



DIPLOMARBEIT

Untersuchung der Umwandlungskinetik während des Warmwalzens am Beispiel der Produktion von nahtlosen Rohren

ausgeführt am

Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik

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

betreut von

Ass.Prof. Dr.techn. Univ.-Doz. Maria Cecilia Poletti (IWS, TU Graz)

Dipl.-Ing. Alexander Timoshenkov (IWS, TU Graz)

Dipl.-Ing. Dr.mont. Jürgen Klarner (voestalpine Tubulars GmbH & Co KG)

durchgeführt von

Gerald Gruber

Graz, Februar 2014

Danksagung

Mein Dank gilt dem Institutsvorstand Prof. Dr. Christof Sommitsch, der mir meine Diplomarbeit am Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik ermöglichte. Besonders möchte ich mich bei meinen beiden Betreuern Dr. Maria Cecilia Poletti und Dr. Jürgen Klarner (voestalpine Tubulars GmbH & Co KG) bedanken, die mir jederzeit mit Rat und Tat zur Verfügung standen und mir somit die Erfüllung meiner Aufgaben erst ermöglichten.

Ebenfalls danke ich dem Laborteam des Institutes für Werkstoffkunde und Schweißtechnik für die reibungslose und schnelle Unterstützung bei meinen Labortätigkeiten. Des Weiteren möchte ich noch Herrn Alexander Timoshenkov und Herrn Herbert Penker danken, die zu einem erfolgreichen Abschluss der Aufgabenstellung beitrugen.

Nicht zuletzt möchte ich noch meinen Eltern, meiner Schwester und meiner Freundin für die Unterstützung beim Studium an der TU Graz danken.

Gerald Gruber

Zusammenfassung

Beim Walzen nahtloser Stahlrohre handelt es sich um Warmwalzen. Parallel treten bei höheren Temperaturen Zunderbildung, Verfestigung, Rekristallisation, Kornwachstum, Ausscheidungsbildung und Phasenumwandlung auf. Bei den untersuchten Stählen ist die auftretende Phasenumwandlung mit einer Änderung des Volumens verbunden. Diese Volumenänderung wurde mit dem Dilatometer der Firma Bähr DIL 805 an zylindrischen Proben gemessen. Im Rahmen der durchgeführten Arbeit wurden Dilatometerkurven mit variierten Umformbedingungen ermittelt. Die Phasenumwandlungspunkte wurden mit der Tangentenmethode bestimmt. Abschließend wurde ein UZTU-Diagramm (Umformung-Zeit-Temperatur-Umwandlung) erstellt und mathematisch als Funktion der chemischen Zusammensetzung, des Umformgrades und der Abkühlgeschwindigkeit beschrieben.

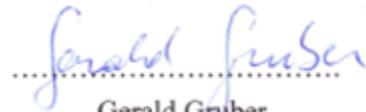
Abstract

The rolling of seamless steel tubes is carried out at high temperatures. Phenomena that occur at higher temperatures are scale formation, recrystallization, grain growth, precipitation and phase transformation. The phase transition is associated with a change in the volume. This change in volume was measured with the dilatometer Bähr DIL 805 on cylindrical samples after heat treatments as well as after hot deformation. As part of the work, dilatometer curves were determined with varying deformation conditions. The phase transformation points were determined with the tangent method. Finally a DCCT diagram (deformation-continuous-cooling-transformation) has been created and mathematically described as a function of the chemical composition, the degree of deformation and the rate of cooling.

Eidesstattliche Erklärung

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

Graz, am 28.02.2014


.....
Gerald Gruber

Statutory Declaration

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

Graz, am 28.02.2014


.....
Gerald Gruber

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Stand der Technik.....	2
2.1	Rohrwalzprozess bei voestalpine Tubulars	2
2.2	TOUGH TUBES® - Stahlrohre.....	3
2.3	Phasenumwandlung	4
2.3.1	Gleichgewichtsschaubild.....	4
2.3.2	ZTU kontinuierlich/isotherm.....	8
2.4	Experimentelle Ermittlung der Phasenumwandlungspunkte.....	9
2.5	Einfluss der chemischen Zusammensetzung	11
2.6	Einfluss der Umformung	13
2.7	Einfluss der Korngröße.....	14
2.8	Einfluss einer beschleunigten Abkühlung	14
2.9	Modelle zur Bestimmung der Phasenumwandlungspunkte.....	15
3	Experimentelle Untersuchungen	17
3.1	Versuchswerkstoffe	17
3.2	Simulation der Produktionsbedingungen.....	17
3.3	Dilatometrie	19
3.3.1	Versuchsablauf	19
3.3.2	Versuchsreihen	23
3.3.3	Axiale Temperaturdifferenz	26
3.3.4	Bestimmung der Umwandlungspunkte	29
3.4	Metallografie	31
4	Simulation	32
4.1	Berechnung von ZTU-Diagramme mittels JMatPro	32
4.2	Berechnung der Inhomogenität mittels DEFORM.....	33
5	Ergebnisse	35
5.1	Dilatometrische Versuche.....	35
5.1.1	Deformation während der Kühlung.....	35
5.1.2	Dreistufige Deformation	36

5.1.3	Freies Abkühlen	39
5.2	Metallografie	40
5.2.1	Ausgangsgefüge	40
5.2.2	Abschrecken	40
5.3	Simulation.....	44
5.3.1	Abschätzung der Austenitkorngröße	44
5.3.2	Abschätzung des ZTU-Diagramms	45
5.4	Ermittlung der Phasenumwandlungstemperaturen	48
5.4.1	Phasenumwandlungstemperaturen Ac1 und Ac3.....	48
5.4.2	Phasenumwandlungstemperatur Ar3 (Basis Modell).....	49
5.4.3	Phasenumwandlungstemperatur Ar3 (mit Deformation)	52
6	Zusammenfassung und Überblick	55
7	Literaturverzeichnis.....	56

1 Einleitung

Bei der Herstellung nahtloser Stahlrohre wird im Allgemeinen der Prozess des Warmwalzens eingesetzt. Parallel dazu treten mit höheren Temperaturen verbundene Prozesse wie Zunderbildung, Dichteänderung, Rekristallisation, Kornwachstum, Ausscheidungsbildung, Phasenumwandlungen, Versetzungsbewegungen u.a. auf. Für umformtechnische Fertigungsaufgaben werden die Endgeometrie des Werkstücks und der Werkstoff als festgelegt vorausgesetzt. Gleichzeitig ist bei der Prozessgestaltung die Gewährleistung der konzipierten Gebrauchseigenschaften der herzustellenden Rohre von entscheidender Bedeutung. Diese sind von der realitätsnahen Beschreibung des angenommenen Werkstoffverhaltens und der Berücksichtigung signifikant einflussnehmender Randbedingungen abhängig. Eine kontrollierbare und flexible Produktion ist nur dann möglich, wenn das werkstofftechnische Verhalten bekannt ist und mit dessen Hilfe der Prozess gezielt gesteuert werden kann. Des Weiteren sind Einflussfaktoren, bedingt durch das Zusammenwirken von Maschine, Werkzeug und Werkstück, maßgeblich für das Fertigungsergebnis.

Aus der Sicht der Prozessoptimierung und der danach folgenden Anwendung ist eine schnelle, prozessbegleitende Simulation der Evolution der Werkstoffstruktur in der Prozesskette Stoßbank – Ofen – Streckreduzierwalzwerk – Abkühlen von grundlegendem Interesse für eine gezielte Weiterentwicklung des Verfahrens. Hierbei spielen die erfassten mechanischen Eigenschaften eine herausragende Rolle. Die Basis für solche Optimierungen bilden komplexe Simulationssysteme, die grundsätzlich eine Kopplung aus *Temperatur-, Werkstofffluss- und Gefügemodellen* darstellen.

Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit der Entwicklung des empirischen Modells für die Beschreibung der $\gamma - \alpha$ Phasenumwandlung in einem C-Mn mikrolegiertem Stahl. Als Eingabeparameter dienen die chemische Zusammensetzung, die Austenitisierungstemperatur (T_A), die Haltezeit für die Austenitisierung (t_A), die Deformation (φ) und die Abkühlgeschwindigkeit (CR).

2 Stand der Technik

2.1 Rohrwalzprozess bei voestalpine Tubulars

In diesem Abschnitt wird die Rohrproduktion auf einer CPE-Stoßbankanlage bei voestalpine Tubulars GmbH & Co KG vorgestellt. Diese Technologie entstand als Ergebnis der Entwicklung des Stranggießens für Rundformate und der Weiterentwicklung des Schrägwalzens zu einem Lochverfahren mit hohem Qualitätsstandard in Kombination mit dem Stoßbankverfahren [1]. Sie wurde erstmals in Spanien im Jahr 1984 eingesetzt. Das aktuelle Rohrwalzwerk der voestalpine Tubulars wurde im Jahr 1980 in Betrieb genommen und sukzessive modernisiert [2]. Als Vormaterial für die Rohrfertigung werden Strangguss-Blooms mit einem Durchmesser von 230 mm verwendet (1). Die Teilung der Blooms in die benötigten Blockmassen von 200 bis 660 kg erfolgt durch zwei Hartmetall-Blocksägen bzw. durch eine Knüppelschere. Der anschließende Walzprozess gliedert sich in drei Verformungsschritte (3) (4) (5). Nach der Erwärmung der massiven Blöcke im Drehherdofen auf eine Temperatur von 1300°C (2) werden diese im Diescher-Schrägwalzwerk zu Hohlblöcken verformt (3). Im nächsten Schritt werden die Hohlblöcke unter Einsatz von Innenwerkzeugen – den Dornstangen – auf der Stoßbank zu Rohrluppen mit einer maximalen Länge von 22,0 m ausgewalzt (4). Nach Lösen der Rohrluppe von der Dornstange (5) und dem Ausziehen derselben kommen die Rohrluppen zur Wanddickenmessung IMS1. Im Nachwärmofen (NWO) werden die Rohrluppen auf bis zu 1050°C wiedererwärmt (6) und anschließend dem letzten Verformungsschritt, dem 28-gerüstigen Streckreduzierwalzwerk (SRW) zugeführt (7) und auf die jeweilige Endabmessung abgewalzt (Bild 1) [3]. Der erreichte hohe Automatisierungsgrad der Walzaggregate und die Anlagenkonfiguration ermöglichen eine definierte Temperaturführung des Walzgutes während, nach und zwischen den Umformschritten mit geringsten Abweichungen [4].

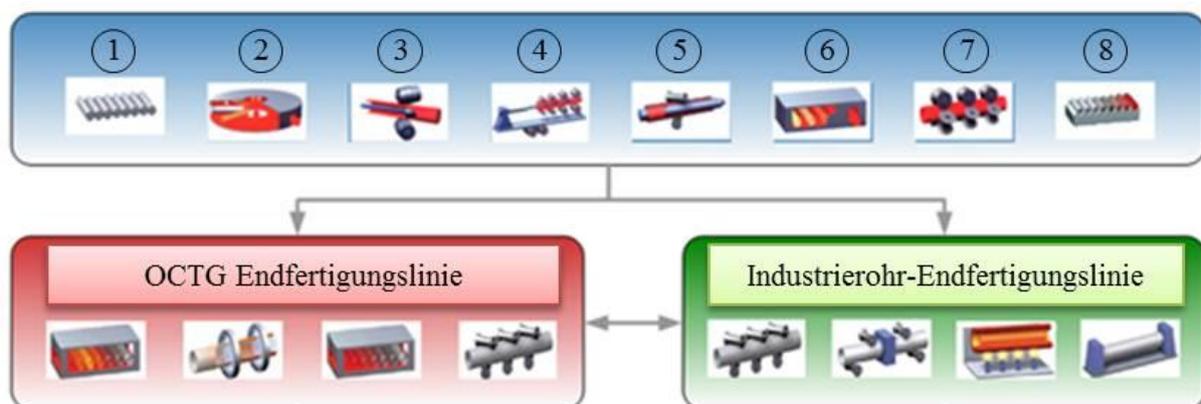


Bild 1: Produktionsflussbild des Rohrwalzprozesses bei voestalpine Tubulars [5].

Rohrwalzwerk-Verarbeitungsstufen im Bild von links nach rechts:

1 – Vormaterial, 2 – Drehherdofen, 3 – Schrägwalzwerk, 4 – Stoßbank, 5 – Rohrlösewalzwerk, 6 – Nachwärmofen, 7 – Streckreduzierwalzwerk, 8 – Hubrechenkühlbett, OCTG-Rohr (Oil Country Tubular Goods)

2.2 TOUGH TUBES® - Stahlrohre

Thermomechanisch gewalzte nahtlose Stahlrohre auf Basis mikrolegierter Stähle werden von voestalpine Tubulars GmbH & Co KG unter dem Namen ToughTubes® vermarktet. Die neuen Möglichkeiten im Rohrwalzprozess werden benutzt, um die mechanisch-technologischen Eigenschaften gezielt einzustellen. Zusammengefasst werden die folgenden Produkthanforderungen erfüllt:

- ✓ hohe Streckgrenze, Zugfestigkeit und Härte bei ausgezeichneter Zähigkeit
- ✓ extrem feinkörnige Mikrostruktur und ausgezeichnete Schweißbarkeit

Durch die Anwendung der thermomechanischen Behandlung beim Rohrwalzen können teure Legierungselemente wie Chrom, Molybdän und Nickel teilweise eingespart werden. An deren Stelle treten Mikrolegierungselemente wie Titan, Vanadium und Niob. Bild 2 zeigt typische Gefügebilder nahtloser Stahlrohre nach unterschiedlichen Walzregimen.

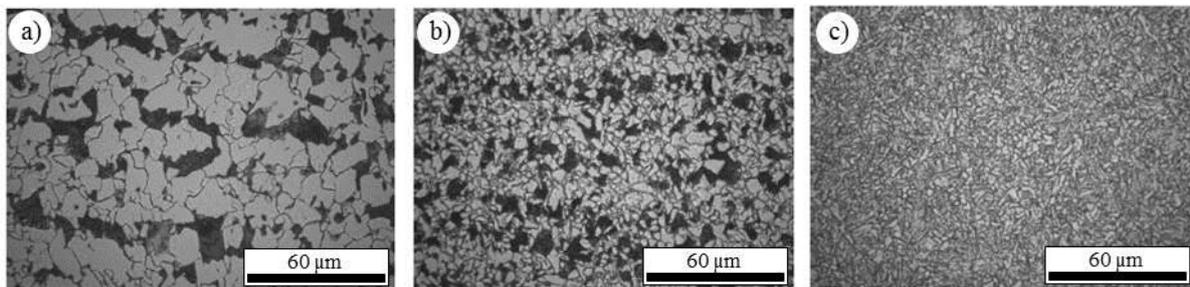


Bild 2: Gefüge nahtloser Stahlrohre: (a) normalisierend gewalzt, (b) normalisierend gewalzt und schnell abgekühlt, (c) temperaturkontrolliert gewalzt und schnell gekühlt (ToughTubes®) [5].

Die 0,2% Dehngrenze wird für den vorliegenden Stahl von 400 auf 800 MPa infolge des Einsatzes der Rohrschnellkühlung angehoben. Die Zugfestigkeit steigt tendenziell in ähnlichem Ausmaß. Den Kern der vorliegenden Untersuchung bildeten die Abkühlprozesse nach der Umformung der nahtlosen Stahlrohre, sowie deren reproduzierbare Anwendung im Rohrwalzprozess. Aufbauend auf diversen Kühlversuchen im Streckreduzierwalzwerk wurde eine Rohrschnellkühlanlage konzipiert [6]. Die möglichen Festigkeitssteigerungen mit dieser neuen Technologie sind im Bild 3 dargestellt.

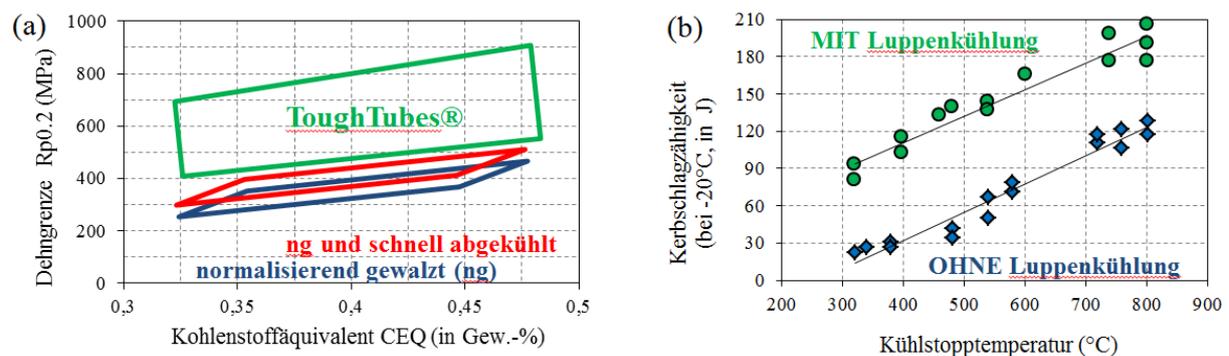


Bild 3: Mechanische Werte hochfester Rohre: (a) 0,2% Dehngrenze und (b) Kerbschlagzähigkeit für unterschiedliche Walzstrategien [4].

2.3 Phasenumwandlung

2.3.1 Gleichgewichtsschaubild

Bei der Analyse der Phasendiagramme werden die Gleichgewichtszustände betrachtet. Diese Zustände sind stabil und sollen sich nicht mit der Zeit ändern. Aber gleichzeitig benötigen alle Gleichgewichtsstrukturen eine gewisse Zeit, um sich zu entwickeln. Diese Annäherung an das Gleichgewicht lässt sich auf einer Zeitskala abbilden. Die einfache Darstellung dieses Konzeptes in Bild 4 zeigt eine Zeitachse senkrecht zur Temperatur-Zusammensetzungs-Ebene eines Phasendiagramms.

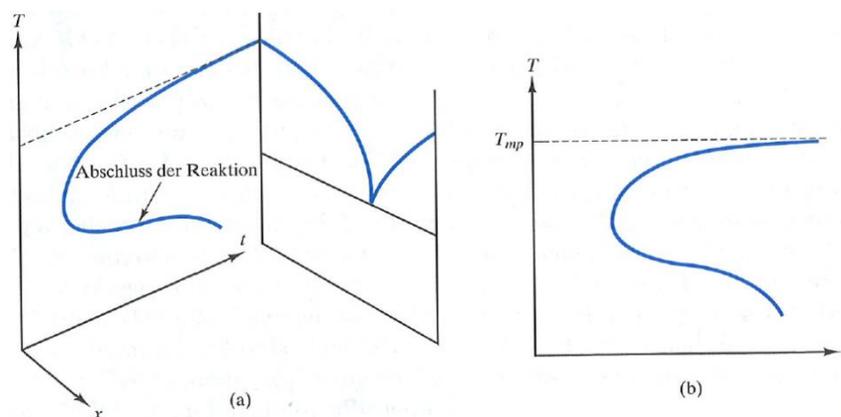


Bild 4: Schematische Darstellung der Annäherung an den Gleichgewichtszustand. (a) Die Zeit ist eine Funktion der Temperatur, (b) Die Temperatur-Zeit-Darstellung mit einer Umwandlungskurve [7].

Der Ausscheidungsprozess findet in zwei Stufen statt. Die erste Stufe ist die *Keimbildung*. Dabei unterscheidet man eine *homogene* und eine *heterogene* Keimbildung. Bei der *homogenen* Keimbildung findet die Nukleation innerhalb eines vollständig homogenen Mediums statt. Der allgemeine Fall ist die *heterogene* Keimbildung, bei der die Nukleation von strukturellen Fehlstellen, wie z.B. von der Grenzfläche zu einem Fremdkörper, ihren Ausgang nimmt. Die Fehlstelle verringert die mit der Bildung der neuen Phase verbundene Oberflächenenergie.

Die neue Phase, die sich bildet weil sie stabiler ist, tritt zunächst in Form kleiner Keime auf. Der Keim ist in der Regel nur einige hundert Atome groß. Prinzipiell müssten diese Keime wachstumsfähig sein. Zur Keimbildung ist aber eine endliche Unterkühlung ΔT erforderlich, die gleichbedeutend mit einer endlichen thermodynamischen Triebkraft ΔG ist. Für die treibende Kraft bei einer Phasenumwandlung ganz generell gilt:

$$\Delta G = \Delta H - T \Delta S \quad (1)$$

Nach gewissen Vereinfachungen ($T = T_U \rightarrow \Delta G = 0$) erhält man:

$$\Delta G = \Delta H - T \frac{\Delta H}{T_U} = \frac{\Delta H(T_U - T)}{T_U} = \frac{\Delta H \Delta T}{T_U} \quad (2)$$

Eine Unterkühlung um ΔT bzw. ein Energiebetrag ΔG_K wird für die Keimbildung benötigt, weil der Keim eine Oberfläche bzw. Grenzfläche gegenüber der Ausgangsphase besitzt und die Bildung von Grenzflächen in kondensierten Phasen stets einen Energieaufwand erfordert. Somit können folgende Überlegungen angestellt werden [8]:

- ✓ Die Bildung von Keimen einer neuen Phase bei einer Umwandlung erfordert den Aufbau von Grenzflächen der Größe A und den entsprechenden Aufwand an Grenzflächenenergie $A \cdot \gamma$ (Größenordnung von Grenzflächenenergien: $\gamma = 0,2 \dots 2 \text{ J/m}^2$)
- ✓ Bei sehr kleinen Keimen mit extrem ungünstigem Verhältnis von Oberfläche A zu Volumen V ist der Aufwand für die Grenzflächenenergie größer als der Gewinn an Volumsenergie (aus der thermodynamischen Potenzialdifferenz). Derartige Keime sind also thermodynamisch instabil. Sie bilden sich nur aufgrund statistischer Fluktuationen – also zufallsmäßig – und bauen sich sehr rasch wieder ab.
- ✓ Da sehr große Keime mit günstigem Verhältnis A/V wachstumsfähig sind, muss es einen Keim kritischer Größe $V_{\text{krit}}, r_{\text{krit}}$ geben. Jeder Keim kritischer Größe, der durch Zufallsprozesse entgegen den Stabilitätstendenzen gebildet wurde, kann durch Anlagerung weiterer Atome unter Energiegewinn stabil weiterwachsen.
- ✓ Der kritische Keim kann umso kleiner sein, je leichter er den Grenzflächenenergieaufwand durch den Volumsenergie-Gewinn kompensiert, d. h. je größer die Unterkühlung unterhalb von T_U ist. Daher ist zu erwarten, dass der kritische Keimradius r_{krit} eine stark abnehmende Funktion der Unterkühlung ist: $r_{\text{krit}} = f(\Delta T)$. Von r_{krit} wiederum hängt ΔG_{krit} ab, der Zusatzaufwand an thermodynamischem Potenzial für die Bildung kritischer Keime.
- ✓ Da die Bildung des kritischen Keims ein Zufallsereignis ist, wird sie umso unwahrscheinlicher sein, je größer ΔG_{krit} ist. Es gilt: Je kleiner die Unterkühlung ΔT , desto kleiner ist die verfügbare Volumsenergie Δg_V und desto größer muss der kritische Keimradius r_{krit} angesetzt werden. Ein größerer kritischer Keimradius verursacht eine größere Energieschwelle ΔG_{krit} und dadurch wird die Keimbildung unwahrscheinlicher und deshalb findet man weniger Keime je Volumseinheit vor.

Geringe Unterkühlung → wenige (große)Keime
Starke Unterkühlung → zahlreiche (kleine)Keime

Diese Überlegungen können mit folgendem Ansatz definiert werden, man geht von kugelförmigen Keimen mit dem Radius r aus:

$$\Delta G = -\left(\frac{4}{3}\pi r^3\right)\Delta g_V + 4\pi r^2\gamma \quad (3)$$

Der negative erste Summand stellt den Gewinn aus der Phasenumwandlung, der zweite den Aufwand für die Grenzfläche dar. Diese Funktion ist in Bild 5 graphisch dargestellt.

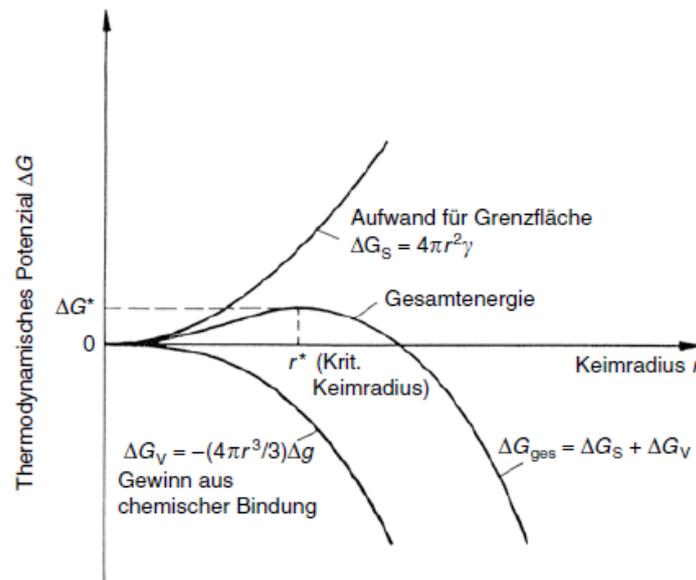


Bild 5: Thermodynamisches Potenzial als Funktion des Kugelradius bei der homogenen Keimbildung [8].

Durch Zufallsereignisse müssen kritische Keime mit dem Radius r^* entstehen, damit Keimbildung möglich ist. Man kann erkennen, dass der Keim stabil ist, wenn sein Radius r größer als der kritische Wert ist.

Die treibende Kraft nimmt mit fallender Temperatur zu, die Rate der Keimbildung steigt steil an. Dieser Anstieg ist aber nicht unendlich. Keimbildung ist ein örtlich begrenzter Diffusionsvorgang und die Keimbildungsgeschwindigkeit lässt sich in der allgemeinen Form mit Hilfe der Arrhenius-Gleichung beschreiben:

$$\ln(\text{Reaktionsgeschwindigkeit}) = \ln C - \frac{Q}{R} \frac{1}{T} \quad (4)$$

Hierbei bezeichnet C eine Konstante, Q die Aktivierungsenergie, R die universelle Gaskonstante und T die absolute Temperatur. In einer halblogarithmischen Darstellung von $\ln(\text{Reaktionsgeschwindigkeit})$ gegen den Kehrwert der absoluten Temperatur ($1/T$) erhält man eine Gerade für die Daten der Reaktionsgeschwindigkeit. Der Anstieg des resultierenden Arrhenius-Diagramms ist $-Q/R$. Die Gesamtkeimbildungsrate spiegelt diese Faktoren wieder (Bild 6).

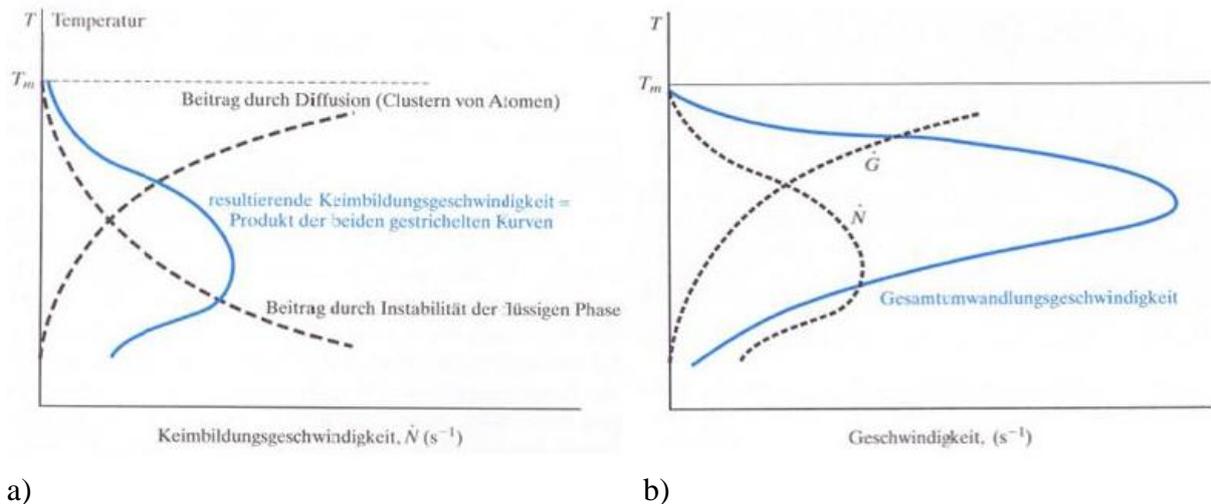


Bild 6: Die Keimbildungsgeschwindigkeit und die resultierende Gesamtumwandlungsgeschwindigkeit [7].

Bild 6 (b) stellt die Keimbildungsgeschwindigkeit \dot{N} und die Wachstumsgeschwindigkeit \dot{G} zusammen dar. Die Gesamtumwandlungsgeschwindigkeit ist als Produkt von beiden Geschwindigkeiten zu sehen. Die Keimbildungs- und Gesamtumwandlungsgeschwindigkeit zeigen das gleiche allgemeine Verhalten.

