenso für LePera, es bestehen Unsicherheiten in der Unterscheidung zwischen Restaustenit und kohlenstoffreichem Martensit.

Bei  $1000^{\circ}\text{C}$  ist weder das Ergebnis von LePera noch von Nital eindeutig, es bestehen neben dem nicht erkennbaren Restaustenit Schwierigkeiten in der Unterscheidung von Ferrit und Bainit. Die abfallenden Härtewerte im Vergleich zum Grundwerkstoff lassen eindeutig auf das Vorhandensein von Ferrit schließen. Bei  $1000^{\circ}\text{C}$  gibt es sehr viele Kristallisationskeime, die feinen Körner sind relativ kohlenstoffarm, da der Kohlenstoff in Form von Karbiden gebunden ist. Die Ferritbildung ist stark begünstigt, da der Kohlenstoff nicht aus der Matrix verdrängt werden muss. Dies führt im Vergleich zu  $1300^{\circ}\text{C}$  zu einer stärkeren Erweichung in der WEZ, die sogenannte weiche Zone.

Da es sich bei der Gefügebestimmung dieser Arbeit teilweise um sehr kleine Gefügeausschnitte handelt (vergl. 9.3.2), ist die Verwendung von ein oder zwei zusätzlichen Gefügebildern empfehlenswert, um ein repräsentativeres, statistisch besser abgesichertes Ergebnis zu erhalten.

## 12. Zusammenfassung

### 12.1. Durchführung der Dilatometerversuche

Es wurden pro SZTU-Diagramm 15 Dilatometerversuche durchgeführt, wobei nur die Probe mit der kürzesten  $t_{8,5}$ -Zeit eine Hohlprobe war. Diese 15 Versuche wurden zwei Mal wiederholt, sodass pro Spitzentemperatur 45 Dilatometerversuche durchgeführt worden sind.

Während der Optimierung des Temperaturzyklus (Parameter Heizung und Kühlung) wurde eine Testprobe verwendet und erst im Anschluss der jeweils gültige Versuch durchgeführt.

### 12.2. Auswertung der Dilatometerversuche

Im Vergleich mit den Wiederholversuchen zeigten sich je nach  $t_{8,5}$ -Zeit teilweise größere Streuungen der Umwandlungstemperaturen. Die Auswertung der Dilatometerkurven erfolgte mittels Tangentenmethode, grundsätzlich in Excel, jedoch auch teilweise manuell auf Papier. Vereinzelt sind die Kurven mit einem Rauschen überlagert, welches auf ein Schwingen des Regelkreises durch gleichzeitiges Verwenden von Heizung und Kühlung zurückzuführen sind.

Die Umwandlungsstart- und die Umwandlungsendpunkte wurden mit der Tangentenmethode bestimmt. Da in sämtliche Dilatometerkurven neben Bainit-Start- und Martensit-finish Temperaturen kein definierter „Martensit-Start-Knick“ auftrat und im Gefüge Martensit festgestellt wurde, musste  $M_S$  näherungsweise mit dem Strahlensatz bestimmt werden. Bei 1000°C wurde im Zuge dieser Methode eine mit längeren  $t_{8,5}$ -Zeiten ansteigende Martensit-Starttemperatur festgestellt. Dieser Anstieg fiel bei 1300°C wesentlich geringer aus. Dieser Anstieg wurden in beiden SZTU-Diagrammen nicht berücksichtigt.  $M_S$  wurde somit konstant als Mittelwert der Teilwerte eingezeichnet.

### 12.3. SZTU- Härtemessungen

Je  $t_{8,5}$ -Zeit wurden mindestens drei Makrohärtemessungen (HV 10) durchgeführt und die Werte gemittelt.

Die Härtewerte des 1300°C-SZTU liegen bei kurzen  $t_{8,5}$ -Zeiten (bis 4s) über jenem des Grundwerkstoffs (270 HV 10). Ab einer  $t_{8,5}$ -Zeit von 8s sinkt die Härte degressiv bis auf ca. 210 HV 10 ab.

Die Härtewerte beim 1000°C-SZTU liegen immer unter der Härte des Grundwerkstoffs (270 HV 10). Sie besitzen einen progressiven Härteabfall.

### 12.4. Metallografie und Mikrohärtmessung

Zur Bestimmung der Phasenteile wurden Ätzversuche mit Nital und LePera durchgeführt, wobei sich die LePera-Ätzung als anspruchsvoll in der Durchführung erwies und schlussendlich von einem Spezialisten der voestalpine Stahl GmbH durchgeführt wurde.

Die quantitative Bestimmung der Phasenkomponenten erfolgte metallographisch sowohl mit der Punktmethode in Anlehnung an ASTM E562-11 als auch überschlägig in Form einer groben Abschätzung. Ebenso wurde ein magnetisches Messverfahren zur Bestimmung des Restaustenitgehalts der voestalpine Stahl GmbH verwendet.

Beide Ätzungen wurden mit Mikrohärtmessungen (HV 0,001) kombiniert, diese wurden in den einzelnen Körnern bzw. Phasen bei repräsentativen Proben durchgeführt. Dadurch konnten die Phasen Bainit und Ferrit identifiziert und überschlägig abgeschätzt werden. Zwischen oberem Bainit ( $B_o$ ) und unterem Bainit ( $B_u$ ) konnte jedoch nicht eindeutig unterschieden werden, die Härteniveaus lassen jedoch ein Vorkommen beider Bainitstufen vermuten.

#### 12.4.1. Grundwerkstoff

Der Grundwerkstoff wurde im Längsschliff mit Nital geätzt, bei der anschließenden Mikrohärtmessung (HV 0,001) zeigte sich Ferrit mit ca. 220 HV 0,001 und Bainit, dessen Härtewert von ca. 300 HV 0,001 auf unteren Bainit schließen lässt.

#### 12.4.2. Spitztemperatur 1300°C

Bei der Auswertung der Proben nach LePera mit Spitztemperatur 1300° wurde bis zur  $t_{8,5}$ -Zeit von 6s überwiegend Martensit gefunden. Bei längeren  $t_{8,5}$ -Zeiten überwiegt Bainit. Erst bei der langsamsten  $t_{8,5}$ -Zeit von 100s zeigte sich ansatzweise Ferrit. Beim Vergleich mit Nital zeigten sich ähnliche Ergebnisse, die quantitative Auswertung erfolgte hier überschlägig.

Der Restaustenitgehalt betrug bei raschen Abkühlungen weniger als 1%, bei größeren  $t_{8,5}$ -Zeiten stieg dieser auf ca. 4% an.

Die Mikrohärt ergab für Martensit eine Härte von 440 HV 0,001, der untere Bainit lag bei ca. 320 HV 0,001 und der obere Bainit bei ca. 220 HV 0,001. Für die Mikrohärtmessung konnte kein Ferrit gefunden werden. Der Restaustenit (kann eventuell auch Martensit sein) liegt im Bereich von 330 HV 0,001

#### 12.4.3. Spitztemperatur 1000°C

Bei 1000°C Spitztemperatur ist mit LePera nur der Martensit erkennbar, die übrigen Phasen (Bainit und Ferrit) konnten metallographisch nicht eindeutig voneinander unterschieden werden. Die Nital-Ätzungen zeigten zwar Ferrit, ließen jedoch bei Martensit/Bainit einen Interpretationsspielraum zu.

Bei der geringsten  $t_{8,5}$ -Zeit von 0,85s (Hohlprobe) wurde etwa 20% Martensit erreicht, dieser Wert verringerte sich auf ca. 2% bei der  $t_{8,5}$ -Zeit von 6s. Das Restgefüge besteht aus Ferrit und Bainit. Der Restaustenitgehalt liegt bei rascher Abkühlung im Bereich von 3% und verringert sich auf 1% bei langsamer Abkühlung. Die quantitative Gefügezusammensetzung wurde überschlägig ermittelt.

Die Mikrohärt liegt für Ferrit bei ca. 180 HV 0,001 und der untere Bainit besitzt etwa 280 HV 0,001. Martensit bzw. Restaustenit konnten nicht eindeutig unterschieden werden, die Härte dafür liegt bei ca. 400 HV 0,001.

## 13. Ausblick

Als generelle Schwierigkeit bei der Erstellung der beiden SZTU-Diagramme hat sich die Unterscheidung zwischen oberem und unterem Bainit herausgestellt. Im speziellen Fall des 1000°C SZTU-Diagramms kommt noch die Unterscheidungsproblematik zwischen Ferrit und Bainit hinzu.

Das Härte- bzw. Festigkeitsniveau liegt bei Martensit und Ferrit relativ konstant, zwischen oberem und unterem Bainit gibt es größere Streuungen.

Daher besteht Bedarf, die Ätzmethode weiter zu optimieren bzw. andere Ätzmittel zu testen.

Ein Ätzversuch mit Vilella an zwei Proben mit  $t_{8,5} = 100s$  bei 1300°C (Abb. 13-1) bzw. 1000°C (Abb. 13-2) zeigt einen Unterschied zu Nital. Dies könnte eine Möglichkeit sein um besser zwischen Ferrit und Bainit bzw. Karbiden zu unterscheiden. Um eine sichere Aussage zu treffen ist eine Ätzung jedoch zu wenig.

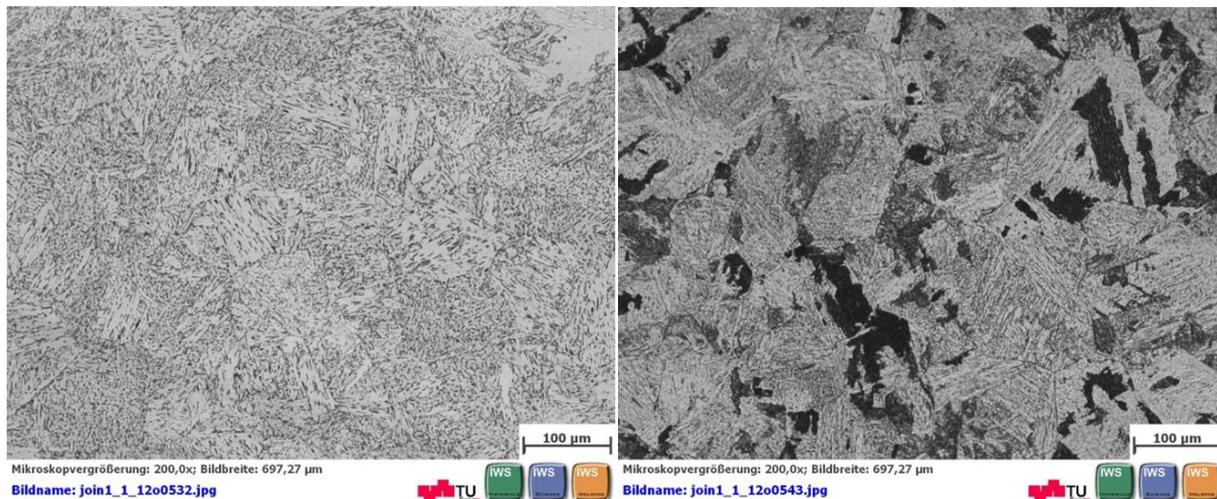


Abb. 13-1: Probe mit  $t_{8,5} = 100s$  bei 1300°C geätzt mit Nital (links) bzw. Vilella (rechts)

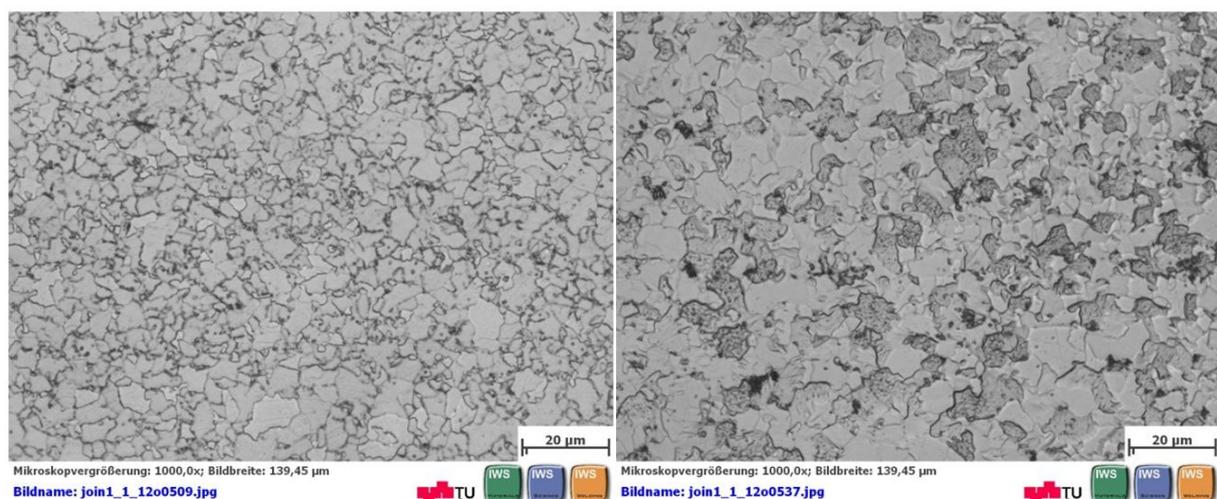


Abb. 13-2: Probe mit  $t_{8,5} = 100s$  bei 1000°C geätzt mit Nital (links) bzw. Vilella (rechts)

Auch die mit dem TEM durchgeführten Probeuntersuchungen zur Gefügeidentifikation brachten keine Verbesserung des Ergebnisses.

Zur Identifizierung der Phasen kann die EBSD Methode noch Verbesserungen bringen, wobei hierzu eine große Erfahrung im Umgang mit Stählen unabdingbar ist.

Die SZTU-Schaubilder werden von M. Rahman zur numerischen Simulation der Gefügeentwicklung verwendet. Weiters ist eine Veröffentlichung dieser Arbeit in der Fachzeitschrift Schweiß- & Prüftechnik geplant.

## 14. Abbildungsverzeichnis

Abb. 0-1: Härtefeld einer typischen Schweißnaht [2].....	III
Abb. 2-1: Überblick Warmbandstahlsorten [7].....	2
Abb. 2-2: Warmbandfertigung [8] .....	3
Abb. 2-3: Schematische Abkühlungs- und Erwärmungskurve des reinen Eisens [13].....	5
Abb. 2-4: Perlit-Wachstum [14].....	6
Abb. 2-5: Theoretischer Zusammenhang zwischen dem Kohlenstoffgehalt der reinen Eisen-Kohlenstofflegierung im Gleichgewicht und dem Perlitanteil im Gefüge [13].....	6
Abb. 2-6: Isotherme Umwandlung einer dünnen austenitisierten Probe. Mit sinkender Haltetemperatur nimmt die Größe der ausgeschiedenen Karbide ab und geht im Martensit gegen Null. [8].....	7
Abb. 2-7: Umwandlungstemperaturen der jeweils überwiegenden Bainit-Formen in Abhängigkeit vom Kohlenstoffgehalt. [15] .....	8
Abb. 2-8: schematische Darstellung des Übergangs von oberem zum unterem Bainit, nach Takahashi und Bhadeshia [14] .....	8
Abb. 2-10: Abhängigkeit der oberen und unteren kritischen Abkühlgeschwindigkeit vom Kohlenstoffgehalt in reinen Fe-C- Legierungen, nach Houdremont [12].....	9
Abb. 2-11: Einfluss des C- Gehalts auf die M-Temperaturen bei reinen C- Stählen und auf die Ausbildungsformen des Martensits, nach Eckstein [12].....	10
Abb. 2-12: Entstehung des Martensitgitters aus dem kfz Gitter nach Bain [12].....	10
Abb. 2-13: Verformungsvorgänge bei der Martensitbildung, nach Bilby und Christian [12].	11
Abb. 3-1: isothermes ZTU-Schaubild [18] .....	13
Abb. 3-2: kontinuierliches ZTU- Schaubild [18].....	13
Abb. 3-3: Austenitisierungsbedingungen beim Schweißen und bei üblicher Wärmebehandlung [18].....	14
Abb. 3-4: Temperaturzyklen einer Realschweißung an S700MC- Blechen mit dem MAG Prozess. [19].....	14
Abb. 4-1: Abschreck- bzw. Umformdilatometer BÄHR Dil805A/D .....	16
Abb. 4-2: Induktionsspule mit elektromagnetischen Feldern, OD = outside diameter (Außendurchmesser), ID = inner diameter (Innendurchmesser) [20].....	17
Abb. 4-3: Probenabmessungen und Probenlage.....	18
Abb. 4-4: Arbeits- und Versuchsablauf.....	18
Abb. 4-5: Dilatometerproben, eine davon bereits angeschliffen.....	19
Abb. 4-6: vorbereitete Dilatometerprobe .....	19
Abb. 4-7: Versuchskammer des Dilatometers.....	20
Abb. 4-8: Probe unmittelbar nach dem Dilatometerversuch, mit Helium abgeschreckt.....	20
Abb. 5-1: Bestimmung von $A_{c1}$ und $A_{c3}$ für die Spitztemperatur $1300^{\circ}\text{C}$ mit einer Aufheizgeschwindigkeit von $0,5^{\circ}\text{C/s}$ .....	22

Abb. 5-2: Bestimmung der Umwandlungstemperaturen.....	23
Abb. 5-3: Vergleich von Hohl- und Vollprobe .....	24
Abb. 5-4: Mikrohärtemessungen Hohlprobe.....	25
Abb. 5-5: Mikrohärtemessungen Vollprobe.....	25
Abb. 5-6: Mikrohärteeindruck einer Nital- geätzten Probe (1300°C, $t_{8,5} = 4s$ ) .....	26
Abb. 6-1: Methoden zum Einfassen metallographischer Proben [23] .....	27
Abb. 6-2: CitroPress10 von Fa. Struers      Abb. 6-3: Probe fertig eingebettet .....	27
Abb. 6-4: Methoden zum Kennzeichnen von metallischen Proben [23] .....	28
Abb. 6-5: Methoden zum metallographischen Schleifen und Polieren [23] .....	28
Abb. 6-6: TegraPol 31/ TegraForce-5 von Struers [24] .....	29
Abb. 6-7: Methoden zum Reinigen metallographischer Proben [23] .....	30
Abb. 6-8: Methoden zum metallographischen Ätzen [23].....	30
Abb. 8-1: Modell der selektiven Phasenätzung an Mehrphasenstählen [27] .....	34
Abb. 8-2: Modell der anodischen und kathodischen Niederschlagsätzung für Mehrphasenstähle [27] .....	34
Abb. 9-1: Lage der Aufnahme.....	37
Abb. 9-2: Lichtmikroskop der Fa. Zeiss .....	37
Abb. 9-3: 1300°C, $t_{8,5} = 6s$ , mit LePera geätzt [6].....	38
Abb. 9-4: Probe 1300°C, $t_{8,5} = 15s$ , mit LePera geätzt [6] .....	39
Abb. 9-5: Probe 1300°C, $t_{8,5} = 100s$ , mit LePera geätzt [6] .....	40
Abb. 9-6: Vergleich der Gefügeabschätzung zweier Ätzmethoden .....	41
Abb. 9-7: Ausschnitt des Messgitters mit 5mm Maschenweite .....	42
Abb. 9-8: S700MC, 1300°C, $t_{8,5} = 1,1s$ (Vollprobe), geätzt mit LePera [6] .....	42
Abb. 9-9: Messraster mit Punktmarkierungen .....	43
Abb. 9-10: Markierte Rasterfolie .....	43
Abb. 9-11: Summe von Martensit und Restaustenit .....	44
Abb. 9-12: Ergebnisse von TEM-Analyse und MatCalc-Simulation [16].....	45
Abb. 9-13: TiNbC bei 1300°C(links) und bei 1100°C(rechts) [16].....	45
Abb. 9-14: Prinzip der RA- Messung [32].....	46
Abb. 9-15: Ergebnis der Restaustenitmessung, kreisförmig markierte Werte wurden extrapoliert. ....	46
Abb. 9-16: Bestimmung der Martensit-Starttemperatur .....	47
Abb. 9-17: Martensit- Starttemperaturen .....	48
Abb. 9-18: Grundwerkstoff Längsschliff, mit LePera geätzt [6] .....	49
Abb. 9-19: Grundwerkstoff Längsschliff, mit Nital 2% geätzt [36] .....	49
Abb. 9-20: Lage der Härteeindrücke bei Voll- und Hohlprobe .....	50

Abb. 9-21: Vergleich der SZTU- Härtewerte.....	51
Abb. 9-22: Mikrohärtedrucke bei LePera- geätzter Dilatometerprobe 1300°C und $t_{8,5}$ -Zeit = 10s (M mit 429 HV 0,001 bzw. B <sub>u</sub> mit 370 HV 0,001) .....	52
Abb. 9-23: Mikrohärtedrucke bei bei LePera- geätzter Dilatometerprobe 1300°C mit $t_{8,5}$ -Zeit = 10s (B <sub>o</sub> mit 192 HV 0,001 bzw. RA/M mit 342 HV 0,001).....	52
Abb. 9-24: Mikrohärtedrucke bei LePera- geätzter Dilatometerprobe 1000°C und $t_{8,5}$ - Zeit = 1,4s (F mit 186 HV 0,001 bzw. M/B <sub>u</sub> mit 283 HV 0,001).....	53
Abb. 9-25: Mikrohärtedrucke bei bei LePera- geätzter Dilatometerprobe 1000°C und $t_{8,5}$ -Zeit = 100s (F mit 134 HV 0,001 bzw. M/RA mit 399 HV 0,001).....	54
Abb. 10-1: S- ZTU für 1000°C Spitzentemperatur .....	56
Abb. 10-2: S- ZTU für 1300°C Spitzentemperatur .....	57
Abb. 11-1: Härtelinie für $t_{8,5} = 5,5s$ [2] .....	58
Abb. 11-2: Härtelinie für $t_{8,5} = 8,5s$ [2] .....	58
Abb. 11-3: Härtelinie für $t_{8,5} = 18s$ [2] .....	59
Abb. 13-1: Probe mit $t_{8,5} = 100s$ bei 1300°C geätzt mit Nital (links) bzw. Vilella (rechts) ....	62
Abb. 13-2: Probe mit $t_{8,5} = 100s$ bei 1000°C geätzt mit Nital (links) bzw. Vilella (rechts) ....	62

## 15. Tabellenverzeichnis

Tabelle 2-1: Zusammensetzung S700MC in Gewichts% [6].....	3
Tabelle 2-2: Kohlenstoffäquivalente S700MC [6].....	3
Tabelle 5-1: Ergebnisse von Ac1 und Ac3 für unterschiedliche Spitzentemperaturen und Aufheizraten .....	22
Tabelle 5-2: Mikrohärtevergleich von Voll- und Hohlprobe, 1300°C, $t_{8,5} = 1,1s$ .....	26
Tabelle 6-1: Arbeitsschritte beim Schleifen/ Polieren .....	29
Tabelle 9-1: Auswertergebnisse der Martensitstarttemperatur.....	48
Tabelle 9-2: Mikrohärtmessungen Grundwerkstoff .....	50
Tabelle 9-3: Mikrohärtmessungen bei 1300°C Spitzentemperatur .....	52
Tabelle 9-4: Mikrohärtmessungen bei 1000°C Spitzentemperatur .....	53
Tabelle 11-1: Härtevergleich.....	58

## 16. Literaturverzeichnis

- [1] JOIN4PLUS: Projekt 1.1- Weiche Zone beim Schweißen hochfester Stähle [http://portal.tugraz.at/portal/page/portal/TU\\_Graz/Einrichtungen/Institute/Homepages/i3030/join4plus/projekte/area\\_1/projekt\\_1\\_1](http://portal.tugraz.at/portal/page/portal/TU_Graz/Einrichtungen/Institute/Homepages/i3030/join4plus/projekte/area_1/projekt_1_1); 03.03.2011
- [2] HOCHHAUSER F., 2009: „Die Weiche Zone beim Schweißen hochfester Stähle“, Diplomarbeit IWS, TU Graz
- [3] MAURER W., 2010: „Vergleich der weichen Zone zwischen realer Schweißung und physikalischer Gleeble – Simulation eines thermomechanisch gewalzten mikrolegierten Stahles“, Diplomarbeit IWS, TU Graz
- [4] HOCHHAUSER F., ERNST W., RAUCH R., VALLANT R., ENZINGER N., 2010: „Influence of the soft zone on the strength of welded modern HSLA steels“, IIW-2182 (IX-2342-10) Welding in the world Issue 05/06 2012
- [5] MAURER W., ERNST, W., RAUCH, R., KAPL, S., POHL, A., KRÜSSEL, T., VALLANT, R., ENZINGER, N.: „ 2010: „Electron beam welding of a TMCP steel with 700 MPa yield strength“, IIW-2298 (IX-2368-11) publication is planned in Welding in the world Issue Sept./Oct. 2012
- [6] ERNST W., 2011, Korrespondenz, voestalpine Stahl GmbH, Linz
- [7] KLEIN M., 2011, Korrespondenz, voestalpine Stahl GmbH, Linz
- [8] BERNS H., 1991: „Stahlkunde für Ingenieure- Gefüge, Eigenschaften, Anwendungen“, 1. Auflage; Springer -Verlag Berlin
- [9] TECHNICAL REPORT, IIW Doc IX-535-67 (1967), International Institute of Welding
- [10] SEW 088, 1993: „Schweißgeeignete Feinkornbaustähle- Richtlinien für die Verarbeitung, besonders für das Schmelzschweißen“, 4. Ausgabe
- [11] EN 1011-2:2001, „C.3 Methode B zur Vermeidung von Wasserstoffrisen in unlegierten Stählen, Feinkornbaustählen und niedriglegierten Stählen“
- [12] SCHULZE G., 2003: „Die Metallurgie des Schweißens“, 3. Auflage, Springer-Verlag Berlin
- [13] SCHUMANN H., Oettel H, 2005: „Metallografie“, 14. Auflage, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim
- [14] BHADOSHIA H.K.D.H, “Bainite in Steels- Transformation, Microstructure and Properties”, 2nd Edition, published by IOM Communications Ltd, printed by The University Press, Cambridge
- [15] SPANOS G., FANG H.S., SARMA D.S., AARONSON H.I., 1990: “Influence of Carbon Concentration and Reaction Temperature upon Bainite Morphology in Fe-C-2 Pct Mn Alloys”, METALLURGICAL TRANSACTIONS A, VOLUME 21A, JUNE 1990
- [16] SEYFFARTH P., 1982: „Schweiß-ZTU-Schaubilder“, DVS Deutscher Verlag für Schweißtechnik, Düsseldorf, Band 75
- [17] RAHMAN M., 2012, Korrespondenz, IWS, TU Graz
- [18] LAUX W., 1977: „ZTA- und ZTU-Schaubilder für die Wärmebehandlung“, 1. Auflage, VEB Verlag Technik, Berlin

- [19] MAURER W., 2010, Projektbesprechung 23.11.2010, Präsentation-Doc-Nr.: J1\_10\_1025-v1, voestalpine Stahl GmbH, Linz
- [20] Heat Treating, Vol. 4, Metals Handbook, 9th ed., American Society for Metals, 1981 (S.403 ff)
- [21] BÄHR H., 2011, Korrespondenz , Bähr-Thermoanalyse GmbH
- [22] MOHAPATRA G., SOMMER F., MITTEMEIJER E.J.: 2006: „A temperature correction procedure for temperature inhomogeneity in dilatometer specimens“, Max Planck Institute for Metals Research, Thermochemica Acta 453 (2007) p.57–66
- [23] PETZOW G., 1994: “Metallographisches, keramographisches und plastographisches Ätzen“, 6. überarbeitete Auflage, Gebrüder Borntraeger Berlin/Stuttgart
- [24] KERSCHBAUMER K., 2010: “Mikrostruktur und mechanische Eigenschaften von artfremd geschweißten Kehlnähten an hochfestem TM- Stahl, Diplomarbeit IWS, TU Graz
- [25] BRAMFITT B.L., BENSCOTER A.O., 2002: “Metallographer’s Guide - Practices and Procedures for Irons and Steels“, Homer Research Laboratories, Bethlehem Steel Corporation / Department of Materials Science and Engineering, Lehigh University; ASM International
- [26] LEPERA F., 1980: “Improved etching technique to emphasize Martensite and Bainite in High-Strength Dual-Phase Steel”, Journal of metals, S.38f
- [27] ANGELI J., KNEISSL A., FÜREDER E., ”Ätztechniken für die Phasencharakterisierung von niedriglegierten, hochfesten Mehrphasenstählen“, Metallkundliche Analytik & Oberflächenanalytik, voestalpine Stahl GmbH, Linz bzw. Department Metallkunde u. Werkstoffprüfung, Montanuniversität Leoben
- [28] KICIN M, 2011: „Experimentelle Ermittlung thermisch-mechanischer Eigenschaften von verzinktem DP1000 Stahl als Input Dateien für die Simulation des Widerstandspunktschweißens“, Diplomarbeit IWS, TU Graz
- [29] SALTYSKOV, S. A., 1974: „Stereometrische Metallografie“ mit 205 Bildern und 63 Tabellen, 1. Auflage – Leipzig, VEB Deutscher Verl. f. Grundstoffindustrie, 397 S.
- [30] ASTM E562 – 11, 2011: “Standard Test Method for Determining Volume Fraction by Systematic Manual Point Count”
- [31] CERJAK H., LETOFSKY E., 1998: “Round Robin Test on HAZ microstructure-Summary of the results obtained at the TU Graz”, IIW Doc. No IX-1911-98
- [32] PRODUKTBLATT Restaustenit- Messgerät, 2011, Fa. vatron GmbH
- [33] WIRTHL, E., ANGERER R., HAUZENBERGER K., 2000: “Determination of the Volume Amount of Retained Austenite in Small Specimens by Magnetic Measurements”, Association of Iron and Steel Engineers
- [34] ENZINGER N., 2002: „Numerische und experimentelle Untersuchung verschiedener Einflüsse auf den Schweißbeigenspannungszustand“, Dissertation IWS, TU Graz,
- [35] GUMPL PH., 2011, IWS, TU Graz
- [36] PRODINGER D., 2011, IWS, TU Graz
- [37] JMATPRO, <http://www.sentsoftware.co.uk/jmatpro.aspx>; 5.3.2012

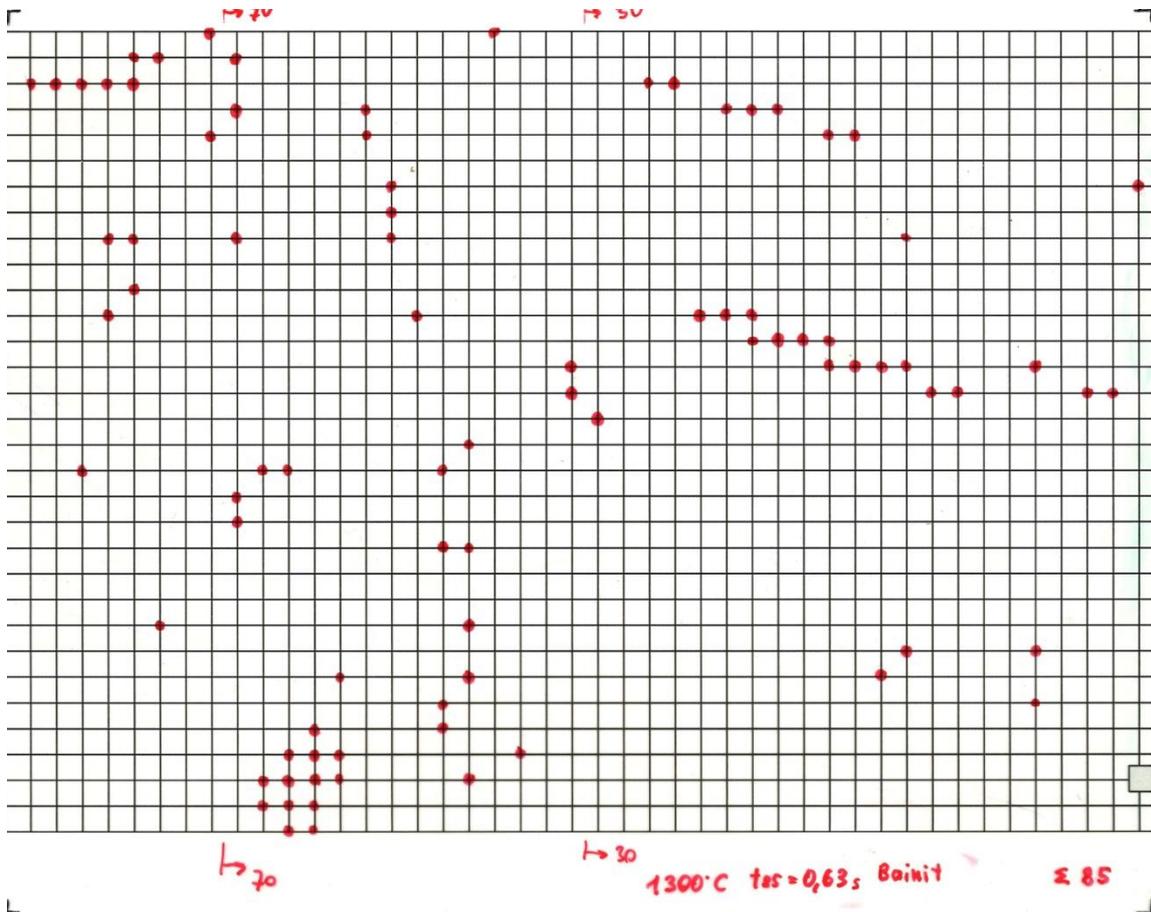
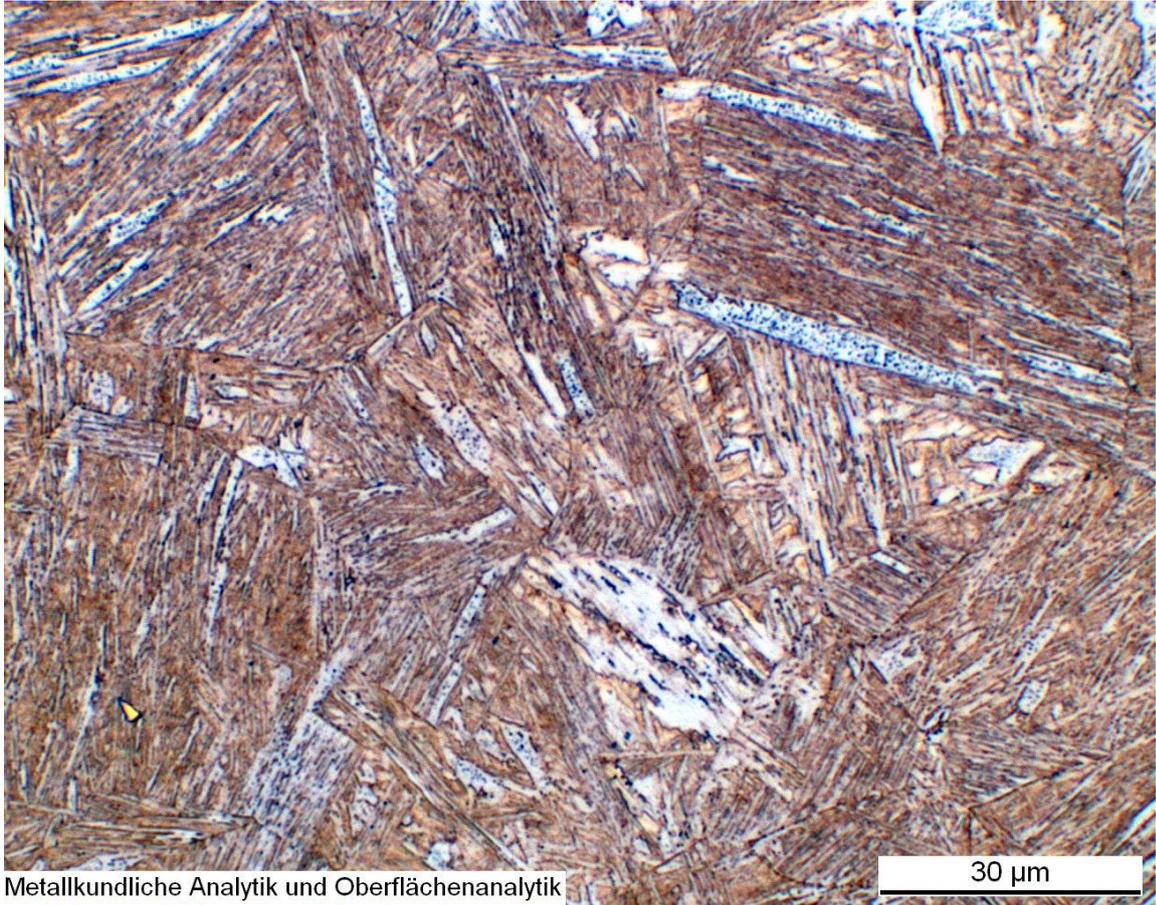
## 17. Anhang

