

**Untersuchung des ersten Duktilitätsminimums eines Stahles mit  
einer neu entwickelten Aufschmelz-Heißzugprüfmethode**

**Dissertation  
Dipl.-Ing. Dragan Djuric**

Zum Erlangen des akademischen Grades  
**Doktor der technischen Wissenschaften**

Eingereicht am:  
Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik  
Technische Universität Graz

Betreuer:  
Dipl.-Ing. Dr. techn. Bernhard Sonderegger  
Gutachter:  
Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. Christof Sommitsch,  
Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. Ernst Kozeschnik

Diese Arbeit wurde im Rahmen des K1-MET Projektes in Zusammenarbeit mit der voestalpine Stahl Linz GmbH und voestalpine Stahl Donawitz GmbH CoKG durchgeführt

**Ljubinka Dusan Herbert Milan Leander Kurt Daniel Horst Bernhard Christian  
Ozan Johannes Christof Matthias Semin Gernot Norbert Matthew Florian Bojana  
Dominik Ernst Sergiu Suzana Sabine Peter Rudolf Thomas Michael  
Manuela Isabella Claudia Jakob Sergiu Stojan Andreas Robert Martina Daniel**

Ich danke Euch!

# 1 Inhaltsverzeichnis

1	Inhaltsverzeichnis .....	1
2	Abkürzungsverzeichnis .....	3
3	Kurzfassung/Abstract .....	4
4	Einleitung .....	6
5	Aufgabenstellung .....	7
6	Theoretische Grundlagen .....	8
6.1	Erstarrung von Schmelzen .....	8
6.2	Stranggießen .....	15
6.3	Risse (Strangfehler) beim Stranggießen .....	16
6.3.1	Allgemeines .....	16
6.3.2	Heißrisse .....	19
6.4	Versuchsmethoden für Heißzugversuche: Stand der Technik .....	23
6.4.1	Konduktive Heizung (Gleeble®) .....	24
6.4.2	Induktive Heizung .....	25
6.4.3	Umschmelzmethoden ohne externe Schmelzbadsicherung .....	27
6.4.4	Bewertung von Heißrissen mit dem Heißzugversuch .....	32
7	Entwicklung der neuen in-situ Heißzugprüfmethode .....	39
7.1	Anforderungen .....	39
7.2	BETA 250-5 Heißzugdruckprüfmaschine (BETA) .....	39
7.2.1	Induktionserwärmung .....	42
7.2.2	Wärmesituation in der Probe .....	43
7.2.3	Temperaturmessung .....	44
8	Vorversuche .....	46
8.1	Aufschmelzversuche mit Schutzröhrchen .....	46
8.2	Aufschmelzversuche ohne Schutzröhrchen .....	48
8.3	Neues Konzept .....	53
9	Experimentelle Untersuchung des ersten Duktilitätsminimums .....	55

9.1.1	Versuchsdurchführung.....	55
9.1.2	Werkstoff.....	57
9.1.3	Mechanische Kennwerte .....	60
9.1.4	Makroskopische Untersuchung .....	64
9.1.5	Untersuchung der Bruchflächen mittels REM.....	66
9.1.6	Lichtmikroskopische Untersuchung der Proben getestet im Feinvakuum	72
9.1.7	Charakterisierung der Randschicht-Mikrostruktur mittels LiMi, EDX und Mikrohärtemessung .....	75
9.1.8	LiMi-Untersuchung von Hochvakuum- und Argon-Versuchen .....	81
9.1.9	Mikrosondenuntersuchungen .....	82
10	Diskussion.....	84
10.1	Versuchsmethode .....	84
10.2	Mechanische Kennwerte.....	86
10.3	Rissbildungsmechanismen .....	89
11	Zusammenfassung/ Ausblick .....	92
12	Anhang.....	95
12.1	Berechnungen mit JMatPro.....	95
12.2	Ermittlung der optimalen Aufschmelzparameter .....	95
12.3	Verwendete Geräte .....	101
12.4	Bauanleitung für eine Induktionsspule .....	103
13	Literaturverzeichnis.....	105



## 2 Abkürzungsverzeichnis

Abkürzung	Wort/Wortgruppe	Einheit
$A_0$	Ausgangsquerschnittsfläche	$m^2$
$A_f$	Bruchfläche	$m^2$
BTR	brittle temperature range	$^{\circ}C$
FV	Feinvakuum	
$g_k$	freie Enthalpie Kristall	J
$g_s$	freie Enthalpie Schmelze	J
H	Enthalpie	J
HR, HRS	Heißriss, Heißrissseigerung	
HV	Hochvakuum	
HZPM	Heißzugprüfmaschine	
IWS	Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik	
LIMi	Lichtmikroskop	
LIT	liquid impenetrable temperature	$^{\circ}C$
NFT, $T_{NF}$	Null-Festigkeits-Temperatur	$^{\circ}C$
NZT	Null-Zähigkeits-Temperatur	$^{\circ}C$
$p$	Druck	Pa
$Q_{ind}$	Induzierte Wärme	J
$Q_{\alpha}$	Wärmeübergang durch Konvektion	J
$Q_{\epsilon}$	Wärmeübergang durch Strahlung	J
$Q_{\lambda}$	Wärmeleitung	J
RA	Reduction of Area	%
REM	Rasterelektronenmikroskop	
$R_f$	Rissfaktor	%
S	Entropie	J/K
$T_{liq}$	Schmelztemperatur	$^{\circ}C$
$T_m$	Schmelzpunkt	$^{\circ}C$
$T_{NZ,A}$	Nullzähigkeitstemperatur beim Abkühlen	$^{\circ}C$
ZDT	zero ductility temperature	$^{\circ}C$
ZST	zero strength temperature	$^{\circ}C$
$\delta$	Eindringtiefe (Feldlinien)	m
$\Delta G_K$	Änderung der freien Energie	J
$\epsilon$	Emissionskoeffizient	
$\lambda$	Wärmeleitfähigkeit	W/mK
$\mu$	Permeabilität	H/m
$\rho$	spezifischer Widerstand	$\Omega m$
$\sigma$	Stahlungskonstante	$W/m^2K^4$
$\varphi$	Frequenz	$s^{-1}$

### 3 Kurzfassung/Abstract

In dieser Arbeit wird eine neue in-situ Aufschmelzmethode vorgestellt, mit der es möglich ist, Rundproben für Heißzugversuche partiell aufzuschmelzen. Nach der Aufschmelzung können die Proben kontrolliert abgekühlt (erstarrt), auf die Prüftemperatur gebracht und zerrissen werden (on-cooling Heißzugprüfung). Diese Methode wurde entwickelt, um den Stranggießprozess im Labor physikalisch zu simulieren. Nur so können die Einflüsse der Erstarrung, die eine beträchtliche Auswirkung auf die Mikrostruktur und auf die mechanischen Eigenschaften des Werkstoffes haben, prozessnah untersucht werden. Die ermittelten Eigenschaften wie Festigkeit und Duktilität werden direkt mit der Heißrissanfälligkeit von Stählen in Verbindung gebracht. Diese Heißrissanfälligkeit ist für Innenrisse, die zu den Strangfehlern führen können, verantwortlich.

Die entwickelte Messmethode wird für die Untersuchung des ersten Duktilitätsminimums eines niedriglegierten Baustahls angewendet. Dabei werden mechanische Kennwerte, aber auch die Entstehung von Heißrissen mit verschiedenen mikroskopischen Methoden, untersucht. Das Besondere bei der Methode ist, dass keine konventionelle Schmelzbadabsicherung in Form eines Schutzröhrchens verwendet wird. Die Versuchsparameter werden so gewählt, dass eine feste Schale das Schmelzbad im Probeninneren fest umschließt. Dies ermöglicht einige Vorteile gegenüber konventionellen Methoden.

Schlüsselwörter: Stahl, Hochtemperatureigenschaften, Aufschmelzversuch, in-situ, on-cooling, Duktilität, Innenrisse, Heißrisse, Heißrissseigerungen

In this work, a new in-situ melting method is presented, with which it is possible to partially remelt specimens for hot tensile tests. After the melting, the samples can be cooled down (solidified) to the test temperature in a controlled manner and tensile tested (on-cooling, hot tensile test). This method is developed to physically simulate the continuous casting process in the laboratory. In this way, the effect of solidification, which has a significant influence on the microstructure and mechanical properties under the continuous casting conditions, can be closely investigated. The determined properties such as strength and ductility can be directly attributed to the hot cracking susceptibility of steels. This hot cracking susceptibility is responsible for internal cracks in continuous casting slabs.

The developed measuring method is used for the investigation of the first ductility minimum of low alloy carbon steel. Here, the mechanical properties are investigated, as well as the formation of hot cracks with different microscopy methods. The specific feature of the method is that no conventional melting pool coverage, such as protective tubes, is used to hold the molten zone shape. The test parameters are selected so that a solid shell covers the molten bath inside the sample. This provides several advantages compared to conventional methods.

Keywords: steel, high-temperature properties, melting test, in-situ, on-cooling, ductility, internal cracks, hot cracks, hot tears

## 4 Einleitung

Beim Stranggießen von Stahl können sich auf Grund eingeleiteter Dehnungen bzw. Spannungen Risse an der Oberfläche, sowie im Inneren der Bramme bilden. Diese entstehen durch eine schlechte Verformbarkeit (Duktilität), die abhängig ist von der Legierungszusammensetzung und der thermo-mechanischen Vorgeschichte des Werkstoffes. Risse an der Oberfläche entstehen hauptsächlich beim Rückbiegen der Bramme zwischen 600° und 1000°C. Der Einbruch der Duktilität wird mit der Bildung von dünnen Ferritfilmen sowie mit Ausscheidungen an den Korngrenzen in Verbindung gebracht und als das zweite Duktilitätsminimum bezeichnet. Die Bildung der Innenrisse erfolgt an der Erstarrungsfront im teilflüssigen Bereich in der Bramme. Diese schlechte Verformbarkeit im Hochtemperaturgebiet in der Nähe der Solidustemperatur (erstes Duktilitätsminimum) führt überwiegend zu Innenrissen (Heißrissen), die prinzipiell durch das Vorhandensein der Restschmelze zwischen dem Primärgefüge gebildet werden. Es ist üblich, die Rissempfindlichkeit im direkten Zusammenhang mit der Duktilität des Werkstoffs in Verbindung zu bringen, die durch Heißzugversuche ermittelt wird. Die Duktilität wird mit der ermittelten Brucheinschnürung der Proben gleichgesetzt. Diese durchgeführten Untersuchungen werden auch als physikalische Simulation bezeichnet und erlauben den Stranggießprozess im Labor nachzubilden. Die Simulationen erlauben eine Erfassung der Versuchsparameter, die direkt im Prozess verändert werden können.

## 5 Aufgabenstellung

Am Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik (IWS) wurde im Rahmen eines Projektes bereits eine Dissertation zum Thema Oberflächenrisse, die im Bereich des zweiten Duktilitätsminimums entstehen, durchgeführt.<sup>a</sup>

Die Aufgabe in der vorliegenden Arbeit ist es, eine geeignete Methode für die Untersuchungen des ersten Duktilitätsminimums an der Heißzugprüfmaschine BETA 250-5 zu entwickeln. Hierzu werden geeignete Methoden aus der Literatur, sowie die Erfahrungen die am IWS in der Vergangenheit gesammelt wurden, herangezogen, um eine Messmethode zu entwickeln, die den Stranggießprozess physikalisch simuliert.

Dabei sollen Rundproben in der Maschine induktiv aufgeschmolzen, kontrolliert erstarrt und anschließend im teilflüssigen Zustand zerrissen werden (on-cooling Heißzugprüfung). Durch die Heißzugprüfung sollen die Festigkeits- und Duktilitätswerte (Brucheinschnürung) im Bereich der Solidustemperatur ermittelt werden. Die Erstarrung der Proben soll dabei so erfolgen, dass die Ausrichtung der primären Dendritenarme quer zu Belastungsrichtung liegt. So können die mechanischen Eigenschaften und die Rissbildungsmechanismen die im Laborversuch ermittelt werden mit denen aus dem Stranggießprozess verglichen werden.

Mit der entwickelten Methode wird ein niedriglegierter Baustahl mit 0,7% Kohlenstoff untersucht. Aus den ermittelten Materialkennwerten (Festigkeit und Duktilität) soll die Heißrissanfälligkeit der Stähle charakterisiert werden.

Nach den Heißzugversuchen wird an ausgewählten Proben die Mikrostruktur mit verschiedenen mikroskopischen Methoden untersucht, um so die Zusammenhänge der Heißrissbildung besser zu verstehen.

---

<sup>a</sup> KNetMet Projekt: In Zusammenarbeit mit voestalpine Stahl Linz GmbH und voestalpine Stahl Donawitz GmbH CoKG.

Dissertation: Pudar, M.: Untersuchung der Duktilitätseigenschaften von stranggegossenen mikrolegierten Stählen (2008).

## 6 Theoretische Grundlagen

### 6.1 Erstarrung von Schmelzen

Durch das Gießen und den Vorgang der Erstarrung wird das Gefüge eines Werkstoffes weitgehend bestimmt. Bei der Erstarrung können Bauteile in die gewünschte Form gebracht, und nebenbei eine Reinigung und Durchmischung des Materials durchgeführt werden [1]. In diesem Abschnitt wird kurz auf die theoretischen Grundlagen des Erstarrungsvorganges einer Schmelze eingegangen.

Der Zustand des Systems während des Erstarrungsvorganges kann allgemein durch die Gibbs'sche Phasenregel beschrieben werden. Diese beschreibt die Anzahl der verfügbaren Freiheitsgrade in diesem System, siehe Gleichung 1. Dabei steht  $P$  für die Zahl der Phasen,  $F$  für die Zahl der Freiheitsgrade (Druck, Temperatur...) und  $K$  für die Anzahl der Komponenten im System (Legierungselemente).

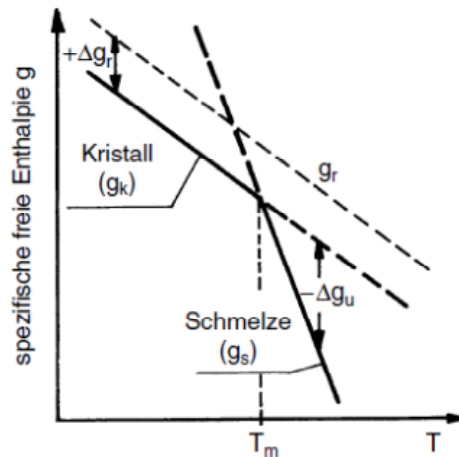
$$F = K + 2 - P \quad (\text{Gl.1})$$

Besteht der Werkstoff nur aus einer einzigen Komponente (Atomsorte), so existieren während der Erstarrung keine Freiheitsgrade mehr; der Werkstoff erstarrt bei einer bestimmten Temperatur. Im Gegensatz dazu bleiben in einem Mehrkomponentensystem Freiheitsgrade während der Erstarrung, was zur Ausbildung eines Erstarrungsintervalls, dem Temperaturbereich, in dem sowohl feste als auch flüssige Phase existiert, führt.

Ist der Werkstoff im thermodynamischen Gleichgewicht, so kann dessen Zustand über freie (Gibbs'sche) Energien beschrieben werden. Abbildung 1 zeigt schematisch die freien Enthalpien einer Schmelze,  $g_s$ , und des Kristalls,  $g_k$ , in Abhängigkeit von der Temperatur. Die Phase mit der geringeren freien Energie ist stabiler. Der Übergang von fest zu flüssig (und umgekehrt) erfolgt nicht spontan. Es ist eine treibende Kraft oder Energie ( $-Δg_u$ ) notwendig, die aus der Unterkühlung oder Überhitzung der Phase zustande kommt [2]. In der Literatur werden die Vorgänge der Phasenumwandlung ebenfalls oft mit Enthalpien beschrieben. Dies ist nur dann richtig, wenn es sich um eine Phase aus einer Atomart handelt und so der Entropieterm vernachlässigt werden kann. Die freie Gibbs Energie  $G$  kann nach Gleichung 2 definiert werden. Dabei ist  $H$  die Enthalpie, die für die Kohäsionsenergie der Atome steht und mit steigender Temperatur zunimmt und  $S$  die Entropie, die für die Unordnung der Materie steht und mit steigender Temperatur ebenfalls größer wird. Insgesamt überwiegt der Term der

Entropie womit die freie Energie mit steigender Temperatur geringer wird. Aus diesem Grund sollten die Vorgänge mit freien Gibbs Energien beschrieben werden.

$$G = H - TS \quad (\text{Gl.2})$$

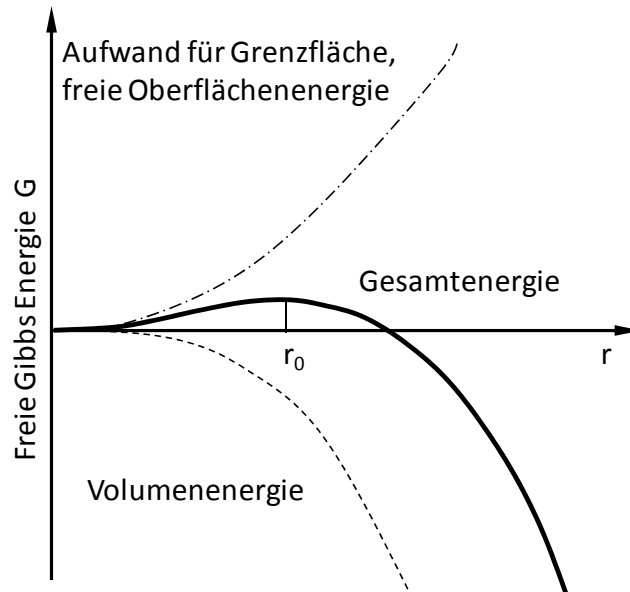


**Abbildung 1: Freie Enthalpie von Kristall  $g_k$  und Schmelze  $g_s$  in Abhängigkeit von Temperatur im Gleichgewicht und der spezifischen freien Enthalpie eines Kristallkeims  $g_r$  [2]**

Wie Experimente zeigen, ist für die homogene Keimbildung ein gewisses Maß an Unterkühlung notwendig. Man geht davon aus, dass zwei Energierterme für die Keimbildung verantwortlich sind. Die treibende Kraft der Keimbildung ist der Energiegewinn durch Phasenumwandlung, der proportional zum Volumen des potentiellen Keims ist und mit sinkender Temperatur größer wird. Als entgegenwirkende oder rücktreibende Kraft wird die Energie bezeichnet, die notwendig ist, damit der Keim beim Wachstum mit der Umgebung eine größere Grenzfläche bildet; sie wird als die Grenzflächenenergie  $\gamma$  bezeichnet. Unter der Annahme eines kugelförmigen Keimes in einer Schmelze ist die Änderung der freien Energie  $\Delta G_K$  durch die Gewinnung der Volumenenergie  $4/3\pi r^3 \Delta g_u$  und die entgegenwirkende Energie zur Bildung der Oberfläche  $4\pi r^2 \gamma$  beschrieben wie es in der Gleichung 3 und Abbildung 2 zu sehen ist.

$$\Delta G_K = -\frac{4}{3}\pi r^3 \Delta g_u + 4\pi r^2 \gamma \quad (\text{Gl.3})$$

Trägt man den Keimradius über das thermodynamische Potenzial mit den beiden Energieformen auf, so ergibt sich ein kritischer Keimradius  $r_0$ , unter dem sich kleinere Keime zu Gunsten von größeren, stabileren auflösen.



**Abbildung 2: Freie (Gibbs) Enthalpie eines kugelförmigen Keims in Abhängigkeit von dessen Radius**

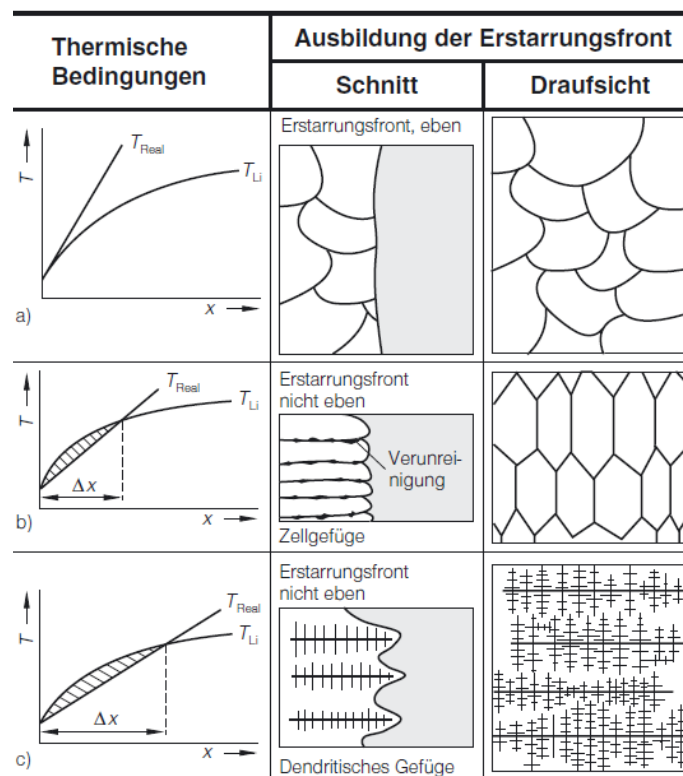
Im Gegensatz zur homogenen Keimbildung, die in der unterkühlten Schmelze stattfindet, gibt es auch die heterogene Keimbildung, die bei technischen Prozessen überwiegt. Bei dieser entstehen die Keime an Oberflächen (z.B. Wänden), die als eine Art Katalysator wirken und zu einer Impfwirkung führen. Aus diesem Grund ist für die heterogene Keimbildung weniger Keimbildungsarbeit notwendig [1]. Hierbei ist ein Teil der Oberfläche, die gebildet werden muss, bereits durch die Oberfläche von Schmelztiegelwänden oder durch die Oberfläche von Partikel in der Schmelze bereitgestellt. Der Aufwand zur Erzeugung der Grenzflächenenergie sinkt somit und es ist eine geringere Unterkühlung, im Vergleich zur homogenen Keimbildung, für eine gleiche Keimbildungsgeschwindigkeit notwendig [2].

Die Unterkühlung spielt nicht nur bei der theoretischen Beschreibung, sondern auch bei realen Prozessen eine große Rolle, da durch diese die Keimanzahl und somit die Korngröße des Primärgefüges beeinflusst wird. Dabei führt eine geringe Unterkühlung zu einer niedrigen Wachstumsgeschwindigkeit und grobkörnigem Gefüge. Bei hoher Unterkühlung entsteht ein feinkörniges, seigerungsarmes Gefüge mit gleichmäßigeren Eigenschaften und höherer Duktilität und Festigkeit. Mit speziellen Methoden (Unterdrückung der heterogenen Keimbildung) können Metalle bis zu einigen hundert Kelvin unterkühlt werden [2, 3]. Da aber bei den meisten technischen Anwendungen eine ungleichmäßige, geringere Unterkühlung der Schmelze gegeben ist, bilden sich unterschiedliche Mikrostrukturen.

Bei einem technischen Erstarrungsprozess existiert immer ein Temperaturgradient, der entgegen dem Wärmefluss gerichtet ist; die Temperatur fällt in der Regel in Richtung des Randes des Werkstückes ab. Die Erstarrung erfolgt in

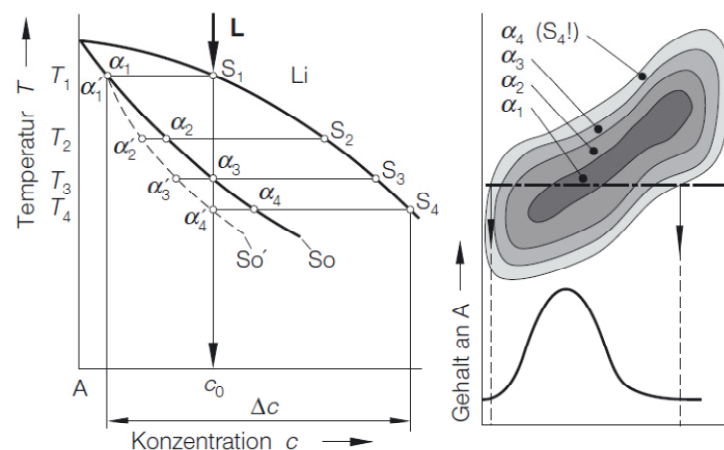


entgegengesetzter Richtung dieses Wärmeflusses. In Abbildung 3 sind verschiedene Gefügearten, die auf Grund verschiedener Abkühlbedingungen entstehen können, dargestellt. Eine ebene Erstarrungsfront entsteht bei steilen Temperaturgradienten und reinen Metallen. Dieses Phänomen wird zur Herstellung von Einkristallen genützt (1). Bei Verunreinigungen des Werkstoffes wird die heterogene Keimbildung erleichtert. Entsprechend bildet sich aus der Vielzahl der entstehenden Keime, während der Erstarrung, eine Zellenstruktur (2). Bei höheren Temperaturgradienten kommt es automatisch zur Ausbildung dendritischer Strukturen (3). Bei realen Herstellungsprozessen sind diese Strukturen vor allem nahe der Werkstückoberfläche zu finden. Die Anisotropie dieser Bauteile ist sehr groß und muss sowohl bei der Herstellung als auch bei der Anwendung berücksichtigt werden (in Erstarrungsrichtung besitzt der Werkstoff z.B. hohe Festigkeiten und entgegen dieser eine schlechte Duktilität). Weiters tragen Verunreinigungen, Seigerungen von Legierungselementen, Poren und Lunker zu schlechteren (technischen) Materialeigenschaften bei [4].



**Abbildung 3: Wachstumsart der Erstarrungsfront und Ausbildung der verschiedenen Gefügearten in Abhängigkeit der konstitutionellen Unterkühlung. Die unterkühlte Schmelzschicht  $\Delta x$ , die durch Entmischungsvorgänge entsteht, wird von der Erstarrungstemperatur  $T_{Li}$  und der wahren Temperaturkurve  $T_{Real}$  begrenzt [4]**

Wenn Schmelzen aus mehreren Komponenten bestehen, wie es bei den meisten Anwendungen der Fall ist, treten Entmischungen an den Phasengrenzen auf, die durch Stofftransport (Diffusion und Konvektion) ausgeglichen werden müssen. Diese haben eine Auswirkung auf die Kristallisation bei der Erstarrung. Die Zustandsdiagramme geben Auskunft über die Phasen eines Mehrstoffsystems und gelten für Gleichgewichtszustände für unendlich lange Abkühlphasen, vollkommene Löslichkeit und Konzentrationsausgleich der Phasen. In Abbildung 4 wird ein Phasendiagramm dazu verwendet, um den Begriff der Makroseigerung zu beschreiben. Da auf Grund endlicher Abkühlgeschwindigkeiten kein vollkommener Konzentrationsausgleich im entstehenden Kristall stattfinden kann, verschieben sich die Erstarrungspunkte zu tieferen Temperaturen und es entsteht ein schalenförmiger Aufbau mit steigender Konzentration der Atomsorte  $B$  zum Rand des entstehenden Kornes. Beim Unterschreiten der Liquiduslinie bei  $S_1$  scheiden sich  $\alpha_1$  Mischkristalle aus. Bei der Temperatur  $T_2$  müssten sich im Gleichgewicht aus der Schmelze  $S_2$ ,  $\alpha_2$  Mischkristalle mit einer bestimmten Menge an  $A$  und  $B$  ausscheiden und mit dem entstandenen Mischkristall  $\alpha_1$  vollkommen in Lösung gehen, sodass nur ein Mischkristall mit der Zusammensetzung  $\alpha_2$  gebildet wird. Da aber die Erstarrung mit einer endlichen Geschwindigkeit erfolgt, kann nicht so viel  $A$  abgegeben und  $B$  nicht aufgenommen werden. Zudem ist ein vollkommener Ausgleich zwischen den Kristallschalen nicht möglich, da die Diffusion im Festen nicht unendlich groß ist. Aus diesem Grund bildet sich ein schichtenförmiger Aufbau der Körner, bei denen der  $B$ -Anteil zum Rand zunimmt. Die Zusammensetzung des schichtförmig aufgebauten Mischkristalls hat dann die durchschnittliche Zusammensetzung  $\alpha_2'$ . Kühlt man weiter ab und erreicht den Punkt  $T_3$  (Solidustemperatur im Gleichgewicht), hat die gebildete Schale noch eine Restschmelze  $S_3$ . Erst bei  $T_4$  erstarrt die letzte Schicht, wobei die Solidustemperatur geringer als im Gleichgewicht ist (Solidusverschleppung) [4].



**Abbildung 4: Entstehung der Kristallseigerung in Zweistofflegierungen [4]**

Um das Erstarrungsintervall zu berechnen, gibt es nun verschiedene Modelle und Ansätze. Diese werden in Mikro- und Makroseigerungsmodelle unterteilt. Bei den Makroseigerungsmodellen liegen die Konzentrationsunterschiede in der Größenordnung des Gussstückes und bei den Mikroseigerungsmodellen in der Größenordnung der Kristalle. Eine vereinfachte Darstellung für Makroseigerungsmodelle ist die Verwendung eines eindimensionalen Stabmodells, bei dem sich die Phasengrenze mit einer konstanten Geschwindigkeit bewegt. Dabei spielt die Diffusion der Elemente zwischen der festen und flüssigen Phase an der Erstarrungsfront eine entscheidende Rolle.

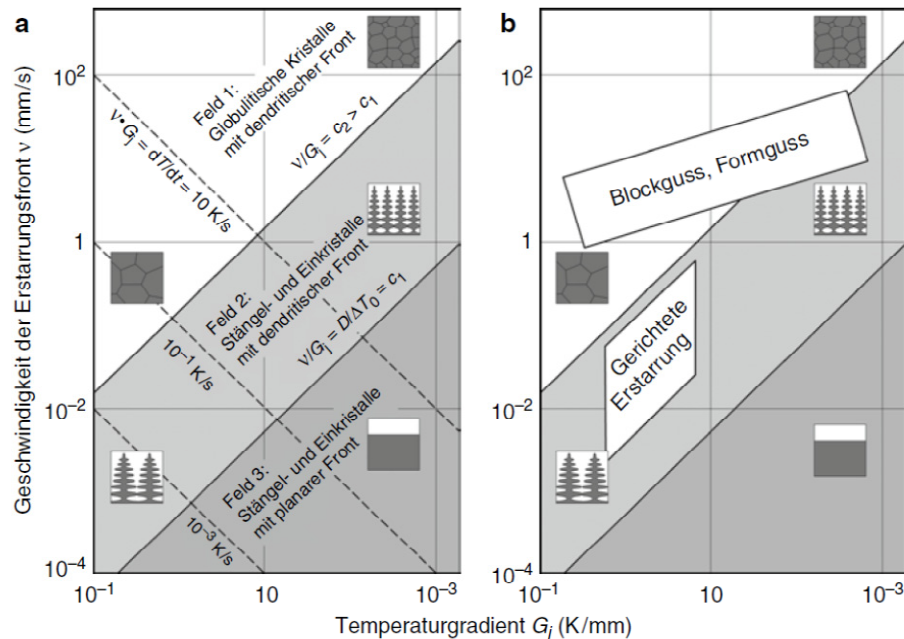
Der Prozess der Erstarrung kann mit verschiedenen Vereinfachungen beschrieben werden: (1) vollständiger Konzentrationsausgleich durch Diffusion in der festen und der flüssigen Phase, (2) vollständiger Konzentrationsausgleich in der Schmelze, keine Diffusion im Festkörper und (3) endliche Diffusionsgeschwindigkeit in beiden Phasen.

Im einfachsten möglichen Fall wird vollkommenes Gleichgewicht mit Diffusionsausgleich im festen sowie im flüssigen Zustand vorausgesetzt. Die Phasenanteile werden direkt aus dem Gleichgewichtszustandsdiagramm mit Hilfe des Hebelgesetzes ermittelt.

Das Modell von Scheil setzt einen vollständigen Konzentrationsausgleich in der Schmelze und keinen im Festkörper voraus. Dieses Modell kann das in Abbildung 4 dargestellte Schichtkristall beschreiben. Das Hebelgesetz, sowie das Scheil Modell bilden zwei Extreme der Makroseigerungsmodelle (Gleichgewicht=höchste  $T_s$ , Scheil=niedrigste  $T_s$ ).

Einige Forscher haben aus diesem Grund versucht, die Diffusionsvorgänge für realitätsnahe Ergebnisse anzupassen. Kozeschnik verwendet neben diesen klassischen Modellen ein Modell, welches die Rückdiffusion (back diffusion) der schnellen Einlagerungsatome erlaubt. Dieses Modell ist in der Software MatCalc implementiert und liefert Ergebnisse, die zwischen den zwei Extremwerten liegen [5,6]. In [7] sind einige bekannte Seigerungsmodelle vorgestellt. So gehen Tiller et al. von einem endlichen Diffusionskoeffizienten im Flüssigen aus, der in drei verschiedene Stadien unterteilt wird (keine Festkörperdiffusion). Dabei spielt wie bei Burton et al. die Grenzschicht zwischen den Phasen eine große Rolle. Diese gehen davon aus, dass der Stofftransport in der Grenzschicht nur durch Diffusion, in der Schmelze durch Konvektion gegeben ist. Um Mikroseigerungsmodelle, die häufig auf den Makroseigerungsmodellen insbesondere von Scheil beruhen, wird versucht die dendritische Struktur an der zerklüfteten Erstarrungsfront zu berücksichtigen. Dabei spielt die Modellierung der Dendriten eine große Rolle.

Neben dem Stofftransport an der Erstarrungsfront spielt für die Mikrosegierung die Erstarrungsgeschwindigkeit, sowie der Temperaturgradient eine wesentliche Rolle [8]. In Abbildung 5 sind die verschiedenen Erstarrungsmorphologien in Abhängigkeit von der Geschwindigkeit  $v$  der Erstarrungsfront und vom Temperaturgradienten  $G_j$  dargestellt [9]. Diese Kenngrößen können mit Abbildung 3 in Verbindung gebracht werden, da die Unterkühlung mit einem höheren  $v/G_j$ -Werten steigt.



**Abbildung 5: Ausbildung der Erstarrungsmorphologien in Abhängigkeit von der Erstarrungsgeschwindigkeit und des Temperaturgradienten [9]**

Die hier gezeigten Heterogenitäten und die Entstehung von Seigerungen spielen bei den Mechanismen der Rissentstehung, auf die im nächsten Kapitel eingegangen wird, eine große Rolle. Die Mikro und Makroseigerungsmodelle sollen vorhersagen, wann die letzten Restflüssigkeitsfilme während der Erstarrung noch vorhanden sind, da angenommen wird, dass diese für die Rissentstehung verantwortlich sind. Die Verifizierung dieser Modelle erfolgt meistens mit Kennwerten, die aus Heißzugversuchen gewonnen werden (Kapitel 6.4.4).

## 6.2 Stranggießen

Im Jahr 2011 wurden weltweit 1 490 060 000t Stahl erzeugt [10], davon mehr als 90% durch Stranggießen. Die ersten Stranggießanlagen wurden schon Ende des 19. Jahrhunderts in Betrieb genommen und verdrängten allmählich den Blockguss. Dabei spielten die Qualität des Endprodukts sowie die Wirtschaftlichkeit (Energieeffizienz) die größte Rolle für diese Entwicklung [11].

Beim Stranggießen handelt es sich um einen kontinuierlichen Gießprozess. Dabei wird aus der Gießpfanne über ein Zwischengefäß die Schmelze in die wassergekühlte, oszillierende Kupferkokille hineingegossen. An der Grenzfläche erstarrt die Schmelze und bildet eine feste Strangschale, die die Schmelze umgibt. Die Kühlung der Kokille wird als Primärkühlung bezeichnet. Anschließend wird der Strang von verschiedenen Rollen gestützt, abgezogen und rückgebogen. Der Strang und die Rollen werden mit Düsen gekühlt (Sekundärkühlung). Detaillierte Angaben zum Prozess finden sich in Standardwerken von Schwerdtfeger [12] und Schrewe [13]. Abbildung 6 zeigt eine schematische Darstellung einer Stranggießanlage aus einer Patentschrift der voestalpine GmbH.

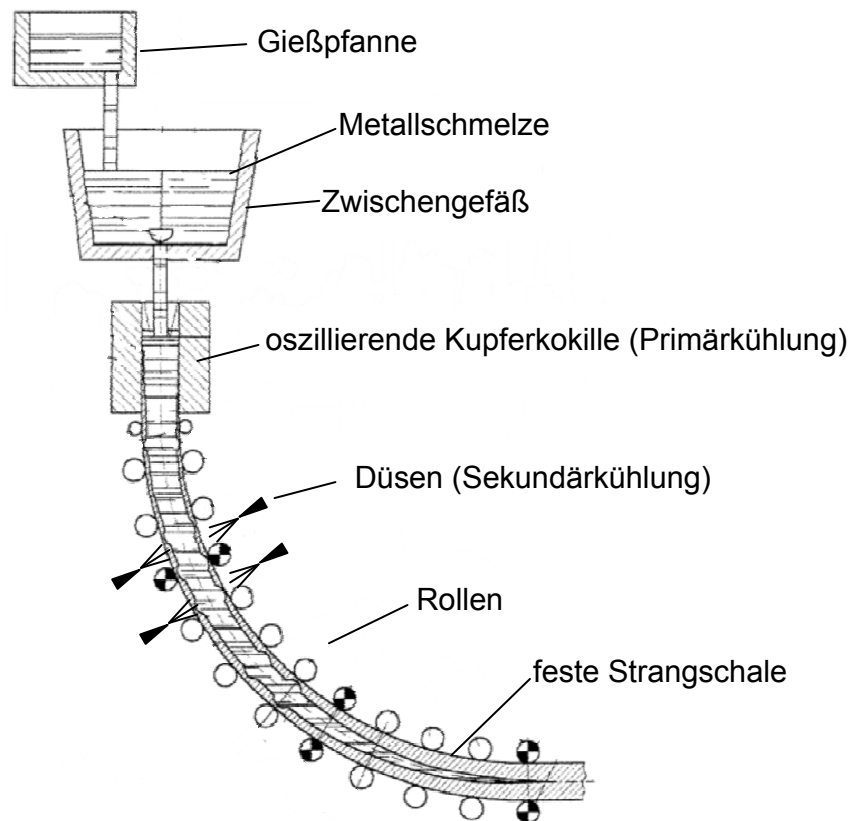


Abbildung 6: Stranggießanlage zum Vergießen von Metallschmelzen, voestalpine [14]

## 6.3 Risse (Strangfehler) beim Stranggießen

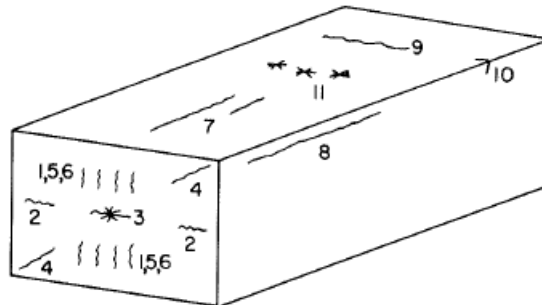
### 6.3.1 Allgemeines

Wie in Kapitel 6.1 beschrieben entstehen bei der (technischen) Erstarrung von Metallen Entmischungsvorgänge die zu Seigerungen und Inhomogenitäten führen. Kombiniert mit der Volumenkontraktion bei der Erstarrung können Makrolunker aber auch Mikrolunker (Poren) zwischen den einzelnen Kristallen entstehen, welche die Eigenschaften des Gussstückes nachteilig beeinflussen [2].

Ein weiteres Phänomen ist die unterschiedliche Löslichkeit der Metalle. Im schmelzflüssigen Zustand kann das Metall beträchtliche Gehalte an Stickstoff, Wasserstoff oder Sauerstoff aufnehmen. Die Löslichkeit der Gase hängt von der Temperatur ab. Bei der Abkühlung des Metalls sinkt die Löslichkeit besonders stark beim Übergang vom flüssigen in den festen Zustand. Gase wie Wasserstoff und Stickstoff werden ausgeschieden und können bei langsamer Erstarrung durch Diffusion oder durch Gasblasenbildung das Schmelzbad verlassen [15]. Dabei spielt sicherlich auch die Viskosität der Schmelze eine entscheidende Rolle.

Zu den meist untersuchten Fehlern beim Stranggießen zählen Risse die in Oberflächen- und Innenrisse eingeteilt werden. Risse beim Stranggießen entstehen, wenn die im Prozess eingeleiteten Kräfte zu Dehnungen in der Bramme führen, die der Werkstoff zu diesem Zeitpunkt nicht aufnehmen kann. Die verschiedenen Rissarten sind in Abbildung 7 schematisch dargestellt. Reibungskräfte zwischen der Kokille und der Strangschale werden durch Gießpulver verringert. Weitere Beanspruchungen können durch innere Spannungen, die durch thermische Vorgänge oder Phasenumwandlung im Werkstoff stattfinden, verursacht werden. Bei der Umwandlung von schmelzflüssigen in den festen Zustand erfährt der Stahl einen negativen Volumensprung, der berücksichtigt werden sollte. Für die Entstehung von Innenrissen tragen Beanspruchungen aus dem Prozess bei. Diese Beanspruchungen entstehen beim Rückbiegen des Stranges oder durch das Ausbauchen (ferrostatischer Druck) und Zusammendrücken des Schalenkastens durch die Rollen. Diese Belastungen verursachen im Weiteren Dehnungen im teilflüssigen Bereich, die zu Innenrissen führen können, wie in Abbildung 8 zu sehen ist. Die häufigsten Innenrisse die von Steinmetz et al. [16] gefunden wurden, werden als Bulgingrisse bezeichnet und entstehen aufgrund der Strangschalenausbauchung und der anschließenden Zusammenstauchung durch die Rollen. In der Arbeit von Chaudhuri et al. [17] sind Wiederaufschmelzrisse beschrieben, die wie die Bulgingrisse mit einer

optimierten Sekundärkühlung erheblich vermindert werden können. In Schrewe [13] und Brimacombe et al. [18] sind zusammenfassend die verschiedenen Strangfehler, deren Entstehung, Arten und Maßnahmen zur Fehlerbeseitigung beschrieben.



