



Alexander Timoshenkov, Dipl.-Ing.

Simulation der Produktion von Nahtlosrohren entlang der Prozesskette

DISSERTATION

zur Erlangung des akademischen Grades

Doktor der technischen Wissenschaften

eingereicht an der

Technischen Universität Graz

Betreuer

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

Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik

*It doesn't matter how many times you fall.
What matters is how many times you get up and get going...*

AFB

Vorwort

Diese Arbeit entstand während meiner Tätigkeit am *Christian Doppler Laboratorium für Werkstoffmodellierung und Simulation* im Rahmen eines F&E-Projektes der voestalpine Tubulars GmbH & Co KG, eingereicht am Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik an der Technischen Universität Graz.

Die Arbeit wurde im Zeitraum 2010-2014 unter der Betreuung von Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Christof Sommitsch am Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik (TU Graz) und Dipl.-Ing. Dr.mont. Jürgen Klarner (voestalpine Tubulars GmbH & Co KG) realisiert.

EIDESSTATTLICHE ERKLÄRUNG

AFFIDAVIT

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. Das in TUGRAZonline hochgeladene Textdokument ist mit der vorliegenden Dissertation identisch.

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 indicated all material which has been quoted either literally or by content from the sources used. The text document uploaded to TUGRAZ-online is identical to the present doctoral dissertation.

Datum / Date

Unterschrift / Signature

Danksagung

Mein Dank gilt der technischen Geschäftsführung der voestalpine Tubulars GmbH & Co KG, persönlich Herrn Dipl.-Ing. Wolfgang Rainer und dem Leiter der F&E Abteilung Herrn Dr. mont. Jürgen Klarner, sowie der Christian Doppler Gesellschaft für die finanzielle und fachliche Unterstützung und die Möglichkeit diese Dissertation zu verfassen.

Mein besonderer Dank gilt meinem Doktorvater Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Christof Sommitsch, dem Vorstand des Institutes für Werkstoffkunde und Schweißtechnik (IWS) an der Technischen Universität Graz, der mit seinem vielseitigen Wissen, seiner sozialen Kompetenz und zahlreichen anregenden Gesprächen sehr zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen hat.

Ich bedanke mich herzlich bei Herrn Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Ernst Kozeschnik, dem Vorstand des Institutes für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologie an der Technischen Universität Wien, für die gute Zusammenarbeit, die hilfreiche Unterstützung beim Schreiben der ersten Publikation und die Übernahme der Zweitbegutachtung dieser Dissertation.

Für die Bereitstellung des Programmes „Modified stereological correction method“ für die Auswertung der Ausscheidungsparameter nach der Analyse mit dem Transmissionselektronenmikroskop bedanke ich mich herzlich bei Herrn Prof. Dipl.-Ing. Dr.techn. Bernhard Sonderegger vom Zentrum für Werkstofftechnik, Universität Kapstadt. Mein Dank gilt auch Frau Dr.techn. Mihaela Albu vom Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz (ZFE Graz) und Herrn Dr.techn. Piotr Warczok vom Christian Doppler Laboratory for Early Stages of Precipitation (WWWT TU Wien), die sich jederzeit für fachliche Diskussionen bereit zeigten.

Für die sorgfältige Durchsicht der vorliegenden Arbeit gilt mein Dank Frau Sara Grabmeier.

Allen MitarbeiterInnen des Institutes IWS und der Firma voestalpine Tubulars GmbH & Co KG sei an dieser Stelle für Ihre Unterstützung und das gute Arbeitsklima gedankt.

Mein ganz besonderer Dank gilt meiner Familie, meinen Freunden und Frau Natalia Rozengard, die mich in dieser Zeit mit Verständnis und Rat begleiteten.

Kurzfassung

Die prozessintegrierte Kombination von Warmumformung und Wärmebehandlung beim Längswalzen hat unter dem Begriff „thermomechanisches Walzen“ in weiten Bereichen Eingang in die Herstellung von Lang- und Flachprodukten gefunden. Dieses zu den thermomechanischen Behandlungsverfahren (TMB) zählende Walzverfahren bietet erhebliches Potenzial zur Verbesserung der Produkteigenschaften bei zumeist gleichzeitiger Einsparung von Energie und Verkürzung der Prozessketten. Rohrwalzprozesse sind gegenüber Flachwalzprozessen durch eine wesentlich komplexere Umformgeschichte gekennzeichnet. Demzufolge wird im Bereich der Herstellung nahtloser Rohre das Potenzial der thermomechanischen Behandlung bislang noch nicht angemessen genutzt.

Die vorliegende Arbeit stellt grundlegende Modelle bereit, mit denen der Prozessablauf und seine Auswirkungen auf das sich lokal einstellende Gefüge für die vorgestellten Beispiele realitätsnah und zudem auf schnelle Weise simuliert werden können. Damit eignet sich das erarbeitete Simulationskonzept grundsätzlich auch für den Einsatz in der industriellen Praxis. In technologischer Hinsicht zeigen die durchgeführten Simulationen und die Ergebnisse der Verifikationsversuche, dass die geforderten Mindestanforderungen an die Korngröße sowie an die statischen Werkstoffeigenschaften mit einer optimierten, thermomechanischen Prozesskonfiguration ohne Einschränkungen erfüllt werden konnten. Insgesamt verbessert die Arbeit das Verständnis der Gefügeevo-lution beim Rohrwalzen und ermöglicht so eine bessere Umsetzung thermomechanischer Rohrwalzprozesse.

Abstract

The process-integrated combination of hot forming and heat treatment during longitudinal rolling, known as "thermomechanical rolling", has found entrance to many areas in the production of long and flat products. This rolling process, counting to the thermo-mechanical treatment process (TMB), offers significant potential to improving product characteristics while saving energy and shortening the process chain at the same time. Tube rolling processes are characterized by a much more complex forming history compared to flat rolling processes. Therefore, the potential of thermo-mechanical treatment is not yet adequately used in the production of seamless tubes.

The present work provides basic models to simulate the process flow and its impact on locally adjusting microstructure for the presented examples in a realistic and quick way as well. Thus, the developed simulation concept is basically even suitable for use in industrial practice. In technological terms, the performed simulations and the results of the verification tests show, that the claimed minimum requirements to grain size and static material properties could be achieved without restrictions by an optimized thermo-mechanical process configuration. Overall, the work improves the understanding of the microstructure evolution in tube rolling and allows because of that a better implementation of thermomechanical tube rolling processes.

Abkürzungen

Abkürzung	Bedeutung
A	Austenit
B	Bainit
CALPHAD	Calculation of Phase Diagrams
CPE	Cross rolling, Piercing and Elongating
DU	dynamische Umwandlung
DRX	dynamische Rekristallisation
ED	energie dispersiv
EDS	energie dispersives Röntgenspektrometer
EDX	energie dispersive Röntgenspektroskopie (x-ray)
EELS	Elektronenenergieverlustspektroskopie
EFTEM	energiegefiltertes Transmissionselektronenmikroskop
EPMA	Electron Probe Microanalyzer
EPT	elementare Plastizitätstheorie
F	Ferrit
FELMI-ZFE	Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz
GIF	Gatan Imaging Filter
GWKG	Großwinkelkorngrenzen
HPGe	High Purity Germanium (Detector)
HV	Vickershärte
JK	Im Produktionsmodell von J.Klarner verwendete Werte
KWKG	Kleinwinkelkorngrenzen
M	Martensit
MDRX	metadynamische Rekristallisation
N	ASTM-Zahl
NWO	Nachwärmofen
P	Perlit
PSN	Particle Stimulated Nucleation
PTC	Firma Parametric Technology Corporation
PVSS II	Prozessvisualisierungssystem
REM	Rasterelektronenmikroskop
RPTT-Diagramm	Recrystallisation Precipitation Time Temperature-Diagramm
SIBM	Strain Induced Boundary Migration
SIDU	spannungsinduzierte dynamische Umwandlung
SRCT	Static Recrystallization Critical Temperature
SRW	Streckreduzierwalzwerk
SRX	statische Rekristallisation
STEM	Rastertransmissionselektronenmikroskop
TEM	Transmissionselektronenmikroskop
TMB	thermomechanische Behandlung
WD	wellenlängendispersiv
WDS	wellenlängendispersives Röntgenspektrometer
ZTU-Schaubild	Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubild

Symbole

Symbol	Einheit	Bedeutung
A	(m ²)	Größe der Grenzfläche
Ac_1	(°C)	Beginn der Umwandlung $\alpha \rightarrow \gamma$
Ac_3	(°C)	Ende der Umwandlung $\alpha \rightarrow \gamma$ (c = chauffage)
Ae_3	(°C)	Gleichgewichts-Transformations-Temperatur
Ar_1	(°C)	Ende der Umwandlung $\gamma \rightarrow \alpha$
Ar_3	(°C)	Beginn der Umwandlung $\gamma \rightarrow \alpha$ (r = refroidissement)
A_S	(°C)	Ausscheidungsbeginn im unverformten γ -Mischkristall
A_S^D	(°C)	Ausscheidungsbeginn im verformten γ -Mischkristall
α_t	(1/°C)	thermischer Ausdehnungskoeffizient
Bf	(°C)	Bainitfinish
Bs	(°C)	Bainitstart
b	(m)	Burgers-Vektor
CR	(°C/s)	Kühlrate
dE	(eV)	Breite der Energiefenster
dL	(m)	Längenänderung
d_{dyn}	(μ m)	dynamisch rekristallisierte Korngröße
d_i	(nm)	realer Durchmesser der Ausscheidung
d_γ	(μ m)	mittlere Austenitkorngröße
d_0	(μ m)	Ausgangskorngröße von Austenit
d_m	(nm)	mittlerer Durchmesser der Ausscheidungspopulation
E_m	(eV)	mittlerer Energieverlust
F	(-)	relativistischer Faktor
F_{ab}	(N)	abstoßende Kräfte
Ff	(°C)	Ferritfinish
Fs	(°C)	Ferritstart
F_s	(N)	auf eine Ausscheidung wirkende Kraft
f_v	(-)	Volumenanteil
G	(J)	freie Enthalpie
G	(Pa)	Schubmodul
ΔG	(J)	thermodynamische Triebkraft
ΔG_{krit}	(J)	Zusatzaufwand an der Triebkraft für die Bildung kritischer Keime
\dot{G}	(μ m/s)	Wachstumsgeschwindigkeit der Keime
Δg_V	(J/m ³)	verfügbare Volumenenergie
l_0	(m)	Abstand der Atome in einem Kristallgitter
M	(m ⁴ /Js)	Beweglichkeit/Mobilität der Grenzfläche
Mf	(°C)	Martensitfinish
Ms	(°C)	Martensitstart
M_0	(m ⁴ /Js)	Mobilitätsfaktor
N_V	(1/m ³)	Anzahl der Ausscheidungen pro Volumeneinheit
\dot{N}	(1/s)	Keimbildungsgeschwindigkeit
N_s	(-)	Anzahl der auf der Korngrenzenfläche liegenden Ausscheidungen