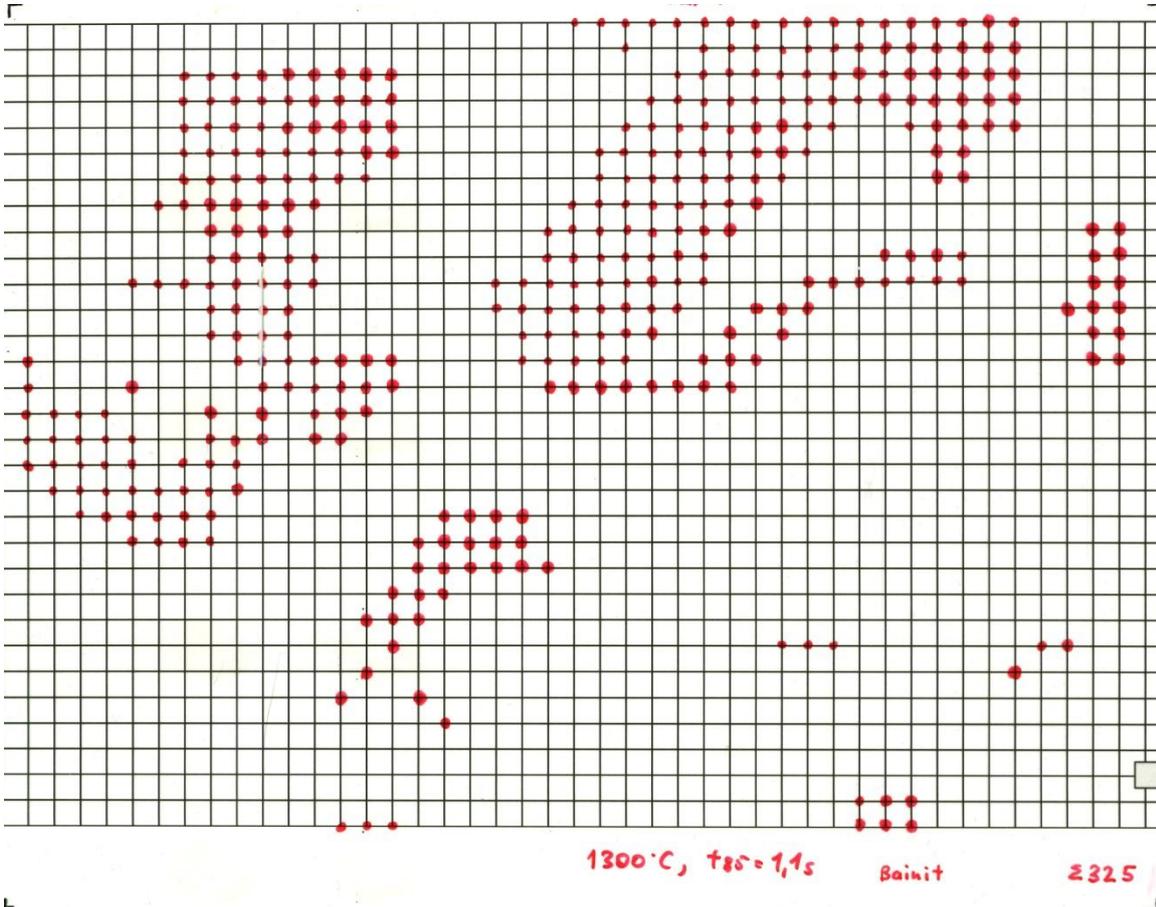
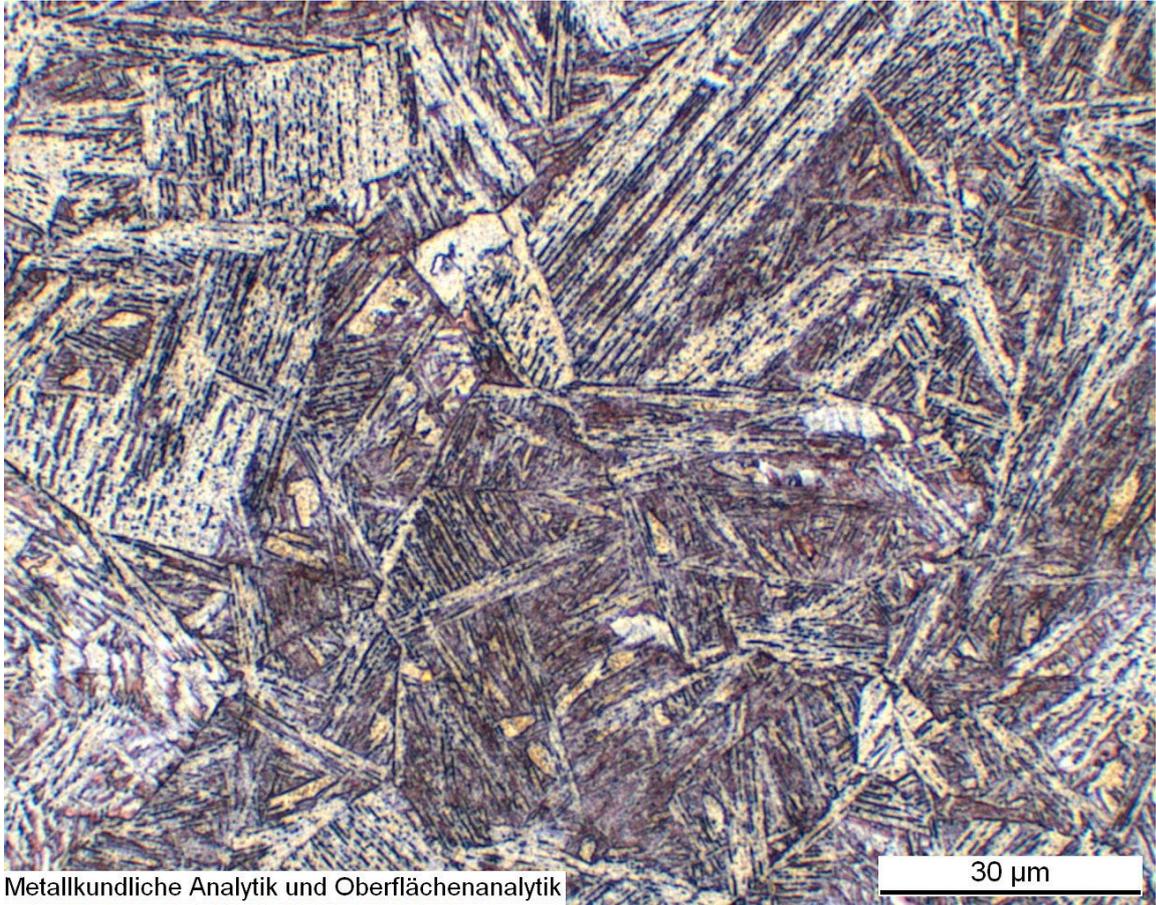
Die Bilder im Anhang sind in der Reihenfolge dieser Tabelle angeordnet.

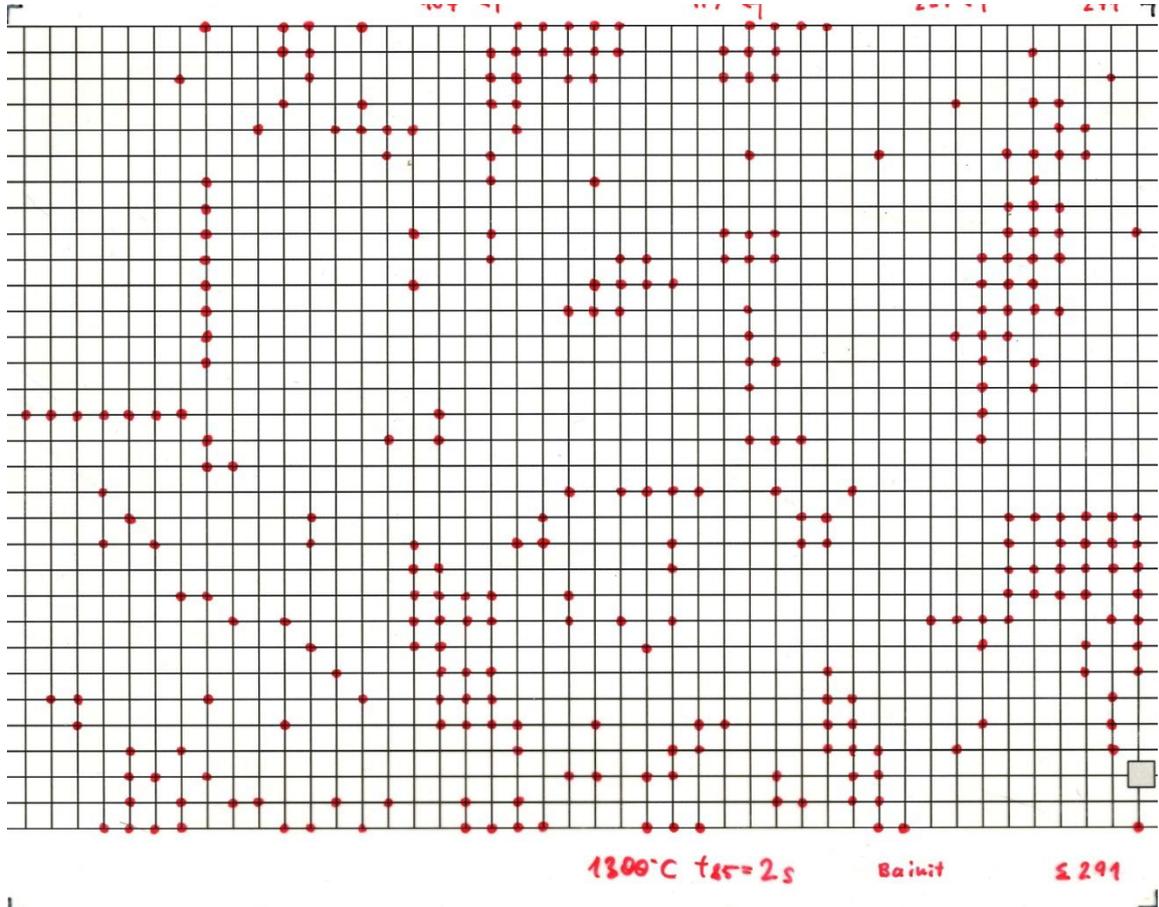
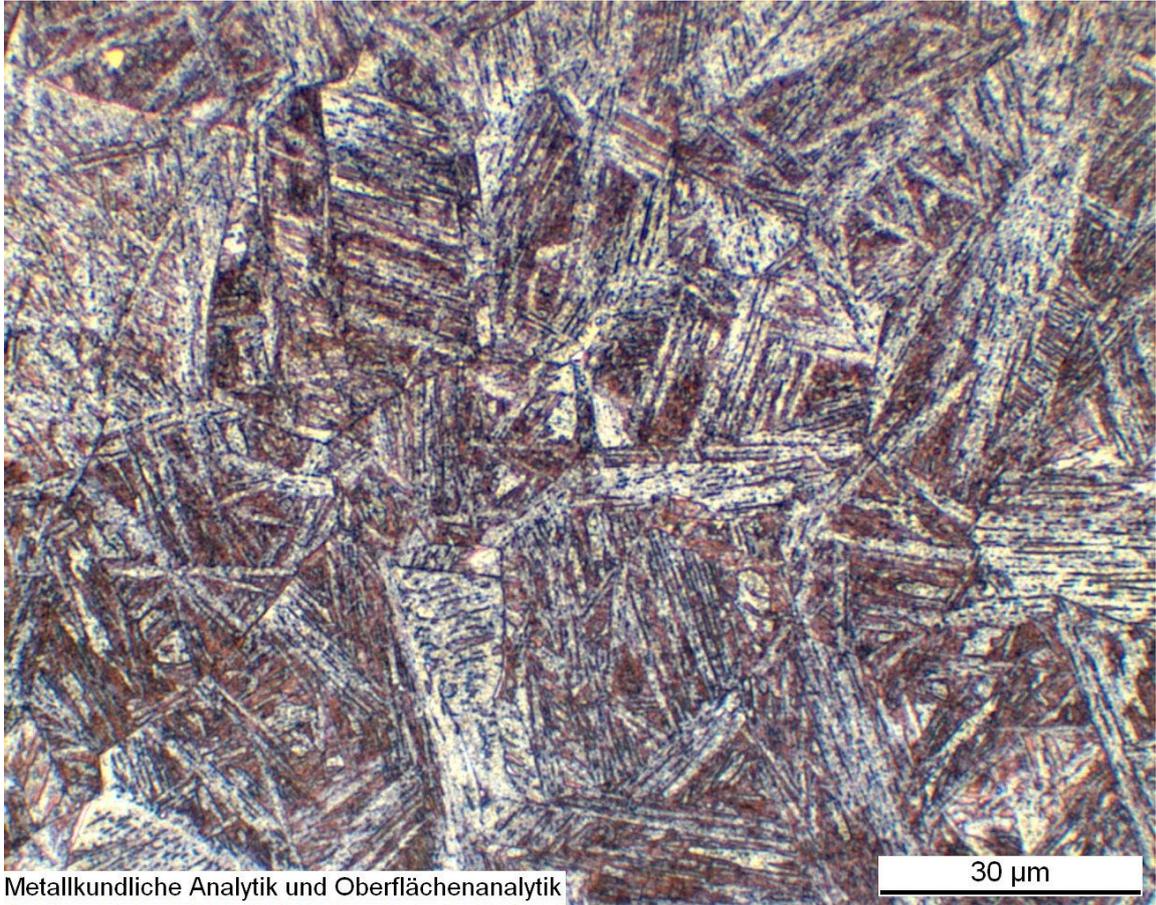
Zu erwähnen ist noch, dass bei einigen Gitterfolien die Summenkomponente von Martensit und Restaustenit der Einfachheit halber nur mit Mart. abgekürzt wurde.

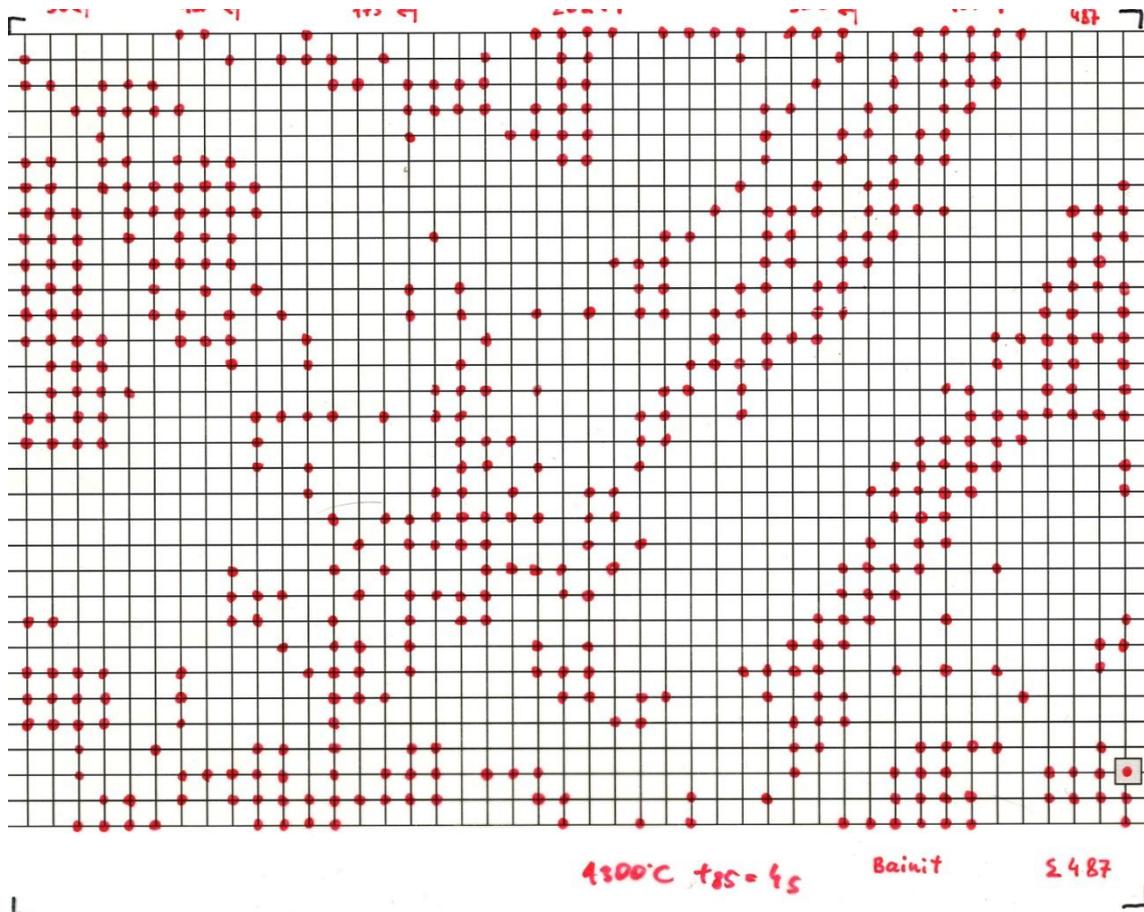
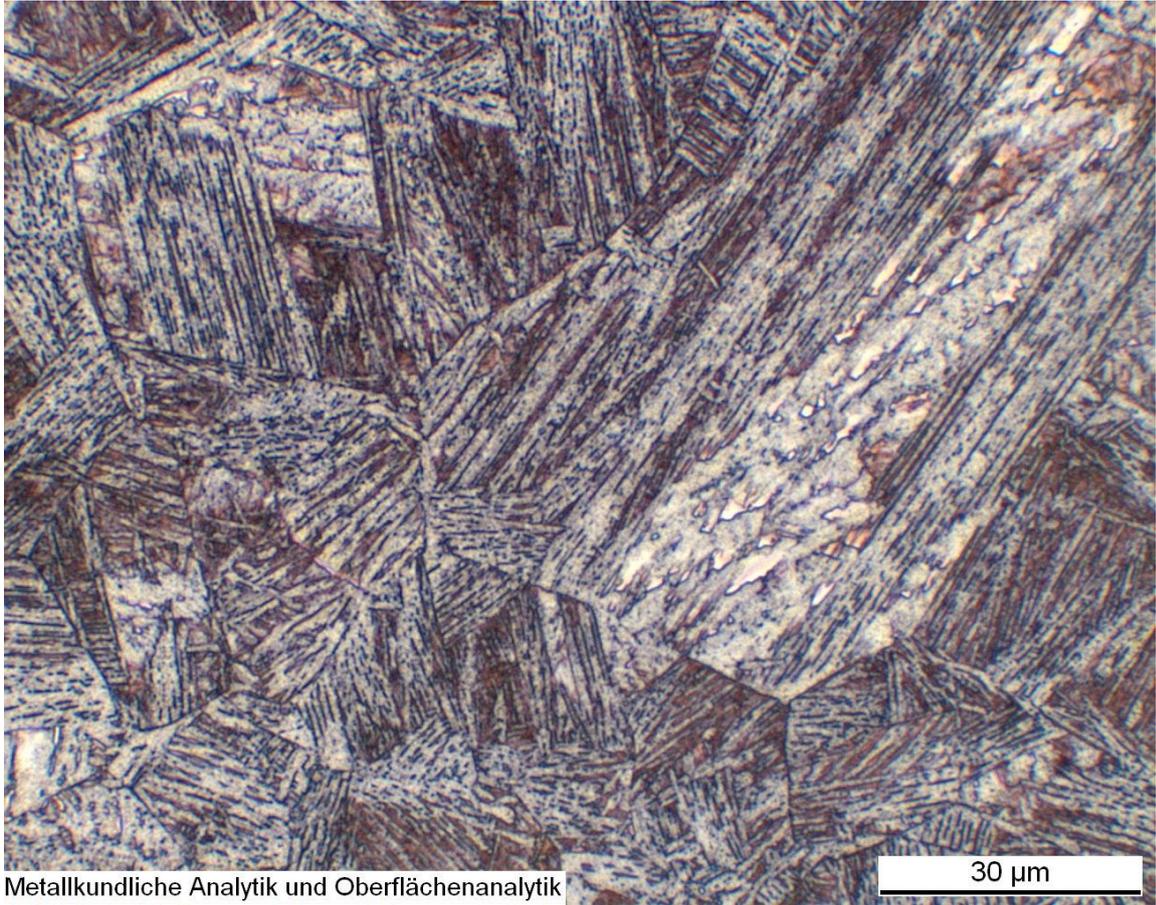
Bildname	Bearbeiter	Firma	Ätzung	Probenbezeichnung	Vergrößerung
2011_062736.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1300-0,63	1000x
1300°C, t <sub>8,5</sub> = 0,63s	Krysl M	IWS	-	1300-0,63	-
2011_047433.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1300-1,1	1000x
1300°C, t <sub>8,5</sub> = 1,1s	Krysl M	IWS	-	1300-1,1	-
2011_047434.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1300-2	1000x
1300°C, t <sub>8,5</sub> = 2s	Krysl M	IWS	-	1300-2	-
2011_047435.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1300-4	1000x
1300°C, t <sub>8,5</sub> = 4s	Krysl M	IWS	-	1300-4	-
2011_047436.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1300-6	1000x
1300°C, t <sub>8,5</sub> = 6s	Krysl M	IWS	-	1300-6	-
2011_047437.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1300-8	1000x
1300°C, t <sub>8,5</sub> = 8s	Krysl M	IWS	-	1300-8	-
2011_047438.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1300-10	1000x
1300°C, t <sub>8,5</sub> = 10s	Krysl M	IWS	-	1300-10	-
2011_047439.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1300-12	1000x
1300°C, t <sub>8,5</sub> = 12s	Krysl M	IWS	-	1300-12	-
2011_047440.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1300-15	1000x
1300°C, t <sub>8,5</sub> = 15s	Krysl M	IWS	-	1300-15	-
2011_047441.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1300-20	1000x
1300°C, t <sub>8,5</sub> = 20s	Krysl M	IWS	-	1300-20	-
2011_047442.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1300-25	1000x
1300°C, t <sub>8,5</sub> = 25s	Krysl M	IWS	-	1300-25	-
2011_047443.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1300-30	1000x
1300°C, t <sub>8,5</sub> = 30s	Krysl M	IWS	-	1300-30	-
2011_047444.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1300-40	1000x
1300°C, t <sub>8,5</sub> = 40s	Krysl M	IWS	-	1300-40	-
2011_047445.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1300-60	1000x
1300°C, t <sub>8,5</sub> = 60s	Krysl M	IWS	-	1300-60	-
2011_047446.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1300-100	1000x
1300°C, t <sub>8,5</sub> = 100s	Krysl M	IWS	-	1300-100	-
2011_062738.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1000-0,85	1000x
1000°C, t <sub>8,5</sub> = 0,85s	Krysl M	IWS	-	1000-0,85	-
2011_062737.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1000-1,4	1000x
1000°C, t <sub>8,5</sub> = 1,4s	Krysl M	IWS	-	1000-1,4	-
2011_047447.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1000-2	1000x
1000°C, t <sub>8,5</sub> = 2s	Krysl M	IWS	-	1000-2	-
2011_047448.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1000-4	1000x
1000°C, t <sub>8,5</sub> = 4s	Krysl M	IWS	-	1000-4	-
2011_047449.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1000-6	1000x
1000°C, t <sub>8,5</sub> = 6s	Krysl M	IWS	-	1000-6	-
2011_047450.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1000-8	1000x
1000°C, t <sub>8,5</sub> = 8s	Krysl M	IWS	-	1000-8	-

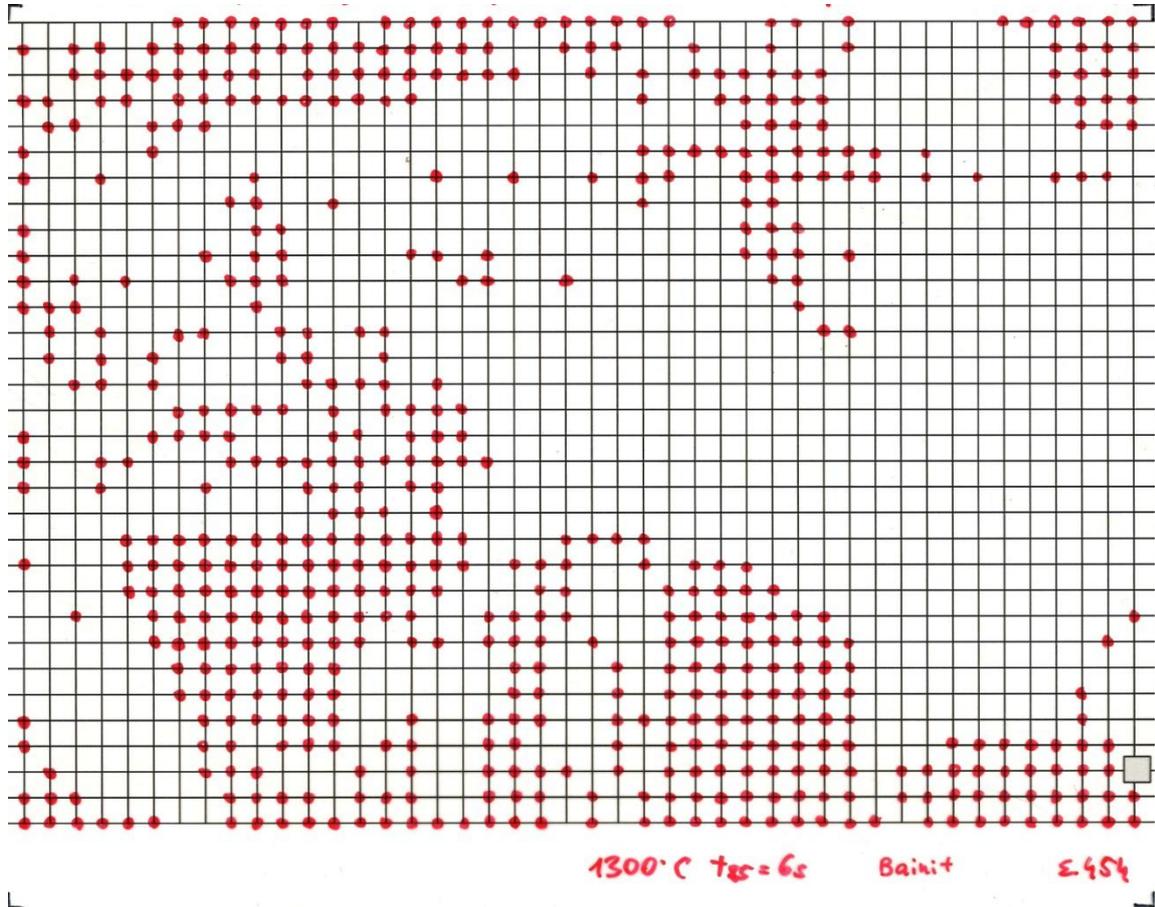
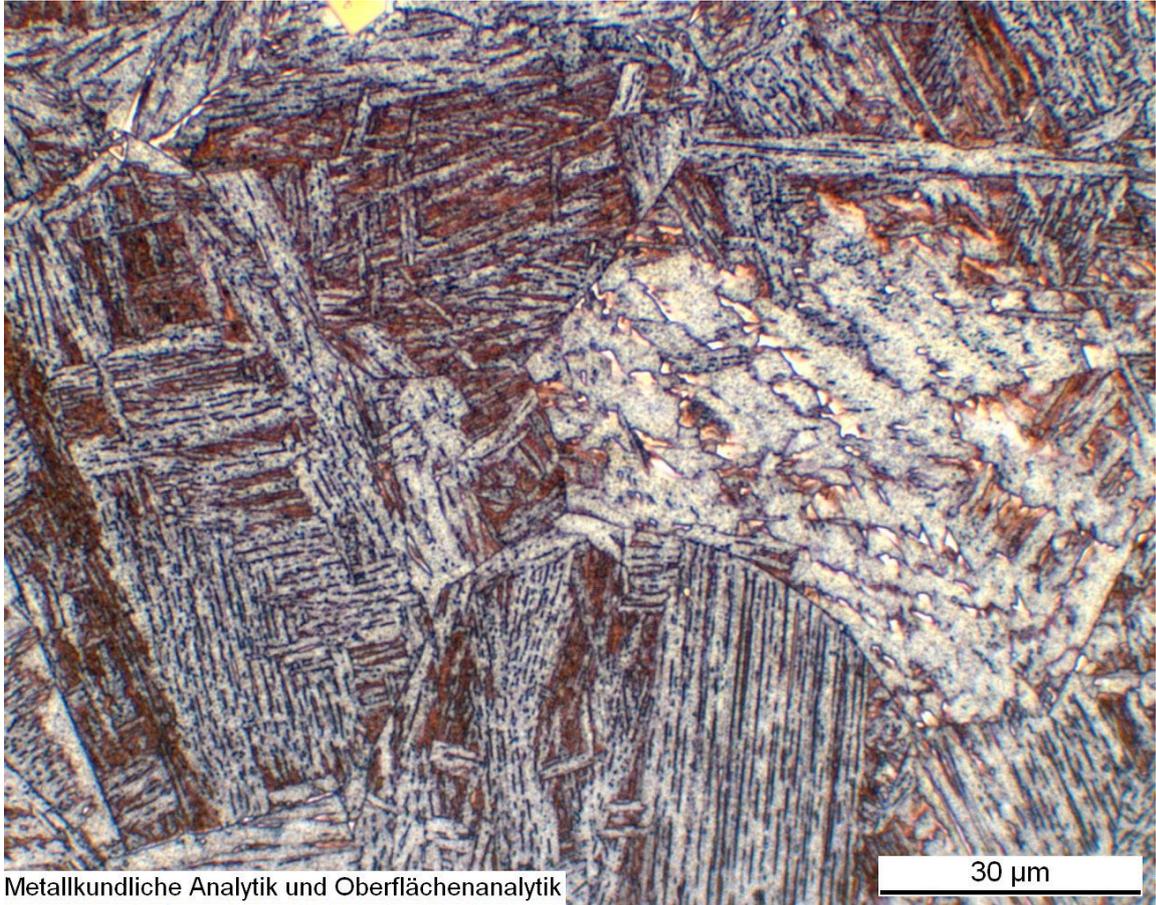
2011_047451.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1000-10	1000x
1000°C, t <sub>8,5</sub> = 10s	Krysl M	IWS	-	1000-10	-
2011_047452.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1000-12	1000x
1000°C, t <sub>8,5</sub> = 12s	Krysl M	IWS	-	1000-12	-
2011_047453.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1000-15	1000x
1000°C, t <sub>8,5</sub> = 15s	Krysl M	IWS	-	1000-15	-
2011_047454.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1000-20	1000x
1000°C, t <sub>8,5</sub> = 20s	Krysl M	IWS	-	1000-20	-
2011_047455.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1000-25	1000x
1000°C, t <sub>8,5</sub> = 25s	Krysl M	IWS	-	1000-25	-
2011_047456.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1000-30	1000x
1000°C, t <sub>8,5</sub> = 30s	Krysl M	IWS	-	1000-30	-
2011_047457.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1000-40	1000x
1000°C, t <sub>8,5</sub> = 40s	Krysl M	IWS	-	1000-40	-
2011_047458.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1000-60	1000x
1000°C, t <sub>8,5</sub> = 60s	Krysl M	IWS	-	1000-60	-
2011_047459.jpg	Panholzer M	voestalpine	Le Pera	1000-100	1000x
1000°C, t <sub>8,5</sub> = 100s	Krysl M	IWS	-	1000-100	-
sz11u464	Krysl M	IWS	Nital	1300- 0,63s_N2_8s	500x
sz11u476	Krysl M	IWS	Nital	1300- 1,1s_N2_8s	500x
sz11u414	Krysl M	IWS	Nital	1300- 2s_N2_8s	500x
sz11u488	Krysl M	IWS	Nital	1300- 4s_N2_8s	500x
sz11u402	Krysl M	IWS	Nital	1300- 6s_N2_8s	500x
sz11u390	Krysl M	IWS	Nital	1300- 8s_N2_8s	500x
sz11u450	Krysl M	IWS	Nital	1300- 10s_N2_8s	500x
sz11u366	Krysl M	IWS	Nital	1300- 12 s_N2_8s	500x
sz11u500	Krysl M	IWS	Nital	1300- 15s_N2_8s	500x
sz11u512	Krysl M	IWS	Nital	1300- 20s_N2_8s	500x
sz11u353	Krysl M	IWS	Nital	1300- 25s_N2_8s	500x
sz11u524	Krysl M	IWS	Nital	1300- 30s_N2_8s	500x
sz11u438	Krysl M	IWS	Nital	1300- 40s_N2_8s	500x
sz11u378	Krysl M	IWS	Nital	1300- 60s_N2_8s	500x
sz11u426	Krysl M	IWS	Nital	1300- 100s_N2_8s	500x