Cracks in continuously cast steel

Internal cracks

- 1 Midway
  - 2 Triple-point
  - 3 Centreline
  - 4 Diagonal
  - 5 Straightening / bending
  - 6 Pinch roll
- Surface cracks
- 7 Longitudinal, mid-face
  - 8 Longitudinal, corner
  - 9 Transverse, mid-face
  - 10 Transverse, corner
  - 11 Star

**Abbildung 7: Schematische Darstellung der verschiedenen Rissarten beim Stranggießen, nach Brimacombe [18]**

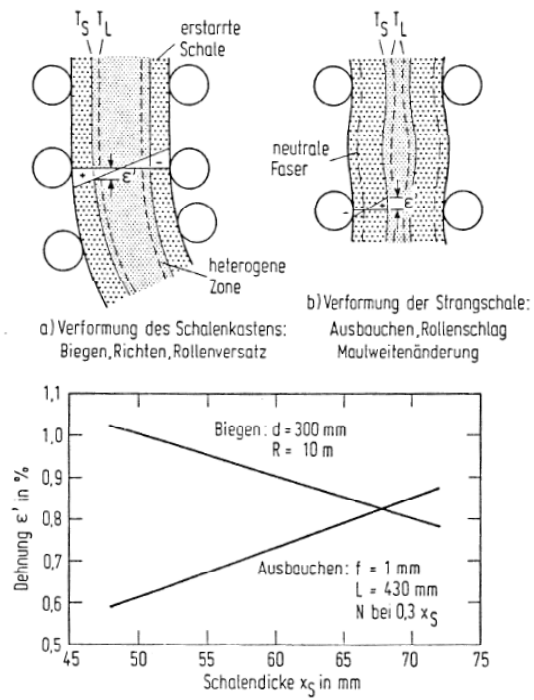


Abbildung 8: Verformung durch Biegen des Strangschalenkastens oder der Strangschale[13]



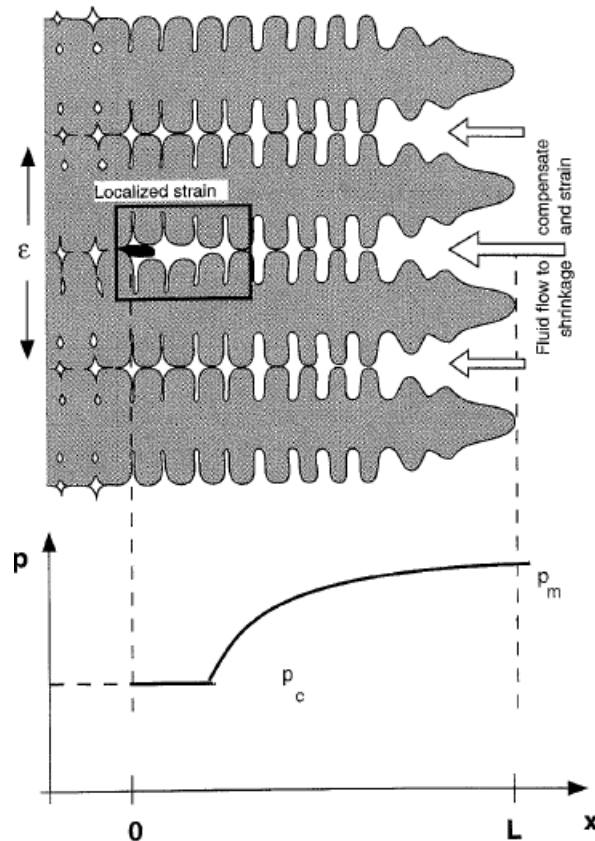
### 6.3.2 Heißrisse

Da die Innenrisse im teilflüssigen, heterogenen Bereich des Stranges entstehen, zählen sie zu den Heißrissen (HR). Es gibt eine Vielzahl von verschiedenen Definitionen, Modellvorstellungen und Mechanismen für die Entstehung von Heißrissen. Bereits in den 1930er Jahren wurde über Warmrisse in Stahlgussstücken berichtet, die auf Grund fehlender Nachspeisung zu offenen Rissen führen [19]<sup>b</sup>. Nach den 1950er Jahren wird besonders in der Schweißtechnik dem Thema der Heißrissbildung viel Aufmerksamkeit entgegengebracht. In [20, 21, 22] untersuchen die Schweißtechnik-Experten offene Risse (mikroskopische und makroskopische Werkstofftrennungen), die bei hohen Temperaturen aufgrund niedrigschmelzender Phasen aber auch fester Ausscheidungen an den Korngrenzen entstehen. Diese offenen Risse erhöhen die lokalen Spannungen in der Schweißkonstruktion und gelten ab einer gewissen Größe und Anzahl als Ausschusskriterium oder müssen aufwändig repariert werden. Borland [23] teilt den Erstarrungsbereich in vier Bereiche ein, wobei das Mengenverhältnis zwischen fester und flüssiger Phase die entscheidende Rolle für die Heißrissbildung spielt, siehe Abbildung 9. Im **Bereich 1** ist dabei genügend Schmelze vorhanden, sodass die erstarrenden Kristalle in der Schmelze frei verteilt sind und es zu keinen Rissen kommt. Im **Bereich 2** wachsen die Dendriten zusammen, können aber noch aufgrund der vorhandenen Restschmelze ausheilen. **Bereich 3** ist das empfindliche Gebiet wo offene Heißrisse entstehen. Im **Bereich 4** können keine Risse mehr entstehen, da keine Restschmelze mehr vorhanden ist und sich der Werkstoff duktil verhält.

---

<sup>b</sup> Aus heutiger Sicht würde man einen Teil der Fehler im Bauteil als Heißrissseigerungen interpretieren und diese sind vermutlich für die offenen Risse verantwortlich. Die verwendeten Ätzmethoden und Analysetechniken aus dieser Zeit sind heute noch aktuell und tragen sehr viel zum Verständnis der Rissentstehung bei.

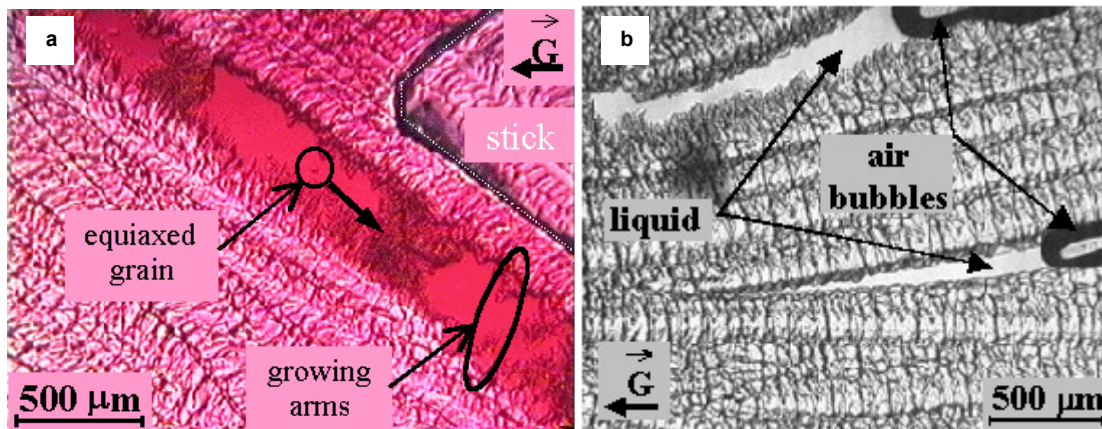




**Abbildung 10: Schematische Darstellung entstehender Heißrisseigerungen auf Grund nicht ausreichender Restschmelze durch die Druckabnahme in Richtung der Dendritenfüße**

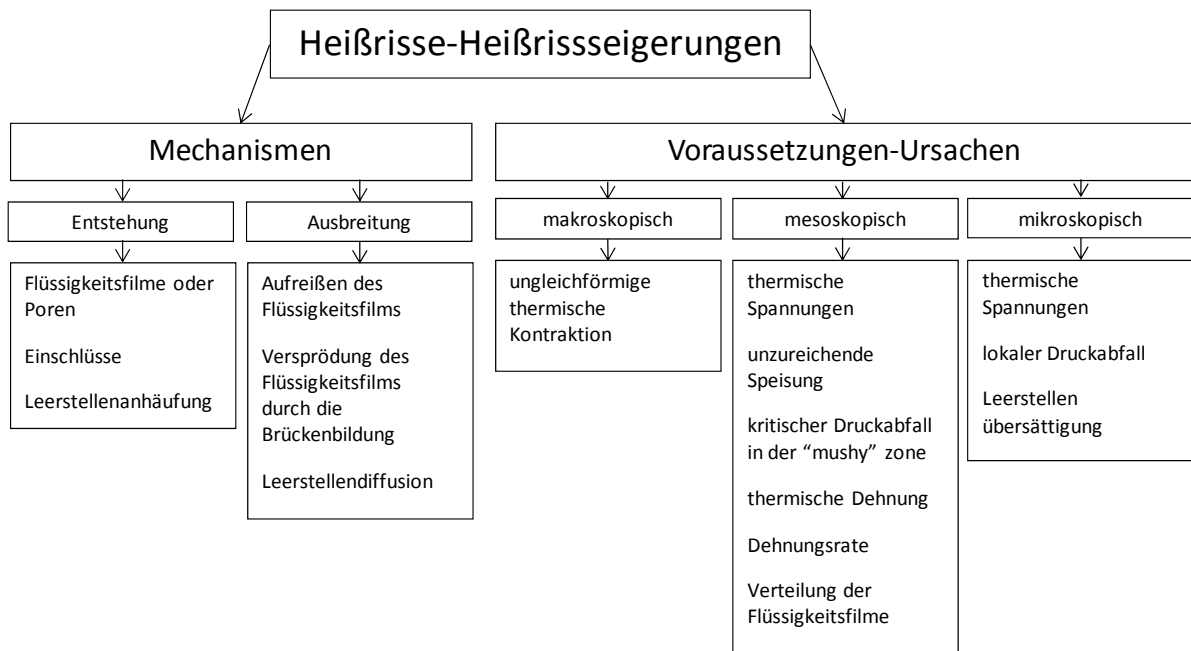
Heute weiß man, dass Heißrisse im Zweiphasengebiet fest/flüssig zwischen der Liquidus- und der effektiven Solidustemperatur in Verbindung mit Spannungen bzw. Dehnungen entstehen [25]. Beim Stranggießen gehen die Forscher dabei einen Schritt weiter und unterteilen die Heißrisse in offene Heißrisse und Heißrisseigerungen (*HRS*). Der Grund dafür ist, dass die *HRS* eine Qualitätsminderung darstellen und als Vorstufe für die offenen Heißrisse gelten. Bernhard [26] beschreibt die Bildung von Heißrissen folgendermaßen: Beim Stranggießen von Stahl entstehen Heißrisse durch eine überkritische Verformung senkrecht zur dendritisch gerichteten Erstarrung, welche sich bevorzugt an den primären Korngrenzen im Zweiphasengebiet (fest-flüssig) ausbreiten. Dabei teilt er das Phänomen der Entstehung von Heißrissen in drei Stufen ein: Erweiterung von Primärkornzwischenräumen, Bildung von Poren und das Zusammenwachsen der Poren zu einem Riss. Außerdem stellt er fest, dass Heißrisse in Stählen zu Unrecht als Risse bezeichnet werden. Es geht vielmehr um Seigerungsphänomene, die im Schliffbild optisch einem Riss sehr ähnlich sind, jedoch mit angereicherter Schmelze ausgefüllt sind. Diese Seigerungen können zu verstärkter Bildung von Härtegefügen während der Abkühlung führen und werden als *HRS* bezeichnet [26, 27, 28].

Diese Theorie stützt sich ebenfalls auf die Untersuchungen von Grasso et al. [29] und Farup et al. [30], die auf den Arbeiten von Rappaz [24] aufbauen. Diese beobachten in-situ erstarrendes Succinonitril-Aceton [31, 32]<sup>c</sup> zwischen zwei Glasplatten. Die erstarrenden Dendriten können quer zur Erstarrungsrichtung belastet werden. Die Forscher beobachten dabei drei verschiedene Szenarien, bei denen Risse aus Poren an den flüssigen Zwischenräumen entstehen können. Zudem wird auch eine Art Brückenbildung zwischen den erstarrenden Dendriten beobachtet, die für die Übertragung von Spannungen verantwortlich gemacht wird. Die in-situ Aufnahmen sind in Abbildung 11 zu sehen. Weitere Theorien zu den Rissbildungsmechanismen finden sich in den Arbeiten [25, 33, 34, 35 und 61]. Eine Darstellung der wichtigsten Mechanismen, Voraussetzungen und Ursachen findet sich in Abbildung 12.



**Abbildung 11: In-situ Aufnahme einer erstarrenden SCN-Aceton Legierung unter Last; (a) die Belastung wird auf die Primärdendritarme aufgebracht, (b) in der Flüssigphase entstehen Luftblasen [29]**

<sup>c</sup> SCN ist ein Modellwerkstoff, der ähnliche Erstarrungseigenschaften wie Aluminium aufweist, jedoch eine wesentlich geringere Schmelztemperatur besitzt.



**Abbildung 12: Zusammenfassende Darstellung der Mechanismen, Voraussetzungen bzw. Ursachen für die Bildung von Heißrissen bzw. Heißrisseigerungen, nach Eskin und Katgerman [33]**

## 6.4 Versuchsmethoden für Heißzugversuche: Stand der Technik

In diesem Kapitel werden verschiedene Heißzugversuche aus der Literatur beschrieben. Diese zählen zu den fremdbeanspruchten Heißrissprüfverfahren, die hauptsächlich in der Schweißtechnik für die Untersuchungen von verschiedensten Rissen eingesetzt werden [66].

Grundsätzlich wird zwischen on-cooling und on-heating Versuchen unterschieden. Bei on-heating Versuchen wird die Probe von Raumtemperatur auf die Prüftemperatur erhitzt und anschließend gezogen. Auch Austenitisierungs-Versuche werden oft als on-heating Versuche bezeichnet. Das Ziel dieser Arbeit ist es, den Stranggießprozess zu simulieren. Aus diesem Grund werden in diesem Kapitel nur Methoden betrachtet, die für on-cooling Versuche geeignet sind. Bei on-cooling Versuchen, die auch als in-situ Heißzugversuche bezeichnet werden, wird die zu untersuchende Probe unmittelbar vor dem Heißzugversuch lokal umgeschmolzen. Für Aufschmelzversuche werden meistens konduktiv oder induktiv heizende Prüfmaschinen verwendet. Bei Maschinen mit konduktiven Aufheizungen handelt es sich oft um Gleeble<sup>®</sup>-Apparaturen; bei induktiven Geräten sind es Zugprüfmaschinen mit vertikaler

Probenausrichtung<sup>d</sup>. Die Temperaturmessung, sowie die Schmelzbadsicherung sind die größten Herausforderungen bei den Aufschmelzversuchen und der ganze Testaufbau richtet sich nach diesen zwei Vorgaben. Die Temperaturmessung erfolgt mit einem Pyrometer oder mit Thermoelementen und muss immer der Schmelzbadsicherung angepasst werden.

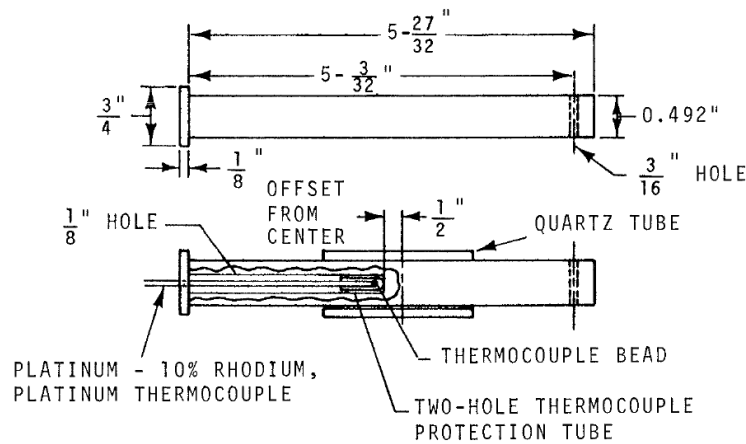
#### 6.4.1 Konduktive Heizung (Gleeble<sup>®</sup>)

Die wohl meist eingesetzten on-cooling Methoden wurden an konduktiv heizenden Gleeble Apparaturen entwickelt. Einer der ersten on-cooling Versuche an einer Gleeble Apparatur wurde von Savage [36] 1962 präsentiert. Dieser baute die erste Gleeble Apparatur, um Schweißprozesse zu simulieren. Lankford [37] veröffentlichte 1972 eine Versuchsanordnung, um gezielt den Stranggießprozess zu simulieren. Dabei wird ein Quarzrohr für die Schmelzbadsicherung verwendet. Die Temperaturmessung erfolgt mit einem keramikgeschützten Thermoelement, welches durch eine axiale Bohrung in die Schmelzzone eingeführt wird. Ein ähnlicher Versuchsaufbau wurde ebenfalls von Suzuki et al. [38, 39] und von Sun [40] verwendet. Eine Weiterentwicklung wurde von Seol [41] präsentiert. Dabei wird die Schmelze ebenfalls von einem Quarzrohr in Form gehalten. Dieses wird jedoch mit einer weiteren Keramik Hülse umgeben, um die Probe besser zu isolieren. Dies ergibt einen konstanteren Temperaturverlauf in Dickenrichtung<sup>e</sup>. Die Versuchsanordnungen von Lankford und Seol sind in Abbildung 13 und Abbildung 14 dargestellt.

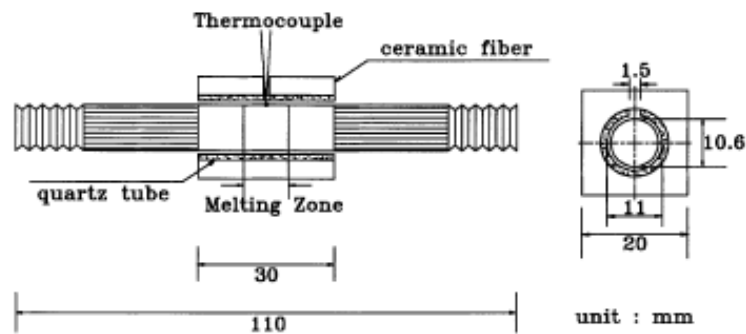
---

<sup>d</sup> Die Versuche in dieser Arbeit wurden mit einer induktiv beheizten Heißzugprüfmaschine durchgeführt.

<sup>e</sup> Suzuki hat bei konduktiv erhitzten Gleeble Proben mit 10mm Durchmesser eine um 100°C höhere Temperatur im inneren der Probe im Vergleich zur Oberfläche gemessen [38].



**Abbildung 13: Der von Lankford verwendete Versuchsaufbau zur partiellen Umschmelzung von Proben [37]**



**Abbildung 14: Versuchsaufbau mit Keramikisolierung nach Seol [41]**

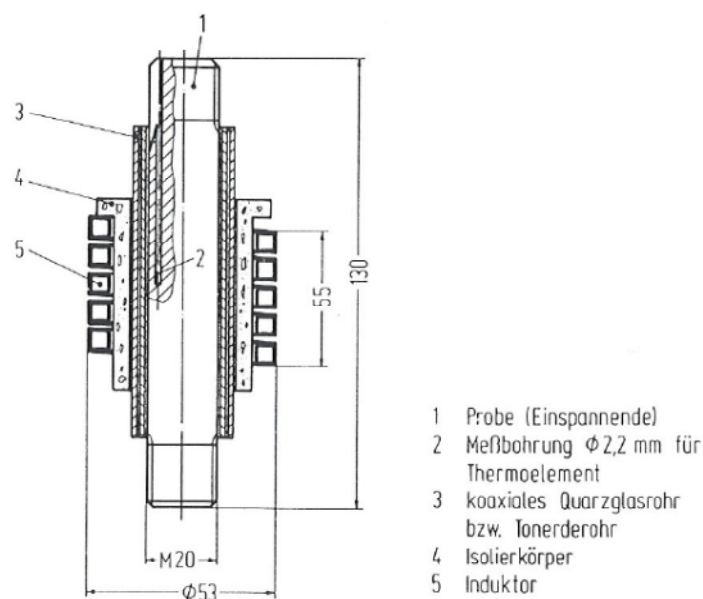
#### 6.4.2 Induktive Heizung

Die auf den ersten Blick einfachste Schmelzbadsicherung ist die mit einem transparenten Quarz-Röhrchen ( $\text{SiO}_2$ ), wie bei den zuvor erwähnten Methoden. Solange dieses transparent bleibt, können Pyrometer für die Temperaturmessung verwendet werden. Dieser Versuchsaufbau wurde von Calvo et al. [42] eingesetzt.

Eine weitere Möglichkeit ist die Verwendung eines Aluminiumoxid-Röhrchens ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), welches bei höheren Temperaturen jedoch bricht und zusätzlich abgestützt werden muss. Eine einfache Möglichkeit dazu ist die Verwendung eines Quarz-Röhrchens, das über das Aluminiumoxid-Röhrchen geschoben wird. Verwendet man als Schmelzbadsicherung einen Aluminiumoxid-Schutz, so ist die Messung mit dem Pyrometer nicht mehr möglich, da dieses nicht transparent ist. Es besteht auch die Möglichkeit, ein mit Aluminium-Oxid isoliertes Thermoelement, welches in einer Bohrung platziert wird, zu verwenden. Mit diesem wird die Temperatur auch im flüssigen Zustand gemessen. Eine solche Versuchsanordnung wurde in den Arbeiten

von Schmidtmann et al. [43, 44] und zuletzt von Stratemeier [45] (RWTH Aachen) verwendet. Ein prinzipieller Aufbau ist in Abbildung 15 zu sehen.

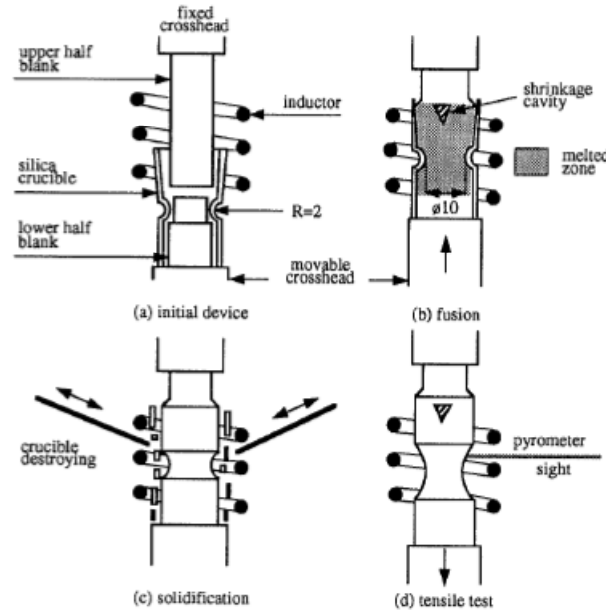
Die Versuche werden in einer Vakuumkammer durchgeführt, die mit Stickstoff bis auf Umgebungsdruck geflutet werden kann. Die Proben werden mit einem Hochfrequenzgenerator erhitzt und mit einer hydraulischen Vertikalzerreißmaschine beansprucht. Die Temperaturmessung erfolgt mit einem Pt-PtRh-Thermoelement, welches durch eine 2,2mm Längsbohrung bis zur Probenmitte positioniert ist. Die Stabilisierung des Schmelzbades erfolgt mit Tonerde bzw. Quarzrohren, die direkt an der Mantelfläche der 20mm Rundprobe angebracht sind.



**Abbildung 15: Versuchsaufbau nach Schmidtmann [43]**

Es besteht die Möglichkeit, die Probe ohne Temperaturüberwachung mit einer konstanten Heizleistung zu schmelzen und dann erstarren zu lassen. Anschließend wird die Schmelzbadsicherung mechanisch entfernt und die Temperatur mit Pyrometern gemessen. Ein Nachteil dabei ist, dass erst nach dem Entfernen des Röhrchens die geregelte Temperaturführung des Versuches beginnt. Diese Versuchsanordnung wurde von Revaux et al. [46] verwendet und ist in Abbildung 16 zusehen. Der Nachteil dieser Methode ist, dass die Temperaturführung während der Erstarrung nicht gegeben ist. Aus diesem Grund ist die Methode für die Untersuchungen des ersten Duktilitätsminimums ungeeignet.



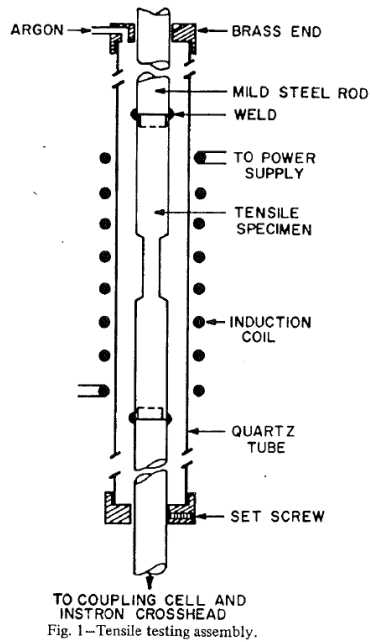


**Abbildung 16: Nach der Umschmelzung im Quarzrohr wird dieses mechanisch entfernt und die Temperatur mit dem Pyrometer gemessen, Methode nach Revaux [46]**

Pudar [47] verwendete in seiner Arbeit die Proben mit der Schmelzbadabsicherung, wie in Abbildung 15 dargestellt. Die Schmelzbadabsicherung wurde nach der Umschmelzung und Erstarrung mit einem Hammer abgeschlagen, dann wurde mit der kontrollierten Temperaturmessung begonnen.

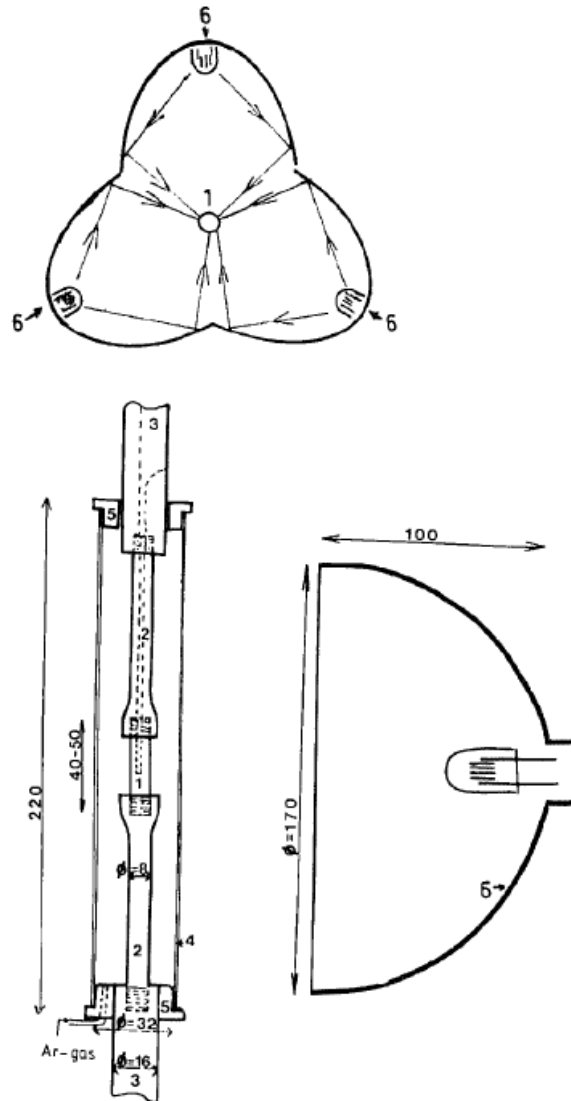
### 6.4.3 Umschmelzmethoden ohne externe Schmelzbadabsicherung

Die Versuche von Weinberg [48], siehe Abbildung 17, wurden mit einem induktiv heizenden Gerät von Instron durchgeführt. Dabei wird die polierte Probe in einem Quarzrohr positioniert, das mit Argon gespült wird. Die Temperaturmessung erfolgt mit einem Ircan 300TS Pyrometer, der im Vorhinein mit einem Pt-Pt13Rh Thermoelement kalibriert wird. Die Schmelztemperatur wurde ermittelt, indem ein Gewicht am unteren Probenende angehängt und die Temperatur erhöht wurde. Für Versuche unter der Schmelztemperatur wurden die Proben auf die Testtemperatur erhitzt und 180s bei dieser gehalten und anschließend gezogen. Aus diesem Grund können diese Versuche nicht als on-cooling Versuche gesehen werden.



**Abbildung 17: Aufschmelzversuch nach Weinberg [48]**

Rogberg [49] beschreibt in einer Publikation aus dem Jahr 1980 ausführlich eine Methode für Aufschmelzversuche, die ohne externe Schmelzbadsicherung funktioniert. Die Probe befindet sich in einem Rohr aus Quarz, die mit Argon gespült wird. Die Aufheizung der Proben erfolgt mit drei um die Probe aufgestellten 800W Halogen-Heizstrahlern. Die Temperaturmessung wird mit einem isolierten (Tonerde) Pt/Pt-10Rh Thermoelement, welches durch eine 2mm Bohrung in der Probenmitte positioniert ist, durchgeführt. Das Schmelzbad wird durch die Oberflächenspannung der Schmelze zusammengehalten. In dieser Arbeit wurden Cr-Ni Stähle untersucht. Der Aufbau der verwendeten Vorrichtung ist in Abbildung 18 zu sehen. Die Methode wurde hauptsächlich zur Untersuchung von Heißrissen verwendet. In weiteren Publikationen [50, 51] werden mit dieser Methode ein niedriglegierter Baustahl mit 0,5%C, sowie weitere CrNi Stähle untersucht.



**Abbildung 18: Versuchsaufbau nach Rogberg; (1) Probe, (2) Greifer, (3) Ober- und Unterhaupt der Zugmaschine, (4) Quarzrohr, (5) Dichtring, (6) Reflektoren [49]**

In Abbildung 19 ist der Versuchsaufbau von Chong He Yu [52] zur Ermittlung der Nullfestigkeitstemperatur (*NFT*)<sup>f</sup> abgebildet. Dabei wird ein Gewicht an der unteren Probenhälfte befestigt und die Temperatur erhöht, bis es zum Bruch der Probe kommt. In dieser Arbeit wurden auch on-cooling Versuche durchgeführt. Es ist jedoch nicht dokumentiert wie die Schmelzbadsicherung funktioniert.

<sup>f</sup> Die *NFT* wird als die Temperatur bezeichnet, bei dem der Werkstoff keine Kraft mehr aufnehmen kann, siehe Kapitel 6.4.4.

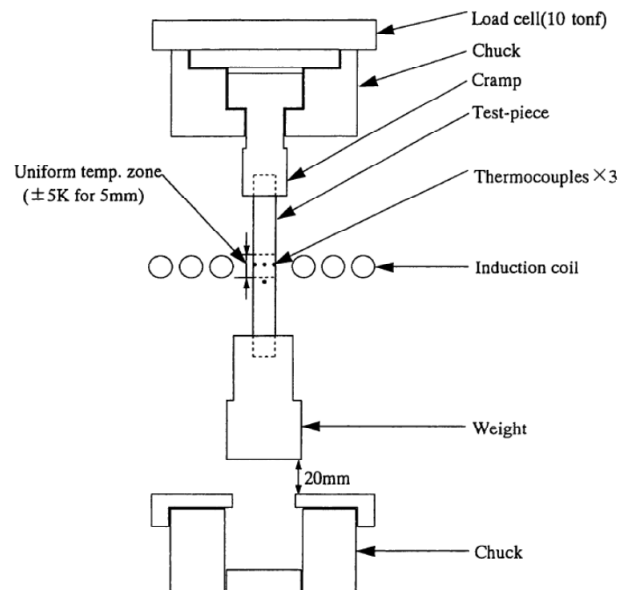


Fig.1 Experimental apparatus for fracture temperature measurement and hot tensile test.

**Abbildung 19: Einfacher Versuchsaufbau zur Ermittlung der Nullfestigkeitstemperatur [52]**

In der Arbeit von Nakagawa et al. [53] und Mizukami et al. [54] werden Methoden ohne externe Schmelzbadsicherung vorgestellt, die in Abbildung 20 dargestellt sind. Die Versuche werden in einer Vakuumkammer durchgeführt, die mit Argon geflutet wird. Die Schmelze wird durch elektromagnetische Kraft und die Oberflächenspannung in Form gehalten. Den großen Vorteil dieser Methode sehen die Forscher darin, dass keine Reibung zwischen Probe und Schutzhörnchen besteht.

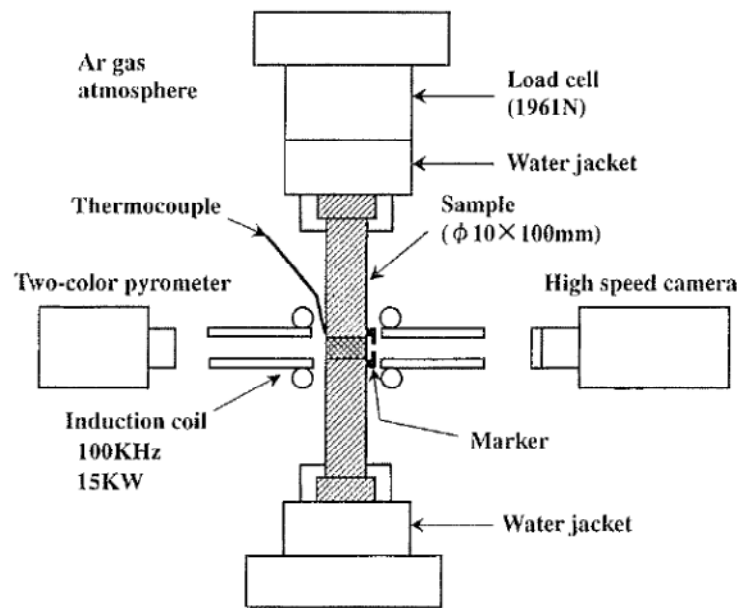


Abbildung 20: Versuchsaufbau von Mizukami et al. ohne externe Schmelzbadsicherung [54]

In Abbildung 21 ist die Methode von Yu et al. [55] gezeigt, in der die Probe nur einseitig von einer Induktionsspule bis zur *NFT* erhitzt und an der gegenüberliegenden Seite gleichzeitig mit Argon gekühlt wird. Durch diese Maßnahme entsteht ein Temperaturgradient durch den Probenquerschnitt. Die Proben werden mit unterschiedlichen Dehnungen beansprucht und anschließend die Rissentstehung qualitativ ausgewertet. Diese Methode wird ebenfalls von Lee et al. [56] verwendet, der zusätzlich die Rissentstehung mit Hilfe einer Hochgeschwindigkeitskamera analysiert.

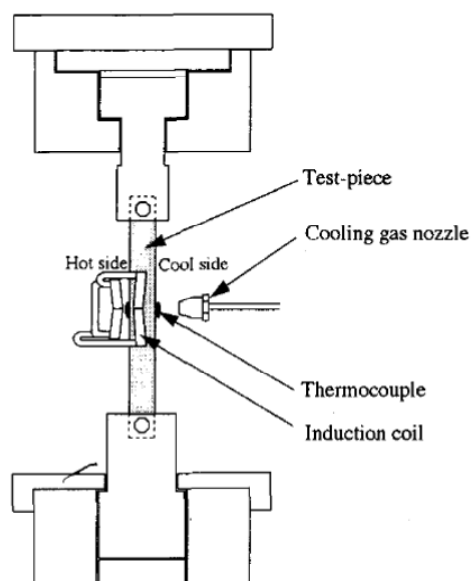


Abbildung 21: Versuchsaufbau zur partiellen Umschmelzung nach Yu et al. [55]

In Tabelle 6-1 sind verschiedene Methoden nach der Heizungsmethode, Schmelzbadsicherung, Temperaturmessung und Atmosphäre aufgelistet.

**Tabelle 6-1: Unterschiedliche in-situ on-cooling Methoden**

Autor	Heizung	Schmelzbadsicherung/ Temperaturmessung	Atmosphäre	
D.J. Soul [41]	konduktiv	Quarz	Thermoelement	Vakuum
G. Suzuki [38, 39], Z. Sun [40], Mintz[57]			Thermoelement	Argon
L. Guo [58]			Thermoelement	Argon
J. Calvo [42]			Thermoelement	Vakuum
T. Revaux [46]	induktiv	keine	Pyrometer	Argon
E. Schmidtmann [7], S. Stratmeier [8]			Pyrometer nach mechanischem Entfernen des Schutzröhrchens	Argon
F. Weinberg [48]			Thermoelement in der Schmelze	Vakuum/ Schutzgas
H. Mizukami [54]			Pyrometer	Argon
T. Nakagawa [53]			Pyrometer + Thermoelement am Rand des aufgeschmolzenen Bereichs	Argon
B. Rogberg [49], Kim [51]	konvektion	keine	Thermoelement am Rand des aufgeschmolzenen Bereichs	-
			Thermoelement in der Schmelze	Argon

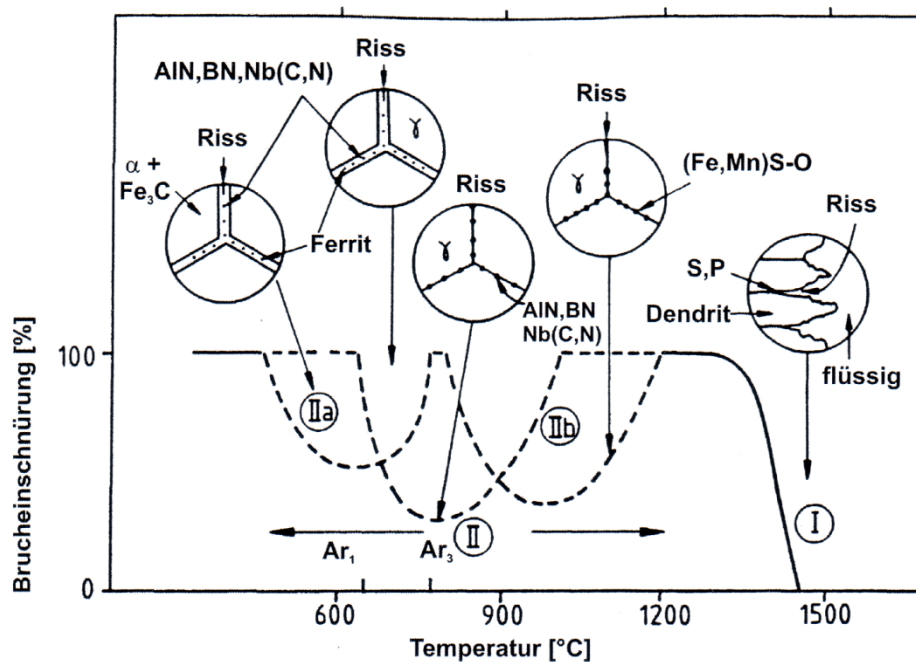
#### 6.4.4 Bewertung von Heißrissen mit dem Heißzugversuch

Die wichtigsten zwei Größen, die beim Heißzugversuch ermittelt werden, sind die Festigkeit sowie die Brucheinschnürung bei unterschiedlichen Temperaturen. Aus einer Vielzahl von Versuchen werden die Festigkeiten und Brucheinschnürungen über der Temperatur aufgetragen. Die Brucheinschnürung (*RA*, Reduction of Area) wird als ein Maß für die Duktilität verwendet und wird in dieser Arbeit nach Gleichung 4 berechnet. Dabei ist  $A_0$  die Ausgangsquerschnittsfläche der Probe und  $A_f$  die eingeschnürte Bruchfläche nach dem Zugversuch. Bricht eine Probe spröde ohne Verformung, so beträgt die Brucheinschnürung null Prozent.

$$RA = \frac{A_0 - A_f}{A_0} \times 100(\%) \quad (\text{Gl.4})$$

Bei Stählen werden, abhängig von der Literatur, zwei bzw. drei Duktilitätsminima (*DM*) beschrieben. Die Duktilität hängt in erster Linie von der chemischen Zusammensetzung des Werkstoffes sowie von der Temperaturführung des Versuchs und der Dehngeschwindigkeit beim Zugversuch ab. Suzuki et al. [59] beschreibt die drei Bereiche folgendermaßen: Der erste Bereich befindet sich in der Nähe des

Schmelzpunktes und entsteht auf Grund der schmelzflüssigen Phasen an den Korngrenzen bzw. zwischen den Dendriten und ist dehnratenunabhängig. Bereich zwei befindet sich im Austenitgebiet und entsteht auf Grund intergranularer Ausscheidungen von Sulfiden und Oxiden an den Korngrenzen. Die Versprödung wird mit steigender Dehnrate ausgeprägter. Bereich drei, der zwischen 600 und 900°C befindet, entsteht aufgrund von Ausscheidungen an den ehemaligen Austenitkorngrenzen und Bildung von weicheren Ferritfilmen an den Austenitkorngrenzen, die zu Sprödbrüchen führen. Die Beschreibungen der Duktilitätsminima decken sich mit denen von Schwerdtfeger [60] überein, der das zweite Duktilitätsminimum in zwei Bereiche unterteilt, siehe Abbildung 22.



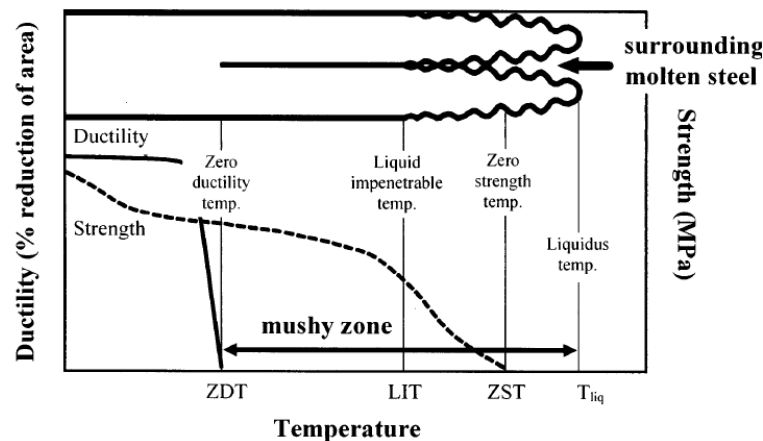
**Abbildung 22: Schematische Darstellung der Duktilitätsminima und deren Mechanismen aufgetragen über die Temperatur [60]**

In der Arbeit liegt der Fokus auf dem ersten Duktilitätsminimum, da dieser Bereich für die Heißrissbildung verantwortlich gemacht wird. Einer der wichtigsten Parameter, die im Zugversuch ermittelt werden, ist die Nullzähigkeitstemperatur ( $NZT$ )<sup>g</sup>. Bei dieser Temperatur ist die Bruchdehnung null Prozent (die Probe bricht ohne Verformung). Verantwortlich dafür ist ein geringer Anteil an Flüssigphase zwischen den Dendritenarmen. Als Nullfestigkeitstemperatur ( $NFT$ )<sup>h</sup> wird die Temperatur bezeichnet, bei der der Werkstoff keine Kraft mehr übertragen kann. Die  $NFT$  wird durch die gerade noch verbundenen Dendritenarme, die eine Last übertragen können,

<sup>g</sup> ZDT, zero ductility temperature

<sup>h</sup> ZST, zero strength temperature

beschrieben. Je größer der Temperaturbereich zwischen  $NFT$  und  $NZT$ , desto innenrissanfälliger ist der Stahl beim Stranggießen, (Schmidtman [68]). Als  $LIT$  (liquid impenetrable temperature) wird die Schmelznachspeisungstemperatur bezeichnet, bei der die interdendritischen Räume aufgrund der Oberflächenspannung der Schmelze nicht mehr nachgespeist werden können. Der Temperaturbereich zwischen  $NZT$  und  $LIT$  wird als das kritische Temperaturintervall ( $BTR$ , brittle temperature range) bezeichnet. Diese Parameter werden in [61, 62, 63 und 64] beschrieben und in Abbildung 23 schematisch dargestellt.