n	(-)	Anzahl der gebildeten, stabilen Keime (ZA Simulation)
P	(N/m)	resultierende bezogene Kraft (angelegter Druck)
P_d	(N/m)	treibender Druck
P_z	(N/m)	hemmender Druck
P_n	(-)	Wahrscheinlichkeitswert für die Keimbildung
P_{rex}	(-)	Wahrscheinlichkeitswert für das Wachstum der rekristallisierten Körner
P_v	(-)	Wahrscheinlichkeitswert für die Vergrößerung
Pf	(°C)	Perlitfinish
Ps	(°C)	Perlitstart
Q	(kJ/mol)	Aktivierungsenergie
Q_{MDRX}	(kJ/mol)	Aktivierungsenergie der metadynamischen Rekristallisation
Q_{min}	(kJ/mol)	Energieminimum (Gleichgewichtszustand)
Q_n	(kJ/mol)	Aktivierungsenergie der Keimbildung
Q_{SRX}	(kJ/mol)	Aktivierungsenergie für statische Rekristallisation
R	(J/molK)	universelle Gaskonstante
R_E	(°C)	Rekristallisationsende
R_E^A	(°C)	durch Ausscheidungen verzögertes Rekristallisationsende
R_g	(μm)	Kornradius
R_S	(°C)	Rekristallisationsstart
R_S^A	(°C)	durch Ausscheidungen verzögerter Rekristallisationsstart
r	(nm)	Ausscheidungsradius
r_m	(nm)	mittlerer Ausscheidungsradius
r_{krit}	(nm)	kritischer Kornradius
rSd_max	(-)	maximale relative Schichtdicke
rSd_min	(-)	minimale relative Schichtdicke
S	(μm^2)	Bildfläche in der ZA Simulation
S_c	(μm^2)	Zellengröße in der ZA Simulation
T	(°C)	Temperatur
T_A	(°C)	Austenitisierungstemperatur
T_{nr}	(°C)	Rekristallisationsstoptemperatur
ΔT	(°C)	Unterkühlung
t	(mm)	Blechdicke bzw. Rohrwanddicke
\bar{t}	(nm)	mittlere Probendicke
t	(s)	Zeit, Belichtungszeit
t_{rex}	(s)	die Dauer der einzelnen Rekristallisationsvorgänge (zwischen φ_c und φ_s)
$t_{0,05}$	(s)	Zeit für 5% Rekristallisation
$t_{0,5}$	(s)	Zeit für 50% Rekristallisation
V	(m^3)	Volumen
V_{krit}	(m^3)	kritisches Volumen
V_V	(-)	relativer Volumensanteil der jeweiligen Population
Z	(-)	Ordnungszahl
Z	(1/s)	Zener-Hollomon-Parameter
Z_{eff}	(-)	Effektive Ordnungszahl

α	(-)	Versetzungswechselwirkungsterm
γ	(J/m ²)	Grenzflächenenergie
λ	(m)	mittlere freie Weglänge von Elektronen bei unelastischer Streuung
v	(μ m/s)	Korngrenzengeschwindigkeit
ρ	(1/m ²)	Versetzungsdichte
ρ_c	(1/m ²)	Kritischer Wert der Versetzungsdichte, ab welchem DRX auftritt
ρ_{def}	(1/m ²)	Versetzungsdichte eines deformierten Korns
ρ_{rex}	(1/m ²)	Versetzungsdichte eines rekristallisierten Korns
ρ_0	(1/m ²)	Anfängliche Versetzungsdichte eines nicht verformten Korns
σ	(MPa)	Fließspannung
σ_c	(MPa)	Kritische Fließspannung
σ_p	(MPa)	Fließspannungsspeak/-maximum
σ_{prec}	(MPa)	Ausscheidungshärtung
σ_s	(MPa)	Stationäre Fließspannung
τ	(N)	Energie einer Stufenversetzung pro Längeneinheit
φ	(-)	Verformungsgrad, Umformgrad
φ_p	(-)	Der Umformgrad, der dem Fließspannungsspeak entspricht
φ_c	(-)	Kritischer Umformgrad zur Initiierung der dynamischen Rekristallisation
φ_s	(-)	Beginn des stationären Verformungsbereichs
$\dot{\varphi}$	(1/s)	Verformungsgeschwindigkeit

Inhaltsverzeichnis

1	Einführung	1
2	Ziele der Arbeit	2
3	Grundlagen.....	3
3.1	Beschreibung des Rohrwalzwerkes	3
3.2	Berechnungsmodell	5
3.3	Rekristallisation	8
3.3.1	Grundlagen	8
3.3.2	Einfluss der Mikrolegierungselemente	14
3.3.3	Modelle	17
3.3.4	Korngrenzengeschwindigkeit der rekristallisierten Körner.....	21
3.4	Phasenumwandlung	23
3.4.1	Grundlagen	23
3.4.2	Experimentelle Ermittlung der Phasenumwandlungspunkte.....	28
3.4.3	Einfluss der chemischen Zusammensetzung	29
3.4.4	Einfluss der Umformung	30
3.4.5	Einfluss der Korngröße.....	31
3.4.6	Einfluss einer beschleunigten Abkühlung	32
3.4.7	Modelle zur Ermittlung der A_{r3} -Temperatur.....	32
3.5	Ausscheidungen	33
3.5.1	S, P – Begleitelemente.....	33
3.5.2	Mn, V, Al – Legierungselemente	34
3.5.3	Nb, Ti – Mikrolegierungselemente.....	35
3.5.4	Ausscheidungen und Phasenumwandlung	36
3.5.5	Analyse von kompliziert aufgebauten Gefügen	37
3.5.6	Quantitative Auswertung der Ausscheidungsparameter.....	38
3.6	Computersimulation.....	38
3.6.1	Zellulare Automaten für die Modellierung der dynamischen Rekristallisation	38
3.6.2	JMatPro für die Modellierung der Umwandlungskinetik.....	39
3.6.3	Thermodynamische Berechnung der Ausscheidungskinetik mittels MatCalc	39
3.6.4	Berechnung der Mikrostrukturentwicklung mittels Mathcad.....	40
4	Versuchsdurchführung	41
4.1	Versuchswerkstoffe	41
4.2	Versuchsanlagen	41
4.2.1	Dilatometrische Untersuchungen	41

4.2.2	Rasterelektronenmikroskop (JXA-8200 SuperProbe)	42
4.2.3	Transmissionselektronenmikroskop (Philips CM20/STEM)	43
4.3	Versuchsmethoden und Auswerteverfahren	44
4.3.1	Umwandlungskinetik (Dilatometer)	44
4.3.2	Fließkurven mit dynamischem Rekristallisationsverhalten (Dilatometer)	46
4.3.3	Lichtmikroskop	46
4.3.4	Rasterelektronenmikroskop	46
4.3.5	Transmissionselektronenmikroskop	47
4.3.6	Ermittlung von Ausscheidungsparametern mittels TEM/EFTEM	51
5	Simulation	56
5.1	Umwandlungskinetik mittels JMatPro	56
5.2	Ausscheidungskinetik mittels MatCalc	56
5.3	ZA-Modell	57
6	Ergebnisse	59
6.1	Experimente	59
6.1.1	Umwandlungskinetik (Dilatometer)	59
6.1.2	Fließkurven mit dynamischem Rekristallisationsverhalten (Dilatometer)	61
6.1.3	Lichtmikroskop	62
6.1.4	REM	66
6.1.5	TEM	67
6.2	Simulation	73
6.2.1	Umwandlungskinetik	73
6.2.2	Ausscheidungskinetik	76
6.2.3	Rekristallisation	82
6.2.4	Rekristallisation mit ZA	84
7	Diskussion	88
7.1	Experimente	88
7.1.1	Lichtmikroskopie	88
7.1.2	REM	88
7.1.3	TEM	88
7.1.4	Phasenumwandlung	88
7.2	Simulation	90
7.2.1	Numerische Simulation der Ausscheidungskinetik	90
7.2.2	Modellierung der Phasenumwandlung	91
7.2.3	Analytischer Ansatz zur Beschreibung der dynamischen Rekristallisation	92

7.2.4	Modellierung der dynamischen Rekristallisation mit ZA	92
8	Übertragung der erreichten Ergebnisse in das Produktionsmodell.....	93
9	Zusammenfassung	98
10	Anhänge	99
10.1	EDX Analyse.....	99
10.2	Ausscheidungsparameter.....	103
10.3	Routine für die Phasen-Analyse.....	111
10.4	Thermomechanischen Eigenschaften.....	112
10.5	Restliche REM-Mapping Bilder (JXA-8200 SuperProbe).....	114
10.6	MatCalc Skript	116
11	Abbildungsverzeichnis	121
12	Tabellenverzeichnis	124
13	Literaturverzeichnis	125

1 Einführung

In der Umformtechnik unterscheidet man hinsichtlich der Bearbeitungstemperatur zwei verschiedene Umformprozesse: Warm- und Kaltwalzen. Beim Walzen nahtloser Stahlrohre handelt es sich um Warmwalzen. Parallel treten mit höheren Temperaturen verbundene Prozesse wie Zunderbildung, Dichteänderung, Rekristallisation, Kornwachstum, Ausscheidungsbildung, Phasenumwandlung und Versetzungsbewegung 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 Arbeit stellt verschiedene Modellierungsansätze zur Beschreibung der Mikrostrukturentwicklung bzw. der Prozesse wie Rekristallisation, Phasenumwandlung, Ausscheidungskinetik und ihren Wechselwirkungen in einem typischen C-Mn-mikrolegierten Stahl dar, am Beispiel der Rohr-Produktion bei voestalpine Tubulars in Kindberg.

Die Phasenumwandlung wird während der thermomechanischen Behandlung untersucht. Es wird ein Vergleich zwischen dem kontinuierlichen Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm (ZTU) des Werkstoffes ohne Deformation und dem DZTU-Diagramm (Deformation-ZTU-Diagramm) nach ein- und mehrstufiger Verformung dargestellt. Die dilatometrischen Versuche wurden mit einem Hochgeschwindigkeitsumformungs-Dilatometer DIL 805A/D von Bähr durchgeführt. Die Ferrit-Starttemperatur wurde mit der Software JMatPro simuliert. Die Bainit- und Martensit-Starttemperaturen wurden mit empirischen Ansätzen aus der Literatur ergänzt.

Die Arbeit bietet Ansätze zur Beschreibung der dynamischen Rekristallisation mit Zellularen Automaten (ZA) während der thermomechanischen Behandlung. Das entwickelte probabilistisch-basierte Modell integriert die Wirkungen der einzelnen metallurgischen Phänomene beim Warmwalzverfahren wie Warmverformung, dynamische Rekristallisation (DRX) und Ausscheidungszustand, wobei auch die Verzögerungswirkung der Ausscheidungen miteinbezogen wird. Die Kinetik der Ausscheidungen (Nb, Ti) (C, N) wurde mit dem Softwarepaket MatCalc simuliert und die Ergebnisse wurden mit den durch Transmissionselektronenmikroskopie erhaltenen experimentellen Daten validiert. Die Simulationsergebnisse wurden für die Optimierung der Mikrostruktur und der Eigenschaften der untersuchten Stähle eingesetzt.