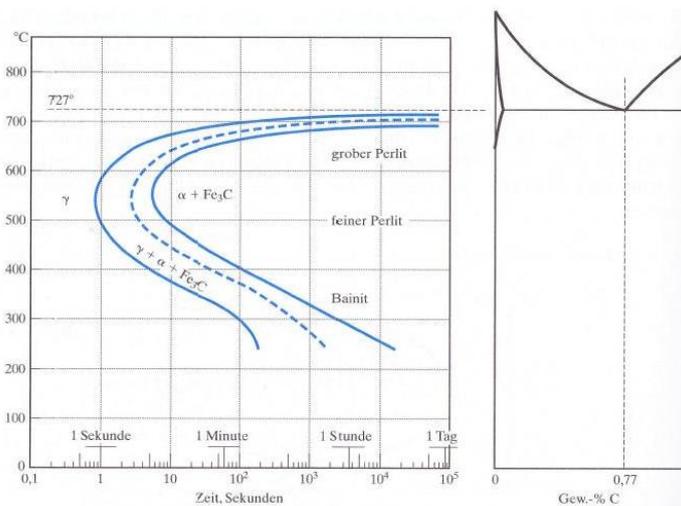


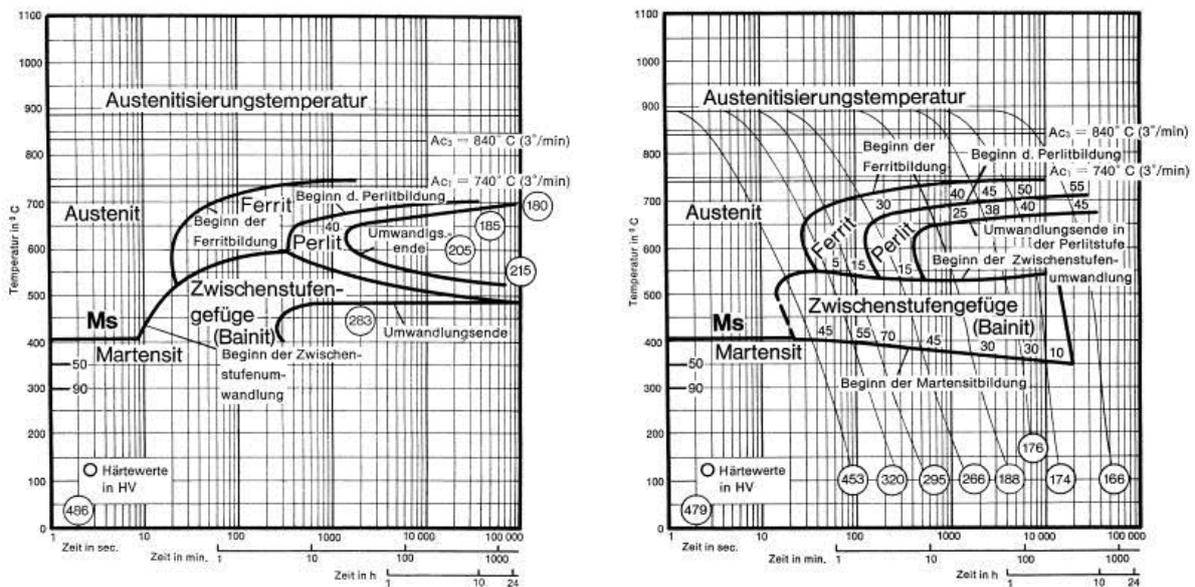
Bild 7: ZTU Diagramm für eutektoiden Stahl, dargestellt in Bezug auf das Fe-Fe₃C-Phasendiagramm [7].

Niedrige Keimbildungsgeschwindigkeiten und hohe Diffusionsgeschwindigkeit nahe der eutektoiden Temperatur führen zu einer relativ groben Struktur. Der bei niedrigen Temperaturen gebildete Perlit ist sehr fein und kann sogar unter der Auflösungsgrenze optischer Mikroskope liegen.

Unterhalb von 400°C wird keine Perlit-Mikrostruktur mehr gebildet (Bild 7). Ferrit und Zementit bilden sich als äußerst feine Nadeln zu einer als *Bainit* bezeichneten Mikrostruktur aus, in der Ferrit und Zementit noch feiner als in feinem Perlit verteilt sind.

2.3.2 ZTU kontinuierlich/isotherm

Das ZTU-Schaubild ist die grafische Darstellung der Umwandlungsvorgänge im Gefüge einer Legierung in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit. ZTU-Diagramme gibt es für isotherme Behandlung (Bild 8a) und kontinuierliche Abkühlung (Bild 8b). Schaubilder für isotherme Behandlung lassen sich für solche Wärmebehandlungen verwenden, die bei konstanter Temperatur durchgeführt werden, während die Diagramme für kontinuierliche Abkühlung zur Beurteilung jener Wärmebehandlungen dienen, die mit einer stetigen Abkühlung, insbesondere Abschreckung, verbunden sind. In Bezug auf das Abschreckhärten gibt das ZTU-Schaubild nur einen approximativen Überblick und nicht ein direktes Maß der Härtebarkeit [9].



a) **Bild 8: ZTU-Diagramm für isotherme Behandlung a) und kontinuierliche Abkühlung b) [9].**

In einem isothermen ZTU-Schaubild wird der Zusammenhang zwischen der Haltetemperatur und der Haltedauer und dem Ablauf der Austenitumwandlung beschrieben. Die auf Austenitierungstemperatur gebrachten Proben werden schnell auf eine bestimmte Temperatur abgeschreckt und anschließend über einen längeren Zeitraum bei dieser Temperatur gehalten. Die Umwandlung des Austenits beginnt erst mit einer gewissen Verzögerung, die von der Temperatur abhängig ist. Diese Verzögerung, Anlaufzeit genannt, nimmt mit zunehmender Unterkühlung zuerst ab und nach Erreichen eines Minimums wieder zu. Die Zeit zwischen dem Umwandlungsanfang und dem Umwandlungsende wird Umwandlungsdauer genannt. Das isotherme ZTU-Schaubild wird entlang der Haltetemperatur gelesen. Die im Diagramm dargestellten Zahlenwerte in den Feldern mit Gefügebezeichnungen geben die %-Anteile der verschiedenen Gefüge wieder. Die Werte am Ende der Abkühlkurven sind die zu erwartende Härte in HV des bei dieser Abkühlung entstandenen Gefüges. Hauptanwendungsgebiet eines isothermen Schaubilds ist die gezielte Umwandlung zu einem bestimmten Gefüge, z.B. bei der Zwischenstufenvergütung [10].

In einem kontinuierlichen ZTU-Schaubild wird der Zusammenhang zwischen der Abkühlungsgeschwindigkeit(-zeit) und dem Ablauf der Austenitumwandlung beschrieben. Die auf Austenitisierungstemperatur gebrachten Proben werden mit unterschiedlichen Geschwindigkeiten abgekühlt. Die Umwandlung des Austenits beginnt erst mit einer gewissen Verzögerung, die von der Abkühlungsgeschwindigkeit abhängig ist. Bei der Umwandlungstemperatur mit der kürzesten Anlaufzeit ist die Geschwindigkeit der Umwandlung am größten. Das kontinuierliche ZTU-Schaubild wird entlang der Abkühlungskurven gelesen. Die im Diagramm dargestellten Zahlenwerte in den Feldern mit Gefügebezeichnungen geben die %-Anteile der verschiedenen Gefüge wieder. Die Werte am Ende der Abkühlkurven sind die zu erwartende Härte in HV des bei dieser Abkühlung entstandenen Gefüges. Den kontinuierlichen Schaubildern kommt in der Praxis eine größere Bedeutung zu als den isothermen Schaubildern, da die meisten Wärmebehandlungen mit einer kontinuierlichen Abkühlung erfolgen [10].

Erklärung zu den Umwandlungspunkten:

$Ac1$ Beginn der Umwandlung $\alpha \rightarrow \gamma$	Haltepunkte auf der Erhitzungskurve (c = <i>chauffage</i> - Aufwärmen)
$Ac3$ Ende der Umwandlung $\alpha \rightarrow \gamma$	
$Ar3$ Beginn der Umwandlung $\gamma \rightarrow \alpha$	Haltepunkte auf der Abkühlungskurve (r = <i>refroidissement</i> - Abkühlen)
$Ar1$ Ende der Umwandlung $\gamma \rightarrow \alpha$	

Für jede Stahlsorte werden eigene ZTU-Schaubilder erstellt, da auch schon kleinere Unterschiede in der Austenitisierungstemperatur, sowie in der chemischen Zusammensetzung, die Gefügeumwandlung und die zu erreichende Härte beeinflussen.

2.4 Experimentelle Ermittlung der Phasenumwandlungspunkte

Die experimentelle Ermittlung der Phasenumwandlung erfolgt durch Messung der Längenänderung ΔL [μm] über die Temperatur T [$^{\circ}\text{C}$] und ergibt eine sogenannte Dilatometerkurve. Wie in Bild 9a ersichtlich, ergibt sich der Abstand der Atome in einem Kristallgitter (l_0) aus dem Gleichgewicht von abstoßenden (F_{ab}) und anziehenden (F_{zu}) Kräften. Der Gleichgewichtszustand entspricht einem Energieminimum (Q_{min}). Um eine Änderung von l_0 zu bewirken, bedarf es stets einer Energiezufuhr. Wird einem Material Energie in Form von Wärme zugeführt, führt dies zu einer Vergrößerung des Atomabstandes und damit zu einer Ausdehnung des Körpers. Diese thermische Ausdehnung wird durch den Ausdehnungskoeffizienten (CTE) charakterisiert. Grundsätzlich unterscheidet man zwischen dem thermischen Längenausdehnungskoeffizienten α und dem thermischen Raumausdehnungskoeffizienten γ [11]. Für die vorliegende Untersuchung ist der lineare Ausdehnungskoeffizient α von größerer Relevanz. In der Literatur findet man unterschiedliche Ansätze zur Berechnung von α . Wobei α_m den mittleren CTE für ein bestimmtes Temperaturintervall ΔT beschreibt. Die Längenänderung ΔL bezieht sich auf die Ausgangslänge L_0 . Hingegen beschreibt α_t den physikalischen (differentiellen) CTE bei einer bestimmten Temperatur (Bild 9b) [12].

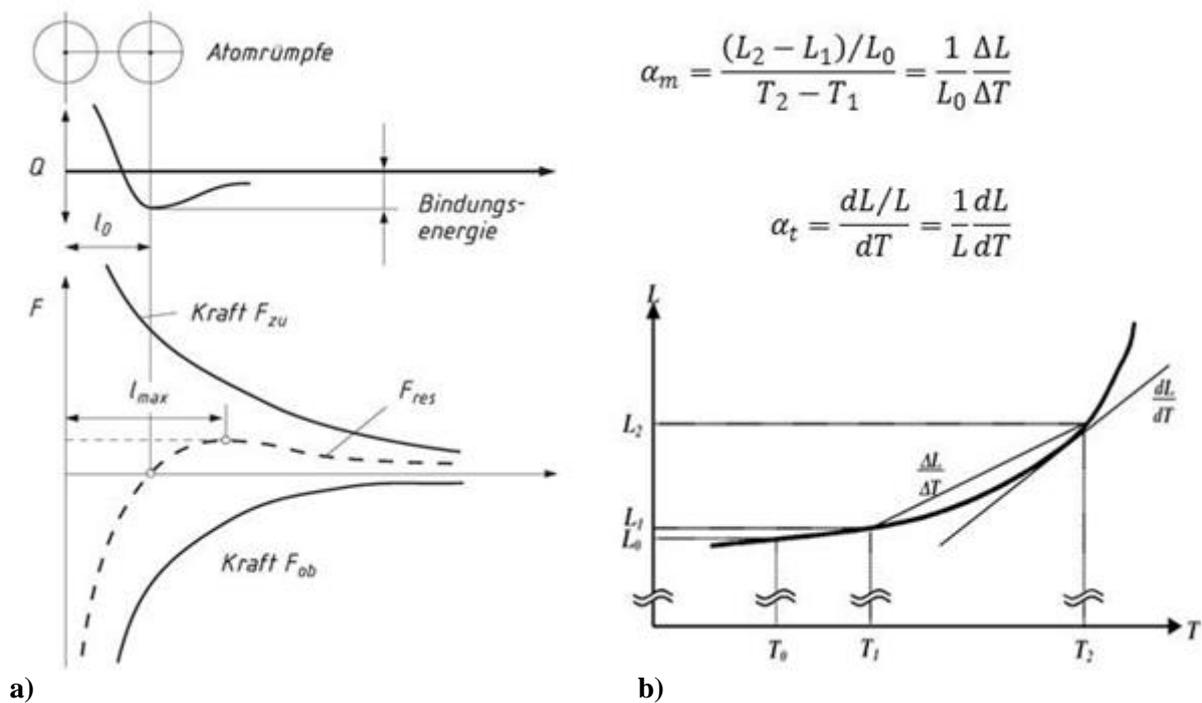


Bild 9: a) Bindungsenergie Q und Kräfte F zwischen den Atomen des Kristallgitters, b) mittlerer Ausdehnungskoeffizient α_m und differentieller linearer Ausdehnungskoeffizient α_t [12].

Die Erwärmung von Eisen auf 911°C (Ac_3) führt zur Phasenumwandlung ($\alpha \rightarrow \gamma$) – zu einer Gittermodifikation und dadurch zu einer Änderung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten: $CTE_{\text{Ferrit}} < CTE_{\text{Austenit}}$ (Bild 10a). Der Phasenübergang $\alpha \rightarrow \gamma$ ist mit einer Volumenkontraktion und folglich mit einem Längenabfall verbunden. Diese Volumenänderung ist auf die geringere Packungsdichte des kubisch raumzentrierten α -Eisen gegenüber dem kubisch flächenzentrierten γ -Eisen zurückzuführen (Bild 10b). Diese kann mittels Dilatometer detektiert werden.

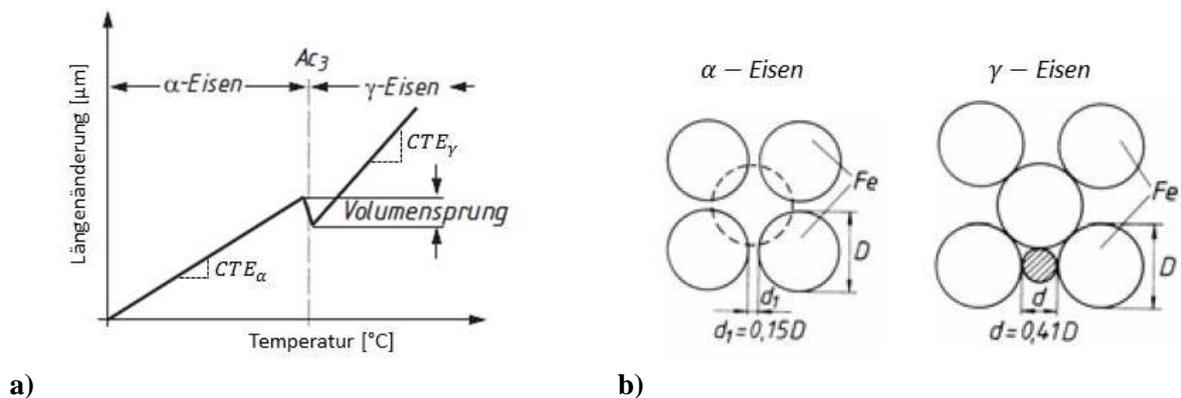


Bild 10: a) Dilatometerkurve, Längenänderung einer Eisenprobe bei Erwärmung b) Packungsdichte: α -Eisen $<$ γ -Eisen [11].

Eine bewährte Methode zur Bestimmung der Start- und Endpunkte einer Gefügeumwandlung ist die Tangentenmethode. Dabei werden gerade Linien (Tangenten) auf die Aufheiz- bzw.

Abkühlkurve gelegt. Punkte, an denen die Tangente die Messkurve verlässt, stellen eine Umwandlungstemperatur dar. Bild 11a zeigt die Ermittlung der Ferrit-Start-Temperatur (A_{r3}) und der Bainit-Start-Temperatur (A_{r2}) mittels dieser Methode. In Bild 11b kommt es aufgrund der hohen Abkühlgeschwindigkeit von 150°C/s zur Martensitumwandlung.

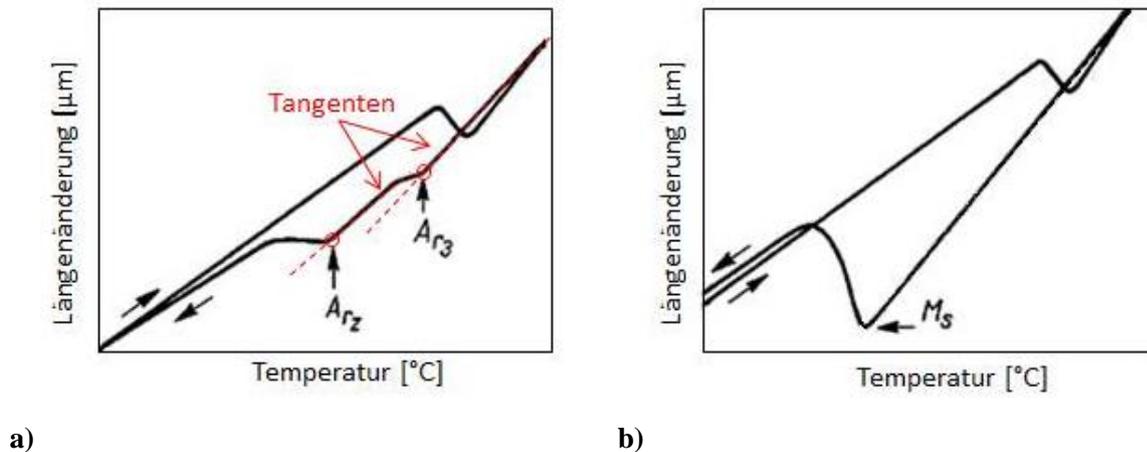


Bild 11: Dilatometerkurve des Stahls 24CrMoV5,5 für unterschiedliche Kühlraten(CR): a) CR = $0,5^\circ\text{C/s}$ b) CR = 150°C/s [13].

2.5 Einfluss der chemischen Zusammensetzung

Das Beimengen von Legierungselementen in Verbindung mit der eingesetzten Technologie verändert die thermodynamische Stabilität der Phasen und die Kinetik der Phasenumwandlung. Die freie Enthalpie (das thermodynamische Potenzial) G eines stofflichen Systems charakterisiert seine Stabilität gegenüber spontanen Umwandlungen. Der Tiefstwert von G entspricht dem Gleichgewichtszustand. In allen anderen Zuständen ist das System bestrebt, sich durch atomare Umlagerungen so zu ändern, dass es dem Gleichgewichtszustand näher kommt, wobei G in abgeschlossenen Systemen ständig abnimmt.

Zur Ermittlung des Zeitbedarfs bzw. der Geschwindigkeit solcher Umwandlungen dient als eine Art Grundformel der Kinetik die angegebene Beziehung:

$$\text{Umwandlungsgeschwindigkeit} = \text{Treibkraft} \times \text{Mobilität des Systems}$$

Hier ist die Treibkraft der Gewinn ΔG zwischen dem Ausgangs- und dem Gleichgewichtszustand und die Mobilität des Systems ist insbesondere die Beweglichkeit der atomaren Bausteine, deren Umlagerung den neuen Zustand ermöglicht. Die Legierungselemente nehmen einen Einfluss auf die Phasenbildung und können als Mischkristallhärter wirken.

Kohlenstoff beeinflusst alle Umwandlungen und Gefügeausbildungen und die damit verbundenen mechanischen Eigenschaften. Kohlenstoff stabilisiert den Austenit und nimmt somit Einfluss auf die Ausbildung von Bainit und Martensit.

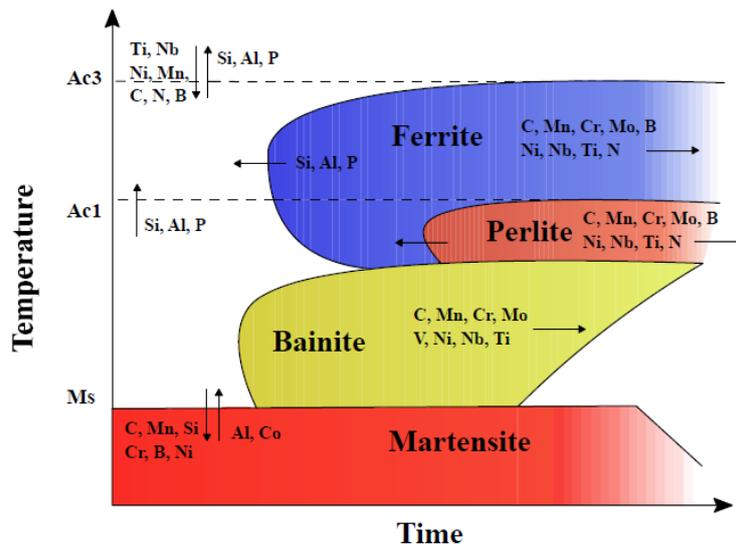


Bild 12: Einfluss der Legierungselemente auf das Umwandlungsverhalten bei Stählen [14].

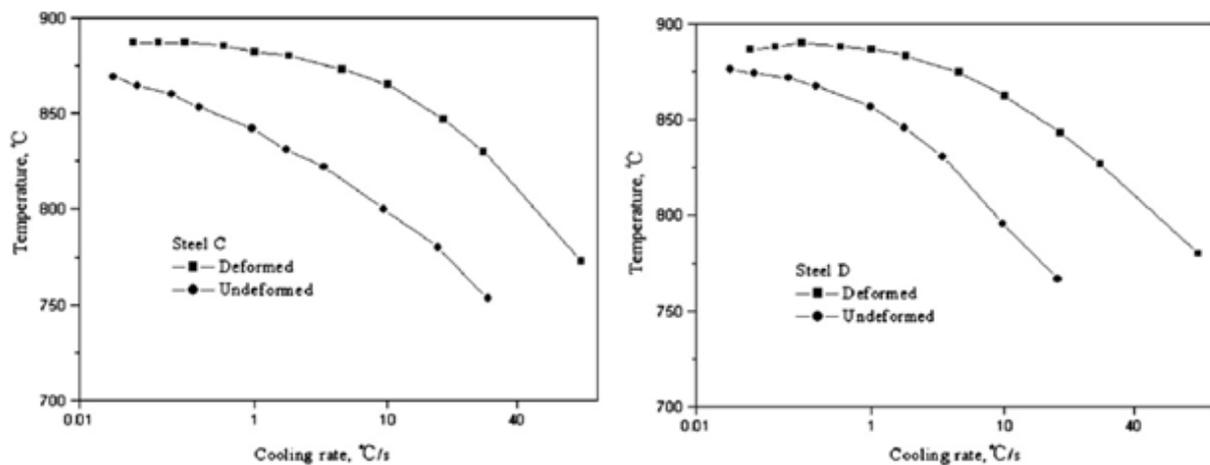
Bei der Beurteilung der Wirkung von Legierungselementen auf Eisen bzw. auf Stähle muss man zwei große Gruppen von Legierungselementen unterscheiden. Die erste Gruppe (Ni, C, Co, Mn, N) von Legierungselementen wird Austenitbildner genannt. Es entstehen Zustandschaubilder mit erweitertem γ -Bereich. Ab einem bestimmten Legierungsgehalt weisen Stähle dieser Gruppe von der Schmelz- bis zur Raumtemperatur austenitisches Gefüge auf. Sie sind umwandlungsfrei. Die zweite Gruppe (Cr, Al, Ti, Ta, Si, Mo, V) von Legierungselementen wird Ferritbildner genannt. Der γ -Bereich wird verengt bzw. abgeschnürt. Auch hier bilden sich ab einem bestimmten Legierungsgehalt bei allen Temperaturen nur noch ferritische Gefüge. Klarner [4] und Buchmayer [15] geben eine ausreichende Übersicht über mittels multipler Regressionsrechnung bestimmte Formeln für die Bestimmung der Umwandlungstemperaturen von unlegierten und niedriglegierten Stählen als Funktion der chemischen Zusammensetzung. Eine zusätzliche Erläuterung wird von Yang [16] für die Berechnung der Martensitstarttemperatur am Beispiel von 328 Stählen gegeben. Die an der Creusot Laboratory erreichten Ergebnisse charakterisieren die Wirkung der chemischen Zusammensetzung und der Austenitisierungsbedingungen auf den Ablauf des ZTU-Diagramms von kohlenstoffarmen Stählen [17].

Ochi et.al [18] haben durch multiple Regression von 173 mikrolegierten Stählen für einen sehr großen Bereich der Stahlzusammensetzung die $\gamma \rightarrow \alpha$ -Umwandlungstemperatur nach einer temperaturkontrollierten Umformung untersucht. Die Gleichung unten beschreibt die Umwandlungstemperatur A_{r3} als Funktion der statistisch signifikanten Legierungselemente. Der Zusammenhang wurde für eine Blechdicke von 8 mm ermittelt. Für die Dickenabhängigkeit wurde ein Gradient von $0.35^\circ\text{C}/\text{mm}$ errechnet. Daraus ergibt sich auch der Korrekturterm für die Berechnung von A_{r3} abhängig von der Blechdicke t [mm] respektive der Rohrwanddicke für das hier vorliegende Prozessmodell [4].

$$A_{r3} [^\circ\text{C}] = 910 - 310C - 80Mn - 20Cu - 15Cr - 55Ni - 80Mo + 0.35(t - 8) \quad (5)$$

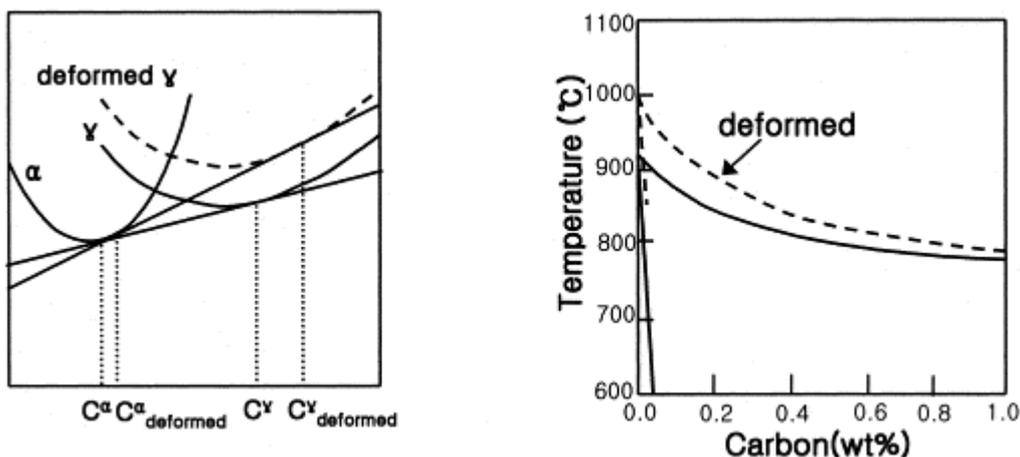
2.6 Einfluss der Umformung

Bei der heutzutage eingesetzten modernen Technologie des Warmwalzens von Stahlprodukten kann man die Phasenumwandlung gezielt mit mehreren Parametern einstellen. Die wichtigsten Parameter sind dabei die Ausgangskorngröße von Austenit vor der Umformung und wie groß die Umformung ist bzw. wie sie eingebracht wurde. Bei den Untersuchungen nimmt man entweder die mit einem gewissen Produktionsprozess verbundene Deformation [19], [20], [21] oder einen höheren Wert um den Einfluss stärker auszuprägen und deutlich zu beschreiben [22], [23]. Die durchgeführten Untersuchungen in [24] charakterisieren die allgemeine Tendenz: die eingebrachte Umformung verursacht eine frühere Phasenumwandlung. Die zeitliche Verschiebung ist von der gegebenen chemischen Zusammensetzung und der Größe der Umformung abhängig.



a) b)
Bild 13: a) Einfluss der Umformung auf die Verschiebung Ar₃-Temperatur in C-Mn Stahl ohne, und b) mit Nb-Mikrolegierung [24].

Eine schematische Darstellung in Bild 14 erklärt die Entstehung des „umforminduzierten Ferrits“ (Deformation Induced Ferrite transformation) als die Änderung der freien Enthalpie.



a) b)
Bild 14: (a) Schematische Darstellung der Änderung der freien Energie Kurve verformt Austenit, (b) Fe-C-Diagramm, Änderung der Umwandlungstemperatur durch Verformung [14].

2.7 Einfluss der Korngröße

Ein anderer wichtiger Parameter ist die Austenitkorngröße. Die Korngröße charakterisiert die Korngrenzfläche und die potenzielle Anzahl von Keimstellen für die Umwandlung. Wie aus Bild 15 erkennbar ist, verschiebt sich die Umwandlung mit steigender Austenitisierungstemperatur zu späteren Zeiten und niedrigeren Temperaturen. Dies kann durch den größeren mittleren Korndurchmesser und den damit geringeren Anteil der vorhandenen Korngrenzfläche erklärt werden.