**Abbildung 23: Schematische Darstellung der charakteristischen Temperaturen und mechanischen Eigenschaften um den Schmelzpunkt [65]**

In der Schweißtechnik gibt es eine Vielzahl von verschiedenen Heißrissprüfverfahren. Unter den fremdbeansprucherten Verfahren wird der Heißzugversuch als ein zeitaufwändiger und kostenintensiver Versuch, der meistens in der Grundlagenforschung eingesetzt wird, dargestellt. Da es sich beim Schweißen um einen dynamischen schnellen Prozess handelt, werden die Proben dabei nach dem Schweißtemperaturzyklus in Abbildung 24a getestet. Die Proben werden dann zu verschiedenen Zeitpunkten schlagartig zerrissen, anschließend wird die Brucheinschnürung, sowie die Festigkeit ermittelt. In den Abbildungen b und c sieht man ebenfalls, dass beim Aufheizen die Festigkeiten sowie die ermittelten Brucheinschnürungen höher als beim anschließenden Abkühlen sind (Punkte 1-6 aufheizen, 6-13 abkühlen). Für die quantitative Auswertung werden dabei die Nullfestigkeitstemperatur ( $T_{NF}$ ) und die Nullzähigkeitstemperatur beim Abkühlen ( $T_{NZ,A}$ ) herangezogen. Das Gebiet zwischen den beiden Temperaturen wird als Maß für die Heißrissanfälligkeit eines Werkstoffes angesehen. Eine andere Möglichkeit ist die Berechnung des Rissfaktors  $R_f$  nach Gleichung 5. [66].

$$R_f = \frac{T_{NF} - T_{NZ,A}}{T_{NF}} \times 100(\%) \quad (Gl.5)$$



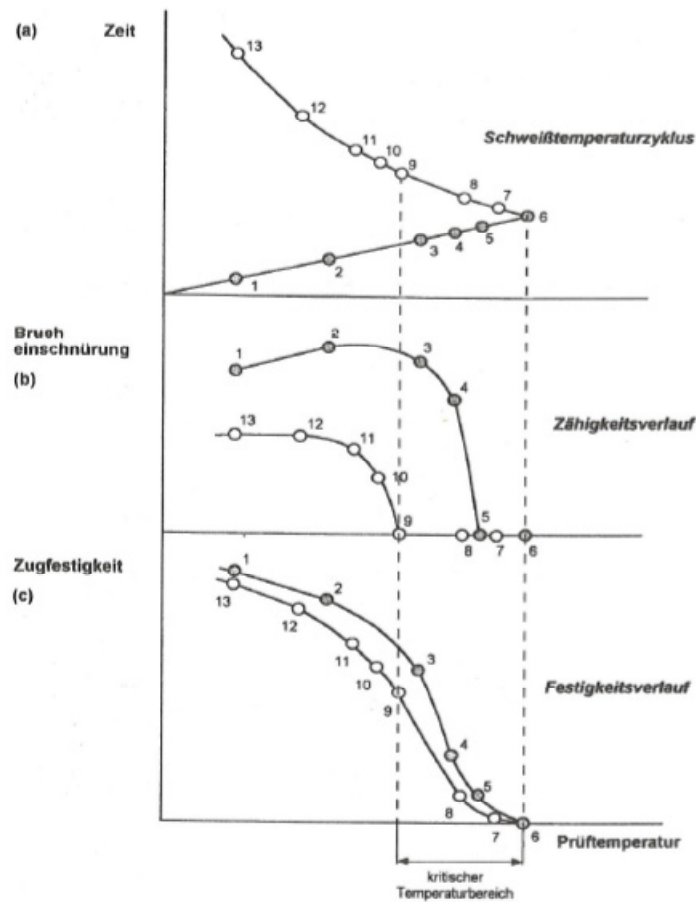
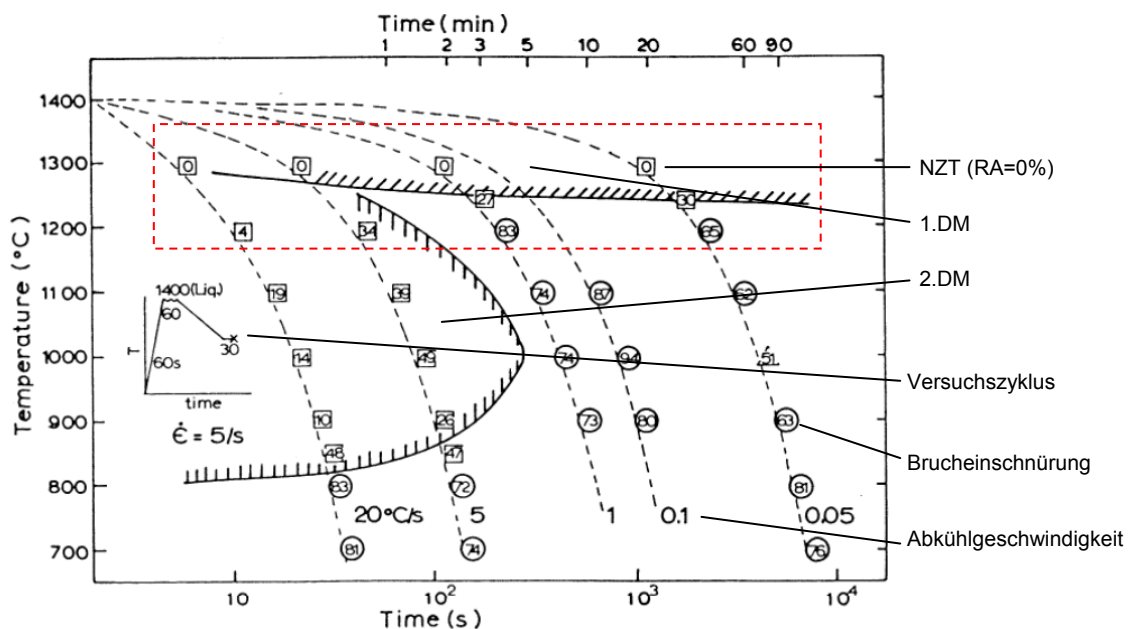


Abbildung 24: Heißzugversuch- DVS Berichte [66]

Die **Einflüsse auf die Ausbildung des ersten DM** sind in der Arbeit von Schwerdtfeger [60] zusammenfassend erklärt. Die Testbedingungen (thermische Vorgeschichte, verwendete Apparatur) haben einen starken Einfluss auf die Ausbildung des ersten Duktilitätsminimums. Die Parameter, die verändert werden können, sind: Aufschmelzparameter (Temperatur und Haltezeit), Abkühlgeschwindigkeit, die Haltezeit vor dem Ziehen und die Ziehgeschwindigkeit. Diese Parameter wirken sich auf die Erstarrung (Seigerungen) aus und beeinflussen so die Duktilitätseigenschaften des Werkstoffs. Unumstritten bei den Forschern ist die Notwendigkeit der Aufschmelzversuche, wenn man mechanische Kennwerte für den Stranggießprozess gewinnen oder die Riss-Entstehungsmechanismen untersuchen will. Im Vorhinein kann gesagt werden, dass es bei den erwähnten Einflussgrößen teilweise widersprüchliche Ergebnisse in der Literatur gibt. Der Grund sind einerseits die Testbedingungen und andererseits die Testparameter, aber auch eine breite Variation von Legierungszusammensetzungen, die einen gegenseitigen Vergleich

schwierig machen. Trotz alledem wird auf einige wichtige Parameter eingegangen, die durch großen experimentellen Aufwand ermittelt wurden.

In Abbildung 25 sind nach dem im Diagramm dargestellten Versuchszyklus die Proben mit unterschiedlichen Abkühlgeschwindigkeiten auf die Prüftemperatur gebracht und anschließend gezogen worden. Die eingekreisten Zahlen stehen für die Brucheinschnürung. Alle Werte unter 60% *RA* werden als schlecht verformbar und rissanfällig angesehen und liegen im strichlierten Bereich. Der eingerahmte Bereich entspricht dem Bereich des ersten *DM*. Man erkennt, dass mit höherer Abkühlgeschwindigkeit (raschere Abkühlung) die *NZT* im Bereich des ersten *DM* bei etwas höheren Temperaturen liegt und somit die Heißrissanfälligkeit sinkt. Das zweite *DM* zeigt generell einen höheren Einfluss der Abkühlgeschwindigkeit wobei die Duktilität mit geringerer Abkühlgeschwindigkeit steigt.



**Abbildung 25: Einfluss der Abkühlrate auf die Brucheinschnürung.**  
**Strichlierte Bereiche zeigen eine „geringere“ Duktilität unter 60%*RA*;**  
**(Stahl: 0,7%*C*, 1,2%Mn, 0,25%Si, 0,04%P und 0,002%S) [39]**

Die **Ziehgeschwindigkeit** spielt bei den meisten Untersuchungen keine große Rolle [60]; wird jedoch sehr langsam gezogen, können bessere Duktilitätswerte erreicht werden [50].

Die **Haltezeit vor dem Versuch** beeinflusst ebenfalls die Vorgänge bei der Erstarrung (Konvektion, Diffusion, Seigerungen...), wird in der Literatur aber meistens gar nicht angegeben.

Der Werkstoff und dessen Legierungszusammensetzung haben einen entscheidenden Einfluss auf die Ausbildung des ersten *DM*. Dabei wurden der

Einfluss des Kohlenstoffs, Schwefels und Phosphors und das Schwefel-Mangan-Verhältnis am häufigsten untersucht.

Der **Kohlenstoffgehalt** spielt bei der Ausbildung der charakteristischen Temperaturen um den Erstarrungsbereich die bedeutendste Rolle. Die Abnahme der *NZT* und *NFT* hängt linear mit der Solidustemperatur zusammen, die wiederum stark vom Kohlenstoffgehalt abhängig ist, wie in den Untersuchungen von Suzuki [39] in Abbildung 26 zu sehen ist. Weinberg ermittelte bei Zugversuchen, dass bei Stählen (0,05 bis 0,12 %C) die Sprödbrüche ca. 40°C unter der Solidustemperatur liegen, bei (0,16%C) 70°C darunter und bei Stählen mit (0,25-1%C) die *NZT* 40°C unter der Solidustemperatur liegt [48, 67]. Schmidtman et al. [43, 68, 69] ermittelten an Baustählen mit 1,6% Mn und verschiedenen Kohlenstoffgehalten die Brucheinschnürung in Abhängigkeit von der Temperatur, wie in Abbildung 27 gezeigt. Auch in dieser Arbeit ist der plötzliche Duktilitätsabfall in der Nähe der peritektischen Umwandlung zu sehen.

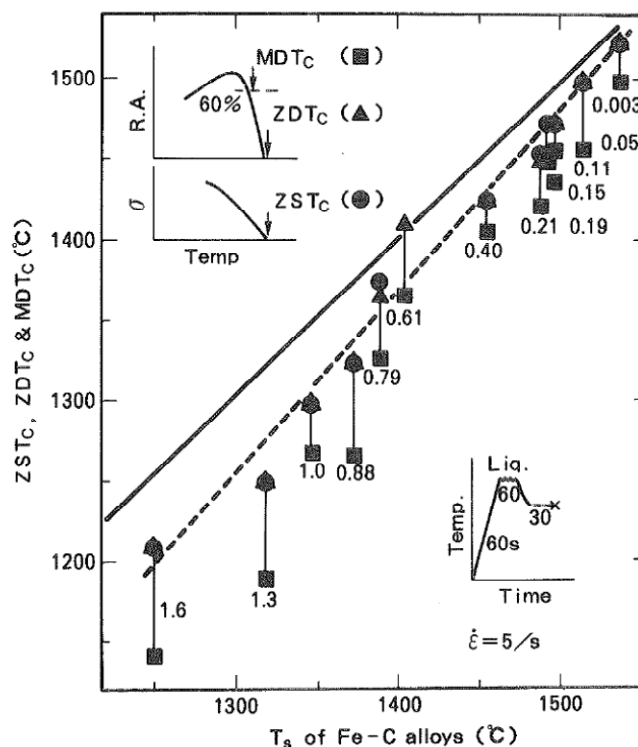
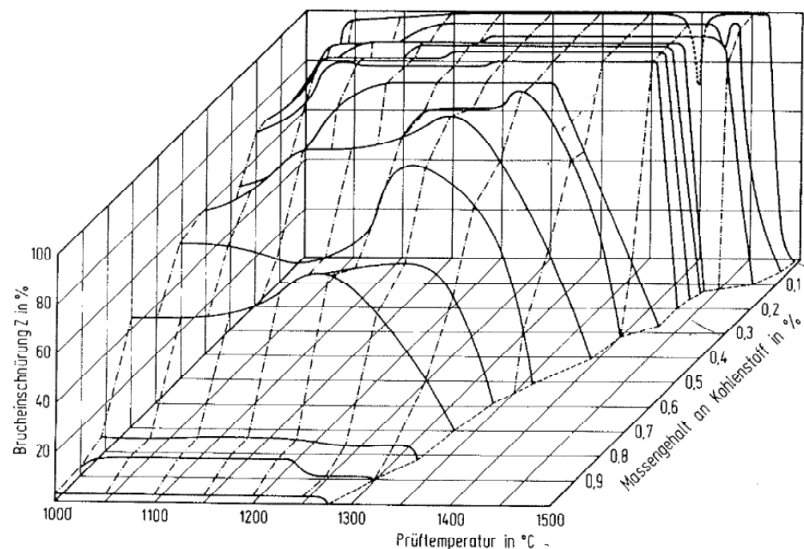


Abbildung 26: Abhängigkeit der *NZT*, *NFT* zur Solidustemperatur bei Fe-C Legierungen [39]



**Abbildung 27: Einfluss des Kohlenstoffs und der Temperatur auf die Bruchdehnung für Stähle mit 1,6%Mn [68]**

**Schwefel** und **Phosphor** gelten als Stahlschädlinge, da diese die Erstarrungstemperatur senken, sowie die *NZT* erniedrigen und die Heißrissgefahr erhöhen. Schwefel wird zum Ende der Erstarrung aus der angereicherten Restschmelze als (Fe,Mn) S ausgeschieden. Bei höherem Mangangehalt erfolgt die Ausscheidung bei höheren Temperaturen. Bei niedrigen Mn- Gehalten kann sich ein eisenreicher, weicher Sulfidfilm zwischen den aneinanderstoßenden Dendritenarmen bilden. Am Mangan- und Schwefelgehalt, sowie deren Verhältnis wurden nach dem Kohlenstoffgehalt die meisten Untersuchungen durchgeführt [60, 69, 70].

Der Einfluss des Phosphorgehalts hängt stark von dem Kohlenstoffgehalt des Stahls ab. Erfolgt die Erstarrung ferritisch (geringe Kohlenstoffgehalte), ist die Diffusion schneller, der Konzentrationsausgleich besser und somit die *NZT* höher als bei einer rein austenitischen Erstarrung, wo der Phosphor stärker segregiert [60]. Um Aussagen über die Einflüsse der verschiedenen Parameter bzw. Legierungen zu treffen, ist ein hoher Aufwand an experimentellen Untersuchungen notwendig, die bis jetzt nur von wenigen Institutionen betrieben wurden. Anhand von solchen Untersuchungen werden die Mikrosegierungsmodelle verifiziert, die an die *NFT* und *NZT* angelehnt werden [5, 71].

## 7 Entwicklung der neuen in-situ Heißzugprüfmethode

### 7.1 Anforderungen

In dieser Arbeit wird eine on-cooling Messmethode entwickelt, mit der die thermomechanischen Eigenschaften von niedriglegierten Stählen im Bereich des zwei Phasengebiets (fest-flüssig) untersucht werden können. Für die Bestimmung dieser Kennwerte steht die Heißzugprüfmaschine (HZPM) BETA 250-5 (BETA) am Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik (IWS) zur Verfügung, die im Kapitel 7.2 beschrieben wird. Besonders im teilflüssigen Zweiphasengebiet stellen die Ermittlung der Zähigkeit und Festigkeitseigenschaften des im Ungleichgewicht befindlichen Werkstoffes eine große Herausforderung dar. Wird der Werkstoff verflüssigt, muss gewährleistet werden, dass dieser bis zum Zugversuch in einer definierten Form gehalten wird. Die an die Versuchsmethode gestellten Forderungen sollen den Prozess des Stranggießens möglichst realitätsnah nachbilden und so die Untersuchungen der Rissentstehung ermöglichen. Aus diesem Grund sind folgende Randbedingungen an den Versuch gestellt worden:

- On-cooling Versuch (Aufschmelzen und Erstarren vor dem Zugversuch)
- Ermittlung der Nullfestigkeits- sowie der Nullzähigkeitstemperatur
- Ausrichtung der Dendritenarme quer zur Belastungsrichtung der HZPM<sup>i</sup>

Diese Randbedingungen führten zur Entwicklung der neuen Methode.

### 7.2 BETA 250-5 Heißzugdruckprüfmaschine (BETA)

Die am Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik vorhandene BETA wurde im Jahr 2000 von der Firma Mechanical Testing Systems (MTS) aus Fürstentfeld umgebaut und entspricht im Wesentlichen dem heutigen Stand der Technik. Die Versuche werden in einem Rezipienten (Probenkammer) durchgeführt, der mittels zwei Vakuumpumpen evakuiert werden kann. Die Versuche können auch unter Verwendung von Schutzgas durchgeführt werden. Die Temperaturmessung der Proben sowie die Regelung der vorgegebenen Temperaturzyklen kann mit Thermoelementen sowie mit zwei Pyrometern vorgenommen werden. Die Aufheizung

---

<sup>i</sup> In der Literaturstudie wird angegeben, dass die Heißrisse bevorzugt an den Primärdendritenarmen entstehen. Aus diesem Grund sollte die Beanspruchung gezielt quer zu diesen erfolgen.

der Proben erfolgt induktiv und ist so ausgelegt, dass Proben mit 20mm Durchmesser aufgeschmolzen werden können.

Abbildung 28 ist die Maschine mit offenem Rezipienten zu sehen. In den vergangenen Projekten wurden hauptsächlich Standardproben mit 20mm Durchmesser und 240mm Länge für die Untersuchungen verwendet. Der Vorteil der Maschine ist, dass alle in der Literaturstudie beschriebenen Methoden bzw. Varianten mit Induktionsheizung angewandt werden können.

Die einzelnen Bauteile der Maschine sowie die Bedienung dieser werden in den Arbeiten von Ofenheimer et al. ausführlich beschrieben [72, 73]. Im Kapitel 12.3 sind die wichtigsten technischen Daten der Maschine aufgelistet. In den folgenden Kapiteln werden die physikalischen Effekte der Induktionsheizung und die Peripherie der Maschine, die einen Einfluss auf die Temperaturverteilung in der Probe haben, beschrieben. Diese Betrachtung soll zum leichteren Verständnis der entwickelten Messmethode und der ermittelten Ergebnisse in den nachfolgenden Kapiteln führen. Zusätzlich wird noch auf die komplexe Temperaturmessung eingegangen.

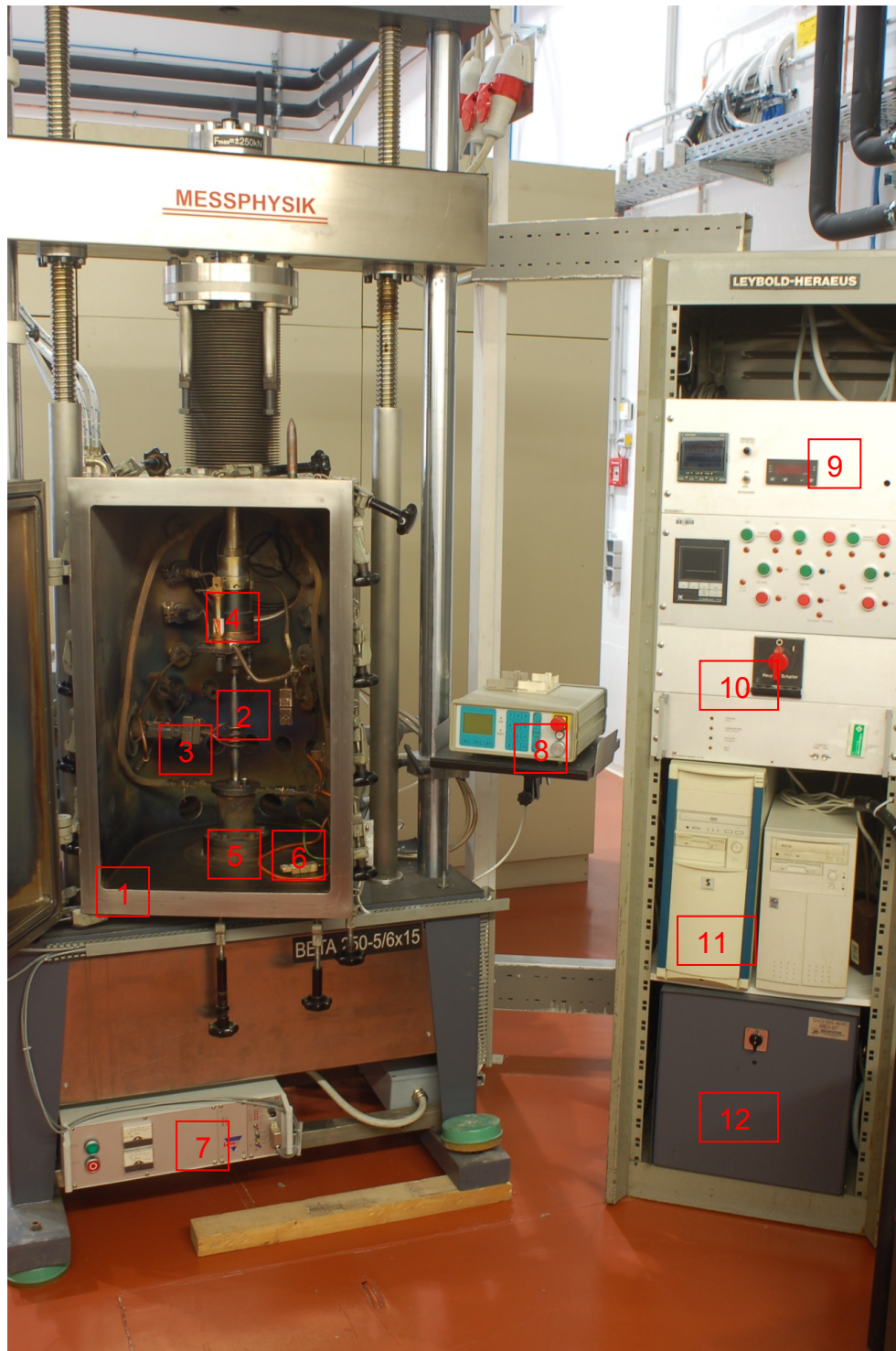


Abbildung 28: Heißzugdruckprüfmaschine BETA 250-5 mit den Hauptkomponenten, (1) Probenkammer, (2) Standardprobe, (3) Induktionsspule, (4,5) Probenaufnahme, (6) Anschlüsse für Thermoelemente, (7) Steuerung Induktionseinheit, (8) Steuerung Zugspindel, (9) Steuerungsschrank für das Vakuum und Temperaturmesssystem, (10) Systemrechner, (11) Elektronik der Zug-Druck Einheit

### 7.2.1 Induktionserwärmung

Die Proben werden mittels einer Induktionsheizung der Firma IEW aufgeheizt. Die Induktionserwärmung hat entscheidenden Einfluss auf den Temperaturverlauf in der Probe und so auf die Ergebnisse. Die Grundlagen werden aus dem Werk von Benkowsky [74] zusammenfassend erklärt:

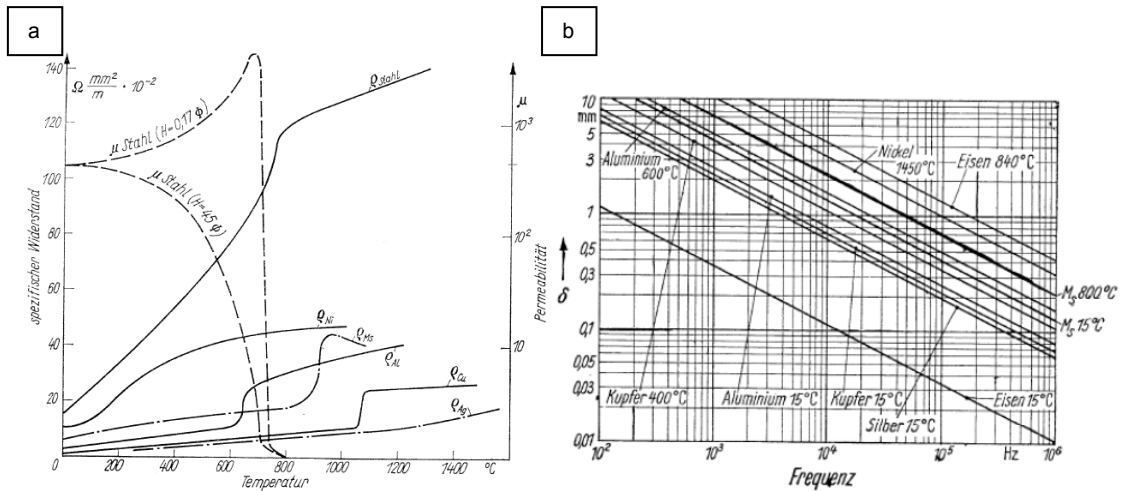
Wird ein Leiter von einem Wechselstrom durchflossen, baut sich um ihn herum ein elektromagnetisches Feld auf, welches in einen nebenstehenden Leiter wiederum Wechselströme in umgekehrter Richtung induziert. Alle elektrisch leitenden Stoffe lassen sich induktiv erwärmen. Die induzierten Wirbelströme können die Probe bis zum Schmelzen erhitzen. Zusätzlich kommt bei ferromagnetischen Werkstoffen die Wärme hinzu die durch das Ummagnetisieren des stetig wechselnden Feldes entsteht. Die Geometrie der Induktionsspule hat einen wesentlichen Einfluss auf die Wärmeverteilung in erhitzten Proben. Mit der steigenden Anzahl der Spulenwindungen steigt proportional dazu der induzierte Strom. Die übertragbaren Leistungen der Induktionserwärmung sind allen anderen Verfahren weit überlegen. Zu beachten ist, dass sich die Stromfäden in der äußeren Schicht konzentrieren und somit die Wärmeeinbringung hauptsächlich an dieser erfolgt. Dieser Hauteffekt (Skinneffekt) hängt hauptsächlich von den Werkstoffeigenschaften, sowie der verwendeten Frequenz  $\varphi$  ab. Je höher die Frequenz, desto geringer ist die Eindringtiefe  $\delta$ . Ein weiterer wichtiger Faktor ist die Temperatur der Probe. Mit steigender Temperatur nimmt die Eindringtiefe um ein vielfaches zu, was mit der Permeabilität<sup>j</sup>  $\mu$  und dem spezifischen Widerstand  $\rho$  in Verbindung steht. Die Zusammenhänge sind in der unten stehenden Gleichung und in Abbildung 29 a und b zu sehen.

$$\delta = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{\rho 10^7}{\varphi \mu}} \text{ (mm)} \quad (\text{Gl.6})$$

---

<sup>j</sup> Die Permeabilität ist ein Maß dafür, magnetische Feldlinien zu leiten (magnetische Leitfähigkeit)





**Abbildung 29: (a) Spezifischer Widerstand und Permeabilität verschiedener Werkstoffe in Abhängigkeit von der Temperatur; (b) Eindringtiefe des induzierten Stroms in Abhängigkeit von der Frequenz bei verschiedenen Werkstoffen [74]**

## 7.2.2 Wärmesituation in der Probe

Der Aufbau des Rezipienten hat neben der Induktionsheizung den größten Einfluss auf den Temperaturverlauf in der Probe. Dies hängt damit zusammen, dass die durch die Induktionsheizung eingebrachte Energie durch die Umgebung, die durch den Rezipienten vorgegeben ist, abgeführt wird. Dieser kann mit zwei Vakuumpumpen evakuiert oder mit Schutzgas geflutet werden. Führt man die Versuche im Hochvakuum, kann die Konvektion vernachlässigt werden. Bei schlechterem Vakuum oder sogar Schutzgas wird ein zusätzlicher Teil der Wärme durch Konvektion abgeführt. Besonders bei hohen Temperaturen wird der Großteil der Wärme an die Induktionsspule, die sich in unmittelbarer Nähe der heißesten Stelle der Probe befindet, durch Strahlung abgeführt. Das Zusammenspiel zwischen Konvektion, Strahlung und Konduktion ist in Abbildung 31 dargestellt. Ein Großteil der Wärme wird durch die gekühlten Probenhalter aus der Probe durch Wärmeleitung  $Q_\lambda$  abgeführt, um die Komponenten der Maschine zu schützen. In Abbildung 30 ist das System schematisch dargestellt. In den Wärmeleitungsgleichungen entspricht  $Q_\epsilon$  der Abstrahlleistung,  $\sigma$  der Strahlungskonstanten,  $\epsilon$  dem Emissionskoeffizienten,  $A$  der Stirnfläche der Probe,  $\Delta T$  der Temperaturdifferenz zwischen der Stirnfläche und der Umgebung,  $Q_\alpha$  dem Wärmeübergang durch Konvektion,  $\alpha$  dem Wärmeübergangszahl zwischen Probe und umgebenden Atmosphäre,  $\lambda$  der Wärmeleitfähigkeit und  $A_Q$  dem Probenquerschnitt.

$$\dot{Q}_\epsilon = \epsilon \sigma A \Delta T^4$$

(Gl.7)

$$\dot{Q}_\alpha = \alpha A \Delta T$$

(Gl.8)

$$\dot{Q}_\lambda = -\lambda A_Q \frac{T_1 - T_2}{d}$$

(Gl.9)

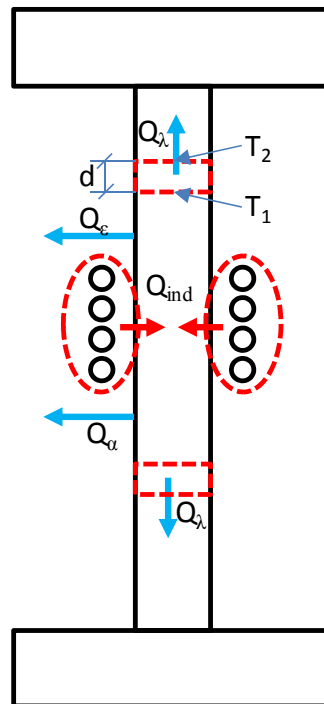


Abbildung 30: Zu- und abgeführte Wärmen im System

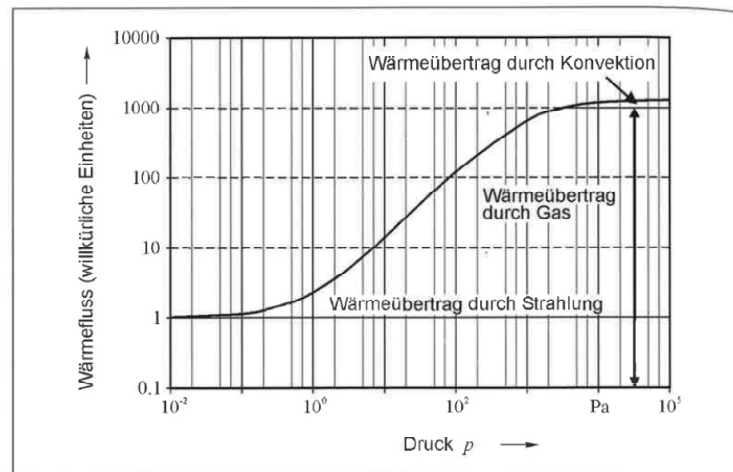


Abbildung 31: Schematische Abhängigkeit des Wärmeflusses über den Druck in einem Wärmeleitungsvakuummeter [75]

### 7.2.3 Temperaturmessung

Die Temperaturmessung dient zur Steuerung bzw. Regelung der Zugversuche. An der Maschine sind die zwei verbreitetsten Methoden aus der Technik zur Temperaturmessung vorhanden. Die Messung kann mit Thermoelementen bzw. berührungslos mit zwei Pyrometern erfolgen. Die Thermoelementenmessung beruht darauf, dass zwei unterschiedliche Leitermaterialien und deren temperaturabhängiger Potenzialunterschied ausgenutzt werden. Durch längeren Einsatz bei hohen Temperaturen ändern sich jedoch durch Diffusionsvorgänge die Eigenschaften der

Drähte, was zu einer Beeinträchtigung der Temperaturmessung führen kann. Ein zweites Problem besteht da sich die Probe in einem hochfrequenten Wechselfeld befindet, das durch die Induktionsspule erzeugt wird. Dies kann ebenfalls zu Messabweichungen führen [76]<sup>k</sup>.

Pyrometer messen berührungslos die Strahlungsintensität eines Körpers. Dazu muss jedoch der Emissionskoeffizient des Körpers bekannt sein. Dieser hängt einerseits vom Werkstoff selber, andererseits von dessen Oberfläche ab; beide können sich mit fortlaufender Versuchsdauer ändern und so zu Messabweichungen führen. Des Weiteren sollte berücksichtigt werden, dass sich der Emissionskoeffizient beim Phasenübergang ins Flüssige sprunghaft ändert [77].

„Die Messung mit Thermoelementen sollte wenn möglich vorgezogen werden“ [78].

---

<sup>k</sup> Beim plötzlichen Ausschalten der Induktion bei hohen Temperaturen konnte kein Ausschlag der Temperaturmessung festgestellt werden. Aus dem kann geschlossen werden, dass die Induktion der Spule keine Auswirkung auf die Temperaturmessung hat.

## 8 Vorversuche

In den Vorversuchsserien wurden die aus der Literatur bekannten Methoden getestet und daraus wichtige Erkenntnisse gewonnen. Bevor jedoch mit den Versuchen begonnen wurde, wurden wichtige Baugruppen überprüft, um Messungen im Bereich des ersten *DM* sicherzustellen. So wurde das System auf Dichtheit überprüft und die Vorvakuumpumpe gewartet. Die Lecksuche erfolgte mit der Aceton Prüfmethode. Der Hauptspindelantrieb wurde neu eingestellt, um die Dehngeschwindigkeiten sicher zu stellen. Die Kraftmessdose wurde überprüft, um auch die geringen Kraftänderungen im Bereich des ersten *DM* anzuzeigen.

### 8.1 Aufschmelzversuche mit Schutzröhrchen

Wie aus der Literatur ersichtlich handelt es sich bei der Umschmelzung im Quarzglas um die am häufigsten verwendete Aufschmelz-Methode für on-cooling Heißzugversuche. Diese Methode wird oft in Kombination mit der Pyrometer-Temperaturmessung gewählt. Die Vorversuche in der vorliegenden Arbeit mit diesem einfachen Versuchsaufbau haben gezeigt, dass bei hohen Temperaturen das Quarzglas mit der Probe reagiert, sich beschlägt und so die Temperaturmessung verfälscht. Die Fehlmessung der Temperatur führt zu einem Anstieg der Heizleistung. Nach einigen Sekunden und durch die erhöhte Temperatur, die durch diesen Effekt entsteht, verschwindet die Trübung und es kann die Temperatur gemessen werden. Dieses Phänomen ist bei 1200°C in Abbildung 32 zu sehen. Ab diesem Zeitpunkt ist das Quarzrohr nicht mehr 100%ig transparent und die Temperaturmessung wird beeinträchtigt. Bei einem Versuch wurde bei 1200°C der Versuch abgebrochen und die Rückstände am Quarzglas wurden mit EDX detektiert<sup>1</sup>. Die Untersuchung ergab, dass sich am Quarzglas Cr, Mn und Fe absetzten. Auf den Bruchflächen, sowie auf den Stirnflächen der Proben wurden mittels EDX Rückstände aus Silizium detektiert, siehe Abbildung 33 b, c. Diese Wechselwirkungen beeinflussen die Legierungszusammensetzung, trüben das Quarzglas und beeinträchtigen somit die Ergebnisse. Ein weiterer Nachteil ist wie in Kapitel 7.2.3 erwähnt, dass sich der Emissionskoeffizient beim Übergang ins Flüssige sprunghaft ändert. Es wurde ebenfalls versucht, die Innenseite des Quarzröhrchens mit Bornitrid zu beschichten, was aber zu keiner Verbesserung führte.

---

<sup>1</sup> Die Versuchsparameter sind direkt den Abbildung 33 b und c zu entnehmen.

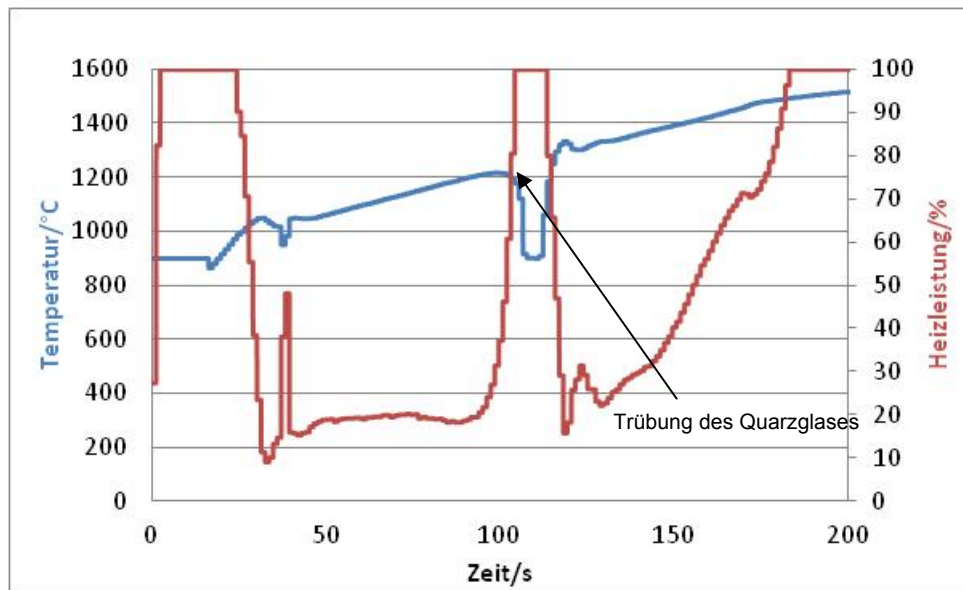


Abbildung 32: Test Nr.144: Aufschmelzung in einem Quarzröhrchen, Temperaturmessung mit Pyrometer, Aufschmelzzeit: 160 sec., Druck zu Versuchsbeginn (Vakuummkammer):  $7 \times 10^{-2}$  [mbar]

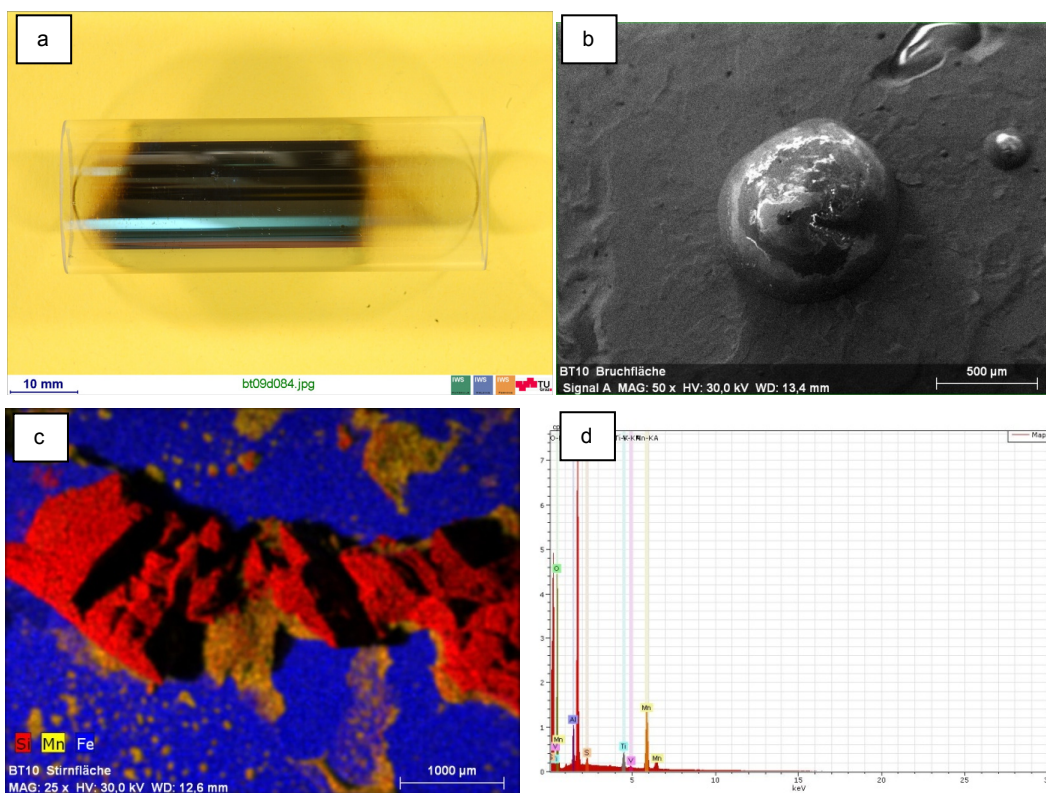


Abbildung 33: (a) Das Quarzglas beschlägt sich bei 1200°C (Mn, Cr,Fe), (b) Rückstände aus Si an der Bruchfläche und an der Stirnfläche, (c) und (d) An der Glasinnenseite detektierte Legierungselemente mit EDX

Um die chemischen Reaktionen zu verringern, wurde statt einem Quarz- ein Tonerderöhrchen verwendet, da dieses weniger stark mit der Schmelze reagiert. Mit dieser Maßnahme kann die Temperaturmessung nicht mehr mit Pyrometern erfolgen,

sondern muss mit Thermoelementen vorgenommen werden, da die Schmelzsicherung nicht mehr transparent ist und so die Temperatur des Materials nicht direkt gemessen werden kann. Die Temperaturmessung mit einem isolierten Thermoelement im Probeninneren stellte sich als sehr träge heraus. Die Bohrung im Probeninneren beeinflusst ebenfalls das Messergebnis. Der größte Nachteil dieser Methode ist, dass das Tonerderöhrchen zusätzlich abgestützt werden muss, weil dieses bei hohen Temperaturen bersten kann. Der komplette Aufbau isoliert thermisch stark und Primärdendritarme können sich nicht quer zur Zugrichtung ausbilden. Die Reibung an der Grenzfläche (Probe-Röhrchen) kann die Kraftmessung beeinträchtigen. Aus diesen Gründen wurden Messaufbauten mit diesem Prinzip nicht weiter verwendet.