2 Ziele der Arbeit

In der vorliegenden Arbeit soll ein bei voestalpine Tubulars vorhandenes und in Mathcad beschriebenes Modell für die Vorhersage des Gefüges und der mechanischen Eigenschaften erweitert werden. Die Modellierung betrachtet einen großen Teil der produzierten Stähle, wobei die Experimente auf Basis von drei Stählen und zwei ausgewählten Dimensionen (minimale und maximale) durchgeführt werden sollen. Die Übertragung auf andere Werkstoffe erfolgt im Rahmen des Anwendungsbereiches der eingesetzten Modelle als Funktion der chemischen Zusammensetzung und der Umformparameter. Das erweiterte Modell soll über die Module zur Beschreibung der Deformation, Rekristallisation, Ausscheidungskinetik und Phasenumwandlung unter der Berücksichtigung der Wechselwirkungen zur Einstellung der benötigten mechanischen Eigenschaften verfügen. Die Ziele und Lösungen wurden wie folgt definiert:

Verformungsmodell

Das vorhandene Modell mit einer berechneten mittleren Deformation im Kaliber soll durch eine lokale Verteilung der Deformation ersetzt werden.

Es wird ein auf Basis der Elementaren Plastizitätstheorie (EPT) entwickeltes Modell präsentiert. Das Modell ermöglicht die Berechnung der Deformation und der Spannungsverteilung unter vordefinierten tribologischen Bedingungen als Funktion des Winkels zum Kaliberzentrum (Walzachse).

Rekristallisation

Innerhalb der Arbeit sollen die Zusammenhänge zwischen Ausscheidungskinetik und Rekristallisationsprozessen bestimmt werden. Aufgrund der ermittelten Werte sollen die Vorschläge für die Optimierung der Mikrolegierung und der Einstellungen im Walzprozess erfolgen.

Es wird ein Modell für die Berechnung der dynamischen Rekristallisation unter der Berücksichtigung der vorhandenen Ausscheidungen präsentiert. Die Ausscheidungskinetik wird mit der Software MatCalc berechnet und mit den experimentellen TEM-Daten validiert. Eine Visualisierung wird in zellulären Automaten mittels Java programmiert. Als Ergebnis entsteht ein Simulationsprogramm, das die Keimbildung, das Kornwachstum und die Vergrößerung der rekristallisierenden Körner zeit- und orts aufgelöst behandeln kann.

Ausscheidungskinetik

Es sollen die Einflüsse der eingesetzten Rohrschnellkühlung auf die Ausscheidungskinetik innerhalb der betrachteten Mikrolegierungskonzepte festgestellt werden.

Die REM- und TEM-Untersuchungen erfolgen an einem Werkstoff S1 und vier Zuständen: minimale, maximale Rohrdimension und mit als auch ohne Rohrschnellkühlung. Für die definierten Prozessparameter werden die MatCalc-Berechnungen durchgeführt, ausgewertet und diskutiert.

Umwandlungsverhalten

Das vorhandene Modell mit den berechneten Ar_3 - und Ac_3 -Werten als Funktion der chemischen Zusammensetzung soll die zusätzlichen Einflüsse wie Deformation und Abkühlbedingungen berücksichtigen.

Es wird ein empirisches Modell aufgrund der durchgeführten dilatometrischen Untersuchungen präsentiert und mit den in der Software JMatPro abgeschätzten Werten verglichen.

3 Grundlagen

Ein Rohr ist ein länglicher Hohlkörper, dessen Länge in der Regel wesentlich größer als sein Querschnitt ist. Rohre besitzen im Allgemeinen einen kreisrunden Querschnitt, welcher für die gebräuchlichsten Anwendungsfälle die optimale Bauform darstellt. Zur Verwendung als statisches Element mit erhöhter Steifigkeit werden sie auch mit rechteckigen, ovalen und anderen Querschnitten hergestellt [1]. Rohre werden für folgende Funktionen genutzt:

- als Transportweg in einer Rohrleitung für Flüssigkeiten, Gase oder rieselfähige Festkörper
- als konstruktives Element im Maschinenbau, zum Beispiel als Achsen oder Wellen
- als statisches Element, zum Beispiel in Form eines Gitterrahmens

Rohre werden aus den unterschiedlichsten Werkstoffen gefertigt z. B. aus Stahl, Keramik, Leichtmetall oder Kunststoff. Metallrohre werden heutzutage entweder mit einer geschweißten Naht oder nahtlos hergestellt. Nahtlose Rohre haben ihren Schwerpunkt bei Rohren mit großen Wanddicken und einem Verhältnis von Wanddicke zu Durchmesser von circa 1:6. Während im mittleren Bereich sowohl geschweißte als auch nahtlose Rohre vertreten sind, gibt es bei dickeren Wänden einen Bereich, in dem das Nahtlosrohr nicht vom Schweißrohr ersetzt werden kann. Nicht ersetzt werden kann das Nahtlosrohr auch bei jenen Werkstoffen, die in Schweißanlagen nicht eingesetzt werden können. Des Weiteren können Schweißrohre nicht für besondere Anwendungszwecke verwendet werden, in denen Nahtlosrohre z. B. aus Sicherheitsgründen eingesetzt werden [2].

Üblicherweise haben nahtlose Rohre für die genannten Verwendungszwecke Außendurchmesser zwischen etwa 4 und 600 mm sowie Rohrwanddicken zwischen etwa 0,50 und 60 mm. Der kleinste mit Warmwalzverfahren heute erreichbare Außendurchmesser beträgt etwa 18 mm bei einer Wanddicke von 2 mm. Kleinere Rohrabmessungen lassen sich durch Kaltwalzen oder Kaltziehen herstellen. Das Patent auf das erste Verfahren zur Herstellung nahtloser Stahlrohre erhielten 1885 die Brüder Mannesmann [3].

3.1 Beschreibung des Rohrwalzwerkes

Es gibt eine Vielzahl von Verfahren zur Herstellung nahtloser Stahlrohre. Alle haben als gemeinsames Merkmal eine Fertigung in drei Arbeitsgängen. Im ersten Arbeitsgang erfolgt das Lochen der massiven Blöcke, im zweiten werden die erzeugten Hohlblöcke gestreckt und im dritten wird die Lupe über einen Reduziervorgang auf die gewünschte Fertigabmessung gewalzt. In modernen Rohrwalzwerken mit hohen Leistungen und hohen qualitativen Anforderungen reduzieren sich die eingesetzten Walzverfahren auf kontinuierlich betriebene Längswalzverfahren mit einem Schrägwalzwerk als Lochaggregat. Bei voestalpine Tubulars werden die Rohre mit einer CPE-Stoßbankanlage, einer Kombination aus Schrägwalzwerk und Stoßbank, hergestellt. Im Bild 3-1 sind die wesentlichen Messstellen dargestellt. Für die Online-Beobachtung der Herstellung wird ein Prozessvisualisierungssystem (PVSS II) verwendet.

Vormaterial

Das Vormaterial für die Rohrfertigung sind Stranggussblooms mit einem Durchmesser von 230 mm. Die Teilung der Blooms in die benötigten Blockmassen zwischen 200 und 660 kg erfolgt durch zwei Hartmetall-Blocksägen bzw. durch eine Knüppelschere.

rer Einwirkung der Umformkraft über die Dornstange auf den Werkstoff. Abhängig von der zu walzenden Fertigtrohrdimension werden die zwei Dornstangendurchmesser, 130 mm und 160 mm, auf der Stoßbank verwendet. Die Wanddicken der gewalzten Rohrluppen betragen je nach Fertigungsprogramm 3 bis 20 mm. Nach der Umformung auf der Stoßbank muss die Rohrluppe durch ein Lösewalzwerk mit Ausziehvorrichtung von der Dornstange gelöst werden.

Erwärmung der Rohrluppen im Nachwärmofen

Um den abschließenden dritten Umformschritt im Streckreduzierwalzwerk realisieren zu können, werden die Rohrluppen aus kosten-, anlagen- und werkstofftechnischen Gründen im Nachwärmofen auf bis zu 1050°C wiedererwärmt. Der Ofen ist als Hubbalkenofen mit Deckenbeheizung ausgeführt. Nach dem Austrag wird die Rohrluppenoberfläche mit Presswasser mit einem Druck von 200 bar entzündert.

Fertigabmessung im Reduziervorgang – Streckreduzierwalzwerk

Der letzte und dritte Verformungsschritt erfolgt im 28-gerüstigen Streckreduzierwalzwerk. Der Außendurchmesser des Rohres wird durch eine Reihe von Kalibern mit abnehmenden Durchmessern auf das gewünschte Fertigmaß reduziert. Die Walzkaliber sind generell in einer Dreiwälzenanordnung ausgeführt. Der Antrieb der Walzgerüste erfolgt durch einen 3-Motoren-Gruppenantrieb. Die Umformung erfolgt dabei ohne Innenwerkzeug. Zur Abdeckung des gesamten Erzeugungsprogramms werden drei Kaliberreihen abhängig vom Wanddicken-Durchmesser-Verhältnis des Fertigtrohrs eingesetzt. Die Kaliberreihen unterscheiden sich in der Durchmesserabnahme und in der Ovalität der Kaliber. Aus Gründen der Rohrqualität und der Bauteilbelastbarkeit bleibt die Außendurchmesserreduktion im Allgemeinen auf maximal ca. 10 % beschränkt.

Rohrschnellkühlung nach dem Streckreduzierwalzwerk

Um die thermomechanische Behandlung bei der Rohrherstellung ausführen zu können, wurde bei voestalpine Tubulars eine Rohrschnellkühlung nach dem Streckreduzierwalzwerk installiert. Sie hat das Hauptziel, durch die gezielte Walzendtemperatur beim Streckreduzieren und der angepassten Abkühlung der Walzader nach dem Streckreduzierwalzwerk, eine Umwandlung des Austenits in einer sehr großen Bandbreite zum Mehrphasen-Gefüge mit feiner Struktur zu ermöglichen.

3.2 Berechnungsmodell

Systemdefinition und -analyse

Das Ziel des entwickelten mathematischen Modells ist eine schnelle Vorhersage der mechanischen Eigenschaften eines warmgewalzten nahtlosen Rohres. Dafür müssen zunächst die Einflussfaktoren auf die mechanisch-technologischen Eigenschaften von gewalzten nahtlosen Stahlrohren untersucht bzw. erarbeitet werden. Zu diesem Zweck hat Klärner [4] eine umfassende Systemanalyse durchgeführt. Es wurde der gesamte Rohrwalzprozess mit allen darin befindlichen Umformaggregaten samt Werkzeugen, Erwärmungsanlagen und den dazwischen liegenden Transportvorgängen betrachtet. Im Bild 3-2 sind die Einflussfaktoren auf die Bildung der mechanisch-technologischen Eigenschaften in Form eines Ursachen-Wirkungs-Diagramms zusammengefasst.