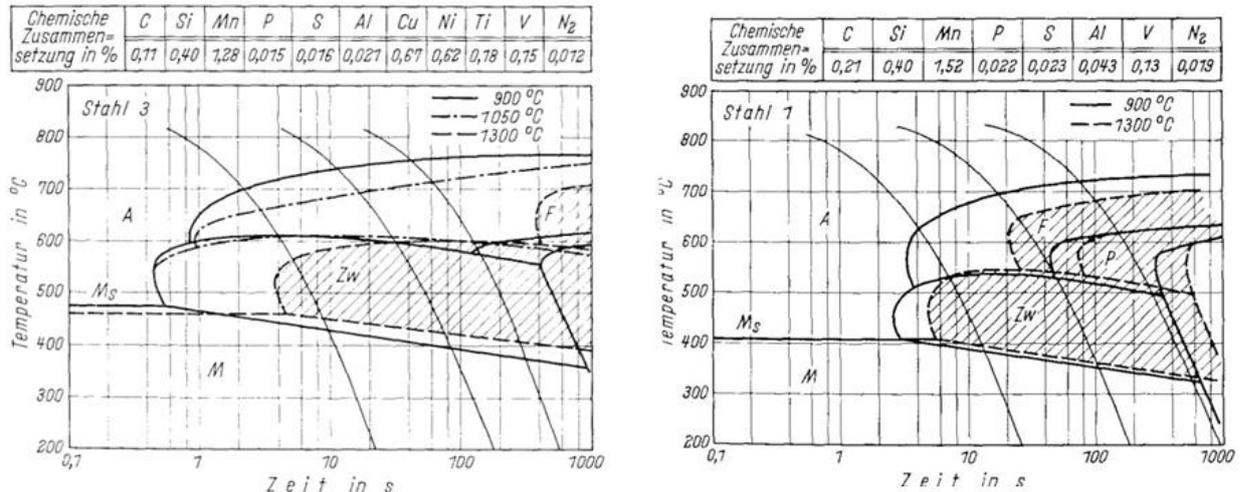


Bild 15: Einfluss der Austenitisierungstemperatur und daraus resultierender Korngröße auf das Umwandlungsverhalten [25].

2.8 Einfluss einer beschleunigten Abkühlung

Eine beschleunigte Abkühlung nach dem SRW ermöglicht es den verformten Austenit auf ein optimales Unterkühlungsmaß zu bringen, das mit einer maximalen Ferritkeimbildung verbunden ist. Eine zunehmende Unterkühlung bewirkt eine Abnahme der Bildungsenergie eines überkritischen Keimes und somit erhöht sich die Keimbildungsrate. Die gesamte Keimbildungsrate wird von der Kohlenstoff- bzw. Grenzflächendiffusion substitutionell gelöster Elemente wie z.B. Mangan [26] beeinflusst, dadurch gibt es für jeden Ausgangszustand ein Unterkühlungsoptimum.

Wird die Austenit-Konditionierung im rekristallisationsgesteuerten Modus durchgeführt, so bringt eine beschleunigte Abkühlung praktisch keine Erhöhung der Keimbildungsrate, obwohl die Keimbildungsenergie reduziert wird. Der dabei entscheidende Mechanismus ist die Anreicherung des während der ablaufenden Ferritreaktion verbleibenden Austenits mit Kohlenstoff und Stickstoff, aber auch mit substitutionell gelösten Elementen, die den Austenit so stabilisieren, dass dieser sich bei tieferen Temperaturen in Bainit oder Martensit umwandelt [27].

2.9 Modelle zur Bestimmung der Phasenumwandlungspunkte

Die experimentelle Ermittlung der Phasenumwandlungs-Temperaturen mittels Dilatometerversuchen ist sowohl zeit- als auch kostenaufwendig. Diesbezüglich gibt es seit jeher ein großes Bestreben, Modelle zu entwickeln, mit denen man diese Temperaturen berechnen kann. Die Ermittlung der A_c - und A_r -Temperaturen geschieht in den meisten Fällen unter Anwendung linearer Regression aus einer Vielzahl vorab gemessener Haltetemperaturen von Stählen ähnlicher chemischer Zusammensetzung. In der Literatur findet man zahlreiche Formeln zur Ermittlung dieser Temperaturen [28]. Die Gleichungen nach H.P. Hougardy und J. Trzaska dienen zur Berechnung der A_c -Temperaturen von untereutektoiden niedriglegierten Stählen. Der Anteil der einzelnen Legierungsbestandteile ist in Gewichtsprozent einzugeben:

Gleichungen nach H.P. Hougardy [29]

$$Ac_1[^\circ C] = 739 - 22C - 7Mn - 13Ni + 14Cr + 13Mo + 2Si + 20V \quad (6)$$

$$Ac_3[^\circ C] = 902 - 255C - 11Mn - 5Cr - 20Ni + 13Mo + 60Si + 55V \quad (7)$$

Gleichungen nach J. Trzaska und L. A. Dobrzański [30]

$$Ac_1[^\circ C] = 739,3 - 22,8C - 6,8Mn - 15Ni + 11,7Cr + 6,4Mo + 18,2Si + 5V - 28Cu \quad (8)$$

$$Ac_3[^\circ C] = 937,3 - 222,5C^{0,5} - 17Mn - 14Ni - 5Cr + 21,6Mo + 34Si + 41,8V - 20Cu \quad (9)$$

B. Pawlowski [31] modifiziert die oben erwähnten empirischen Gleichungen zur Bestimmung der Ac_{1f} -Temperatur (Ende der Perlit Auflösung) unter Anwendung der neuronalen-Netzwerk-Methode für die chemischen Zusammensetzungen aus Tabelle 1.

Tabelle 1: Die Rahmen der chemischen Zusammensetzungen für die Berechnung von Ac_{1f} .

Chemische Zusammensetzung (in Gwt.%)										
	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	V	W	Cu	As
min.	0,06	0,12	0,07	0,01	0	0	0	0	0	0
max.	0,75	2,94	1,21	2,04	2,52	0,68	0,77	0,04	0,25	0,02

Modifizierte Gleichung von [29] nach B. Pawlowski [31]:

$$Ac_{1f}[^\circ C] = 752,7 + 30,7Si - 2Mn + 24,6Cr - 42,1Mo - 9,6Ni \quad (10)$$

Modifizierte Gleichung von [30] nach B. Pawlowski [31]:

$$Ac_{1f}[^\circ C] = 752,7 - 11,2C - 3,2Mn + 33,2Si + 25,9Cr - 13,4Ni - 36,8Mo - 9,9V + 39,9Cu \quad (11)$$

Zur Berechnung der Ferrit-Start-Temperatur $Ar_3[^\circ C]$ während des kontinuierlichen Kühlens bedarf es Modelle, welche neben der chemischen Zusammensetzung zusätzlich die Auswirkungen der Austenitesierungsbedingungen sowie der Kühlrate $CR [^\circ C/s]$ auf die Phasenumwandlung berücksichtigen. Solche Modelle werden mittels multiplen linearen Regression

durch Anwendung der neuronalen-Netzwerk-Methode von A. A. dos Santos und R. Barbosa erstellt [32].

Im Modell fließen die Austenitisierungsbedingungen durch die mittlere Austenitkorngröße d_γ (in ASTM) in die Berechnung ein. Die ASTM-Zahl N in μm wird nach Gleichung (13) umgerechnet. In Tabelle 2 ist der Analysebereich der untersuchten Stähle ersichtlich.

$$Ar_3[^\circ\text{C}] = 877.4 - 512C - 40.9Mn + 23.1Si + 567.1C^2 - 199.5CMn + 265.8CSi + 4.15N - 1.03CR^{0.5} - 11.3 \ln(CR) \quad (12)$$

$$\text{mit } N = -2\ln(2 * 10^{-4} * d_\gamma / \ln(2)) \quad (13)$$

Tabelle 2: Die Rahmen der chemischen Zusammensetzungen für die Berechnung von Ar_3 .

Chemische Zusammensetzung (in Gwt.%)										
	C	Mn	Si	Al	Ti	Mo	V	P	S	N
min.	0,04	0,4	0,03	0,025	0	0	0	0,002	0,0024	0,0039
max.	0,15	1,53	1,2	0,040	0,011	0,03	0,045	0,017	0,0100	0,0079

Im Model nach J. Trzaska und L. A. Dobrzański [30] werden die Austenitisierungsbedingungen durch die Austenitisierungstemperatur T_A berücksichtigt. In Tabelle 3 ist der Analysebereich der untersuchten Stähle ersichtlich:

$$Ar_3[^\circ\text{C}] = 968.7 - 254C - 71Mn + 27.6Si - 30Cr - 44Ni - 54Mo + 95.8V - 0.02T_A - 62.8CR^{0.25} \quad (14)$$

Tabelle 3: Die Rahmen der chemischen Zusammensetzungen für die Berechnung von Ar_3 .

Chemische Zusammensetzung (in Gwt.%)								
	C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	V	Cu
min.	0,11	0,2	0,14	0	0	0	0	0
max.	0,77	1,53	1,37	1,54	1,72	0,72	0,31	0,26

A. A. dos Santos und R. Barbosa berechnen die Ferrit-Start-Temperatur $Ar_3[^\circ\text{C}]$ unter Einwirkung der Verformungsgrad φ während der Kühlung [32]. $Ar_3[^\circ\text{C}]$ wird ausgehend von der Gleichgewichts-Transformations-Temperatur Ae_3 , unter Einbeziehung der Kühlrate CR, des Umformgrads φ und der mittleren Austenitkorngröße d_γ , in μm berechnet. Der angegebene Umformgrad bezieht sich auf Verformungen unterhalb der Rekristallisationstemperatur (T_{nr}).

$$Ar_3[^\circ\text{C}] = Ae_3 - 22,2405 CR^{0,1677} \varphi^{-0,1027} d_\gamma^{0,3103} \quad (15)$$

3 Experimentelle Untersuchungen

3.1 Versuchswerkstoffe

Innerhalb der durchgeführten Diplomarbeit wurden die Werkstoffe RN22VNB und RN9FL untersucht. Sie gehören zur Gruppe der niedriglegierten C-Mn Stähle und unterscheiden sich entsprechend ihres Kohlenstoffanteils: 0,2 (Gwt.%) bzw. 0,085 (Gwt.%). RN9FL beinhaltet zusätzlich eine Mikrolegierung mit Titan. Beide Werkstoffe sind demnach untereutektoide Stähle. Die chemischen Zusammensetzungen sind in der Tabelle 4 aufgelistet.

Tabelle 4: Chemische Zusammensetzungen der Werkstoffe RN9FL und RN22VNB (in Gwt.%).

Chemische Zusammensetzung in Gwt%										
	C	Si	Mn	Al	Ti	Mo	V	N	Nb	Cu
<i>Werkstoff: RN9FL</i>										
min.	0,07	0,30	1,50	0,025	0,010	0	0,045	0	0,030	0
max.	0,09	0,35	1,60	0,040	0,015	0,03	0,050	0,006	0,035	0,046
<i>Werkstoff: RN22VNB</i>										
min.	0,18	0,38	1,45	0,025	0	0	0,08	0,007	0,03	0
max.	0,22	0,53	1,58	0,050	0	0,05	0,12	0,012	0,05	0,071

3.2 Simulation der Produktionsbedingungen

Die untersuchten Werkstoffe werden in der aktuellen Produktion von nahtlosen Rohren eingesetzt. Der Temperatur-Zeit-Verlauf am Beispiel von einem hergestellten Produkt über die Produktionskette ist im Bild 16 dargestellt. In dieser Arbeit wird der letzte Teilprozess im Streckreduzierwalzwerk inklusive nachfolgender Kühlung untersucht.

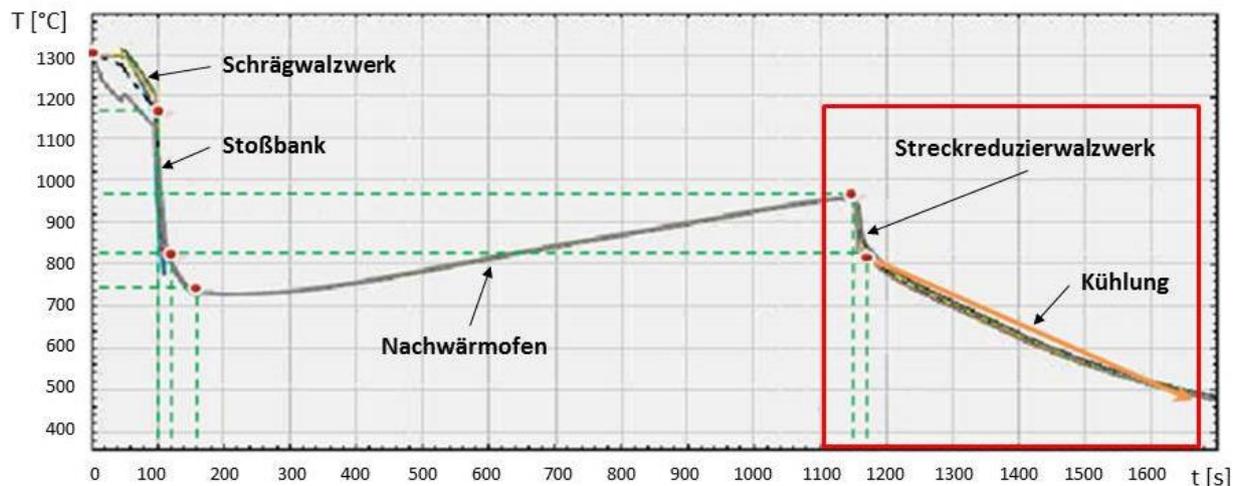


Bild 16: Temperatur-Zeit-Verlauf über die Produktionskette [4].

Die Rohrlupe verlässt den Nachwärmofen (NWO) mit einer Temperatur von 960°C. Auf dem Weg zum Streckreduzierwalzwerk (SRW) kühlt sie auf 940°C ab. Dort wird die Rohrlupe in aufeinander folgenden Walzgerüsten auf die endgültige Form gewalzt und verlässt das SRW mit einer Temperatur von 800°C. Anschließend wird sie auf der Kühlstrecke mit definierter Geschwindigkeit abgekühlt. Die prozessrelevante Kühlrate liegt um die 60°C/s. Der mehrstufige Walzvorgang erfolgt demnach in einem Temperaturbereich zwischen 940 und 800°C (Bild 17). Die genaue Anzahl der Umformstufen im SRW ist von der Dimension des zu produzierenden Rohres abhängig und kann über 20 Umformstufen beinhalten.

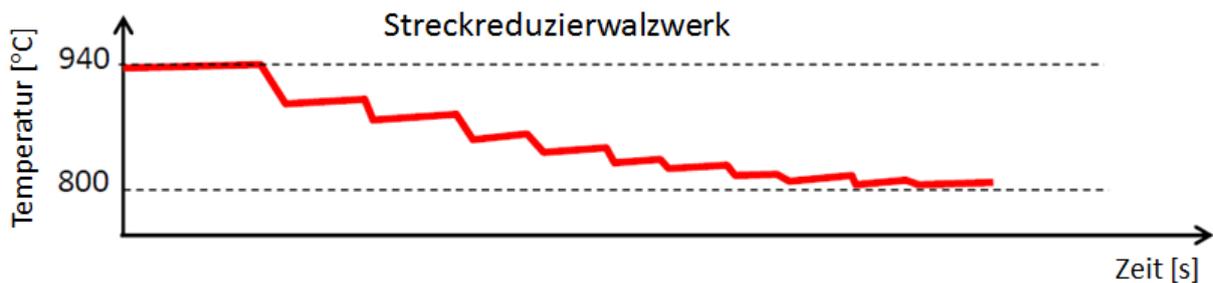


Bild 17: Schematische Darstellung des mehrstufigen Walzvorganges im SRW.

Die Umsetzung des im Bild 17 dargestellten Walzprozesses wurde unter Laborbedingungen in einer vereinfachten Form durchgeführt. Die Umformung im SRW wurde am Dilatometer durch einen dreistufigen Deformationsprozess ersetzt und die sich daraus ergebenden Deformationstemperaturen (T_D) liegen bei 940, 870 und 800°C. Der Variationsbereich der zu untersuchenden Prozessparameter ist in Tabelle 5 aufgelistet.

Tabelle 5: Prozessparameter für die Simulation des SRW am Dilatometer.

	Prozessparameter	Werte		
Werkstoff			RN22VNb	RN9FL
Austenitisierungsbedingungen	T_A		960°C	960°C 1060°C 1160°C
Deformationsbedingungen	φ bei variabler T_D	T_D von 940°C bis 800°C	$\varphi = 0,3$	$\varphi = 1$
	φ bei konst. T_D	$T_D = 940^\circ\text{C}$	$\varphi_1 = 0,2$	$\varphi_1 = 0,33$
		$T_D = 870^\circ\text{C}$	$\varphi_2 = 0,2$	$\varphi_2 = 0,33$
		$T_D = 800^\circ\text{C}$	$\varphi_3 = 0,2$	$\varphi_3 = 0,33$
Abkühlbedingungen	\dot{T}		1°C/s bis 100°C/s	

3.3 Dilatometrie

3.3.1 Versuchsablauf

Die dilatometrischen Untersuchungen beider Werkstoffe wurden am DIL805A/D der Firma Bähr durchgeführt. Die Geometrie der untersuchten Proben aus den Werkstoffen RN9FL und RN22VNb sind im Bild 18a) und b) dargestellt.

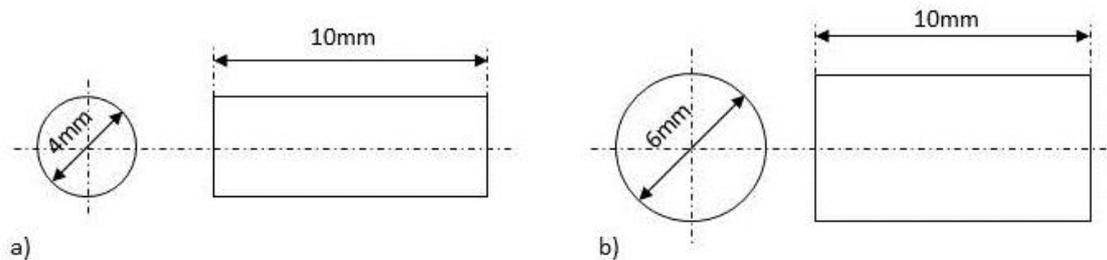


Bild 18: Abmessungen und Geometrie der Dilatometerproben a) RN9VNb, b) RN22VNb.

Zu Beginn wurden die Abmessungen der zylindrischen Probe mittels Messschieber bestimmt. Danach wurde mittels Punktschweißgerät das Thermoelement des Typs S an der Probe angeschweißt. Um die exakte Positionierung des Thermopaars zu gewährleisten, wurden die Drähte vorab in einer Vorrichtung eingeklemmt (Bild 19). Anschließend wurde unter Verwendung einer Nickelpaste ein jeweils 2µm dickes Molybdänblättchen an den Probenrändern angebracht. Neben der Verringerung des Wärmeflusses in Richtung Probenhalterungen bewirkten die Blättchen auch eine Reduzierung des Reibungsbeiwertes bei den durchgeführten Stauchversuchen und führten zu einer geringeren Bauchung der Probe. Anschließend wurde die Probe zwischen den Probehalterungen eingespannt und das Thermoelement an die vorgesehene Schnittstelle am Dilatometer angesteckt. Schlussendlich wurde das umzusetzende Temperaturprofil am Rechner aufgerufen und der Versuch durchgeführt.

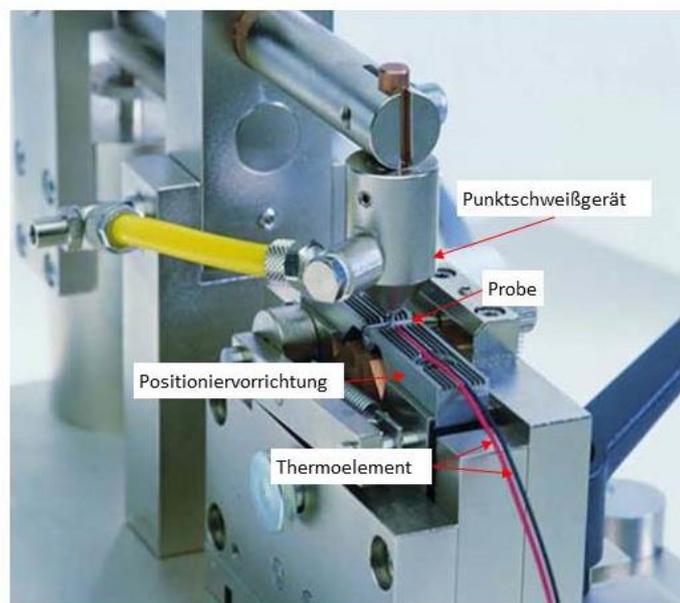


Bild 19: Punktschweißgerät mit Positioniervorrichtung.

DIL 805A/D Dilatometer

Das DIL 805A/D Dilatometer kann optional als Abschreck- (Bild 20) oder Umformdilatometer (Bild 21) verwendet werden. In beiden Konfigurationen erfolgt die Temperaturmessung mittels Thermoelementen (1). Grundsätzlich wird von der Firma Bähr der Typ S (Pt10%Rh-Pt) mit einem Temperaturbereich von 0°C bis 1500°C als Standardthermopaar empfohlen. Es können bis zu drei Thermoelemente (jeweils vom gleichen Typ) für die Messung verwendet werden. Das Regelthermoelement wird vorzugsweise in der Probenmitte angebracht. Die beiden anderen dienen zur Temperaturmessung an den Probenrändern. Die Probe wird mittels einer zweischichtigen Induktionsspule (2) erwärmt. Die innere Spule fungiert als Gasabschreckung. Die axiale Längenänderungsmessung (3) erfolgt mittels eines Differentialtransformator-Tauchkern-Systems (LVDT).

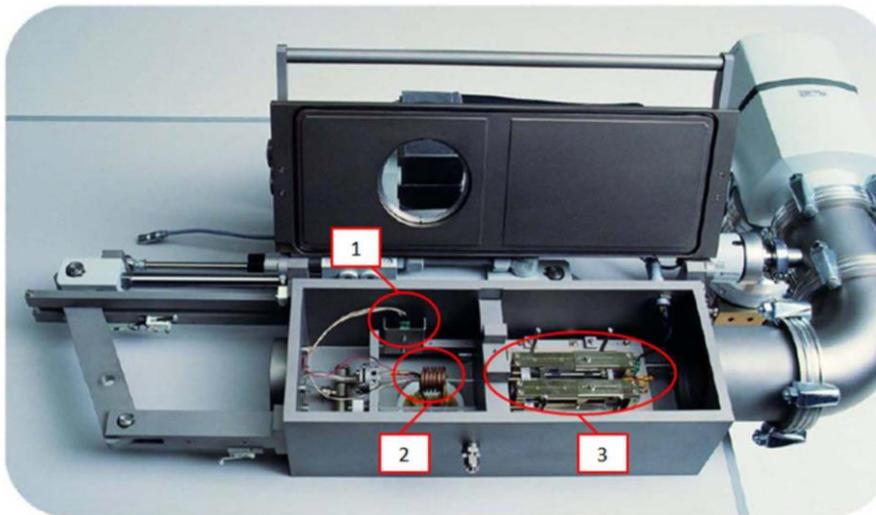


Bild 20: DIL 805A/D, Konfiguration Abschreckdilatometer 1) Temperaturmessung, 2) Induktive Heizspirale, 3) Längenänderungsmessung (LVDT).

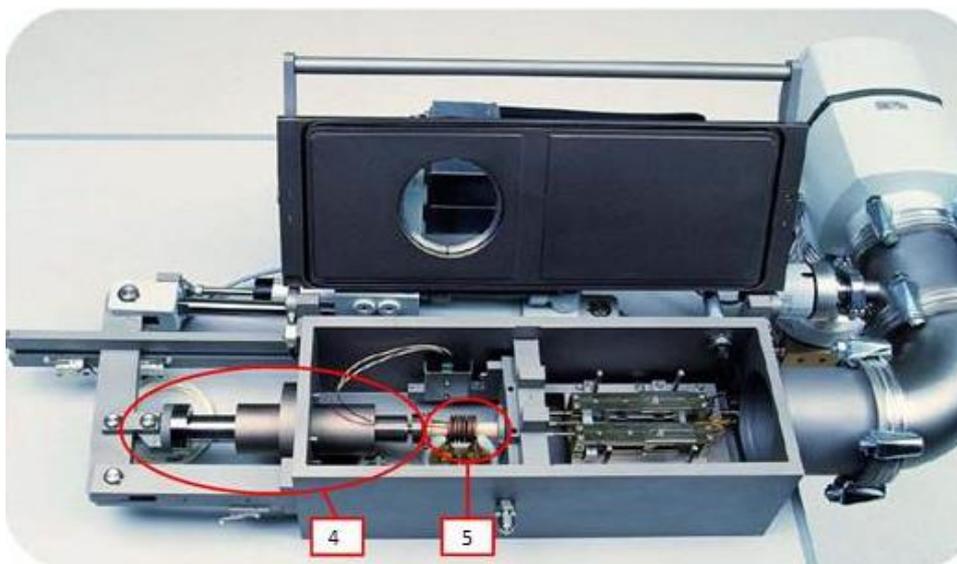


Bild 21: DIL 805A/D, Konfiguration Umformdilatometer 4) Kraftsensor, 5) Deformationsstempel und Heizspirale.

Für die Durchführung der Stauchversuche wurde die Anlage auf die Konfiguration Umformdilatometer umgebaut. Mittels der Deformationseinheit, bestehend aus Kraftsensor (4) und Deformationsstempeln (5), kann eine maximale Verformungskraft von 25kN auf die Probe aufgebracht werden. Diese Maximalkraft kann nur unter Verwendung von Saphir-Probenhalterungen (Si_2N_4) erreicht werden. Verwendet man Aluminiumoxid-Stempel (Al_2O_3) reduziert sie sich auf 14kN, mit Quarz-Stempeln (SiO_2) sogar auf 6kN [33].

Die Abschätzung der maximal entstehenden Umformkraft F erfolgte nach dem Ansatz $F = A \cdot k_f$. Dabei bezieht sich die Fläche A auf die im Bild 22c dargestellte Kontaktfläche A_2 . Wie im Bild 22c ersichtlich, führt der Einfluss des Reibungskoeffizienten μ zwischen Probe und Deformationsstempel zu einer Reduzierung der Kontaktfläche ($A_2 < A_1$) und damit zu einer tonnenförmigen Ausbauchung der Probe. Die Ermittlung von A_2 ist nur unter genauer Kenntnis der tribologischen Bedingungen während der Warmumformung möglich. Diesbezüglich wurde anstatt der Fläche A_2 ($\mu > 0$) die Fläche A_1 ($\mu = 0$) zur Berechnung der maximalen Umformkraft herangezogen. Die Probenhöhe h_1 wurde aus der Ausgangshöhe h_0 und dem maximal umzusetzenden Umformgrad φ ermittelt ($h_1 = h_0/e^\varphi$). Unter Anwendung der während der Deformation geltenden Volumenkonstanz ($V = A_0 \cdot h_0 = A_1 \cdot h_1 = \text{konst.}$) konnte die im Bild 22b dargestellte Fläche A_1 der idealisierten Stauchung ($\mu = 0$) ermittelt werden [34].

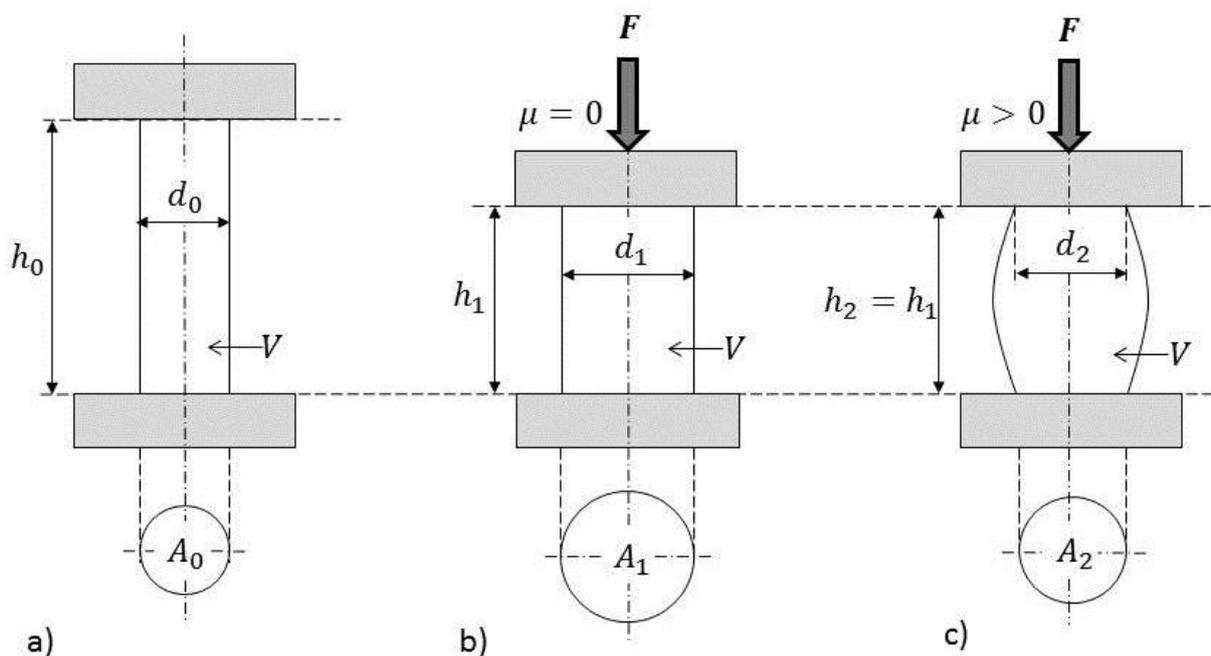


Bild 22: a) Ausgangsgeometrie b) Stauchung mit $\mu=0$ (ideal) c) Stauchung mit $\mu>0$ (real).