## **8.2 Aufschmelzversuche ohne Schutzröhrchen**

Bei dieser Methode wurde versucht die Proben, wie auch bei Weinberg [48] und Rogberg [49], mit Argon zu umspülen und durch Oberflächenspannung oder durch eine Kühlwirkung die Oberfläche fest zu halten und im Probeninneren zu schmelzen. Dazu wurde eine Vorrichtung gebaut die in Abbildung 34 zu sehen ist. Gültige Versuche konnten nicht durchgeführt werden da das Schmelzbad bei der Aufschmelzung kollabierte.

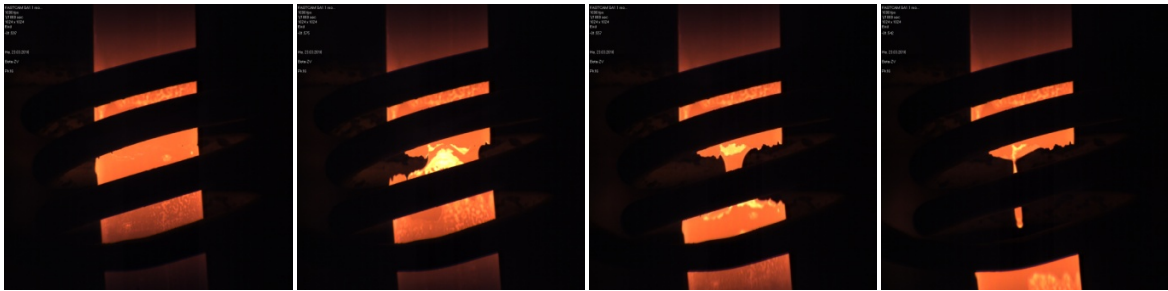


**Abbildung 34: Vorrichtung zur Umspülung der Probe mit Schutzgas**

Die Methoden mit Schmelzbadsicherung zeigen Streuungen der Temperaturmessung die sich direkt auf die ermittelten Kraftwerte auswirken. Da die Messabweichungen unzufriedenstellend sind, wurde nach einer Methode gesucht, um diese Ergebnisse zu vergleichen. Aus der Literatur ist bekannt, dass sich die Festigkeitskennwerte von on-heating und on-cooling Versuchen zwar unterscheiden, aber durchaus zum qualitativen Vergleich herangezogen werden können. Deswegen wurde die on-heating Methode nach [52] verwendet um die Nullfestigkeitstemperatur zu ermitteln.

Bei diesem einfachen on-heating Versuch, bei dem die Probe mit einem Gewicht belastet und bis zum Bruch kontinuierlich erwärmt wird, wurde festgestellt, dass aus der Probe Schmelze austritt. Der Versuch wurde durch Hochgeschwindigkeitsaufnahmen dokumentiert. Die Aufnahmen in Abbildung 35 zeigen, dass sich im Probeninneren ein Schmelzbad ausbildet, während die Oberfläche der Probe fest bleibt. Derselbe Versuch wurde mit geringeren mechanischen Belastungen durchgeführt. Es wurde dabei beobachtet, dass sich bei geringerer mechanischer Belastung das Schmelzbad im Probeninneren größer ausbildet.





**Abbildung 35: Hochgeschwindigkeitskamera-Aufnahmen eines Aufheizversuches mit einer konstanten Belastung von 5N (niedriglegierte Stahlprobe)**

Abbildung 36 zeigt eine Probe, die nur durch ihr Eigengewicht belastet wurde. An dieser Probe ist zu erkennen, dass sich während des Aufschmelzens eine feste Schale gebildet hat. Erst beim Brechen der Probe ist Schmelze ausgetreten. Dies ist auch ein Hinweis dafür, dass die Schale bis zum Kollabieren fest bleibt und als Schmelzbadsicherung verwendet werden kann. Die Dicke der Schale beträgt in diesem Fall 0,2 mm.

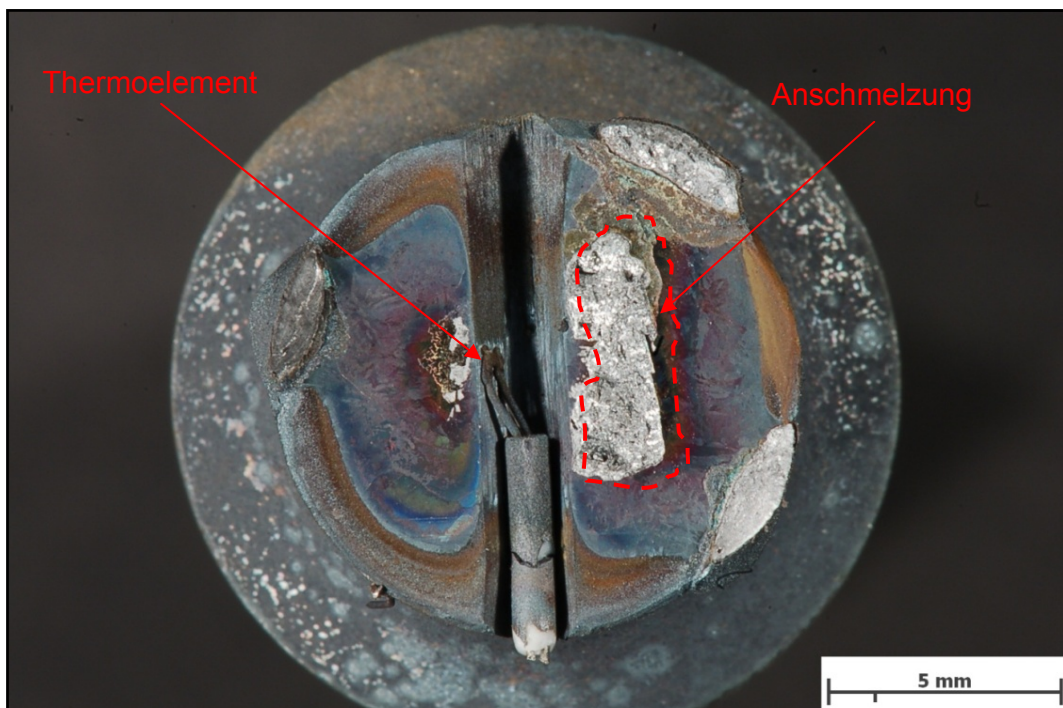


**Abbildung 36: Ausgetretene Schmelze einer niedriglegierten Stahlprobe, die nur durch das Eigengewicht belastet wurde**

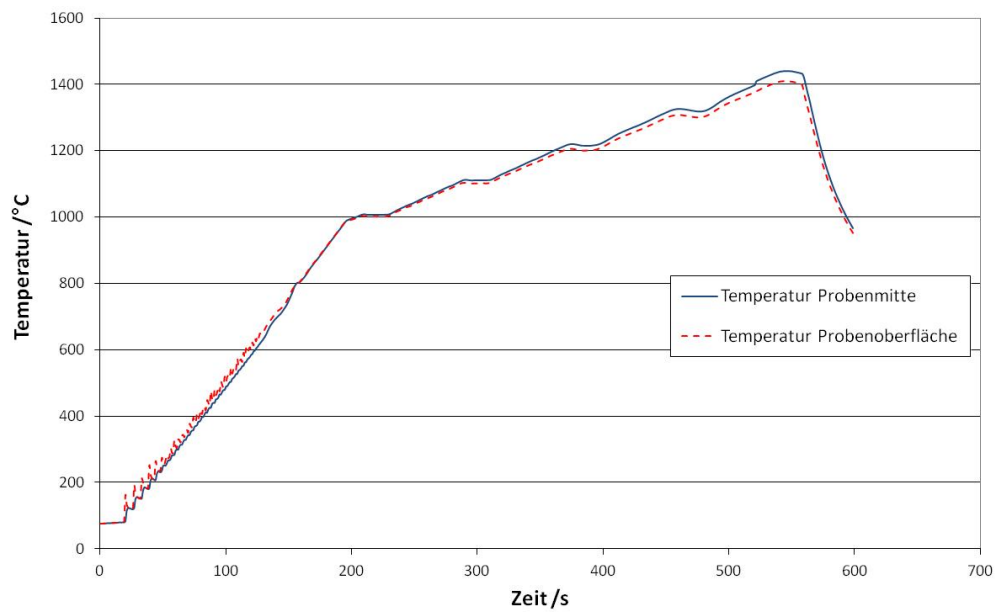
Durch diese ersten Beobachtungen konnte ebenfalls festgestellt werden, dass im Probeninneren eine höhere Temperatur vorliegt als an der Oberfläche. Für quantitative Aussagen zur Temperaturmessung wurde die Temperatur gleichzeitig im Inneren der Probe und an der Oberfläche bestimmt. Für die Temperaturmessung im Probeninneren wurden Proben auseinandergeschnitten und an einer Seite ein Schlitz



eingbracht. In dem Schlitz wurde ein Thermoelement mit 0,5mm Durchmesser platziert und angeschweißt, siehe Abbildung 37. Anschließend wurden die passgenauen Probenhälften exakt positioniert und mit drei WIG-Schweißpunkten verbunden. Die Probe wurde bis zu einer Oberflächentemperatur von 1400°C erhitzt. Dies entspricht ca. 1430°C im Probeninneren und führt bereits zu lokalen Anschmelzungen zwischen den zwei Probenhälften. Diese Messungen wurden an einem 11,8 %-igem Chromstahl durchgeführt. Bei 1000, 1200, 1300 und 1400°C wurde die Temperatur an der Oberfläche konstant gehalten, um einen stationären Zustand in der Probe herzustellen. Wie die Messungen zeigen, nimmt die Differenz zwischen der Temperatur im Probeninneren und der Oberfläche immer weiter zu wie es in Abbildung 38 zu sehen ist. Bei 1400°C Oberflächentemperatur beträgt diese bereits 30°C. Die Messungen wurden an verschiedenen radialen Positionen durchgeführt um ein Temperaturprofil in Dickenrichtung zu ermitteln. Dieses zeigt, dass die Temperatur über den Probenquerschnitt konstant bleibt und erst an der Probenoberfläche abfällt. Bei Proben ohne Querschnittsverengung, mit einem Durchmesser von 20mm, beträgt dieser Unterschied sogar 50°C.



**Abbildung 37: Angeschweißtes Pt-PtRh Thermoelement zur Ermittlung der Temperatur in der Probenmitte; 12%iger Chromstahl; Schnitt A-A, siehe Abbildung 41**



**Abbildung 38: Gleichzeitige Messung der Temperatur in der Mitte und der Oberfläche einer Probe aus 12%igen Chromstahl**

### 8.3 Neues Konzept

Nach den Beobachtungen der on-heating Versuche ohne Schutzröhrchen entstand die Idee ein neues Konzept zu entwickeln, welches eine Umschmelzung ohne Schmelzbadsicherung ermöglicht. Dabei sollte der Temperaturzyklus so gewählt werden, dass eine kontrollierte Umschmelzung und anschließende Erstarrung möglich ist. Die in den Kapiteln zuvor dargestellten Beobachtungen beruhen auf on-heating Versuchen. Um einen on-cooling Versuch zu gewährleisten, müssen die Proben kontrolliert umgeschmolzen und anschließend belastet werden.

Da die Schale während des Aufschmelzens sehr dünn ist und geringe Festigkeiten übertragen kann, sollte diese so wenig wie möglich belastet werden. Die Hochgeschwindigkeitsaufnahmen haben gezeigt, dass sich bei geringeren Belastungen ein größeres Schmelzbad ausbildet.

Steuerungstechnisch ist es an der BETA möglich, die Probe während des Versuches spannungsfrei zu halten, indem die Längenänderung ausgeglichen wird, die durch die Erwärmung der Probe entsteht. Dazu muss die Probe allerdings fest in die Maschine eingebaut werden, was zu einem sehr schwierig ist und zu anderem immer zu Verspannungen und zum Aufbrechen der festen Schale führt. Problematisch sind ebenfalls Versuche die unterbrochen werden müssen, weil die abkühlende Probe, die sich zuvor ausgedehnt hat, beim Abkühlen die Maschine belastet. Aus diesen Gründen wurde in der Bachelor-Arbeit von Höller [79] eine Vorrichtung entwickelt, die eine spannungsfreie Aufheizung und Umschmelzung gewährleistet. Die Spannungsfreiheit ist mit einer Feder gewährleistet, die mit jener Kraft entgegenwirkt, die die Schale durch das untere Probengewicht erfährt und gleichzeitig eine Ausdehnung nach unten ermöglicht. Zudem kann die Probe bis 3kN mit einem Pneumatikzylinder mit Schutzgas betrieben werden. Die Abziehvorrückung ist so konstruiert, dass in die Probe keine Querkräfte eingeleitet werden können. Ein weiterer Vorteil der Vorrichtung ist der einfache Einbau der Probe in die Prüfmaschine. In Abbildung 39 ist die Abziehvorrückung zu sehen, die am IWS entwickelt und gebaut wurde. Die Entwicklung der Methode wurde zum ersten Mal in der Publikation [80] vorgestellt.

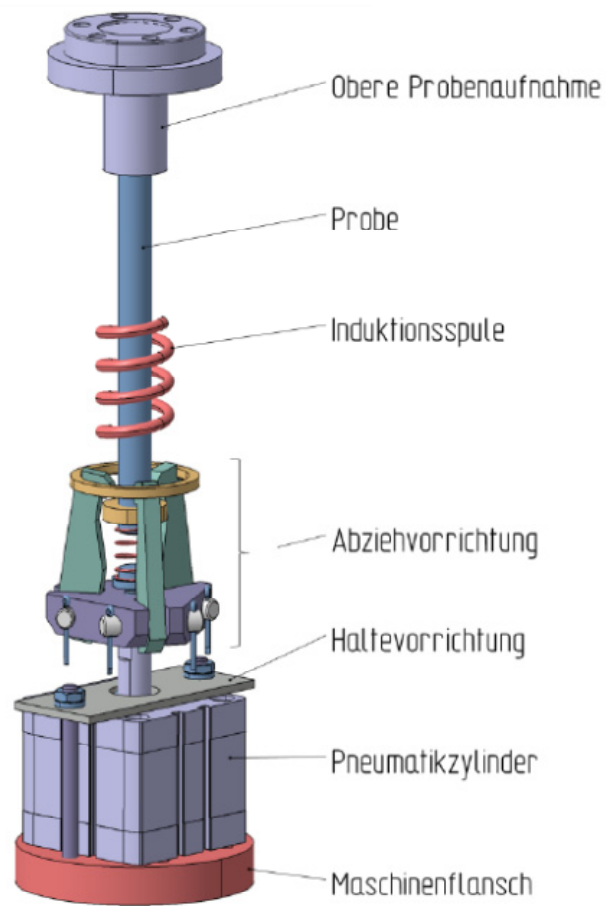


Abbildung 39: Belastungsvorrichtung für hohe Dehngeschwindigkeiten [79]

## 9 Experimentelle Untersuchung des ersten Duktilitätsminimums

Die neu entwickelte Aufschmelz-Methode erlaubt, Zugversuche bis in den schmelzflüssigen Bereich im Probeninneren durchzuführen. Die im Kapitel 8 präsentierten Vorversuche sind für die Untersuchung von Materialeigenschaften während des ersten *DM* nur von indirekter Relevanz und demonstrieren lediglich die erfolgreiche Aufschmelzung der Probe. Nach der Aufschmelzung im Probeninneren werden die Proben schrittweise auf unterschiedliche Temperaturen abgekühlt, die sich im teilflüssigen, breiigen Zweiphasengebiet (*mushy zone*) befinden. Einige Versuche wurden in unterschiedlichen Atmosphären getestet, um eventuelle Einflüsse zu ermitteln. Das ursprüngliche Ziel dieser Versuche war die Ermittlung des BTR welches in Kapitel 6.4.4 erklärt wurde. Im Anschluss wurden folgende Untersuchungen durchgeführt: Lichtmikroskopie (LiMi), Bruchflächenanalyse mittels Rasterelektronenmikroskop (REM), Mikrosondenuntersuchungen, Mikrohärtmessungen und chemische Elementanalysen mittels EDX<sup>m</sup>.

Für die ermittelten mechanischen Kennwerte wurden nur Versuche ausgewertet, die folgende Kriterien erfüllen:

- Die Probe muss an der Stelle brechen an der die Temperatur gemessen wurde (Spulenmitte)
- Eine korrekte Temperaturmessung muss gewährleistet werden
- Der Versuch muss ohne Bedienungsfehler an der Prüfmaschine durchgeführt werden
- Bei der Aufschmelzung darf keine Deformation der Probe oder ein Austreten der Schmelze erfolgen.

Ein Teil der Untersuchungen dieser Charge wurde in der Bachelor Arbeit von Riedler [81] durchgeführt, die Rahmen dieses K1-Met Projekts entstanden ist.

### 9.1.1 Versuchsdurchführung

Die Proben wurden mit dem in Abbildung 40 dargestellten Temperaturzyklus getestet. Die Temperaturen wurden mit einem Pt-PtRh Thermoelement an der Oberfläche der Probe gemessen. Nach der Haltezeit von 60s bei 1420°C wurden die Proben anschließend auf die Prüftemperaturen gebracht und mit dem Pneumatikzylinder bzw. mit der Maschine belastet. Für alle Versuche wurde die Abziehvorrichtung verwendet,

---

<sup>m</sup> Detaillierte Daten zu den verwendeten Geräten und Methoden befinden sich im Anhang

## Experimentelle Untersuchung des ersten Duktilitätsminimums

die die Proben bis zum Zugversuch möglichst spannungsfrei hält. Der Großteil der Versuche wurde in Feinvakuum bei  $2 \times 10^{-1}$  mbar durchgeführt. Einige weitere Versuche wurden in Argon und einem Hochvakuum von  $1 \times 10^{-4}$  mbar bei gleichem Temperaturzyklus durchgeführt. Die Probengeometrie unterscheidet sich von der Standardprobengeometrie durch einen eingedrehten Bereich, siehe Abbildung 41. Die Eindrehung befindet sich an der Stelle wo die Probe aufgeschmolzen wurde.

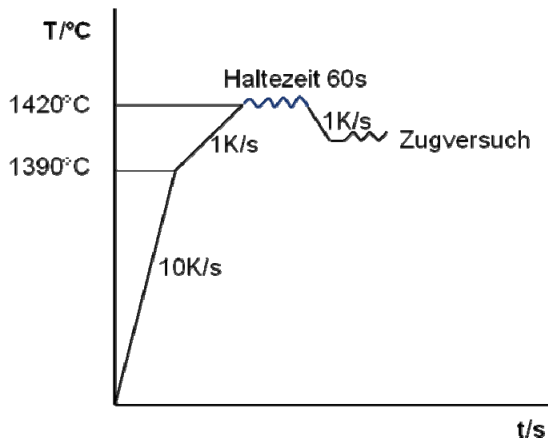


Abbildung 40: Temperaturzyklus für die Untersuchungen des ersten Duktilitätsminimums

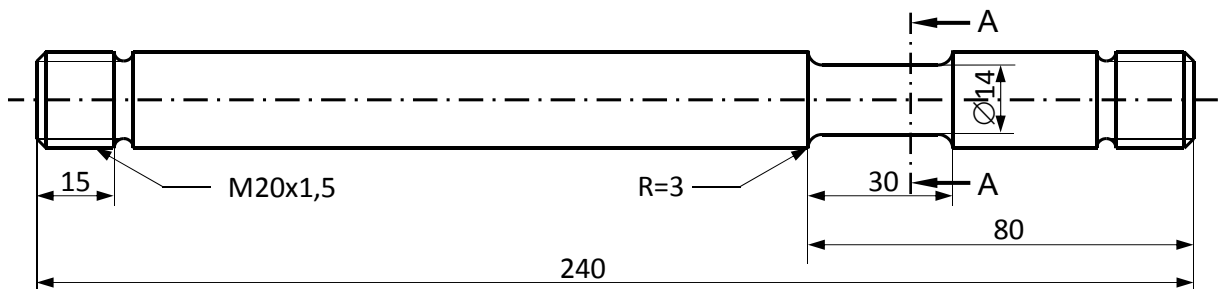


Abbildung 41: Eingedrehte Probengeometrie für die Untersuchungen des ersten Duktilitätsminimums

### 9.1.2 Werkstoff

Bei dem untersuchten Stahl handelt es sich um einen niedriglegierten Stahl. Die chemische Zusammensetzung ist in Tabelle 9-1 zu sehen. Um die Phasenübergänge zu bestimmen, wurde der Werkstoff einer DSC<sup>n</sup> Messung unterzogen. Diese Messung ergab eine Solidustemperatur von **1375°C** und eine Liquidustemperatur von **1471°C**. Dies ergibt ein Zweiphasengebiet von 96°C. Der Stahl erstarrt rein austenitisch, wie sowohl in der DSC Messung (Abbildung 42) als auch in dem mittels ThermoCalc erstellten Gleichgewichts-Phasendiagramm (Abbildung 43) zu sehen ist. Die ThermoCalc Berechnung gibt für die Solidustemperatur 1364,2 °C und für die Liquidustemperatur 1468,2°C an wenn man nur die Hauptlegierungselemente berücksichtigt. Werden auch die Spurenelemente berücksichtigt, sinken die Temperaturen auf 1335,6 bzw. 1464,4°C. Die Messungen sowie die ThermoCalc Berechnungen wurden von Presoly [82] durchgeführt.

**Tabelle 9-1: Chemische Zusammensetzung (in Gew. %) Stahl C**

	C	Mn	Si	Al	Nb	V	Ti	Ni	P
Gew.%	0,72	1,97	0,3	0,033	0,002	0,123	0,002	0,023	0,012

---

<sup>n</sup> Die DSC (Differential Scanning Calorimetry, deutsch: Dynamische Differenzkalorimetrie) ist eine thermoanalytische Methode, bei der durch die Messung der Temperaturdifferenz an einer definierten Wärmeleitstrecke (=Platin-Wärmebrücke am Probenträger) zwischen Probe und Referenz die Wärmestromdifferenz quantitativ erfasst wird. Dabei sind Probe und Referenz demselben Temperaturprogramm unterworfen. Mittels DSC können alle physikalischen oder chemischen Vorgänge erfasst werden, die mit einem Wärmeeffekt (=Enthalpieänderung) verbunden sind. Alle DSC-Messungen erfolgen ausschließlich als Aufheizmessungen, deren Ziel die Charakterisierung von Phasenumwandlungen im Gleichgewicht ist. (Auszüge laut Definition DIN 51007)

## Experimentelle Untersuchung des ersten Duktilitätsminimums

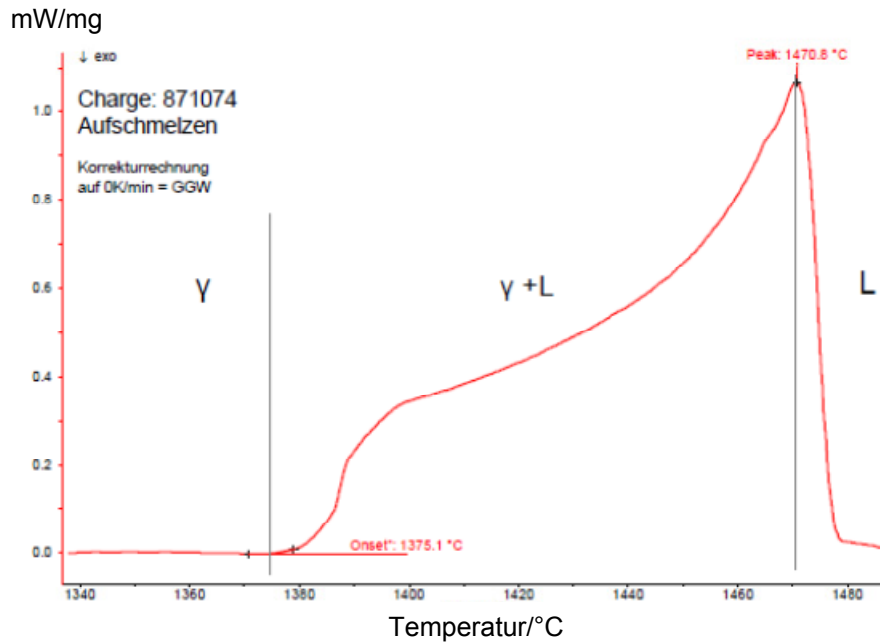


Abbildung 42: DSC-Signal zeigt den Übergang von Austenit bis zur Schmelze [82]

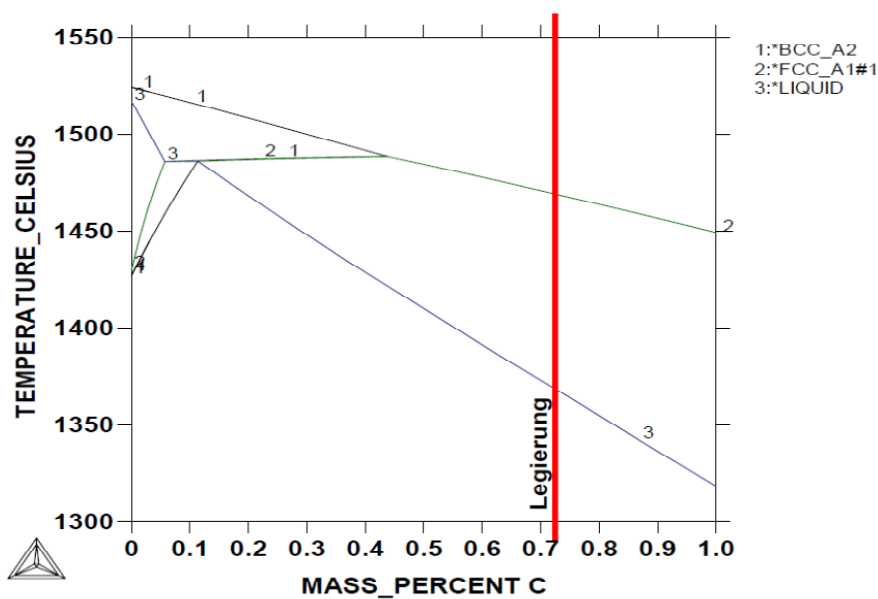
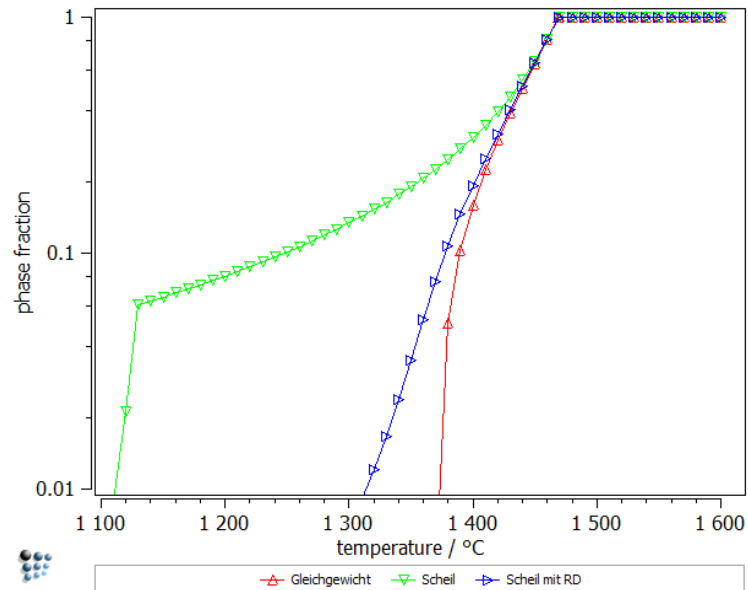


Abbildung 43: Phasendiagramm, erstellt mit der Software ThermoCalc [82] °

Die Software MatCalc bietet die Möglichkeiten der Berechnung dreier verschiedener Erstarrungssimulationen. Die berechneten Solidustemperaturen (1% Restschmelze) liegen für den Gleichgewichtszustand bei 1370°C, für das Modell nach Scheil bei 1110°C und das Modell mit Rückdiffusion bei 1315°C, wobei nur der Kohlenstoff für die Rückdiffusion gewählt wurde. Die Liquidustemperatur liegt bei allen Berechnungen bei 1470°C.

° ThermoCalc 5.0 für Windows, Datenbank:TCFE6





**Abbildung 44: Berechnete Erstarrungsintervalle mit der Software MatCalc (Gleichgewichtserstarrung, Erstarrung nach Scheil und Scheil mit Rückdiffusion)<sup>P</sup>**

Im Anhang (Kapitel 12.1) finden sich mit der Software JMatPro berechnete Diagramme [83]. Diese stellen einige Materialeigenschaften (Dichte, Ausdehnung, Wärmekapazität, Wärmeleitfähigkeit, Elastizitätsmodul, Viskosität, Konduktivität und Resistivität) in Abhängigkeit von der Temperatur dar und dienen zum Verständnis der neuen Aufschmelzmethode und zur besseren Interpretation der Ergebnisse. In den einzelnen Abschnitten wird auf die einzelnen Diagramme verwiesen.

<sup>P</sup> MatCalc Version 5.5 Datenbank MC\_FE\_V1.001

### 9.1.3 Mechanische Kennwerte

Die Ergebnisse des Heißzugversuches sind die gemessenen Kräfte und die ermittelten Brucheinschnürungen, die eine Aussage über die Duktilität liefern. In der Tabelle 9-2 sind zu den gemessenen Temperaturen die entsprechenden Kräftewerte und mit der Schiebelehre gemessenen und anschließend berechneten Brucheinschnürungen zugeordnet. Man darf nicht vergessen, dass die berechneten Spannungen einem Durchschnittswert über den inhomogenen Temperaturverlauf in Dickenrichtung der Probe entsprechen<sup>9</sup>. Die ermittelten Daten sind in Abbildung 45 graphisch dargestellt. Die Ergebnisse zeigen, dass die Versuche in Argonatmosphäre eine höhere Festigkeit aufweisen als Versuche mit identen Parametern im Feinvakuum. Die geringste Festigkeit weisen die Versuche im Hochvakuum auf. Auffallend ist auch, dass die Proben für die Umschmelzung auf eine Oberflächentemperatur von 1420°C erwärmt werden konnten. Das bedeutet, dass die Oberflächentemperatur der Probe die Solidustemperatur des Materials um 45°C übersteigt.

Die größten Schwierigkeiten während des Heißzugversuches bereitet die Aufschmelzphase. Die feste Schale kann kollabieren oder die Probe ausknicken. Thermoelemente können abbrechen oder Schwierigkeiten mit der Steuerung bzw. mit den Messaufnehmern können auftreten. Für die mechanischen Kennwerte wurden nur Versuche herangezogen, die einwandfrei durchgeführt werden konnten.

---

<sup>9</sup> Es ist bei den Vorversuchen gezeigt worden, dass besonders bei hohen Temperaturen ein signifikanter radialer Temperaturgradient in Dickenrichtung der Probe besteht. Daher wäre es falsch, zur gemessenen Oberflächentemperatur einen Spannungswert zuzuordnen. Die Korrekturen dazu werden im Kapitel 10.2 erklärt.

# Experimentelle Untersuchung des ersten Duktilitätsminimums

**Tabelle 9-2: Ausgewertete Versuche**

Test Nr.	Atmosphäre	Belastung	T/°C/PI-PIRh	Fmax/N	$\sigma_{\max}$	RA/%	U <sup>r</sup>
366	FV <sup>s</sup>	p <sup>t</sup>	1419	3	0,02	0	
367	FV	P	1415	7	0,05	0	x
368	FV	P	1411	6,5	0,04	0	x
369	FV	P	1415	111	0,72	0	x
370	FV	P	1405	129	0,84	0	
372	FV	P	1400	30	0,19	0	
374	FV	P	1405	149	0,97	0	
373	FV	P	1400	155	1,01	0	
376	FV	P	1390	52	0,34	0	
377	FV	P	1365	391	2,54	0	x
378	FV	P	1360	351	2,28	0	
379	FV	P	1355	481	3,12	0	x
380	FV	P	1355	315	2,05	0	
381	FV	P	1340	637	4,14	0	
382	FV	P	1331	808	5,25	0	
386	FV	P	1313	1693	11,00	0	x
388	FV	M <sup>u</sup>	1304	2189	14,22	0	
387	FV	P	1300	1621	10,53	0	x
392	FV	M	1280	5522	35,87	100	
391	HV <sup>v</sup>	M	1350	50	0,32	9	x
396	HV	M	1350	86	0,56	6	
395	HV	M	1320	201	1,31	3	
394	HV	M	1300	1074	6,98	7	
390	A <sup>w</sup>	M	1350	2610	16,95	0	x
389	A	M	1300	4823	31,33	24	x

<sup>r</sup> In den nächsten Kapiteln gezeigte Untersuchungen an ausgewählten Proben

<sup>s</sup> Versuche im Feinvakuum durchgeführt

<sup>t</sup> Proben wurden pneumatisch zerrissen

<sup>u</sup> Proben wurden maschinell zerrissen

<sup>v</sup> Versuche im Hochvakuum durchgeführt

<sup>w</sup> Versuche im Argon durchgeführt

## Experimentelle Untersuchung des ersten Duktilitätsminimums

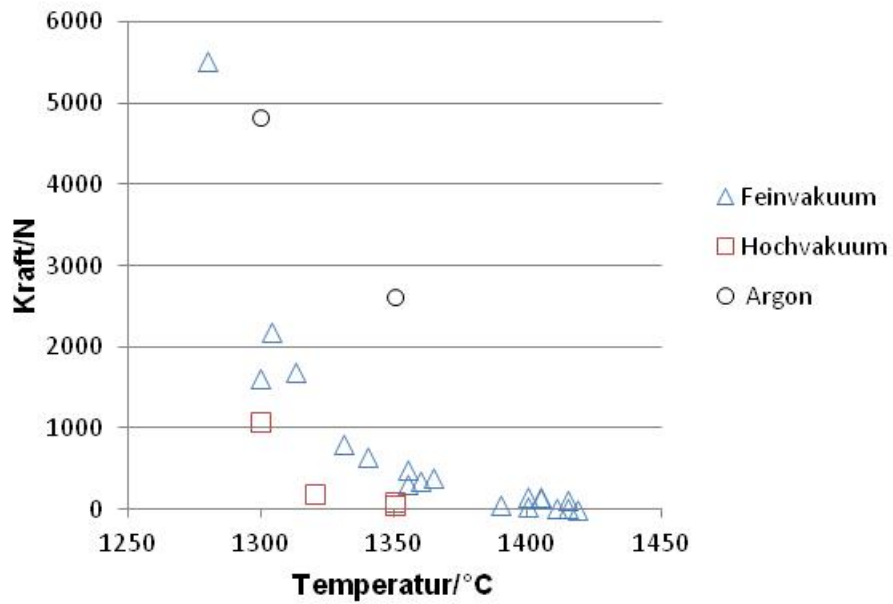


Abbildung 45: Kraft-Temperatur-Verlauf

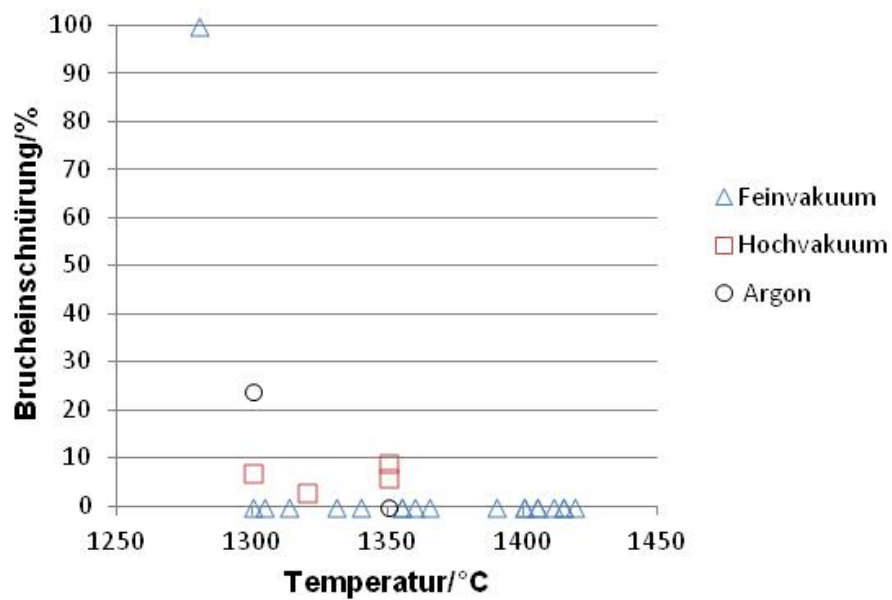


Abbildung 46: Brucheinschnürung-Temperatur-Verlauf

Es ist nicht üblich für Heißzugversuche im Bereich des ersten DM Kraft-Weg Diagramme anzugeben. Trotzdem werden von den maschinell gezogenen Proben die

zwischen Temperaturen von 1300°C bis 1350°C gezogen wurden, ausgewählte Kraft-Weg -Diagramme in Abbildung 47 dargestellt. Man erkennt, dass die Proben über messbare Wege eine Kraft aufnehmen können. Es ist möglich, auch Spannungs-Dehnungs- Diagramme von der Maschine ausgehen zu lassen. Es ist hierbei zu beachten, dass es sich bei den Spannungen um Durchschnittswerte über die ganze Fläche handeln. Zudem ist es schwierig zu sagen, welcher Bereich der Probe die Dehnung aufnimmt. Die Probe hat zwar eine Eindrehung, die über die gesamte Länge eine annähernd konstante Temperatur beim Zugversuch aufweist. Trotzdem weist der Bruch-Bereich eine inhomogene Gefügestruktur auf, die örtlich unterschiedliche Dehnungswerte aufnehmen kann. Aus diesem Grund ist es schwierig zu sagen, welche Ausgangslänge für die Ermittlung der Dehnungswerte herangezogen werden soll<sup>x</sup>.

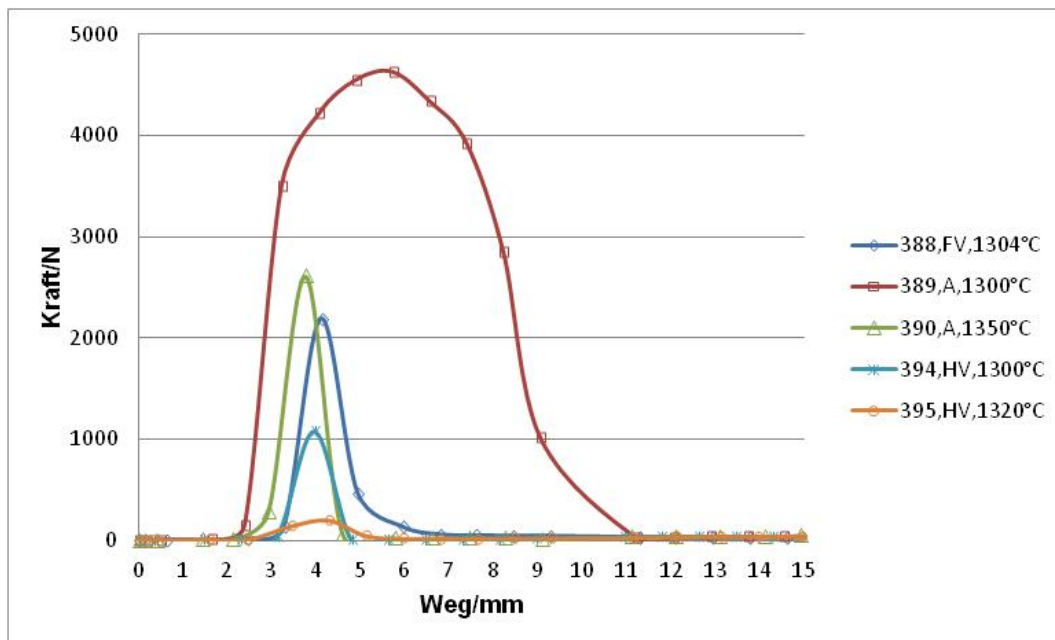


Abbildung 47: Kraft-Weg- Diagramme einiger Zugversuche

Es gibt bereits bei der Auswertung der Ergebnisse einige offene Punkte, auf die mit den angewandten analytischen Methoden in den nächsten Kapiteln gezielt eingegangen wird. Diese wären:

- Die an der Oberfläche um 45°C höher gemessene Oberflächentemperatur als die Solidustemperatur des Werkstoffes
- Einfluss der Atmosphäre auf die Festigkeitswerte des Werkstoffes

<sup>x</sup> Im Kapitel 11 wird eine Möglichkeit zur Verbesserung vorgeschlagen.

### 9.1.4 Makroskopische Untersuchung

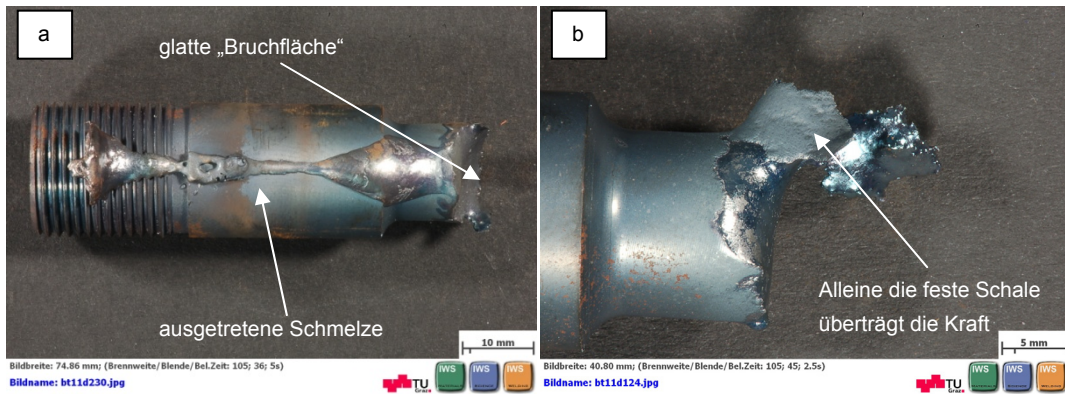
Bereits die makroskopische Betrachtung liefert einige wichtige Hinweise und Erkenntnisse. In Abbildung 48 sind die gezogenen Proben der Versuchsserie dargestellt.