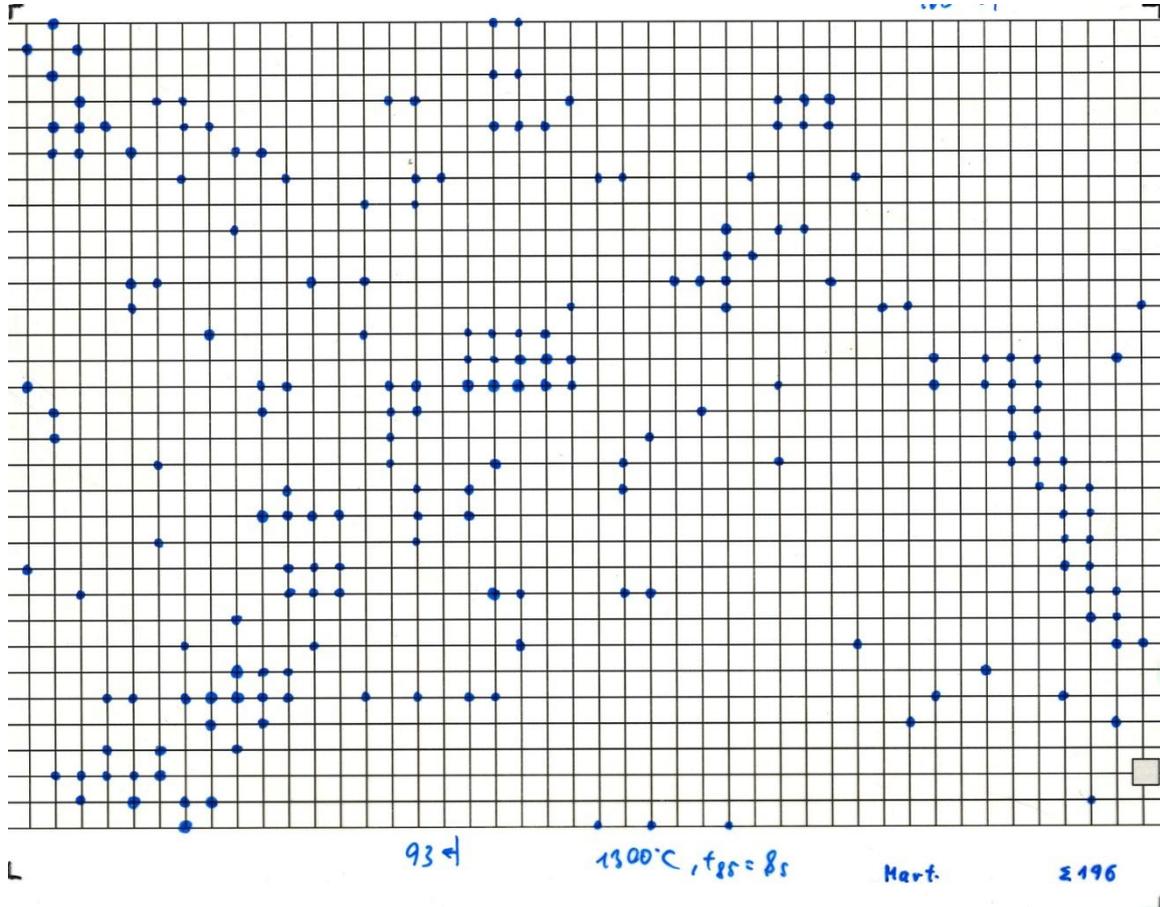
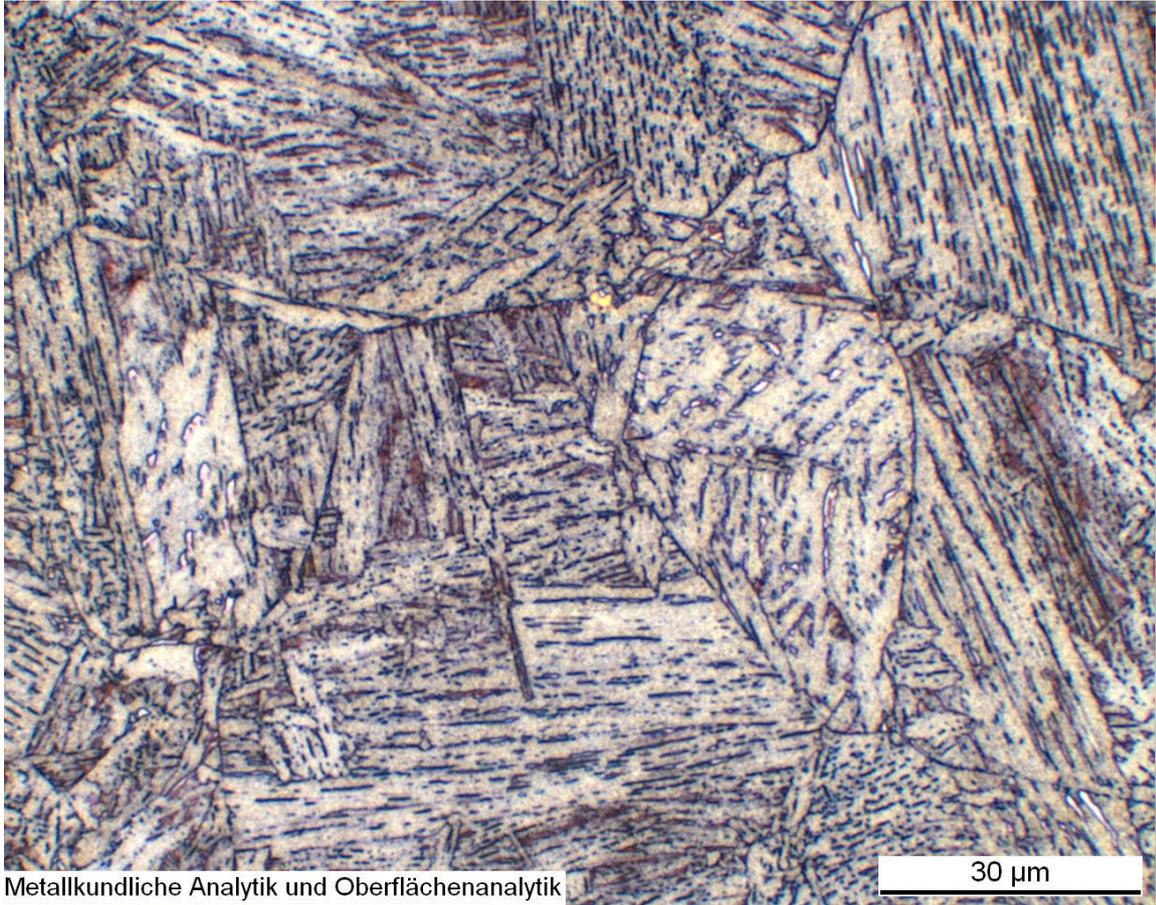


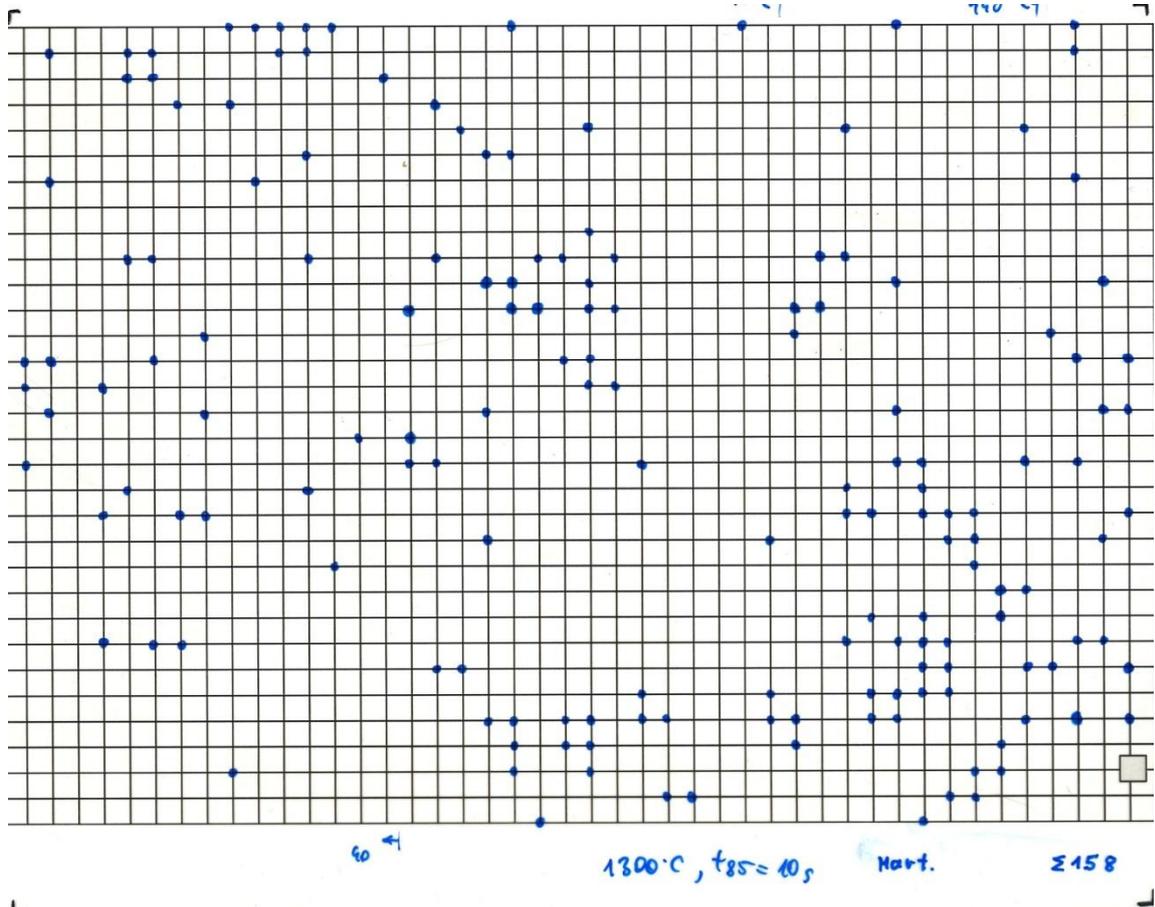
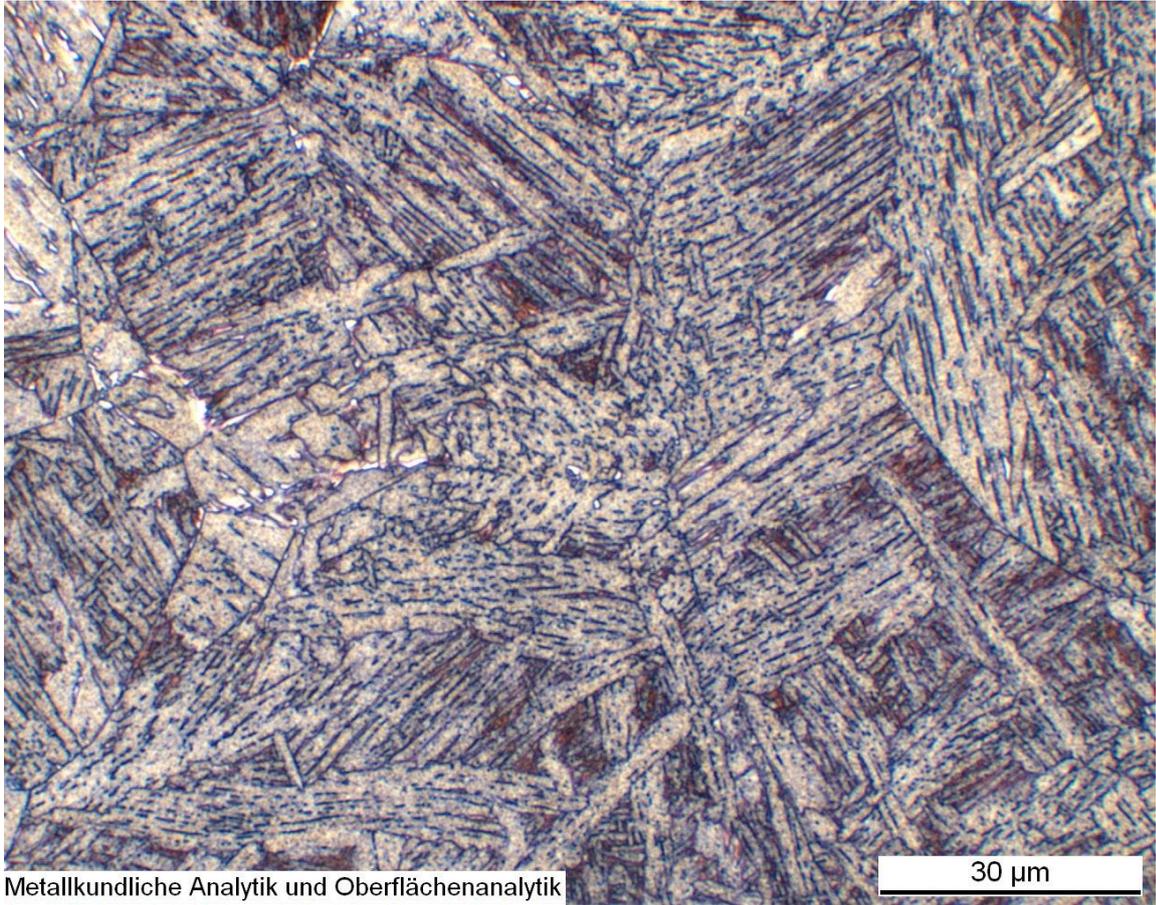


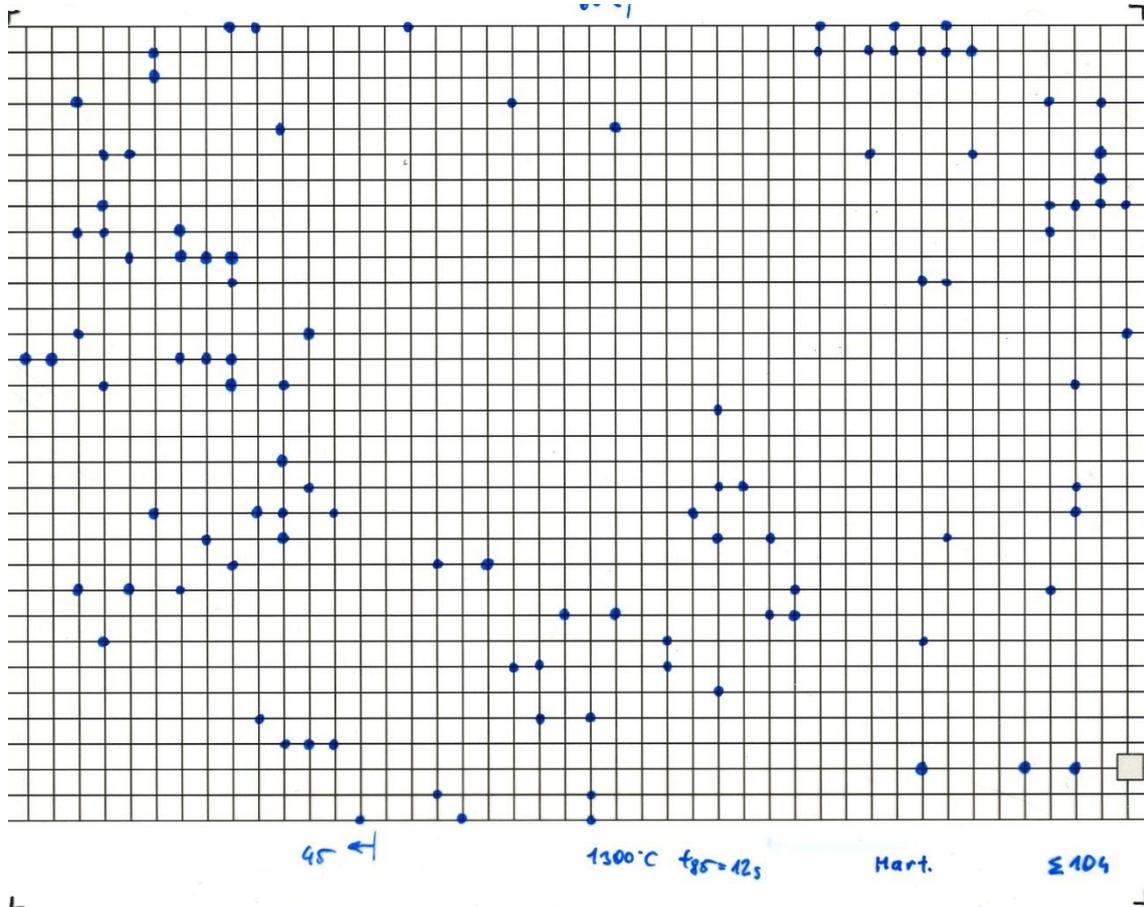
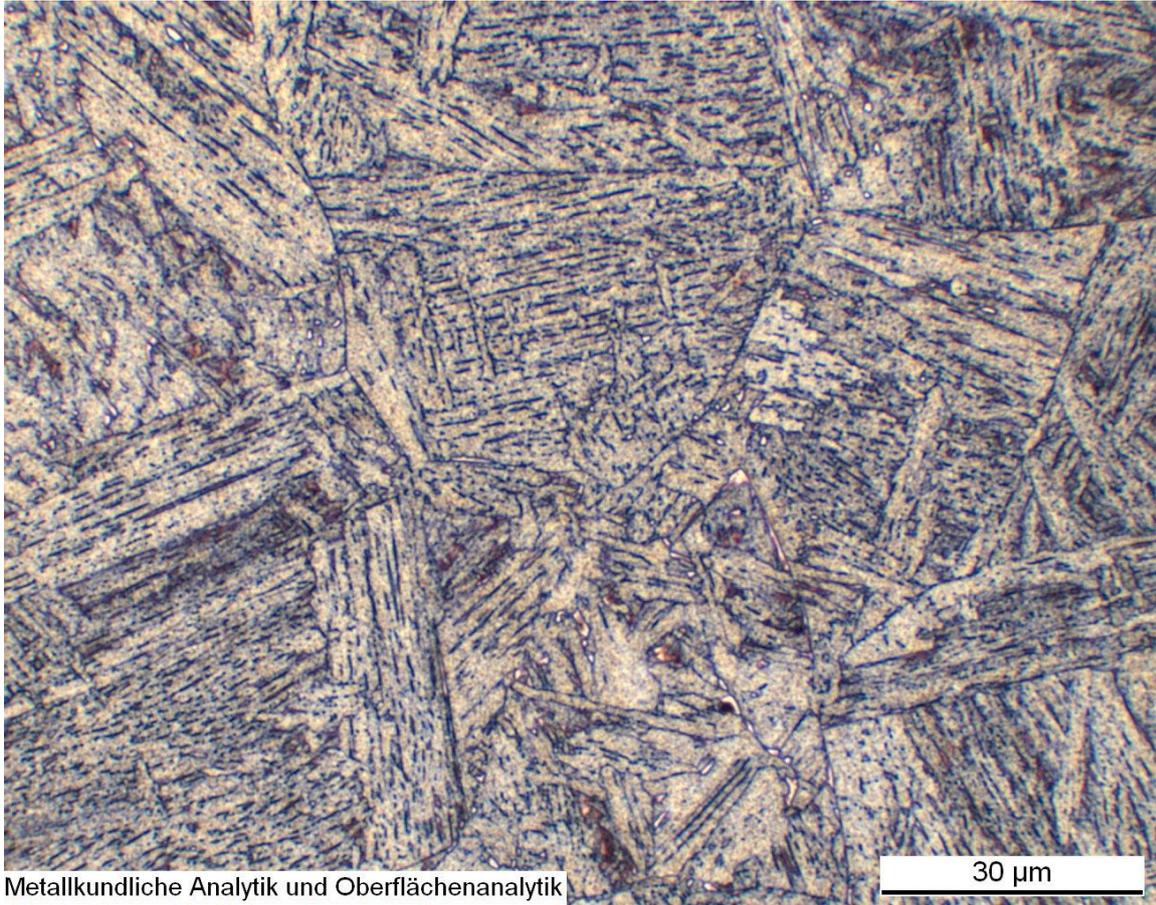


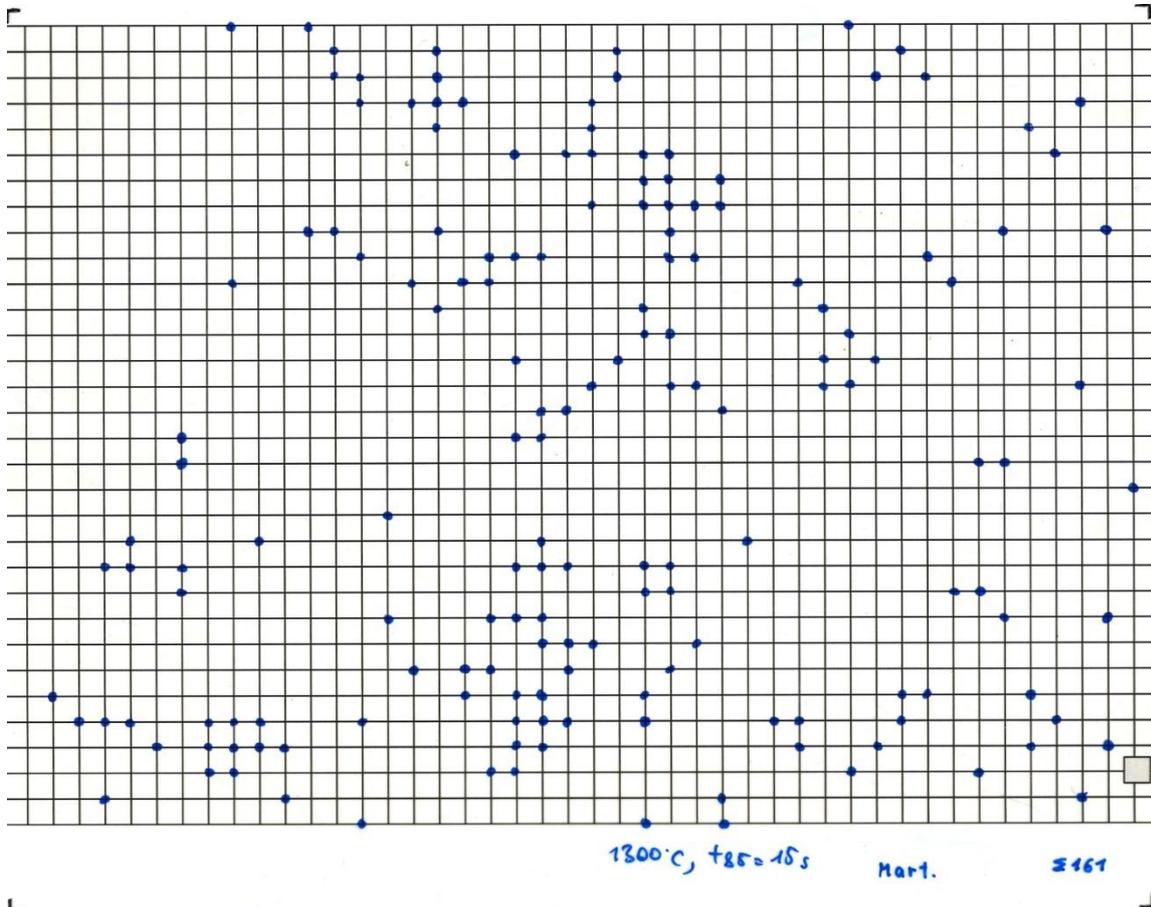
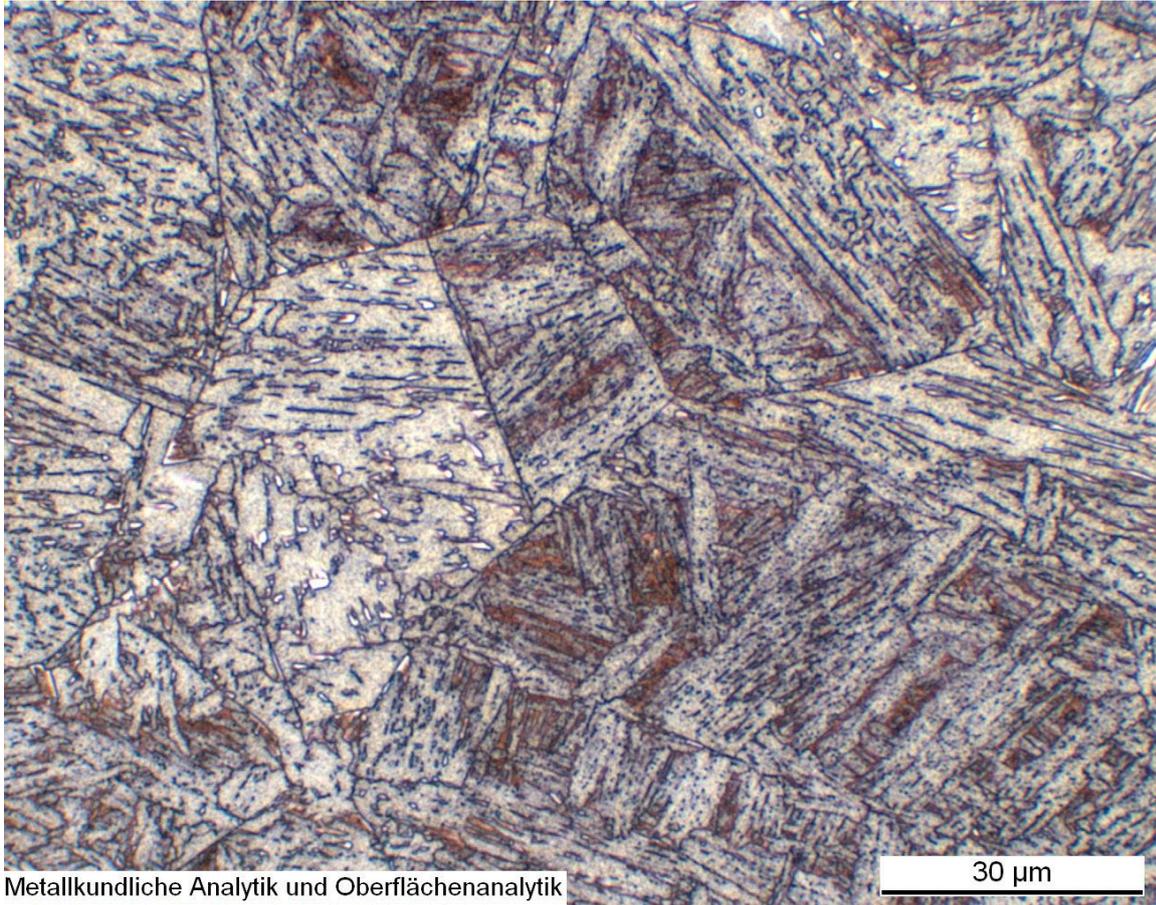


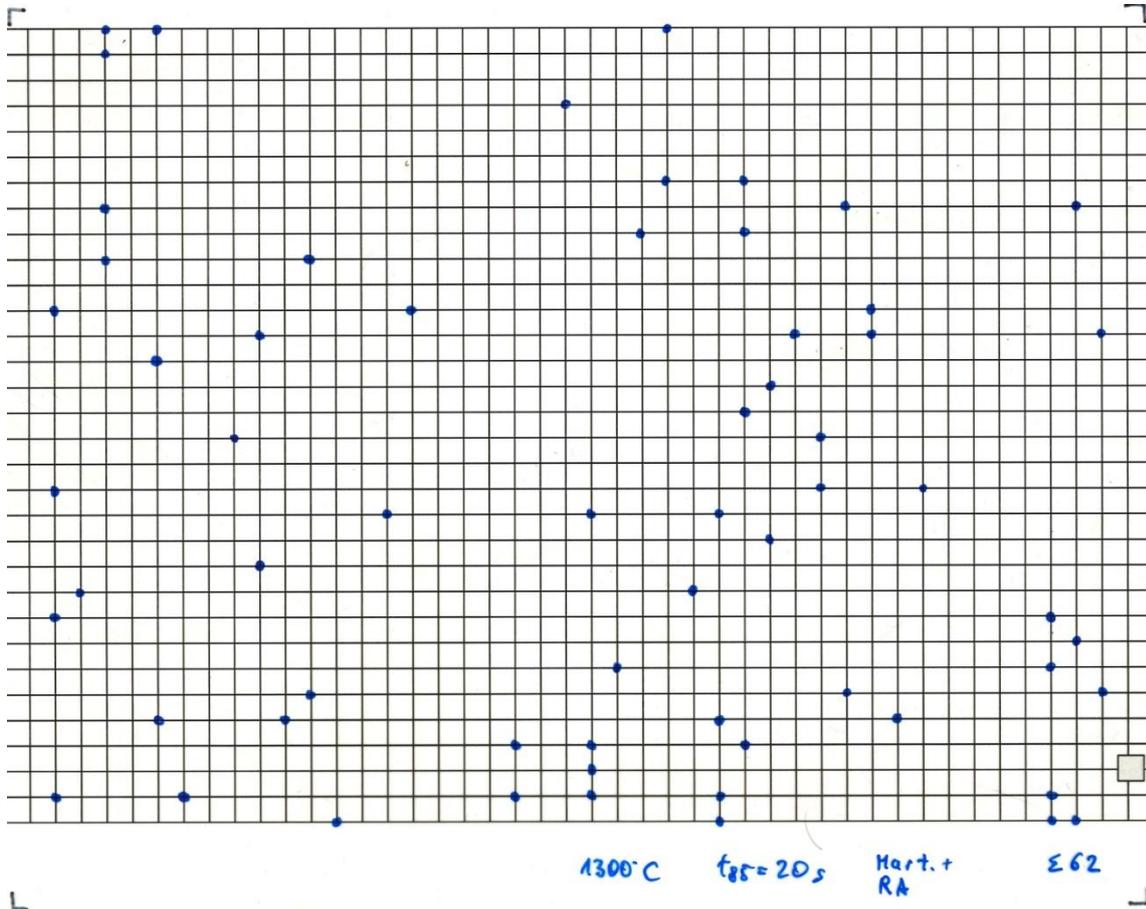
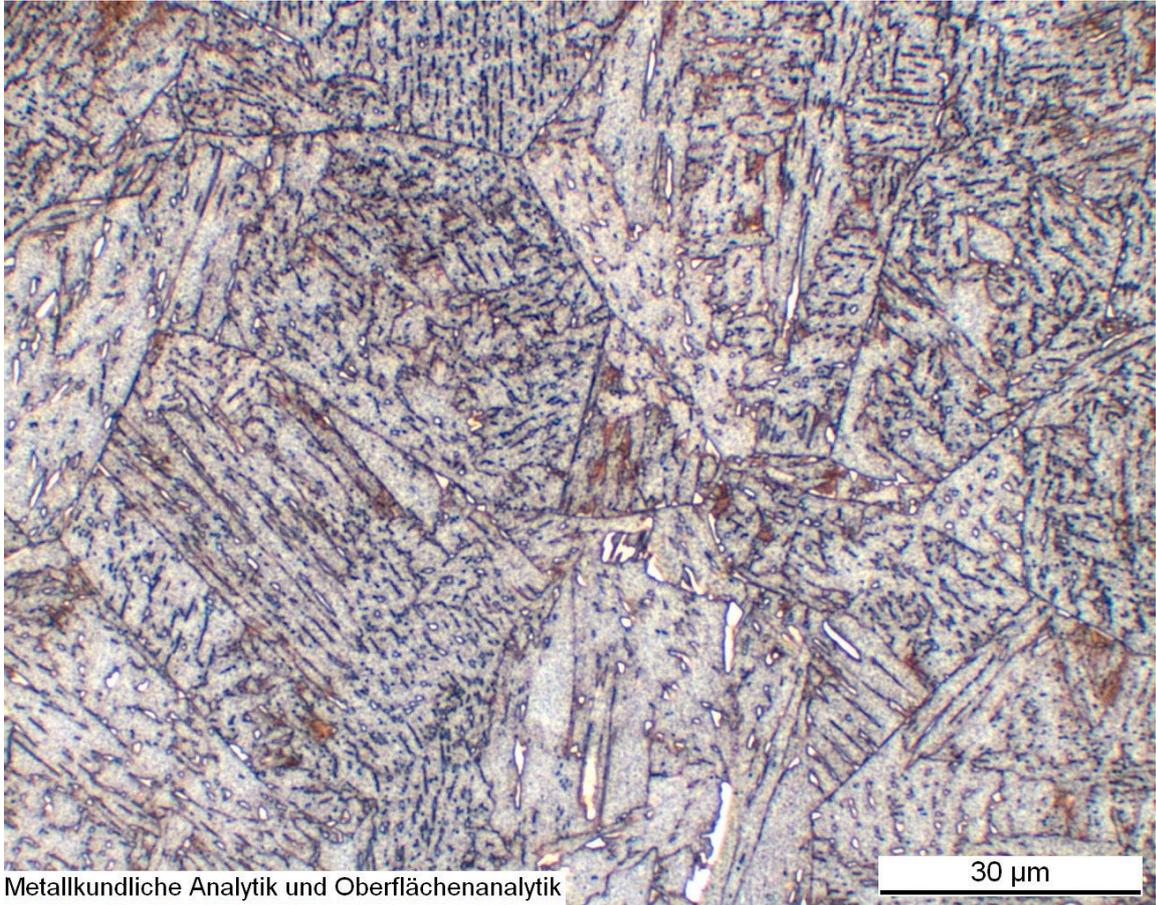