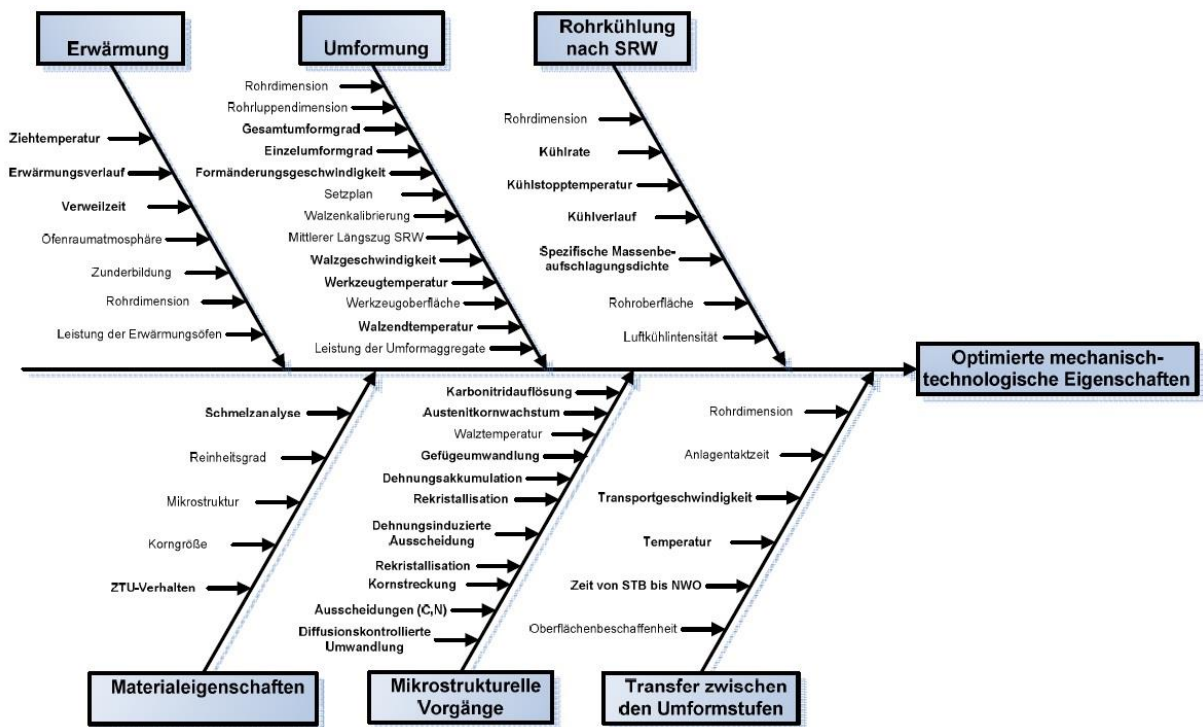


Bild 3-2: Ursachen-Wirkungs-Diagramm der Einflussfaktoren auf die optimierten mechanisch-technologischen Eigenschaften beim Walzen von nahtlosen Stahlrohren [4].

Die Faktoren des dargestellten komplexen Systems wurden entsprechend in Erwärmung, Umformung, Kühl- und Transportvorgänge, mikrostrukturelle Vorgänge und Materialeigenschaften kategorisiert. Es ist anzumerken, dass nicht alle Einflussfaktoren veränderbar sind. Die Materialeigenschaften und die Rohrdimension sind produktbezogen und können dadurch nur sehr begrenzt beeinflusst werden. Die Änderung der Walzenkalibrierung und der Setzpläne ist mit zusätzlichen Aufwänden verbunden und kann als schwer beeinflussbar betrachtet werden. Der größte Freiheitsgrad ergibt sich in der Produktion durch die Temperaturführung, welche über die Erwärmungs-, Transport- und Kühlprozesse, sowie die Werkzeugkontaktzeiten beeinflusst wird.

Modellierungskonzept

Basierend auf der oben beschriebenen Systemanalyse kann der Prozess des Walzens nahtloser Rohre in einem Prozessmodell abgebildet werden. Ausgangspunkt für das Modell ist der erwärmte Block aus dem Drehherdofen. Das Endergebnis sind die mechanisch-technologischen Eigenschaften am Fertigprodukt. Das Grundkonzept des Produktionsprozesses besteht in einem modularen Prozessmodell mit kurzen Berechnungszeiten und ist im Bild 3-3 dargestellt.

Im Modell sind die Umformprozesse und die Temperaturentwicklung über die Zeit physikalisch korrekt abgebildet [4] und diese dienen als Basis zur Beschreibung der mikrostrukturellen Vorgänge während der Warmumformung, im Speziellen zur Umsetzung der thermomechanischen Behandlung im Rohrwalzprozess.

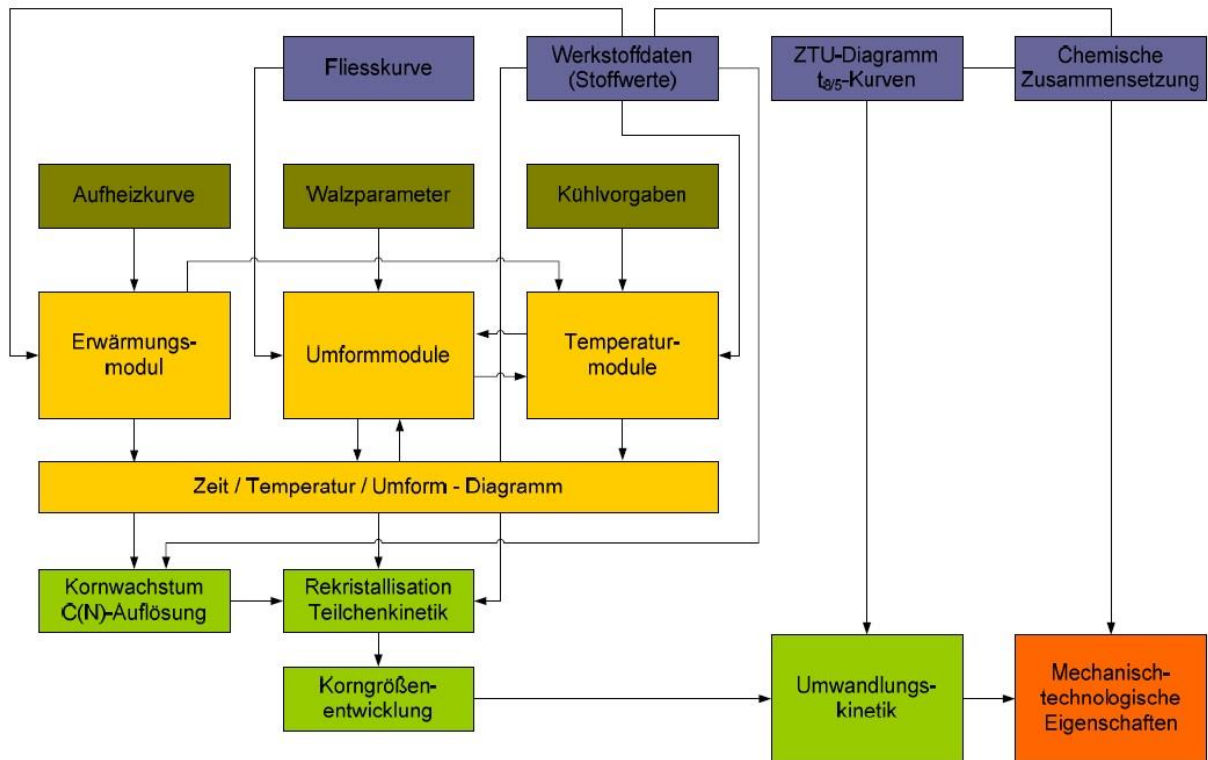


Bild 3-3: Struktur des Prozessmodells zum Rohrwalzen [4].

Programmiersprache und Vernetzung

Zum Ergänzen des von Klarner [4] entwickelten Prozessmodells wurde das Softwarepaket „Mathcad“ verwendet. Die Dateneingabe und -ausgabe erfolgt über Microsoft® Office Excel, ebenso die Datenübergabe zwischen den einzelnen Mathcad-Berechnungsmodulen. Der Berechnungsablauf für einen Simulationsdurchlauf wurde ohne Änderung übernommen und ist im Bild 3-4 dargestellt.

Wie aus dem Bild zu erkennen ist, werden nach der Definition der Basiswerte Material, Eingangsmasse des Blocks und Endgeometrie die Setzpläne ermittelt. Sie dienen im Weiteren unter Bekanntgabe der thermo-physikalischen Parameter wie Materialdichte, Wärmeleitfähigkeit und spezifische Wärmekapazität zur Berechnung des Temperaturprofils über die Produktionskette. Ein wichtiger Aspekt liegt in der Ermittlung der Fließspannung. Dafür werden die Koeffizienten für die Hensel-Spittel-Gleichung für die vorliegende chemische Zusammensetzung aus einer Datenbank bezogen. Der modulare Aufbau des Programms erleichtert den Überblick, reduziert die Berechnungszeit und ermöglicht eine einfache Kontrolle der berechneten Zwischenwerte. Die relevanten Werte werden in einzelnen Excel-Dateien gespeichert.

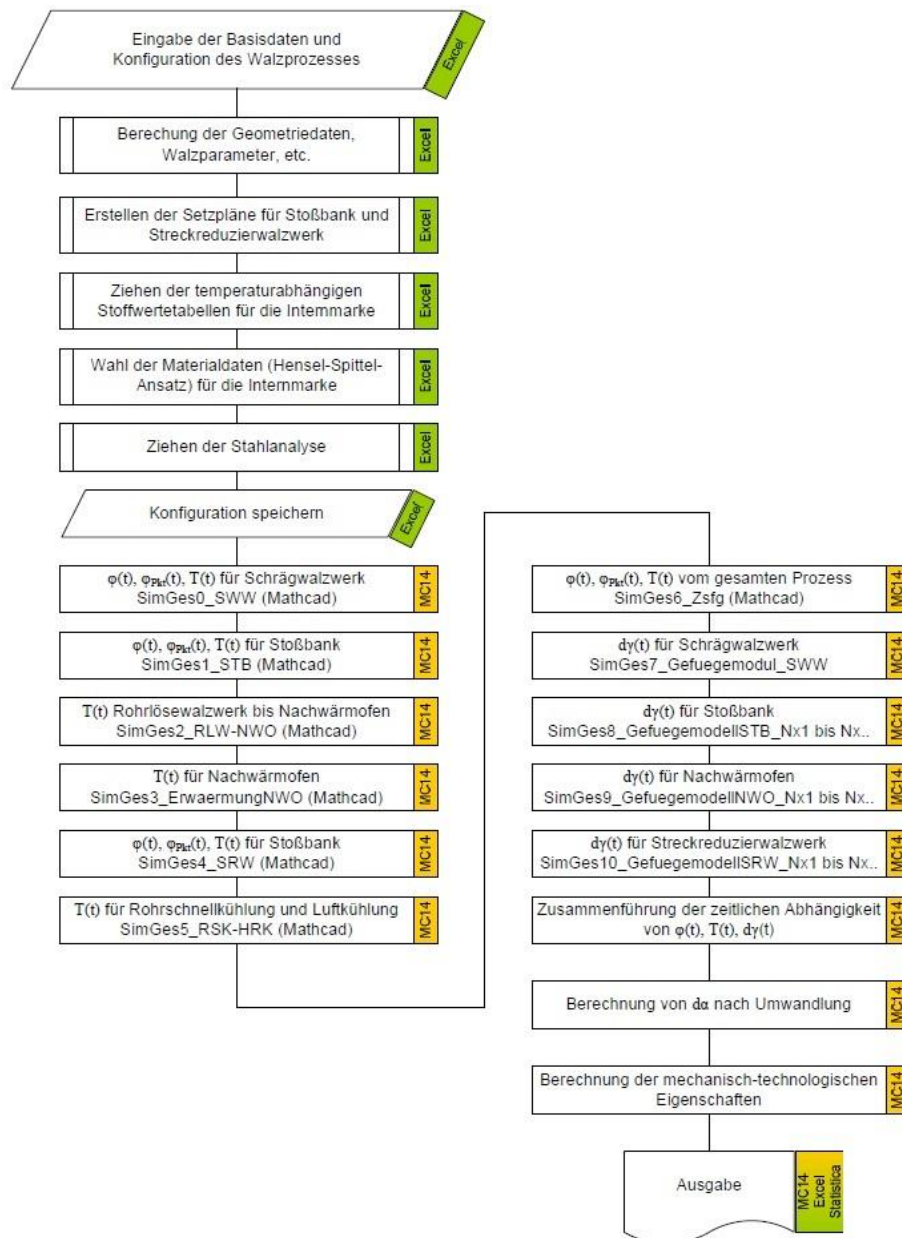


Bild 3-4: Flussbild der Berechnungsabfolge einer vollständigen Simulation [4].