Der für die Abschätzung der Umformkräfte benötigte Betrag der Fließspannung k_f für den Werkstoff RN9FL wurde aus der Bachelorarbeit von Martin Gründhammer [35] übernommen. Die berechnete Umformkraft F , sowie die oben erwähnten Größen beider Werkstoffe sind in Tabelle 6 aufgelistet.

Tabelle 6: Rechengrößen zur Berechnung der maximalen Umformkraft F (k_f bei 800°C).

	h_0 [mm]	d_0 [mm]	φ [-]	h_1 [mm]	A_1 [mm ²]	k_f [MPa]	F [kN]
RN9FL	10	4	1	3,679	34,15	250	8,54
RN22VNb	10	6	0,6	5,488	49,79	250	12,45

In beiden Fällen liegt die Umformkraft F innerhalb des Intervalls $6\text{kN} < F < 14\text{kN}$. Dies führte zur Wahl der Al_2O_3 -Stempel. Die Dilatometer-Software ermöglicht für die eingegebene Probengeometrie und Umformbedingungen die Darstellung von UZTU-Diagrammen und der dazugehörigen Fließkurven. Durch freie Zuordnung der Achsen können sämtliche ermittelten Messgrößen zueinander in Relation gestellt werden.

Programmierung der Versuchsreihen

Die Programmierung der Versuchsreihen erfolgt in der Anlagensoftware WinTA9. Zu Beginn wurden die relevanten Probenparameter (Länge, Querschnitt, Werkstoff), der Werkstoff der eingebauten Messeinheit (Al_2O_3), sowie die Atmosphäre während des Versuchs (Erwärmung unter Vakuum / Kühlen mittels He) eingegeben. Der Temperaturzyklus wurde schrittweise in Segmente umgesetzt. Bild 23 zeigt beispielhaft das Temperaturprogramm einer Versuchsreihe mit einer Kühlrate $\dot{T}_3 = 60^\circ\text{C/s}$. Die einzelnen Temperatursegmente (T) wurden durch Eingabe von Temperatur und Zeit definiert. Segmente mit Deformation (D1) wurden durch Eingabe der Temperatur, der Verformungslänge, sowie der Verformungsgeschwindigkeit bestimmt. Die Zeitdauer der Deformation wurde aus den Verformungsparametern berechnet.

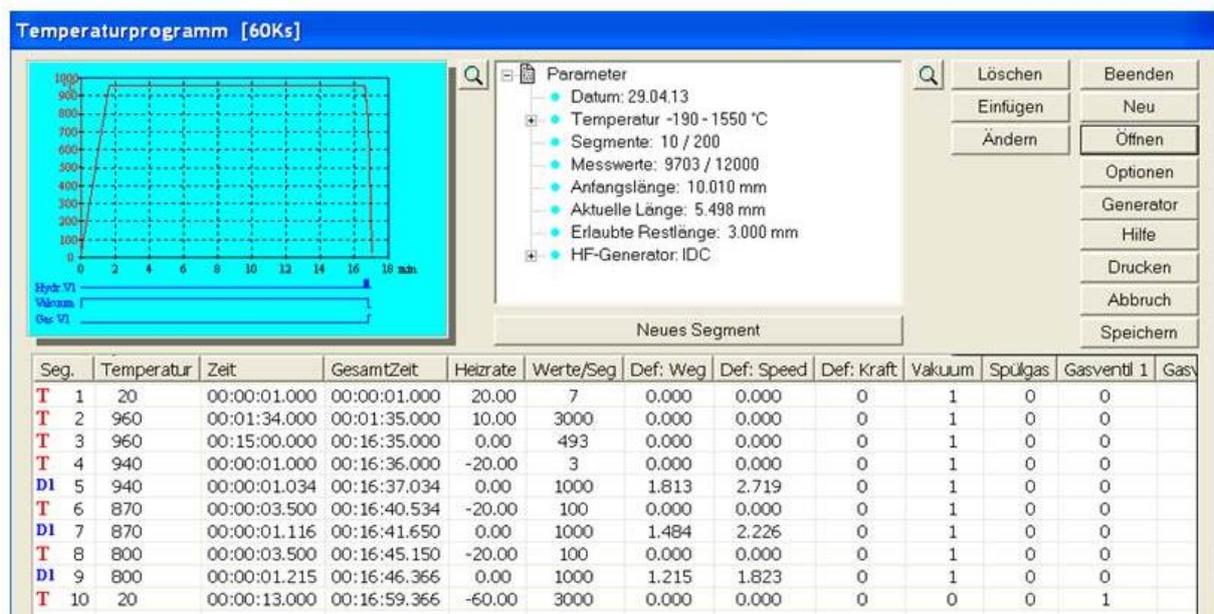


Bild 23: Temperaturprogramm einer Versuchsreihe mit der Kühlrate 60°C/s .

Im Bild 24 ist der Soll-/Ist-Temperatur-Zeit-Verlauf der oben erwähnten Versuchsreihe dargestellt. Dadurch kann die exakte Umsetzung des programmierten Temperaturverlaufs überprüft werden. Gegebenenfalls kann für jedes Segment durch Nachjustieren der Heizleistung bzw. Öffnung des Kühlventils das geforderte Temperaturniveau erreicht werden.

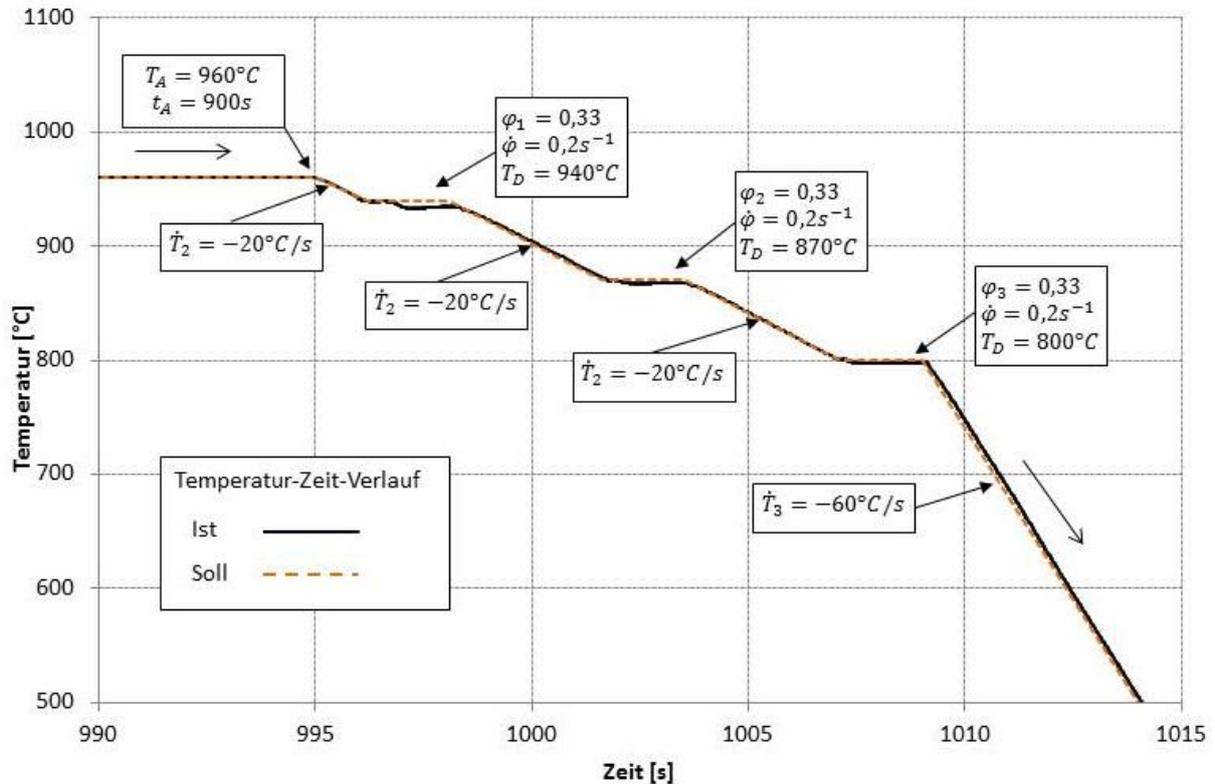
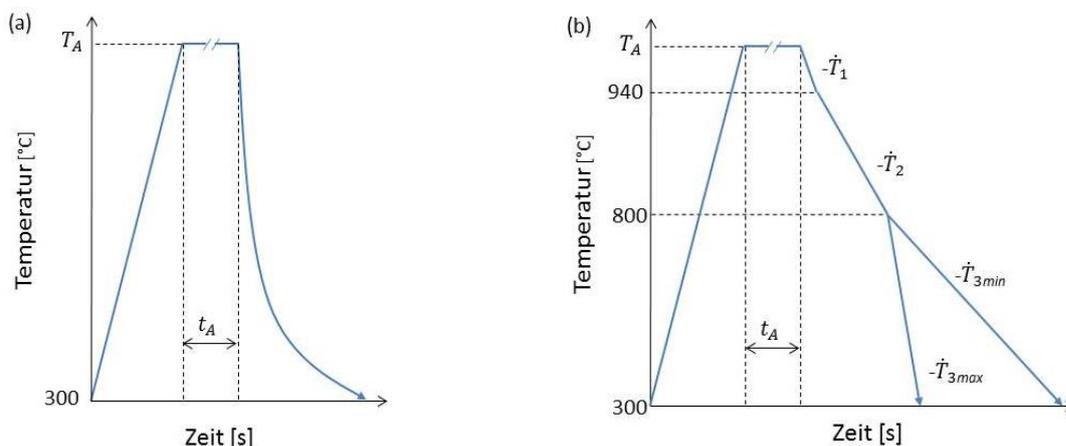


Bild 24: Soll-/Ist-Temperatur-Zeit-Verlauf einer Versuchsreihe.

3.3.2 Versuchsreihen

Die Dilatometrie wurden ohne (Bild 25a und b) und mit Deformation (Bild 25c und d) durchgeführt. Dabei wurden alle Proben mit einer Heizrate \dot{T} von 10°C/s bis zur Austenitisierungstemperatur T_A erwärmt und 900 Sekunden (t_A) auf dieser Temperatur austenitisiert. Die Versuche wurden zweimal durchgeführt.



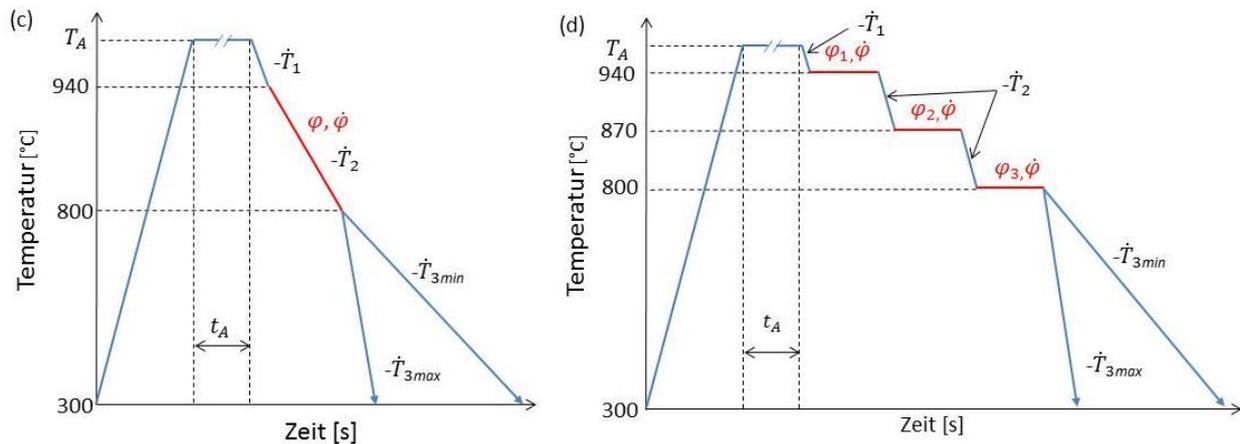


Bild 25: Schematische Darstellung der am Dilatometer realisierten Versuchsreihen: a) und b) ohne Deformation, c) und d) mit Deformation.

Versuchsreihen ohne Deformation

Zur Kontrolle der vollständigen Austenitisierung wurden zwei Proben bei 960°C austenitisiert und anschließend mit der maximal möglichen Kühlleistung mittels Helium abgeschreckt. Im Bild 25a ist der Temperaturverlauf über die Zeit schematisch dargestellt. Die Experimente nach dem Schema im Bild 25c sind der Realität am nächsten. Um den Einfluss der Deformation auf die Phasenumwandlung festzustellen, war es notwendig, ein gleiches Schema ohne Deformation (Bild 25b) zu realisieren.

Versuchsreihen mit Deformation

Die durchgeführten Stauchversuche unterscheiden sich durch die Temperaturführung während der Deformation. Zum einen wurden die Proben stufenlos während einer kontinuierlichen Kühlung (T_D von 940°C bis 800°C) verformt (Bild 25c), zum anderen fand die Deformation in drei Stufen bei jeweils konstanter Temperatur ($T_D = 940, 870, 800^{\circ}\text{C}$) statt (Bild 25d). Bei den stufenförmigen Verformungen wurde die gesamte eingetragene Deformation (φ) gleichmäßig auf die einzelnen Stufen (n) verteilt ($\varphi_i = \varphi_1 = \varphi_2 = \varphi_3$). Die Kühlung wurde gemäß dem Realprozess in drei Teilbereiche gegliedert. Bereich eins (T_A bis 940°C) stellt die bereits erwähnte Kühlung zwischen NWO und SRW dar. Im Temperaturbereich zwei (940°C bis 800°C) findet die Deformation statt. Bereich drei (800°C bis 300°C) spiegelt die Kühlung der Rohrluppe auf der Kühlstrecke wieder.

Die Versuchsmatrix für die einstufige Deformation mit parallel ablaufender Kühlung wurde mit dem Werkstoff RN22VNB realisiert und ist in der Tabelle 7 zusammengestellt:

Tabelle 7: Versuchsmatrix für einstufige Umformung während des Abkühlens.

Erwärmung:	10 K/s
Austenitisierungstemperatur:	960°C
Austenitisierungszeit:	900s
Einstufige Umformung:	$\varphi_g = \mathbf{0.3}$ (940-800 °C)
Umformgeschwindigkeit	$\dot{\varphi} = 0.3$
Kühlgradienten:	1 / 20 / 40 / 60 / 100 °C/s bis 300°C
Wiederholungen:	3 Versuche pro Einstellung

Die Versuchsparameter für die dreistufige Deformation bei konstanten Temperaturen sind in der Tabelle 8 zusammengestellt:

Tabelle 8: Versuchsmatrix für die dreistufige Deformation bei konstanten Temperaturen.

Erwärmung:	10 K/s
Austenitisierungstemperatur:	960 °C
Austenitisierungszeit:	900 s
Dreistufige Umformung:	$\varphi_g = \mathbf{0.6}$ $\varphi_1 = 0.2$ (940 °C) $\varphi_2 = 0.2$ (870 °C) $\varphi_3 = 0.2$ (800 °C)
Umformgeschwindigkeit	$\dot{\varphi} = 0.3$ (SRW: $\varphi = 1.53$ in ca. 5 s)
Kühlgradienten:	1 / 20 / 40 / 60 / 100 °C/s bis 300°C
Wiederholungen:	3 Versuche pro Einstellung

Wie schon oben bei Bild 22c dargestellt wurde, entsteht während des Versuchs eine inhomogene Verteilung der eingebrachten Deformation. Der größte Teil der Deformation wird in die Umformwärme umgewandelt. Gleichzeitig treten bei Experimenten an kleinen Proben Temperaturdifferenzen zwischen dem Rand und der Mitte auf.

3.3.3 Axiale Temperaturdifferenz

Im Bild 26 ist der schematische Versuchsaufbau zur Bestimmung der axialen Temperaturdifferenz dargestellt. An der Probe wurden zwei Thermoelemente angeschweißt. Thermoelement A maß die Temperatur in der Probenmitte, Thermoelement B jene am Probenrand. Neben der Positionierung unterschieden sich die beiden Thermoelemente auch bezüglich ihrer regeltechnischen Funktionalität. Die in der Probenmitte (A) gemessene Temperatur, wurde mit der Solltemperatur verglichen, und gegebenenfalls durch Erhöhung/Verringerung der Heizleistung/Kühlung geregelt. Thermoelement A (Mitte) diente demnach, neben der Temperaturmessung, auch der Temperaturregelung, Thermoelement B (Rand), ausschließlich der Temperaturmessung.

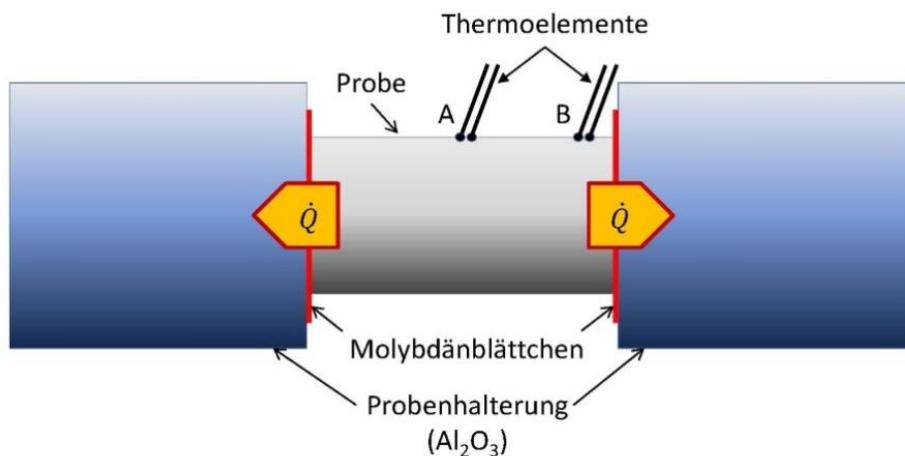


Bild 26: Schematischer Versuchsaufbau zur Bestimmung der axialen Temperaturdifferenz.

Die Erwärmung der Probe erfolgt über eine Induktionsspule. Die keramische Probenhalterung (Al₂O₃) wird durch Induktion nicht erwärmt. Während des Heizvorganges baut sich eine stetig ansteigende axiale Temperaturdifferenz zwischen den beiden Materialien auf. Dies hat einen Wärmestrom \dot{Q} von der Probe in Richtung der Probenhalterung zur Folge. Die Probenhalterung wird demnach mittels Wärmeleitung erwärmt.

Um den Wärmestrom in Richtung Probenhalterung gering zu halten, wurden an den Probenenden Molybdänblättchen angebracht. Diese zusätzlichen Wärmequellen an den Probenrändern bewirken eine homogenere axiale Temperaturverteilung in der Probe.

Abschließend wurde die Temperaturdifferenz $\Delta T_{axial} [^{\circ}\text{C}] = T_A - T_B$ über den Versuchsverlauf ermittelt. Die maximal gemessene Differenz betrug 45°C (Bild 27). Bei der nachfolgenden Messung (Probe2) wurden deutlich geringere ΔT_{axial} -Werte gemessen. Die maximal ermittelte Temperaturabweichung während der Kühlung liegt bei 17°C. Dies kann durch die Speicherung der eingebrachten Wärme aus dem vorangegangenen Versuch erklärt werden. Dieser Effekt mit minimaler Temperaturdifferenz ist im ganzen Versuchablauf der zweiten Probe erkennbar. Weitere Versuche zur Bestimmung der minimalen Differenz wurden nicht durchgeführt.

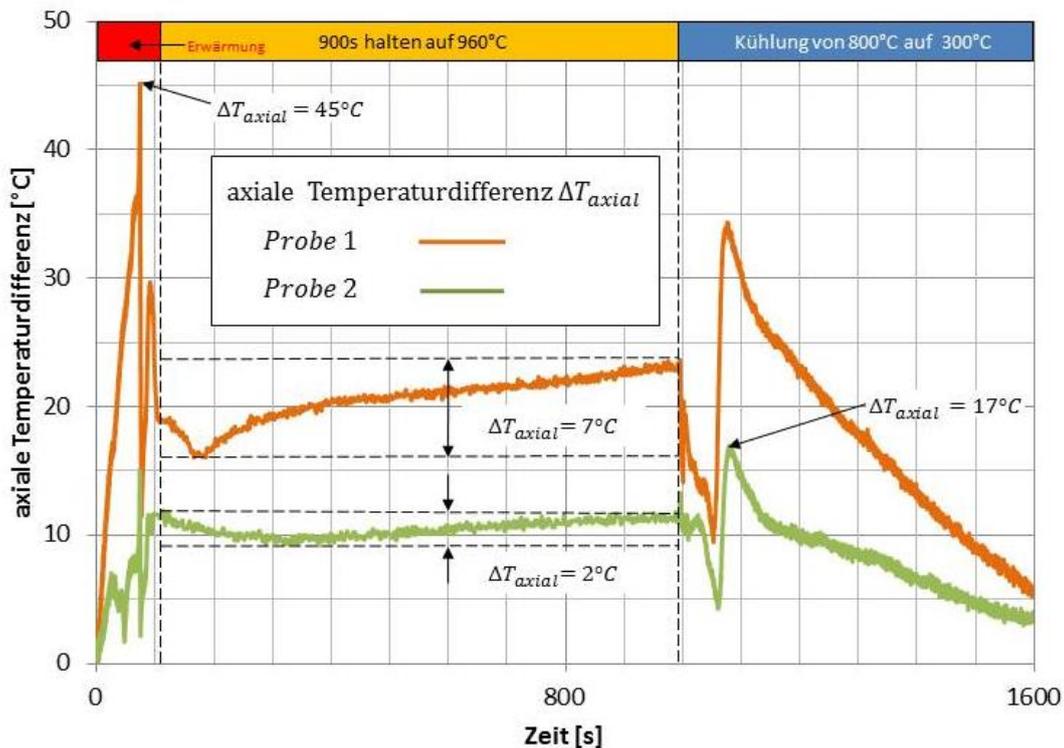


Bild 27: Verlauf der axialen Temperaturdifferenz über die Zeit: Probe1 (CR=1°C/s), Probe2 (CR=60°C/s).

Wie in Bild 27 ersichtlich ist, führt der Wärmefluss in Richtung Probenhalterung zu einer Abweichung des umgesetzten Temperaturzyklus am Probenrand bzw. in der Probenmitte. Betrachtet man den Verlauf der Temperaturdifferenz, erkennt man ein unerwartetes Absinken der Differenzwerte während des Erwärmens bzw. einen plötzlichen Anstieg der Temperaturdifferenz während des Kühlens. Diese Bereiche sind detailliert in Bild 28 und Bild 29 dargestellt.

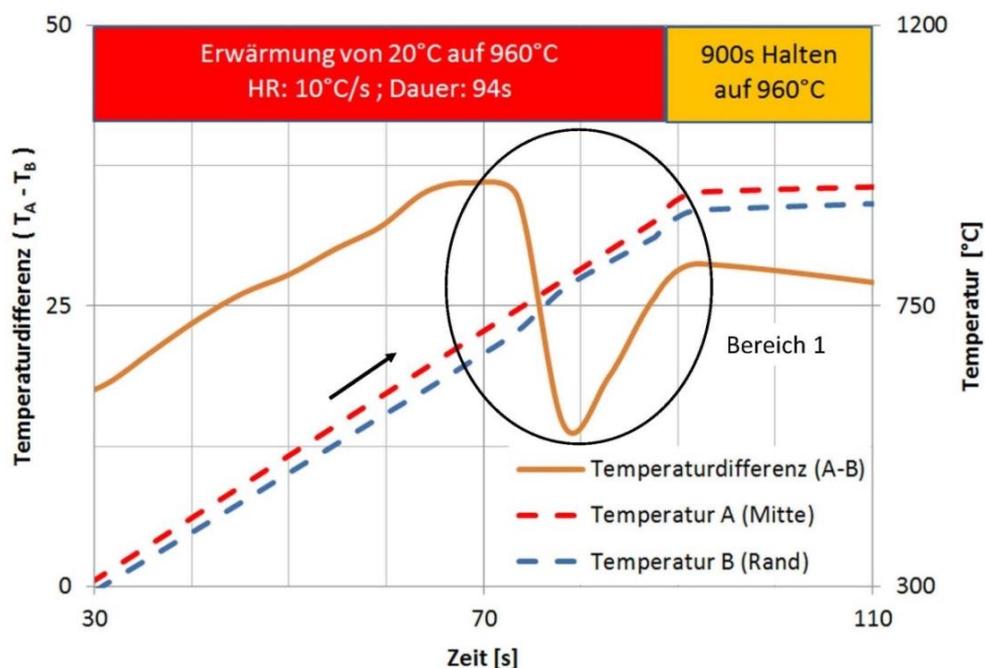


Bild 28: Detaillierte Darstellung der axialen Temperaturdifferenz beim Erwärmen.

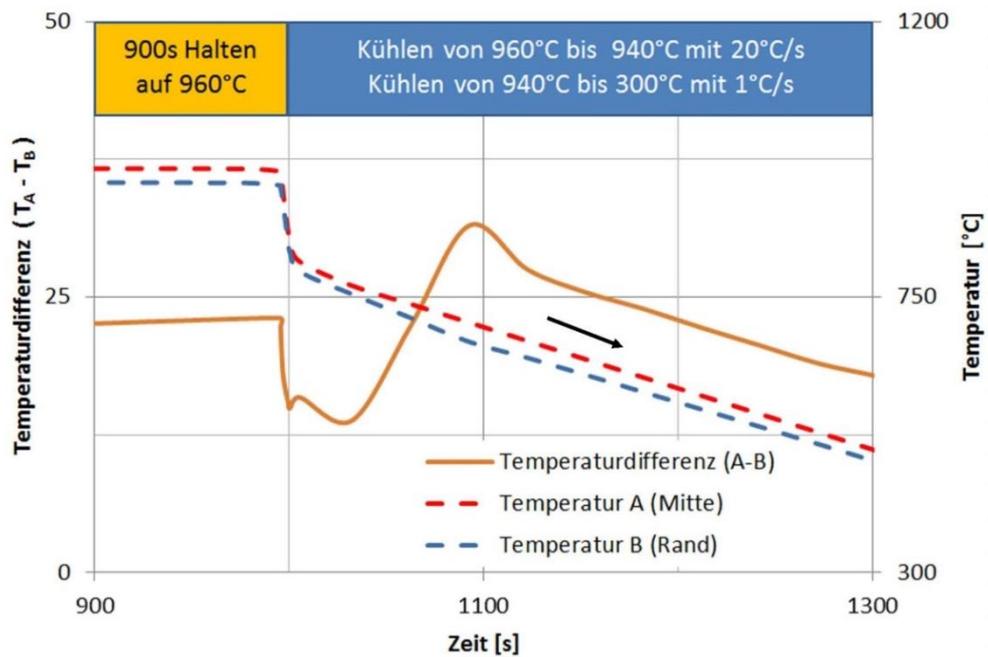


Bild 29: Detaillierte Darstellung der axialen Temperaturdifferenz beim Kühlen.

Aufgrund der unterschiedlichen Heiz- bzw. Kühlraten zwischen Probenmitte und Probenrand, werden die Umwandlungspunkte Ac_1 , Ac_3 , bzw. Ar_3 , Ar_1 verschoben (Bild 30). Das abrupte Absinken bzw. Ansteigen der Messwerte erklärt sich mit der bei der Phasenumwandlung freiwerdenden Wärme.

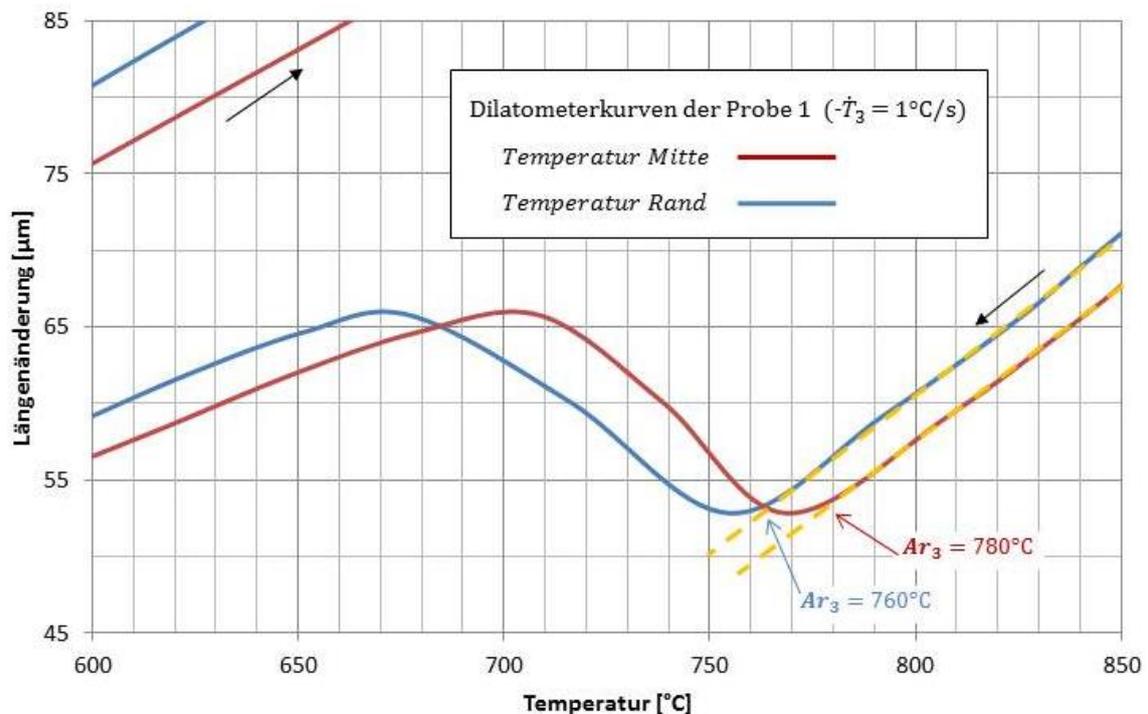


Bild 30: Ermittlung der Ferrit-Start-Temperatur (Mitte, Rand) der Probe1.