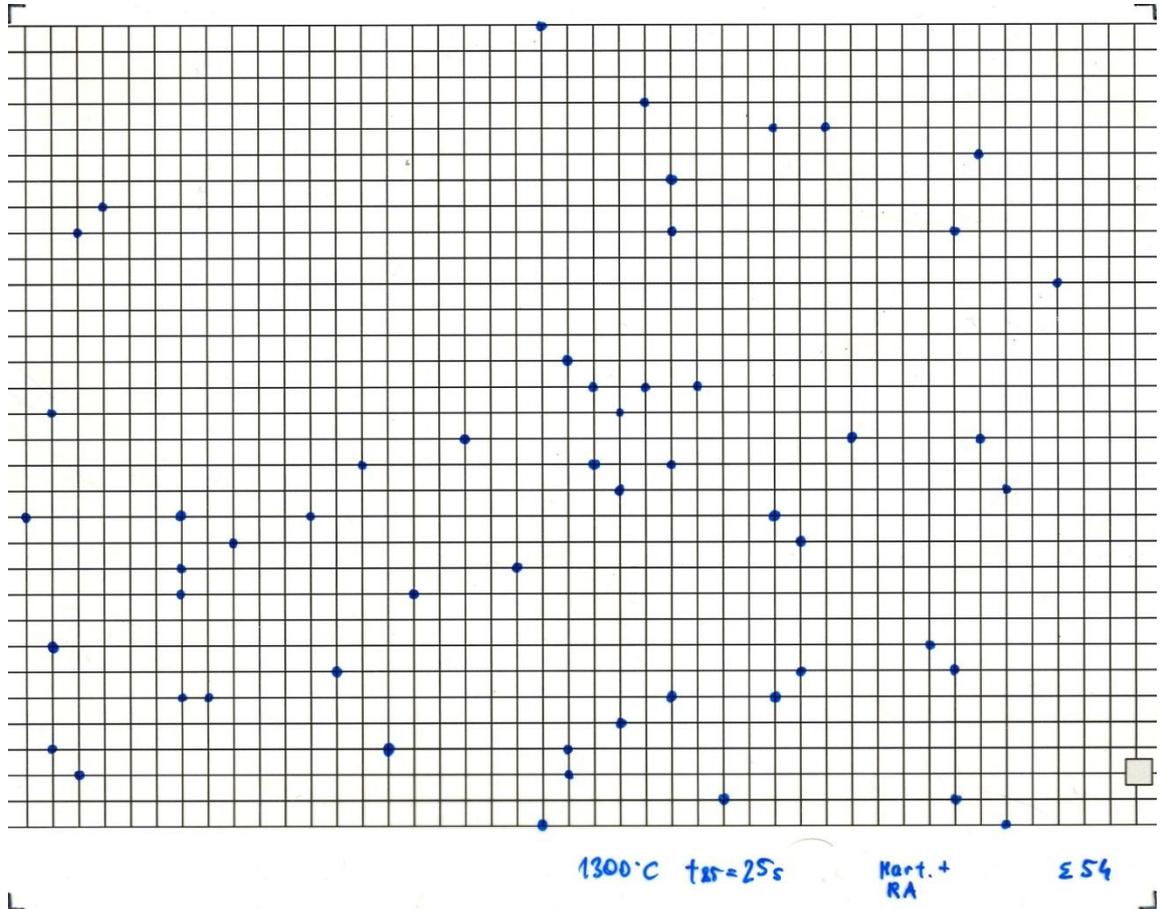
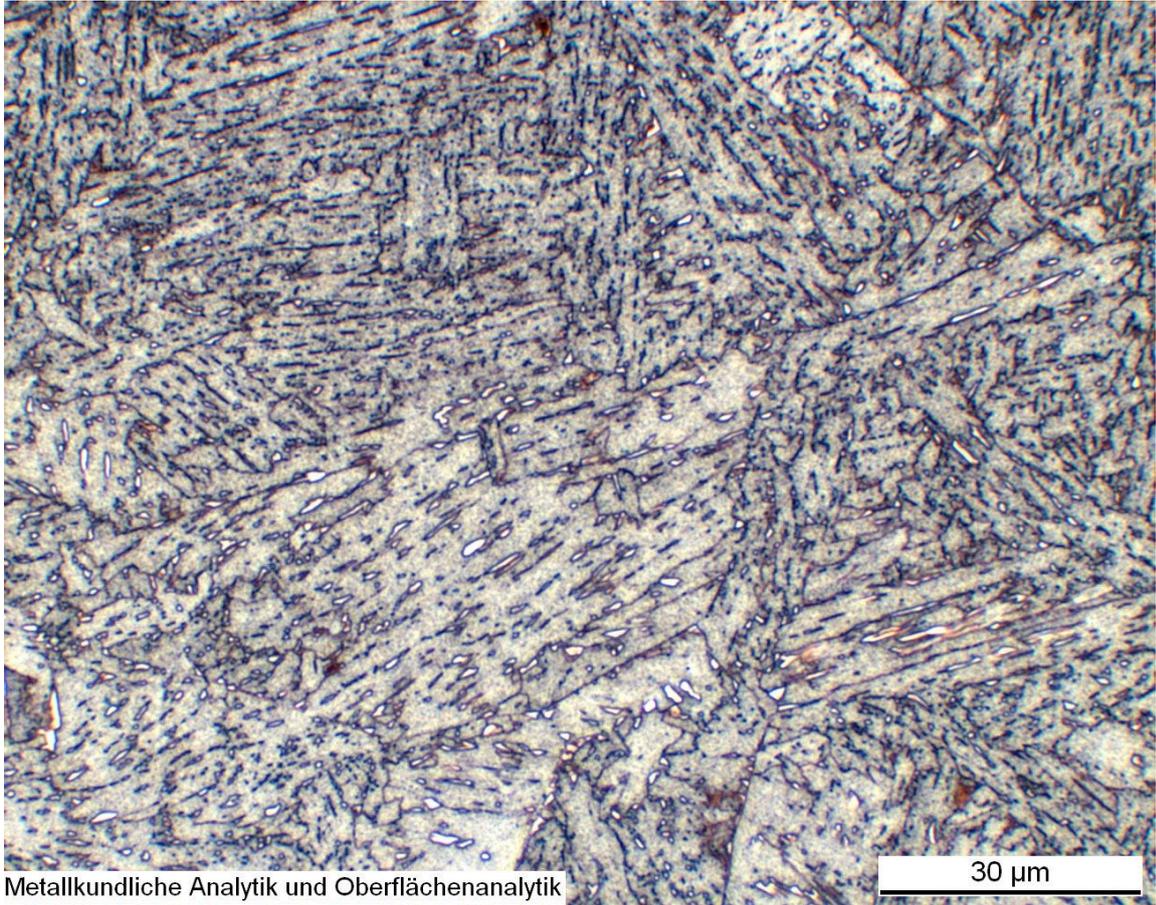


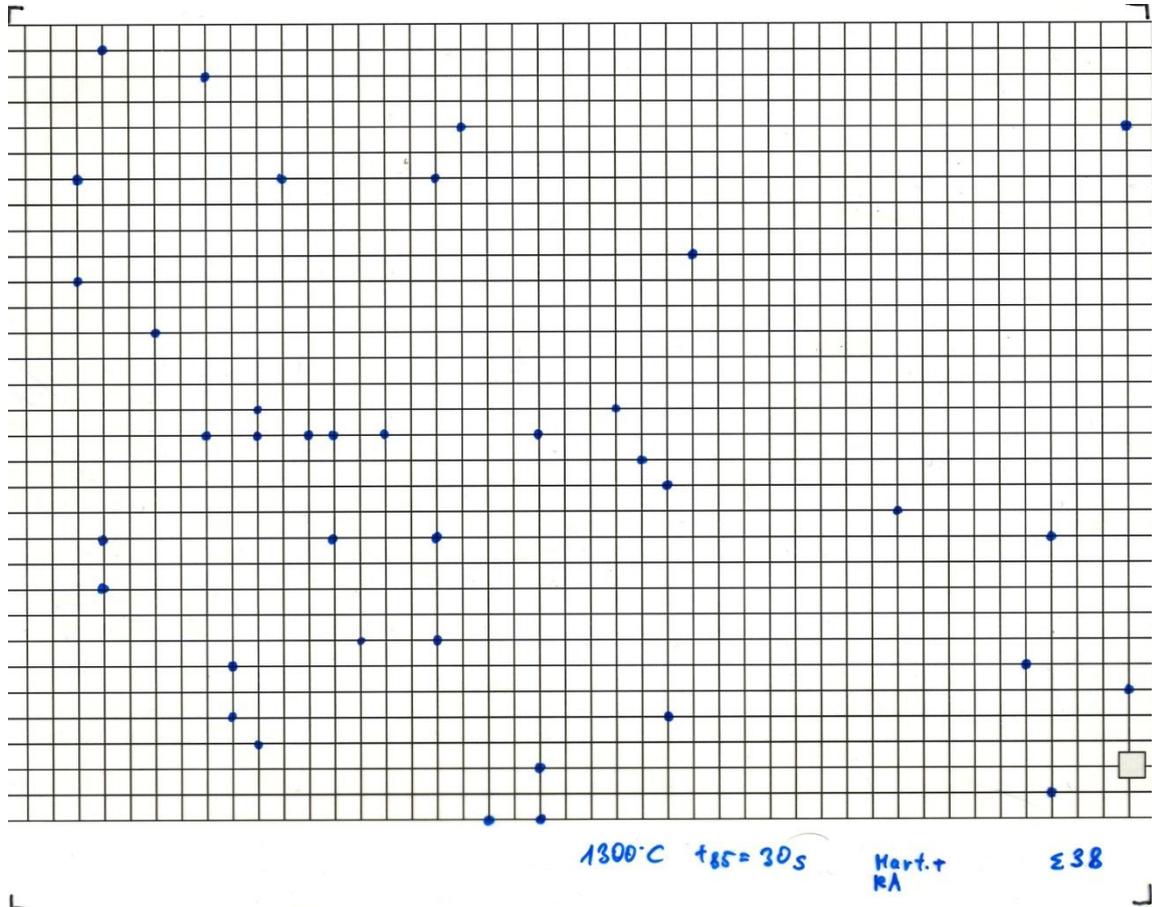
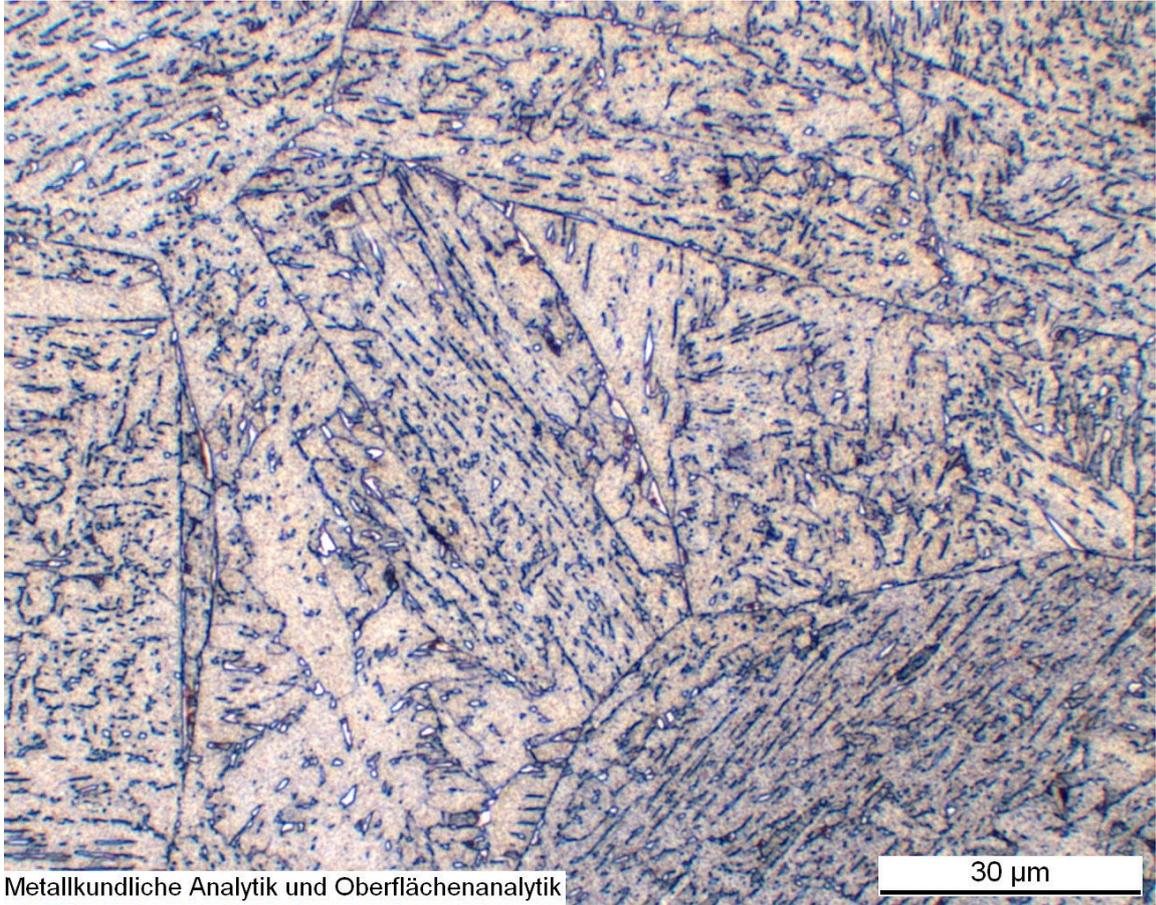


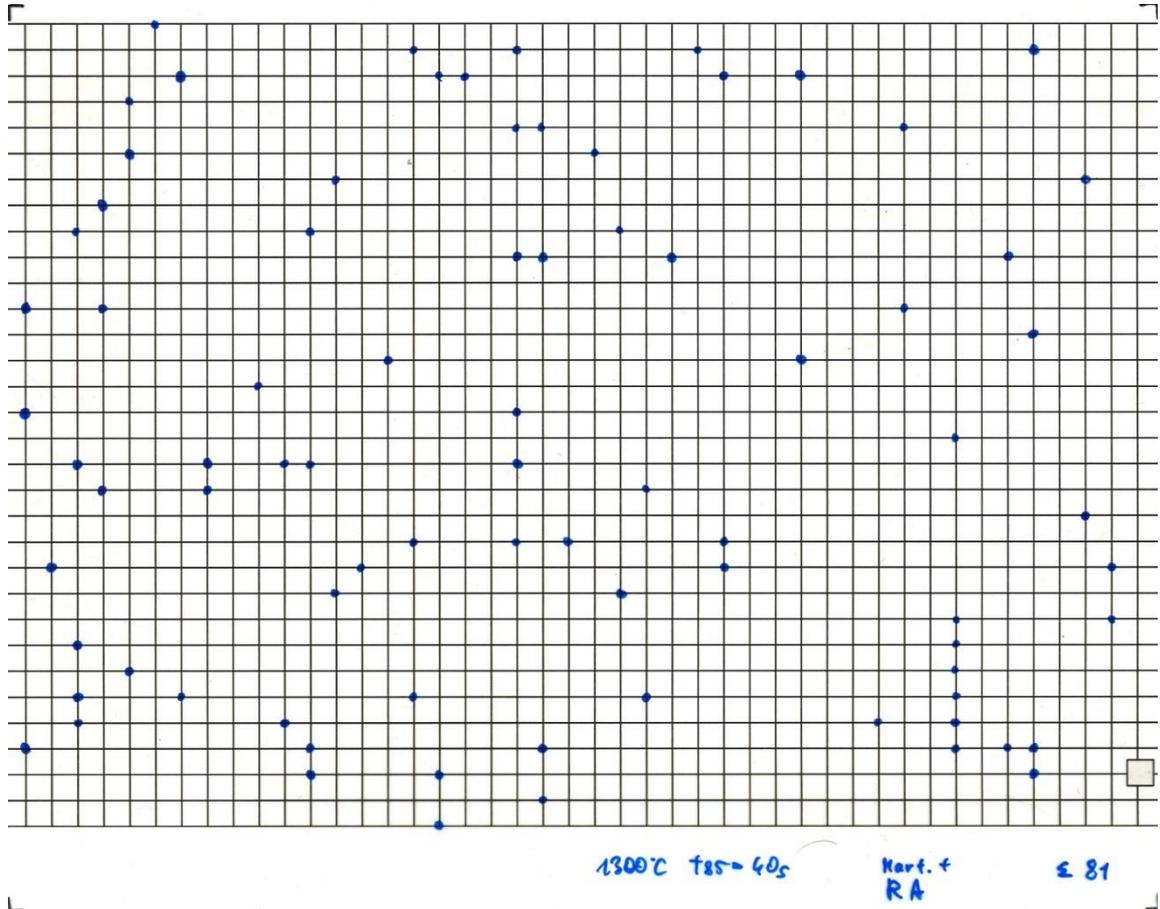
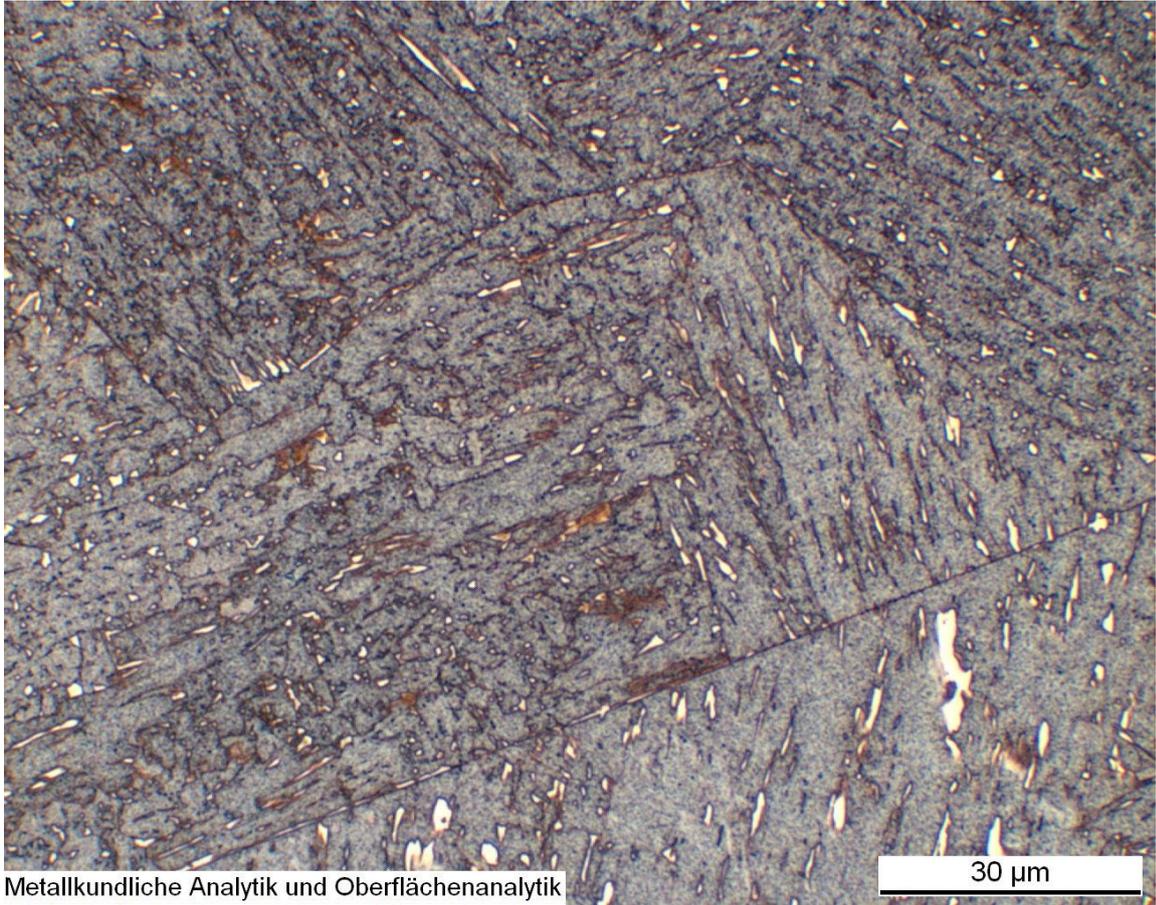


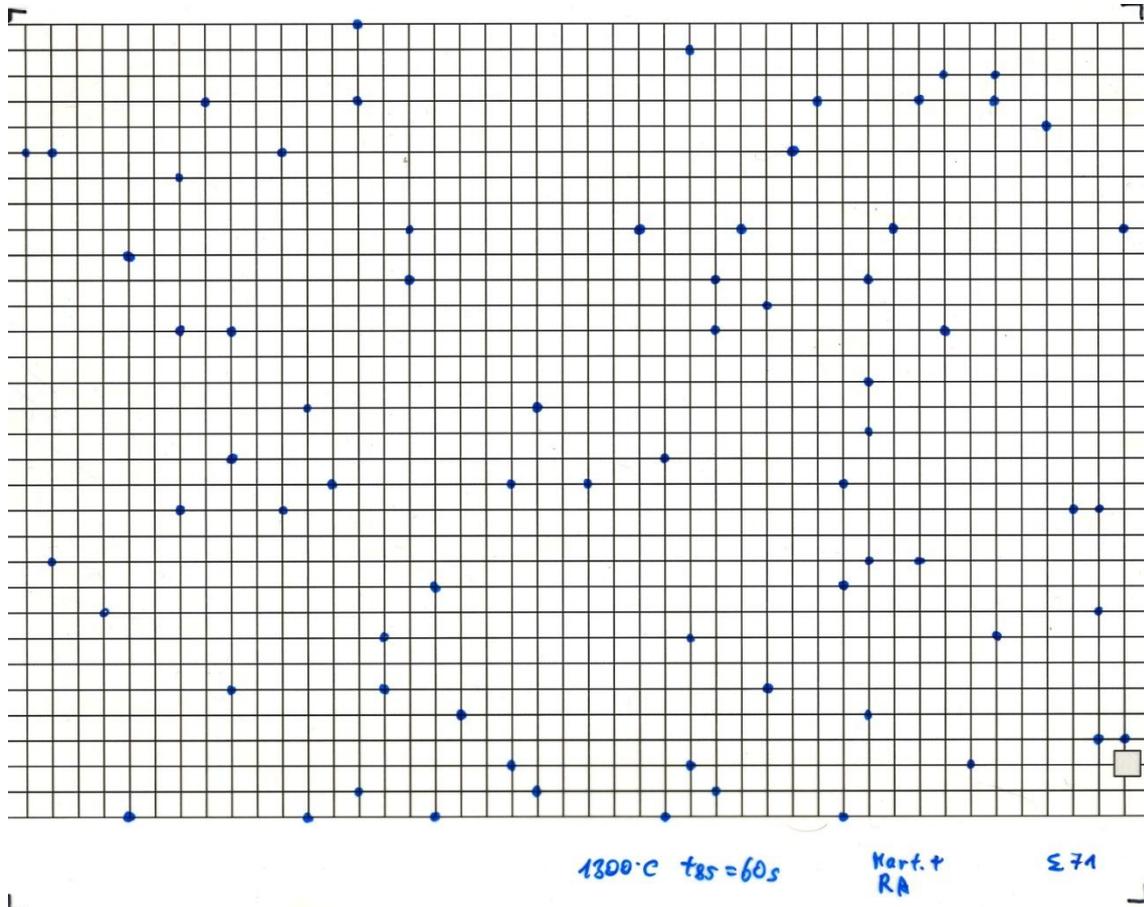
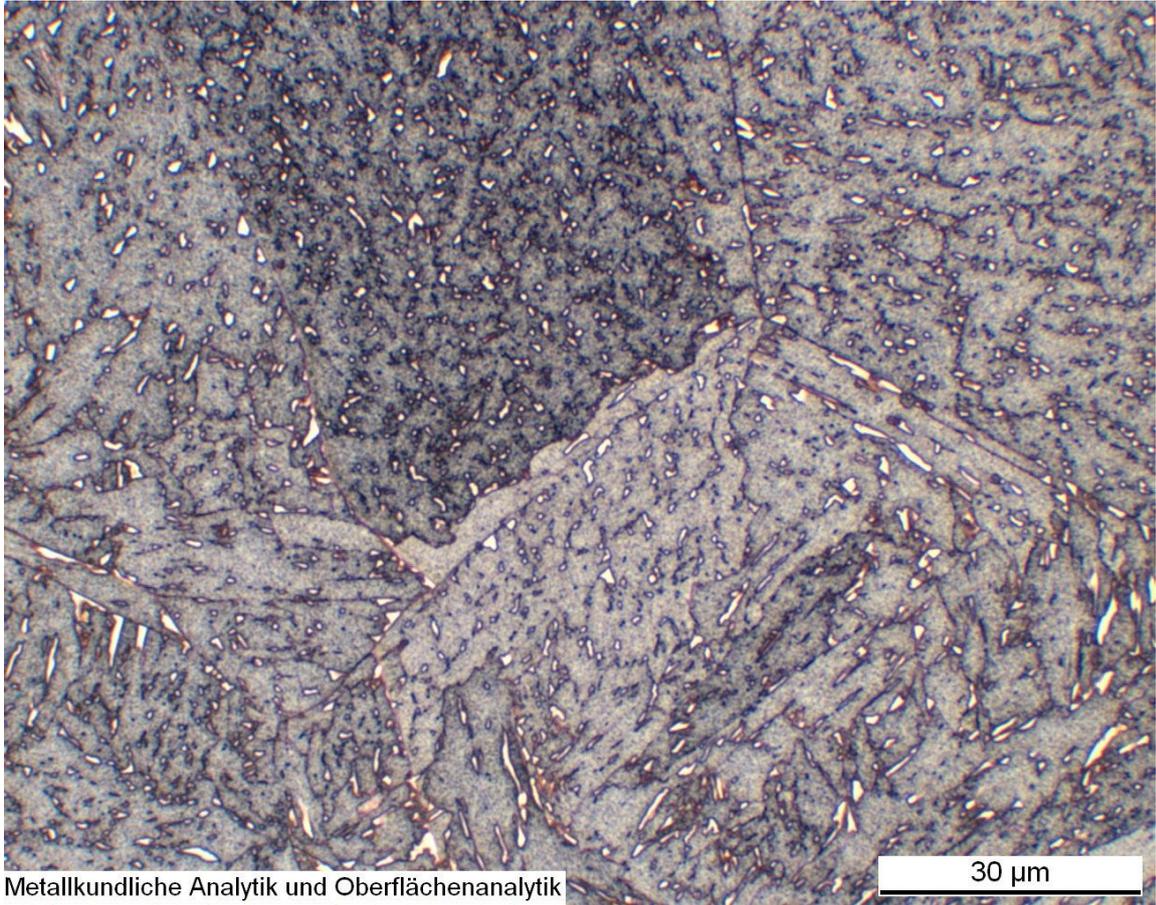


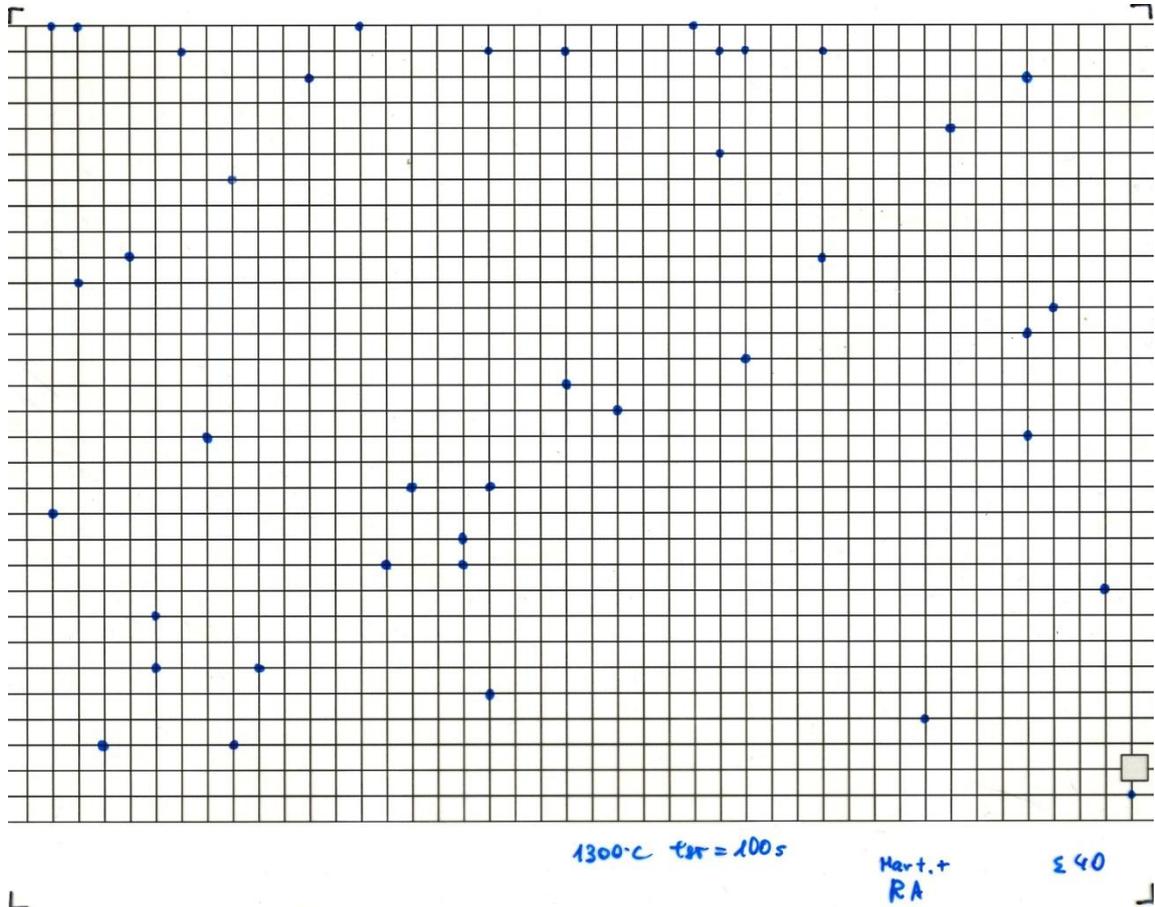
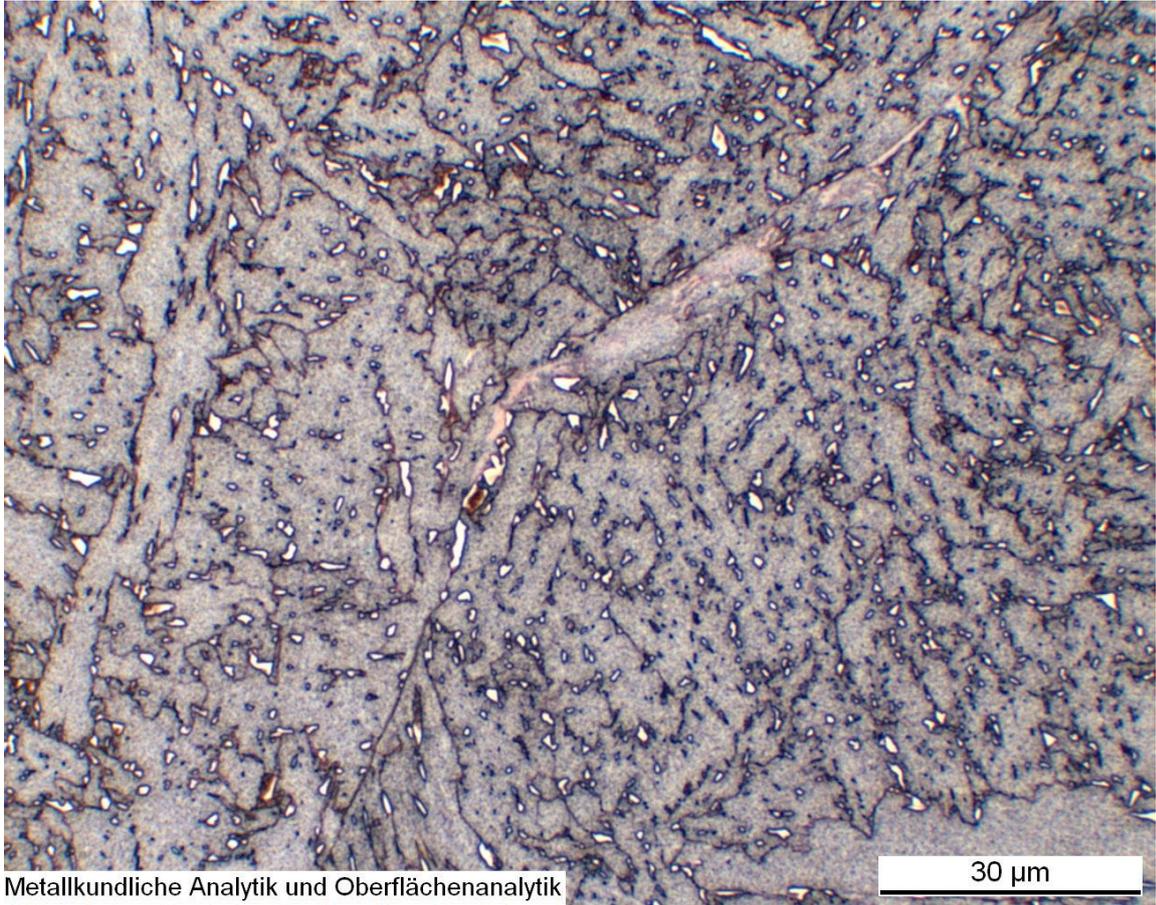


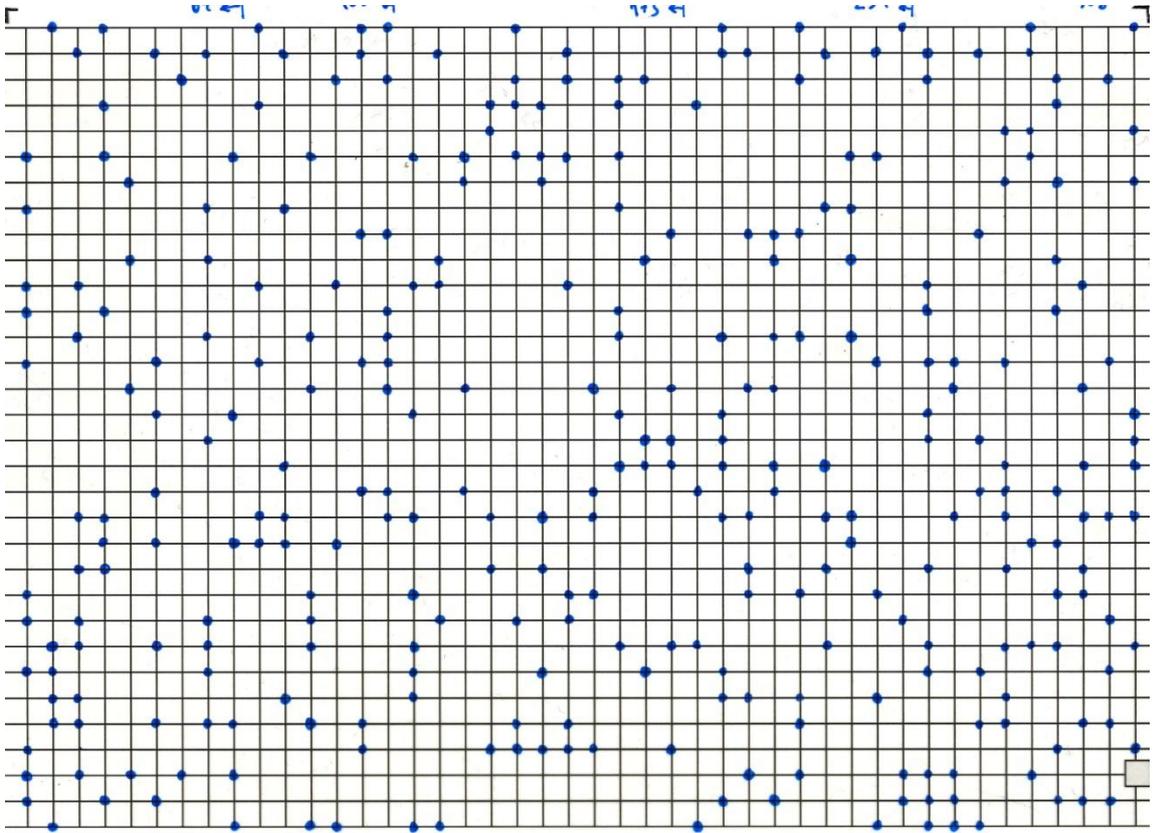
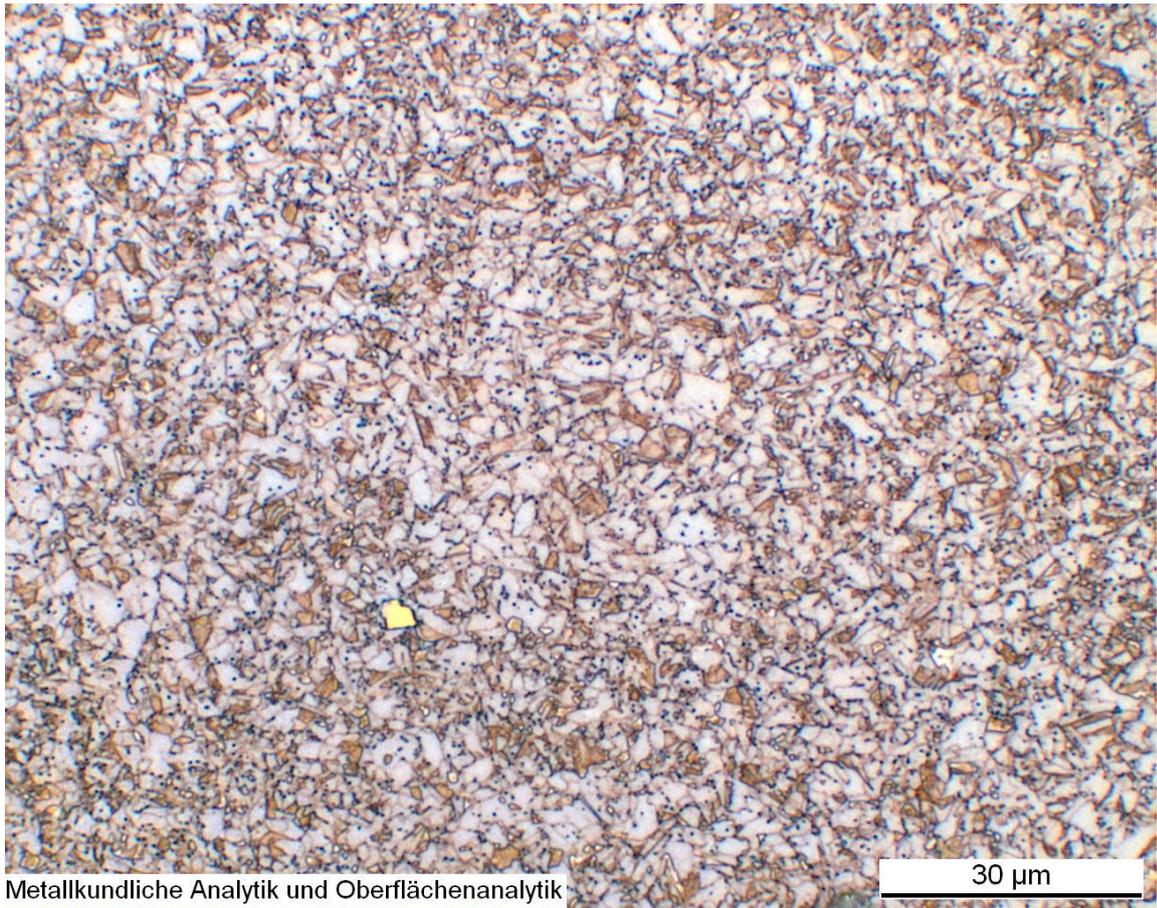