**Abbildung 48: Makroskopische Aufnahme der gezogenen Proben**

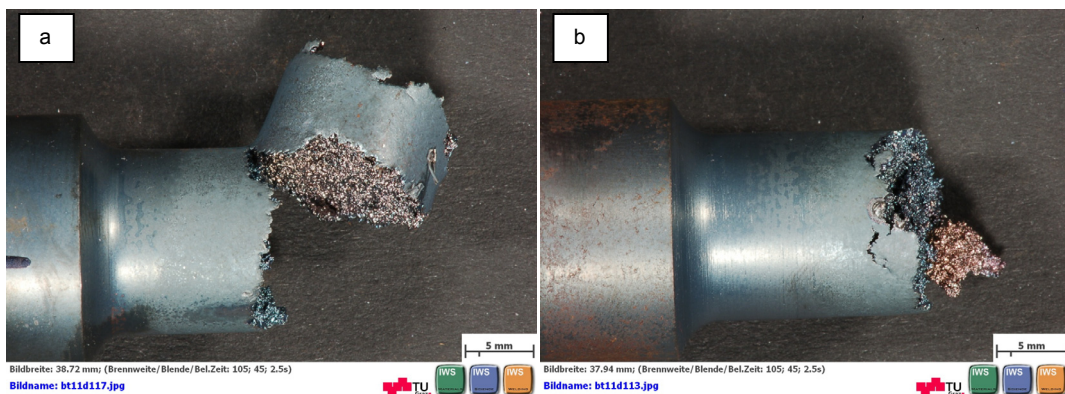
Betrachtet man die Bruchstellen der Versuche zwischen 1390°C und 1411°C, die im Feinvakuum getestet wurden, sieht man, dass alleine die Schale für die Kraftübertragung verantwortlich ist, wie anhand der Probe 369 in Abbildung 49b zu sehen ist. Die glatte Bruchfläche, sowie die ausgetretene Schmelze an dem unteren Bruchstück der Probe 367 in Abbildung 49a weisen auf die vorhandene Schmelze hin die sich während des Zugversuches im Probeninneren befunden hat.





**Abbildung 49: Untere Bruchstücke zweier Proben gezogen im Feinvakuum;  
(a) Test Nr. 367, 1415°C und (b) Test Nr. 369, 1411°C**

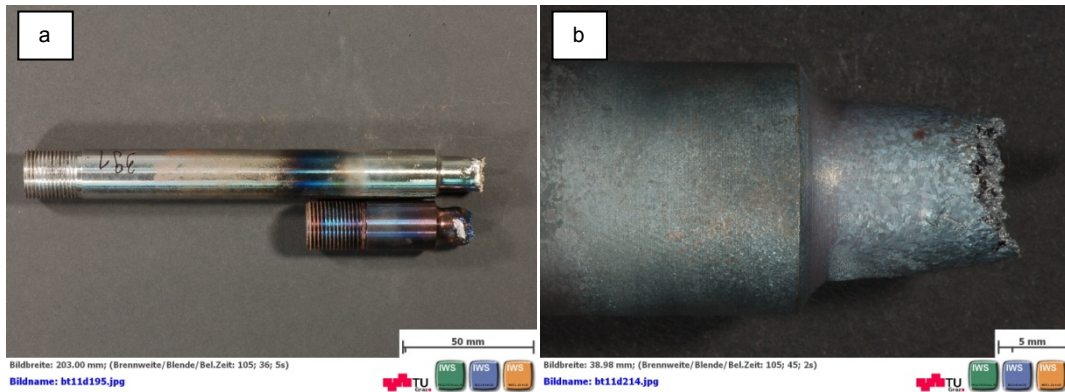
Wird die Temperatur weiter erniedrigt, steigt der Festkörperanteil im Probeninneren. Die Proben zeigen auf den ersten Blick keine Brucheinschnürung. Da sich die Probe nicht eingeschnürt hat (0% RA), ist laut Definition der Werkstoff bei der gemessenen Temperatur schlecht verformbar. Die Bruchteile der Proben um 1350°C, (Oberflächentemperatur) in Abbildung 50 zeigen, dass die Risse an der Oberfläche entstehen und das Material im Probeninneren trennen. Der teigige, breiige Werkstoffzustand aus dem Zweiphasengebiet (mushy zone) ist bei dieser Temperatur durchaus kompakt, kann aber nicht genügend Kraft auf die feste Schale ausüben, um diese zu verformen um so eine Brucheinschnürung zu erzwingen.



**Abbildung 50: Untere Bruchstücke zweier Proben gezogen im Feinvakuum;  
(a) Test Nr. 377, 1365°C und (b) Test Nr. 379, 1355°C**

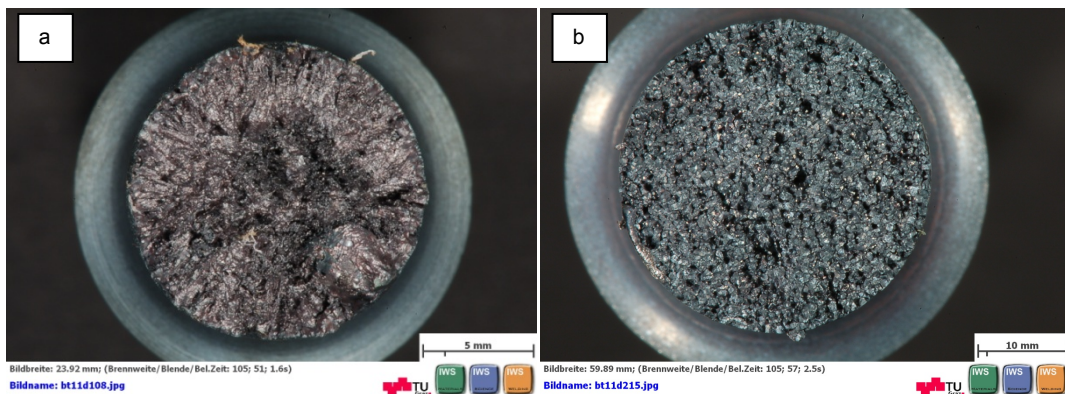
Die Versuche im Hochvakuum zeigen eine glänzend saubere Oberfläche der Proben, da in der Probenkammer wenig Sauerstoff für eine Oxidation zur Verfügung stand wie in Abbildung 51a zu sehen ist. Die Anlauffarben auf dem unteren Bruchstück entstanden erst beim Herausnehmen aus der Kammer (Das obere längere Stück ist in der gekühlten Einschraubung schneller abgekühlt und reagierte aus dem Grund weniger stark mit dem Sauerstoff). Versuche im Argon haben nicht zu einer sauberen Oberfläche geführt, da die Kammer nicht lange genug mit Argon gespült wurde.

Aus diesem Grund hat der Restsauerstoff zur Oxidation der Oberfläche geführt, siehe Abbildung 51b.



**Abbildung 51: (a) 1350°C, Test Nr. 391 (Hochvakuum), (b) 1300°C, Test Nr. 389 (Argon)**

Bereits die Makroaufnahmen der Bruchfläche geben wichtige Informationen über den Versuch. Lunker oder Unregelmäßigkeiten sind zu erkennen. Es können Erstarrungsstrukturen erkannt werden, die auf eine erfolgreiche Umschmelzung während des Versuches deuten. Trotz Verwendung einer gleichen Temperaturführung sind bei Versuchen, die im Argon gezogen wurden, interkristalline Bruchflächen zu sehen. Es scheint, dass die Proben in der Argon-Atmosphäre nicht aufgeschmolzen wurden.



**Abbildung 52: (a) dendritische Struktur (386, 1313°C, FV), (b) die Probe zeigt eine interkristalline Bruchfläche (390, 1350°C, Argon)**

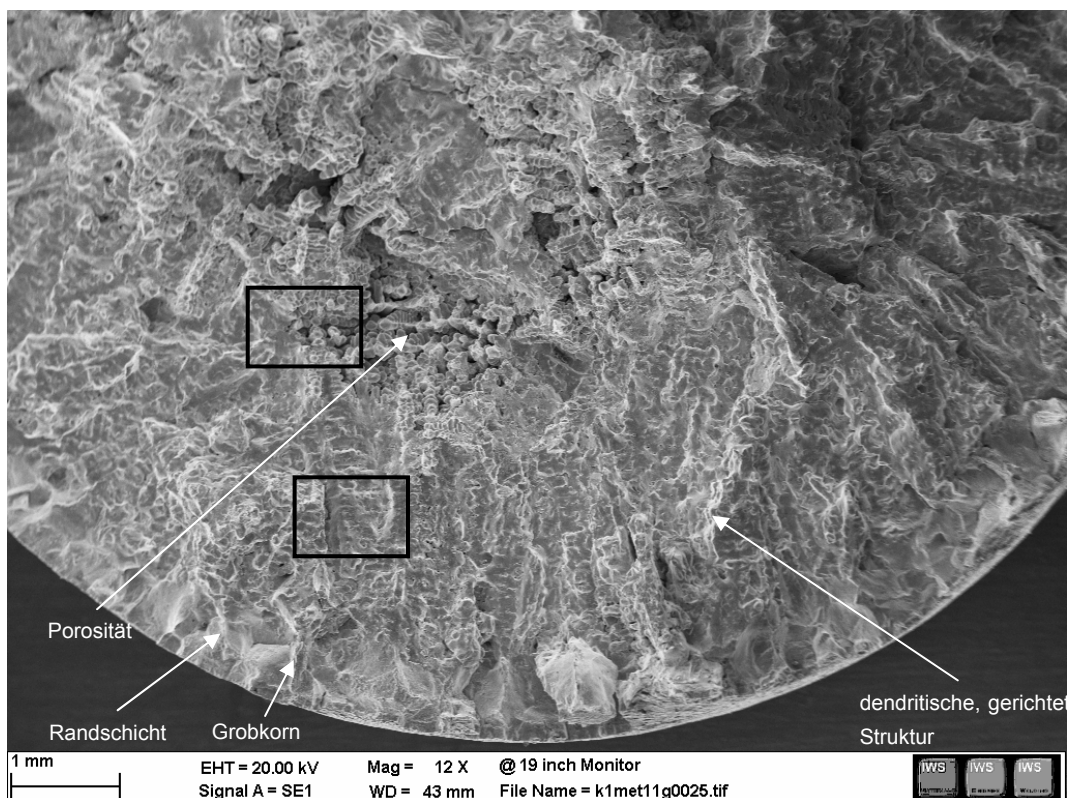
## 9.1.5 Untersuchung der Bruchflächen mittels REM

Die Bruchflächenanalyse der Proben mittels REM ist eine klassische Methode um Rückschlüsse bzgl. der Versagensursache zum Zeitpunkt des Zugversuches zu erhalten. Es sind Proben, die bei Temperaturen zwischen 1300°C und 1350°C und in verschiedenen Atmosphären getestet wurden ausgesucht und untersucht worden. Unter der Temperatur von 1300°C schnüren die Proben ein und haben keine



Bruchfläche und über 1350°C sind die Proben mit Schmelze überzogen. Zu dieser Untersuchung wurden die unteren Probenteile herangezogen, da diese durch die hohe Dehngeschwindigkeit schnell aus dem Bereich der Spule herausgezogen wurden. Das ist von Vorteil, da ein eventuelles Anschmelzen der Bruchfläche unmittelbar nach dem Zugversuch verhindert wird und so Fehlinterpretationen vermieden werden. Dies empfiehlt die induktive Heizung im Gegensatz zu konduktiven Geräten, bei denen die Bruchflächen zum Zeitpunkt der Einschnürung, durch den erhöhten Stromdurchfluss und den daraus folgenden Temperaturanstieg, direkt vor der Werkstofftrennung angeschmolzen werden können.

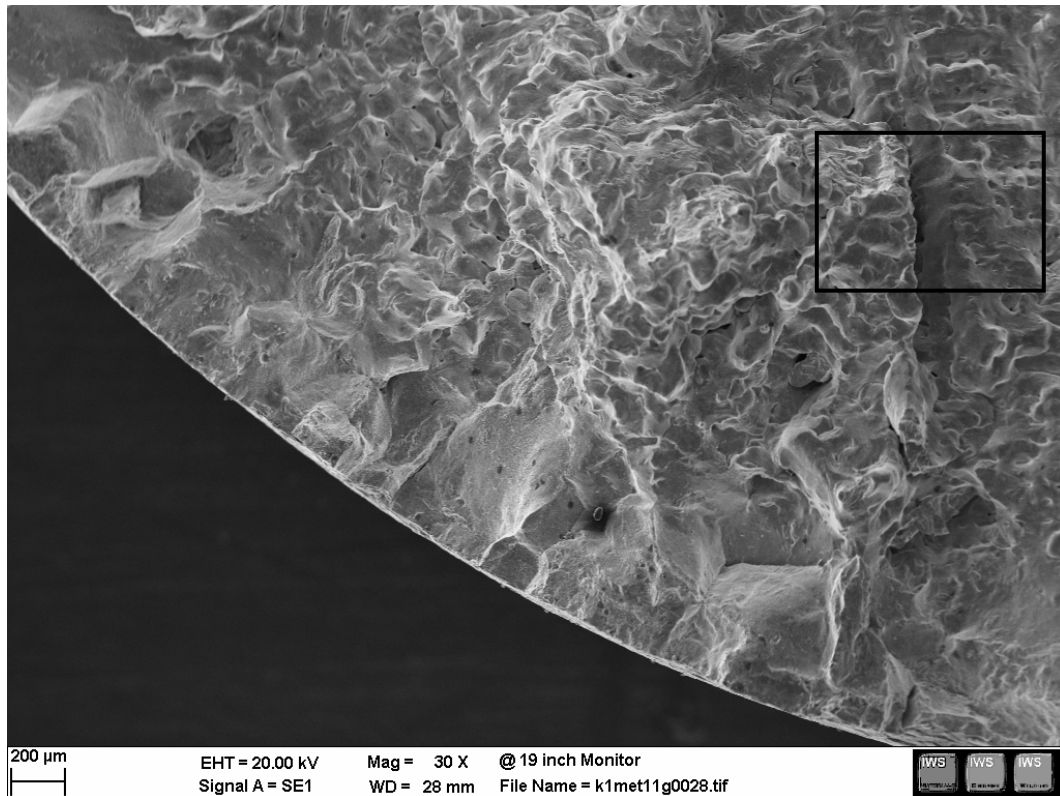
Das Übersichtsbild in Abbildung 53 zeigt eine Bruchfläche (Probe 386; 1313°C; FV) mit vier typischen Bereichen: Eine Randschicht (feste Schale bei der Umschmelzung) einen grobkörnigen Bereich und eine gerichtete dendritische Struktur die radial ins Probeninnere zeigt und die zum Probeninneren axialer wird. Das hängt mit der Wärmeabfuhr und Erstarrung zusammen<sup>y</sup>. Eine poröse Stelle mit frei erstarrten Dendriten ist ebenfalls zu sehen.



**Abbildung 53: REM-Übersichtsaufnahme der Bruchfläche einer Probe (Test Nr. 386) gezogen bei 1313°C im Feinvakuum**

<sup>y</sup> Die Erstarrungsrichtung der Dendritarme liegt parallel zum resultierenden Temperaturgradienten

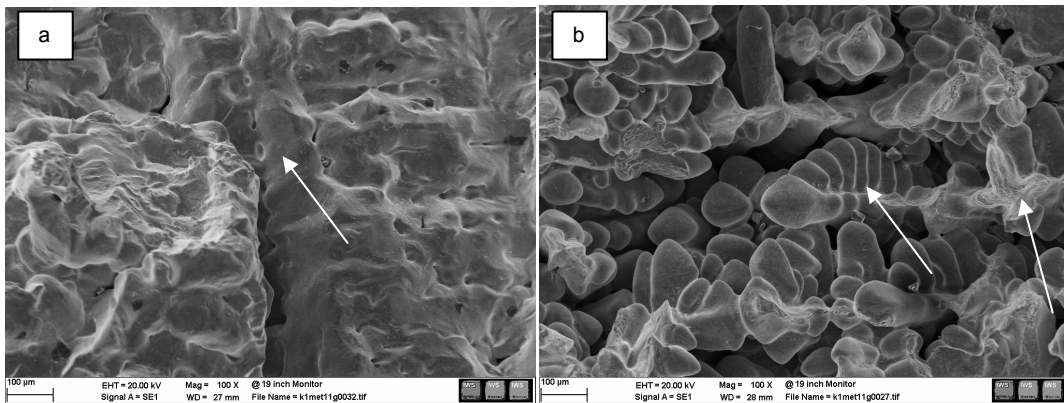
In Abbildung 54 ist die Randschale mit einer Dicke von  $100\mu\text{m}$  zu sehen. Diese geht in eine interkristalline Fläche über, an der einzelne Körner zu sehen sind. Beide Bereiche zeigen ein interkristallines sprödes Bruchaussehen. Die lichtmikroskopischen Untersuchungen bestätigen, dass dieser Bereich nicht aufgeschmolzen wurde. An diese Schicht schließt eine dendritisch erstarrte Mikrostruktur an, die zum Probenzentrum zeigt.



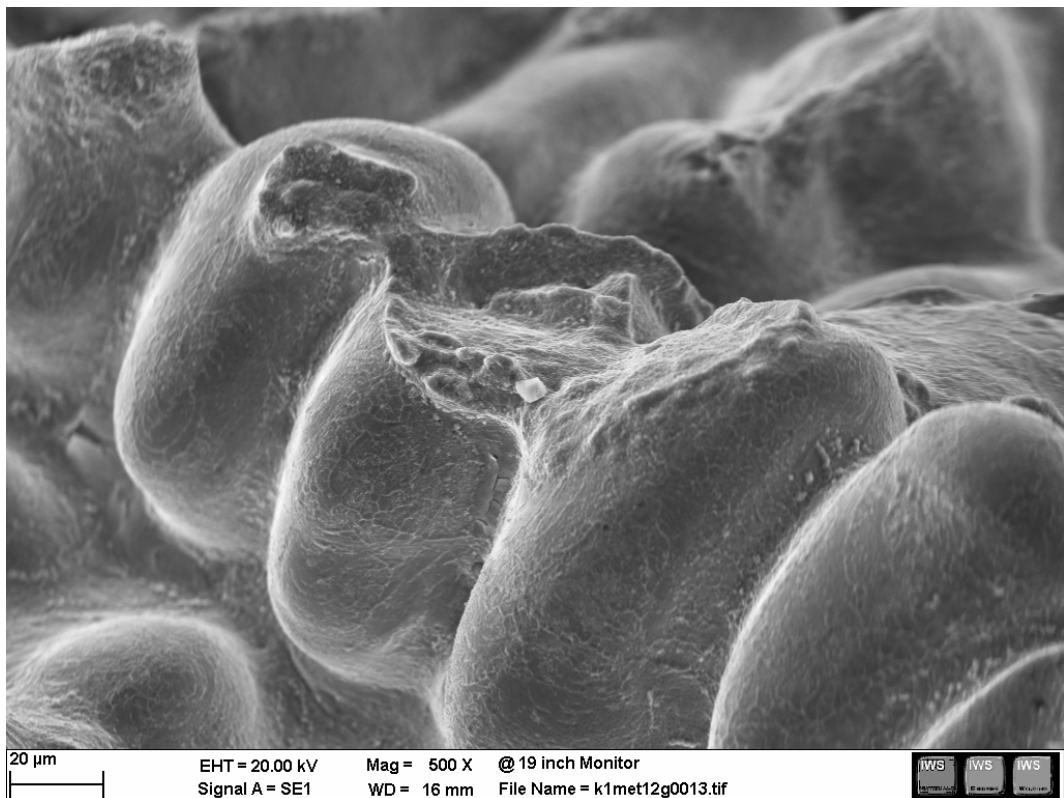
**Abbildung 54: Vergrößerung Randbereich (Test Nr.386)**

Die Detailaufnahmen zeigen, dass die Probe vorwiegend an den Primärdendritarmen gebrochen ist. In Abbildung 55a ist ein entstehender Riss an einem Primäram eines Dendriten zu sehen. Ein erstarrter Flüssigkeitsfilm der die Bruchfläche überzieht, wie es bei höheren Temperaturen in Abbildung 59 zu sehen ist, ist nicht zu erkennen. Vermehrte Poren sind an den Sekundärdendritarmen zu finden, was darauf zurückzuführen ist, dass sich die letzten weicheren Phasen an diesen Stellen befunden haben. Teilweise sind an der Bruchfläche frei gewachsene Dendriten zu sehen, die wahrscheinlich zuletzt erstarrt sind und die porösen Stellen darstellen. Diese Stellen können als Erstarrungslunker angesehen werden. Die frei zusammengewachsenen Dendriten sind in den Lunkern getrennt worden und zeigen keine Verformung, wie in Abbildung 55b zu sehen ist. Das heißt, dass die Dendriten bei dieser Temperatur spröde brechen, siehe Abbildung 56. Interessant ist die Form

dieser Dendritenbäumchen, die eine Verjüngung an den Wurzeln der Sekundärdendritenarmen zeigen, was den Fortgang der Erstarrung erklärt.



**Abbildung 55: REM Aufnahmen der vergrößerten Bereiche (a) Bildung der Poren an weicheren Stellen zwischen den Dendriten, (b) Sprödbüche der einzelnen Dendriten an der porösen Stelle der Bruchfläche**

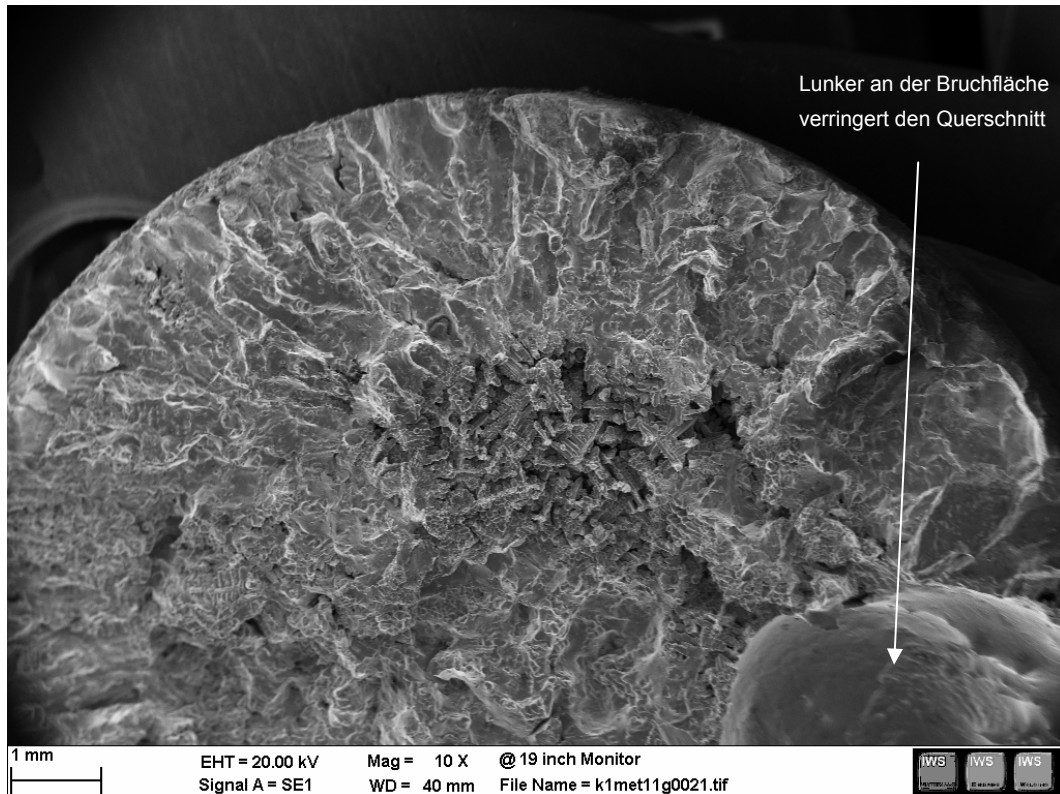


**Abbildung 56: Sprödbuch eines Dendriten**

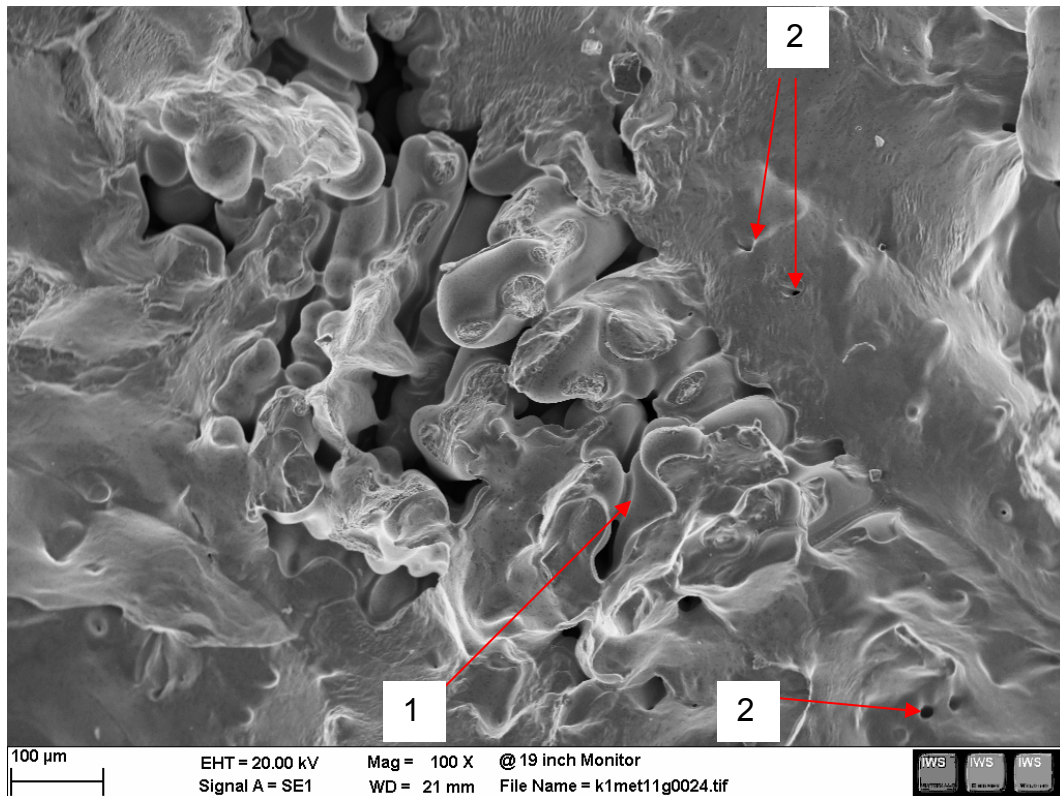
Die Bruchfläche der in Feinvakuum gezogenen Probe bei 1300°C, siehe Abbildung 57, zeigt ein ähnliches Bruchaussehen wie die zuvor dargestellte Probe gezogen bei 1313°C. Ein großer Lunker, der im Probeninneren durch das Austreten der Schmelze entstanden ist, reduziert erheblich die Bruchfläche und erklärt den Festigkeitseinbruch bei 1300°C. In Abbildung 58, an den porösen Stellen zwischen den Dendriten erkennt man eine Art „flüssigen“ Film (Position 1). Die Poren an der Oberfläche zeigen, dass

## Experimentelle Untersuchung des ersten Duktilitätsminimums

es sich um eine weichere Phase handelt, die Schwachstellen im Gefüge bildet. Wäre die Phase flüssig, hätten diese die Poren nach dem Zugversuch voraussichtlich verschlossen. Vergleiche dazu Abbildung 59a gezogen bei einer höheren Temperatur:



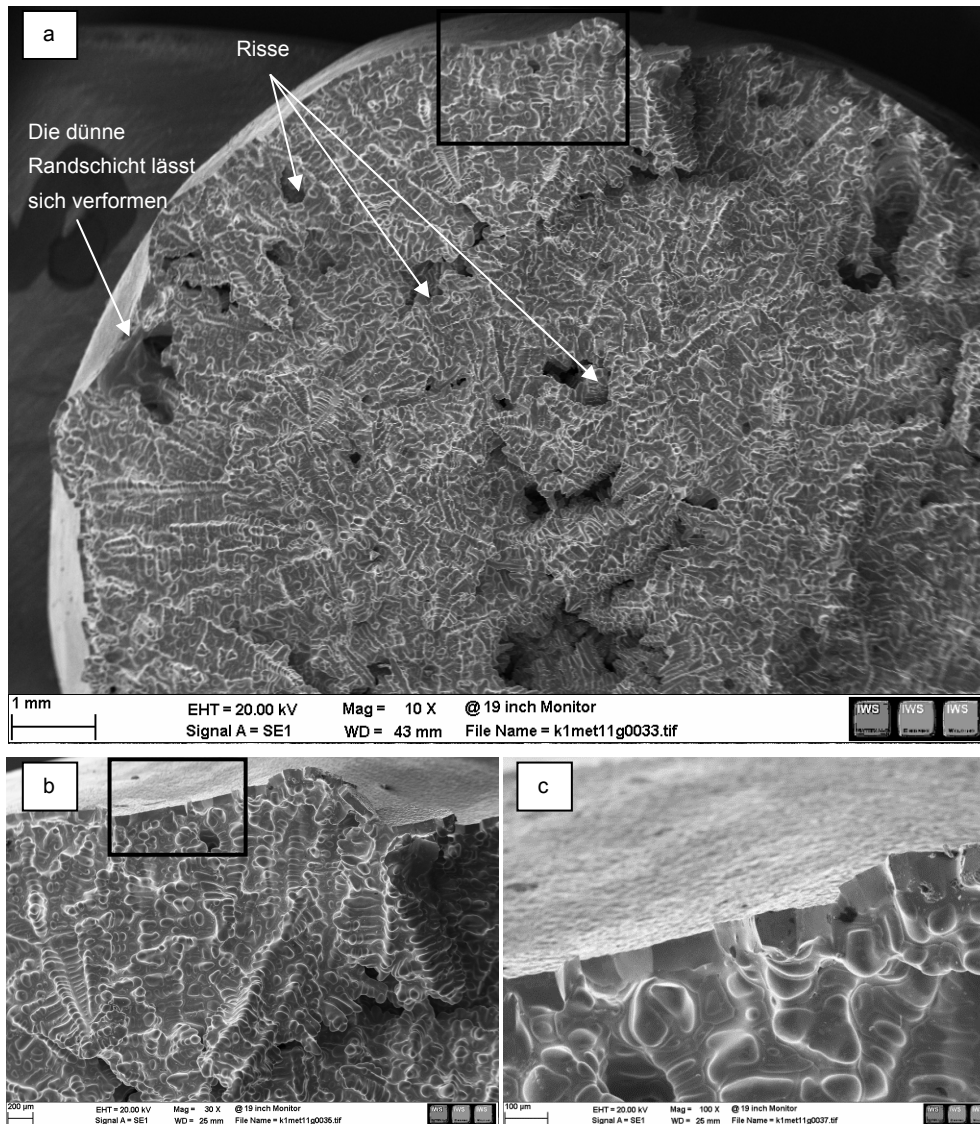
**Abbildung 57: Lunker an der Oberfläche führen zu geringeren Kraftwerten**



**Abbildung 58: Erstarrende „Flüssigkeitsfilme“ zwischen den Dendriten (Position 1), gebrochene Dendriten und offene Poren (Position 2)**

Bei Probe 391, gezogen im **Hochvakuum** bei 1350°C, erkennt man eine feste Schale und einen Bereich, der über den ganzen Querschnitt eine dendritische Struktur zeigt. Die Schale ist wesentlich dünner als die Schale bei den Feinvakuumversuchen. Die interkristalline Struktur die direkt an der Schale angrenzt, ist nicht zu erkennen. Die weniger stark ausgerichtete dendritische Bruchfläche grenzt direkt an der dünnen festen Schale, die besser verformt werden kann, wie es in Abbildung 59c zu sehen ist. Das Bruchaussehen ist über die komplette Bruchfläche ähnlich und war zum Zeitpunkt des Zugversuches mit Schmelze überzogen. Das zeigt ebenfalls, dass die Temperatur über den Querschnitt konstant ist und der Temperaturunterschied zwischen Oberfläche und dem Probeninneren über die dünne Schale abgebaut wird, wie es auch die Temperaturmessungen gezeigt haben. Teilweise sind aufgerissene Stellen zu sehen.





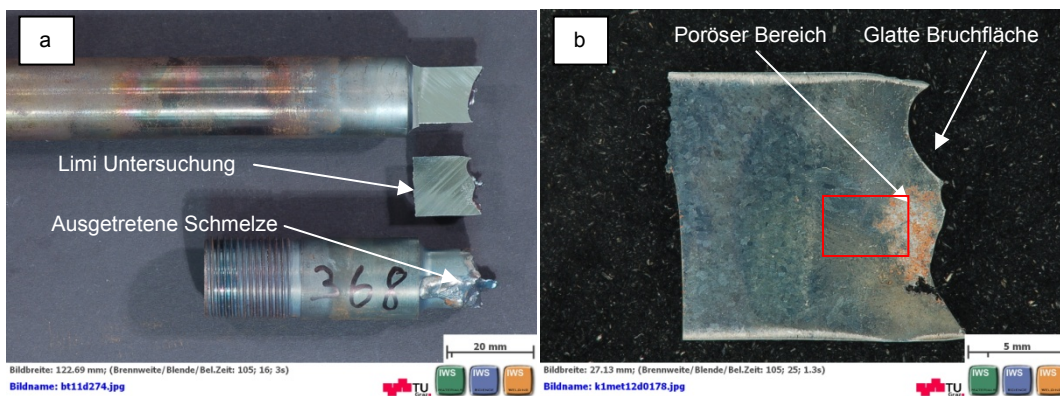
**Abbildung 59: (a) Bruchfläche einer Probe (Test Nr. 391) gezogen im Hochvakuum bei 1350°C; (b) die dünnere feste Schale die zum Zeitpunkt des Zugversuches direkt an der teilflüssigen Masse im Probeninneren angrenzt hat wurde verformt; (c) die dendritische Struktur war zum Zeitpunkt des Zugversuches mit einem flüssigen Film überzogen**

### 9.1.6 Lichtmikroskopische Untersuchung der Proben getestet im Feinvakuum

In diesem Kapitel werden Aufnahmen von ausgewählten Proben (gekennzeichnet in Tabelle 9-2) gezeigt, die unter unterschiedlichen Bedingungen getestet wurden. Die Proben werden, wie in Abbildung 60 dargestellt, für die mikroskopischen Untersuchungen geschnitten, eingebettet, geschliffen und poliert. Die Bruchflächen zeigen bei allen Aufnahmen nach rechts. Die Ätzungen wurden mit alkoholischer Salpetersäure (Nital) durchgeführt (3%-ige Salpetersäure, Ätzzeit 5s). Mit dieser

Methode können die Randentkohlung<sup>z</sup>, die Gefügestruktur, sowie Seigerungen sichtbar gemacht werden. Die zweite Ätzmethode ist nach Oberhoffer. Diese wird für die Bestimmung der Erstarrungsstruktur angewendet die durch die Phosphorverteilung sichtbar wird. Die phosphorreichen, zuletzt erstarrten Stellen erscheinen hell, da sie mit Kupferniederschlag belegt werden und so das Ätzen verhindert wird. Die Ätzdauer beträgt 20s, wobei einige Proben für besseren Kontrast zwischenpoliert wurden.

In den folgenden Bildern wird die Probe 368 dargestellt. Diese wurde bei einer Temperatur von 1411°C gezogen. Die Makroaufnahmen in Abbildung 60a zeigen, dass beim Zugversuch Schmelze aus dem Probeninneren ausgetreten ist. Ein Teil der Restschmelze ist durch die Oberflächenspannung an der oberen Probenhälfte erstarrt.



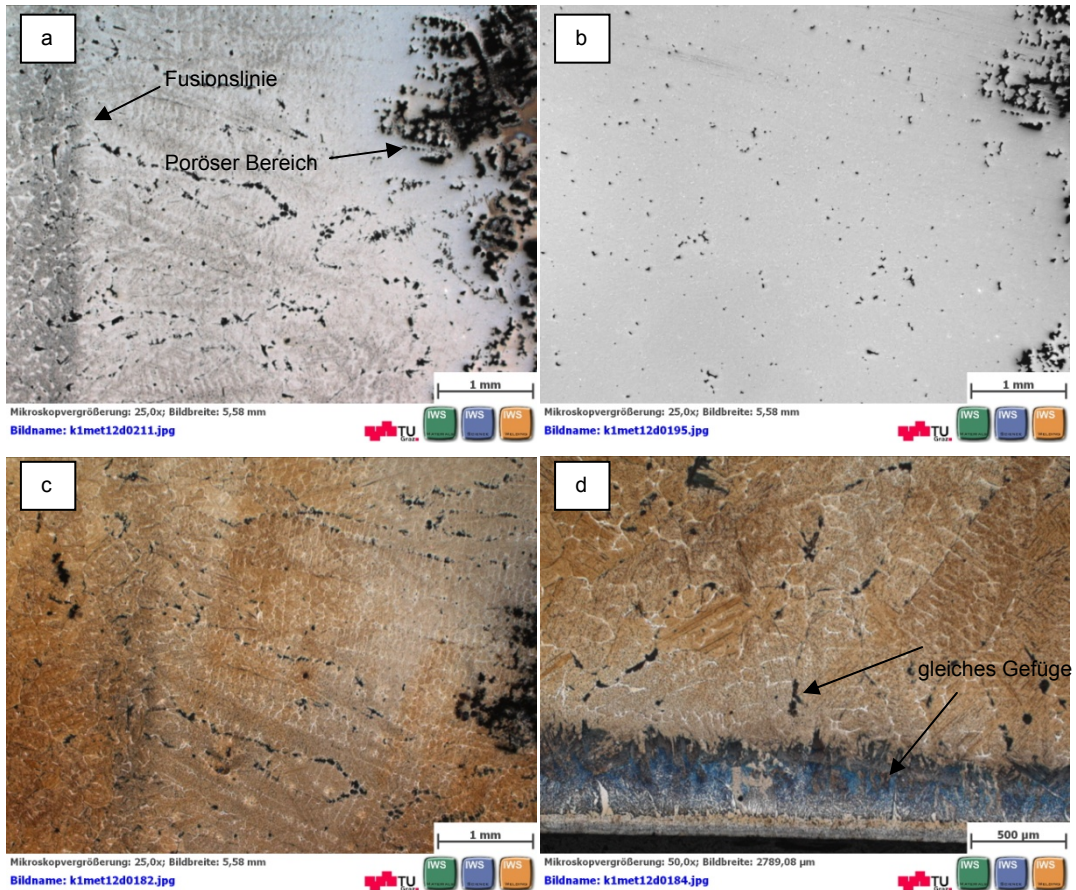
**Abbildung 60: Entnahmestellen für die mikroskopischen Untersuchungen (Limi, EDX, Mikrosonde und Mikrohärte) und die Bruchflächenuntersuchungen mittels REM (Probe 368, 1411°C)**

Diese erstarrte dendritische Mikrostruktur, die ohne Belastung durch den Zugversuch entstanden ist wird in den Abbildung 61a, c und d gezeigt. Ein poröser Bereich ist in Abbildung 60b und in den lichtmikroskopischen Aufnahmen in den Abbildung 61a, b und c zu sehen. Beide Ätzungen, Oberhoffer Abbildung 61a und Nital Abbildung 61b, zeigen einen Übergang vom festen zum neu aufgeschmolzenen Bereich<sup>aa</sup>. Der Randbereich (Oberfläche) zeigt ein anderes Gefüge wie es im Probeninneren zu finden ist. Teilweise findet man im Probeninneren Stellen, die wie Porenreihen bzw. Risse

<sup>z</sup> Es gibt zwei Arten von Entkohlung. (1) Der Sauerstoff an der Grenzfläche reagiert mit dem gelösten Sauerstoff in der Matrix. Voraussetzung ist, dass der Partialdruck zur Bildung von Oxiden des Kohlenstoffs ausreichend hoch ist. (2) In der Randnähe lösen sich die Karbide zugunsten des thermodynamisch stabileren Oxids des Metalls auf [84].

<sup>aa</sup> Beim Schmelzschweißen tritt dieses Phänomen ebenfalls auf (Epitaxie). Die Kristalle aus der Erstarrung nehmen die Ausrichtung der festgebliebenen Kristalle aus dem Grundwerkstoff an. Die Berührungsfläche ist im Schliff als Fusionslinie zu erkennen.

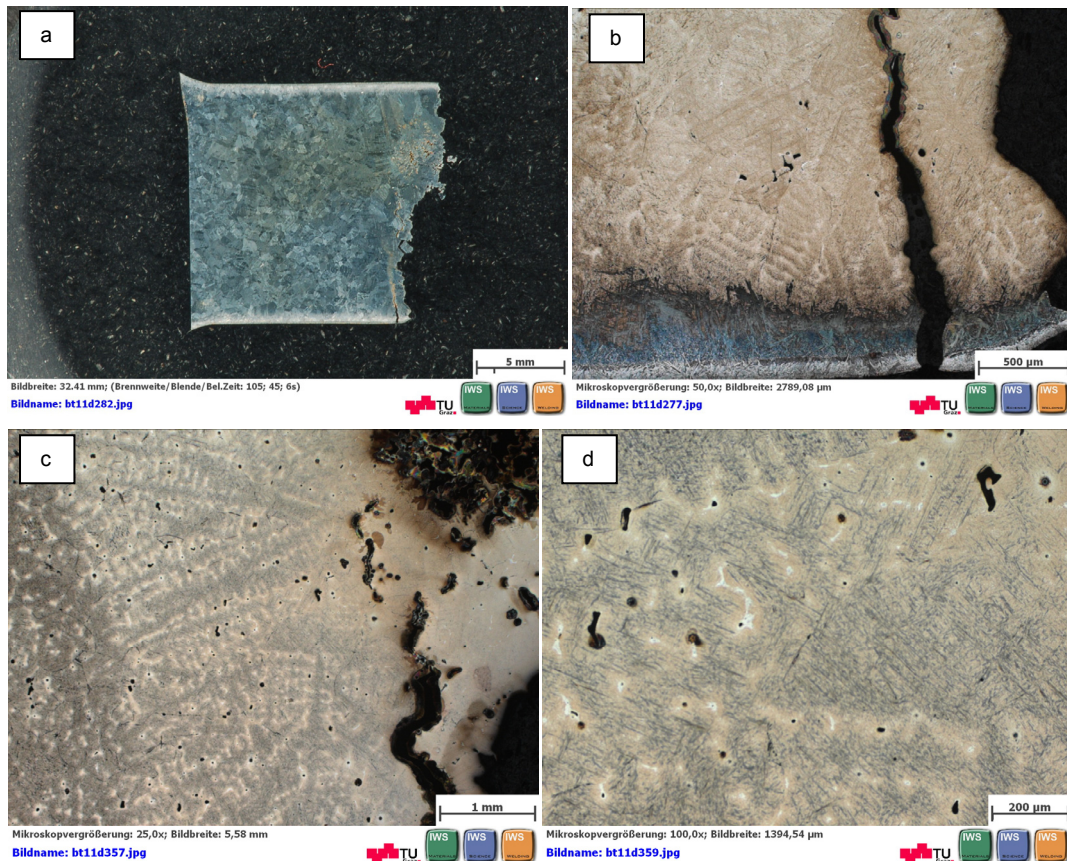
horizontal verlaufen. Der polierten Schliffe zeigen aber, dass es keine Risse sind. Vergrößerungen dieser Bereiche zeigen, dass es sich um das gleiche Gefüge wie am Randbereich handelt.