Wie aus Bild 33 ersichtlich, liegt die Ar_3 Temperatur am Rand und in der Mitte bei 760°C bzw. 780°C , beim Kühlen mit 60°C/s wurden dementsprechend 685°C und 705°C gemessen.

3.3.4 Bestimmung der Umwandlungspunkte

Die Bestimmung der Umwandlungspunkte wurden nach der in Kapitel 2.4 beschriebenen Tangentenmethode durchgeführt. Im Bild 31 ist die Anwendung der Tangentenmethode für die Bestimmung der Ac_1 , Ac_3 und Ar_3 Punkte bei der Austenitisierung der Proben kurz oberhalb der Ac_3 Temperatur dargestellt.

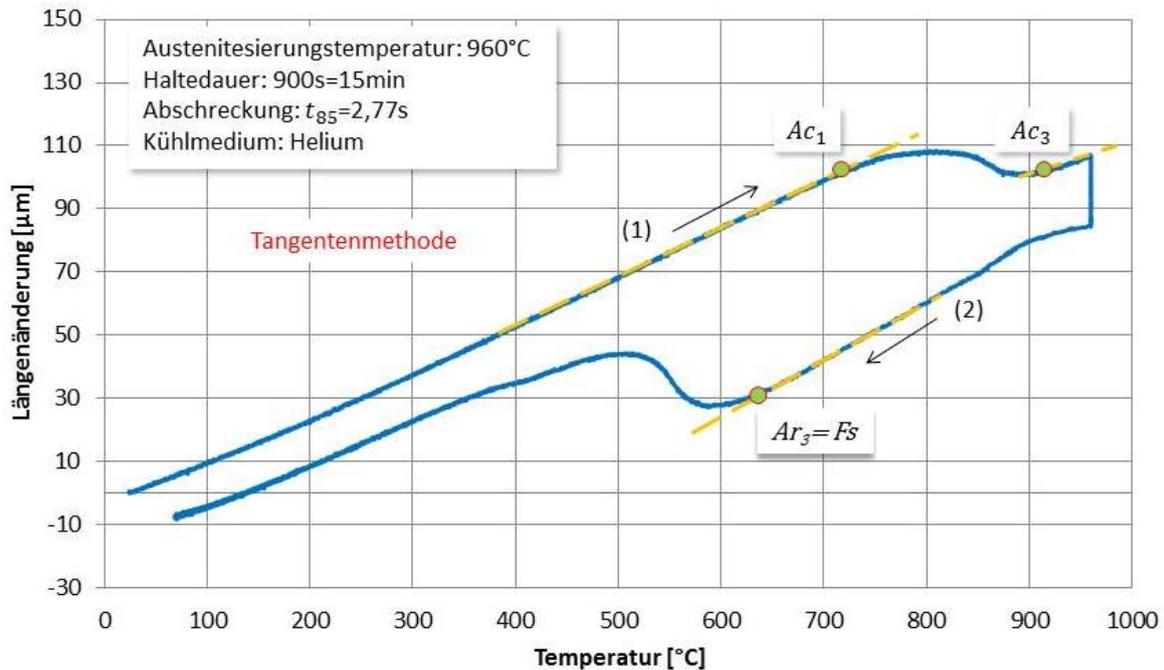


Bild 31: Auswertung einer Dilatometerkurve mittels Tangentenmethode.

Die Ac_1 Temperatur, also jene Temperatur bei der die Umwandlung von Ferrit in Austenit startet, ermittelt man an jener Stelle, an der die Aufheizkurve (1) das erste Mal von der Geraden abweicht. Da es sich bei der dargestellten Dilatometerkurve um ein mehrphasiges System (Legierung) handelt, läuft die α/γ Umwandlung in einem Temperaturbereich ab. Die vollständige Austenitisierung ist in jenem Punkt (Ac_3 -Temperatur) abgeschlossen, in dem die Kurve wieder in eine Gerade übergeht. Klar erkennbar sind die unterschiedlichen Steigungen der Tangenten. Dies ist auf die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Ferrit und Austenit zurückzuführen. Die Analyse der Abkühlkurve (2) geschieht nach demselben Schema wie bei der Aufheizkurve. Abhängig von der Abkühlgeschwindigkeit sind folgende Umwandlungspunkte bei untereutektoiden Stählen eruiierbar: Ferritstart (Fs), Perlitstart (Ps), Perlitfinish (Pf), Ferritfinish (Ff), Bainitstart (Bs), Bainitfinish (Bf), Martensitstart (Ms) und Martensitfinish (Mf).

In einzelnen Fällen vollzog sich die Abweichung der Geraden (Tangente) von der Dilatometerkurve schleichend. Um den Umwandlungspunkt dennoch deutlich zu bestimmen, wurde die erste Ableitung der Dilatometerkurve dL/dT verwendet (Bild 32). Folgt man dem Graphen in

Richtung sinkender Temperaturen, ist ab dem Punkt X ein signifikanter Abfall der Kurve erkennbar. Die Temperatur im Punkt 3 entspricht jener des gesuchten Umwandlungspunktes.

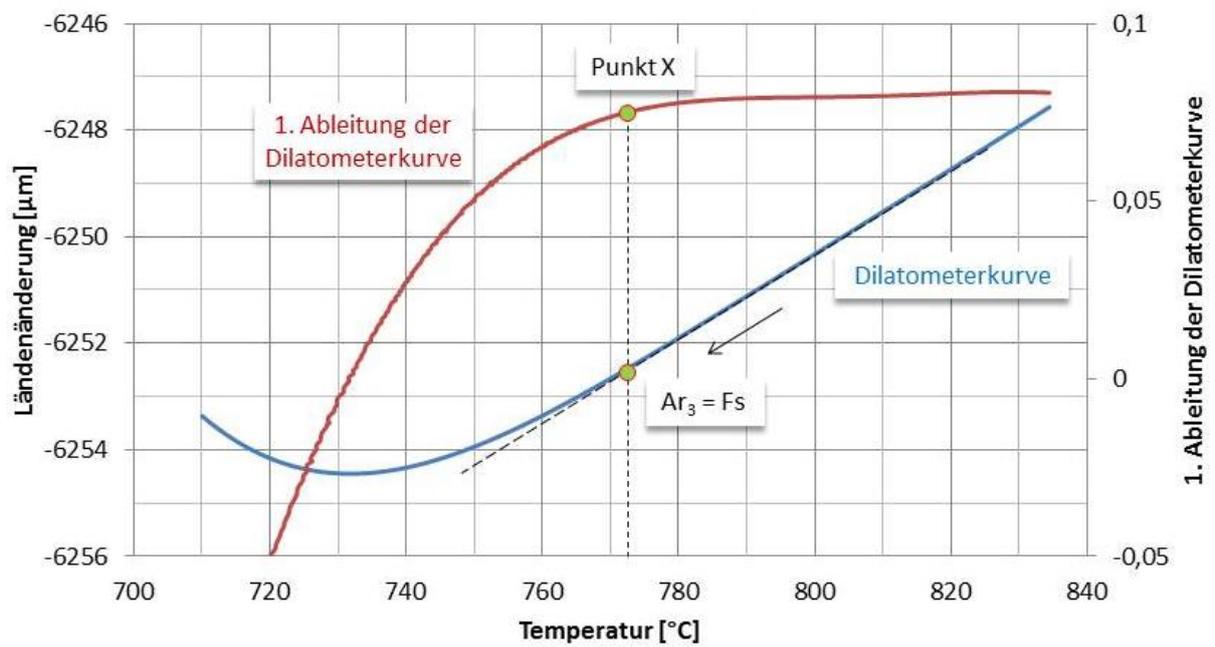


Bild 32: Ermittlung des Umwandlungspunktes mittels der 1. Ableitung der Dilatometerkurve.

3.4 Metallografie

Ziel der metallographischen Untersuchung war es, Gefüge Informationen über die Phasen (mit- und ohne Verformung) zu bekommen. Weiters Informationen über die Gleichmäßigkeit der Deformation zu erhalten, sowie die Auswirkung der während der dilatometrischen Untersuchung vorherrschenden axialen Temperaturunterschiede auf die Gefügeentwicklung zu analysieren. Dafür wurde die Schlieffläche in Verformungsrichtung (Längsschliff) gewählt. Zur besseren Handhabung wurden die Proben in ein duroplastisches Granulat (DuroFix2) liegend eingebettet (Bild 33a) und nach empfohlenem Programm unter Druck erwärmt. Die Erwärmungszeit und -temperatur führen zu keinen signifikanten Änderungen in der Mikrostruktur. Anschließend wurde die Probenkennzeichnung in das ausgehärtete Einbettmittel mittels Handfräser eingraviert.

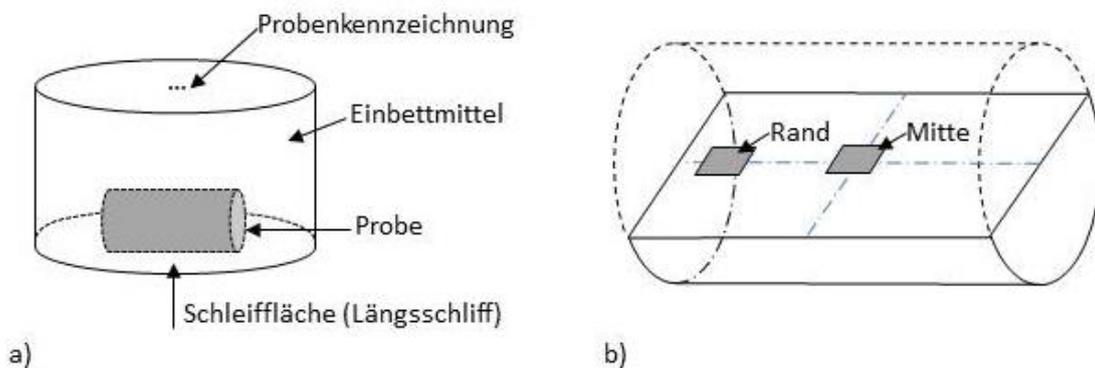


Bild 33: a) Probeneinbettung (liegend) und b) untersuchte Fläche.

Unter Verwendung von Schleifpapier der Körnung 180, 240, 320, 500, 800, 1000, 2400 und 4000 wurden die Proben schrittweise bis zur Probenmitte abgeschliffen (Bild 33b). Um eine Übertragung von Resten des Schleifpulvers des vorangegangenen Schleifpapiers auf das feinere Papier zu vermeiden, wurden die Proben nach jeder Schleifstufe sorgfältig mit Wasser und anschließend mit Alkohol gespült. Die durch den Schleifprozess verursachte verformte Schicht (Beilby-Schicht) [36], sowie die zurückbleibenden Schleifriefen wurden mittels einem $3\mu\text{m}$ und anschließend mit einem $1\mu\text{m}$ Diamantpoliermittel auf einer MD Nap Scheibe der Firma Struers poliert. Danach wurden die Proben mit Alkohol gespült und unter einem Föhn getrocknet. Im finalen Schritt wurden die Proben mittels Tauchätzverfahren in einer 3% alkoholischen Lösung von Salpetersäure (Nital) geätzt.

Die anschließende mikroskopische Untersuchung wurde mit einem Auflichtmikroskop mit unterschiedlichen Vergrößerungen durchgeführt. Der Fokus der metallographischen Untersuchungen lag der Zielsetzung entsprechend am Probenrand und in der Probenmitte (Bild 33b).

4 Simulation

4.1 Berechnung von ZTU-Diagramme mittels JMatPro

Software JMatPro

Innerhalb des realisierenden Projektes M5 mit voestalpine Tubulars GmbH & Co KG wurden die ersten erfolgreichen Ergebnisse bei der Abschätzung der Phasenumwandlung mit der Software JMatPro erreicht [37]. Als Weiterführung wurden ähnliche Berechnungen für den zu untersuchenden Werkstoff RN22VNb empfohlen.

JMatPro ist das praxisorientierte Werkzeug zur Berechnung und Optimierung von temperaturabhängigen Werkstoffeigenschaften für eine Vielzahl technischer Werkstoffe: Stähle, Nickel-, Aluminium-, Titan- und Magnesiumlegierungen. Schwerpunkt ist die Generierung konsistenter Werkstoffmodelle für die Erstarrungs-, Umform-, und Wärmebehandlungssimulation in der industriellen Anwendung [38]. Die Software ermöglicht die Simulation von:

- ✓ Phasengleichgewichten
- ✓ Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagrammen (ZTU- und ZTA-Diagramme) für Stähle
- ✓ Ausscheidungs-ZTU-Diagrammen (kontinuierlich und isotherm)
- ✓ Physikalischen Eigenschaften: thermische Dehnungen, E-Modul, Wärmekapazitäten
- ✓ Mechanisch-technologischen Eigenschaften: Festigkeit, Fließkurven

Die Berechnung des Phasengleichgewichtes von Mehrkomponenten-Legierungen erfolgt mittels der CALPHAD (Calculation of Phase Diagrams) Methode [39]. Ausgehend von Phasenanteilen und Phasenzusammensetzungen, sowie Mischungsregeln und Gefügemorphologie können so die oben genannten Werkstoffeigenschaften als Funktion der chemischen Zusammensetzung und der Temperatur berechnet werden [38]. JMatPro besitzt eine benutzerfreundliche Oberfläche (Bild 34):

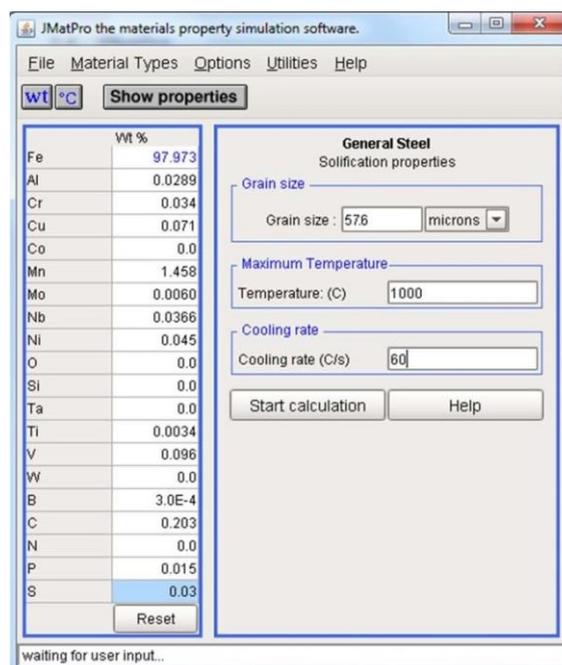


Bild 34: Oberfläche von JMatPro für die Berechnung der Phasenumwandlung.

Hiermit werden die isothermen Phasenumwandlungskurven von Ferrit, Perlit und Bainit in einem Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubild (ZTU) ermittelt und in kontinuierliche ZTU-Schaubilder umgerechnet [40].

JMatPro ermöglicht eine Abschätzung der zu erwartenden Austenitkorngröße als Funktion der Temperatur und Zeit (Bild 35). Diese konnte optional in „ μm “ als auch in „ASTM“ ausgegeben werden.

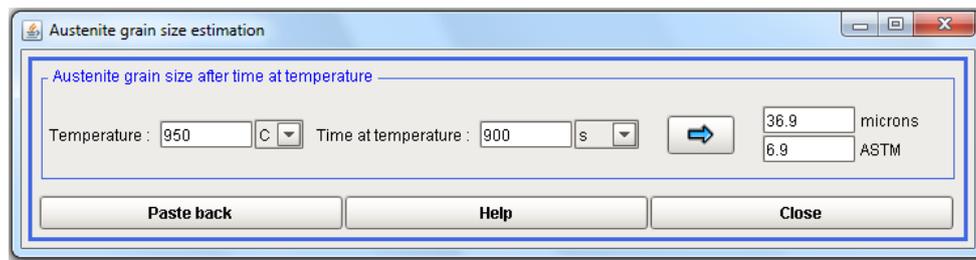


Bild 35: Berechnung der zu erwartenden Austenitkorngröße mit JMatPro.

Simulationsbereich

Die kontinuierlichen ZTU-Diagramme wurden für die mittleren chemischen Zusammensetzungen aus Tabelle 4 und die aus den Austenitisierungsbedingungen ($T_A = 950^\circ\text{C}$, 1000°C und 1100°C nach $t_A=900\text{ s}$) resultierende Austenitkorngröße bestimmt. Die Austenitkorngröße wurde mit JMatPro berechnet.

Um die empirische Funktion für die Abschätzung der Korngröße zu ermitteln, wurden die Berechnungen der Korngröße im Variationsbereich T_A von 950°C bis 1100°C und t_A von 150s bis 900s durchgeführt.

4.2 Berechnung der Inhomogenität mittels DEFORM

Die Simulation von Stauchversuchen an zylindrischen Proben wurde mit der Software DEFORM (Version 10.21) durchgeführt. Für die Simulation wurde ein Werkstoff mit ähnlicher chemischer Zusammensetzung aus der DEFORM-Datenbank ausgesucht. Das Stauchen wurde aufgrund der Probensymmetrie mittels 2D-Simulationen abgeschätzt (Bild 36). Die eingegebene Probengeometrie hat eine Höhe von 16 mm und einen Durchmesser von 10 mm. Die damit entstandene Fläche wurde auf 15000 vier-knotige Elemente verteilt. Die verwendeten Stauchplatten sind absolut starr. Der eingesetzte Reibungswert μ zwischen Stauchplatte und Probe entspricht einem typischen Wert beim Warmwalzen und liegt bei 0.3 (Kolumbisches Gesetz).

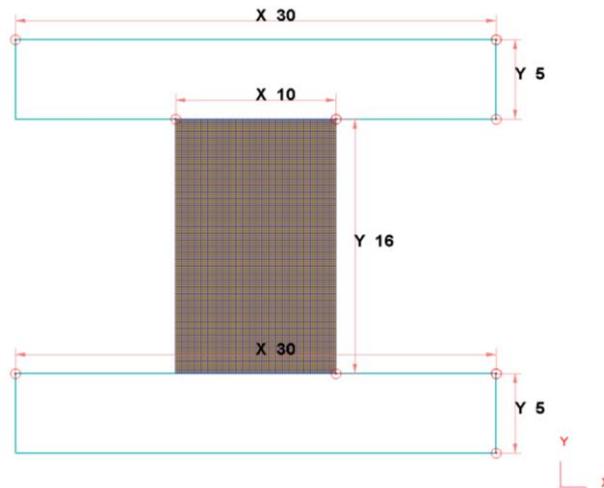


Bild 36: Simulation des Stauchversuches mit DEFORM.

Die Umformbedingungen wurden aus den dilatometrischen Versuchen übernommen. Im Bild 37a) und b) sind die Inhomogenitäten der Deformation über dem Querschnitt der Probe nach der Deformation 0.3 und 0.6 dargestellt. Die im Bild 37b) ausgeprägte Deformationsverteilung ist als „Stauchkreuz“ bekannt. Die Inhomogenitäten in der Probe während des Stauchvorganges haben die Temperatur- und daraus resultierende Mikrostrukturverteilung zur Folge. Diese Unterschiede im Querschnitt haben die Auswahl der Vergleichsbereiche bei den metallographischen Untersuchungen (Bild 33b) beeinflusst.

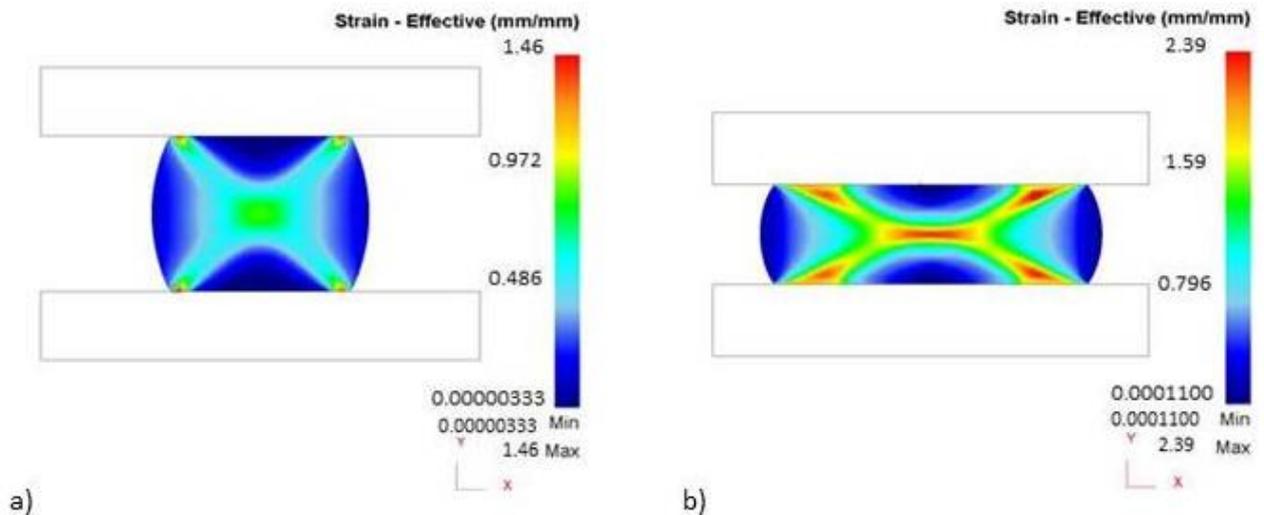


Bild 37: Simulation des Stauchversuches mit DEFORM nach der Deformation a) 0.3 und b) 0.6.

5 Ergebnisse

5.1 Dilatometrische Versuche

Die am Dilatometer durchgeführten Experimente wurden mit RN22VNB gestartet und zusätzlich mit dem zweiten ähnlichen Werkstoff RN9FL ergänzt.

5.1.1 Deformation während der Kühlung

Während der Realisierung des Experiments mit Deformation und gleichzeitiger Abkühlung sind einzelne Steuerungsprobleme aufgetreten (Bild 38a), die danach behoben wurden (Bild 38b).

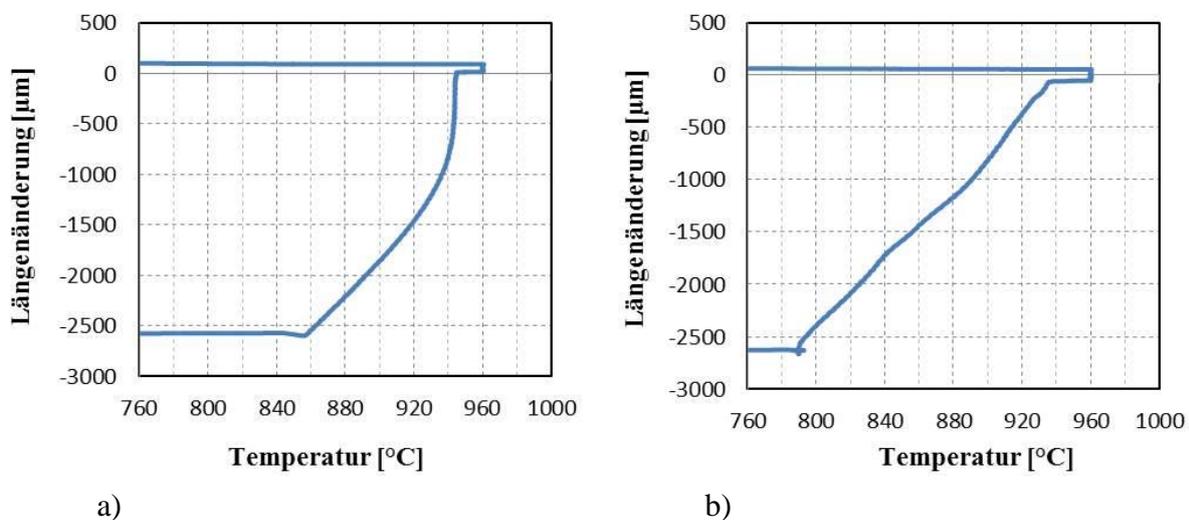


Bild 38: Simulation des Stauchversuches am Dilatometer mit gleichzeitiger Abkühlung: a) mit Abweichungen von der eingegebenen linearen Kühlung und b) kontrollierbarer Versuch.

Versuche mit dem Werkstoff RN22VNB

Die ermittelten Ar_3 Temperaturen und Prozessparameter sind in Tabelle 9 aufgelistet. Bei den Stauchversuchen mit der Kühlrate $\dot{T}_3 = -100^\circ\text{C/s}$ kommt es zu keiner Ferritbildung (Bild 39).

Tabelle 9 Ar_3 Temperaturen und Prozessparameter.

T_A [°C]	φ [-]	$\dot{\varphi}$ [s ⁻¹]	\dot{T}_1 [°C/s]	\dot{T}_2 [°C/s]	\dot{T}_3 [°C/s]	Ar_3 [°C]
960	0,3	0,3	-20	-140	-1	780
					-20	760
					-40	725
					-60	710
					-100	---

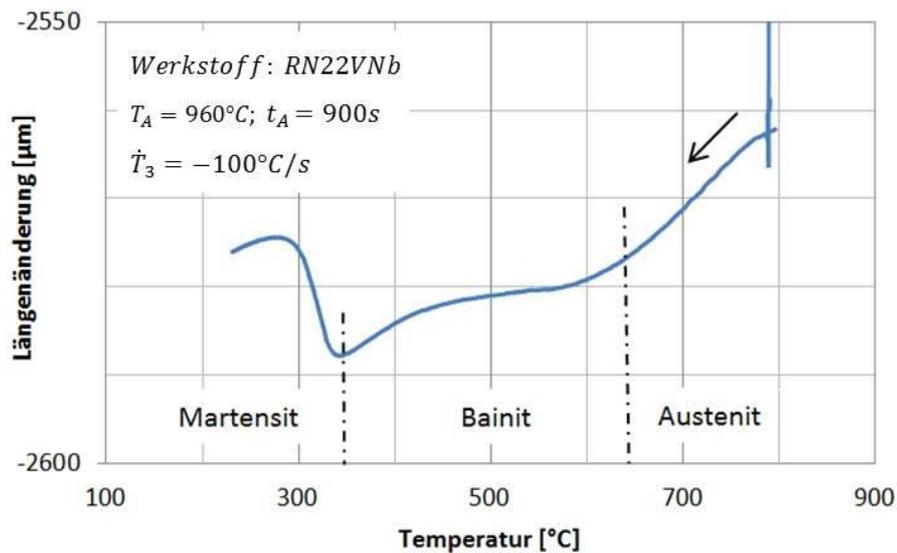


Bild 39: Dilatometerkurve: Kühlung mit \dot{T}_3 -100°C/s nach der Deformation mit $\varphi=0,3$

Versuche mit dem Werkstoff RN9FL

Werkstoff RN9FL hat niedrigere mechanische Werte für die Streckgrenze und Zugfestigkeit, deswegen wurde eine Reihe der Versuche mit einer Deformation von $\varphi=1$ realisiert. Der Längenänderungs-Temperatur-Verlauf ist in Bild 38b) ersichtlich. Die ermittelten Ar_3 Temperaturen und Prozessparameter sind in der Tabelle 10 dargestellt. Ab 800°C wurden alle Proben mit variierten Gradienten abgekühlt.

Tabelle 10: Ar_3 Temperaturen und Prozessparameter. (während der dritten Umformung)**

T_A [$^\circ\text{C}$]	φ [-]	$\dot{\varphi}$ [s^{-1}]	\dot{T}_1 [$^\circ\text{C/s}$]	\dot{T}_2 [$^\circ\text{C/s}$]	\dot{T}_3 [$^\circ\text{C/s}$]	Ar_3 [$^\circ\text{C}$]
960	1	0,2	-20	-28	-1	800**
					-40	780
					-60	775

5.1.2 Dreistufige Deformation

Versuche mit dem Werkstoff RN22VNB

Die für den Werkstoff RN22VNB gewählte gesamte Deformation von $\varphi=0.6$ wurde gleichmäßig auf drei Schritte verteilt. Die ermittelten Ar_3 Temperaturen und Versuchsparameter sind unten in der Tabelle 11 zusammengestellt. Die maximale Abkühlrate von 100°C/s reduziert die Ar_3 Temperatur um 80°C im Vergleich zur Abkühlrate von 20°C/s . Die abschätzbare Ar_3 Gleichgewichtstemperatur wurde aus den Dilatometerkurven ermittelt und liegt bei ca. 800°C .