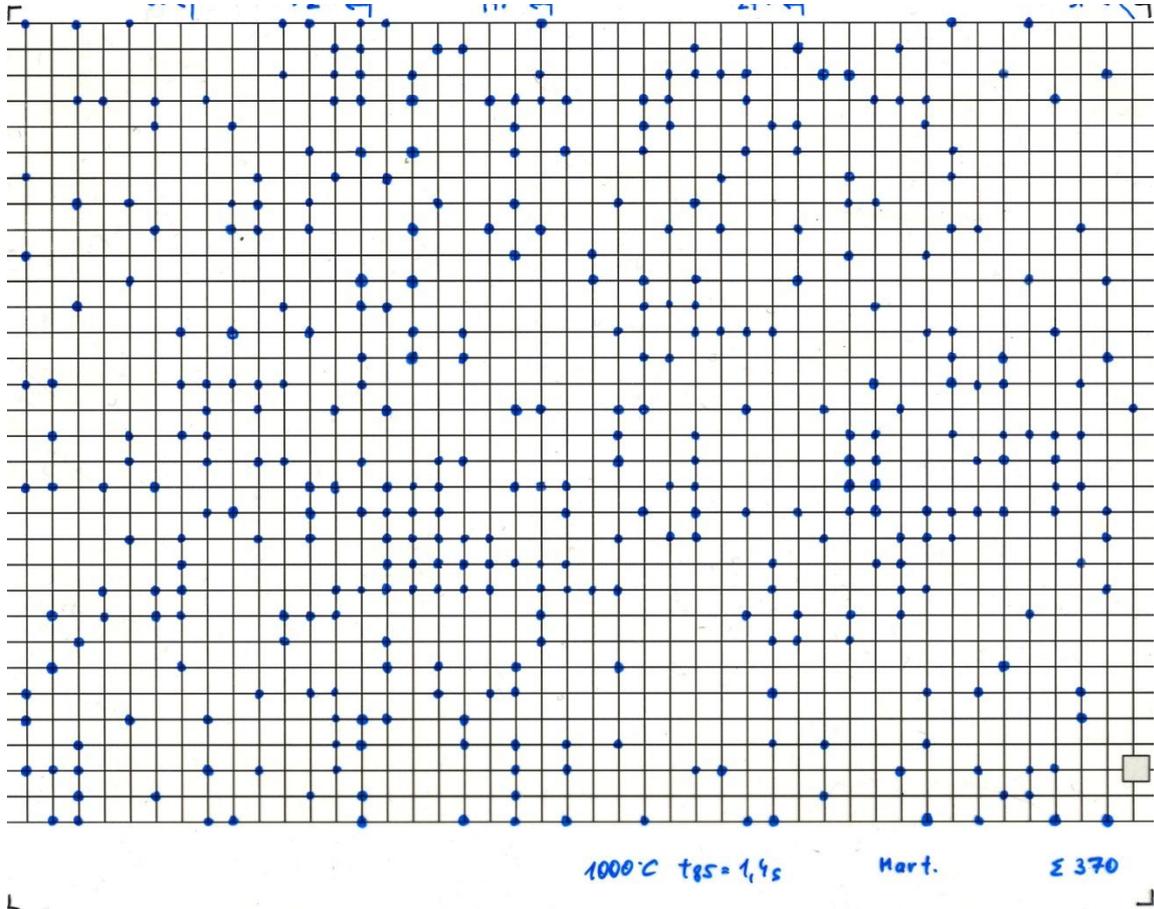
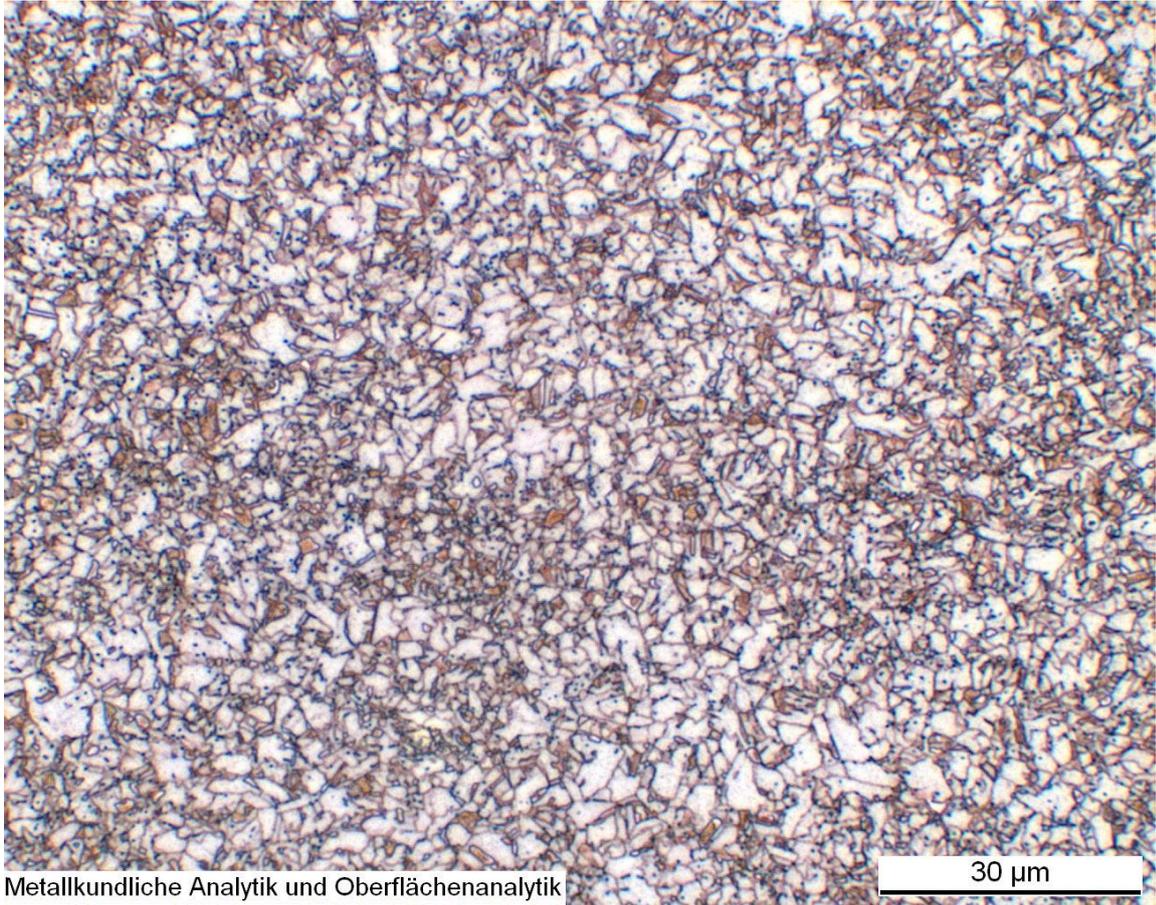


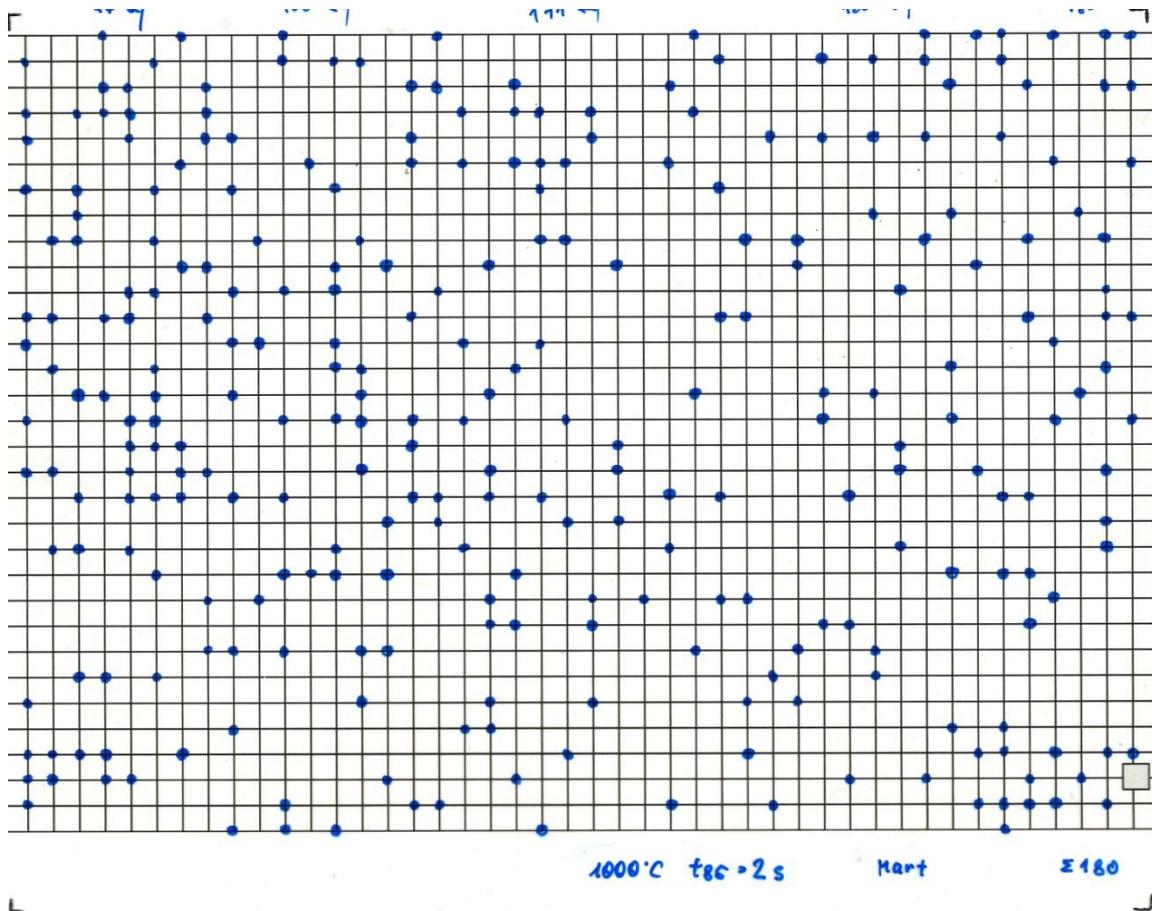
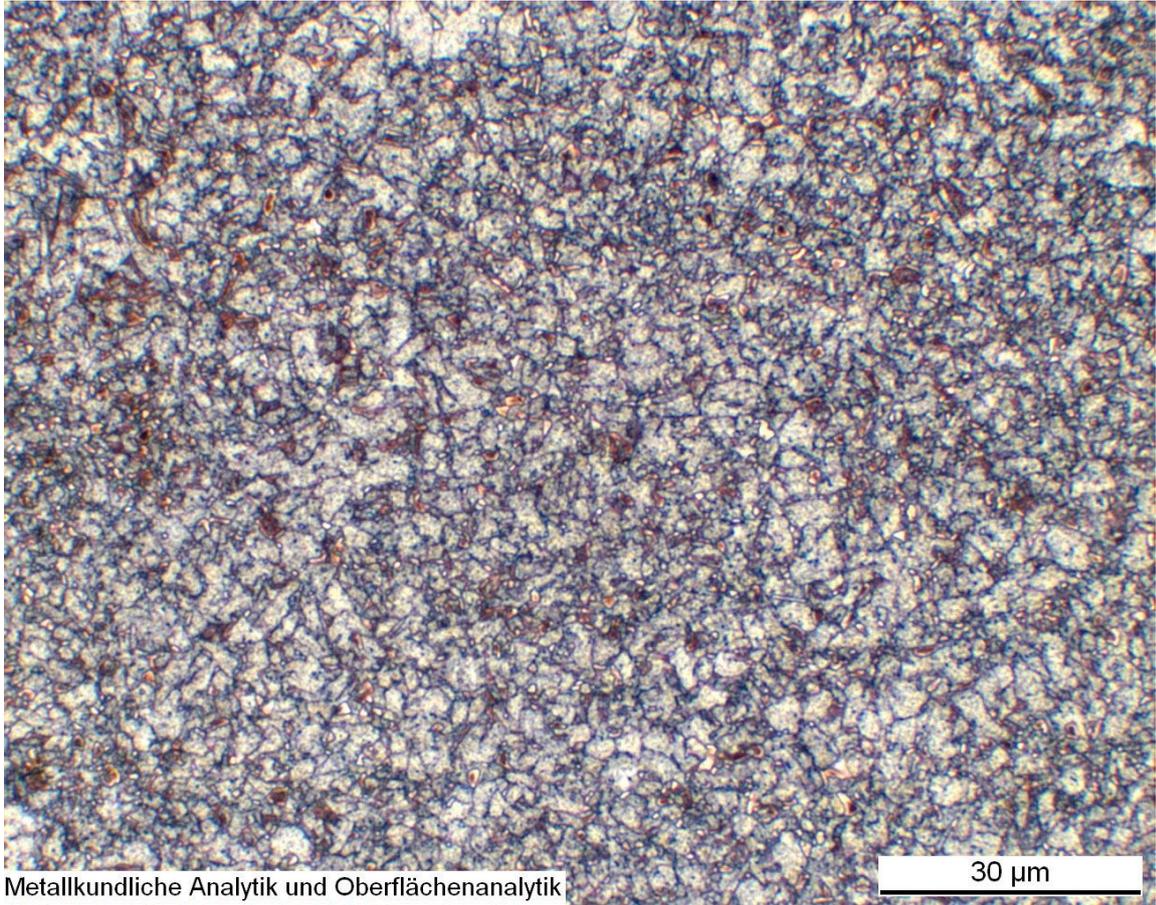


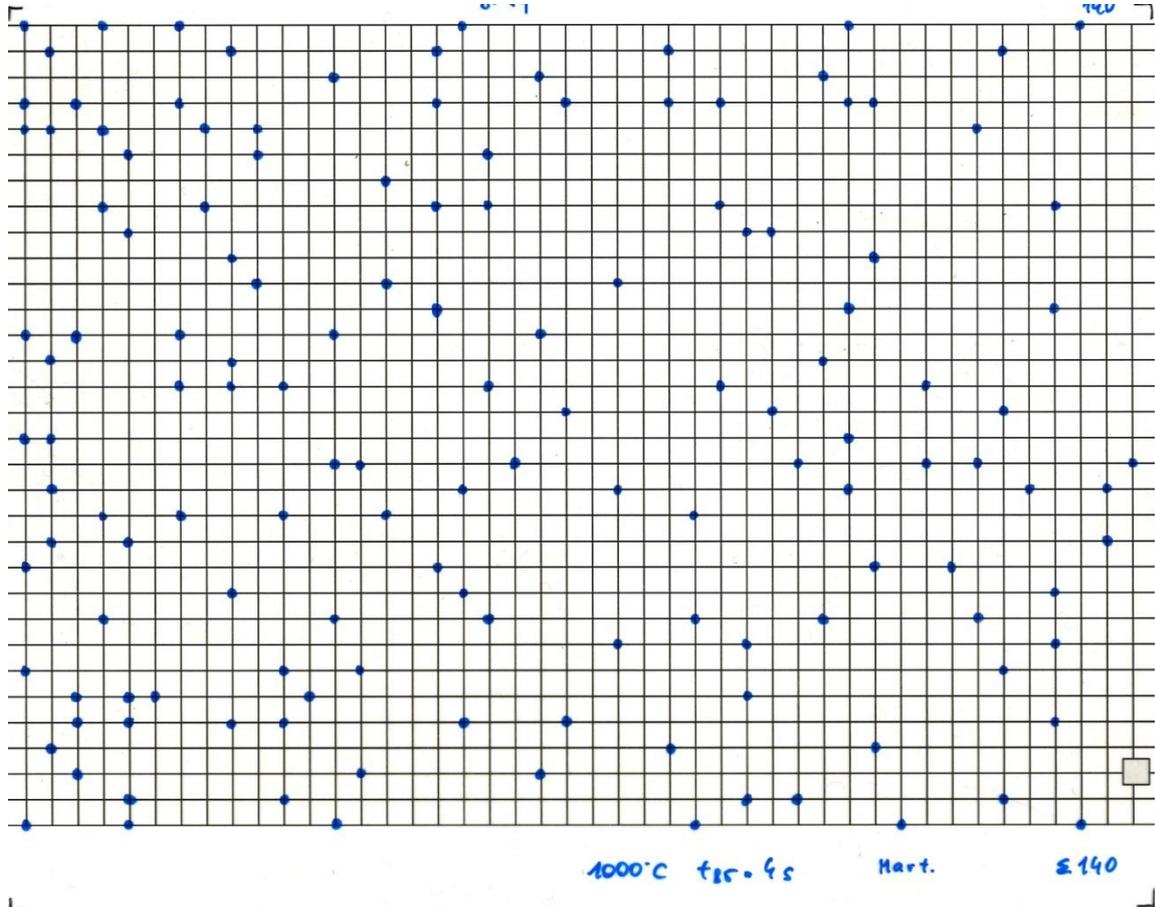
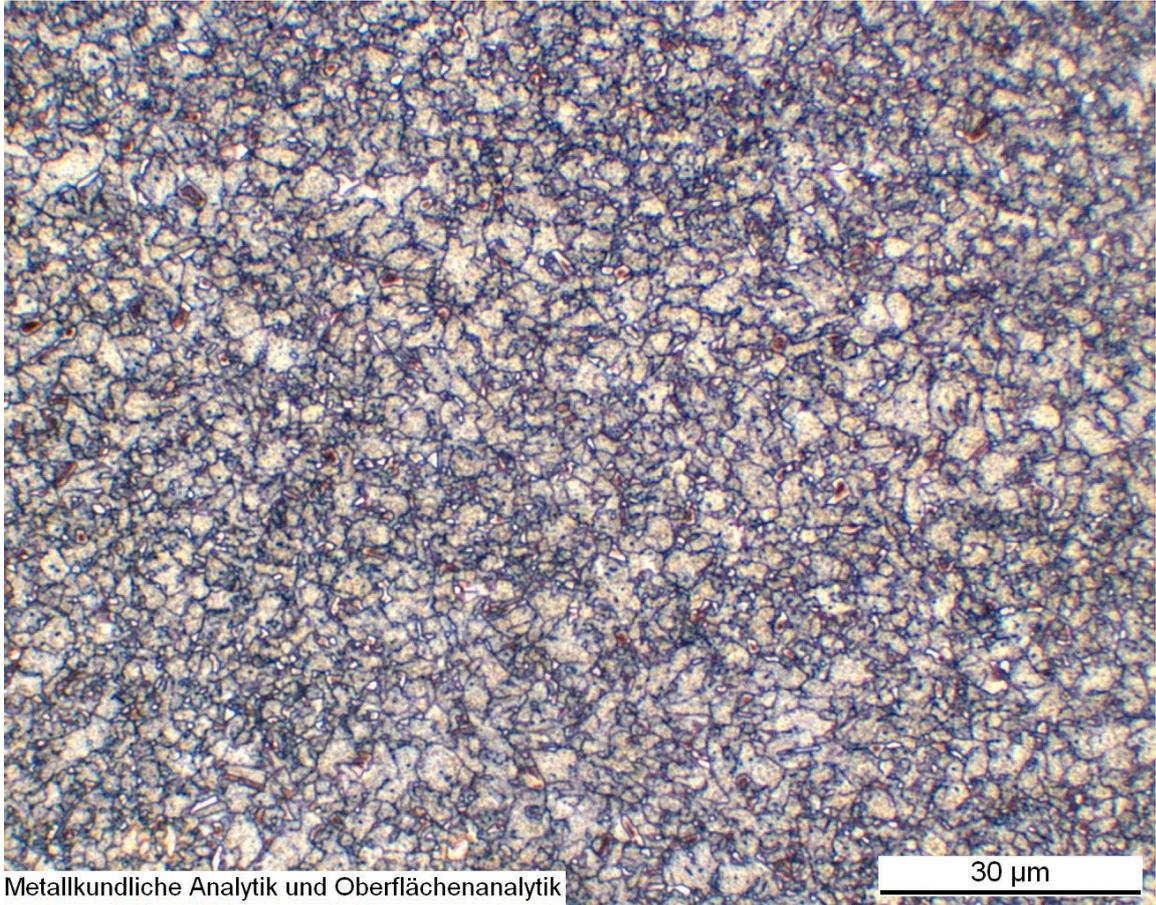


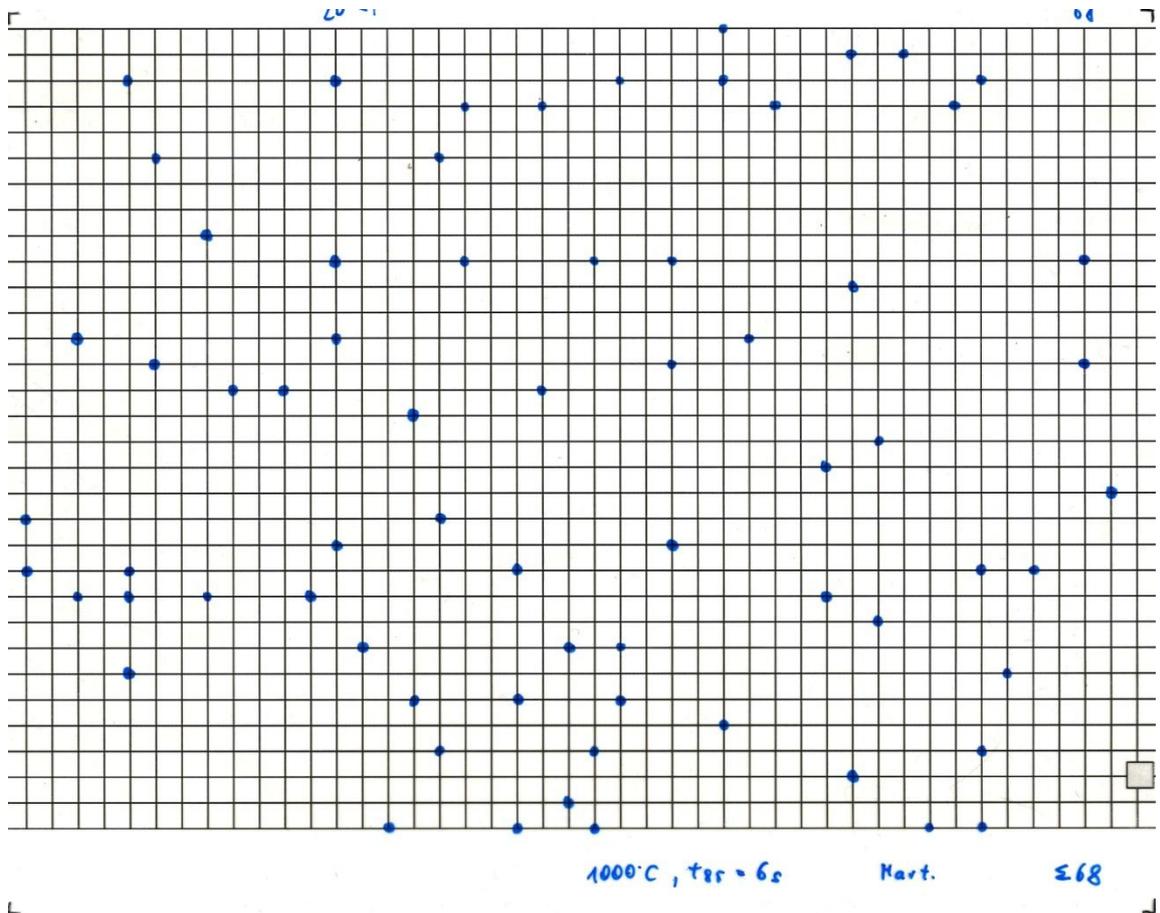
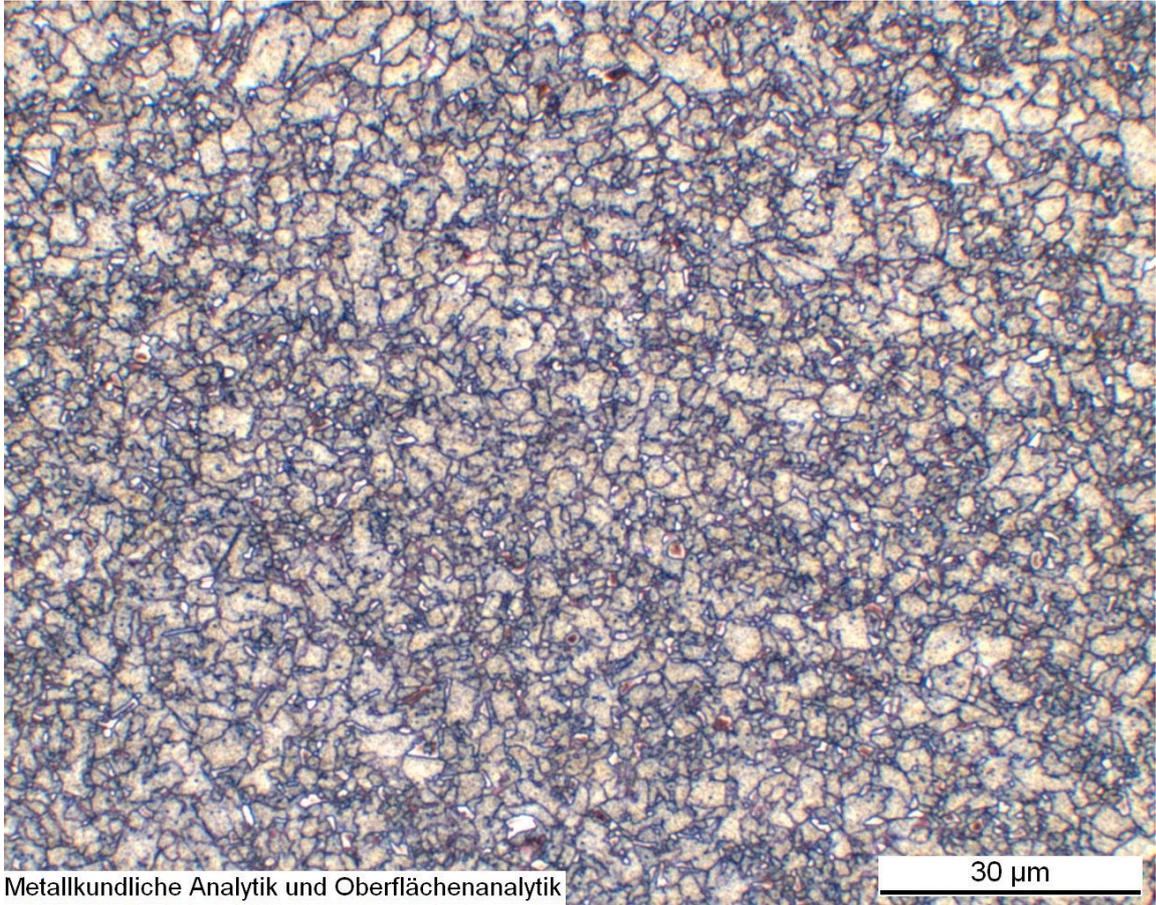
1000 °C  $t_{8-5} = 0,85_s$  Mart. E 311

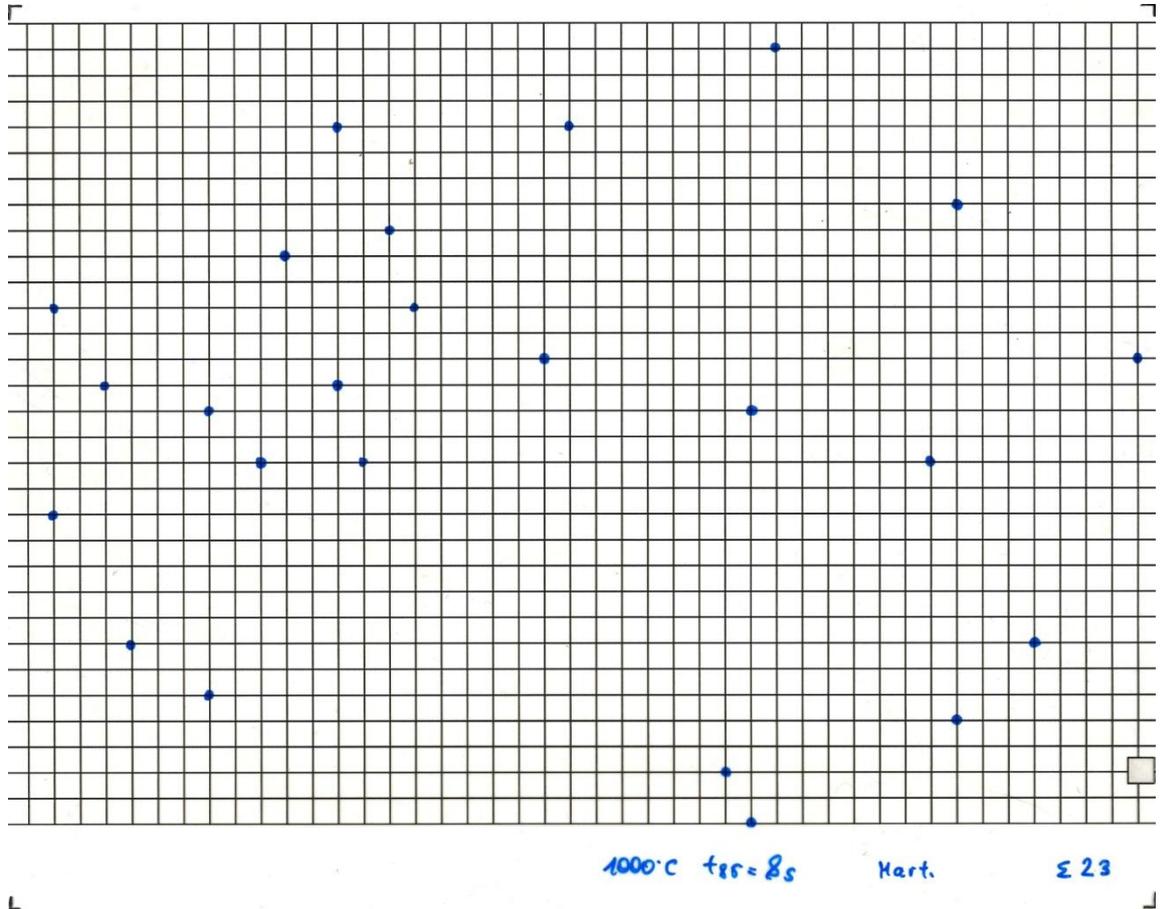
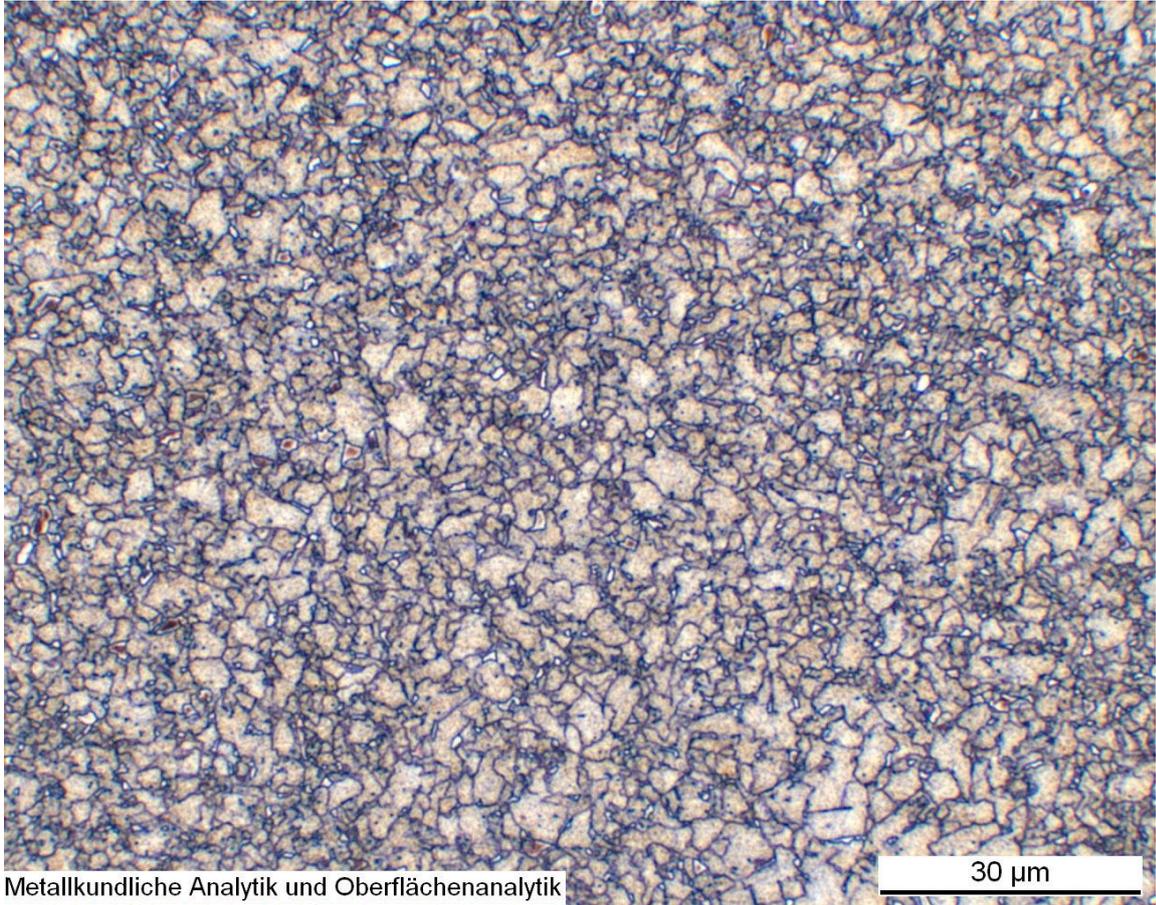
L