**Abbildung 61: LiMi Untersuchungen der Probe (Test Nr. 368) die bei einer Temperatur von 1411°C gezogen wurde. (a) Oberhoffer Ätzung, Übergang fest-flüssig, (b) polierte Stelle, (c) Nital-Ätzung, (d) Randbereich zeigt keine dendritische Struktur**

In Abbildung 62 ist die Probe 386 dargestellt, die bei einer Temperatur von 1313°C gezogen wurde, bei der gerade noch keine Einschnürung stattfand (knapp über der *NZT*). Diese zeigt bereits in der Makroaufnahme einige Risse, die quer zur Zugrichtung entstanden sind, bevorzugt an den Stellen wo die Dendritenarme quer zur Zugrichtung stehen. Die Oberhoffer Ätzung zeigt, dass die meisten Poren an den hellen Stellen entstehen wo das Material zuletzt erstarrt ist. An dieser Probe ist ebenfalls eine Randschicht zu erkennen, die im nächsten Kapitel näher untersucht wird.

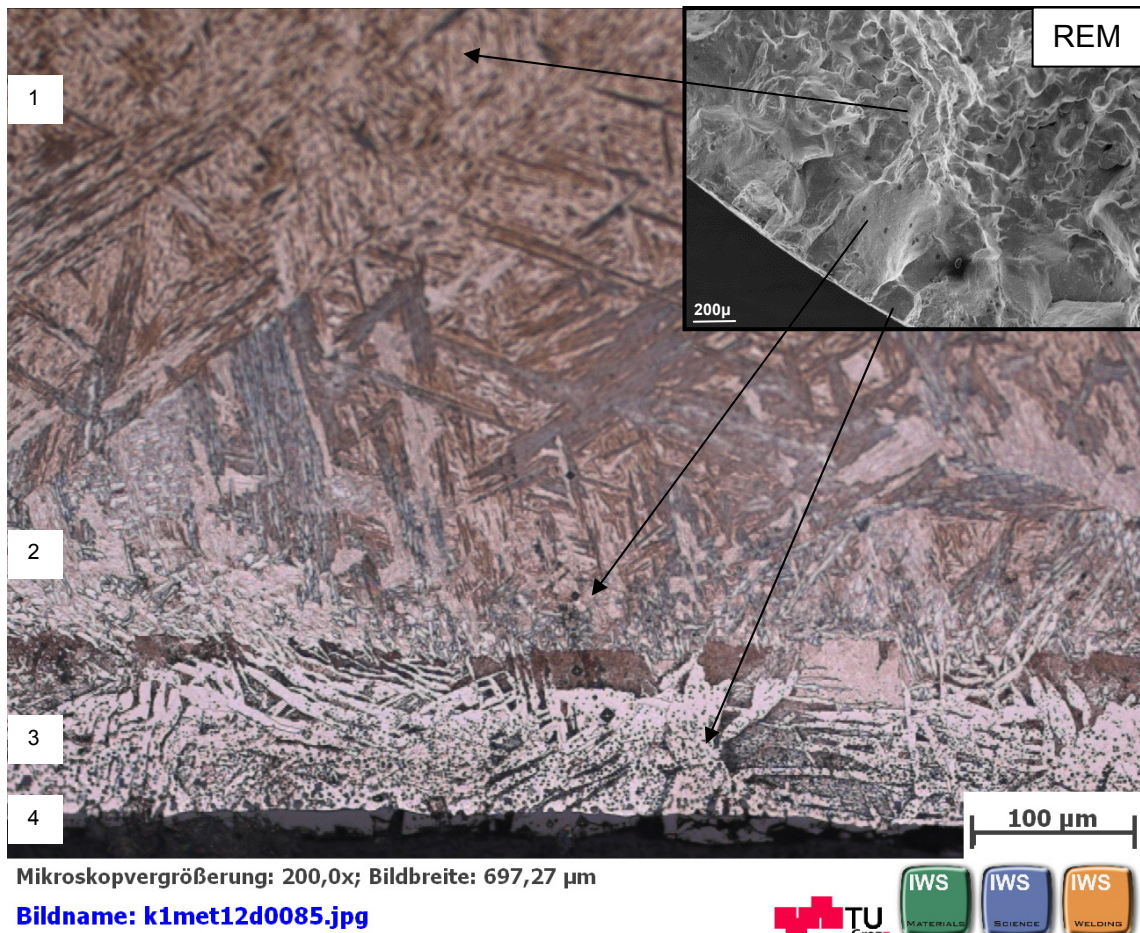




**Abbildung 62: Schlichtbild der Probe 386 gezogen bei 1313°C im Feinvakuum, (a) Makroaufnahme, (b) Nital geätzter Randbereich mit entkohlter Randschicht, (c) Oberhoffer geätzter Schmelzbereich mit Rissen und einem porösen Bereich, (d) Die Poren bilden sich an den zuletzt erstarrten zwischendendritischen hellen Schichten**

### 9.1.7 Charakterisierung der Randschicht-Mikrostruktur mittels LiMi, EDX und Mikrohärtemessung

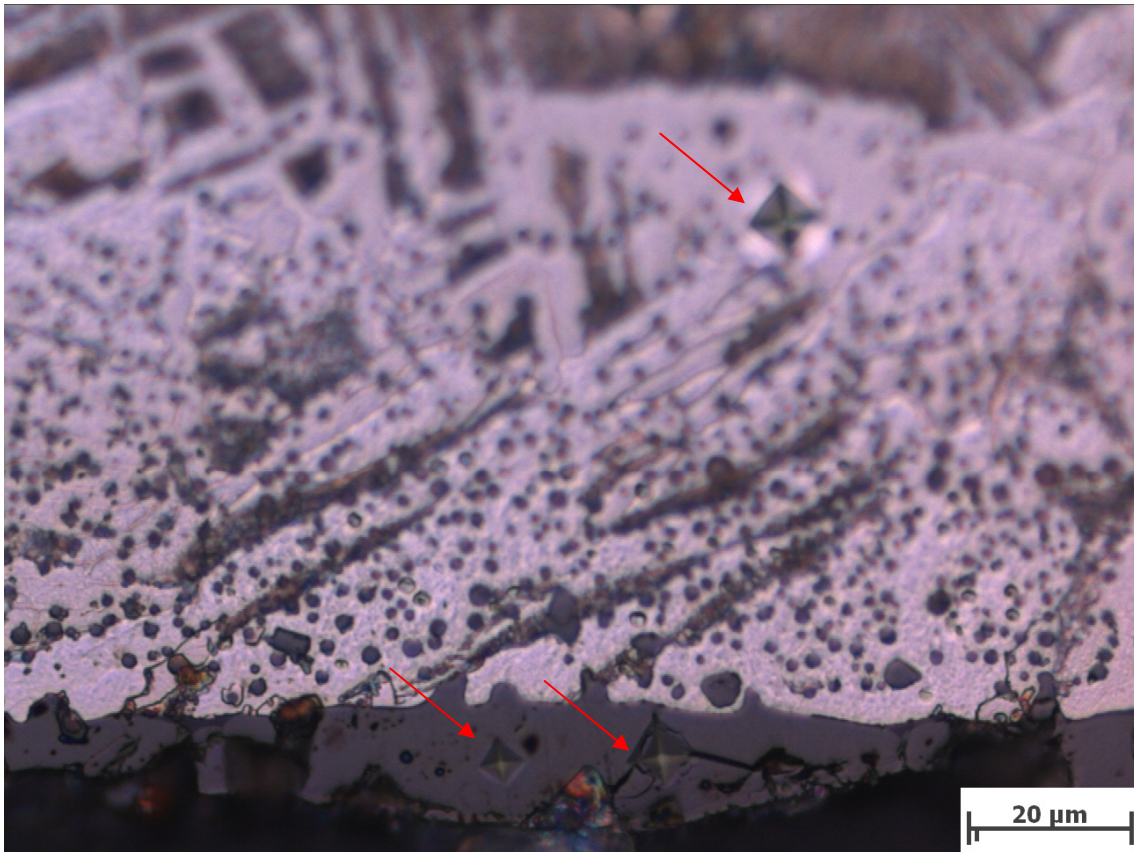
Die im Feinvakuum getesteten Proben zeigen einen Aufbau aus verschiedenen Gefügen, wie es in der Abbildung 63 anhand der bei 1300°C gezogenen Probe zu sehen ist. Die REM-Bruchflächen Untersuchungen zeigen verschiedene charakteristische Strukturen an der Bruchfläche, die ebenfalls in lichtmikroskopischen Bildern gefunden wurden. Zudem sieht man vereinzelt eine graue Schicht, die an die ferritischen Bereiche angrenzt. Wie in Abbildung 63 zu sehen ist besteht die Schicht aus vier verschiedenen Gefügen. Das erste zeigt eine feine martensitische Struktur, bzw. den Bereich der aufgeschmolzen wurde. Der grobe Martensit entspricht der grobkörnigen Struktur aus den REM-Untersuchungen. Die dritte Schicht ist die randentkohlte Schicht. Die vierte Schicht ist die Verzunderung an der Probenoberfläche.



**Abbildung 63: Aufbau der oberflächennahen Schichten der im Feinvakuum gezogenen Probe; Vergleich LiMi-REM**

Die **Mikrohärtemessungen** wurden an vier Proben durchgeführt. Die äußere Schicht zeigte sich spröde und die Härteeindrücke verursachten Abplatzer wie in Abbildung 64 zu sehen ist. Der Härteeindruck zeigt eine Härte von 585 HV<sub>0,01</sub>. Diese Härte entspricht dem Eisenoxid Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (Hämatit) wie in Abbildung 65 zu sehen ist. Außerdem ist Hämatit das einzige Eisenoxid, welches bei Temperaturen über 1400°C und einem Feinvakuum noch stabil ist, was durch das Ellingham-Richardson Diagramm [84] bestätigt wird, siehe Abbildung 66. Unter der gepunkteten Linie zwischen 1400°C und  $1 \times 10^{-2}$  mbar sind die thermodynamisch stabilen Oxidschichten zu finden. Die Umrandungsachse gibt verschiedene Werte für die O<sub>2</sub> Gleichgewichtspartialdrücke an, wobei die Werte mit dem absoluten Nullpunkt zu verbinden sind. Als Beispiel ist die Linie, bei der die Probe aufgeschmolzen wurde, dargestellt. Nur Oxide deren  $\Delta G_0$  Werte unterhalb dieser Linie sind, sind bei diesen P<sub>O<sub>2</sub></sub> Wert noch stabil.





Mikroskopvergrößerung: 1000,0x; Bildbreite: 139,45 μm

Bildname: k1met12d0087.jpg



Abbildung 64: Äußerste Schicht mit Härteeindrücken

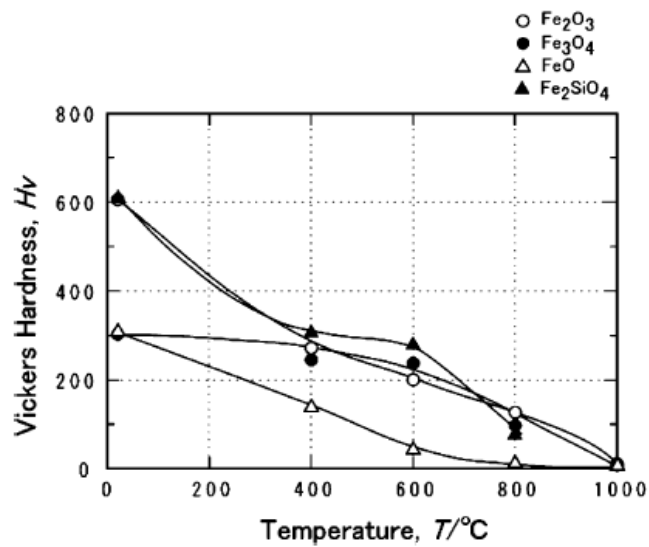


Abbildung 65: Härteverlauf von verschiedenen Eisenoxidschichten über der Temperatur [85]

## Experimentelle Untersuchung des ersten Duktilitätsminimums

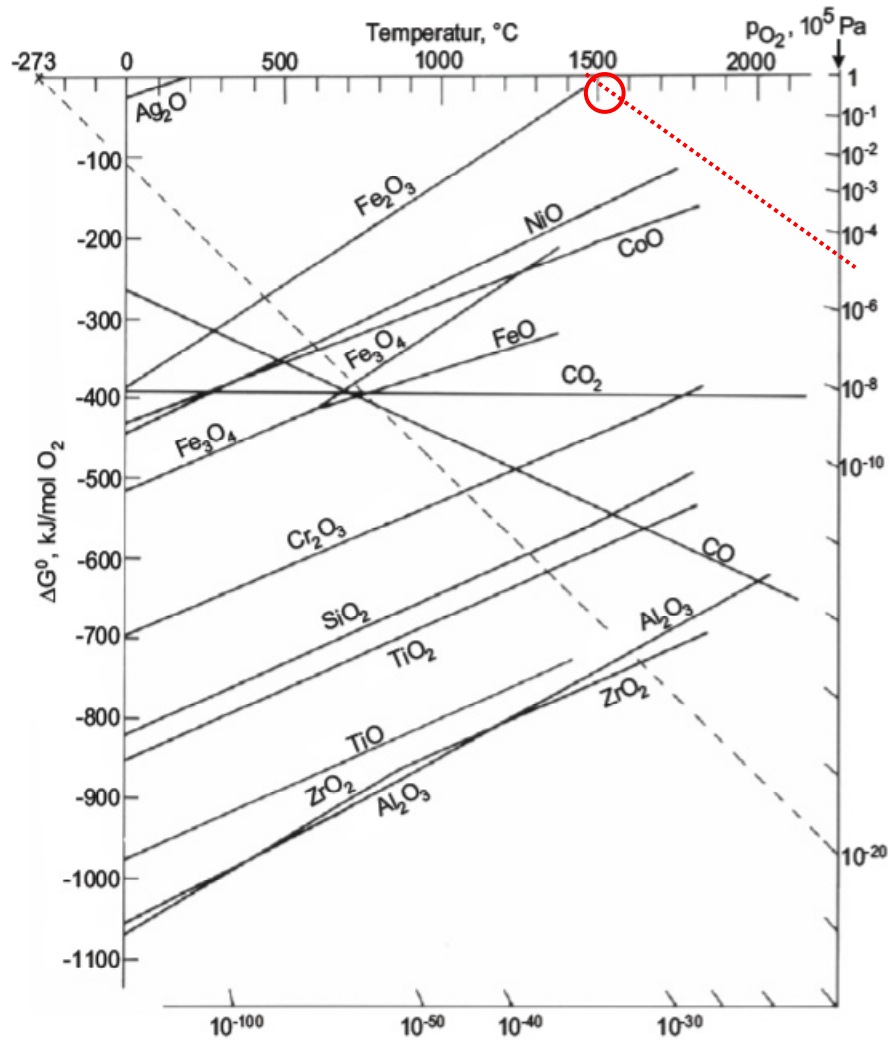


Abbildung 66: Ellingham-Richardson-Diagramm einiger Oxidationsreaktionen [84]

Die röntgenspektroskopische EDX Untersuchungen (Abbildung 67) zeigen, dass die äußere Schicht aus zwei verschiedenen Phasen besteht. Es gibt Stellen, an denen ein erhöhter Aluminiumanteil vorherrscht. In der Eisenmatrix gibt es ebenfalls oxidierte Stellen die mit der äußersten Oxidschicht übereinstimmen.

Experimentelle Untersuchung des ersten Duktilitätsminimums

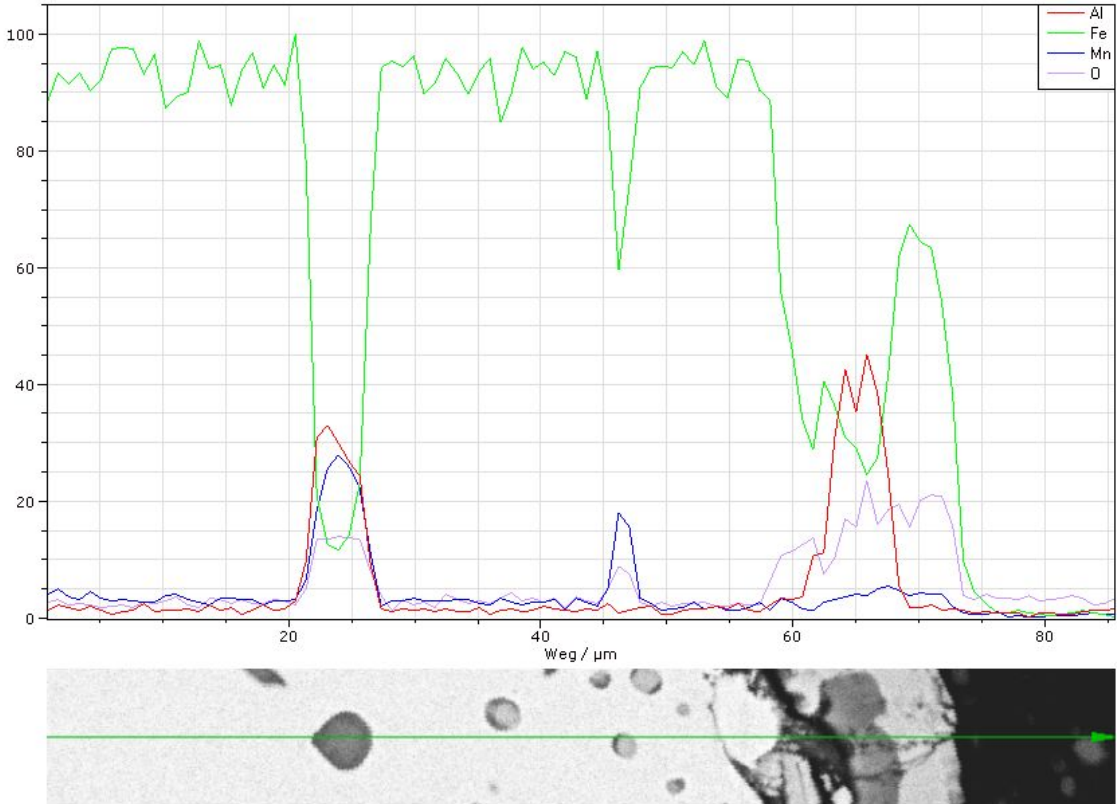
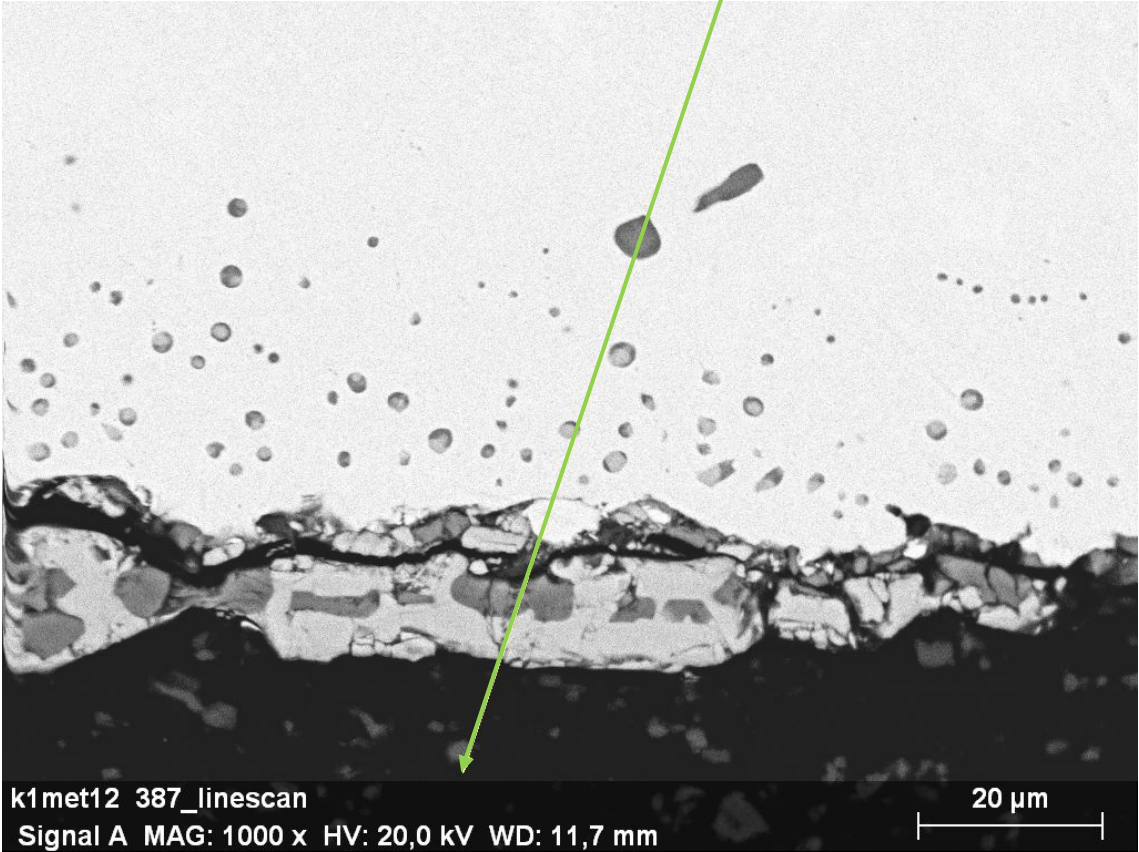
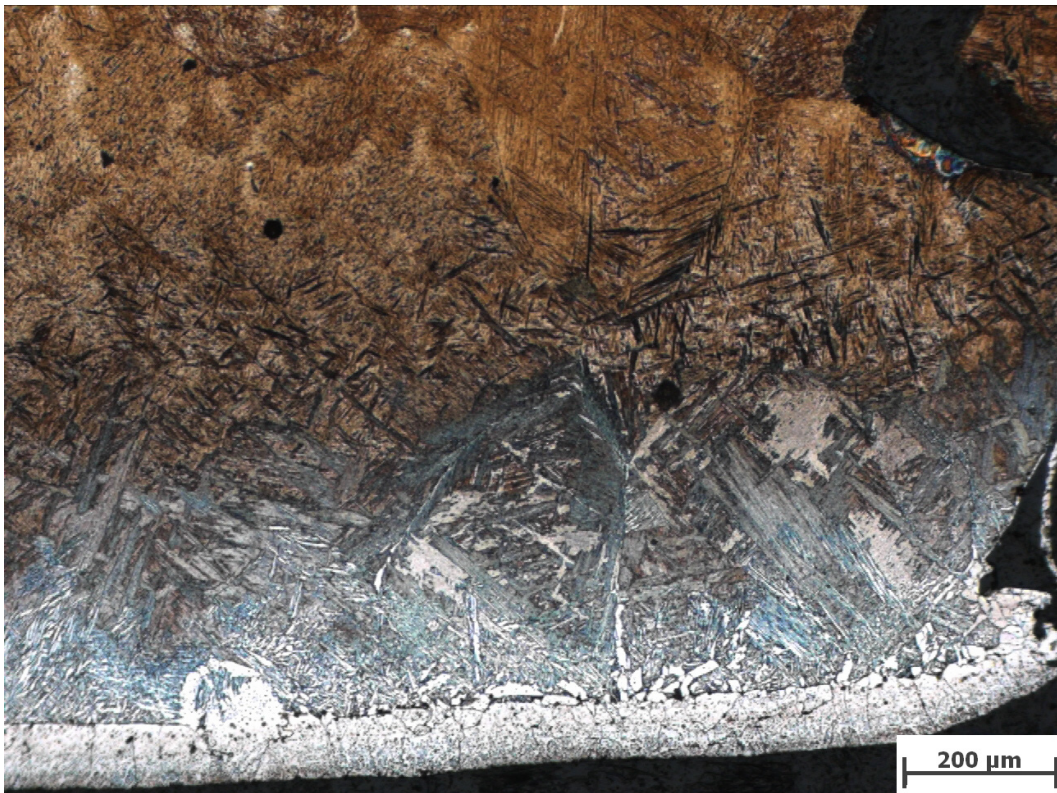


Abbildung 67: EDX -linescan an der Oberfläche der Probe 387



Bei der Probe (Test Nr. 382), gezogen bei 1331°C, sieht man ebenfalls deutlich den Aufbau der verschiedenen Schichten, wobei die Zunderschicht, wie in Abbildung 68 zu sehen weniger stark ausgeprägt ist.

Die ferritische Randschicht hat hier ebenfalls eine Dicke von 100µm. An die Ferritschicht schließt eine dickere Schicht aus Widmannstätten-Ferrit an, die ebenfalls nicht aufgeschmolzen wurde. Das zeigt, dass der Kohlenstoffanteil von der Probenoberfläche weg ansteigt. Bei ca. 400µm kommt man an den Grenzbereich, an dem Schmelze und festes Material vorgeherrscht haben.



Mikroskopvergrößerung: 100,0x; Bildbreite: 1394,54 µm

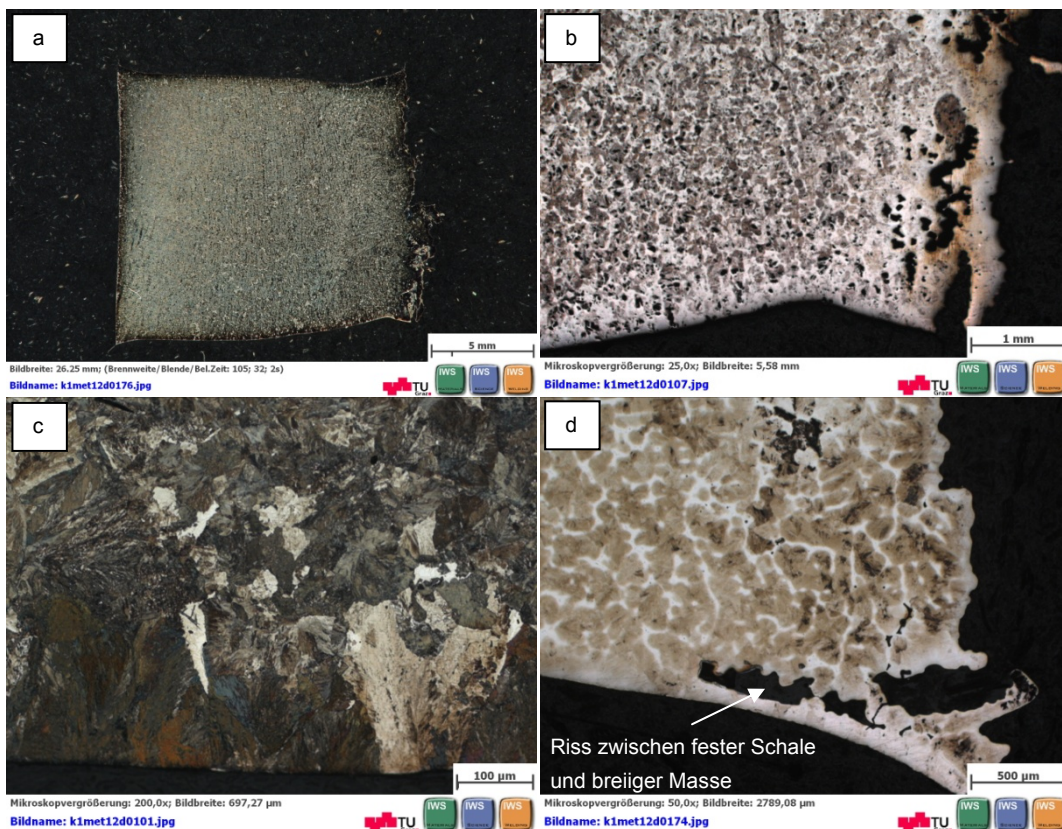
Bildname: [k1met12d0012.jpg](#)



Abbildung 68: Randnahe Schichten einer Probe, gezogen bei 1331°C im Feinvakuum

### 9.1.8 LiMi-Untersuchung von Hochvakuum- und Argon-Versuchen

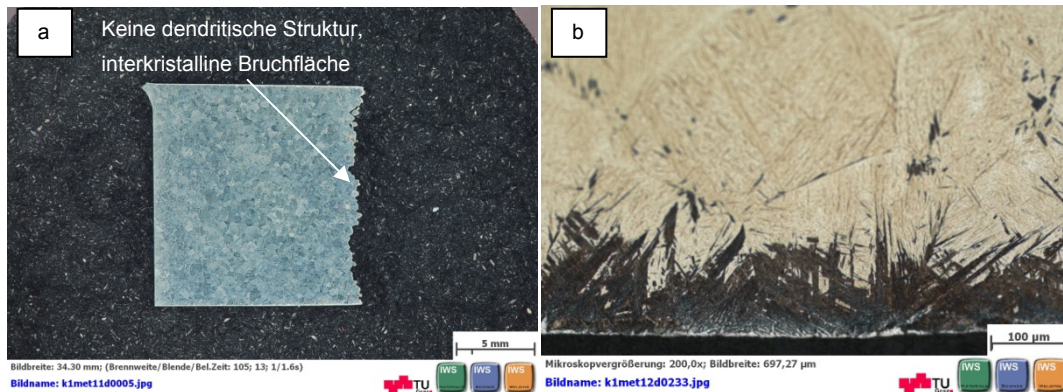
Die Schlibfbilder der im **Hochvakuum** getesteten Proben unterscheiden sich von denen der im Feinvakuum getesteten Proben. Es ist keine entkohlte Randschicht zu erkennen, sondern ein homogenes Gefüge über die gesamte Fläche. Der Grund ist, dass die Proben im Hochvakuum nach dem Versuch durch die fehlende Konvektion sehr langsam abgekühlt sind, was sich auf die Gefügeausbildung ausgewirkt hat. Dadurch zeigt die Nital Ätzung ein perlitisches Gefüge, das sich bis hin zum Rand ausgebildet hat, siehe Abbildung 69a und c. Der Randbereich ist nicht wie bei den Feinvakuumversuchen entkohlt, da der Kohlenstoff Zeit hatte in die Randschicht zurückzudiffundieren. Der Randbereich ist in Abbildung 69d zu sehen, die den Schwachpunkt zwischen Randschale und der breiigen Masse zum Zeitpunkt des Zugversuches gebildet hat. Die LiMi-Untersuchungen zeigen auch hier, dass die Schale wesentlich dünner ist und ca. 100µm beträgt.



**Abbildung 69: Schlibfbild Probe (Test Nr. 391, 1350°C); (a) Makroaufnahme, (b) Oberhoffer geätzte Probe, (c) Nital geätzte Probe zeigt perlitisches Gefüge bis hin zum Randbereich,(d) Schwachstelle zwischen fester Schale und breiiger Masse (dendritische Struktur, Oberhoffer-Ätzung) im Probeninneren**



Bei den in **Argon** getesteten Proben erkennt man in Vergleich zu den in Vakuum getesteten Proben keine dendritische Struktur. Das deutet darauf hin, dass die Proben nicht aufgeschmolzen wurden, obwohl die Temperaturführung gleich wie bei den Vakuumversuchen gehalten wurde. Die interkristalline Bruchfläche, an der die einzelnen Körner zu sehen sind erkennt man bei den Limi-Untersuchungen, siehe Abbildung 70a. Eine entkohlte Schicht an den Argon getesteten Proben ist kaum noch zu erkennen.



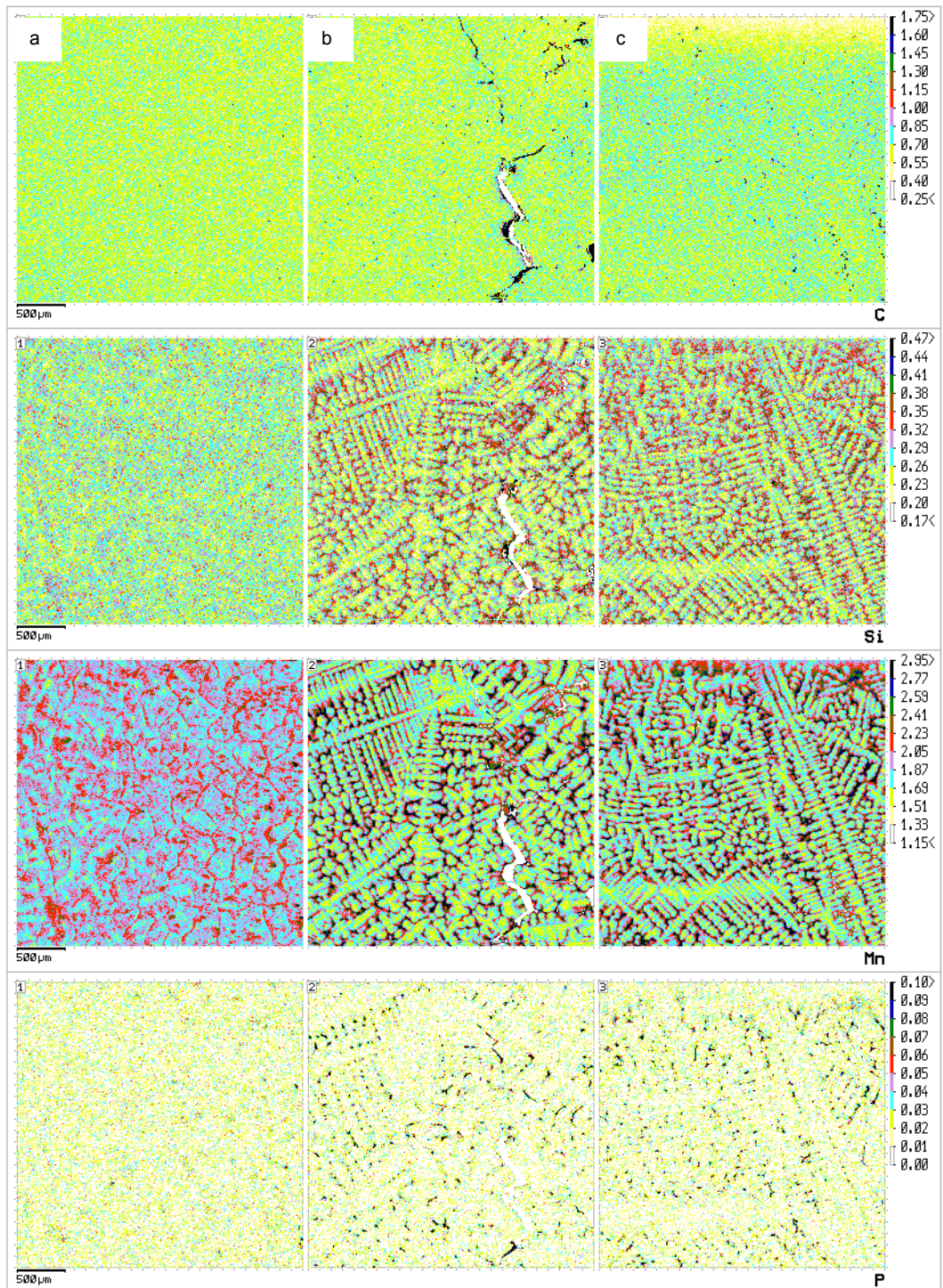
**Abbildung 70: Die im Argon getesteten Proben konnten trotz gleicher Temperaturführung nicht aufgeschmolzen werden. (a) Makroskopisches Schlibfbild, (b) Randbereich ohne entkohlte Randschicht**

### 9.1.9 Mikrosondenuntersuchungen

Für die Mikrosondenuntersuchungen ist wiederum die Probe 386 ausgewählt worden. Die Scans zeigen drei Spalten mit Bereich (a), den Übergang vom festen in den wiederaufgeschmolzenen Zustand, Bereich (b) der Bruchfläche und Bereich (c) dem Rand der Probe. Bei dieser Probe sind die Elemente Kohlenstoff, Silizium, Mangan und Phosphor untersucht worden. Im Übergangsbereich vom ehemals festen zum flüssigen Zustand erkennt man, dass die Korngrenzen mit Mangan umgeben sind. Die Seigerungen entstehen, da die Korngrenzen zuerst angeschmolzen werden und immer mehr vom Korn verflüssigen. Kühlt man diesen Bereich ab, erstarren die niedrigschmelzenden manganreichen Anteile zuletzt und zeichnen so die Körner. In den Bereichen nahe den Bruchflächen erkennt man die dendritische Struktur, was beweist, dass dieser Bereich vollkommen aufgeschmolzen wurde. Die Dendriten sind mit einer höheren Konzentration an Mangan, Phosphor, sowie Silizium umgeben, die wiederum zuletzt erstarrt sind. In diesem Bereichen sind die Seigerungskonzentrationen höher als im angeschmolzenen Bereich, da durch die Aufschmelzung mehr niedrigschmelzende Elemente zur Verfügung standen und an die zuletzt erstarrten Stellen hinausgeschoben wurden. Die Risse entstehen an diesen Stellen.



# Experimentelle Untersuchung des ersten Duktilitätsminimums



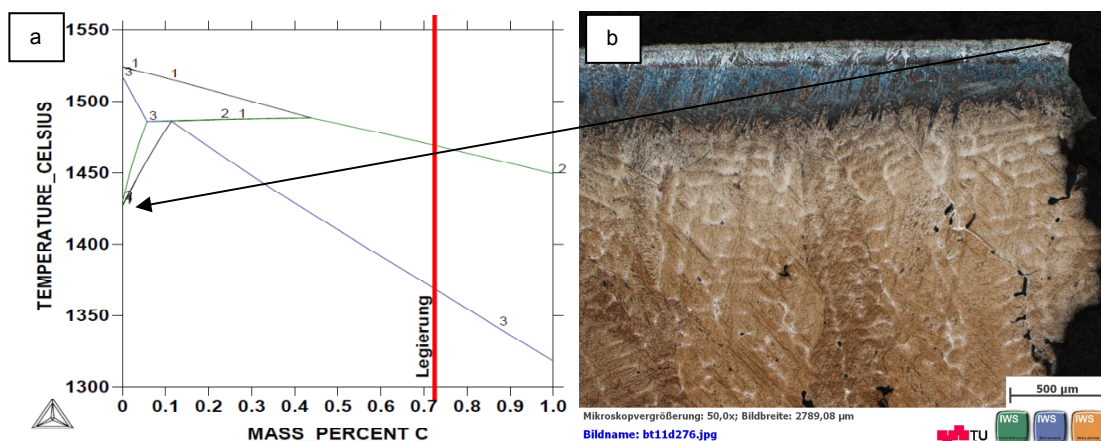
**Abbildung 71: Konzentrationsverteilung der Mikrosondenuntersuchung der Probe 386 an drei Bereichen; (a) Übergang fest-flüssig, (b) an der Bruchfläche, (c) Rand der Probe**

## 10 Diskussion

Die durchgeführten Vorversuche, sowie die analysierte Versuchsserie ermöglichen eine bessere Interpretation der ermittelten mechanischen Kennwerte, klären warum die Aufschmelzung funktioniert und helfen für das Verständnis der Heißrissbildung. In diesem Kapitel wird das Potenzial der neuen Versuchsmethode, aber werden auch kritisch die Nachteile der Konzepte die mittels charakteristischen Temperaturen (*NFT*, *NZT*,...) die Heißrissempfindlichkeit der Stähle beschreiben, diskutiert.

### 10.1 Versuchsmethode

Die durch die Versuchsbedingungen verursachte Inhomogenität der Probe über den Querschnitt ermöglicht die Aufschmelzung. Die randentkohlte Schicht an der Probenoberfläche kann auf eine Temperatur von 1420°C erhitzt werden. Aus diesem Grund ist es möglich, das Material im Probeninneren zu überhitzen und aufzuschmelzen<sup>bb</sup>. In Abbildung 72 a sieht man, dass ein kohlenstoffarmer Stahl an der Probenoberfläche bei dieser Temperatur die Umwandlung von Austenit zu Deltaferrit erfährt.



**Abbildung 72: Die entkohlte Oberfläche (b) der Probe besitzt eine höhere Solidustemperatur als die dargestellte Legierungszusammensetzung im Phasendiagramm (a)**

Ein weiterer Effekt, der die Umschmelzung ermöglicht, ist das Temperaturprofil welches sich durch die geringere Temperatur an der Oberfläche und durch die hohe Abstrahlung und Konvektion ergibt. Die Abstrahlleistung steigt mit der vierten Potenz

<sup>bb</sup> Die meisten getesteten Stähle wurden bei einer Oberflächentemperatur um die 1420°C aufgeschmolzen.