Tabelle 11: Ar_3 -Temperaturen der Versuchsreihe mit mehrstufiger Umformung bei konstanten Temperaturen nach dem Schema im Bild 25d. (während der dritten Umformung)**

$T_A [^{\circ}C]$	$n * \varphi_i [-]$	$\dot{\varphi} [s^{-1}]$	$\dot{T}_1 [^{\circ}C/s]$	$\dot{T}_2 [^{\circ}C/s]$	$\dot{T}_3 [^{\circ}C/s]$	$Ar_3 [^{\circ}C]$
960	3 * 0,2	0,3	-20	-20	-1	800**
					-20	780
					-40	750
					-60	740
					-100	700

Versuche mit dem Werkstoff RN9FL

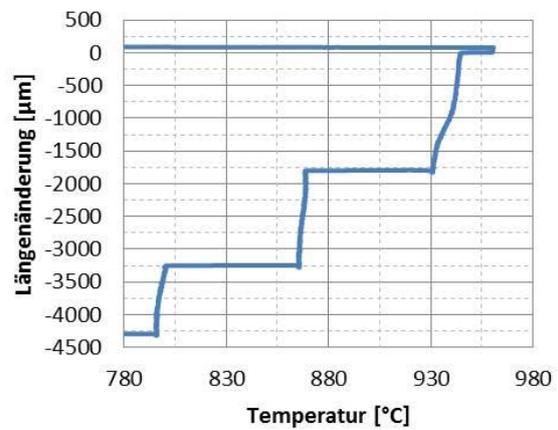
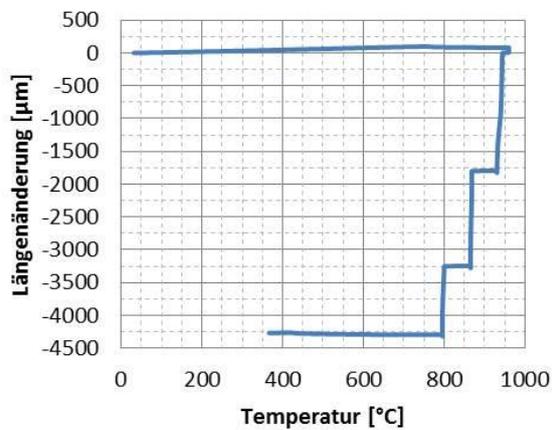
Mit dem Werkstoff RN9FL wurde der Einfluss der Austenitierungstemperatur T_A auf das Umwandlungsverhalten unter gleichbleibenden Deformationsbedingungen (T_D , φ , $\dot{\varphi}$) untersucht. Dabei wurde die T_A ausgehend von 960°C um 100°C bzw. 200°C angehoben. Der Temperatur-Zeit-Verlauf entspricht jenem in Bild 25d. Die ermittelten Ferritstarttemperaturen sind in Tabelle 12 aufgelistet.

Tabelle 12: Mehrstufige Deformationsreihen nach Bild 25d mit variiertem Austenitierungstemperatur.

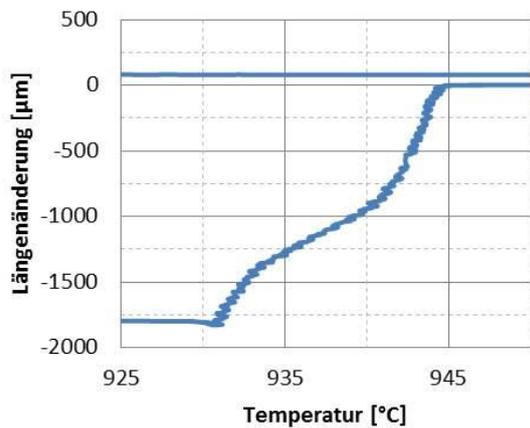
$T_A [^{\circ}C]$	$n * \varphi_i [-]$	$\dot{\varphi} [s^{-1}]$	$\dot{T}_1 [^{\circ}C/s]$	$\dot{T}_2 [^{\circ}C/s]$	$\dot{T}_3 [^{\circ}C/s]$	$Ar_3 [^{\circ}C]$
960					-1	800**
					-10	800**
					-40	800**
					-60	770
1060	3*0,33	0,2	-20	-20	-1	800**
					-10	800*
					-40	750
					-60	735
1160					-1	800**
					-10	730
					-40	720
					-60	710

Während der Analyse der Kurven mit dreistufiger Verformung wurde festgestellt, dass der Umwandlungspunkt kurz vor (*) oder während der dritten Umformung (**) liegt. Ein solcher Ablauf der dilatometrischen Kurve ist im Bild 40 dargestellt. Für die Bestimmung der Ar_3 Temperatur mit der Tangentenmethode ist ein linearer Bereich notwendig, der aber fehlt (Bild 40f), bzw. zu klein ist, um aussagekräftig zu sein. Der Ablauf während der dritten Deformati-

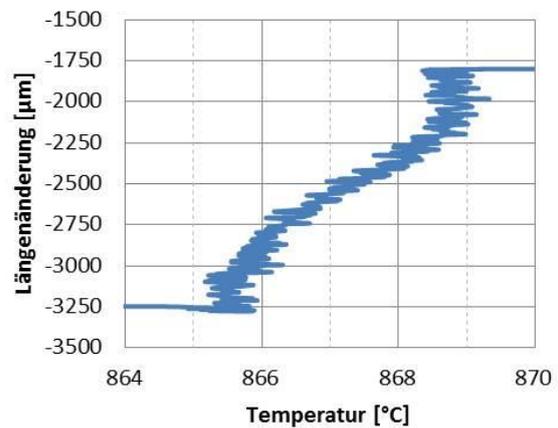
onsstufe (Bild 40e) unterscheidet sich von den Abläufen während der ersten (Bild 40c) und zweiten (Bild 40d) Stufe.



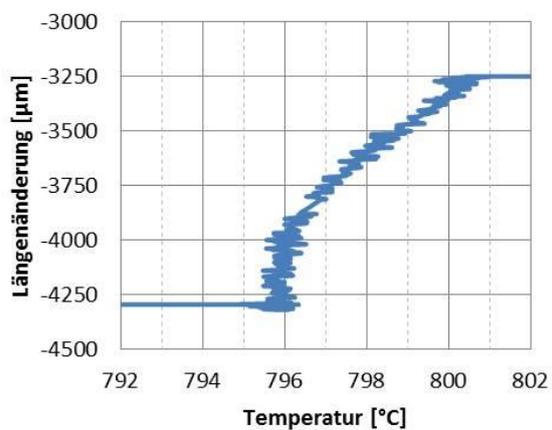
a)



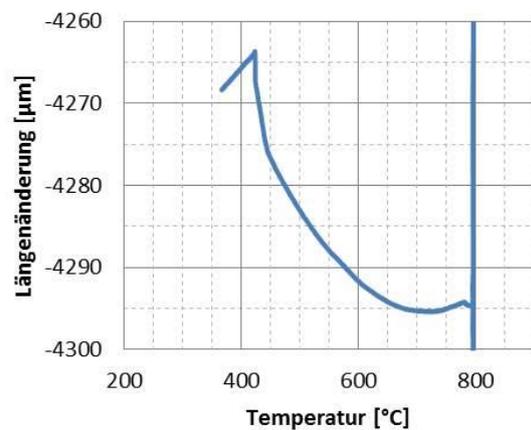
b)



c)



d)



e)

f)

Bild 40: Dilatometrische Kurve mit dreistufiger Umformung: a) gesamt, b) gesamter Deformationsbereich, c) erste Deformationsstufe bei 940 $^{\circ}\text{C}$, d) zweite Deformationsstufe bei 870 $^{\circ}\text{C}$, e) dritte Deformationsstufe bei 800 $^{\circ}\text{C}$ und f) der Ablauf im Temperaturbereich 400 $^{\circ}\text{C}$ -800 $^{\circ}\text{C}$.

Um diesen Umstand zu klären, wurde eine Versuchsreihe ohne dritte Deformationsstufe bei 800°C realisiert. Die Ergebnisse für zwei verschiedene Abkühlraten von 40°C/s und 60°C/s nach der zweiten Deformation sind in Tabelle 13 zusammengestellt.

Tabelle 13: Ar_3 -Temperaturen der Versuchsreihe G bei unterschiedlichen Kühlraten.

T_A [°C]	$n * \varphi_i$ [-]	$\dot{\varphi}$ [s ⁻¹]	\dot{T}_1 [°C/s]	\dot{T}_2 [°C/s]	\dot{T}_3 [°C/s]	Ar_3 [°C]
960	2 * 0,33	0,2	-20	-20	-40	825
					-60	790

Das Ergebnis zeigt, dass die Umwandlung kurz vor der dritten Umformung startet, bzw. bei Abkühlraten von ca. 60°C/s kann sie auch während der Deformation ablaufen, da durch die Unterkühlung der Umwandlungspunkt in den Temperaturbereich unterhalb von 800°C verschoben wird.

5.1.3 Freies Abkühlen

Nach der Realisierung aller Versuchsreihen wurde die Frage gestellt: „Was bringt die extra Kühlung, bzw. wie groß ist die Zeitspanne zwischen dem freien Kühlen und dem Kühlen mit Wasser?“. Um diese Frage zu beantworten, wurde ein entsprechender Versuch durchgeführt. Wie aus Bild 41 ersichtlich ist, beträgt im interessierenden Temperaturbereich bis zu 800°C die Zeitspanne 1.3s zwischen dem freien Kühlen und einem Kühlen mit einer Kühlrate von 200°C/s. Man sollte aber auch nicht vergessen, dass sich die Bedingungen im Walzwerk von den Bedingungen im Labor unterscheiden. Im Labor ist es deutlich kälter. In den Warmwalzwerken kann man mit einer Kühlrate von ca. 10°C/s rechnen.

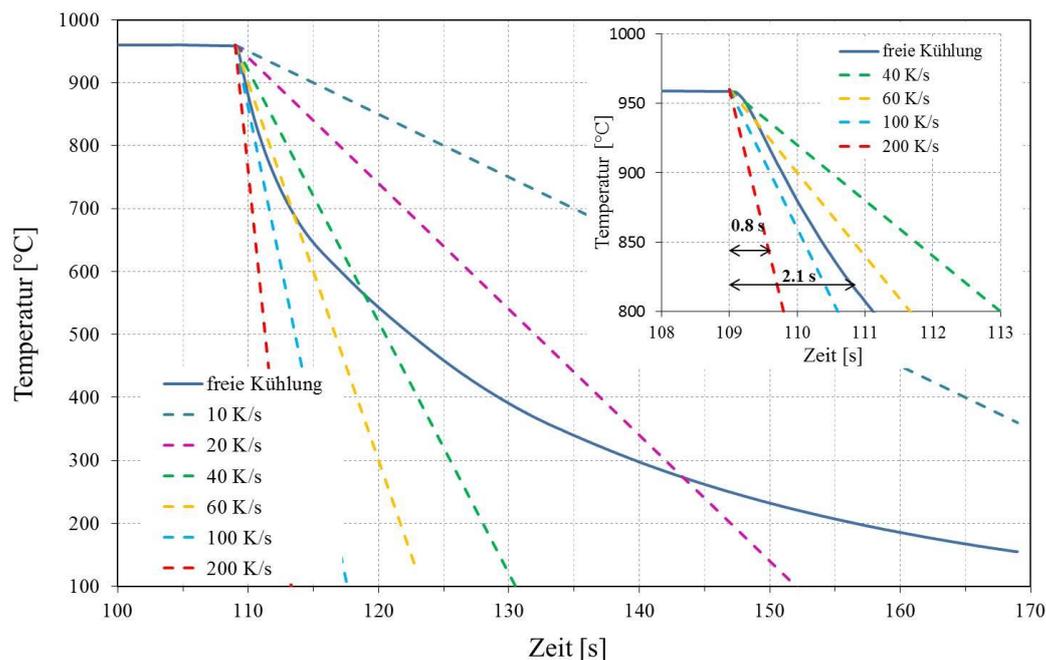
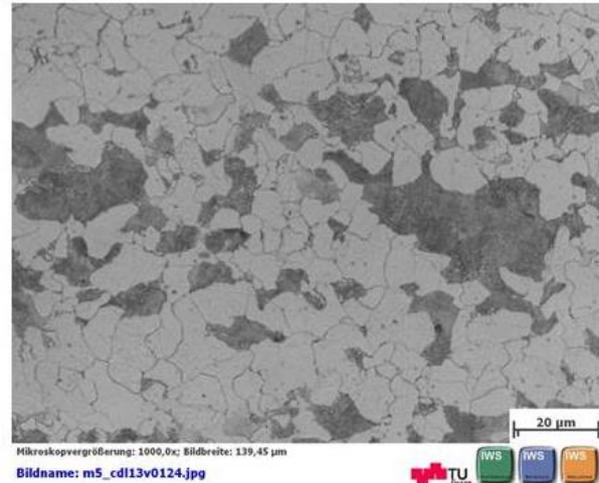
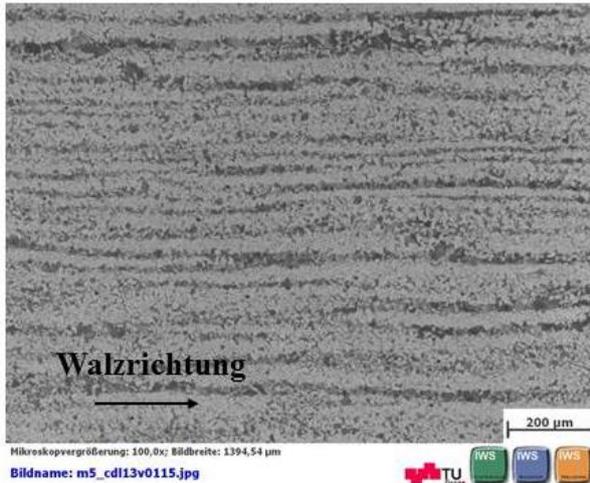


Bild 41: Freies Kühlen der Probe an der Luft nach der Austenitisierung.

5.2 Metallografie

5.2.1 Ausgangsgefüge

Die untersuchten C-Mn Stähle haben ein ferritisch-perlitisches Ausgangsgefüge. Das Ausgangsgefüge vom Werkstoff RN22VNb ist nach der in Kapitel 3.4 beschriebenen Präparationsmethode in 100-facher (Bild 42a) und 1000-facher (Bild 42b) Vergrößerung dargestellt. Klar erkennbar ist die zeilenförmige Anordnung der Ferrit- (hell) und Perlitkörner (dunkel) des Gefüges.



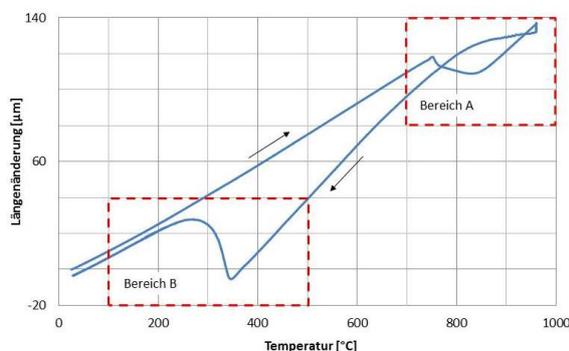
a)

b)

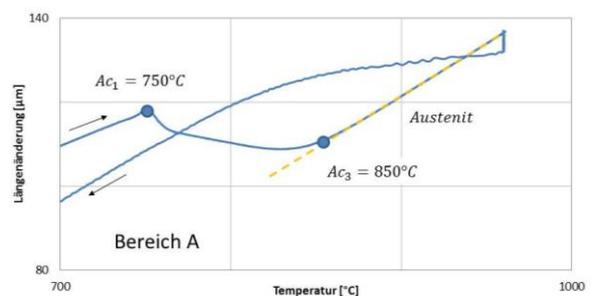
Bild 42: Das Ausgangsgefüge vom Werkstoff RN22VNb in a) 100-facher und b) 1000-facher Vergrößerung.

5.2.2 Abschrecken

Die dilatometrischen Versuche bei der niedrigsten Austenitisierungstemperatur von 960°C könnten mit unvollständig austenisiertem Gefüge stattfinden. Im Bild 43a ist der Verlauf der dilatometrischen Kurve des Werkstoffes RN22VNb dargestellt. Bild 43b zeigt selbigen im Temperaturbereich zwischen 700°C bis 960°C.



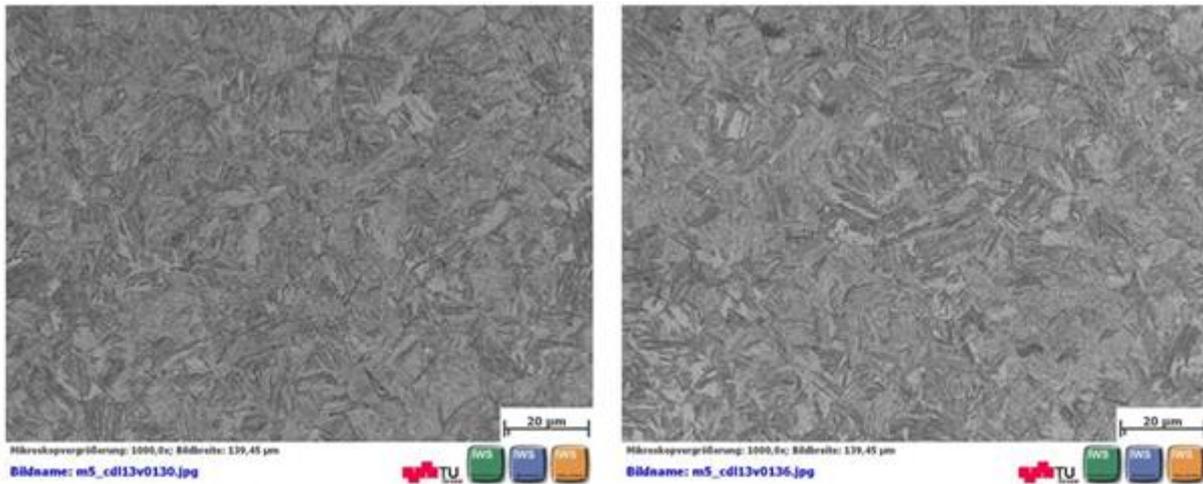
a)



b)

Bild 43: Dilatometerkurve des Werkstoffes RN22VNb: Austenitisierungstemperatur =960°C, Haltedauer= 900s, $v_{85} = 186^\circ\text{C/s}$

Mittels He-Abkühlung wurde im Temperaturbereich von 800°C bis 500°C eine aus der Dilatometerkurve ermittelte Kühlrate von 186°C/s erreicht (Bild 43a). Die Proben wurden mit der in Kapitel 3.4 beschriebenen Methode präpariert. Die Ergebnisse sind in 1000-facher Vergrößerung dargestellt (Bild 44).



a)

b)

Bild 44: Martensitisches Gefüge von RN22VNb für die Austenitisierungsbedingungen $T_a=960^\circ\text{C}$ und $t_a=900\text{s}$ a) am Rand und b) in der Mitte.

Nach dem Anschauen der Gefügebilder mit der größten Auflösung wurden keine Bereiche von restlichem Ferrit ermittelt. Das bestätigt, dass die eingesetzten Austenitisierungsbedingungen mit einer Austenitisierungstemperatur von 960°C zu einer vollständigen Austenitisierung führen. Die rasche Abkühlung (Unterkühlung) bewirkt, dass der Austenit bis zur Martensit-Start-Temperatur (M_s) von 350°C existieren kann. Die diffusionsfreie Umwandlung des Austenits in Martensit endet bei der Martensit-Finish-Temperatur (M_f) von 220°C (Bild 45).

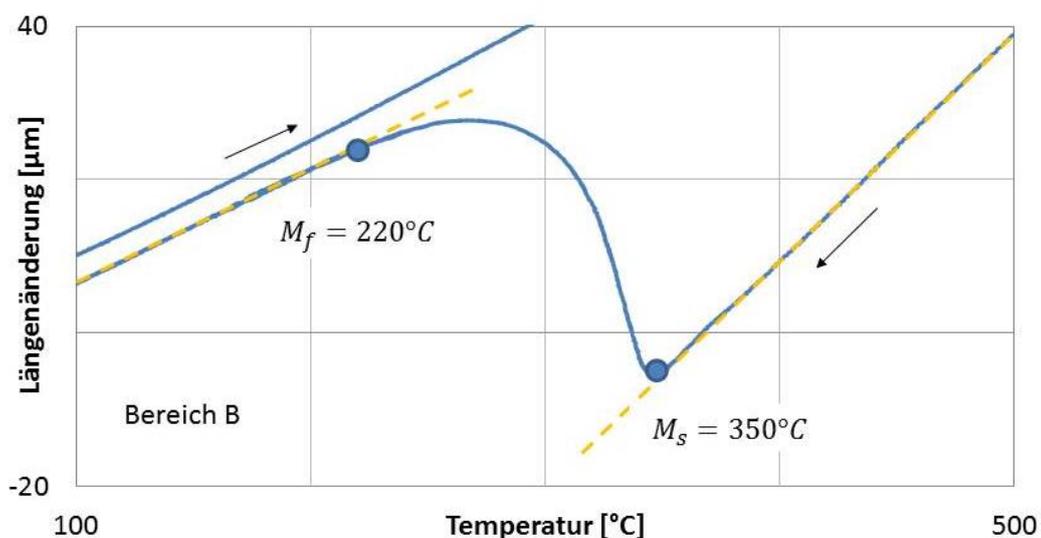


Bild 45: Dilatometerkurve des Werkstoffes RN22VNb im Temperaturbereich von 500°C bis 100°C; Austenitisierungstemperatur =960°C, Haltedauer= 900s, $v_{85} = 186^\circ\text{C/s}$

Zusätzliche Untersuchungen wie z.B. Härteanalyse wurden nicht durchgeführt.

Für die Produktionsbedingungen wurden zwei Kühlraten von $40^{\circ}\text{C}/\text{s}$ und $60^{\circ}\text{C}/\text{s}$ als relevant definiert. Diese Werte entsprechen der einseitigen Kühlung der Rohre bei der Produktion und sind die Gradienten an der Außen- und Innenseite. In Bild 46 und Bild 47 ist die Mikrostruktur am Rand und in der Mitte der Probe dargestellt.

Werkstoff: RN22VNb

$T_A = 960^{\circ}\text{C}$; $t_A = 900\text{s}$; $\varphi = 0.3$; $\dot{T}_3 = -40^{\circ}\text{C}/\text{s}$

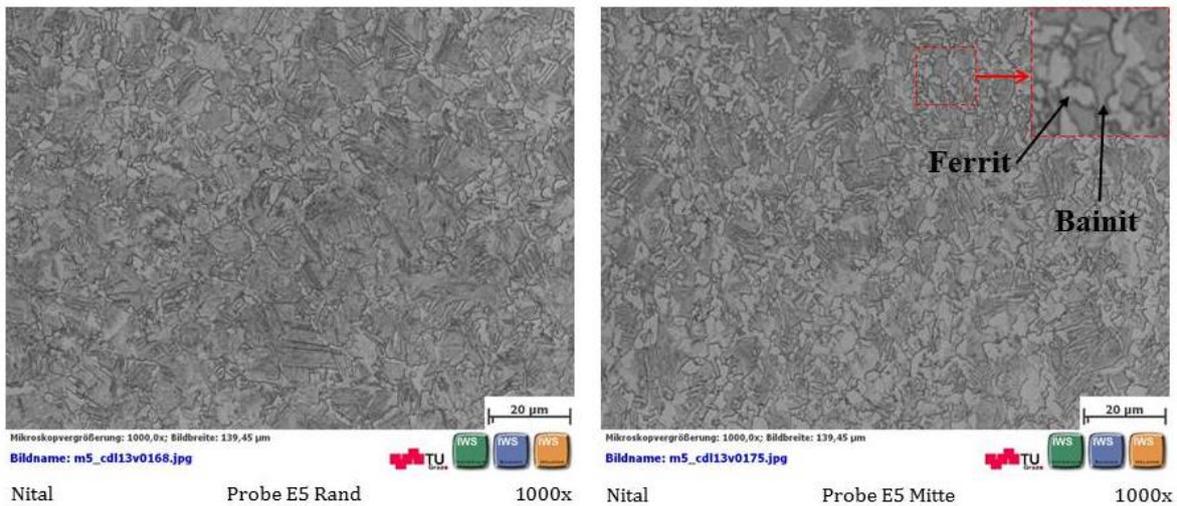


Bild 46: Gefüge von RN22VNb am Rand und in der Mitte für die Austenitisierungsbedingungen $T_A=960^{\circ}\text{C}$ und $t_A=900\text{s}$ nach der Kühlung mit $40^{\circ}\text{C}/\text{s}$.

Werkstoff: RN22VNb

$T_A = 960^{\circ}\text{C}$; $t_A = 900\text{s}$; $\varphi = 0.3$; $\dot{T}_3 = -60^{\circ}\text{C}/\text{s}$

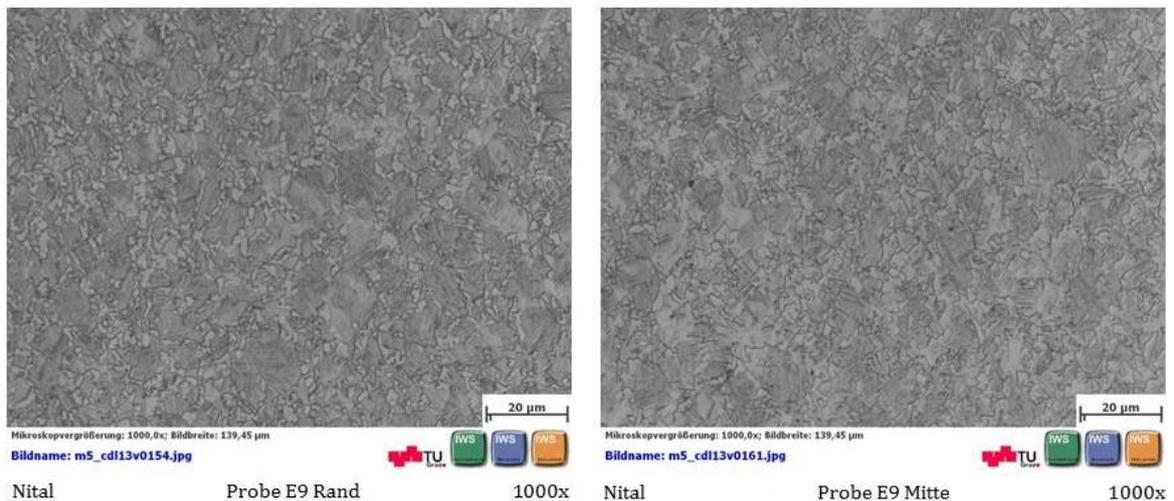


Bild 47: Gefüge von RN22VNb am Rand und in der Mitte für die Austenitisierungsbedingungen $T_A=960^{\circ}\text{C}$ und $t_A=900\text{s}$ nach der Kühlung mit $60^{\circ}\text{C}/\text{s}$.

Bei der Kühlrate von $60^{\circ}\text{C}/\text{s}$ sieht man die Bildung feiner Ferritkörner an den ursprünglichen Korngrenzen vom Austenit. Die abschätzbare Korngröße von Ferrit liegt bei 2-3 μm. Die Anzahl der Körner wurde nicht abgeschätzt. Im Versuch mit gleichen Austenitisierungsbedingungen und höherem Deformationsgrad ist die Anzahl von ferritischen Körnern größer (Bild 48).

Werkstoff: RN22VNb

$T_A = 960^\circ\text{C}$; $t_A = 900\text{s}$; $\varphi = 0.6$; $\dot{T}_3 = -60^\circ\text{C/s}$

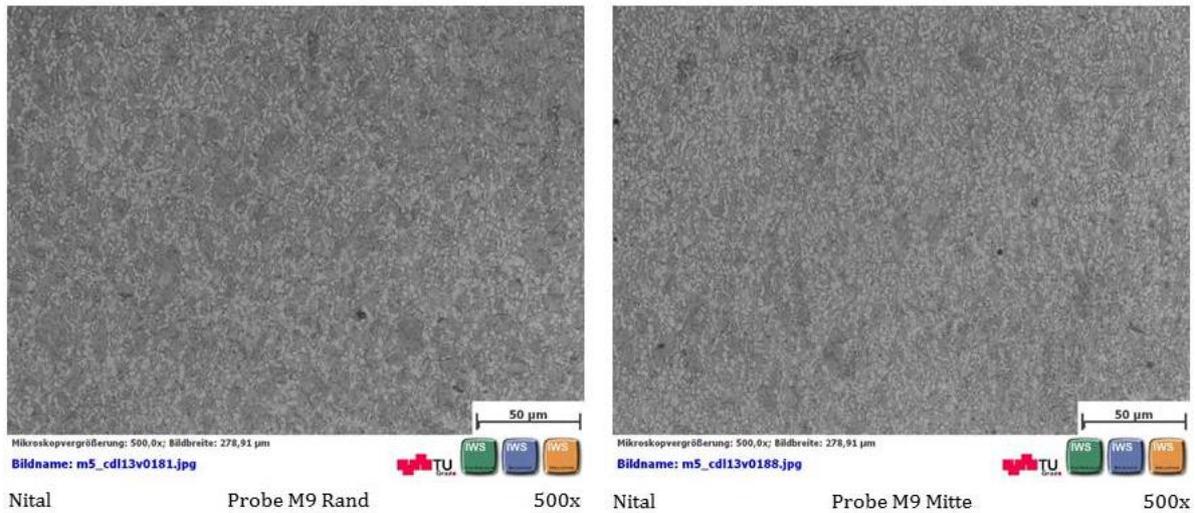


Bild 48: Gefüge von RN22VNb am Rand und in der Mitte für die Austenitisierungsbedingungen $T_A=960^\circ\text{C}$ und $t_A=900\text{s}$ nach der Kühlung mit 60°C/s , Deformationsgrad 0.6.

Die bei diesen Bedingungen gebildete Mikrostruktur ist sehr fein und kann nur mit maximaler 1000-facher Vergrößerung am Lichtmikroskop abgeschätzt werden. Empfehlenswert sind Aufnahmen mit dem Rasterelektronenmikroskop (REM).