3.3 Rekristallisation

3.3.1 Grundlagen

Das Gefüge eines kristallinen Körpers im engeren Sinne ist definiert als die Verteilung von Größe und Orientierung seiner Kristallite. Diese können zu einer oder mehreren Phasen gehören. Während der Umformung eines solchen Körpers wird seine freie Energie durch das Einbringen von Fehlstellen, wie Versetzungen und Grenzflächen, erhöht. Makroskopisches Kennzeichen der eingebrachten Verformungsenergie ist u. a. eine Verfestigung des Körpers (Werkstoffs). Dieser Energieüberschuss bleibt auch bei Entfernung der äußeren Verformungskräfte erhalten. Bei höheren Temperaturen starten die Prozesse, die zum Ausheilen der Gitterfehler führen. So kommt es zu einer Veränderung der Mikrostruktur, die sich makroskopisch als Wiederherstellung der Eigenschaften des unverformten Körpers äußert. Bei niedrigeren Temperaturen zeigt sich eine sehr langsame Kinetik [6].

Im gewalzten Zustand können zwei grundsätzliche Mechanismen auftreten. Zum einen werden überall im Gefüge Versetzungen ausgelöscht (annihiliert) und teilweise bilden sich auch Anordnungen verminderter Verzerrungsenergie wie Zellen und Subkorn Grenzen (umarrangiert). Dieser Vorgang wird als Erholung (Versetzungsausheilung) bezeichnet.

Zum anderen entstehen bei ausreichend hoher Verformung und genügend hohen Temperaturen an verschiedenen Stellen innerhalb des verformten Gefüges neue, versetzungsfreie und wachstumsfähige Rekristallisationskeime (Körner). Sie wachsen in eine Umgebung von höherer Verzerrungsenergie hinein, bis sie aneinander stoßen und das zuvor verformte Gefüge vollständig aufgezehrt haben. Dieser Vorgang wird als *primäre Rekristallisation* bezeichnet. Bei der Rekristallisation läuft die Gefügeneubildung durch die Erzeugung und Bewegung von Großwinkelkorn Grenzen ab. Doherty u. a. [7] definieren die Rekristallisation als:

"... die Anordnung einer neuen Kornstruktur in einem verformten Material durch die Anordnung und die Migration der hohen Winkel-Kristallgrenzen gefahren durch die gespeicherte Energie der Deformation. Hohe Winkelgrenzen haben eine Missorientierung größer als $10-15^\circ$ "

Bei der Rekristallisation handelt es nicht um eine klassische Keimbildung. Vielmehr bilden im Gefüge bereits vorhandene Substrukturen den Ausgangspunkt für einen entstehenden Keim. Damit dieser Prozess erfolgreich ist, müssen drei Kriterien erfüllt sein:

- ✓ Thermodynamische Instabilität: der Keim muss eine kritische Größe besitzen.
- ✓ Mechanische Instabilität: es muss eine gerichtete, treibende Kraft für die Keimbildung vorhanden sein.
- ✓ Kinetische Instabilität: der Keim muss eine bewegliche Grenzfläche haben.

Die ersten beiden Kriterien sind in einem ausreichend stark umgeformten Werkstoff meist erfüllt. Dabei stellt die erhöhte Versetzungsdichte eine hinreichende Kraft dar und weist aufgrund lokaler Schwankungen auch eine Vorzugsrichtung auf.

Der Versuch, die Rekristallisation mit Hilfe der Keimbildungstheorie, wie sie auch bei physikalischen Phasenübergängen eingesetzt wird, zu beschreiben, scheitert jedoch. Die geringe Treibkraft, die sich aus den unterschiedlichen Versetzungsdichten im verformten und rekristallisierten Gefüge ergibt und der hohe Betrag an Grenzflächenenergie, der aufzubringen ist, um eine Großwinkelkorn Grenze zu bilden, führen zu einer kritischen Keimgröße von $>0,1 \mu\text{m}$ [8]. Humphreys hat vorgeschlagen, den Keimbildungsvorgang als un stetiges Subkornwachstum innerhalb des verformten Gefüges aufzufassen [9]. Die Keimbildung könnte dann insbesondere in Gefügebereichen stattfinden, die starke Orientierungsgradienten aufweisen, da hier durch un stetige Subkornvergrößerung leicht Großwinkelkorn Grenzen entstehen können. Solche Orientierungsgradienten können an verschiedenen Orten innerhalb eines verformten Gefüges auftreten. In der Literatur werden eine Reihe von möglichen Keimbildungsorten diskutiert: an Scherbändern, an Übergangsbändern [10], [11], an Ausscheidungen (PSN, Particle Stimulated Nucleation) [12] und an Großwinkelkorn Grenzen [13].

Einen anderen möglichen Keimbildungsmechanismus stellt ein als „Strain Induced Boundary Migration“ (SIBM) bezeichnetes Phänomen dar [14]. Dabei wölbt sich eine bereits vorhandene Großwinkelkorn Grenze aus einem Korn mit niedriger innerer Versetzungsdichte heraus in ein benachbartes Korn mit höherer Versetzungsdichte hinein [15].

Die gebildeten Großwinkelkorn Grenzen bewegen sich mit einer Geschwindigkeit v , die sich als Produkt der resultierenden bezogenen Kraft P (N/m) und der Beweglichkeit M der Grenzfläche ergibt [16]: $v = MP$, oder

$$v = M(P_d - P_z)$$

Gleichung 3-1

Hier ist P_d die treibende Kraft und P_z die hemmende Kraft, bekannt auch als Zener-Effekt. Erreicht die Auswölbung eine kritische Größe, so löst sie sich von der bestehenden Großwinkelkorngrenze und es entsteht ein Bereich, der frei von einer inneren Versetzungsstruktur ist [17].

Findet die Keimbildung in der unmittelbaren Umgebung einer Großwinkelkorngrenze statt, so sind prinzipiell beide hier aufgeführten Mechanismen denkbar. Es kann sowohl eine Keimbildung durch Auswölben der Großwinkelkorngrenze, als auch eine Keimbildung durch unetwige Subkornvergrößerung innerhalb eines Orientierungsgradienten in der Umgebung der Korngrenze stattfinden. Nach dem Abschluss der Primärrekristallisation befindet sich das Gefüge noch nicht im thermodynamischen Gleichgewicht. Die in den Korngrenzen abgespeicherte Energie wird abgebaut, wenn diese z. B. durch erhöhte Temperatur noch beweglich sind. Dieser Abbau findet durch Wachstum einzelner Körner auf Kosten anderer statt und wird daher *Kornwachstum* genannt.

Nach vollständig abgeschlossener primärer Rekristallisation besteht das Gefüge vollständig aus rekristallisierten Körnern. Wird die Glühbehandlung nun fortgesetzt, so kann es zu weiteren Kornwachstumsprozessen kommen. Wachsen dabei einzelne Körner deutlich stärker als ihre Umgebung (unetwige Kornvergrößerung), so wird dieser Vorgang auch als *sekundäre Rekristallisation* bezeichnet. Sie unterscheidet sich jedoch deutlich von der primären Rekristallisation, da dieser Vorgang durch eine Minimierung der in den Korngrenzen vorhandenen Grenzflächenenergie und nicht durch die im Korninneren in Form von Versetzungen gespeicherte Energie angetrieben wird. Oben beschriebene Vorgänge sind im Bild 3-5 schematisch zusammengestellt:

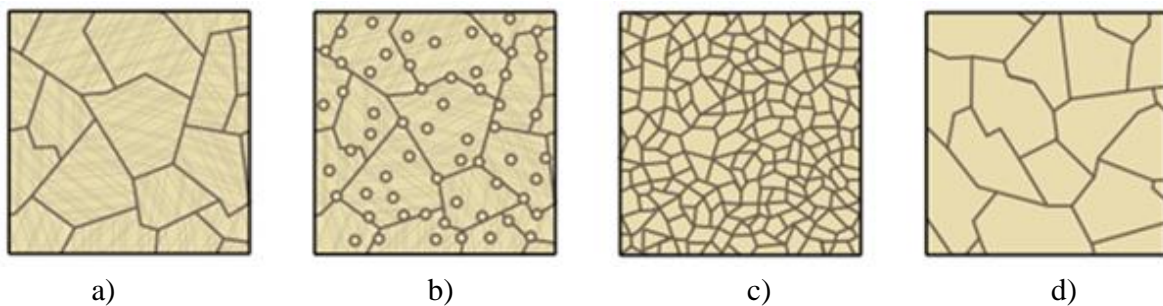


Bild 3-5: Schematische Darstellung des Rekristallisationsablaufes: (a) stark umgeformter Zustand, (b) Keimbildung, (c) abgeschlossene primäre Rekristallisation, (d) abgeschlossene sekundäre Rekristallisation [15].

Die Entfestigungsvorgänge können direkt in der Umformzone (dynamisch) oder unmittelbar ohne Inkubationszeit (metadynamisch), sowie mit Inkubationszeit (statisch) ablaufen. Die Rekristallisation nach der Deformation (z. B. während des Abkühlens oder einer folgenden Wärmebehandlung) mit Inkubationszeit wird als *statische Rekristallisation* (SRX) bezeichnet. Die Rekristallisation während der Verformung bei hohen Temperaturen wird als *dynamische Rekristallisation* (DRX) bezeichnet. Die unterbrochene dynamische Rekristallisation nach dem Austritt aus dem Walzspalt wird als *metadynamische Rekristallisation* (MDRX) bezeichnet.