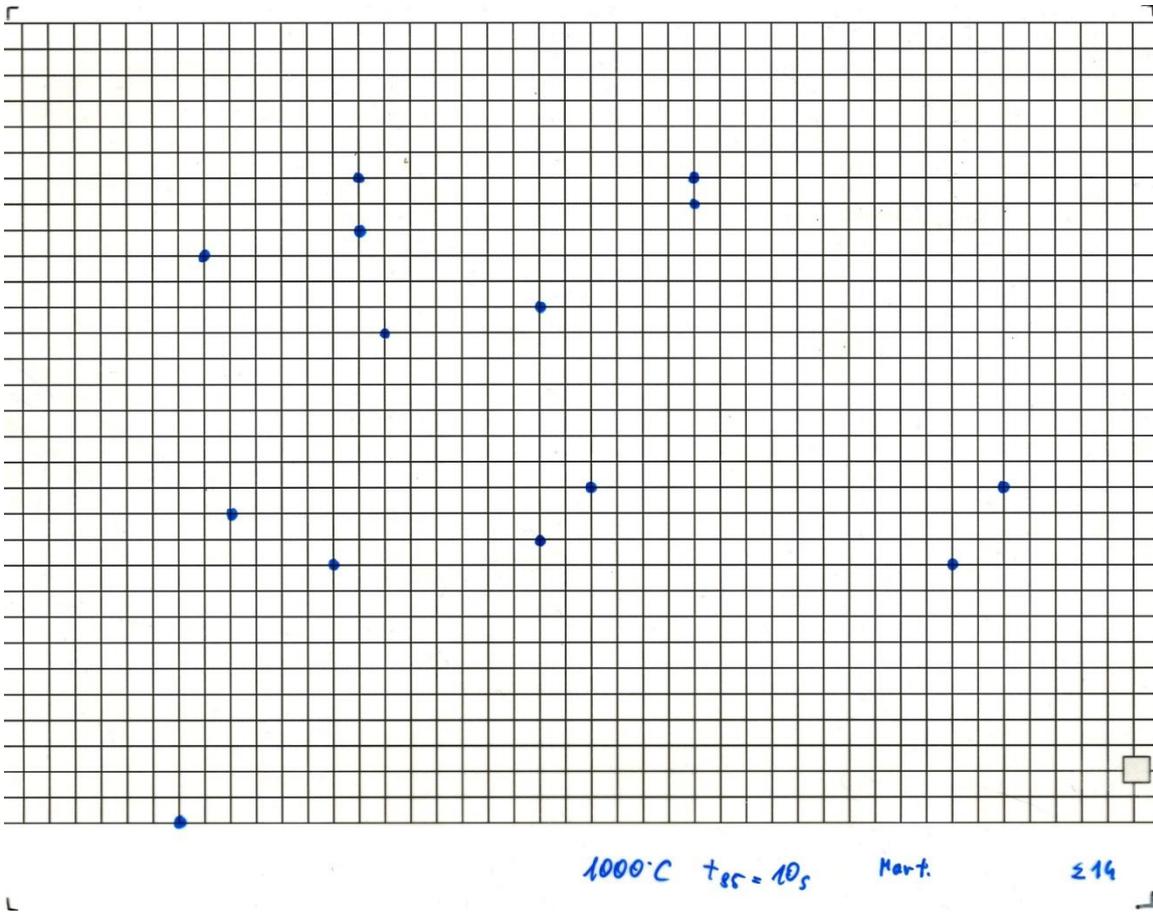
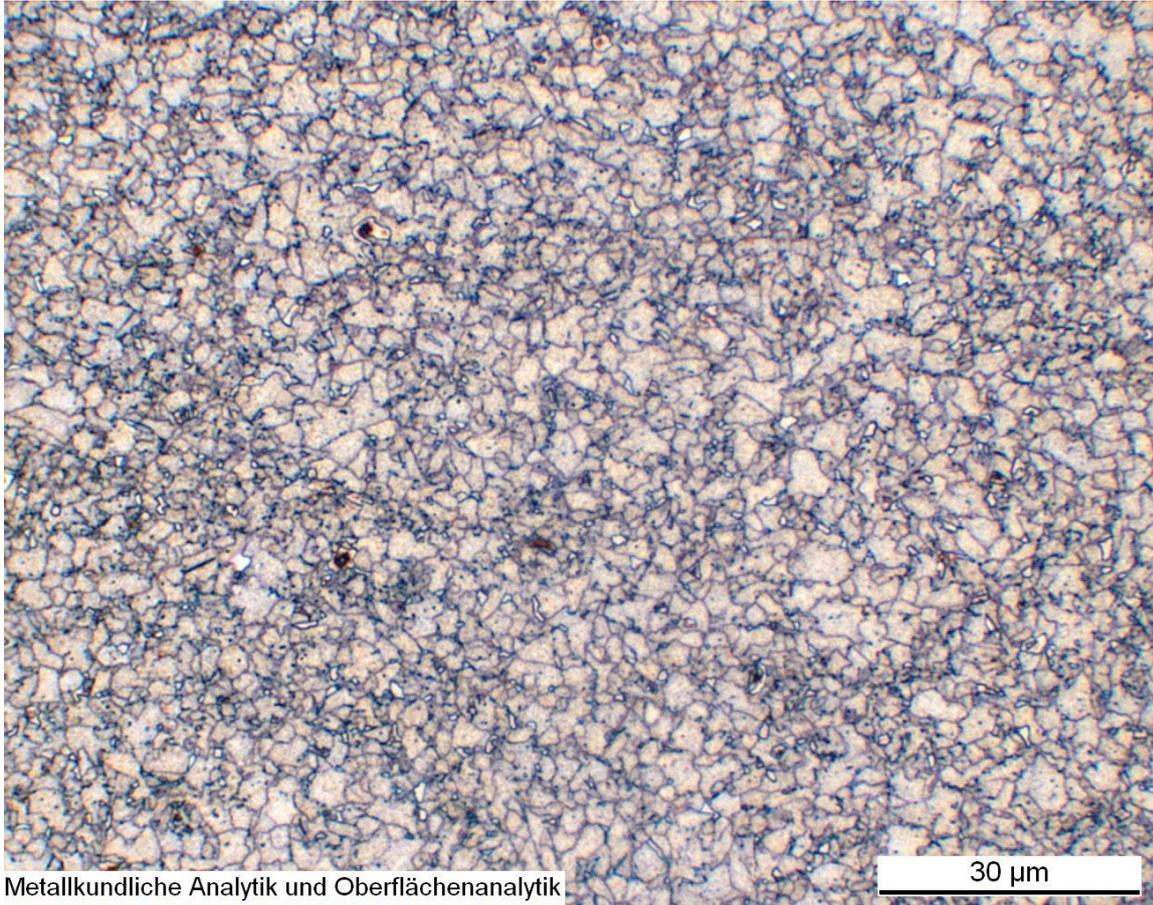


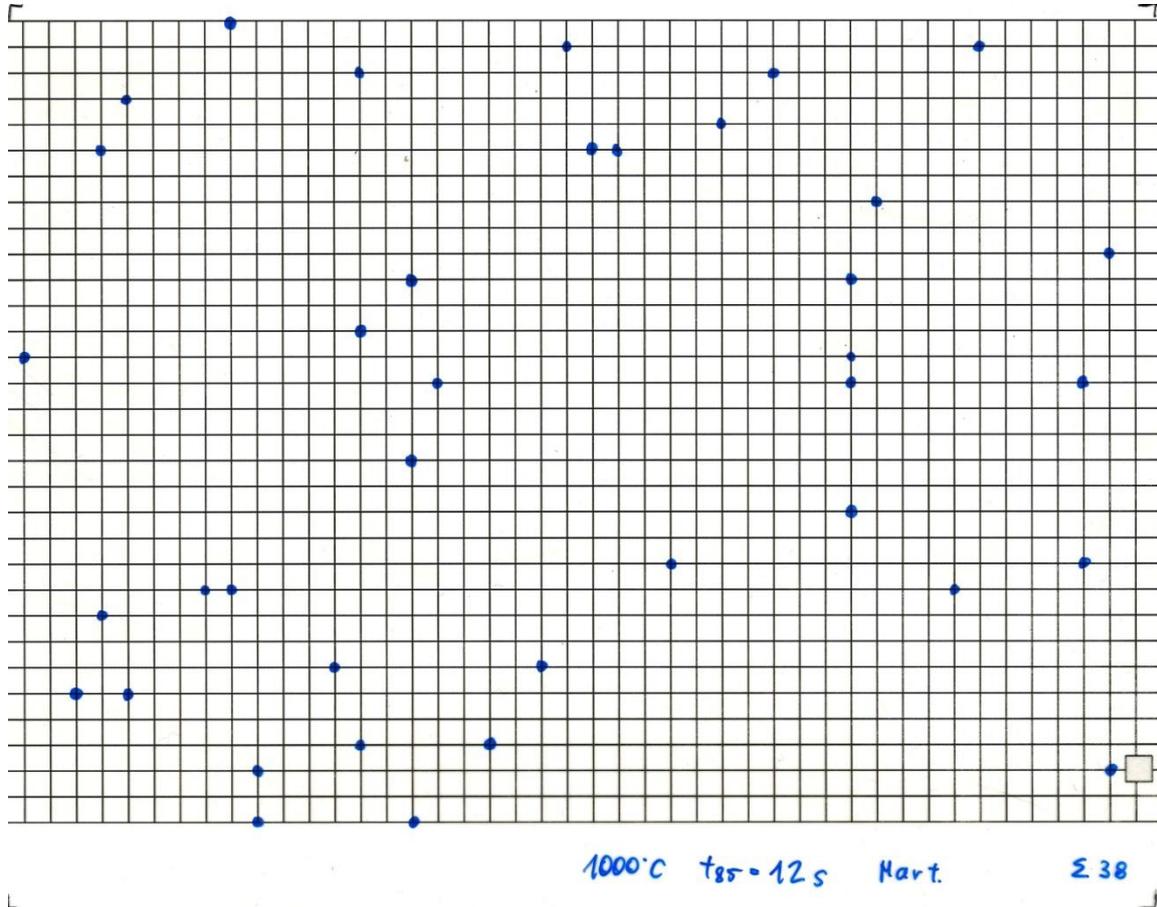
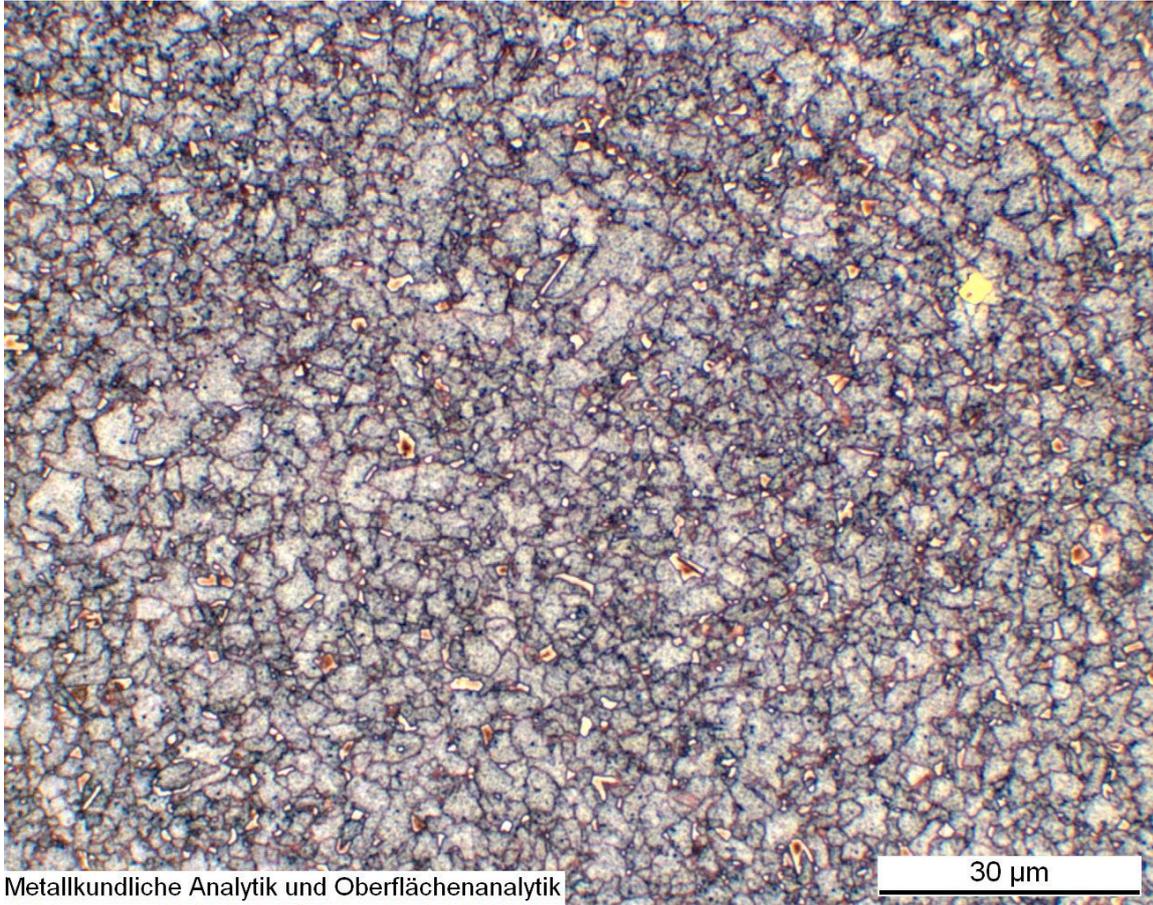


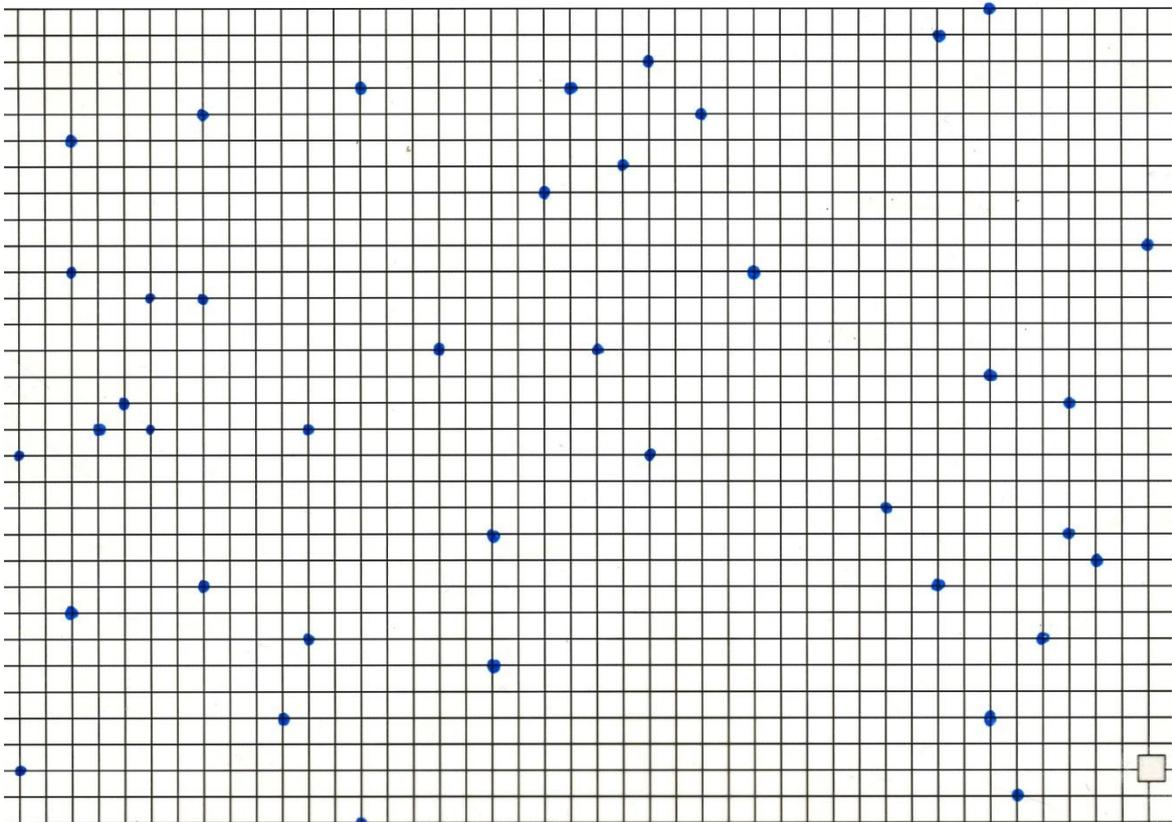
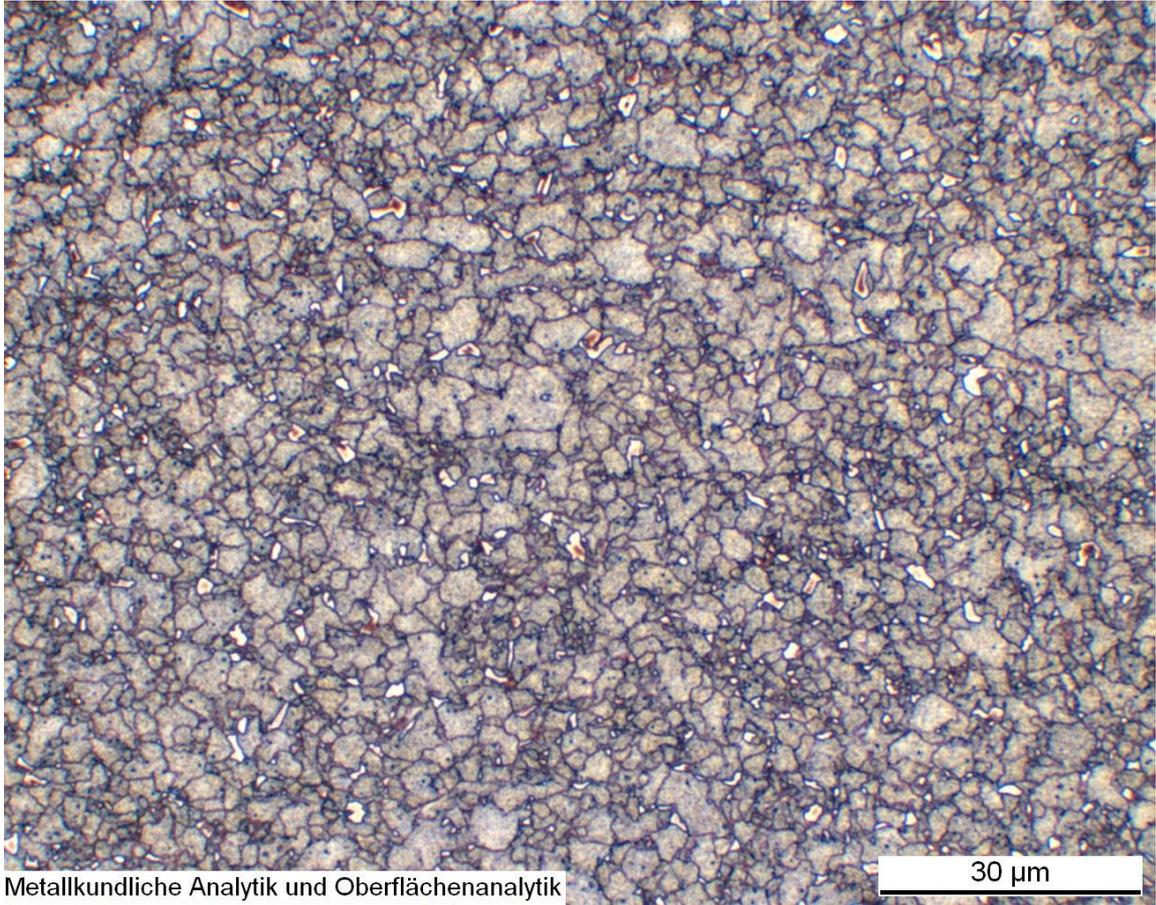






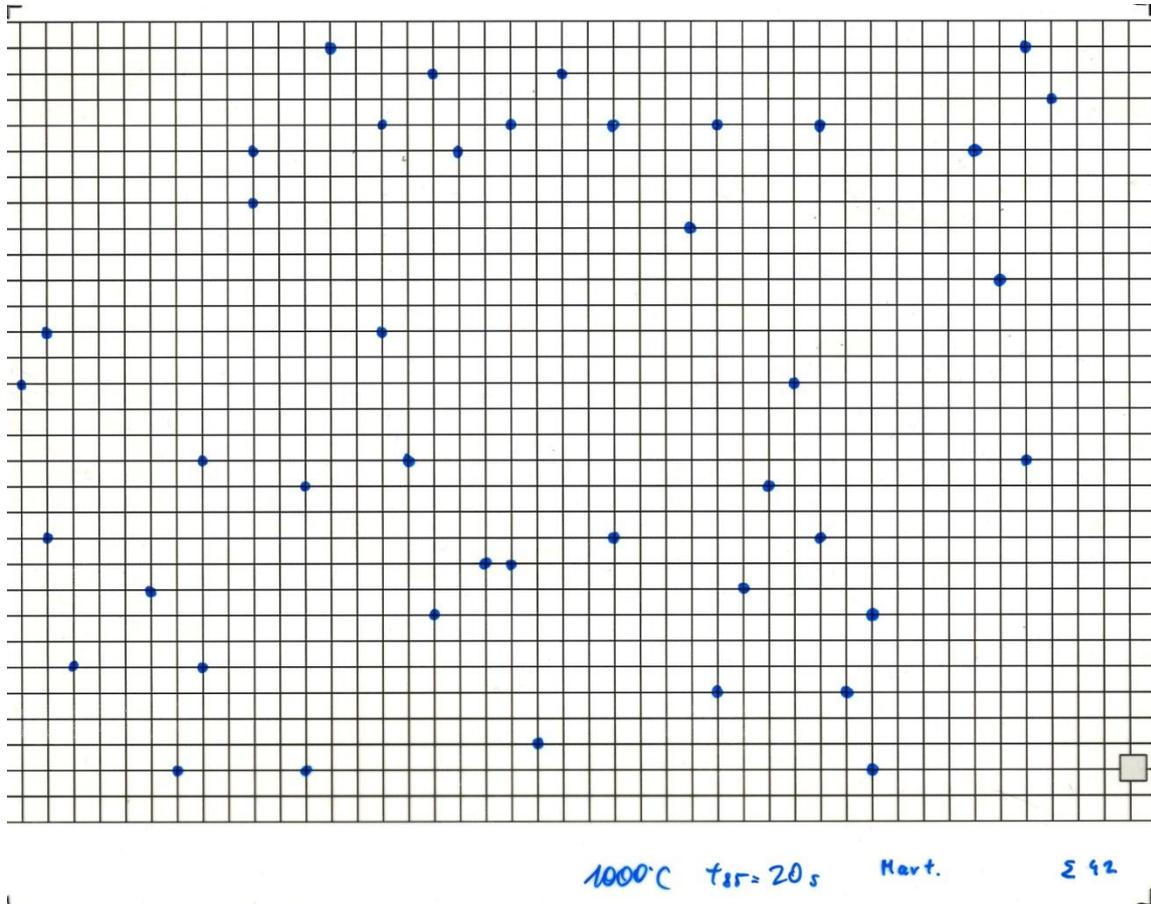
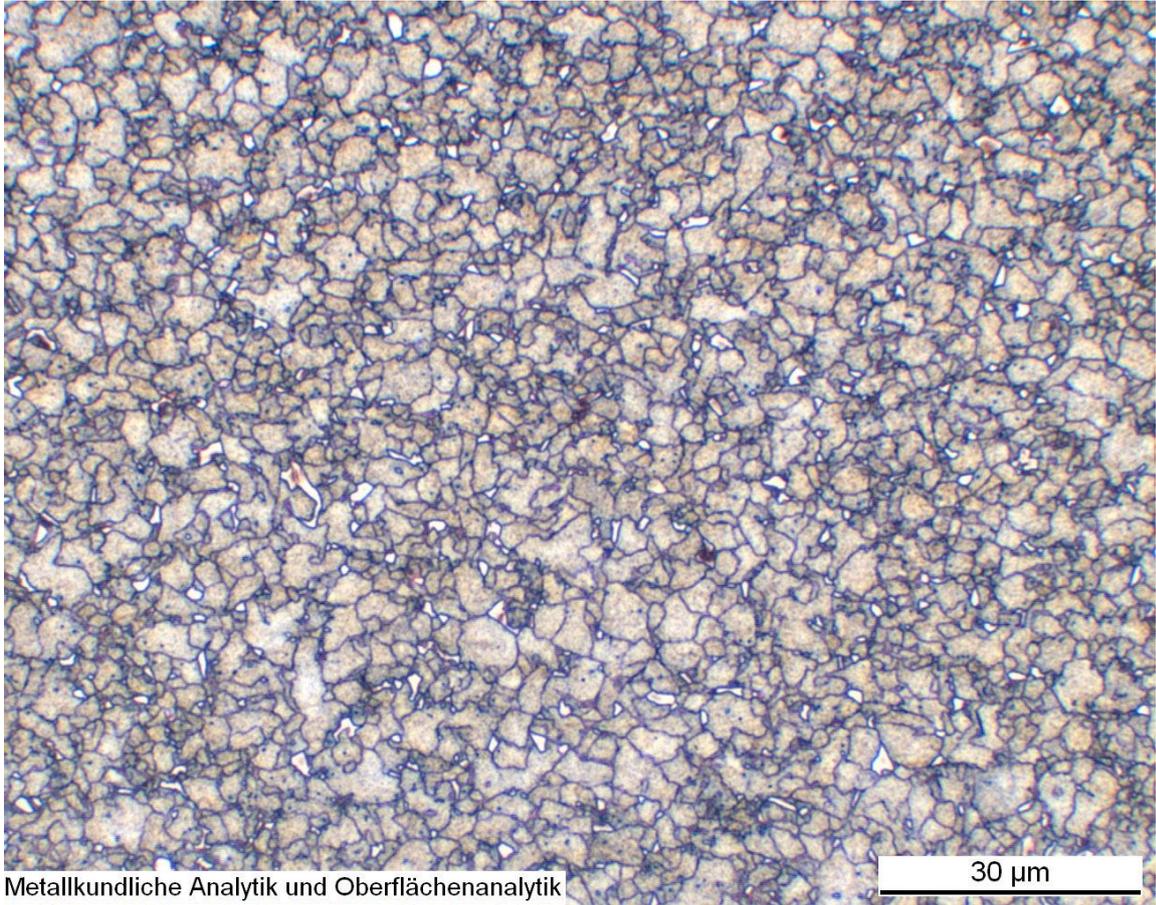


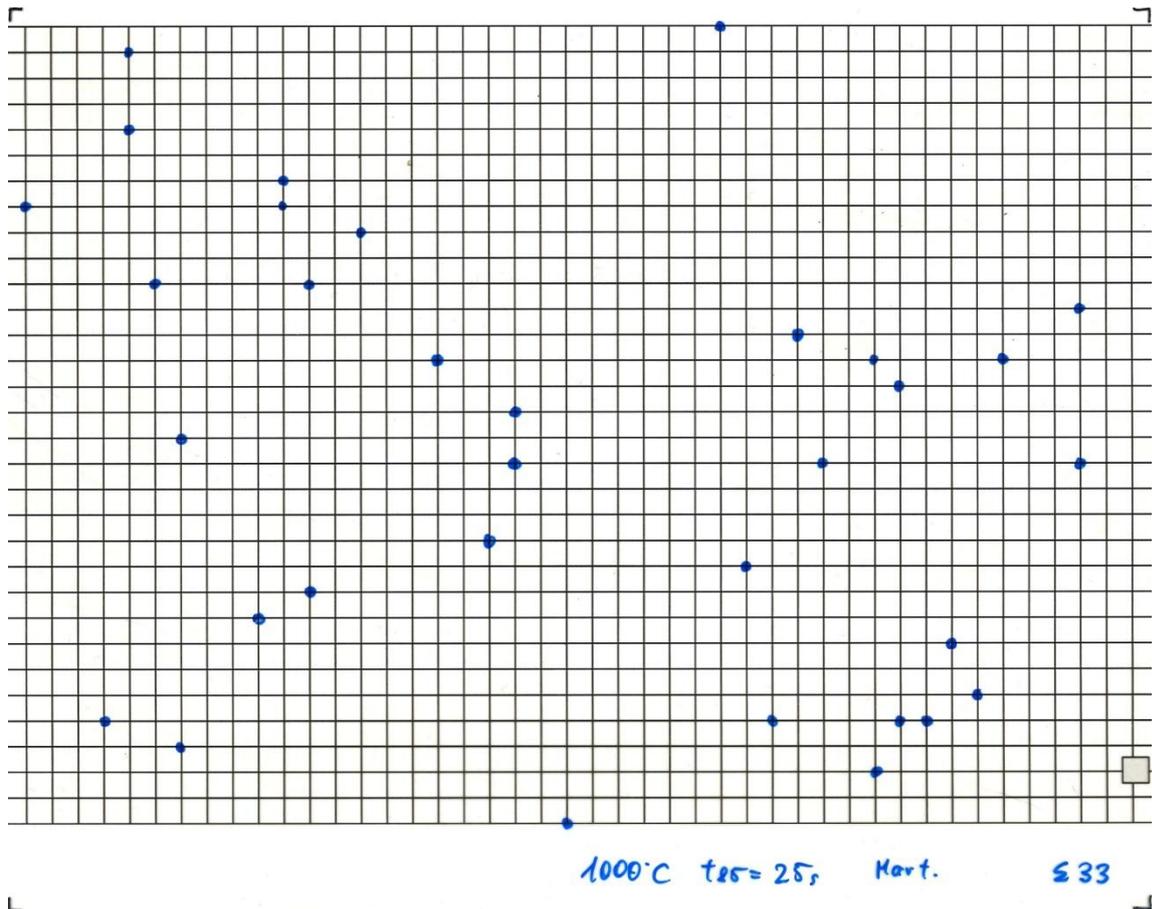
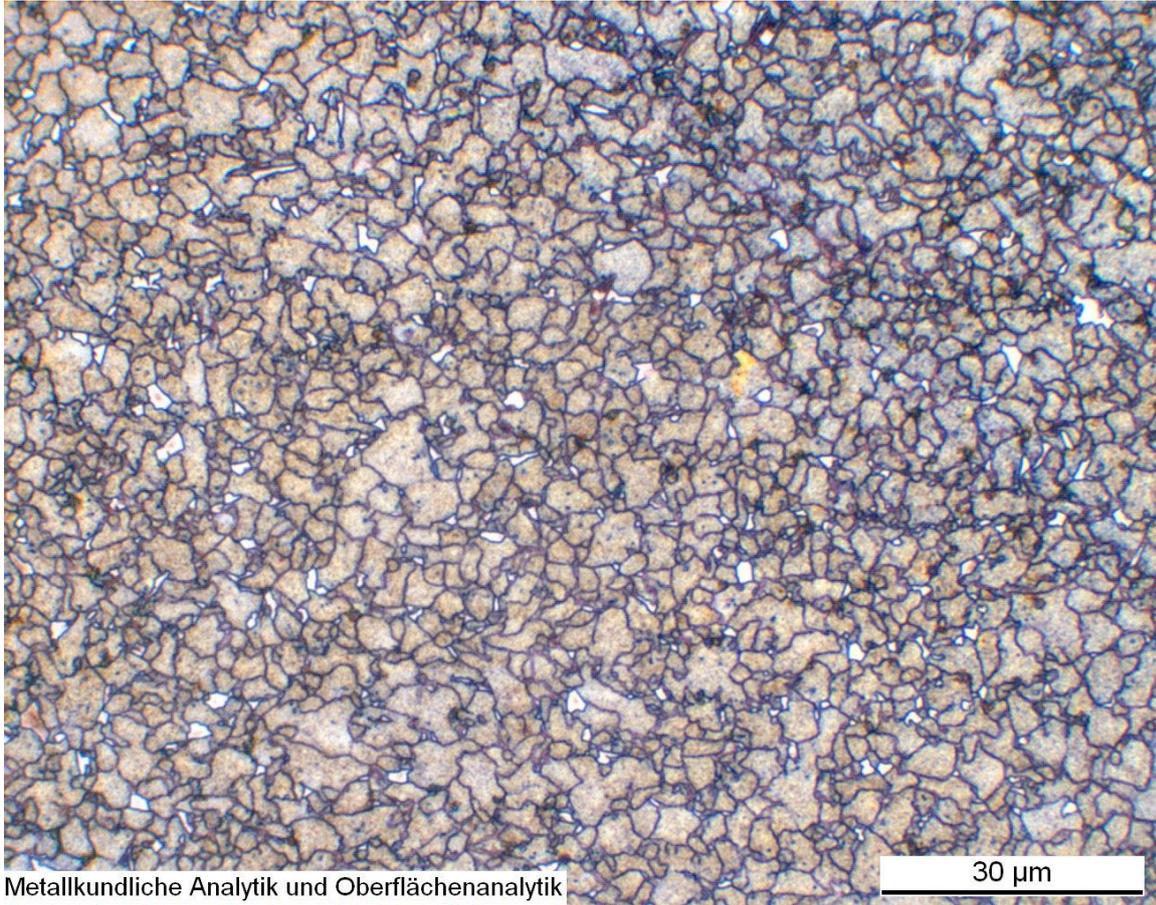