Im Bild 49 ist erkennbar, dass auch bei der Simulation des Stauchens an kleinen dilatometrischen Proben die Inhomogenitäten in der Mikrostruktur vorhanden sind. In der Mitte der Probe sehen wir mehr Ferritkörner als am Rand.

Werkstoff: RN22VNb

$T_A = 960^\circ\text{C}$; $t_A = 900\text{s}$; $\varphi = 0.6$; $\dot{T}_3 = -60^\circ\text{C/s}$

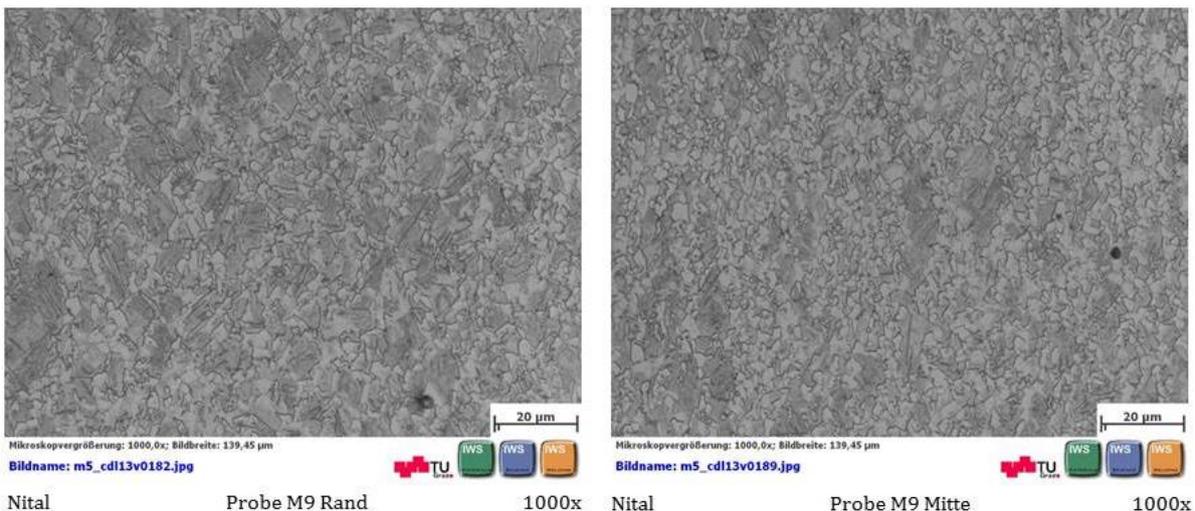


Bild 49: Gefüge von RN22VNb am Rand und in der Mitte für die Austenitisierungsbedingungen $T_A=960^\circ\text{C}$ und $t_A=900\text{s}$ nach der Kühlung mit 60°C/s , Deformationsgrad 0.6.

5.3 Simulation

5.3.1 Abschätzung der Austenitkorngröße

Wie im Kapitel 2.7 erklärt wurde, spielt die Austenitkorngröße eine große Rolle im Umwandlungsverhalten von Stählen. Die Abschätzung bzw. die Entwicklung der Austenitkorngröße wurde mit der Software JMatPro für die Gruppe „general steel“ unter der Eingabe der Austenitisierungstemperatur T_A und der Haltedauer t_A realisiert. Die Ergebnisse sind im Bild 50 zusammengestellt.

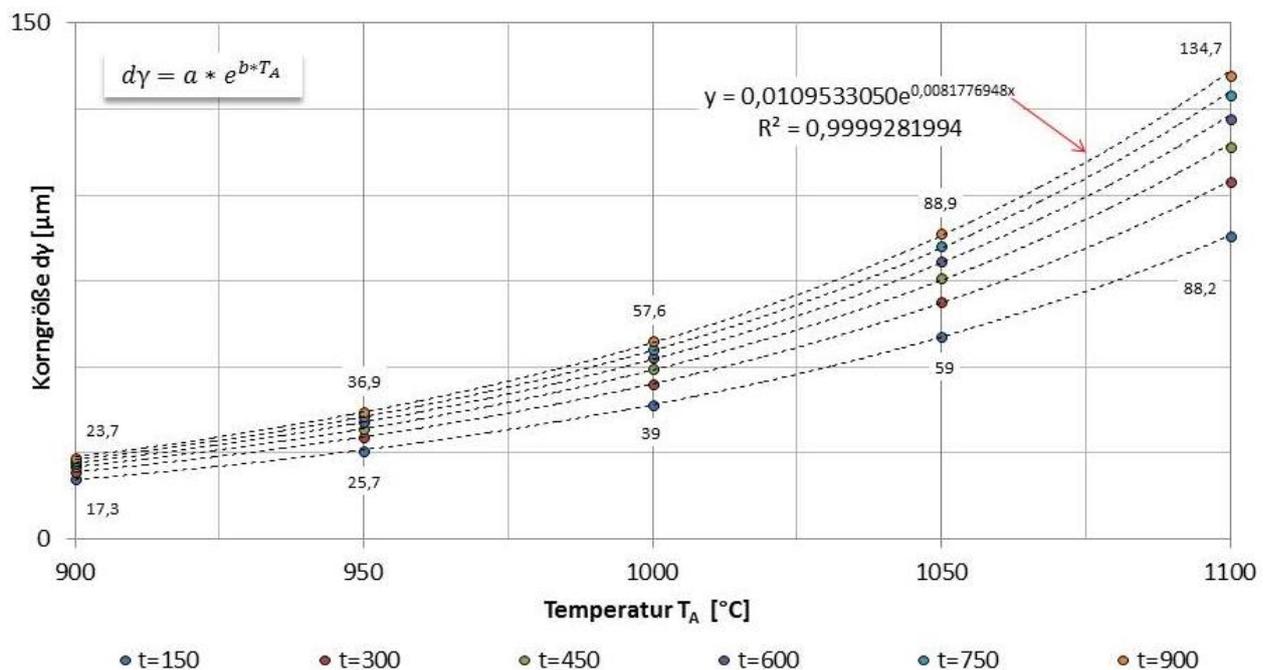


Bild 50: Austenitkorngrößenentwicklung des „general steel“ unter Variation der Austenitisierungstemperatur T_A und der Haltedauer t_A .

Die Austenitkorngröße dy nimmt mit zunehmender Austenitisierungstemperatur T_A exponentiell zu. Dieser charakteristische Kurvenverlauf wird mit längeren Haltezeiten t_A verstärkt. Die Gleichungen der einzelnen Zeiten lassen sich aus der Tabelle 14 entnehmen. Sie werden in exponentieller Form beschrieben.

Tabelle 14: Gleichungen für die Beschreibung der Austenitentwicklung für variierte Haltezeiten

$t_A = 150$ [s]	$y = 0,00942e^{0,00871x}$	$t_A = 600$ [s]	$y = 0,00984e^{0,00852x}$
$t_A = 300$ [s]	$y = 0,00945e^{0,00867x}$	$t_A = 750$ [s]	$y = 0,01026e^{0,00839x}$
$t_A = 450$ [s]	$y = 0,00960e^{0,00860x}$	$t_A = 900$ [s]	$y = 0,01095e^{0,00818x}$

In der ausgewählten Form der Gleichung für die Austenitisierungstemperatur T_A befinden sich noch zwei Koeffizienten „a“ und „b“. Diese Koeffizienten sind zeitabhängig und lassen sich mit einer logarithmischen Funktion und hohem Bestimmtheitsmaß beschreiben (Bild 51).

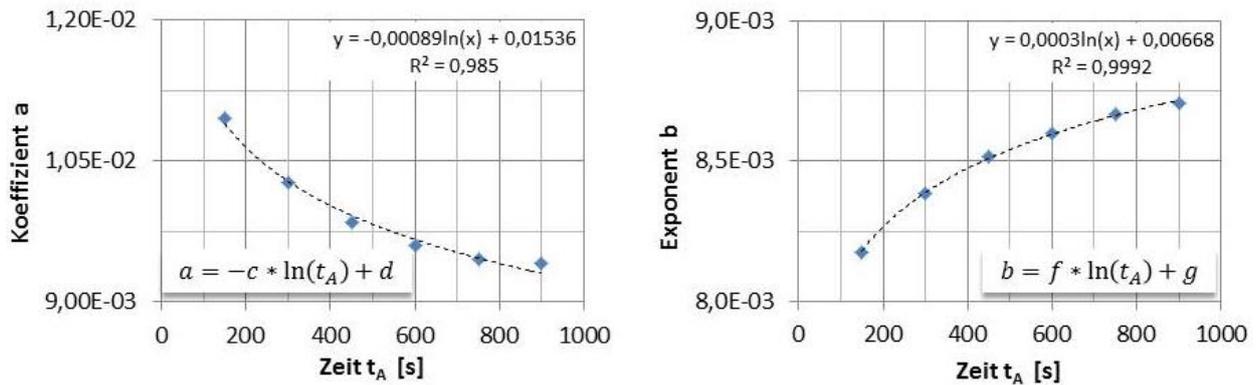


Bild 51: Ermittlung der Zeitabhängigkeit des Koeffizienten a bzw. des Exponenten b.

Die Gleichung für die Beschreibung der Austenitkornentwicklung als Funktion der Austenitierungstemperatur T_A und der Haltezeit t_A kann in einer allgemeineren Form wie folgt dargestellt werden:

$$dy [\mu\text{m}] = (-c * \ln(t_A) + d) * e^{(f * \ln(t_A) + g) * T_A} \quad (16)$$

In der Tabelle 15 sind die Ergebnisse der Berechnung der Korngröße $dy [\mu\text{m}]$ mittels Programmtool und der ermittelten Gleichung für die Austenitierungstemperaturen 950°C, 1000°C und 1050°C dargestellt.

Tabelle 15: Abgeschätzte Austenitkorngröße für die relevanten Austenitierungsbedingungen.

Eingabegrößen		Berechnung der Korngröße $dy [\mu\text{m}]$		
$t_A [s]$	$T_A [^\circ\text{C}]$	<i>mittels Programmtool</i>	<i>nach Gleichung</i>	<i>Abweichung $[\mu\text{m}]$</i>
900	950	36,9	36,8	0,1
900	1000	57,6	56,8	0,8
900	1050	88,9	87,9	1

5.3.2 Abschätzung des ZTU-Diagramms

Die in der Tabelle 15 ermittelten Austenitkorngrößen und die chemische Zusammensetzung des untersuchten Werkstoffs wurden als Eingabeparameter für die weitere Berechnung der kontinuierlichen ZTU Diagramme mit der Software JMatPro verwendet.

Im Bild 52 ist ein Beispiel für ein berechnetes kontinuierliches ZTU-Diagramm für den Werkstoff RN22VNb für die Austenitierungstemperatur 1000°C und eine Haltezeit von 900s dargestellt. Das Bild enthält Informationen über die eingegebene chemische Zusammensetzung und die Definition des Startes (0.1%) und Endes (99.9%) der einzelnen Phasenumwandlungen. Sie werden jeweils in unterschiedlichen Farben dargestellt.

Betrachtet man die Perlitstart- (Pearlite(0,1%)) bzw. die Perlitendlinien (Pearlite(99,9%)), erkennt man, dass sie sich bis in das Bainitgebiet erstrecken. Dies liegt daran, dass die Software die einzelnen Phasenumwandlungskurven getrennt voneinander berechnet.

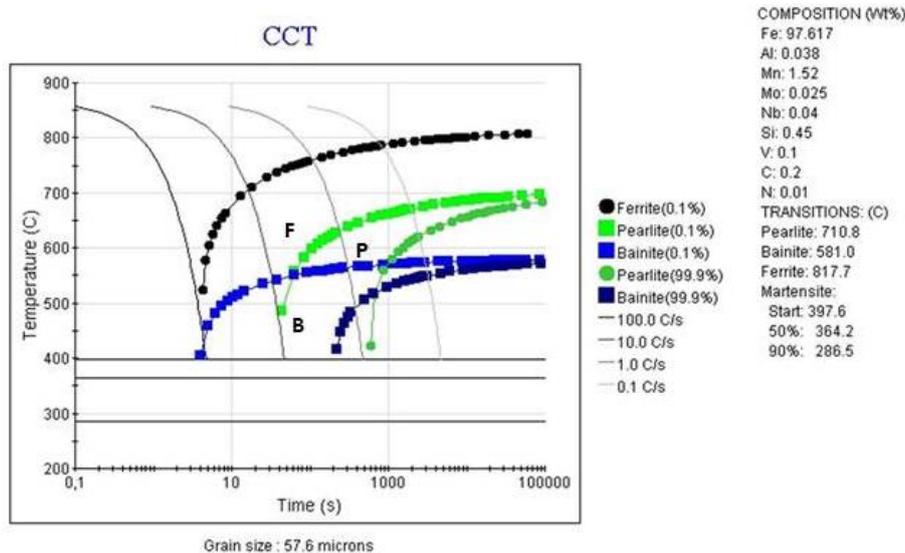


Bild 52: Mittels JMatPro berechnetes kontinuierliches ZTU-Diagramm für den Werkstoff RN22VNb; $T_A = 1000^\circ\text{C}$, $t_A = 900\text{s}$; F = Ferritgebiet, P = Perlitgebiet, B = Bainitgebiet

Der Vergleich der mittels JMatPro berechneten Ferrit-Start-Umwandlungskurve des Werkstoffs RN22VNb (blau) mit der bei voestalpine Tubulars gemessenen (schwarz) ist im Bild 53 dargestellt.

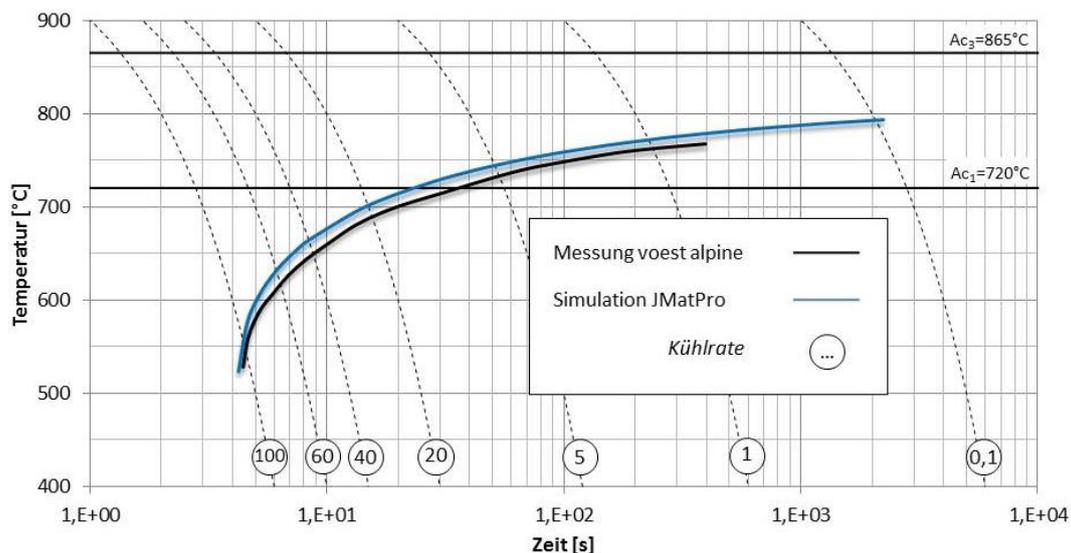


Bild 53: Vergleich zwischen mit JMatPro berechneter und im Labor gemessener Ferrit-Start-Umwandlungskurve für den Werkstoff RN22VNb ($T_A = 1000^\circ\text{C}$).

Der Einfluss der Austenitisierungstemperatur T_A auf die Phasenumwandlung der untersuchten Werkstoffe RN22VNb und RN9FL ist erkenntlich in Bild 54 und Bild 55 dargestellt. Eine Erhöhung der Austenitisierungstemperatur verschiebt die Umwandlungskurven zu längeren

Zeiten. Dies ist auf die größeren Austenitkörner und die dementsprechend kleinere volumsbezogene Oberfläche zurückzuführen.

Für den Werkstoff RN9FL sind die Ferrit- und Bainitumwandlungskurven im Vergleich zum Werkstoff RN22VNb zu höheren Temperaturen verschoben. Die Perlitumwandlungskurven jedoch sind zu niedrigeren Temperaturen verschoben, wodurch es auch zu einer Verkleinerung des Perlitgebietes kommt. Die einzelnen Phasenumwandlungskurven in den ZTU-Diagrammen sind ohne Überlappungen gezeichnet.

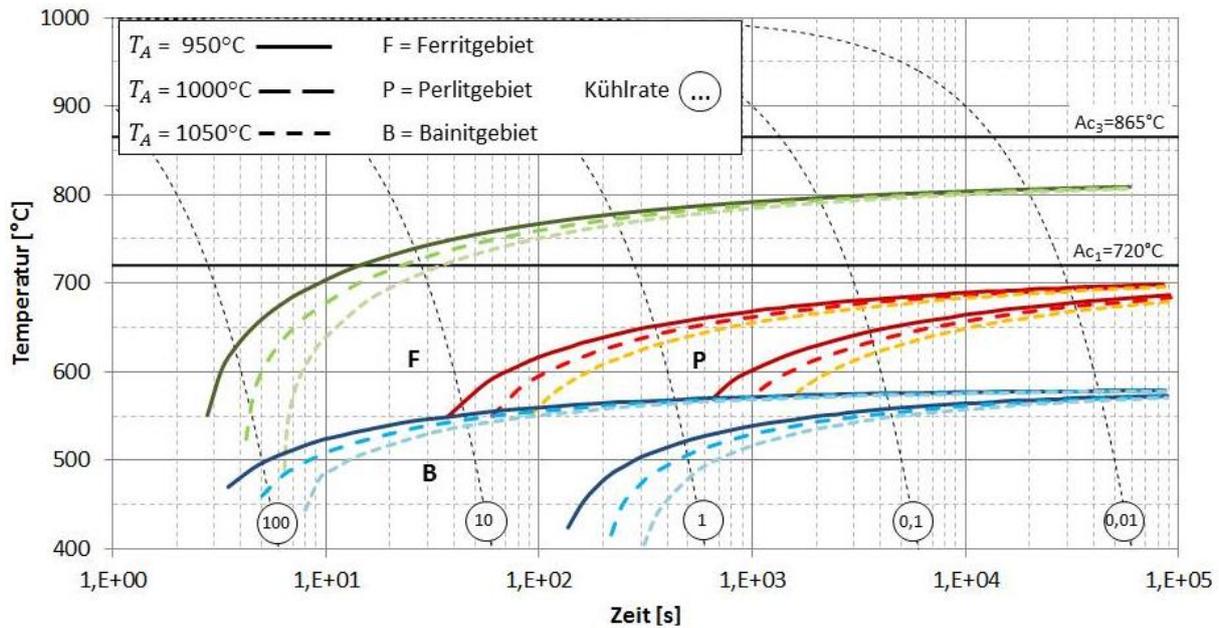


Bild 54: Einfluss der Austenitisierungstemperatur T_A auf die Phasenumwandlung des Werkstoffs RN22VNb.

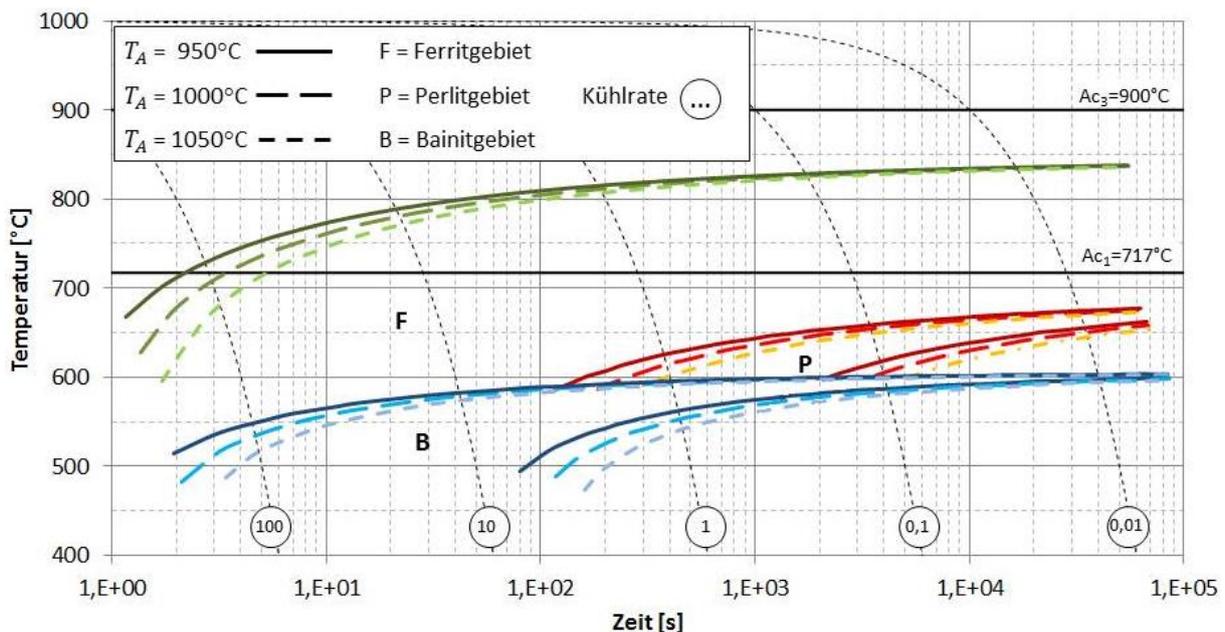


Bild 55: Einfluss der Austenitisierungstemperatur T_A auf die Phasenumwandlung des Werkstoffs RN9FL.

5.4 Ermittlung der Phasenumwandlungstemperaturen

Phasenumwandlungsprozesse beim Walzvorgang treten beim Erwärmen und Abkühlen auf. In den unten folgenden Kapiteln werden zuerst die berechneten Phasenumwandlungstemperaturen Ac_1 und Ac_3 mit experimentell bestimmten Werten verglichen und dann wird ein mathematisches Modell zur Bestimmung der Temperaturen Ar_3 und Ar_1 präsentiert.

5.4.1 Phasenumwandlungstemperaturen Ac_1 und Ac_3

Die Phasenumwandlungstemperaturen Ac_1 und Ac_3 wurden nach den im Kapitel 2.9 zusammengestellten Gleichungen (6-11) berechnet. Der Vergleich der berechneten mit den experimentell bestimmten Werten (nach der Austenitisierungstemperatur 1000°C) für den Werkstoff RN22VNb ist in Tabelle 16 aufgelistet und in Bild 56 grafisch übersichtlich dargestellt.

Tabelle 16: Ermittelte Ac_3 , Ac_{1f} und Ac_1 Temperaturen für den Werkstoff RN22VNb.

RN22VNb	$Ac_3 [^\circ\text{C}]$	$Ac_{1f} [^\circ\text{C}]$	$Ac_1 [^\circ\text{C}]$
Messwerte voestalpine Tubulars	865	---	720
Gleichungen nach H.P. Hougardy	865	764	727
Gleichungen nach J. Trzaska	828	762	730

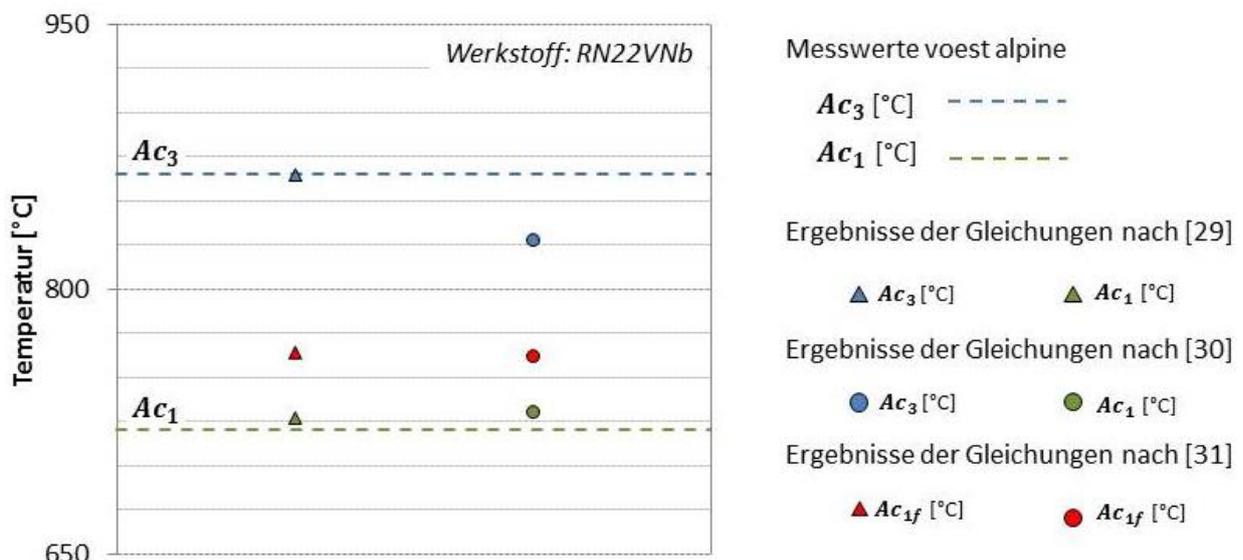


Bild 56: Vergleich der Ac-Temperaturen für den Werkstoff RN22VNb.

Die gleichen Berechnungen und der Vergleich wurden für den Werkstoff RN9FL durchgeführt, die Ergebnisse sind in Tabelle 17 aufgelistet und in Bild 57 grafisch übersichtlich dargestellt.

Tabelle 17: Ermittelte Ac_3 , Ac_{1f} und Ac_1 Temperaturen für den Werkstoff RN9FL.

<i>RN9FL</i>	Ac_3 [°C]	Ac_{1f} [°C]	Ac_1 [°C]
Messwerte voestalpine Tubulars	900	744	717
Gleichungen nach H.P. Hougardy	885	760	728
Gleichungen nach J. Trzaska	857	759	731

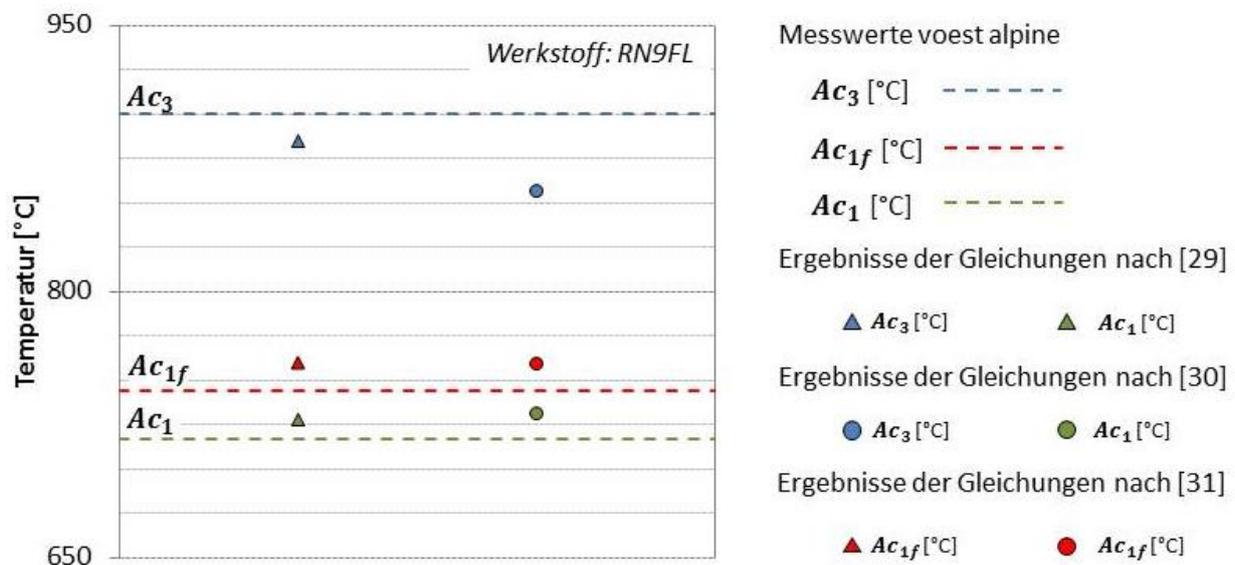


Bild 57: Vergleich der Ac-Temperaturen für den Werkstoff RN9FL.

5.4.2 Phasenumwandlungstemperatur Ar3 (Basis Modell)

Im Weiteren wurden die Berechnungen der Ar3 Temperatur mit Modellen von A. A. dos Santos und R. Barbosa [32], als auch J. Trzaska und L. A. Dobrzański [30] durchgeführt und miteinander verglichen. Die berechneten Werte für den Werkstoff RN22VNb wurden mit experimentellen Werten in einem kontinuierlichen ZTU-Schaubild grafisch dargestellt (Bild 58). In Tabelle 18 sind die Temperaturabweichungen ΔT [°C] für den Werkstoff RN22VNb zwischen berechneten und gemessenen Werten für unterschiedliche Kühlraten zusammengestellt.

Tabelle 18: Temperaturabweichung ΔT [°C] für den Werkstoff RN22VNb zwischen berechneten und gemessenen Werten für unterschiedliche Kühlraten.