Dynamische Erholung und Rekristallisation (DRX)

Während der Warmumformung von Stählen konkurrieren Verfestigung und Entfestigung miteinander. Durch eine Umformung bei hohen Temperaturen kann die Versetzungsdichte auf Werte von 10^{10} bis 10^{18} m^{-2} zunehmen. Entfestigung bedeutet eine makroskopische Abnahme der

Festigkeit durch den submikroskopischen Abbau von Versetzungen. Prinzipiell können die Vorgänge bei der dynamischen Entfestigung, d. h. der Abnahme der Festigkeit während der Umformung, in zwei Grundmechanismen unterteilt werden: *dynamische Erholung* und *dynamische Rekristallisation*. Zwar führen beide Prozesse zu einer Abnahme der Versetzungsdichte und damit zu einer Reduzierung der während der Umformung erzeugten Energie, jedoch unterscheiden sie sich in dem zugrunde liegenden Mechanismus und in der resultierenden Gefügestruktur. Die Grundmechanismen bei der dynamischen Erholung sind das Quergleiten und das Klettern von Versetzungen, die zu unverspannten Gitterbereichen mit Subkorn Grenzen führen [18].

Bei der dynamischen Rekristallisation bilden sich während der Umformung neue, „versetzungsfreie“ Körner, die während des Wachstums wieder verformt werden. Treibende Kraft für die Kornneubildung ist die während des Umformens in den Versetzungen gespeicherte Energie. Daher muss zur Initiierung der dynamischen Rekristallisation ein Mindestumformgrad (φ_c) bzw. eine kritische Versetzungsdichte erreicht werden (Bild 3-6). Vor Beginn der dynamischen Rekristallisation laufen die dynamischen Erholungsvorgänge ab. Die dynamische Rekristallisation läuft bevorzugt in Gitterstrukturen ab, die eine geringe Stapelfehlenergie aufweisen, wie der Austenit. Für das Überbrücken der großen Abstände zwischen den Versetzungen und den Versetzungswchselwirkungen Klettern und Gleiten sind hohe treibende Kräfte erforderlich. Zu den Stellen mit hoher Versetzungsdichte zählen Deformationsbänder, Zellwände und Korngrenzen. Wird an diesen Stellen aufgrund der hohen Anzahl an Versetzungen die kritische Versetzungsdichte überschritten, so bilden sich Rekristallisationskeime. Da dieser Prozess diffusionsgesteuert ist, hängt er stark von der Umformtemperatur und der Umformgeschwindigkeit ab. Hat während einer Warmumformung dynamische Rekristallisation stattgefunden, dann besteht das resultierende Gefüge aus rekristallisierten, polygonalen Körnern mit niedriger Versetzungsdichte im Korninneren. Der Einfluss der Umformbedingungen auf die metallphysikalischen Vorgänge bei der Warmumformung, wie Temperatur, Geschwindigkeit, Ausgangsgefüge und Ausscheidungszustand, kann anhand der Fließspannung ermittelt und im Zusammenhang mit einer Gefügeuntersuchung interpretiert werden [19]. Das Auftreten von dynamischer Rekristallisation in einem Material zeigt sich in der Fließkurve durch ein typisches Spannungs-Dehnungsverhalten. Dabei sind zwei Arten von Fließkurven zu unterscheiden: solche mit einfachem Maximum und solche mit mehreren Fließspannungspeaks (σ_p). Das Auftreten von mehreren Fließspannungspeaks ist von der Umformgeschwindigkeit abhängig (Bild 3-7).

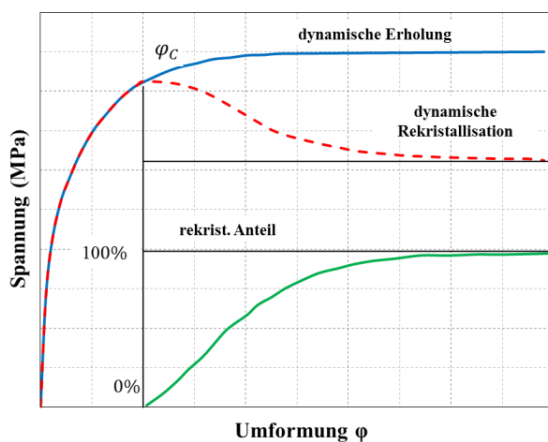


Bild 3-6: Schematische Darstellung einer Fließkurve [20].

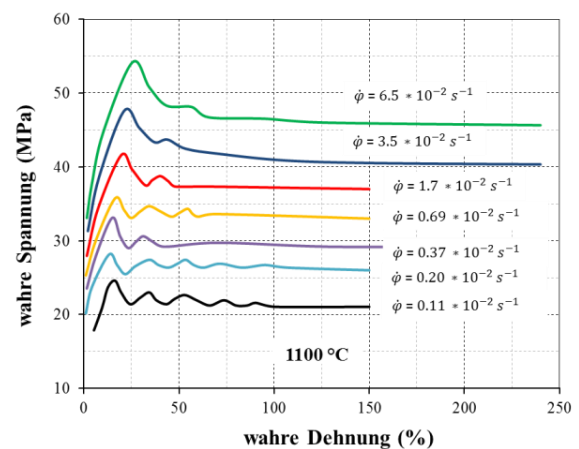
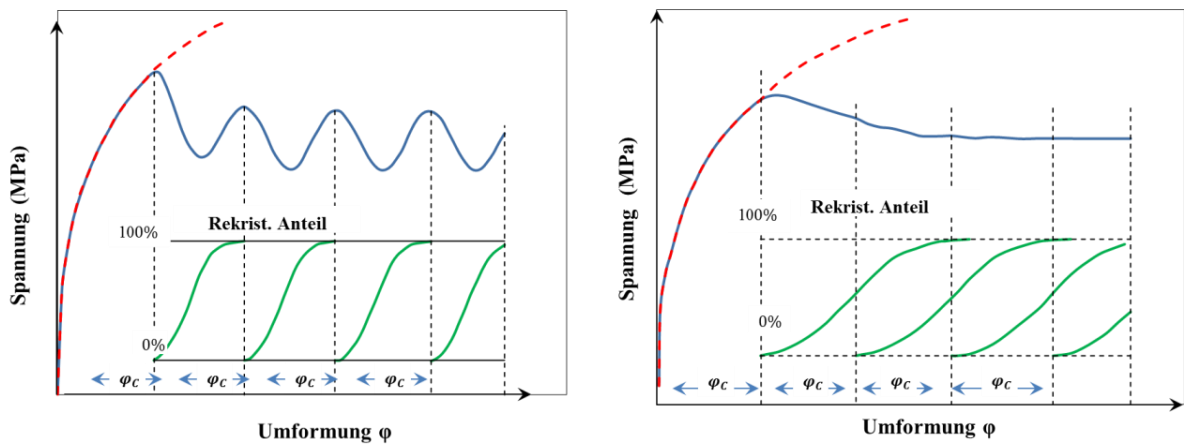


Bild 3-7: Fließkurven eines Stahls bei 1100 °C und verschiedenen Dehngeschwindigkeiten [21].

Ein prinzipieller Unterschied zwischen den Verläufen mit einem und mehreren Peaks liegt in den Rekristallisationszyklen. Bei mehreren Peaks folgen die Zyklen nacheinander (Bild 3-8a) und bei einem überlagern sie sich (Bild 3-8b).



a) b)

Bild 3-8: Warmfließkurve mit (a) aufeinander folgenden und (b) mit sich überlagernden Rekristallisationszyklen [20].

Die rekristallisierten Körner werden weiter verformt und können bei Erreichen einer kritischen Verformung (φ_c) wieder Rekristallisationskeime hervorbringen. Dadurch besteht das resultierende Gefüge aus Körnern unterschiedlicher Größe und Verformung. Wenn die Verfestigungsrate durch Verformung gleich der Entfestigungsrate durch dynamische Rekristallisation ist, wird eine stationäre Fließspannung (σ_s) bei einem Umformgrad (φ_s) erreicht. Sommitsch hat ein Modell zur Berechnung des mikrostrukturellen Zustandes während der Rekristallisation und dem Kornwachstum entwickelt [22]. Im Modell wird die Kornentwicklung während der Umformung mit mehreren auftretenden Rekristallisationswellen, unter Berücksichtigung der Wechselwirkungen zwischen der Kornstruktur und den Ausscheidungen an den Korngrenzen und Versetzungen, als auch der Wechselwirkungen von wandernden Korngrenzen und gelösten Atomen, beschrieben.

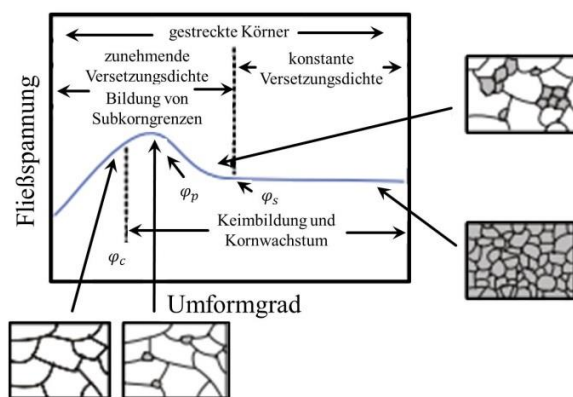


Bild 3-9: Schematische Darstellung einer Fließkurve während der Umformung im Austenit [23].

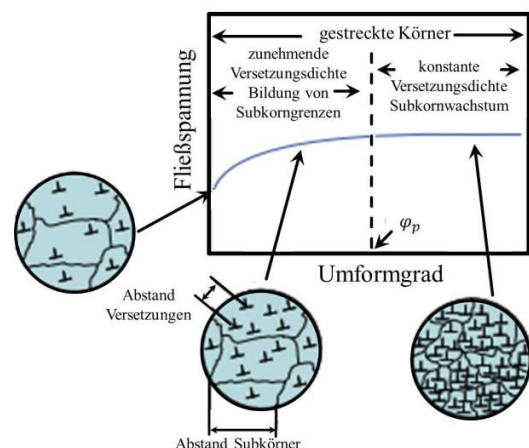


Bild 3-10: Schematische Darstellung einer Fließkurve während der Umformung im Ferrit [23].

Die Zunahme der Fließspannung im Bild 3-9 bis φ_p (entspricht der maximalen Peak-Fließspannung) ist darauf zurückzuführen, dass der Abbau der Versetzungen durch dynamische Erholung nicht so schnell abläuft, wie neue Versetzungen durch die Zunahme des Umformgrades eingebracht werden. Da die Versetzungsdichte nur eingeschränkt durch dynamische Erholung abgebaut wird, beginnt mit Erreichen der kritischen Versetzungsdichte, gleichbedeutend mit dem kritischen Umformgrad (φ_c), die Keimbildung für die dynamische Rekristallisation. Dynamische Entfestigung im Ferrit findet bevorzugt durch dynamische Erholung statt. Nach der Umformung weist Ferrit eine ausgeprägte Substruktur mit hoher Versetzungsdichte im Korninneren auf (Bild 3-10).

Postdynamische oder metadynamische Rekristallisation (MDRX)

Wenn während der Warmumformung eine kritische Umformung überschritten wird und dynamische Rekristallisation einsetzt, kommt es nach der Beendigung der Umformung, unabhängig vom aufgebrauchten Umformungsgrad, zu einer weiter fortlaufenden Rekristallisation von Teilen des Gefüges. In diesem Fall spricht man von post- oder metadynamischer Rekristallisation.