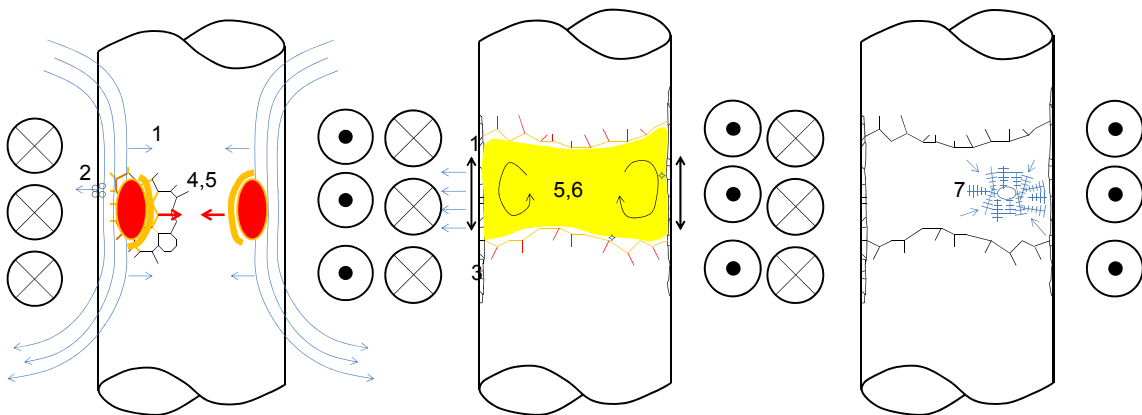


der Temperatur und macht bei hohen Temperaturen den wesentlichen Teil der Wärmeabgabe aus. Letztere hängt durch die Konvektion an der Oberfläche sehr stark von der Atmosphäre in der Probenkammer ab. Mit geringerem Druck sinkt auch der Anteil der Konvektion. Dieser Umstand führt dazu, dass die in Argon gezogenen Proben bei gleicher Temperaturführung nicht aufgeschmolzen wurden, da die Wärmeabgabe durch die zusätzliche Konvektion höher war. Bei Vakuumversuchen bestimmt der Druck zudem den Restsauerstoffgehalt in der Probenkammer, der für die Oxidation an der Oberfläche verantwortlich ist. Die Oxidation der Oberfläche führt zu einer dunklen Verfärbung der Oberfläche, mit höherer Abstrahlung. Bei gleicher Temperaturführung besitzen die Proben, die im Hochvakuum gezogen wurden eine saubere glänzende Oberfläche, die weniger gut abstrahlt als eine schwarze. Der Einfluss der Konvektion fällt ebenfalls weg. Aus diesem Grund wird weniger Wärme abgeführt und mehr Material aufgeschmolzen. Daher müsste man, um Proben im Argon aufzuschmelzen, mehr Wärme zuführen und einen anderen Versuchszyklus (T-t Verlauf) definieren. Ein wesentlicher Faktor ist ebenfalls die Oberflächenbeschaffenheit der Proben. Eine glatte geschliffene Oberfläche strahlt weniger stark ab als eine raue gedrehte Oberfläche. Die Drehriefen fungieren wie Kühlrippen, vergrößern die Oberfläche und verstärken die Konvektion und Abstrahlung.

Aus den Beobachtungen kann eine schrittweise Beschreibung von der Aufheizung bis zur Erstarrung beschrieben werden, wie sie schematisch in Abbildung 73 dargestellt ist:

- (1) Die Induktionsheizung erhitzt die Probe an der Oberfläche. Mit steigender Temperatur steigt die Eindringtiefe der Feldlinien und gleichzeitig die Abstrahlung an der Oberfläche.
- (2) Ab ca. 1200°C verdampfen die Legierungselemente an der Oberfläche (abhängig vom Dampfdruck; beobachtet bei Versuchen mit Röhrchen).
- (3) Die Randschicht entkohlt und es bildet sich eine Zunderschicht (höhere Abstrahlung durch die dunklere Oberfläche).
- (4) Die Probe wird überhitzt und die ersten Korngrenzen schmelzen an. Die einzelnen Körner werden immer mehr aufgeschmolzen.
- (5) Es entsteht ein torusförmiger Schmelzbereich der immer weiter ins Probeninnere vordringt. Die starke Rührwirkung der Induktionsheizung nimmt immer mehr festes Material vom Rand in das Schmelzbad mit. Das Schmelzbad wird größer und die Schale wird dünner.
- (6) Durch die Phasenumwandlung dehnt sich das Schmelzbad aus. Die Randschale nimmt die Dehnung auf.

- (7) Die Erstarrung erfolgt in umgekehrter Richtung wie die Aufschmelzung. Die Probe erstarrt zuerst an der Aufschmelzungsfront und zuletzt an der Stelle wo die Aufschmelzung begonnen hat. Porosität bildet sich an der Stelle, an der die Probe zuletzt erstarrt und entsteht aufgrund fehlender Schmelze, da sich die Probe zuvor ausgedehnt hat. Durch die Erstarrung zieht sich die Schmelze mit steigendem Festphasenanteil zusammen und es entsteht ein Lunker. Schaltet man die Induktionsheizung nach der Aufschmelzung komplett aus, bildet sich der Lunker aufgrund der nach außen hin symmetrischen Wärmeabfuhr genau im Probenzentrum aus, wie es in Abbildung 84 aus.

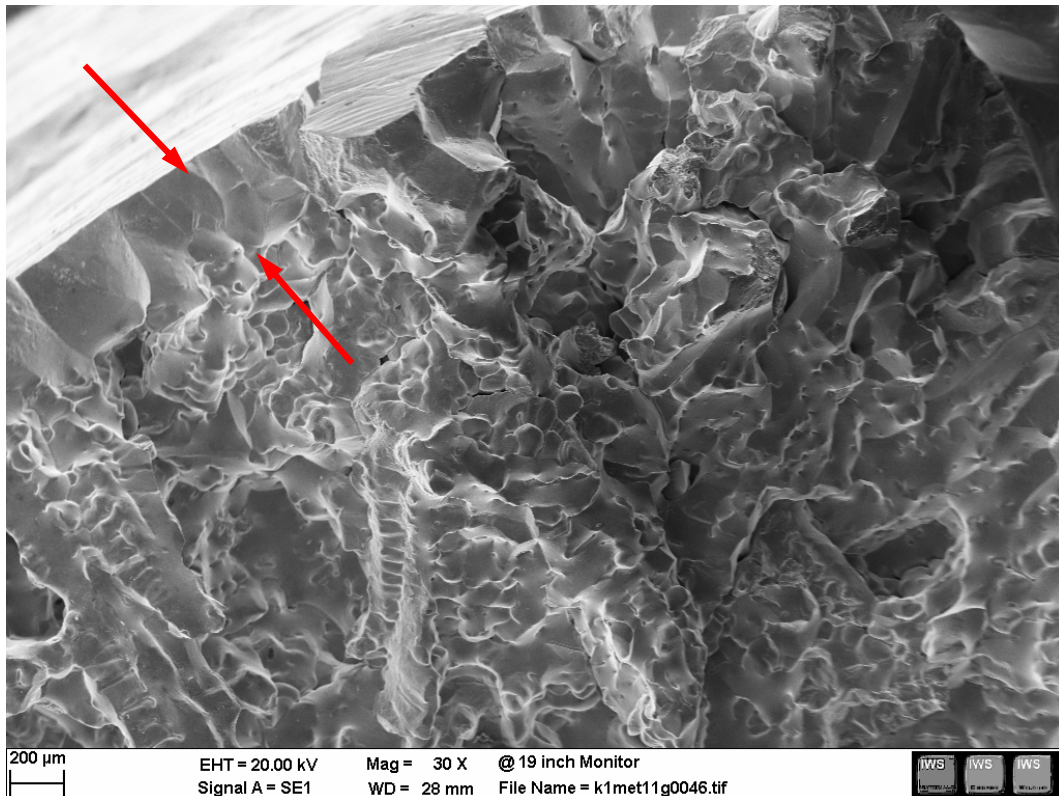


**Abbildung 73: Schematische Darstellung der Phänomene von der Aufheizung bis zur Erstarrung**

## 10.2 Mechanische Kennwerte

Wie bereits in der Literaturstudie beschrieben, werden die Festigkeitswerte und Zähigkeitswerte als Kenngrößen für die Heißrissanfälligkeit von Stählen herangezogen. Dabei spielen die *NZT* und *NFT* die größte Rolle, die den rissempfindlichen Bereich eingrenzen und so die Heißrissanfälligkeit charakterisieren sollen. Die Untersuchungen mit verschiedenen Atmosphären haben aber zu unterschiedlichen Ergebnissen dieser Temperaturen geführt. Bei Versuchen im Argon konnte trotz gleicher Temperaturführung nicht vollkommen umgeschmolzen werden, was die höchsten Festigkeits- sowie Duktilitätswerte erklärt. Wie in den Untersuchungen gezeigt, wirkt sich die Atmosphäre auf die Wärmeabfuhr, den Temperaturverlauf und auf die Umschmelzung aus. Wird die Umschmelzung im Probeninneren durch die entsprechende Temperaturführung sichergestellt und man somit von einem on-cooling Versuch ausgehen kann, wirkt sich die Atmosphäre auf die Temperaturverteilung in der Probe aus und bestimmt dadurch die Schalendicke der Probe (wie etwa in der Abbildung 74 zu sehen ist) und beeinträchtigt so die Festigkeits- und Duktilitätswerte. Will man die wahren Festigkeitswerte bzw.

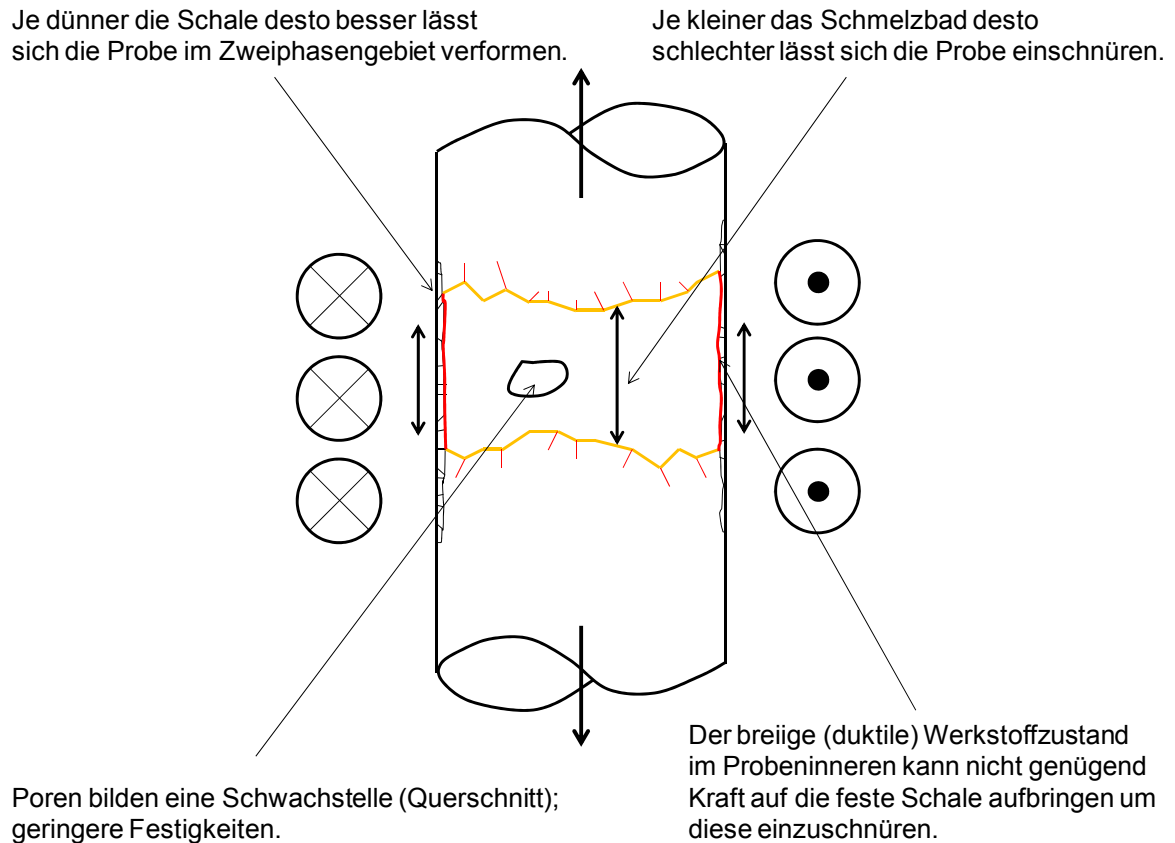
Duktilitätswerte erhalten, muss man daher diese Inhomogenität berücksichtigen. Dazu müsste man die Festigkeitswerte der Schale wegrechnen, da diese den wesentlichen Anteil der Zugkraft übernimmt. Dieser Anteil nimmt jedoch mit sinkender Temperatur ab.



**Abbildung 74: Randbereich einer Probe gezogen im Hochvakuum bei 1390°C; Die feste Schale zum Zeitpunkt des Zugversuches hat einen entscheidenden Einfluss auf die Messergebnisse der Festigkeit und Brucheinschnürung**

Wie bereits erwähnt spielt neben der Festigkeit die ermittelte Brucheinschnürung, die mit der Duktilität gleichgesetzt wird, eine wichtige Rolle. Makroaufnahmen (Abbildung 50) der Proben, sowie Aufnahmen mit der Hochgeschwindigkeitskamera (Abbildung 86) haben gezeigt, dass es sich bei den Versuchen, die ca. 40°C über der *NZT* liegen, um einen gut verformbaren Werkstoffzustand im Probeninneren handelt. Diese breiige Masse im Probeninneren ist nicht in der Lage genügend Kraft auf die feste Schale auszuüben, um diese zu verformen. Deswegen wird über der *NZT* eine Brucheinschnürung von Null % ermittelt. Erst die Versuche im Hochvakuum reduzieren die Schalendicke soweit und ermöglichen eine Einschnürung der Proben über der *NZT*. Deswegen kann gesagt werden, dass die Schalendicke einen erheblichen Einfluss auf die ermittelte Einschnürung hat. Neben der festen Schale führen die gezeigten Lunker im Probeninneren zur Verfälschung der ermittelten Festigkeit und Einschnürung. Die Lunker führen zu einer Querschnittsverminderung und somit zur Kraftabnahme beim Zugversuch. Die Größe vom Schmelzbad, ist

ebenso entscheidend. Je kleiner das Schmelzbad desto weniger kann die Probe verformt werden. Aus den angeführten Gründen kann gesagt werden, dass die Brucheinschnürung kein repräsentatives Maß für die Duktilität im Zweiphasengebiet ist. Abbildung 75 zeigt die Inhomogenitäten und deren Auswirkung auf die ermittelten Parameter aus dem Heißzugversuch.



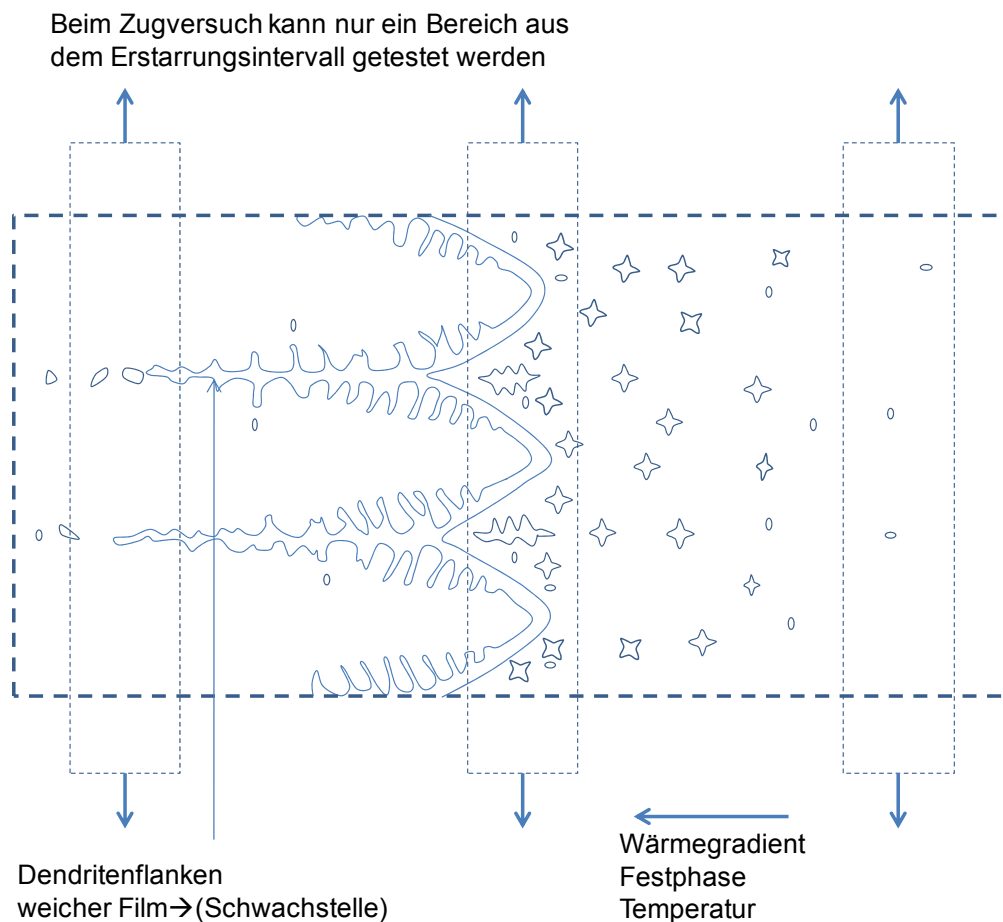
**Abbildung 75: Die Festigkeit, sowie die Duktilität im Bereich des ersten Duktilitätsminimums werden durch Inhomogenitäten in der Probe sehr stark beeinflusst**

Trotz dieser Erkenntnisse werden in Abbildung 76 die ermittelten Diagramme der Kraft- bzw. Brucheinschnürungsverläufe über der Temperatur qualitativ korrigiert. Wie bereits erwähnt, liefern die ermittelten Werte im Hochvakuum, aufgrund der geringeren Schalendicke, die genauesten Festigkeitswerte. Die Temperatur im Probeninneren ist um 20°C höher als an der Probenoberfläche und daher nach rechts verschoben. Dies entspricht einer *NFT* von 1370°C. Bei der Brucheinschnürung wird die höhere Temperatur im Probeninneren ebenfalls berücksichtigt und die *NZT* liegt somit bei 1320°C. Die dünne Schale der Hochvakuumversuche hat ebenfalls gezeigt, dass die Brucheinschnürung (rechts von der *NZT*) nach Erhöhen der Temperatur



Eigenspannungen verursacht. Es entstehen Konzentrationsunterschiede, Mikroseigerungen zwischen den einzelnen Dendriten und Makroseigerungen, die durch die Erstarrungsfront verursacht werden.

In dem hier gezeigten Versuch ist es nicht möglich einen Zustand einzustellen, der sich über ein breites Erstarrungsintervall, wie in Abbildung 77 gezeigt, erstreckt. Es können verschiedene Bereiche (Zustände) aus dem Erstarrungsintervall eingestellt, zerrissen und charakterisiert werden. Es wird anschließend versucht anhand von Messungen, Auswertungen und Beobachtungen die Phänomene zu diskutieren.

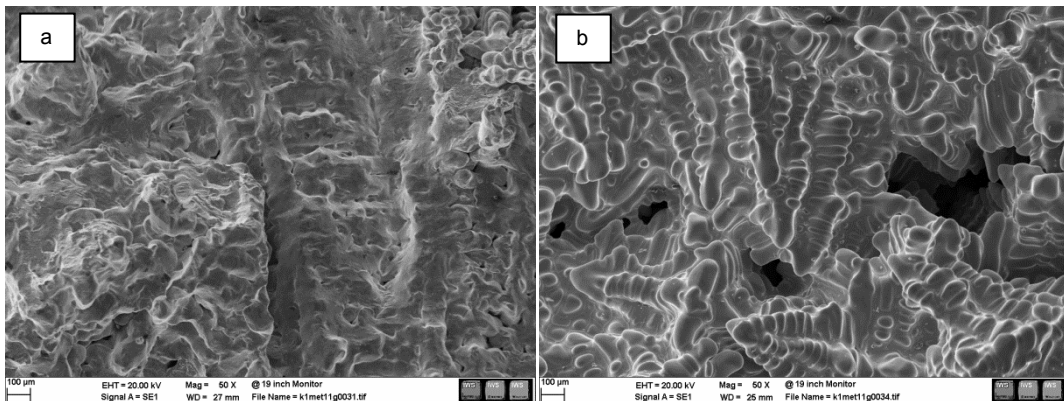


**Abbildung 77: Die Zugversuche werden bei unterschiedlichen Phasenzuständen durchgeführt**

Die schlechteste Duktilität besitzt der Werkstoff bei der ermittelten *NZT* ( $1320^{\circ}\text{C}$ ), die in Abbildung 76 eingezeichnet ist. Die Bruchflächenuntersuchungen mittels REM zeigen, dass die gebrochenen Proben im Bereich der *NZT* überwiegend an den Dendritenflanken brechen. Die Bruchbilder zeigen, dass zum Zeitpunkt der Werkstofftrennung die Bruchflächen nicht mit einer Flüssigphase überzogen waren, siehe Abbildung 78a (im Gegensatz zu untersuchten Proben, die bei höheren Temperaturen zerrissen wurden, siehe Abbildung 78b). Dass es sich um einen



kompakten Werkstoffzustand handelt, der Spannungen aufnehmen kann, zeigen die ermittelten Kraftwerte.<sup>cc</sup>



**Abbildung 78: (a) Bruchfläche einer Probe gezogen knapp über der NZT; viele Poren und schroffe Bruchanteile zeigen, dass keine Schmelze vorhanden war ; (b) die Bruchfläche einer Probe 40°C über der NZT war mit einem Flüssigkeitsfilm überzogen, der feine Poren verschließt**

Eine weitere Beobachtung ist, dass in den Lunkern einzelne Dendriten bei dieser Temperatur spröde gebrochen sind, siehe Abbildung 56. Dies schwächt ebenfalls die Theorie ab, dass Flüssigkeitsfilme feste Dendriten umschließen und die Schwachstelle im Werkstoff darstellen. Diese Beobachtung zeigt auch, dass im Bereich der NZT eine Nachspeisung der offenen Risse nicht möglich wäre da keine Schmelze vorhanden ist. Wird die Temperatur erhöht, entsteht ein breiiger Werkstoffzustand und es fehlt die feste Struktur, die nachgespeist werden kann. Die Zuordnung der Mechanismen muss für die verschiedenen Bereiche im Zweiphasengebiet unterteilt werden so wie es Borland [23] beschrieben hat.

Poren, die durch verschiedene Phänomene entstehen können, werden als Ausgangsstellen für Risse angesehen. Poren können im festen sowie im flüssigen Zustand entstehen. Im flüssigen Zustand können Poren durch Lufteinschlüsse oder Kavitation entstehen. Dies ist hauptsächlich durch die Viskosität des Werkstoffes und den Druck bedingt. Bei der Erstarrung können Poren durch Schrumpfung des Materials entstehen. Ein weiterer Faktor ist der Löslichkeitssprung vom flüssigen in den festen Zustand, bei dem Gase ausgeschieden werden. Da die meisten Untersuchungen durch mikroskopische Auswertungen bei Raumtemperatur stattfinden, ist schwer zu sagen wann diese Poren entstanden sind. Erst seit geraumer Zeit werden Modellwerkstoffe und deren Erstarrung und Rissentstehung in-

<sup>cc</sup> Untersuchungen im Bereich des zweiten Duktilitätsminimums zeigen, dass Sprödbüche ohne Flüssigphase möglich sind. Die Werkstoffe brechen exakt an den Korngrenzen, die eine geringfügig kleinere Festigkeit aufweisen wie das Korn selber.

situ beobachtet. Allerdings ist unklar, ob die verwendeten Modelwerkstoffe, die für die Untersuchungen verwendet wurden auf Stahl übertragen werden können.

## 11 Zusammenfassung/ Ausblick

Der in-situ Aufschmelz-Heißzugversuch gilt als die meist verwendete Methode für die physikalische Simulation des Stranggießprozesses. Einige Wissenschaftler stellen sich nicht der Herausforderung der Aufschmelzung, sehen durch die Nachteile der klassischen Aufschmelzversuche den Aufwand nicht gerechtfertigt und verzichten aus diesem Grund auf die on-cooling Versuche. Allgemein kann gesagt werden, dass das erste Duktilitätsminimum viel weniger untersucht wurde als das zweite. Die Gründe dafür sind die schwierig zu beherrschenden Werkstoffeigenschaften in diesem Temperaturbereich. Die Auflösung von Ausscheidungen und Seigerungen kann aber nur durch eine unmittelbare Aufschmelzung vor dem Zugversuch gewährleistet werden.

In dieser Arbeit wurde eine **neue in-situ Aufschmelzmethode entwickelt**, mit der es möglich ist, Heißzugproben partiell aufzuschmelzen und anschließend erstarren zu lassen. Die hier entwickelte Methode erlaubt eine kontrollierte Umschmelzung von verschiedenen Stählen und Probengeometrien. Die Proben mit Gussgefüge können dann zur Ermittlung von Materialkennwerten direkt nach dem Aufschmelzen und Erstarren thermomechanisch belastet werden. Die Methode funktioniert ohne störende Schmelzbadabsicherung. Das flüssige Schmelzbad wird mit einer festen Schale festgehalten, welche sich durch die hohe Wärmeabgabe und Oxidation an der Oberfläche bildet. Mit diesem Versuch ist es möglich, verschiedenste Einflüsse nach der Erstarrung im Labor zu simulieren. Die nicht verwendeten externen Schmelzbadabsicherungen erlauben eine bessere Kontrolle, Überwachung und Beobachtung des Versuches (z.B. zerstörungsfreie Methoden). Keine Reibung zwischen Oberfläche und Röhrchen und die radiale Ausrichtung der Dendriten sind weitere Vorteile der Methode.

Für zukünftige Arbeiten ist zu beachten, dass die BETA nicht explizit für die durchgeführten Untersuchungen designt wurde. Weiteres handelt es sich bei der Versuchsdurchführung um einen sensiblen Prozess, der empfindlich auf leichte Variation der Eingangsparameter reagiert. Obgleich eine generelle Vorgangsweise etabliert wurde, besteht in Details noch Potential zu Verbesserungen. Insbesondere eine in-situ-Kontrolle des Probenzustandes, gekoppelt mit der Maschinensteuerung, bietet sich hier an. Als mögliche Methoden zur Überwachung des Schmelzbades bzw.

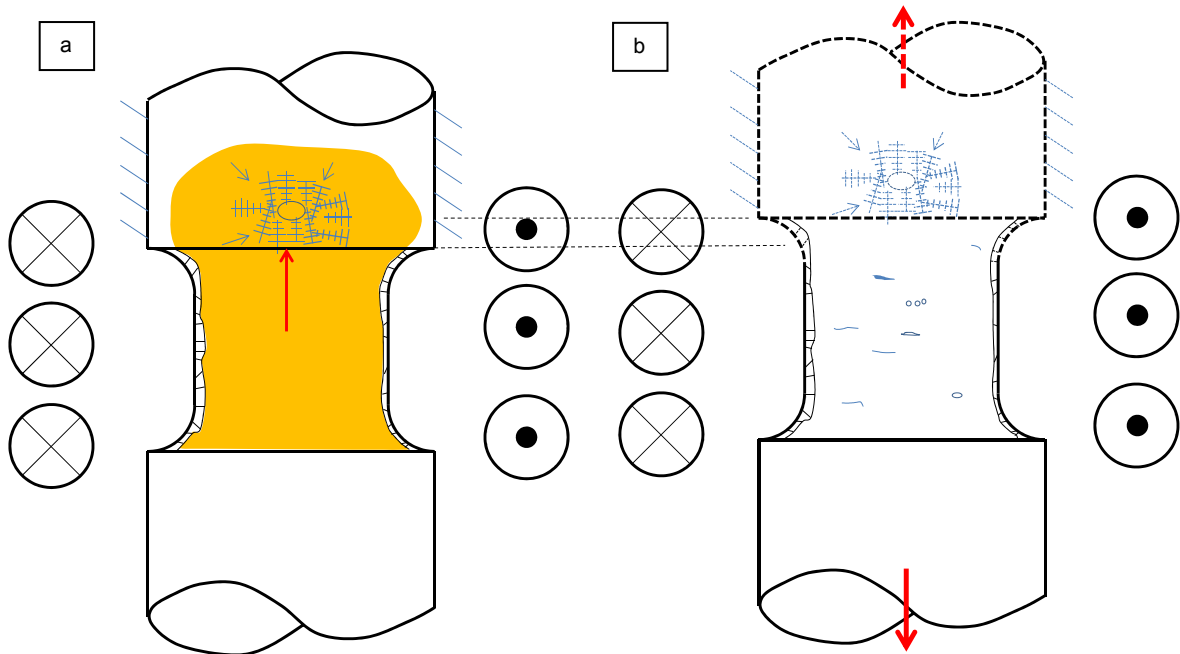
der festen Schale bieten sich Widerstands-, Pyrometer- oder Ultraschallmessungen an.

In dieser Arbeit wurde mit der neuen Versuchstechnik ein niedriglegierter **Stahl mit 0,7%C im Bereich des ersten Duktilitätsminimums** untersucht. Dazu wurden die Proben nach einer partiellen Aufschmelzung mit 1°C/s auf die Prüftemperatur abgekühlt und zerrissen. Es wurden die Festigkeiten, sowie die Bruch einschnürungen bestimmt, die eine Aussage über die Duktilität liefern sollten. Die beschriebene Inhomogenität der Probe, die die Aufschmelzung ermöglicht, führt aber zu Schwierigkeiten bei der Bestimmung von Festigkeits- und Duktilitätswerten. Die detaillierten Auswertungen der einzelnen Versuche haben gezeigt, dass die ermittelten Kennwerte stark von den Versuchsbedingungen abhängen. Die ermittelte *NZT* liegt bei ca. 1320°C. Bei dieser Temperatur versagt der Werkstoff an den weicheren Filmen zwischen den Dendritenarmen, die zuletzt erstarrt sind und einen höheren Mangan- und Phosphorgehalt aufweisen. Die *NFT* ist schwieriger zu bestimmen, da die feste Schale eine Kraft bis 1420°C überträgt. Kompakte Werkstoffeigenschaften zeigt der Werkstoff zuletzt bei 1370°C und diese Temperatur kann als die *NFT* definiert werden (erkennbar an der dendritischen Struktur an der Bruchfläche). Dieser Werkstoffzustand ist in der Lage geringe Kraft aufzunehmen.

Neben der Schale beeinflusst der Lunker, der sich durch die Umschmelzung bildet, die Spannungsmessungen signifikant. Eine wichtige Erkenntnis der Arbeit ist, dass die ermittelten Kennwerte sehr stark vom Versuch (Versuchsbedingungen) abhängen. Aus diesem Grund sollten die Heißrissanfälligkeit von Stählen nicht mit charakteristischen Temperaturen beschrieben werden.

Eine Idee um Heißrisse zu untersuchen ist, die Proben nicht zur Gänze zu zerreißen, sondern bis zu einem gewissen Grad zu dehnen und die Rissentstehung mikrostrukturell auf Seigerungen, Poren und Mikro-Risse hin zu untersuchen. Es wurde mit der Kraft-Weg-Messung gezeigt (Abbildung 47), dass die Proben über einen ausreichend langen Weg die Kraft aufnehmen können. Die Lunkerbildung und die Porosität während dem Umschmelzen ist zu minimieren oder wenn möglich zu vermeiden. Bisher wurde versucht, den Lunker durch Verdichten der Probe zu eliminieren; mit beschränktem Erfolg. Da der Lunker nicht vollständig entfernt werden kann bietet sich die Strategie an, ihn an eine Stelle zu verschieben, welche die erfolgreiche Versuchsdurchführung nicht beeinträchtigt, wie z.B. außerhalb der Bruchstelle. Das Verschieben des Lunkers könnte durch gezielte Wärmeführung innerhalb der Probe erreicht werden, siehe Abbildung 79.

Die Aufschmelzung sollte über einen definierten eingedrehten Bereich erfolgen, um die Dehnungswerte auf das neu erzeugte Gefüge einzuschränken. Die Auswertung könnte man mit zerstörungsfreien Methoden durchführen.



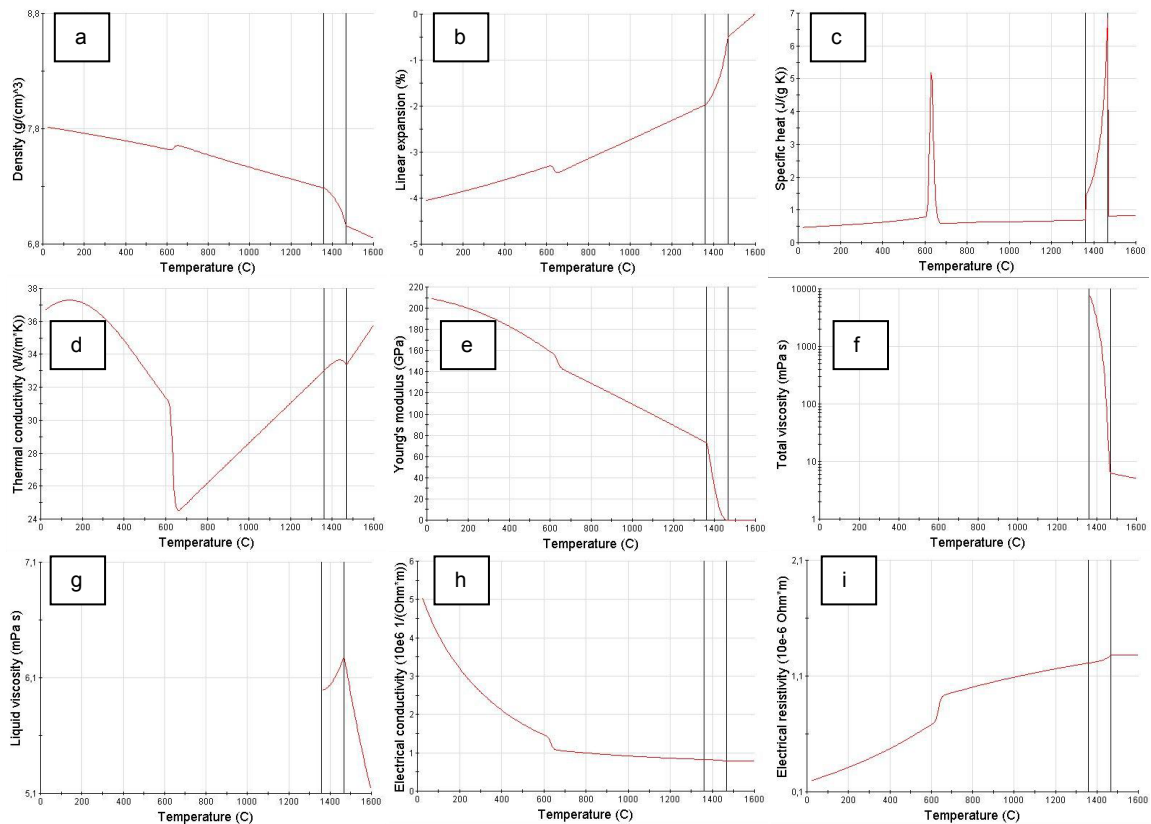
**Abbildung 79: (a) Durch gezielte Wärmeführung kann der Lunker aus dem eingedrehten Bereich verschoben werden; (b) Im eingedrehten Bereich wird die Verformung bis zu einem gewissen Grad aufgebracht (ohne zerreißen). Anschließend werden die Rissentstehungsmechanismen untersucht.**

Für bessere mikrostrukturelle Untersuchungen sollte eine Abschreckung nachgerüstet werden, um das Gefüge zu beliebigen Zeitpunkten des Versuchs einfrieren zu können. Insbesondere für die Untersuchung von Ausscheidungen als auch von Seigerungen wäre dies von entscheidendem Vorteil.

Die hier vorgestellte Aufschmelzmethode kann für verschiedenste Versuchszyklen angewendet werden. So können unterschiedliche Gießprozesse im Labor physikalisch simuliert werden. Dies bietet z.B. die Möglichkeit, Rissbildungsmechanismen des zweiten Duktilitätsminimums zu untersuchen. Der Vorteil ist, dass bei niedrigeren Temperaturen die Inhomogenitäten der Probe weniger Auswirkung auf die Ergebnisse haben. Die Aufschmelzmethode wurde für die Untersuchungen des zweiten Duktilitätsminimums in den Arbeiten von Stiefler [86] und Leidinger [87] durchgeführt und in [88], [89] veröffentlicht.

## 12 Anhang

### 12.1 Berechnungen mit JMatPro



**Abbildung 80: (a) Dichte, (b) Ausdehnung, (c) Wärmekapazität, (d) Wärmeleitfähigkeit, (e) Elastizitätsmodul, (f,g) Viskosität, (i) Konduktivität und (j) Resistivität des untersuchten Stahls als Funktion der Temperatur, berechnet mit JMatPro<sup>dd</sup>**

### 12.2 Ermittlung der optimalen Aufschmelzparameter

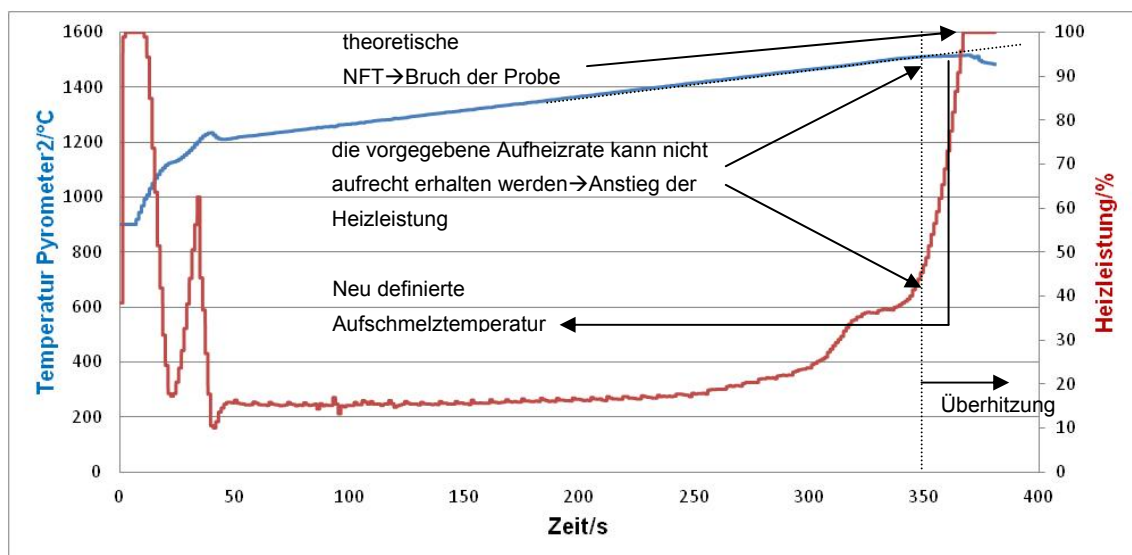
Die Ermittlung der Aufschmelzparameter ist eine der schwierigsten Herausforderungen bei der hier vorgestellten Methode und erfordert Erfahrung. Aus diesem Grund wird hier ein Vorgangsweg vorgestellt, um die Aufschmelzparameter einfacher herauszufinden. Jeder Werkstoff verhält sich bei der Umschmelzung anders und erfordert eine gewisse Anzahl von Vorversuchen, um zufriedenstellende Parameter für die Aufschmelzung zu finden. Wichtig ist, dass für die Suche nach den Aufschmelzparametern die Randbedingungen nicht geändert werden. Die ermittelten Parameter gelten für die gewählten Randbedingungen, welche nicht verändert werden dürfen. Dazu zählt die Atmosphäre, welche sich auf die Probenoberfläche bzw. Schalenausbildung (Oxidschicht, Wärmeleitung) und auf die Temperaturmessung

<sup>dd</sup> JMatPro-v6.1

auswirkt. Die Parameter gelten nur für denselben Werkstoff, Probengeometrie und Messaufbau. Die Induktionsspule, die Position der Pyrometer und die angeschweißten Thermolemente sollten für die Versuchsserien gleich bleiben.

**Die Ermittlung der Aufschmelzparameter wird an einem peritektischen niedriglegierten Stahl erklärt.**

Für den ersten Richtwert für die Aufschmelztemperatur wird ein on-heating Versuch mit konstanter Kraft durchgeführt. Dabei wird die Probe nur im Oberhaupt befestigt und bis zum Bruch aufgeheizt. Dabei belastet das Eigengewicht unter der heißesten Stelle den Probenquerschnitt. Solche Versuche werden, wie aus der Literatur bekannt, für die Ermittlung der „Nullfestigkeitstemperatur“ verwendet. Der Druck wird auf  $1 \times 10^{-1}$  mbar am Anfang des Versuches eingestellt. Die Vorvakuumpumpe läuft während des gesamten Versuches mit (der Druck wird im Laufe des Versuches geringer). Die Aufheizung bis  $1200^\circ\text{C}$  erfolgt mit  $10^\circ\text{C/s}$  und danach mit  $1^\circ\text{C/s}$  bis zum Bruch der Probe. Man sieht in Abbildung 81, dass die vorgegebene Aufheizrate von  $1^\circ\text{C/s}$  ab einer gewissen Temperatur nicht mehr aufrechterhalten werden kann. Aus diesem Grund wird die Heizleistung der Heizungseinheit automatisch hochgeregelt, was zu einem raschen Aufschmelzen und Kollabieren der Probe führt.



**Abbildung 81: Zeitliche Entwicklung der Temperatur und der Heizleistung zur Ermittlung der NFT**

Aus diesem Grund wird die Aufschmelztemperatur so gewählt, dass die Probe leicht überhitzt wird und so eine einfachere Kontrolle der Aufschmelzung gegeben ist. In diesem Fall wird für die Aufschmelzung eine Temperatur gewählt, die 20K unter der theoretischen *NFT* liegt. Diese Temperatur führt dann zu einer „sanfteren“ Überheizung und einem langsamen Aufschmelzen des Werkstoffes im Probeninneren. Durch die geringere Überheizung der Probe beginnt nach einigen Sekunden die

Aufschmelzung. Dies stellt man am Absinken der vorgegebenen Temperatur, die nicht mehr gehalten werden kann, fest, siehe Abbildung 82. Die Abnahme der Temperatur kann mit der Phasenumwandlung und der damit verbundenen Wärmeaufnahme erklärt werden. Eine Änderung des Emissionskoeffizienten durch die Phasenumwandlung kann ebenfalls zu einer Beeinträchtigung der Temperaturmessung mittels Pyrometer führen. Nun ist die Haltezeit für die Aufschmelzphase so zu wählen, dass ein Durchschmelzen gewährleistet ist. In diesem Fall wurden 100s gewählt. Eine Möglichkeit ist, die Proben stärker zu überhitzen und die Haltezeit zu verringern. Wichtig ist nur, dass genug Wärme für die Aufschmelzung zur Verfügung gestellt wird. Empfohlen wird jedoch eine sanftere Überhitzung, bei der die Probe länger bei der Aufschmelztemperatur gehalten werden kann. Der Vorteil ist die bessere Kontrolle der Versuche. Nach dieser Aufschmelzphase werden die Proben zerrissen, um eine erfolgreiche Umschmelzung zu zeigen. In Abbildung 83 ist zu erkennen, dass sich im Probeninneren ein Schmelzbad ausgebildet hat. Eine weitere Probe wurde nach demselben Aufheizzyklus rasch abgekühlt und mikroskopisch untersucht. Die Schliffbilder zeigen einen Luncker im Probeninneren. Dieser hat sich bei dieser Probe genau im Probenzentrum gebildet, da dies in diesem Fall die zuletzt erstarrte Stelle ist, siehe Abbildung 84.<sup>ee</sup>

---

<sup>ee</sup> Bei Versuchen mit kontrollierter Abkühlung, bei denen die Induktionsheizung noch läuft, entstehen die Luncker an den Stellen an denen die Aufschmelzung begonnen hat. Also direkt hinter der festen Schale wo die Probe zuletzt erstarrt ist.