Kühlrate [°C/s]	0,6	1	2	6	15	25	55	80	95	107
Gl. (12) nach [32]	75	73	75	31	99	60	103	134	160	191
Gl. (14) nach [30]	-12	-15	-17	-16	-14	-10	13	34	53	82

Die mit Gleichung (12) berechnete Ar₃ Temperatur zeigt keine gute Übereinstimmung mit den gemessenen Werten. Mit zunehmender Kühlrate wird die Unterkühlung nicht ausreichend berücksichtigt und dies führt zu hohen Abweichungen. Die Berechnung für den verwendeten Werkstoff kann mit Grenzen verbunden werden, z.B. C-Anteil des untersuchten Werkstoffes RN22VNB mit 0,2 Gwt.% liegt außerhalb des Analysebereichs von 0,04 bis 0,15 Gwt.%.

Der Vergleich der gemessenen Ferritstart-Temperaturen mit dem Ergebnis der Gleichung (14) ergibt geringere Abweichungen. Im Bereich der Kühlraten 0,6 bis 55°C/s beträgt die maximale Abweichung 17°C und erst bei höheren Kühlraten kommt es zu größeren Abweichungen. In Bild 58 wurde die Messkurve bis zur Kühlrate 0,1 durch eine gedachte Linie erweitert (Strichpunktlinie). Man erkennt, dass in Richtung niedrigeren Kühlraten (längere Zeiten) der Verlauf der Ferritstartwerte mit jener der Messung eine gute Übereinstimmung liefert. Dies führt zur Annahme, dass die in Gleichung (14) ermittelten Koeffizienten zur Gewichtung der chemischen Zusammensetzung für den untersuchten Werkstoff zutreffend sind und im Weiteren übernommen werden können.

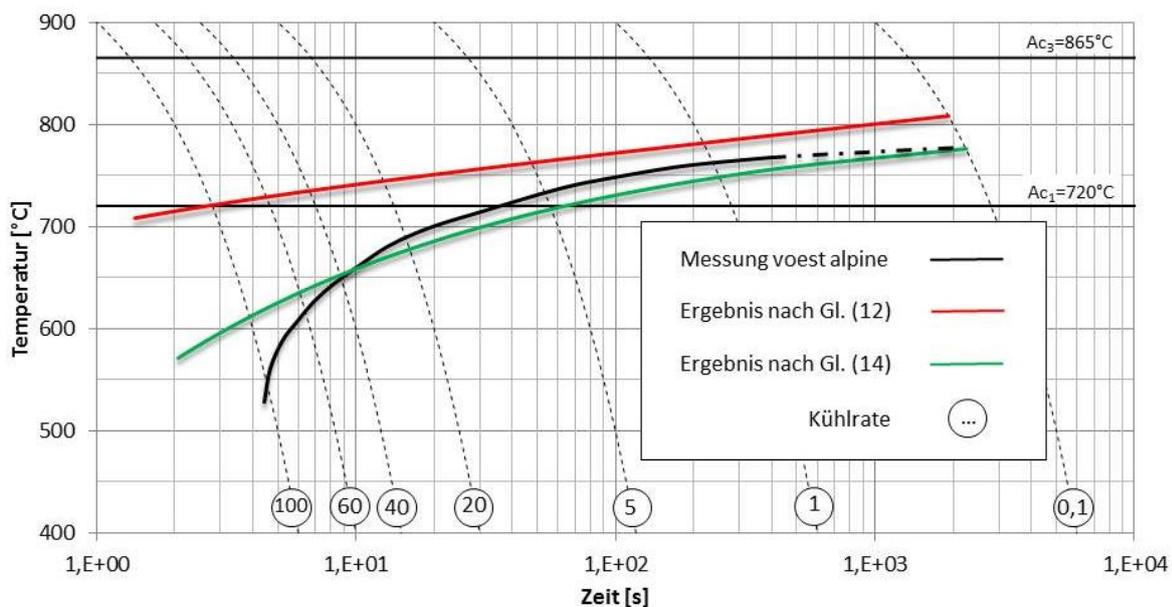


Bild 58: Vergleich der berechneten Ar₃ Temperaturen mit dem Experiment.

Um eine bessere Annäherung der durch Gleichung (12) berechneten Ar₃ -Temperaturen an die Messwerte zu erreichen, wurde der Koeffizient der T_A bzw. der Koeffizient und der Exponent der Kühlrate CR entsprechend Tabelle 19 verändert, was zu Gleichung (17) führt.

Tabelle 19: Anpassung der Koeffizienten für Ar₃ Berechnung.

		Gleichung (12)	Gleichung (17)
Austenitisierungstemperatur T_A	Koeffizient	0,02	0,04
	Kühlrate CR	62,8	24
	Exponent	0,25	0,48

$$Ar_3 [^{\circ}C] = 968,7 - 254 * C - 71 * Mn + 27,6 * Si - 30 * Cr - 44 * Ni - 54 * Mo + 95,8 * V - 0,04 * T_A - 24 * CR^{0,48} \quad (17)$$

Die Berechnungsergebnisse vom angepassten Modell sind im Bild 59 (gelb) im Vergleich mit den gemessenen Werten (schwarz) dargestellt, bzw. die Abweichungen in Tabelle 20 zusammengestellt. Es ist zu erkennen, dass erst bei hohen Kühlraten über 80°C/s die Temperaturabweichung ΔT deutlich zunimmt.

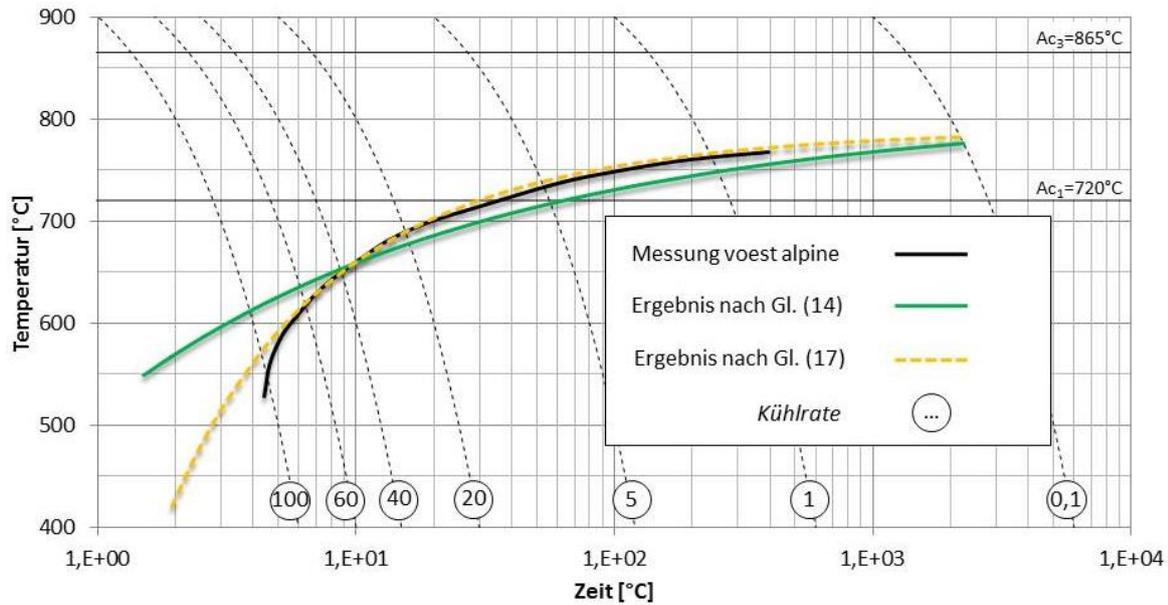


Bild 59: Berechnung der Ferrit-Start-Temperatur mit angepasstem Modell (gelb).

Tabelle 20: Temperaturabweichung ΔT [°C] bei unterschiedlichen Kühlraten.

Kühlrate [°C/s]	0,6	1	6	15	25	55	80	95	107
ΔT [°C]	4,4	3,8	6	2,5	-1,4	-0,4	5,2	53	63

5.4.3 Phasenumwandlungstemperatur Ar3 (mit Deformation)

Das Modell aus der Gleichung (15) enthält einen Deformationsterm. Der Vergleich zwischen den berechneten Werten mit den Deformationsgraden $\varphi = 0,3$ und $\varphi = 0,6$ für den Werkstoff RN22VNb und den Messungen ist grafisch im Bild 60a dargestellt. Eine weitere Variation der Deformation bis zu $\varphi = 5$ ist im Bild 60b zu sehen. Als Gleichgewichts-Transformations-Temperatur Ae_3 wurde die Ar_3 -Temperatur (865°C) gewählt. Die mittlere Korngröße wurde durch Eingabe von T_A (960°C) und t_A (900s) mittels JMatPro ermittelt und betrug $40,1\mu\text{m}$. Die Ergebnisse der Messungen mit Deformation ($\varphi = 0,3$) und ($\varphi = 0,6$) sind ebenfalls in der Abbildung ersichtlich.

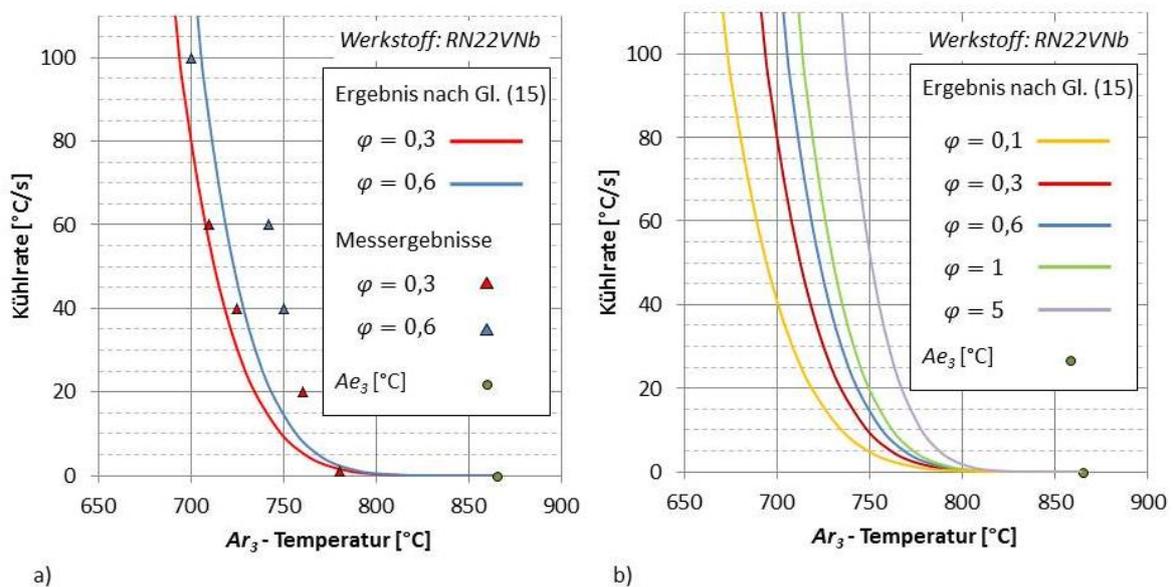


Bild 60: a) Vergleich der gemessenen und berechneten Werte bei variierten $\varphi = 0,3$ und $\varphi = 0,6$, b) Einfluss der Deformation auf die Verschiebung der Ar_3 Temperatur.

Die Abweichungen zwischen den berechneten und gemessenen Ar_3 Werten für einen variierten Deformationsgrad von $\varphi = 0,3$ und $\varphi = 0,6$ sind in der Tabelle 21 zusammengestellt.

Tabelle 21: Abweichungen zwischen den berechneten und gemessenen Ar_3 Werten für variierten Deformationsgrad $\varphi = 0,3$ und $\varphi = 0,6$.

Kühlrate	1 [$^\circ\text{C/s}$]	20 [$^\circ\text{C/s}$]	40 [$^\circ\text{C/s}$]	60 [$^\circ\text{C/s}$]	100 [$^\circ\text{C/s}$]
ΔT [$^\circ\text{C}$]: $\varphi = 0,3$	5,9	-25,8	-6,9	-2,2	---
ΔT [$^\circ\text{C}$]: $\varphi = 0,6$	---	-36,8	-21,8	-23,4	5,5

Der Einfluss der Deformation im Vergleich mit den berechneten Ferrit-Start-Temperaturen für die Deformationsgrade $\varphi = 0,3$ und $\varphi = 0,6$ ist übersichtlich in einem UZTU Diagramm im Bild 61 dargestellt.

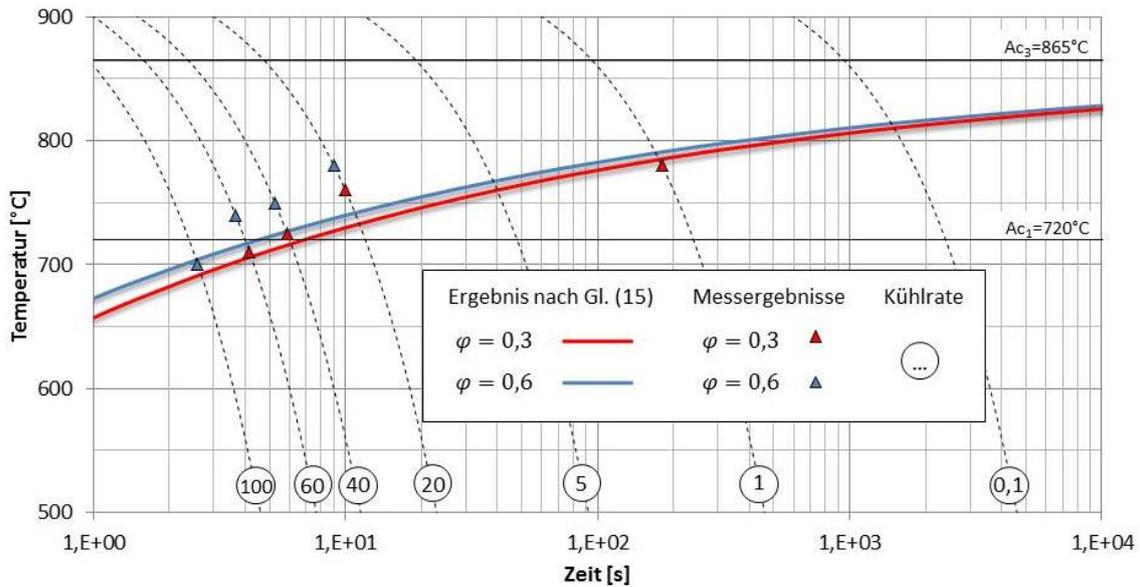


Bild 61: Vergleich der berechneten und gemessenen Ferrit-Start-Temperaturen für RN22VNb nach [32].

Für die Berücksichtigung der Deformation wurde das oben entwickelte Modell (Gleichung 17) zusätzlich mit einem Kühl-Deformations-Term ergänzt. Das neue Modell mit entsprechenden Koeffizienten ist in der Gleichung (18) definiert.

$$\begin{aligned}
 Ar_3[^\circ C] = & 968,7 - 254 * C - 71 * Mn + 27,6 * Si - 30 * Cr - 44 * Ni - 54 \\
 & * Mo + 95,8 * V - 0,04 * T_A - 24 * CR^{0,48} + 1,25 * (\ln(\varphi + 1)) \quad (18) \\
 & * (20 * CR^{0,5} + 55)
 \end{aligned}$$

Die berechneten Ar3 Temperaturen mit einer Variation der Deformation von $\varphi = 0$ bis zu $\varphi = 1$ im Vergleich mit den gemessenen Werten ist im Bild 62 zu sehen.

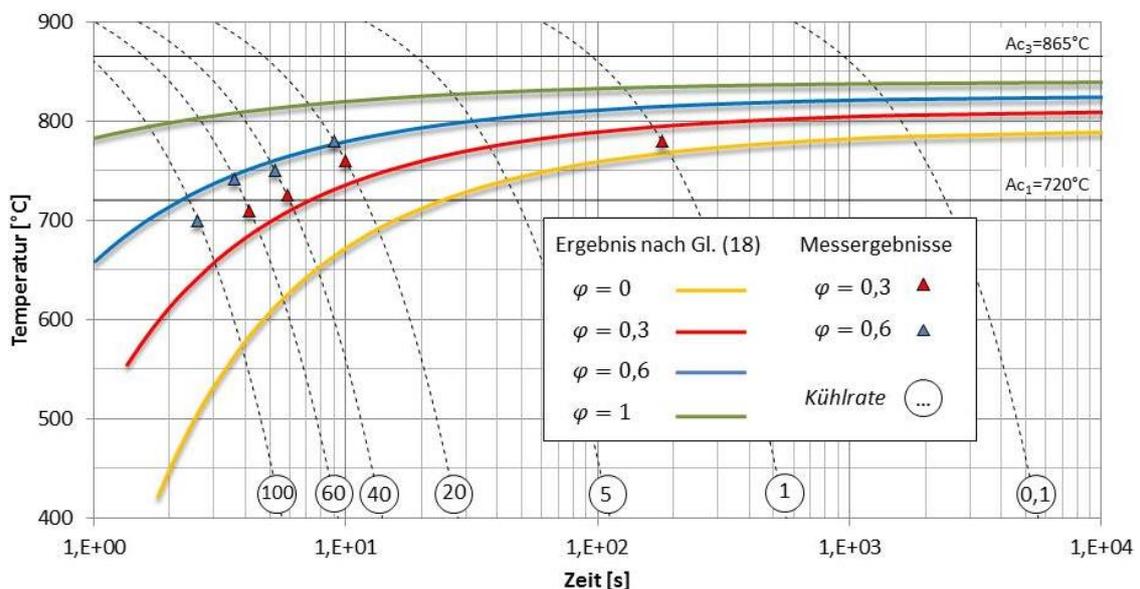


Bild 62: Berechnung der Ferrit-Start-Temperatur mit neuem Modell nach Gleichung 18.

Die Temperaturabweichungen ΔT zwischen den nach Gleichung (18) ermittelten Werten und den Messergebnissen mit variierten Deformationen von $\varphi = 0,3$ und $\varphi = 0,6$ sind in Tabelle 22 zusammengestellt.

Tabelle 22: Temperaturabweichungen ΔT [°C] zwischen den berechneten und gemessenen Werten.

Kühlrate	1 [°C/s]	20 [°C/s]	40 [°C/s]	60 [°C/s]	100 [°C/s]
ΔT [°C]: $\varphi = 0,3$	14	20,3	13,1	19,1	---
ΔT [°C]: $\varphi = 0,6$	---	2,9	9,0	3,4	21,0

6 Zusammenfassung und Überblick

Die Aufgabenstellung umfasste die Ermittlung der Einflüsse auf das Umwandlungsverhalten beim Warmwalzen am Beispiel der Produktion von nahtlosen Rohren bei voestalpine Tubulars GmbH & Co KG mithilfe eines Dilatometers. Die Analyse der dilatometrischen Kurven wurde im Zusammenhang mit lichtmikroskopischen Gefügebildungen realisiert. Die Basis der Arbeit liegt in der Bestimmung der Umwandlungspunkte A_{c1} mit A_{c3} und A_{r1} und A_{r3} .

Der Einfluss der chemischen Zusammensetzung wurde aus den Modellen von H.P. Hougardy, J. Trzaska und L. A. Dobrzański übernommen. Die berechneten Temperaturen zeigen gute Übereinstimmung für den untersuchten Werkstoff RN22VNb mit den gemessenen Werten.

Die eingebrachte Deformation führt zur Verschiebung der Umwandlungspunkte zu höheren Temperaturen und kürzeren Zeiten, der Effekt steigt mit der Zunahme der Kühlrate. Bei einer Deformation von $\varphi = 0,6$ und einer Kühlrate von 100°C/s wurde die A_{r3} Temperatur um 130°C ($570^\circ\text{C} \rightarrow 700^\circ\text{C}$) und $1,3\text{s}$ ($3,8\text{s} \rightarrow 2,5\text{s}$) verschoben. Das ergänzte Modell mit einem Kühlen-Deformations-Term zeigt eine maximale Abweichung zum Experiment von 21°C .

Mithilfe der Software JMatPro wurde der Einfluss der Korngröße abgeschätzt. Die Änderung der Austenitisierungstemperatur von 950°C zu 1050°C mit einer konstanten Haltedauer von 900s führt zu einer Korngrößenänderung von $23,7\mu\text{m}$ auf $88,9\mu\text{m}$. Die Zunahme der Korngröße führt zur Verschiebung aller Umwandlungen zu längeren Zeiten. Dieser Effekt nimmt aber mit der Zunahme der Kühlrate ab. Für den Werkstoff RN22VNb verschiebt sich bei einer Kühlrate von 100°C/s der Ferritstart-Punkt um $0,37\text{s}$ ($0,64\text{s} \rightarrow 0,27\text{s}$) und bei 10°C/s um 14s ($20\text{s} \rightarrow 16\text{s}$).

Bei der ersten Abschätzung wurde der Einfluss der Kühlrate aus dem Modell von J. Trzaska übernommen, die Koeffizienten wurden nach dem Vergleich mit den Experimenten ergänzt. Die Zunahme der Kühlrate von $0,1^\circ\text{C/s}$ bis zu 100°C/s führt zur Abnahme der Ferritstart-Temperatur um 225°C ($775^\circ\text{C} \rightarrow 550^\circ\text{C}$).

Die oben beschriebenen Zusammenhänge zeigen eine Tendenz der Entwicklung der Mikrostruktur während des Warmwalzens. Als Schwachstelle dieser Aussagen ist die Annahme der konstanten mittleren Temperatur und der Korngröße zu nennen. Die Temperatur im Rohr ist aufgrund der produzierten Rohrdicke und der einseitigen Kühlung von der Außen- zur Innenseite unterschiedlich. Die Korngröße bleibt während des mehrstufigen Warmwalzens auch nicht konstant, da Rekristallisationsvorgänge auftreten.

Im Weiteren können die erhaltenen Erkenntnisse für die Ergänzung des Modells von J. Klarner für die Voraussage der Mikrostrukturentwicklung der warmgewalzten nahtlosen Rohre verwendet werden.

7 Literaturverzeichnis

- [1] B. Schifferings, "Herstellungsverfahren für nahtlose Rohre mit kleiner und mittlerer Kapazität," *Neue Hütte*, vol. 1, pp. 12-17, 1987.
- [2] H. Wastl, "Erfahrungen bei der Herstellung nahtloser Ölfeldrohre auf einer Stoßbankanlage," *Neue Hütte*, vol. 1, pp. 18-23, 1987.
- [3] J. Klarner and B. Buchmayr, *Anwendung der thermo-mechanischen Behandlung beim Walzen von nahtlosen Stahlrohren*: Lehrstuhl für Umformtechnik, Montanuniversität Leoben, 2009.
- [4] J. Klarner, *Thermomechanische Behandlung beim Walzen von nahtlosen Stahlrohren*: Dissertation, Montanuniversität Leoben, Leoben, 2009.
- [5] J. Klarner, B. Buchmayr, and W. Rainer, "ToughTubes® – extrem feinkörnige nahtlose Stahlrohre," *Berg- und Hüttenmännische Monatshefte*, vol. 156, pp. 168-174, 2011.
- [6] J. Klarner, *Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Stahlrohren mit speziellen Eigenschaften*: Patent AT507586 A1, voestalpine Tubulars, Österreich, 2010.
- [7] J. F. Shackelford, *Werkstofftechnologie für Ingenieure. Grundlagen - Prozesse - Anwendungen*: Addison-Wesley Verlag; Auflage: 6., überarbeitete Auflage, 2005.
- [8] B. Ilschner, *Werkstoffwissenschaften und Fertigungstechnik: Eigenschaften, Vorgänge, Technologien*: Springer; Auflage: 5., neu bearb. Aufl., 2010.
- [9] www.giessereilexikon.com, *ZTU-Schaubild*, (Stand 06.02.2014).
- [10] www.metallograf.de, *ZTU-Schaubild*, (Stand 06.02.2014).
- [11] W. Weißbach, *Werkstoffkunde: Strukturen, Eigenschaften, Prüfung*: Vieweg+Teubner Verlag; Auflage: 16., überarb. Aufl., 2007.
- [12] J. D. James, J. A. Spittle, S. G. R. Brown, and R. W. Evans, "A review of measurement techniques for the thermal expansion coefficient of metals and alloys at elevated temperatures," *Measurement Science and Technology*, vol. 12, p. R1, 2001.
- [13] H. Oettel and H. Schumann, *Metallografie*: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA; Auflage: 14. überarb. u. erw. Auflage, 2004.
- [14] H. Hofmann, D. Mattissen, and T. W. Schaumann, "Advanced cold rolled steels for automotive applications," *Steel Research International*, vol. 80, pp. 22-28, 2009.
- [15] B. Buchmayer, *Einfluss der chemischen Zusammensetzung auf die Umwandlungsparameter, in Computereinsatz in der Werkstoff- und Schweißtechnik unter besonderer Berücksichtigung der Mathematischen Modellierung*: Habilitationsschrift an der TU Graz, 1991.
- [16] Y. H. Seok, *Design of Low-Carbon, Low-Temperature Bainite*: Doktor Thesis, Pohang University of Science and Technology, 2011.
- [17] J. Trzaska, A. Jagiełło, and L. A. Dobrzański, "The calculation of CCT diagrams for engineering steels," *Archives of Materials Science and Engineering*, vol. 39, pp. 13-20, 2009.
- [18] C. Ouchi, T. Sampei, and I. Kozasu, "Effect of hot rolling condition and chemical composition on the onset temperature of $\gamma \rightarrow \alpha$ transformation after hot rolling," *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, vol. 22, pp. 214-222, 1982.
- [19] F. Nürnberger, O. Grydin, M. Schaper, F. W. Bach, B. Koczurkiewicz, and A. Milenin, "Microstructure transformations in tempering steels during continuous cooling from hot forging temperatures," *Steel Research International*, vol. 81, pp. 224-233, 2010.
- [20] H. Niakan and A. Najafizadeh, "Effect of niobium and rolling parameters on the mechanical properties and microstructure of dual phase steels," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 527, pp. 5410-5414, 8/20/ 2010.

- [21] S. C. Hong and K. S. Lee, "Influence of deformation induced ferrite transformation on grain refinement of dual phase steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 323, pp. 148-159, 1/31/ 2002.
- [22] A. A. Kruglova, V. V. Orlov, and E. I. Khlusova, "Effect of hot plastic deformation in the austenite interval on structure formation in low-alloyed low-carbon steel," *Metal Science and Heat Treatment*, vol. 49, pp. 556-560, 2007.
- [23] R. Kaspar, U. Lotter, and C. Biegus, "Influence of thermomechanical treatment on the transformation behaviour of steels," *Steel Research*, vol. 65, pp. 242-247, 1994.
- [24] C. Zhang, D. Cai, Y. Wang, M. Liu, B. Liao, and Y. Fan, "Effects of deformation and Mo, Nb, V, Ti on continuous cooling transformation in Cu-P-Cr-Ni-Mo weathering steels," *Materials Characterization*, vol. 59, pp. 1638-1642, 11// 2008.
- [25] *Stahl und Eisen*, vol. 86, p. 633, 1966.
- [26] L. Li, H. Ding, L.-x. Du, J.-l. Wen, H.-m. Song, and P.-j. Zhang, "Influence of Mn Content and Hot Deformation on Transformation Behavior of C-Mn Steels," *Journal of Iron and Steel Research, International*, vol. 15, pp. 51-55, 3// 2008.
- [27] S. Kleber, *Physikalische Simulation eigenschaftsbestimmender Vorgänge beim thermomechanischen Walzen*: Dissertation, TU Graz, 1998.
- [28] A. A. Gorni, *Steel forming and heat treating (handbook)*, 2013.
- [29] H. P. Hougardy, *Werkstoffkunde Stahl (Band 1)*. Düsseldorf: Stahleisen G.m.b.H., 1984.
- [30] J. Trzaska and L. A. Dobrzański, "Modelling of CCT diagrams for engineering and constructional steels," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 192-193, pp. 504-510, 10/1/ 2007.
- [31] B. Pawłowski, "Critical points of hypoeutectoid steel prediction of the pearlite dissolution finish temperature," *Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, vol. 49, pp. 331-337, 2011.
- [32] A. A. Dos Santos and R. Barbosa, "Model for microstructure prediction in hot strip rolled steels," *Steel Research International*, vol. 81, pp. 55-63, 2010.
- [33] *Leitfaden Inbetriebnahme DIL805*: BÄHR Thermoanalyse GmbH, 2005.
- [34] K. Lange, *Umformtechnik: Handbuch für Industrie und Wissenschaft*: Springer; Auflage: 2., völlig neubearb. Aufl. , 1984.
- [35] M. Gründhammer, *Untersuchung der Umwandlungskinetik während des Warmwalzens am Beispiel der Produktion von nahtlosen Rohren*: Bachelorarbeit, TU Graz, 2011.
- [36] G. Salbert, *Metallographie - Grundlagen und Anwendung* Borntraeger, 2010.
- [37] A. Timoshenkov, C. Sommitsch, and J. Klarner, "JMatPro und seine Anwendung für die Vorhersage des Umwandlungsverhaltens von Stählen," in *2. JMatPro Anwenderkonferenz*, Kamen, Deutschland, 2012.
- [38] www.metatech.pro, "Werkstoffsimulation," (Stand 10.01.2014).
- [39] "Chapter 10 The application of CALPHAD methods," in *Pergamon Materials Series*. vol. Volume 1, N. Saunders and A. P. Miodownik, Eds., ed: Pergamon, 1998, pp. 299-408.
- [40] S. Kirkaldy and D. Venugopalan, *Phase Transformations in Ferrous Alloys: Proceedings of an International Conference*: Metallurgical Society of AIME, 1984.