Es ist schwer zu beantworten, wie weit die dynamische Rekristallisation fortgeschritten sein muss, damit die Korngröße und der rekristallisierte Anteil unabhängig von der Anfangskorngröße und der Verformung sind, und somit die Modelle für die Beschreibung der postdynamischen Rekristallisation angewandt werden können [22]. Die Kinetik der postdynamischen Rekristallisation ist detailliert in der Arbeit von Sakai u. a. [24] beschrieben. P. D. Hodgson u. a. [25] haben die postdynamische Rekristallisation an X60 Nb mikrolegiertem Stahl untersucht. Sie betrachten die metadynamische Rekristallisation als statische Rekristallisation nach der dynamischen Rekristallisation ohne weitere Keimbildung. Einige Ergebnisse des postdynamischen Rekristallisationsverhaltens bei variierten Umformbedingungen ($\dot{\epsilon}$ – Umformgeschwindigkeit, ϵ_c/ϵ_p – Verhältnis der kritischen Deformation zur Peakdeformation) sind im Bild 3-11 und im Bild 3-12 dargestellt:

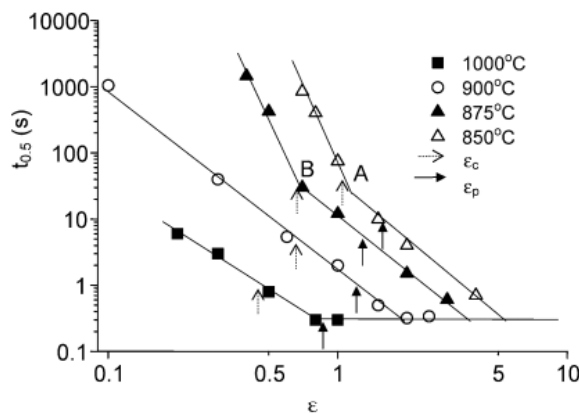


Bild 3-11: 50% Entfestigung durch postdynamische Rekristallisation bei $\dot{\epsilon} = 3 \text{ s}^{-1}$ [25].

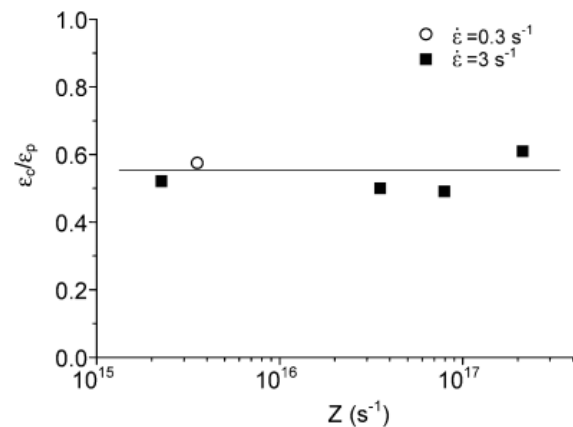


Bild 3-12: Zusammenhang zwischen Verhältnis ϵ_c/ϵ_p und Zener-Hollomon Parameter [25].

Statische Erholung und Rekristallisation (SRX)

Zwischen den einzelnen Umformschritten kommt es durch die *statische Erholung* (Annihilation von Versetzungen und Bildung von Subkörnern) zu einer Verringerung der gespeicherten Umformenergie. Die Erholungsrate hängt von der Abnahme der Versetzungsdichte ab [17]. Nach einer Umformung kann es nach Ablauf einer Inkubationszeit durch thermisch aktivierte Keimbildung und Keimwachstum zur Bildung neuer, unverformter Körner kommen. Die treibende Kraft

zur Aktivierung der *statischen Rekristallisation* ist die akkumulierte Verformungsenergie. Die Rekristallisationskeime bilden sich bevorzugt an Korngrenzen, Ausscheidungen und Gleitbändern, d. h. in Bereichen hoher Versetzungsdichten, an denen sich Versetzungen aufstauen [26]. In der Arbeit von Bowden [27] wurden mehrstufige Warmformungen im Temperaturbereich von 1010 bis 840°C mit unterschiedlichen Pausezeiten von 3,7 bis 200 s zwischen den Umformschritten für Mn- und Mn-Nb-Stähle untersucht. Die Untersuchungen ergaben, dass die statische Rekristallisation nach ca. 90 s startet und bei ca. 2000 s endet.

3.3.2 Einfluss der Mikrolegierungselemente

Die Mikrolegierungselemente V, Al, Nb und Ti beeinflussen das Austenitkornwachstum von C-Mn-Stählen während der Wärmebehandlung (Bild 3-13). Dies ist mit einer hemmenden Wirkung der vorhandenen feinen Ausscheidungen verbunden. Wie im Bild zu erkennen ist, führt die Mikrolegierung mit Ti zur Bildung der kornfeinen Mikrostruktur.

Die Austenitkorngröße wird bei der TMB durch die Umform- und Abkühlbedingungen zielgerichtet gesteuert. Eine entscheidende Rolle spielen der Umformgrad (bzw. die gespeicherte Energie) und die Endumformtemperatur (Bild 3-14). Dies ist auf die Zunahme der Keimbildungsdichte an den Austenitkorngrenzen, deren spezifische Grenzfläche sich durch die Verformung vergrößert, und auf die Zunahme der Versetzungsdichte im Austenitkorn zurückzuführen [26].

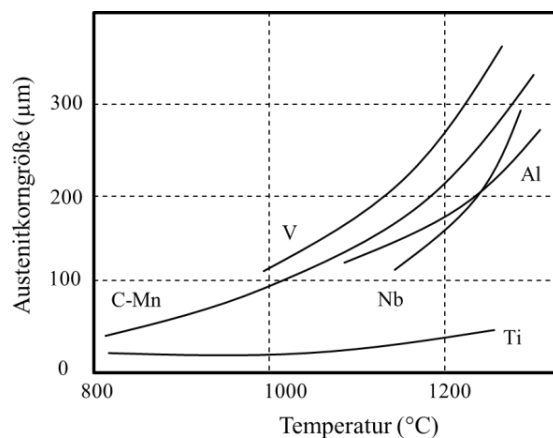


Bild 3-13: Austenitkornentwicklung bei unlegierten und mikrolegierten Stählen [26].

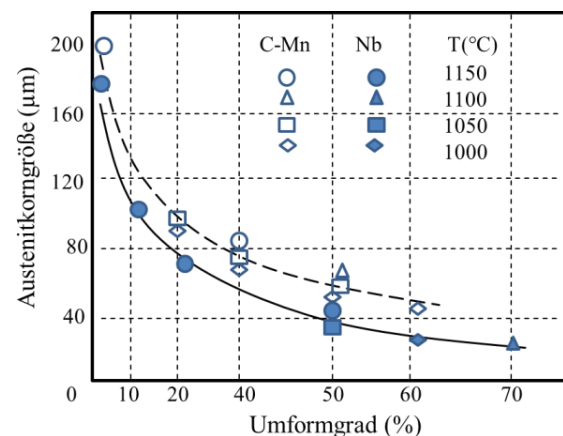


Bild 3-14: Rekristallisierte Austenitkorngröße für einen C-Mn- und Nb-legierten Stahl [26].

Die sich während der Umformung ergebende Fließspannung ist zum einen abhängig von den Umformparametern wie Umformgeschwindigkeit und Walztemperatur, zum anderen von werkstoffspezifischen Größen wie Ausgangskorngröße, Ausscheidungszustand und Legierungszusammensetzung. So führen Mikrolegierungselemente zu einer Verzögerung der Entfestigungsprozesse (Bild 3-15) bzw. zur Erhöhung der Fließspannung (Bild 3-16).

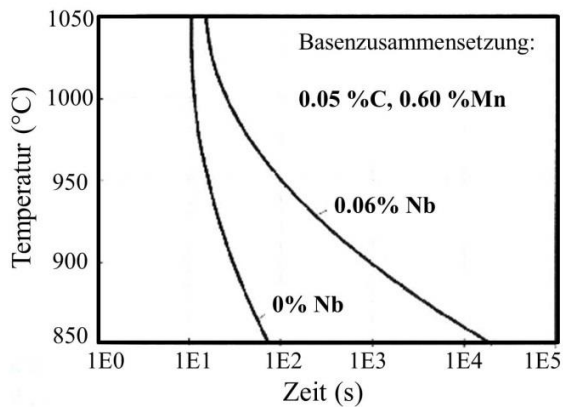


Bild 3-15: Haltezeit für 90 % Entfestigung durch statische Rekristallisation bei C-Mn-Stahl [28].

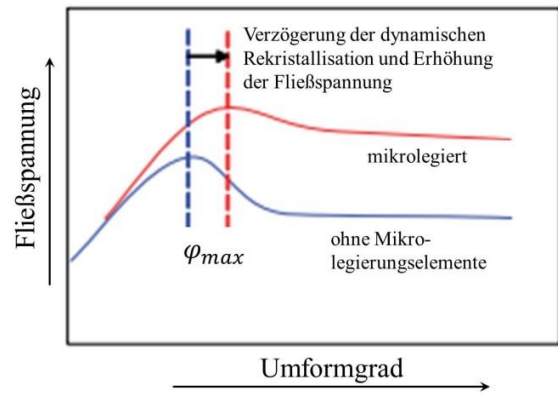


Bild 3-16: Einfluss der Mikrolegierung auf die Ausbildung der Fließkurve (schematisch) [23].

Auch Legierungselemente wie Mn bzw. Begleitelemente wie Mo oder Cu führen durch Mischkristallverfestigung zu einer Diffusionsbehinderung und damit zu einer Behinderung der Versetzungsbewegung und einer Erhöhung der Fließspannung [23].

Das Rekristallisationsverhalten in Abhängigkeit von Mikrolegierungselementen kann anhand der Rekristallisationsstoptemperatur (T_{nr}) beurteilt werden. Als Rekristallisationsstoptemperatur wird jene kritische Temperatur bezeichnet, bei der nach einer definierten Umformung keine statische Rekristallisation mehr einsetzen kann [26]. Im Bild 3-17 und im Bild 3-18 wird die T_{nr} in Abhängigkeit von der Konzentration der Mikrolegierungselemente dargestellt.

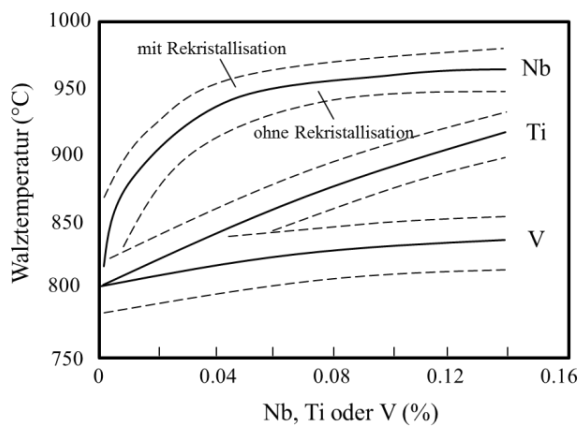


Bild 3-17: Einfluss der Nb-, Ti- und V-Konzentration auf die T_{nr} für einen 0,15 % C-Stahl [29].