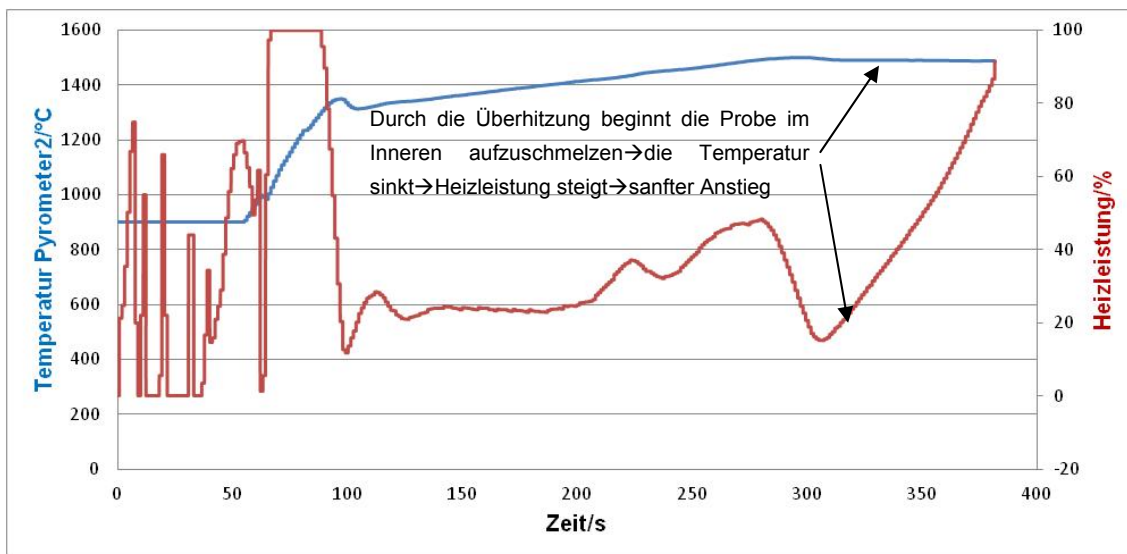


Abbildung 82: Zeitliche Entwicklung der Temperatur und der Heizleistung für eine kontrollierte Aufschmelzung

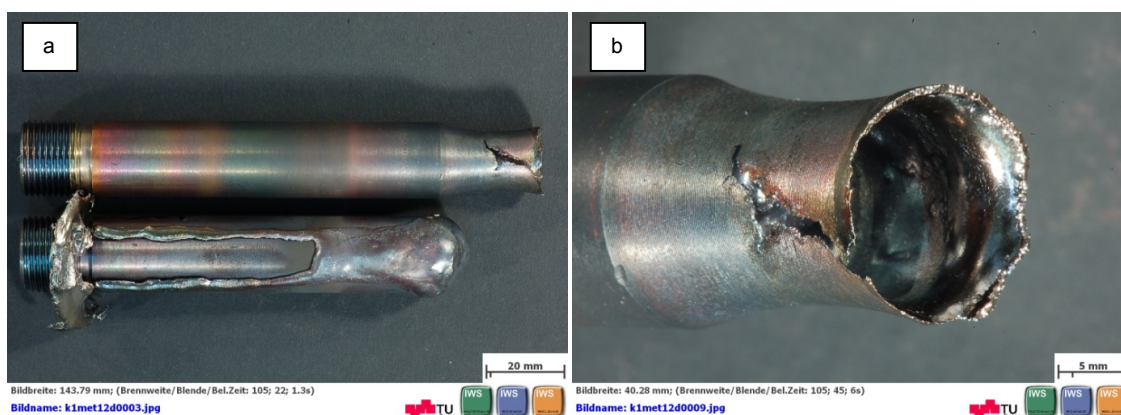


Abbildung 83: Ausgetretene Schmelze aus der Probe; (a) Makroaufnahme der beiden Probenhälften, (b) aus der oberen Probenhälfte ausgetretene Schmelze

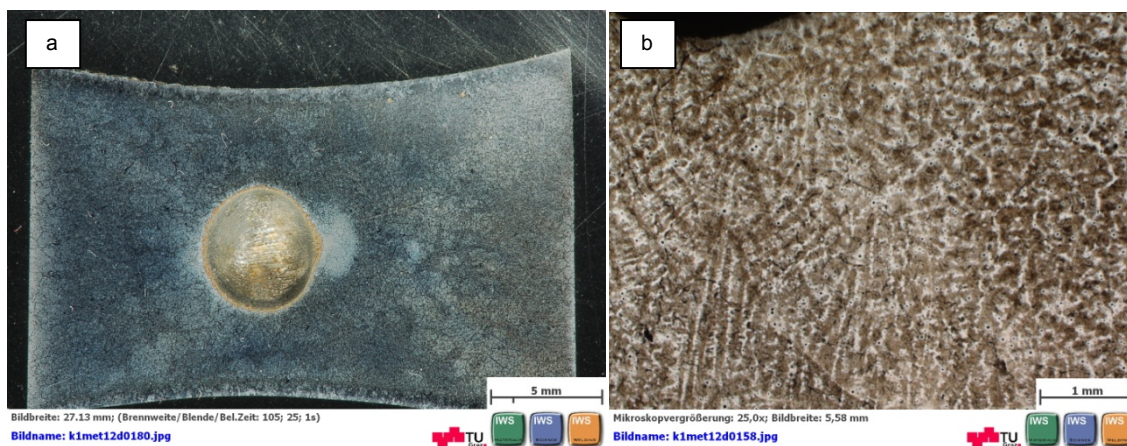
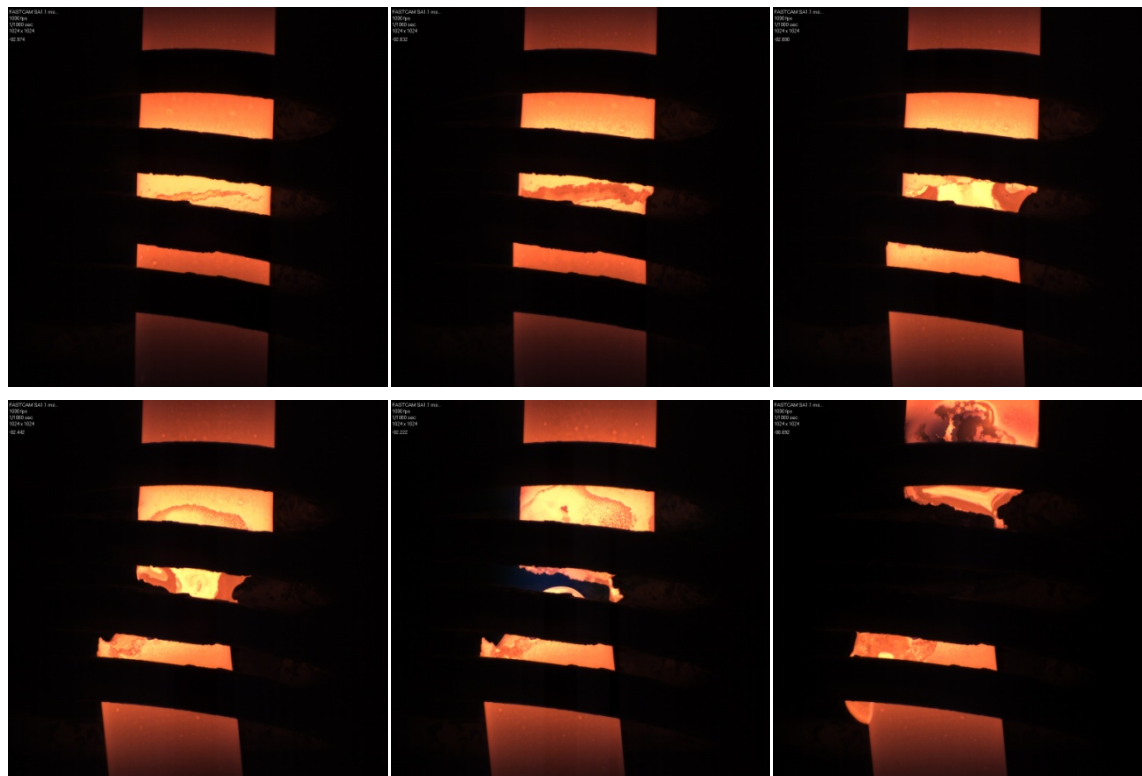


Abbildung 84: Die Probe ist nach der Aufschmelzphase rasch abgekühlt worden (ausschalten der Induktion), (a) Lunker zentral im ehemaligen Schmelzbad, (b) dendritische Struktur (Ätzung Oberhoffer)



In Abbildung 85 ist ein Zugversuch dargestellt, welcher mit einer Hochgeschwindigkeitskamera aufgenommen wurde. Die feste Schale reißt während dem Versuch und Schmelze tritt aus. Im Probeninneren ist ein Schmelzbad zu sehen welches durch die Induktionsheizung heftig bewegt wird.



**Abbildung 85: Zugversuch nach gut abgestimmten Parametern für die Umschmelzung einer peritektischen Charge (Standard Probengeometrie)**

Wird die Probe nicht vollkommen aufgeschmolzen, umgibt die feste Schale eine teigige Masse im Probeninneren. Die teigige Masse klebt förmlich an der festen Schale und lässt sich sehr gut verformen, siehe Abbildung 86. Die gleiche Probe ist in Abbildung 87 als Makrobild dargestellt.

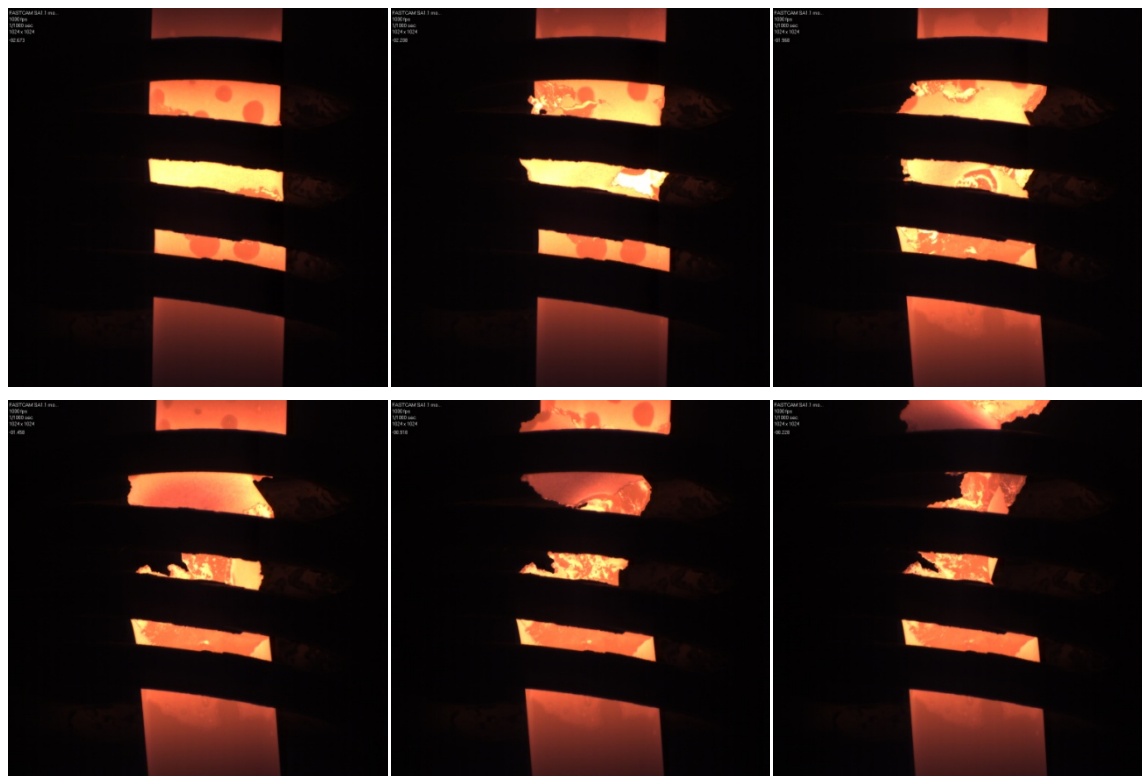


Abbildung 86: Zugversuch einer Probe im teilflüssigen Bereich

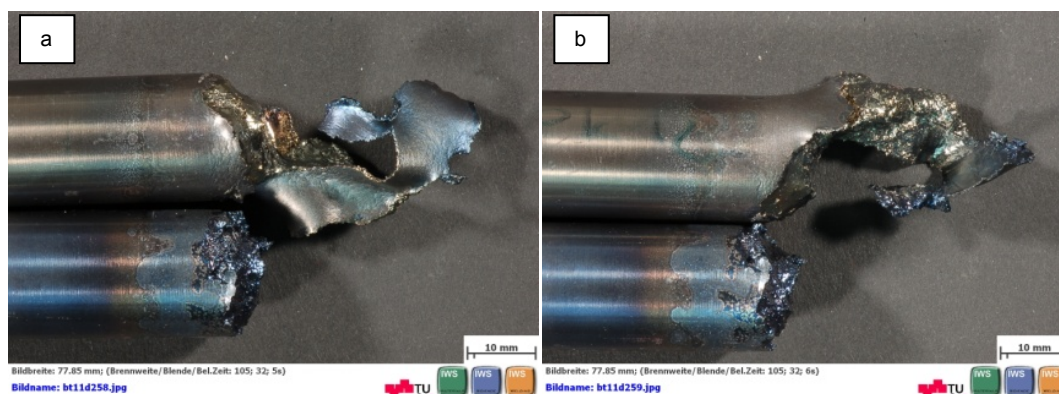


Abbildung 87: Eine im teilflüssigen Bereich zerrissene Probe;  
(a), (b) unterschiedliche Ansichten

### Tipp:

Die Spulengeometrie und die Frequenz der Heizeinrichtung werden so gewählt, dass mit einer hohen Leistung des Hochfrequenzgenerators die gewünschte Temperatur gerade erreicht wird. Zu nah an der Oberfläche liegende Spulen beschädigen die feste Schale, was zum Austritt der Schmelze führt und so einen Fehlversuch darstellt. Niedrigere Frequenzen induzieren die Wirbelströme tiefer in das Probeninnere, was von Vorteil ist.

**Vorteile der neu entwickelten Methode:**

- Es können verschiedenste Probengeometrien umgeschmolzen werden
- Keine Nachteile durch eine Schmelzbadsicherung (Reibung, chemische Reaktionen)
- Temperaturmessung mit Thermoelement und Pyrometer an der Oberfläche

## 12.3 Verwendete Geräte

**Heißzugprüfmaschine Beta 250-5:**

Mechanische Daten:

Max Kraft: +/- 250kN

Kraftmessdose AEP-TC4 (Klasse 1 nach DIN 51220, Messfehler +/- 1%)

Traversengeschwindigkeit: 0,05-500mm/min (+/- 0,5%)

Digitaler Controller EDC100 (Steuerung der Kraft und Wegmessung)

Probenaufnahme: M20x1,5mm

Vakuumeinheit:

Kontrollgerät COMBIVAC IT23

Zweistufige Drehschieberpumpe Pfeiffer DUO 065D (Saugleistung: 18l/s)

Turbomolekularpumpe Leybold Turbovac 1500 (Saugleistung: 1500l/s)

Rezipient: 173l

Wärmeleitungs-Druckmessgerät TTR 211S ( $5 \times 10^{-4}$ -1000mbar)<sup>ff</sup>

Ionisations-Vakuummeter IR090

Heizungseinheit:

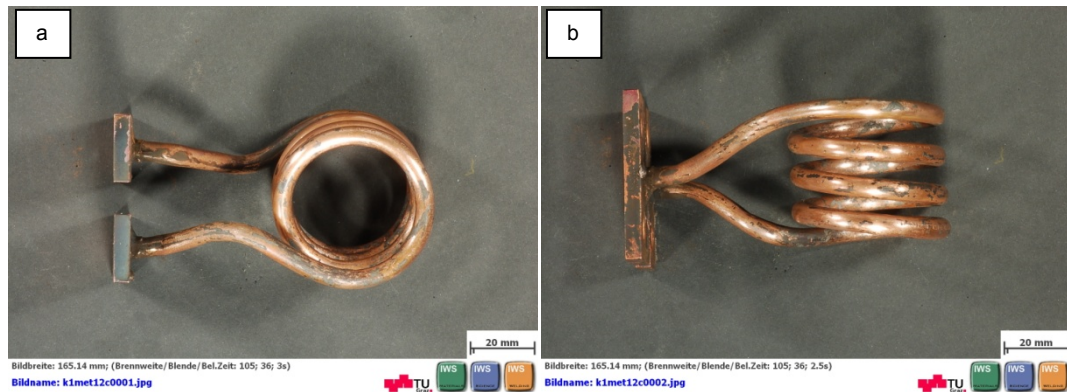
Induktive Erwärmungsanlagen (IEW)

Hochfrequenzgenerator TTH12 (12kW)

Spulenform

---

<sup>ff</sup> nach Pirani



**Abbildung 88: Verwendete Spule für die Untersuchungen in der vorliegenden Arbeit;  
(a) Aufsicht, (b) Vorderansicht**

Temperaturmessung:

Digitaler Temperaturregler Eurotherm 2704

Messung mittels Thermoelement (Conatex), Typ S (Platin-Platin/Rhodium)

Pyrometer1: Spektralpyrometer Keller PZ20 (500-1400°C)<sup>gg</sup>

Pyrometer2: Quotientenpyrometer Keller PZ40 (900-2400°C)<sup>hh</sup>

**Makroaufnahmen:**

Nikon 50D

**Lichtmikroskop:**

Zeiss Observer.Z1m

**Rasterelektronenmikroskop:**

LEO 1450VP (2009 Modernisierung durch Fa. ZEISS)

**EDX – Chemische Elementanalyse:**

BRUKER QUANTAX 400

Stickstofffreier XFlash Detektor

**Mikrosondenuntersuchungen:** (voestalpine Linz)

Electron Probe Microanalyser (Type: CAMECA SX-100)

5WD X-Ray spectrometers

<sup>gg</sup> Die Strahlung wird zwischen einer Zentralwellenlänge gemessen, die zwischen 1,1 und 1,7µm liegt

<sup>hh</sup> Messung der Infrarotstrahlung bei Wellenlängen von 0,95 und 1,05µm. Der Quotient der Strahlung verhält sich proportional zur Temperatur der gemessenen Oberfläche

**Mikrohärtemessung:**

MHT-4Ultra Microhardnes Tester for optical microscopes (Anton Paar)

**DSC Messung**

Netzsch STA409 PG, mit DSC-Messkopf

Thermoelement: Typ S (Pt/PtRh)

Heizrate während der Messung: 10K/min

**12.4 Bauanleitung für eine Induktionsspule**

**Material:**

Kupferrohr: weich 99,9%Cu 6x1mm

Kupferplatten (50x20mm)

Messinghartlot

Flussmittel

**Werkzeug:**

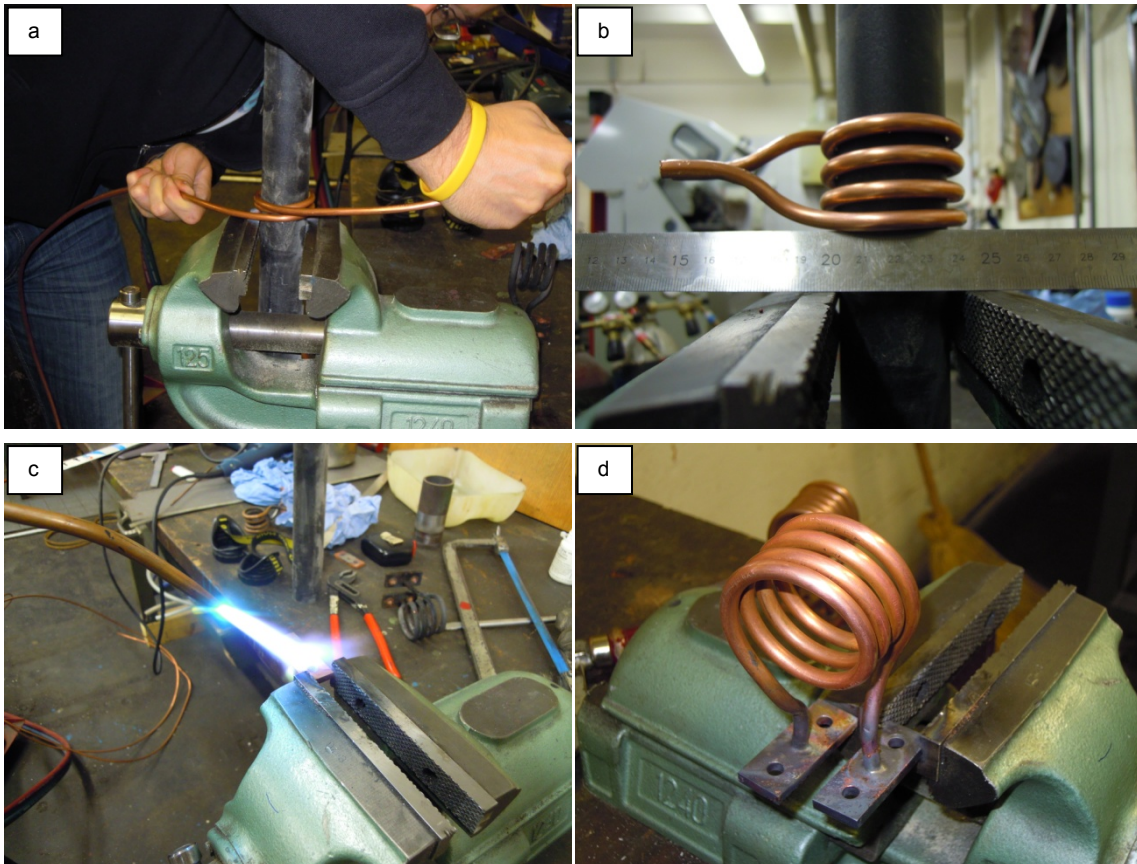
Autogenschweißgerät

Rohr zum Aufwickeln der Spule

Ständerbohrmaschine und Standardwerkzeuge (Feilen, Zangen, Schiebelehre, Hammer Körner etc.)

Das Kupferrohr wird um ein Rohr mit gewünschtem Durchmesser herumgewickelt. Anschließend werden die Enden auf die gewünschte Form gebogen. Die Anschlussplatten werden mit drei Bohrungen versehen, wobei die Bohrung für den Anschluss zum Kupferrohr mit einer Stufenbohrung versehen wird (Anschlag/Positionierung beim Löten). Mit einer Gasflamme wird die Platte auf rotglühend erhitzt und die Spule in die vorgesehene Bohrung gesteckt. Weiterhin wird die Flamme auf die Platte gerichtet und das Messinglot zugeführt. Während das Lot erstarrt, wird die Spule in Position gehalten. Die zweite Platte wird nach dem gleichen Prinzip gefügt. In der Abbildung 89 sind die Schritte dargestellt. Es ist von Vorteil, wenn die Arbeit von zwei Personen durchgeführt wird. Viel Erfolg!





**Abbildung 89: Bau einer Induktionsspule (a) Das Kupferrohr wird um ein Rohr aufgewickelt, (b) die Enden für die Anschlussplatten werden gebogen und auf Länge geschnitten, (c) die Anschlussplatten werden aufgeheizt (rotglühend), (d) Die Spule wird in die Platte gesteckt und anschließend gelötet**

## 13 Literaturverzeichnis

---

- 1 Haasen, P. (1994). Physikalische Metallkunde. Göttingen: Springer Verlag.
- 2 Gottstein, G. (2007). Physikalische Grundlagen der Materialkunde. Aachen : Springer.
- 3 Axmann, W., & Sahm, P. (1988). Keimbildung bei Gußgefügen. In P. R. Sahm, Erstarrung metallischer Schmelzen (S. 55-68). Oberrusel: DGM.
- 4 Bargel, H. J., & Schulze, G. (2008). Werkstoffkunde. Berlin: Springer.
- 5 Rindler, W., Kozeschnik, E., & Buchmayr, B. (2000). Computer Simulation of the Brittle Temperature Range (BTR) for Hot Cracking in Steels. Steel Research , 71 (11), 460-465.
- 6 Kozeschnik, E. (2012). MatCalc The Materials Calculator. Abgerufen am 30. 06. 2012 von <http://matcalc.tuwien.ac.at/>
- 7 Sahm, P. R., Egly, I., & Volkmann, T. (1999). Schmelze, Erstarrung, Grenzflächen. Aachen: Vieweg Verlag.
- 8 Schürmann, E. (1977). Vorgänge vor der Erstarrungsfront und ihre Bedeutung für die Mikro und Makroseigerung. Zeitschrift für Metallkunde , 68 (9), 602-611.
- 9 Ilschner, B., & Singer, R. F. (2010). Werkstoffwissenschaften und Fertigungstechnik. Erlangen: Springer Verlag.
- 10 World Steel Association;. (2011). Abgerufen am 11. 05. 2012 von [www.worldsteel.org](http://www.worldsteel.org)
- 11 Thomas, B. (2011). Continuous Casting. Abgerufen am 25. 05. 2012 von Continuous Casting Consortium: [http://ccc.illinois.edu/PDF%20Files/Publications/01\\_ConCast\\_chap\\_final.pdf](http://ccc.illinois.edu/PDF%20Files/Publications/01_ConCast_chap_final.pdf)
- 12 Schwerdfeger, K. (1991). Metallurgie des Stranggießens. Goslar: Stahleisen.
- 13 Schrewe, H. (1987). Stranggießen von Stahl. Düsseldorf: Stahleisen.
- 14 Branerdorfer, H., Schützer, W., Hinterreiter, R., & Gantner, A. (2001). Patentnr. AT 410 409 B. Österreich.
- 15 Probst, R., & Herold, H. (1997). Kompendium der Schweißtechnik. Düsseldorf: DVS.

- 
- 16 Steinmetz, E., Lindenberg, H. U., & Loh, J. (1985). Untersuchungen zu Innenrissen beim Brammenstranggießen nichtrostender und hitzebeständiger Stähle. Stahl und Eisen , 105 (20), 61-66.
- 17 Chaudhuri, S., Singh, R. K., Patwari, K., Majumdar, S. R., Singh, A. K., & Neogi, N. (2010). Design and implementation of an automated secondary cooling system for the continuous casting of billets. ISA Transactions , 49, 121-129.
- 18 Brimacombe, J. K., & Sorimachi, K. (1984). Crack Formation in the Continuous Casting of Steel. In J. K. Brimacombe, I. V. Samarasekera, & J. E. Lait, Continuous Castingk, 199-214. (Warrendale: Iron and Steel Society of AIME)
- 19 Singer, K., & Bennek, H. (1931). Ein Beitrag zur Warmrißbildung an Stahlgußstücken. Stahl und Eisen , 51 (3), 61-65.
- 20 Schuster, J. (2004). Theoretische Beschreibung der Heißrissanfälligkeit metallischer Werkstoffe unter besonderer Berücksichtigung hochlegierter Stähle und Nickellegierungen. Habilitationsschrift (TU Chemnitz).
- 21 Klug, P. (1980). Beitrag zur Prüfung der Heißrissanfälligkeit von hochlegierten Schweißzusatzwerkstoffen mit dem PVR-Test der VEW-Kapfenberg. Dissertation TU Graz.
- 22 1004-1, M. D. (1996). Heißrissprüfverfahren Grundlagen. Düsseldorf: Deutscher Verlag für Schweißtechnik.
- 23 Borland, J. C. (1961). Suggested Explanation of Hot Cracking in Mild and Low Alloy Steel Welds. British Welding Journal , 526-540.
- 24 Rappaz, M., Drezet, J. M., & Gremaud, M. (1999). A New Hot-Tearing Criterium. Metallurgical and Materials Transactions A , 30A, 449-455.
- 25 Pierer, R. G., Reiter, J., & Bernhard, C. (2009). Über die Bildung von Heißrisseigerungen in Stahl: Metallographische Analyse und Charakterisierung. BHM , 154 (7), 346-353.
- 26 Bernhard, C. (2007). Über Zusammenhang zwischen Prozess und Produktqualität beim Stranggießen von Stahl am Beispiel der Heißrissbildung. Habilitationsschrift MU Leoben.
- 27 Bernhard, C. (2009). Die Stranggießforschung am Lehrstuhl für Metallurgie: Entwicklung, Status und Ausblick. BHM , 154 (1), 20-26.



- 
- 28 Reiter, J., Pierer, R., Ilie, S., Preißlinger, H., Fluch, J., & Bernhard, C. (2010). Über die Bildung von Heißrisseigerungen in Stahl: Vergleichende Untersuchungen an Stranggussbrammen und Laborversuchen. *BHM* , 3, 129-135.
- 29 Grasso, P. D., Drezet, J. M., & Rappaz, M. (2002). Hot Tear Formation and Coalescence Observations in Organic Alloys. <http://www.tms.org/pubs/journals/JOM/0201/Grasso/Grasso-0201.html>: TMS.
- 30 Farup, I., Drezet, J. M., & Rappaz, M. (2001). In situ Observation of Hot Tearing Formation in Succinonitrile-Acetone. *Acta Materialia Inc.* , 49, 1261-1269.
- 31 Chopra, M. A., Glicksman, M. E., & Singh, N. B. (1988). Dendritic Solidification in Binary Alloys. *Metallurgical Transactions A* , 19A, 3087-3096.
- 32 Paradies, C. J., Smith, R. N., & Glicksman, M. (1997). The Influence of Convection during Solidification on Fragmentation of the Mushy Zone of a Model Alloy. *Metallurgical and Materials Transactions A* , 28A, 875-883.
- 33 Eskin, D. G., & Katgerman, L. (2007). A Quest for a New Hot Tearing Criterion;. *Metallurgical and Materials Transactions A* , 38A, 1511-1519.
- 34 Katgerman, L., & Eskin, D. G. (2008). In Search of the Prediction of Hot Cracking in Aluminium Alloys;. In T. Böllinghaus, H. Herold, C. E. Cross, & J. Lippold, *Hot Cracking Phenomena in Welds*, 3-18. (Berlin: Springer Verlag)
- 35 Ohm, L., & Engler, S. (1990). Festigkeitseigenschaften erstarrender Randschalen aus Aluminiumlegierungen-Teil1. *Gießereiforschung* , 42 (3), 131-147.
- 36 Savage, W. F. (1962). Apparatus for Studying the Effects of Rapid Thermal Cycles and High Strain Rates on the Elevated Temperature Behaviour of Materials. *Journal of Applied Polymer Science* , 6 (21), 303-315.
- 37 Lankford, W. T. (1972). Some Considerations of Strength and Ductility in the Continuous-Casting Process. *Metallurgical Transactions* , 3 (6), 1331-1357.
- 38 Suzuki, G. H., Nishimura, S., & Yamaguchi, S. (1982). Charecteristics of Hot Ductility in Steels Subjected to the Melting and Solidification. *Transactions ISIJ* , 22 (49), 48-56.
- 39 Suzuki, G. H., Nishimura, S., & Nakamura, Y. (1984). Improvement of Hot Ductility of Continuously Cast Carbon Steels. *Transactions ISIJ* , 24 (55), 54-59.

- 
- 40 Sun, Z. (1992). A study of solidification crack susceptibility using the solidification cycle hot-tension test. *Materials Science and Engineering* , A154, 85-92.
- 41 Seol, D. J., Won, Y. M., Oh, K. H., Shin, Y. C., & Yim, C. H. (2000). Mechanical Behavior of Carbon Steels in the Temperature Range of Mushy Zone. *ISIJ International* , 40 (4), 356-363.
- 42 Calvo, J., Cabrera, J. M., Razaeeian, A., & Yue, S. (2007). Evaluation of the Hot Ductility of a C-Mn Steel Produced from Scrap Recycling. *ISIJ International* , 47 (10), 1518-1526.
- 43 Schmidtman, E., & Pleugel, L. (1980). Einfluss des Kohlenstoffgehaltes auf die Hochtemperaturfestigkeit und -zähigkeit von niedriglegierten Stählen nach Erstarrung aus der Schmelze. *Archiv Eisenhüttenwesen* , 51 (2), 49-54.
- 44 Schmidtman, E., & Merz, M. (1987). Einfluss von Abkühlbedingungen und Verformungsgeschwindigkeit auf die Hochtemperatureigenschaften von Stählen. *steel research*, 58 (4), 191-196.
- 45 Statemeier, S. (2010). Dissertation: Experimentelle und theoretische Vorhersagen der mechanischen Eigenschaften unterschiedlicher Stahlsorten während der Erstarrung. RWTH Aachen.
- 46 Revaux, T., Deprez, P., Bricout, J. P., & Oudin, J. (1994). In Situ Solidified Hot Tensile Test and Hot Ductility of Some Plain Carbon Steels and Microalloyed Steel. *ISIJ International* , 34 (6), 528-535.
- 47 Pudar, M. (2008). Untersuchung der Duktilitätseigenschaften von stranggegossenen mikrolegierten Stählen. Dissertation TU Graz.
- 48 Weinberg, F. (1978). The Ductility of Continuously Cast Steel Near the Melting Point-Hot Tearing. *Metallurgical Transactions B* , 10B, 219-227.
- 49 Rogberg, B. (1980). Influence of impurities on hot crack formation in stainless steel. *Applied Metallurgy and Metals Technology Group*, 365-371. (Coventry: The Metals Society)
- 50 Rogberg, B. (1983). An Investigation on the Hot Ductility of Steels by Performing Tensile Test on "In Situ Solidified" Samples. *Scandinavian Journal of Metallurgy* , 12, 51-56.
- 51 Kim, S. K., Lee, Y. D., Hansson, K., & Fredriksson, H. (2002). Influence of Cooling Rate on the Hot Cracking Formation of Nickel Rich Alloys. *ISIJ International* , 42 (5), 512-519.

- 
- 52 Yu, C. H., Suzuki, M., Shibata, H., & Emi, T. (1996). Anomaly in Melting Behaviour and Mechanical Properties of Carbon Steel Near Solidus Temperature. *Materials Transactions JIM* , 37 (5), 1251-1257.
- 53 Nakagawa, T., Umeda, T., Marata, J., Kamimura, Y., & Niwa, N. (1995). Deformation Behaviour during Solidification of Steel. *ISIJ International* , 35 (6), 723-729.
- 54 Mizukami, H., Yamanaka, A., & Watanabe, T. (2002). High temperature Deformation Behavior of Peritectic Carbon Steel during Solidification. *ISI International* , 42 (9), 964-973.
- 55 Yu, C. H., Suzuki, M., Shibata, H., & Emi, T. (1996). Anomaly in Melting Behaviour and Mechanical Properties of Carbon Steel Near Solidus Temperature. *Materials Transactions JIM* , 37 (5), 1251-1257.
- 56 Lee, J. D. (2003). Hot Cracking Behaviour of Fe-Ni Alloys via Direct Observation. *ISIJ International* , 43 (1), 54-62.
- 57 Mintz, B., & Mohamed, Z. (1988). Hot Ductility of Directly cast Microalloyed Steels. *Physical Simulation of Welding, Hot Forming and Continuous Casting. II25-II37.* (Ottawa: Canmet.)
- 58 Guo, L., Li, W., Bobadilla, M., Yao, M., & Shen, H. (2010). High Temperature Mechanical Properties of Micro-alloyed carbon Steel in the Mushy Zone. *Steel Research* , 81 (5), 387-393.
- 59 Suzuki, H. G., Nishimura, S., & Yamaguchi, S. (1988). Physical Simulation of the Continuous Casting of Steels. *Physical Simulation of Welding, Hot Forming and Continuous Casting, 2.1-2.23.* (Ottawa: Canmet).
- 60 Schwerdtfeger, K. (1994). *Rissanfälligkeit von Stählen beim Stranggießen und Warmumformen.* Düsseldorf: Stahleisen.
- 61 Pierer, R., & Bernhard, C. *Gängige Heißrissbildungskriterien und experimentelle Validierung . Christian Doppler Laboratory for Fundamentals of Metallurgy in Continuous Casting Processes.* Leoben: Metallurgische Grundlagen von Stranggießprozessen.
- 62 Won, Y. M., Kim, K.-h., Yeo, T.-j., & Oh, K. (1998). Effect of Cooling Rate on ZST, LIT and ZDT of Carbon Steels Near Melting Point. *ISIJ International* , 38 (10), 1093-1099.
- 63 Kim, K.-h., Yeo, T.-j., Oh, K. H., & Lee, D. N. (1996). Effect of Carbon and Sulfur in Continuously Cast Strand on Longitudinal Surface Cracks. *ISIJ International* , 36 (3), 284-289.
- 64 Seol, D. J., Oh, K. H., Cho, J. W., Lee, J.-E., & Yoon, U.-S. (2002). Phase-field modelling of the thermo-mechanical properties of carbon steel. *Acta Materialia* , 50, 2259-2268.

---

65 Won, Y. M., Han, H. N., Yeo, T.-j., & Oh, K. H. (2000). Analysis of Solidification Cracking Using the Specific Crack Susceptibility. *ISIJ International* , 40 (2), 129-136.

66 1004-2, M. D. (1996). Heißrißprüfverfahren mit fremdbeanspruchten Proben. Düsseldorf: Deutscher Verband für Schweißtechnik E.V.

67 Weinberg, F. (1980). Solidification Technology in the foundary and cast house. Hot tearing of steels (S. 511-516). Coventry: The Materials Society.

68 Schmidtman, E., & Rakoski, F. (1983). Einfluss des Kohlenstoffgehaltes von 0,015 bis 1% und der Gefügestruktur auf das Hochtemperaturfestigkeits- und -zähigkeitsverhalten von Baustählen nach der Erstarrung aus der Schmelze. *Archiv Eisenhüttenwesen* , 54 (9), 357-362.

69 Schmidtman, E., & Pleugel, L. (1980). Einfluss des Schwefel- und Mangangehaltes niedriglegierter Stähle mit unterschiedlichen Kohlenstoffgehalten auf die Hochtemperaturfestigkeit und -zähigkeit nach der Erstarrung aus der Schmelze. *Archiv Eisenhüttenwesen* , 51 (2), 55-60.

70 Han, Z., Cai, K., & Liu, B. (2001). Prediction and Analysis on Formation of Internal Cracks in Continuously Cast Slabs by Mathematical Models. *ISIJ International* , 41 (12), 1473-1480.

71 Stratemeier, S., & Senk, D. (2009). Modellierung der Heißrisswahrscheinlichkeit beim Stranggießen. 24. Aachner Stahlkolloquium , 231-241.

72 Ofenheimer, A. (2001). Adaptierung und Inbetriebnahme einer Prüfmaschine für Hochtemperatur-Zugversuche im teilflüssigen Phasenbereich. Diplomarbeit TU Graz.

73 Ofenheimer, A., Kozeschnik, E., & Buchmayr, B. (2002). Endbericht Strategisches Projekt SP3. Graz: IWS/MCL.

74 Benkowsky, G. (1980). Induktionserwärmung. Berlin: VEB Verlag Technik Berlin.

75 Jousten, K. (2010). Wutz Handbuch Vakuumtechnik. Wiesbaden: Vieweg+Teubner.

76 Zinn, S., & Semiatin, S. (1988). Elements of Induction Heating (Design, Control, and Applications). Ohio: ASM International.

77 Cagran, C., Reschab, H., Tanzer, R., Schützenhöfer, W., Graf, A., & Pottlacher, G. (2009). Normal Spectral Emissivity of the Industrially Used Alloys NiCr20TiAl, Inconel 718, X2CrNiMo18-14-3, and Another Austenitic Steel at 684.5 nm. *International Journal of Thermophysics* , 30 (4), 1300-1309.

---

78 Pottlacher, G. (13. 04 2010). Temperaturmessung. (D. Djuric, Interviewer)

79 Höller, C. W. (2011). Entwicklung und Konstruktion einer Belastungsvorrichtung in einer Heißzugprüfmaschine. Bachelorarbeit TU Graz.

80 Djuric, D., Höller, C. W., Oberroither, M., Sonderegger, B., & Sommitsch, C. (2012). In-situ Aufschmelz-Methode zur Bestimmung der Hochtemperatureigenschaften von Stählen. *Materials Testing*, 54 (2), 75-80.

81 Riedler, J. (2012). Untersuchung der Mechanismen und Einflussfaktoren auf das erste Duktilitätsminimum eines kohlenstoffreichen Baustahls. Bachelorarbeit TU Graz.

82 Presoly, P. (2011). DSC-Messung aller Umwandlungstemperaturen der bereitgestellten Stähle, sowie thermodynamische Berechnung und Interpretation der Phasenumwandlungen. Lehrstuhl für Metallurgie, MU Leoben. (Bericht)

83 Six, J. (2012). Ermittlung der physikalischen Eigenschaften eines Baustahls mit der Software JMatPro. Lehrstuhl für Werkstofftechnik, TU Wien. (Bericht)

84 Bürgel, R., Maier, H. J., & Thomas, N. (2011). *Handbuch Hochtemperatur- Werkstofftechnik*. Deutschland: Vieweg+Teubner Verlag; Springer Fachmedien Wiesbaden.

85 Takeda, M., Onishi, T., Nakakubo, S., & Fujimoto, S. (2009). Physical Properties of Iron-Oxide Scales on Si-Containing Steels at High Temperature. *Materials Transactions*, 50 (9), 2242-2246.

86 Stiefler, F. (2011). Heißzugversuche eines niedriglegierten Stahls mit erhöhten Bor- und Titangehalt. Bachelorarbeit TU-Graz.

87 Leidinger, D. (2012). Heißzugversuche an zwei mikrolegierten Stählen mit unterschiedlichen Titan-Gehalten zur Ermittlung des zweiten Duktilitätsminimums. Bachelorarbeit TU-Graz.

88 Djuric, D., Stiefler, F., Zamberger, S., & Sommitsch, C. (2011). Physical Simulation of Hot Ductility of Continuous Cast Steels with in-situ solidified Hot Tensile Test. Montpellier: Euromat 2011 European Congress on Advanced Materials and Processes. (Posterpräsentation)

89 Djuric, D., Caliskanoglu, O., Leidinger, D., Ilie, S., & Sommitsch, C. (2012). Untersuchung des zweiten Duktilitätsminimums mikrolegierter Stähle mit einer neu entwickelten Heißzugprüfung. *Berg- und Hüttenmännische Monatshefte*, 157 (8-9), 296-300.