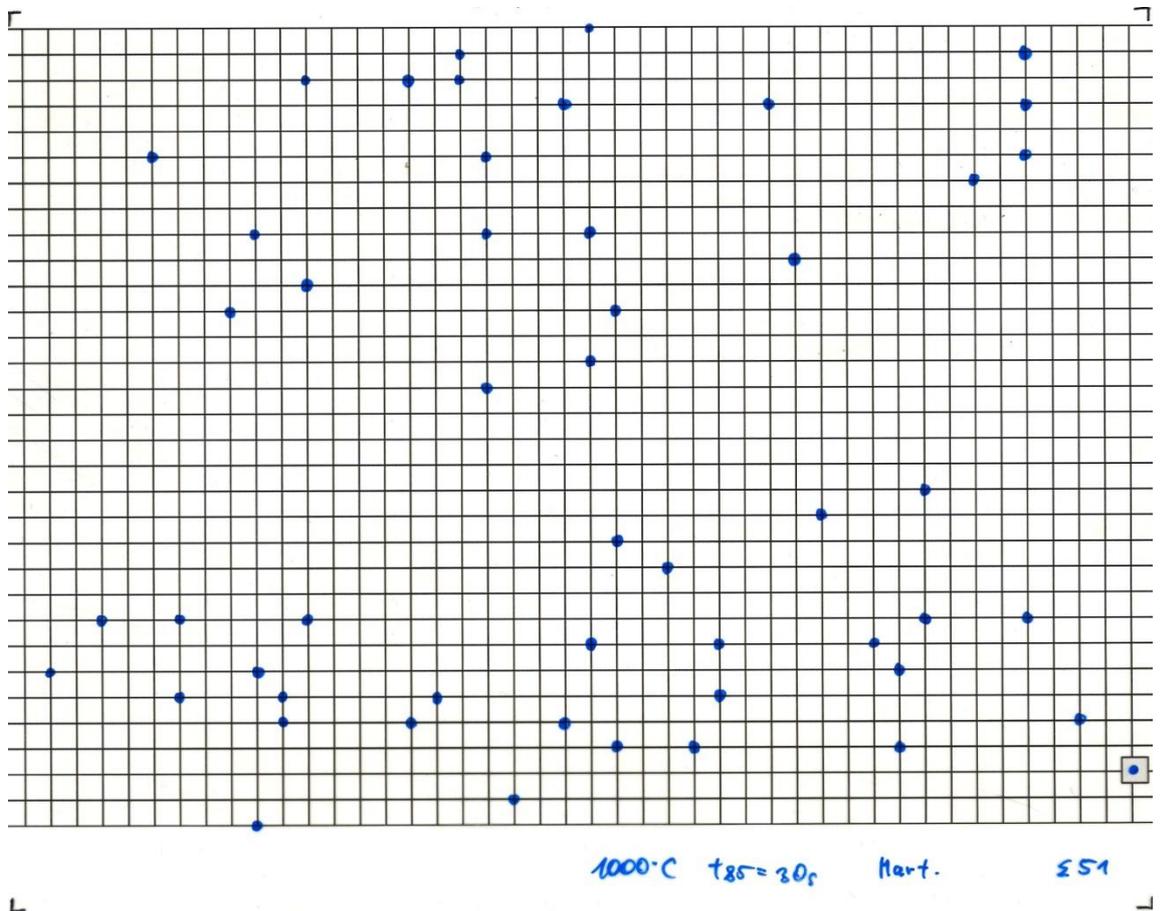
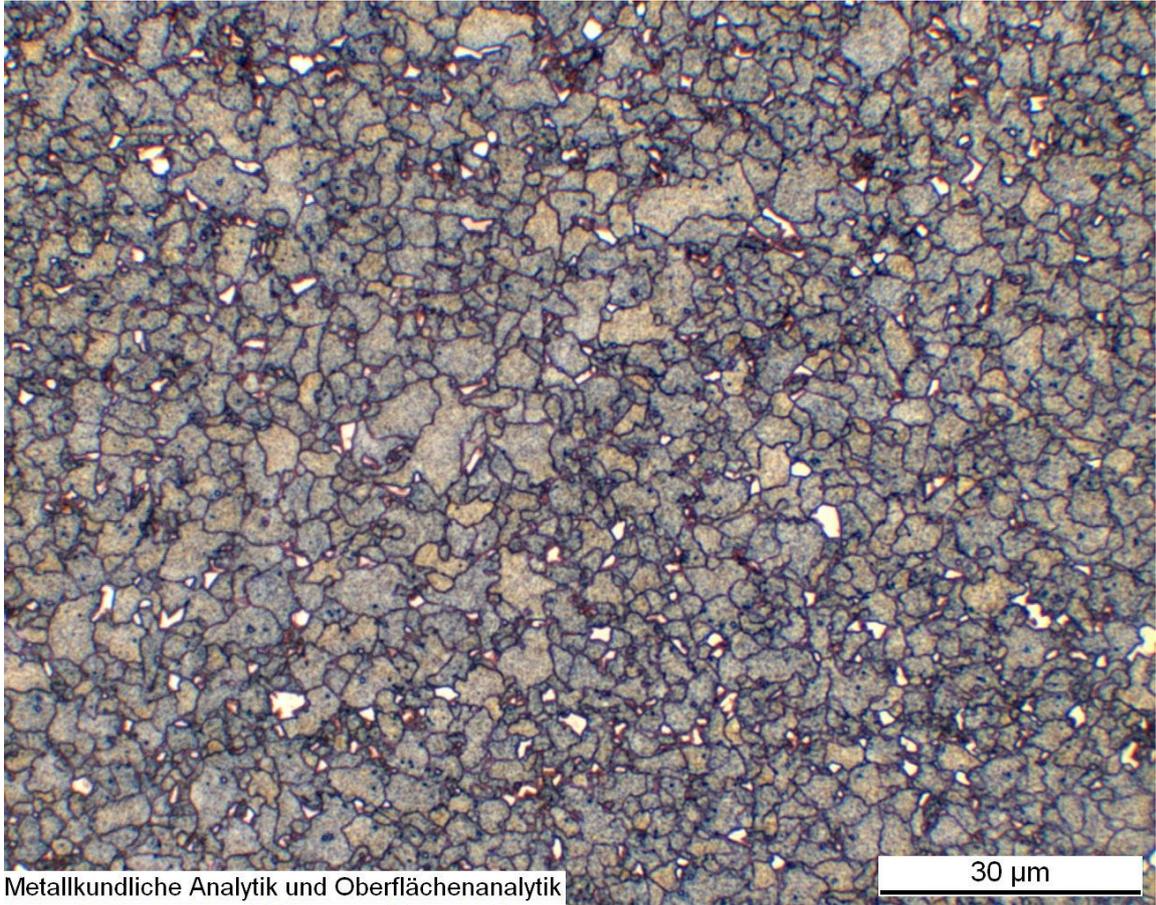


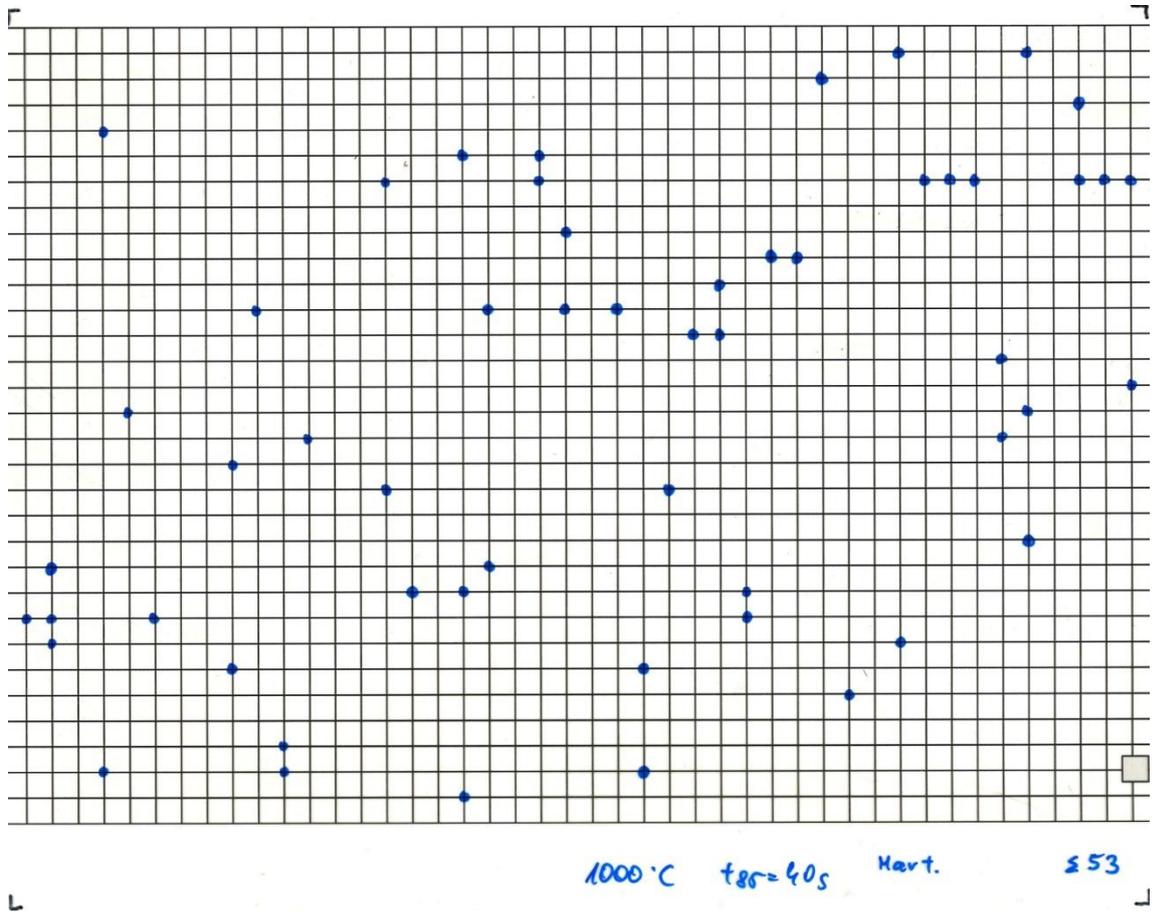
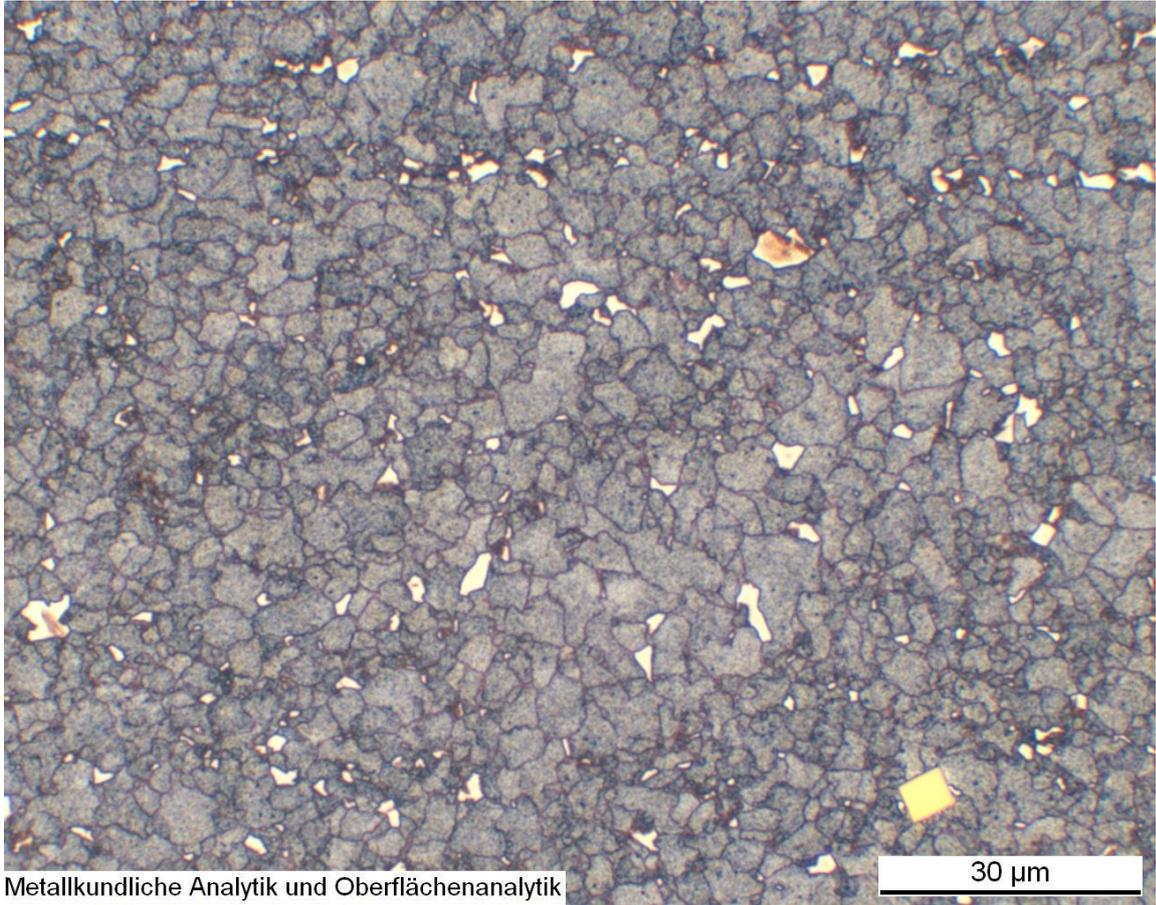
1000 °C t<sub>85-15s</sub>

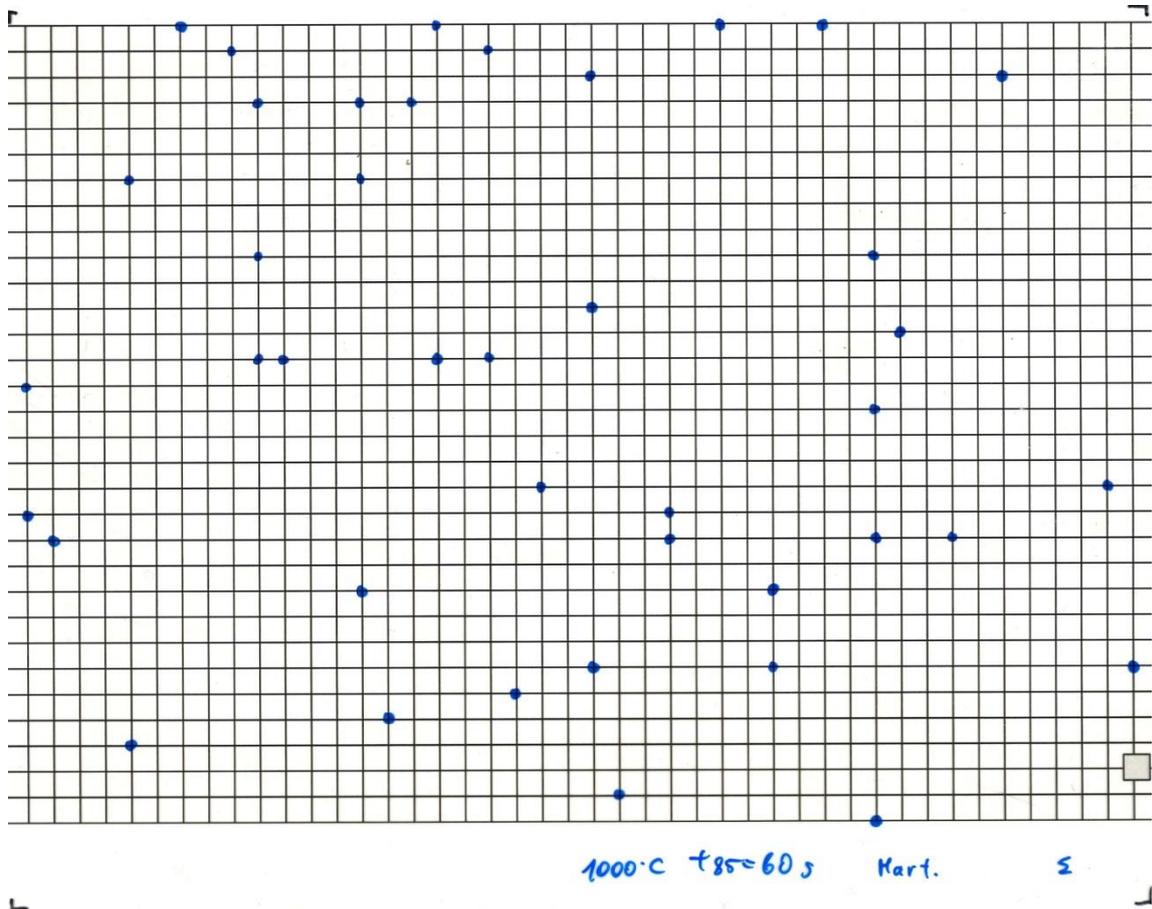
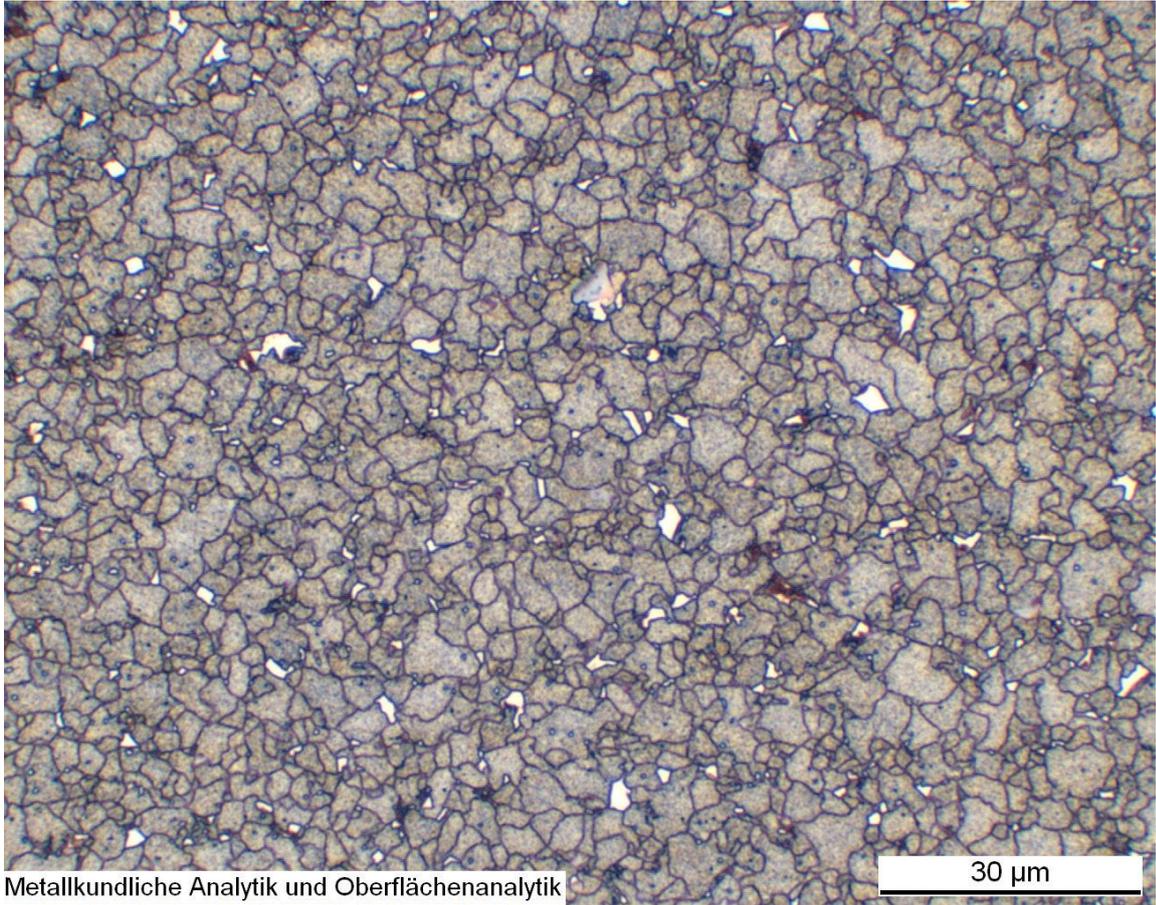
ε 39

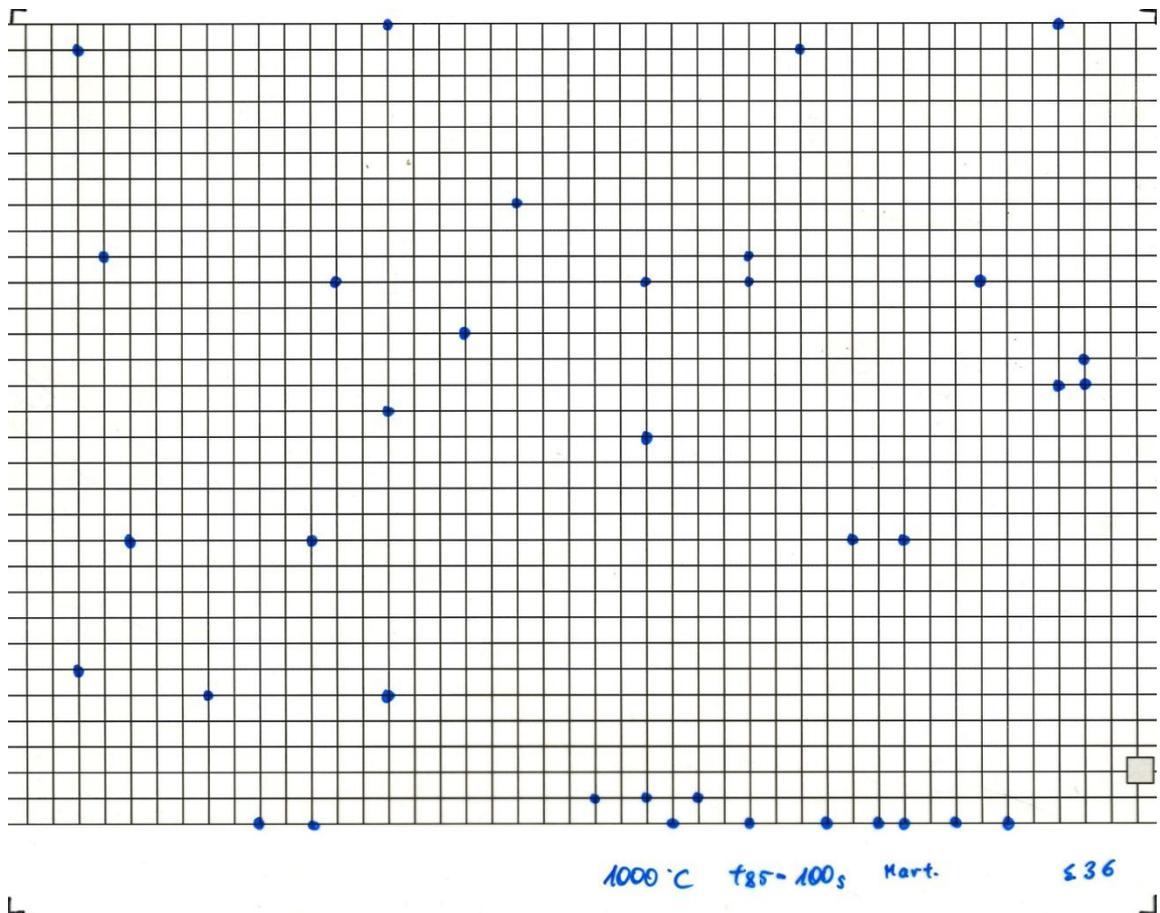
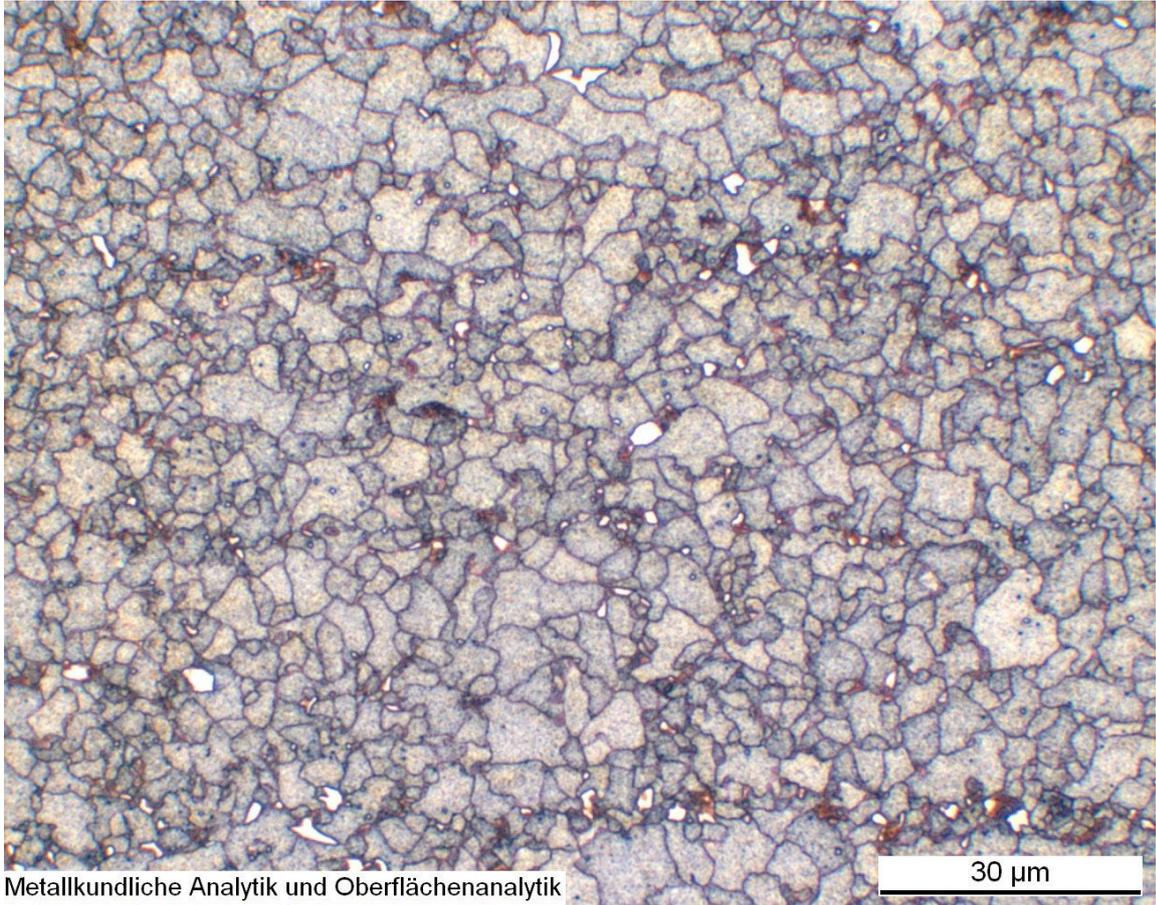


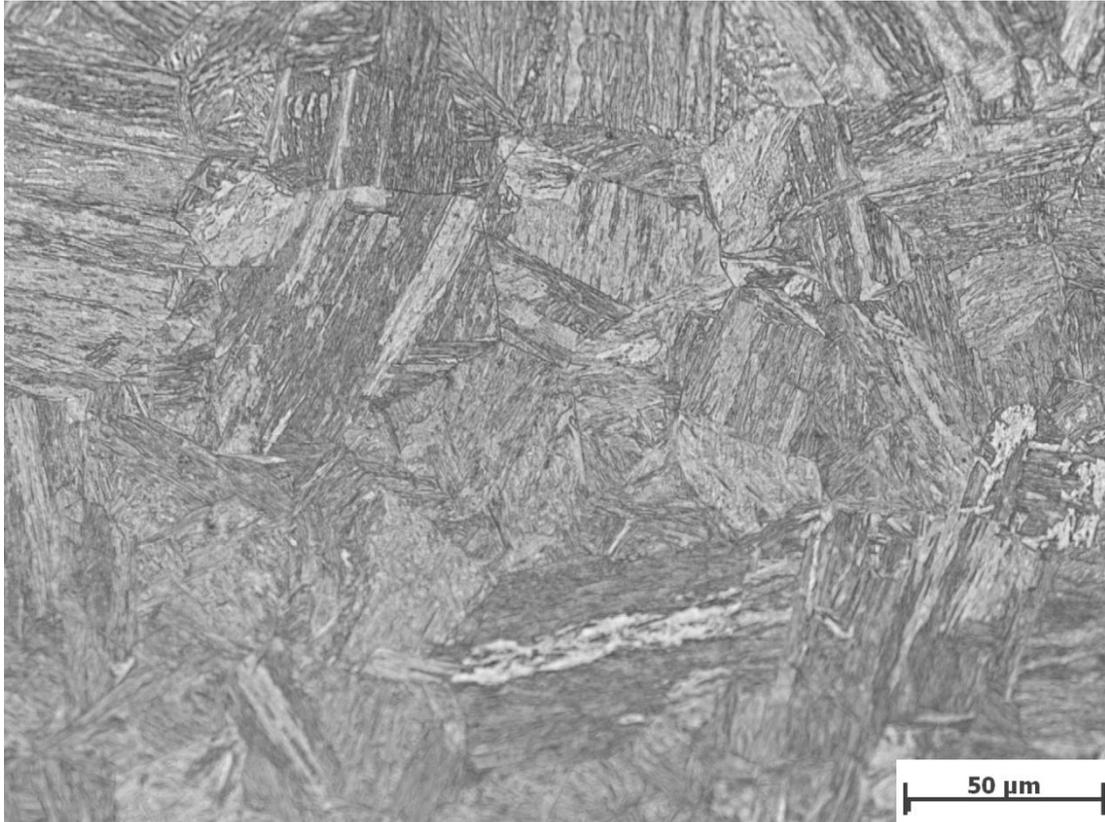






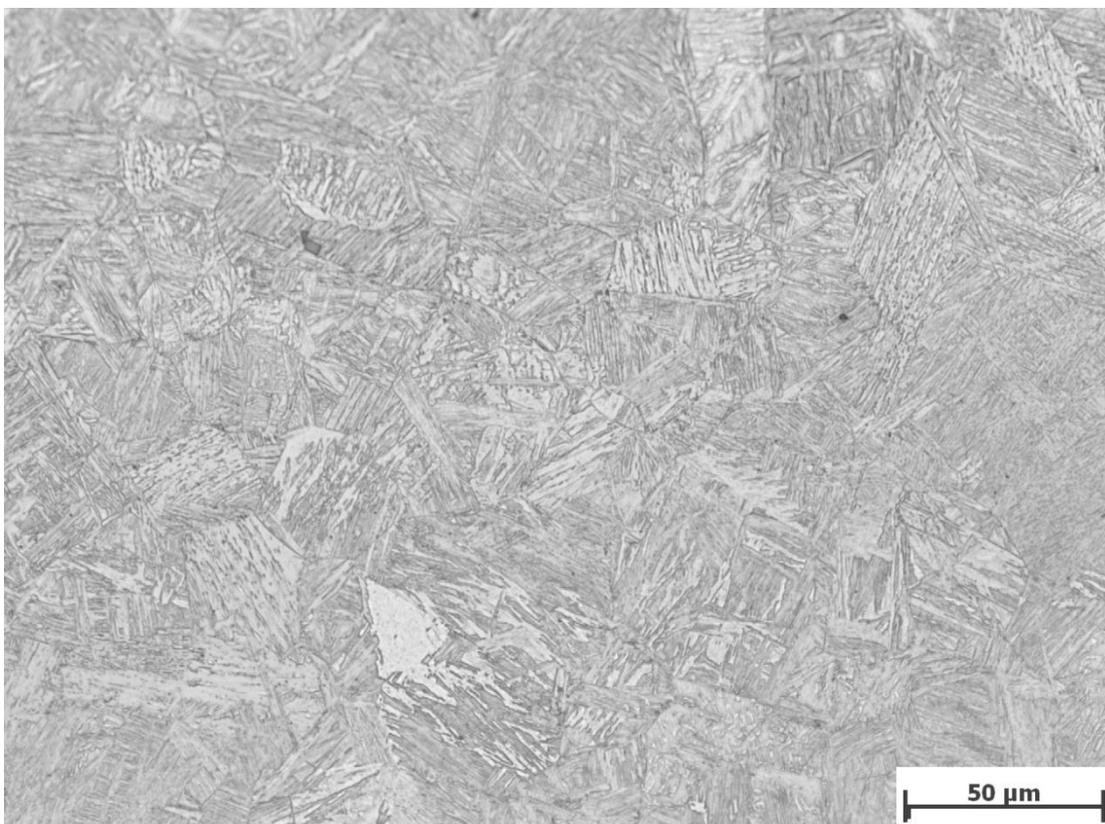






Mikroskopvergrößerung: 500,0x; Bildbreite: 278,91 μm

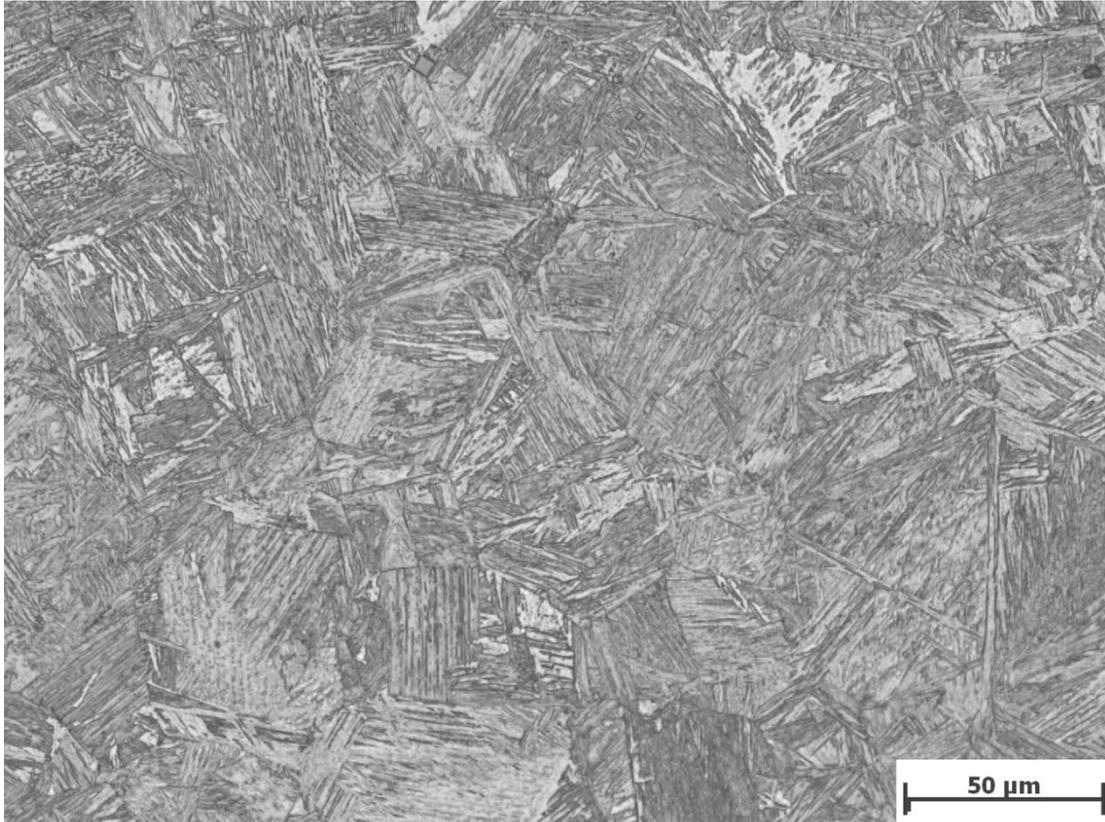
**Bildname: sz11u464.jpg**



Mikroskopvergrößerung: 500,0x; Bildbreite: 278,91 μm

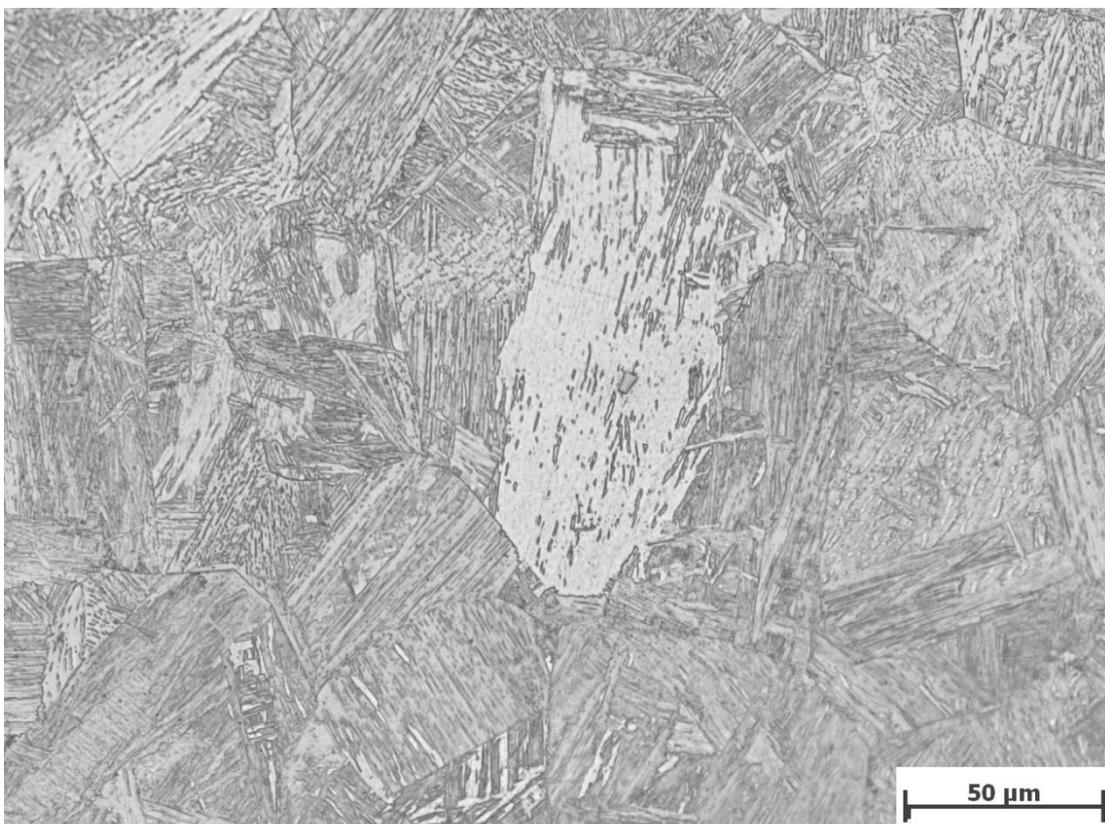
**Bildname: sz11u476.jpg**





Mikroskopvergrößerung: 500,0x; Bildbreite: 278,91 μm

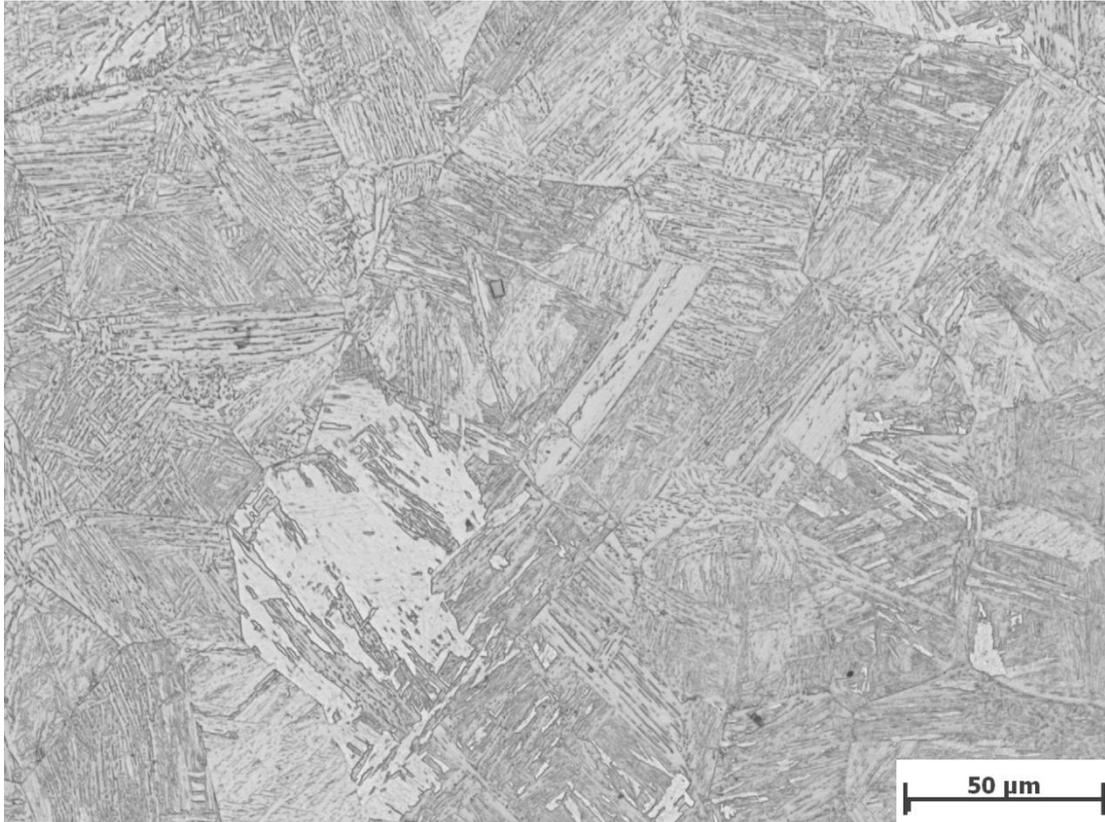
**Bildname: sz11u414.jpg**



Mikroskopvergrößerung: 500,0x; Bildbreite: 278,91 μm

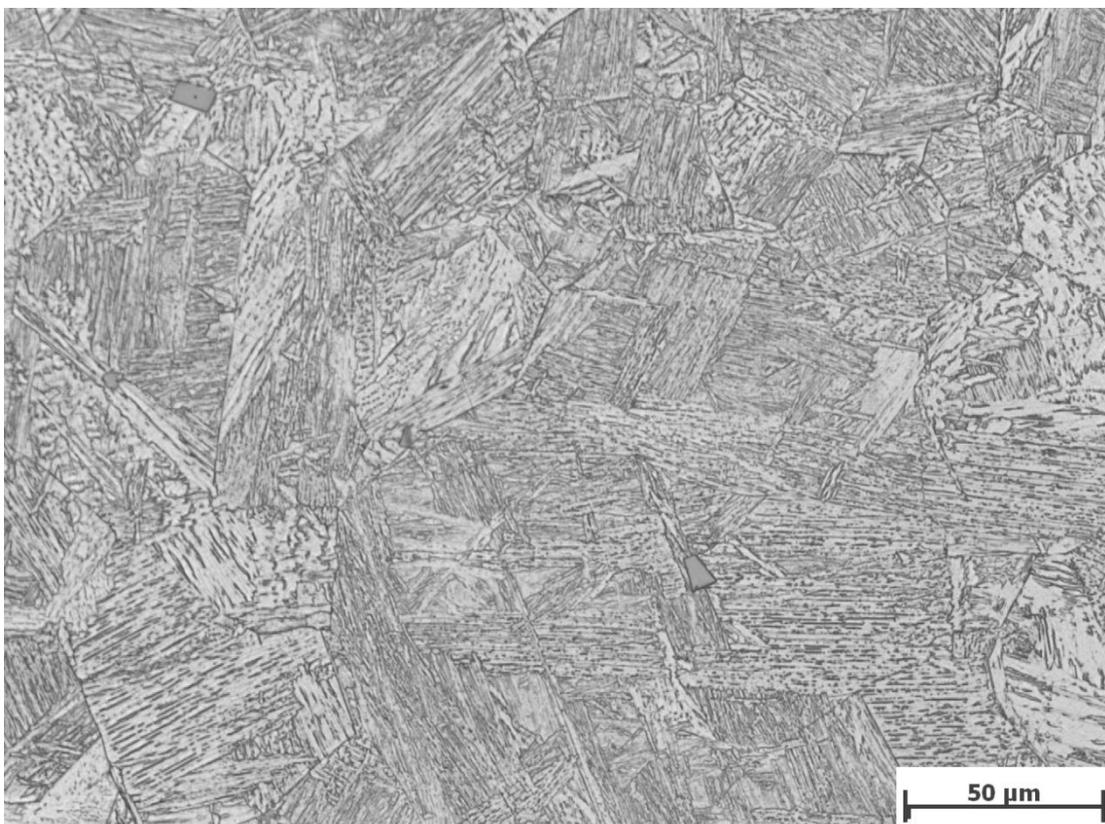
**Bildname: sz11u488.jpg**





Mikroskopvergrößerung: 500,0x; Bildbreite: 278,91 μm

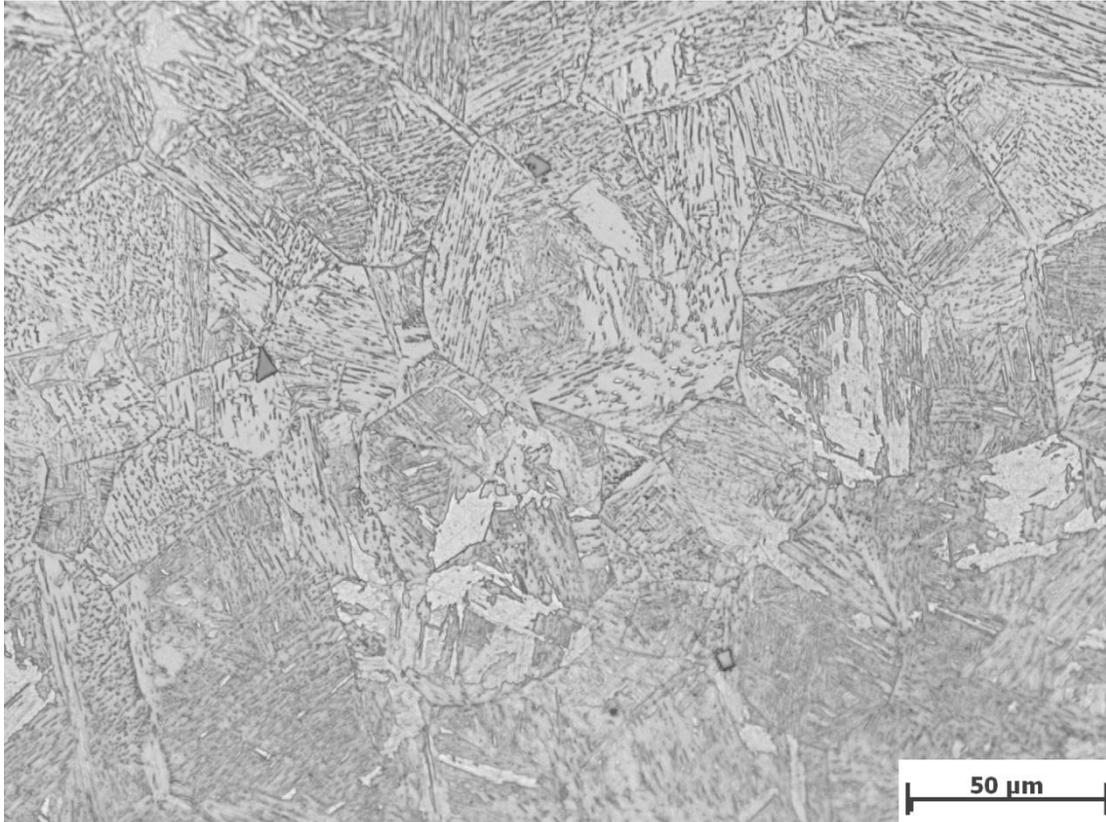
**Bildname: sz11u402.jpg**



Mikroskopvergrößerung: 500,0x; Bildbreite: 278,91 μm

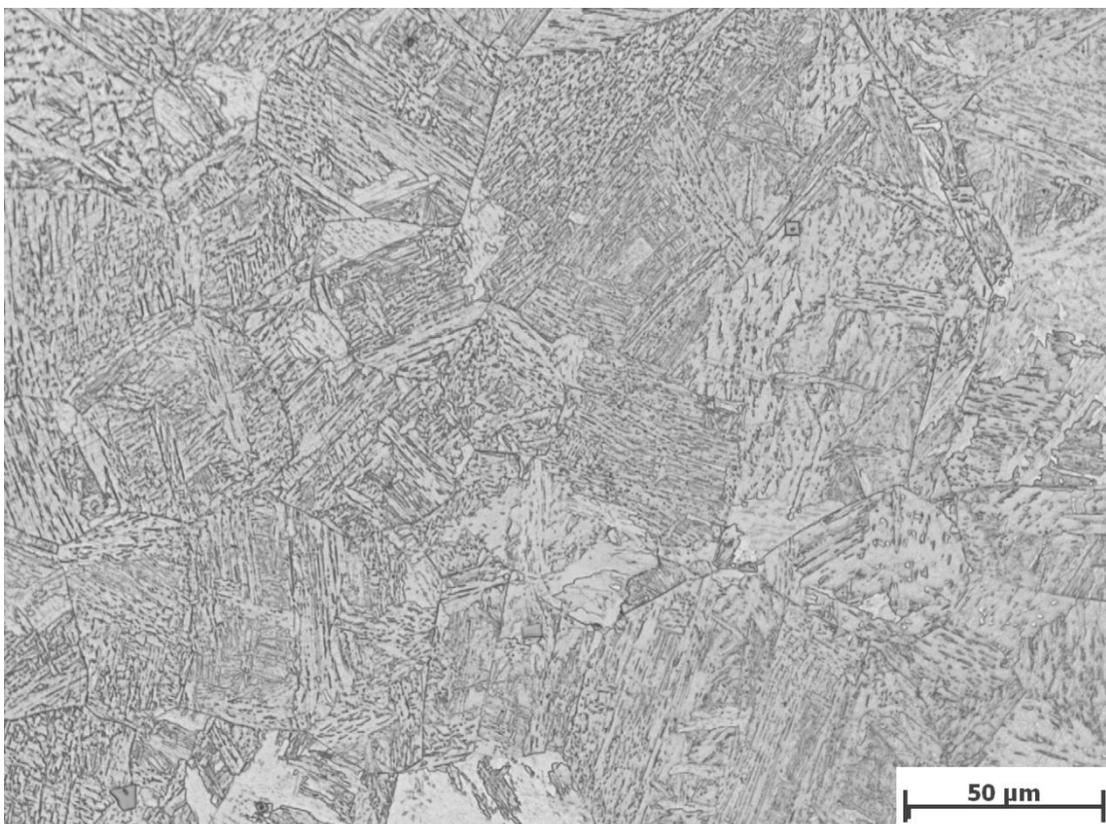
**Bildname: sz11u390.jpg**





Mikroskopvergrößerung: 500,0x; Bildbreite: 278,91 μm

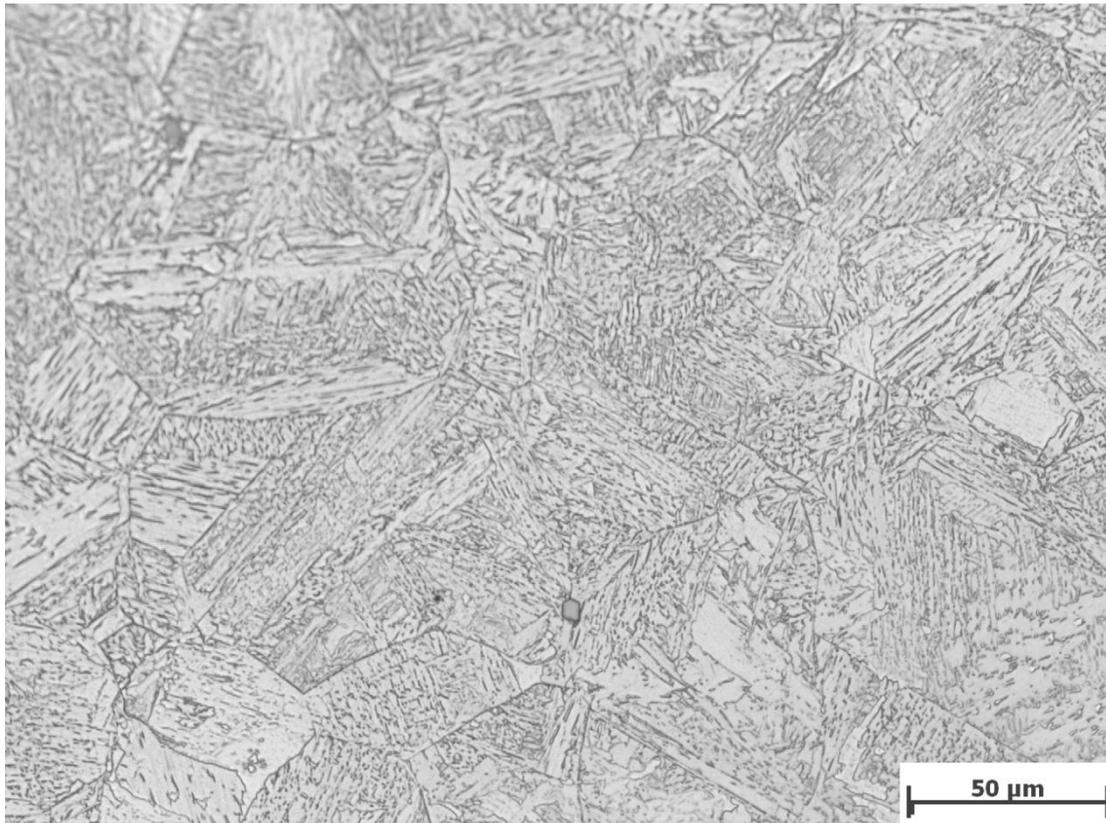
**Bildname: sz11u450.jpg**



Mikroskopvergrößerung: 500,0x; Bildbreite: 278,91 μm

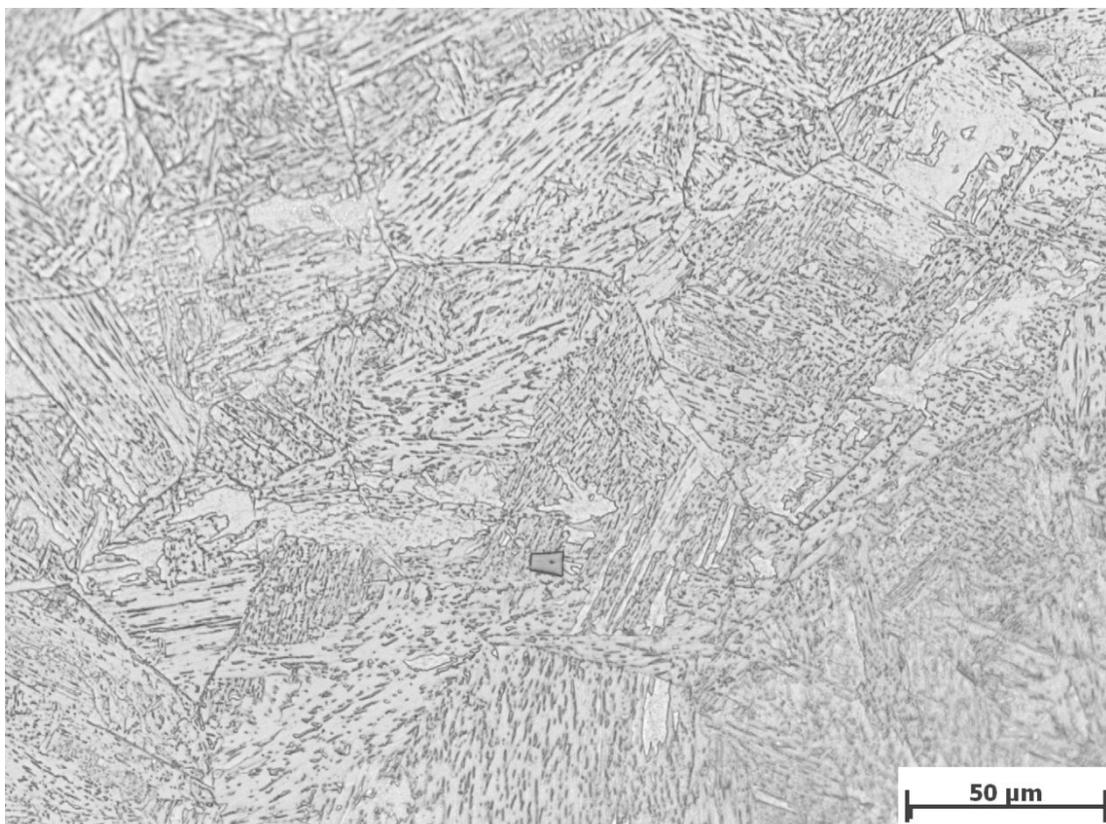
**Bildname: sz11u366.jpg**





Mikroskopvergrößerung: 500,0x; Bildbreite: 278,91 μm

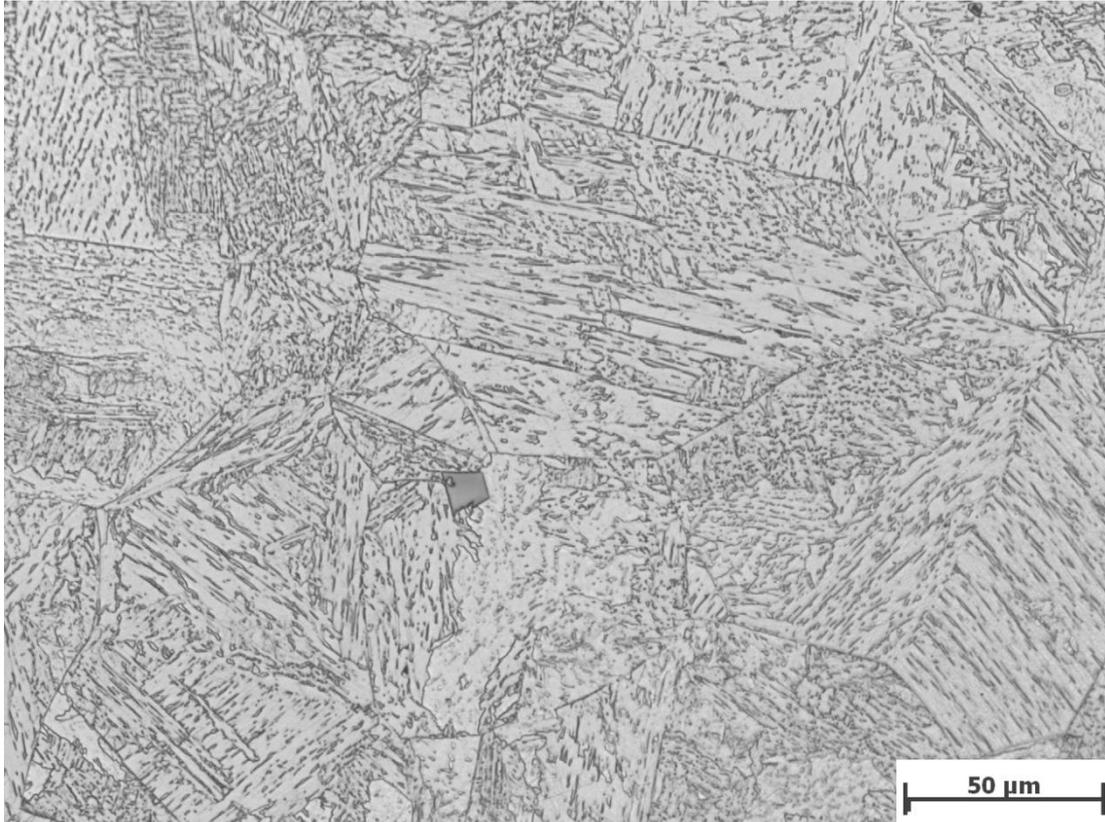
**Bildname: sz11u500.jpg**



Mikroskopvergrößerung: 500,0x; Bildbreite: 278,91 μm

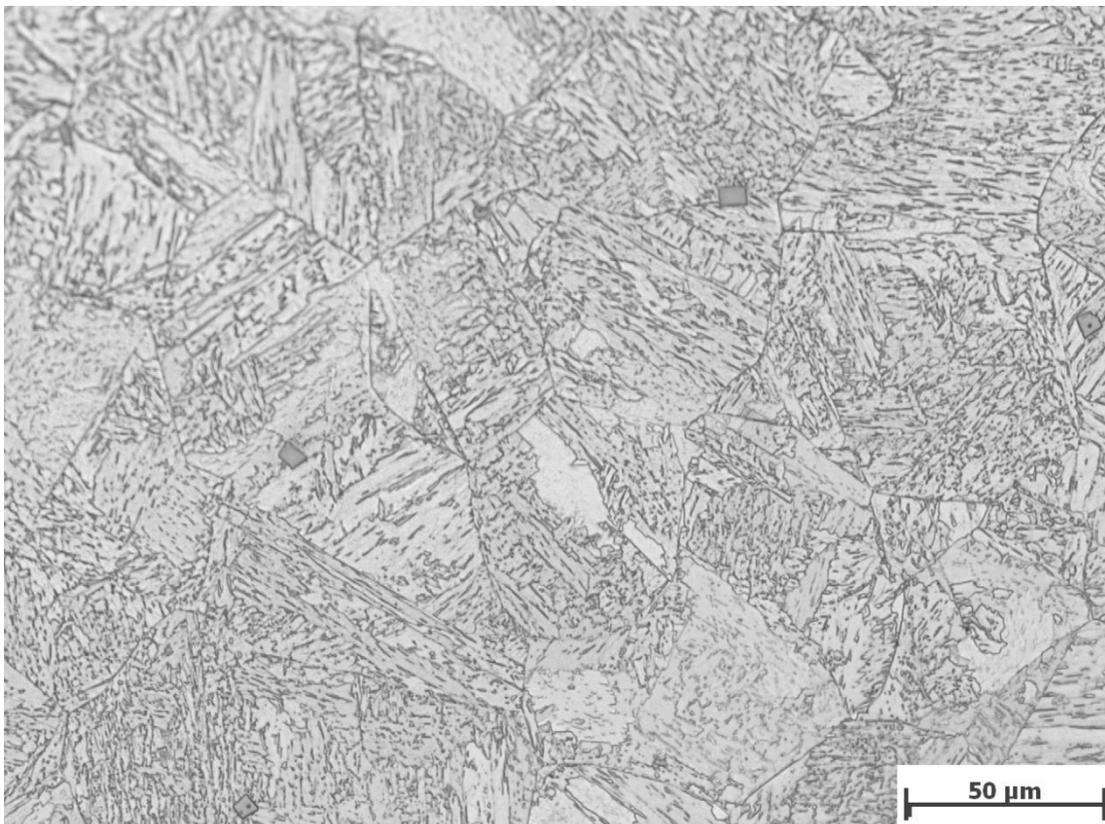
**Bildname: sz11u512.jpg**





Mikroskopvergrößerung: 500,0x; Bildbreite: 278,91 μm

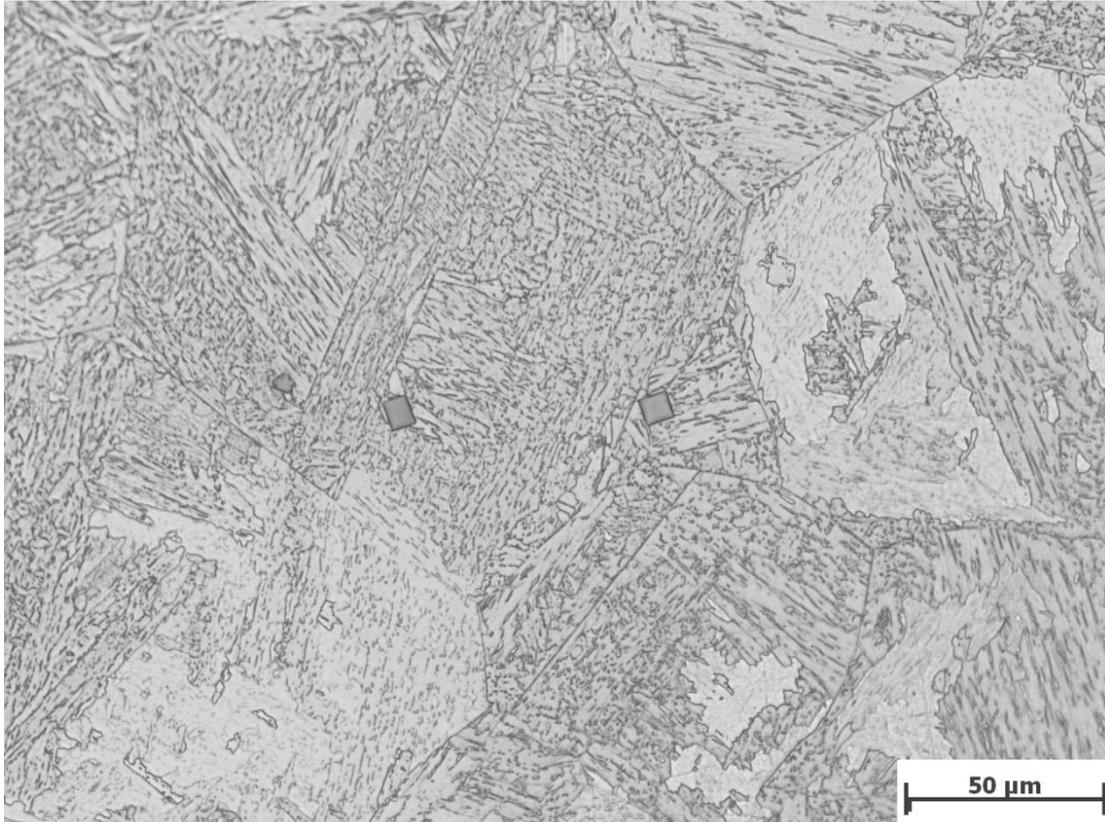
Bildname: sz11u353.jpg



Mikroskopvergrößerung: 500,0x; Bildbreite: 278,91 μm

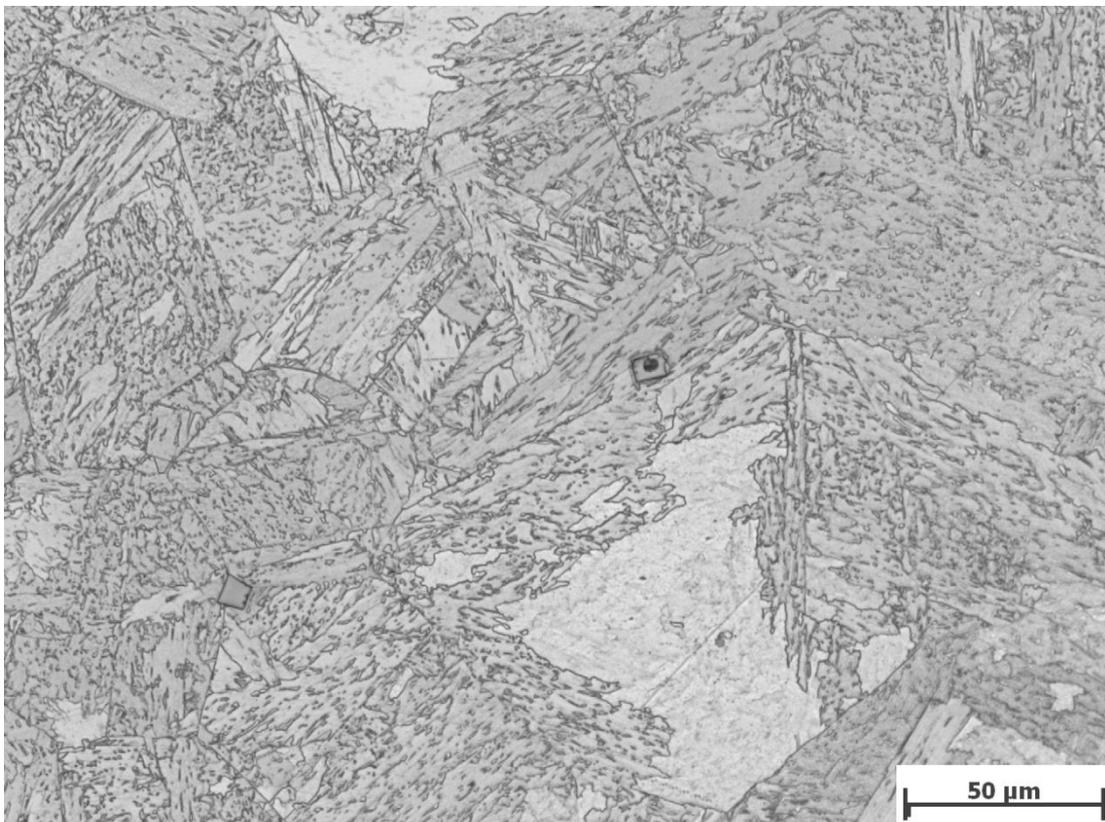
Bildname: sz11u524.jpg





Mikroskopvergrößerung: 500,0x; Bildbreite: 278,91 μm

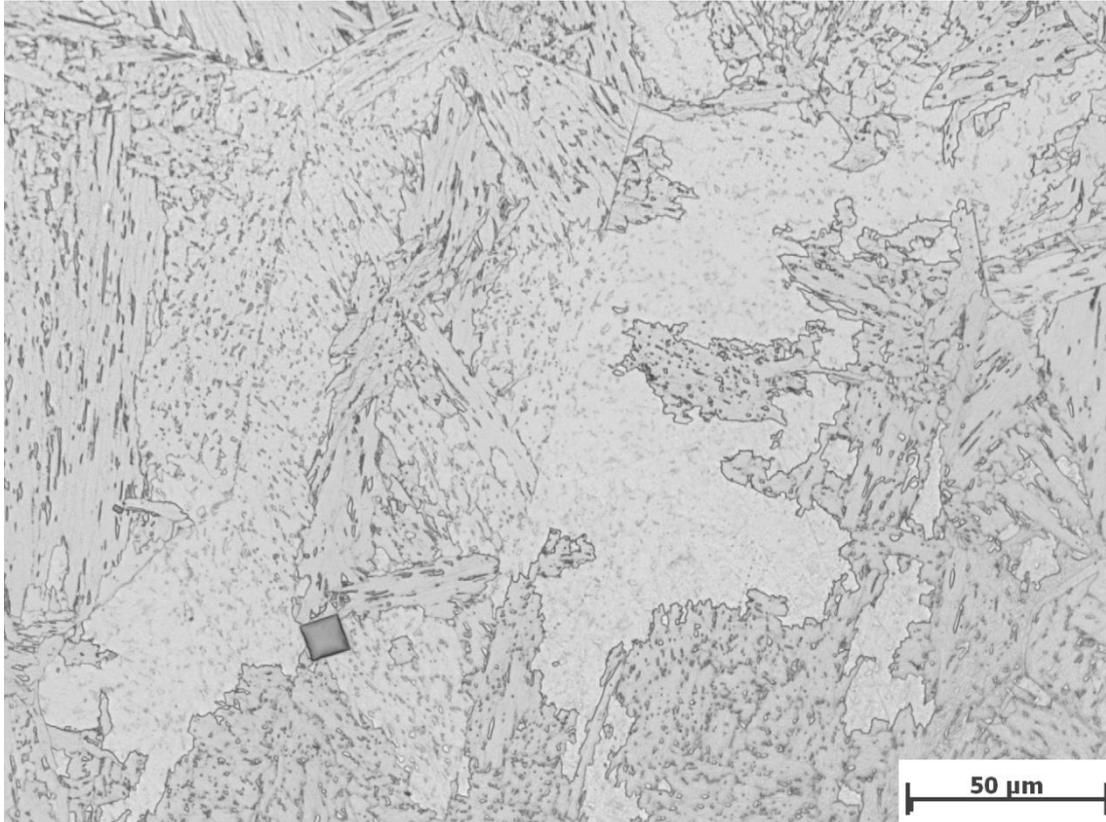
**Bildname: sz11u438.jpg**



Mikroskopvergrößerung: 500,0x; Bildbreite: 278,91 μm

**Bildname: sz11u378.jpg**





Mikroskopvergrößerung: 500,0x; Bildbreite: 278,91 μm

Bildname: sz11u426.jpg