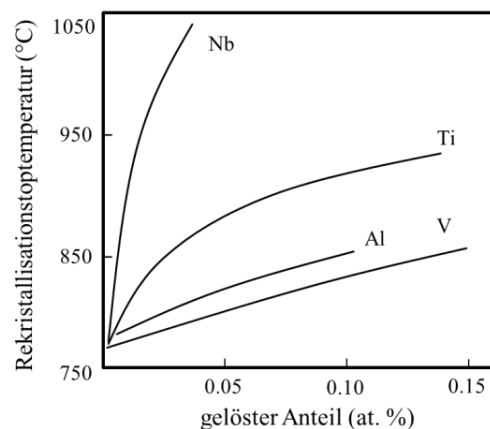


Bild 3-18: Anstieg der T_{nr} für einen Stahl mit 0,07 % C, 1,4 % Mn und 0,25 % Si [30].

Obwohl alle Mikrolegierungselemente die Rekristallisationsstoptemperatur erhöhen, kommt dem Element Niob eine besondere Bedeutung zu. In [31] haben Poliak und Jonas festgestellt, dass die dynamische Rekristallisation bei Nb-legierten Stählen nicht immer bei folgenden Umformbedingungen: Temperatur ca. 950°C, gesamte Dehnung 0,3 und Umformgeschwindigkeit 10 s^{-1} , bei einem Umformschritt startet. Die Rekristallisationsstoptemperatur während der mehrstufigen Warmumformung (Bild 3-19) kann aus dem Zusammenhang mit der treibenden Kraft für die Rekristallisation ermittelt werden (Bild 3-20).

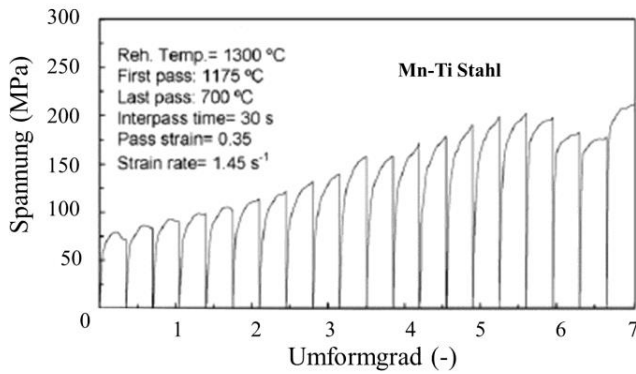


Bild 3-19: Simulation der mehrstufigen Warmversuche an einem Mn-Ti-Stahl [32].

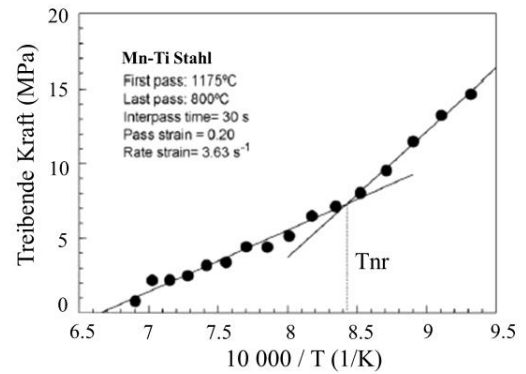


Bild 3-20: Ermittlung der Rekristallisationsstoptemperatur (T_{nr}) [32].

Der Rekristallisationsablauf kann durch vorhandene Ausscheidungen verhindert bzw. verschoben werden. Die größte hemmende Wirkung auf den Start der statischen Rekristallisation haben feine Ausscheidungen, z. B. Nb(CN) [33]. Die Bildung der Ausscheidungen verhindert die statische Rekristallisation und verschiebt Start und Ende der Rekristallisation zu längeren Zeiten [34]. Diese Wechselwirkung kann anschaulich an einem RPTT-Diagramm (Recrystallisation Precipitation Time Temperature-Diagramm) erklärt werden. Der Rekristallisationsablauf kann verzögert (Bild 3-21) oder komplett abgebrochen werden (Bild 3-22). Dieser Effekt entsteht aufgrund der chemischen Zusammensetzung, den Umformbedingungen, den daraus resultierenden Ausscheidungsparametern wie Größe und Verteilung und ihrer hemmenden Wirkung. Die Ergebnisse im Bild 3-22 betreffen einen C-Mn-Nb Stahl bei konstanten Austenitisierungsbedingungen: Austenitisierungstemperatur $T_A = 1150^\circ\text{C}$, damit entstehende Austenitkorngröße $d_0 = 152 \mu\text{m}$ und Umformgeschwindigkeit $\dot{\varphi} = 1 \text{ s}^{-1}$ für verschiedene Umformgrade 0,1; 0,25 und 0,5.

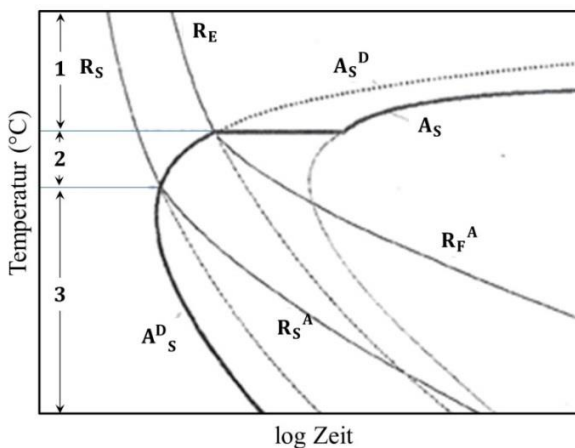


Bild 3-21: Schematische Darstellung von einem RPTT-Diagramm [28].

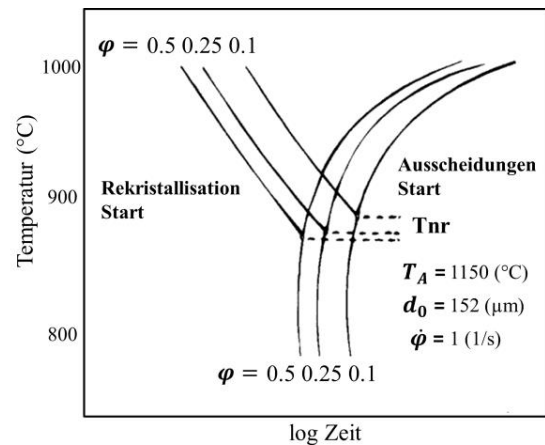


Bild 3-22: RPTT-Diagramm für C-Mn-Nb-Stahl nach unterschiedlichen Umformgraden [35].

Bei der Wechselwirkung zwischen der statischen Rekristallisation und den Ausscheidungen im Bild 3-21 treten drei Stadien auf: 1) Temperaturbereich ohne Wechselwirkung zwischen Rekristallisation und Ausscheidungskinetik, 2) Ausscheidungen bilden sich während der Rekristallisation und verschieben das Rekristallisationsende zu längeren Zeiten und 3) maximale Wechselwirkung zwischen Ausscheidungen und der Rekristallisation (Ausscheidungen sind bereits vor dem Einsetzen der Rekristallisation vorhanden, starke Verschiebung des Rekristallisationsbereichs zu

längeren Zeiten). Die verwendeten Abkürzungen sind: A_S^D – Ausscheidungsbeginn im verformten γ -Mischkristall, A_S – Ausscheidungsbeginn im unverformten (rekristallisierten) γ -Mischkristall, R_S und R_E – Rekristallisationsstart und -ende, R_S^A und R_E^A – durch Ausscheidungen verzögerter Rekristallisationsstart und -ende.

Abhängig vom Legierungssystem kann durch rasch wachsende Teilchen die hemmende Wirkung verringert werden, sodass die Rekristallisation wieder etwas zu kürzeren Zeiten verschoben wird. Dieser Effekt setzt unter der Voraussetzung einer genügend hohen Temperatur ein, sodass die wachstumssteuernde Diffusion rasch abläuft und das Übersättigungspotenzial rasch aufgebraucht ist [20].

3.3.3 Modelle

Im Weiteren werden die empirischen Modelle für die Beschreibung der Rekristallisationsvorgänge während des Warmwalzens dargestellt.

Dynamische Rekristallisation (DRX)

Der Umformgrad, bei dem die maximale Spannung auftritt, kann mittels der von Sellars [36] vorgeschlagenen empirischen Gleichung beschrieben werden:

$$\varphi_p = A d_0^l Z^m \quad \text{Gleichung 3-2}$$

Wobei A und m Konstanten sind, für Stähle liegt m im Bereich zwischen 0,12 und 0,17; l ist 0,5, d_0 ist die Ausgangskorngröße von Austenit und Z ist der Zener-Hollomon-Parameter.

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad \text{Gleichung 3-3}$$

Die Aktivierungsenergie Q beträgt bei Stählen je nach Gehalt an Mikrolegierungselementen 300 bis 550 kJmol⁻¹ [37], R ist die universelle Gaskonstante mit 8,31 Jmol⁻¹K⁻¹, T ist die Temperatur K. Rossard konnte experimentell auf der Grundlage einer Vielzahl von Fließkurven zeigen, dass der kritische Umformgrad φ_c mit dem Spannungsmaximum der Fließkurve bei φ_p in linearer Form empirisch verknüpft ist [21] mit einer Steigung im Bereich von 0,8 bis 0,83 für Stähle:

$$\varphi_c = (0,8 \dots 0,83) \varphi_p \quad \text{Gleichung 3-4}$$

Nach Bowden u. a. [27] ergibt sich eine Gleichung für die Beschreibung des kritischen Umformgrades in Abhängigkeit von der Temperatur im Temperaturbereich zwischen 850 und 1050°C:

$$\varphi_c = 4,76 \cdot 10^{-4} \exp(8000/T) \quad \text{Gleichung 3-5}$$

Der kritische Umformgrad ist bei Nb-mikrolegierten Stählen vom effektiven Nb-Gehalt abhängig. Es zeigt sich, dass durch die erhöhten Gehalte an Nb, Mn und Si die Keimbildung für die dynamische Rekristallisation begünstigt wird und damit das Verhältnis φ_c/φ_p immer kleiner wird. Es kann durch die folgenden Gleichungen berechnet werden [38]:

$$\varphi_p = \left(\frac{1 + 20Nb}{1,78} \right) 2,8 \cdot 10^{-4} d_0^{0,5} \dot{\varphi} \exp\left(\frac{375000}{RT}\right) \quad \text{Gleichung 3-6}$$

mit $\frac{\varphi_c}{\varphi_p} = 0,8 - 13Nb_{eff} + 112Nb_{eff}^2$ Gleichung 3-7

und $Nb_{eff} = Nb - \frac{Mn}{120} + \frac{Si}{94}$ Gleichung 3-8

Die Zeit für 50% Rekristallisation lässt sich abschätzen mit:

$$t_{0,5} = a Z^{-b} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad \text{Gleichung 3-9}$$

Wobei a und b Konstanten sind und Q die Aktivierungsenergie für die dynamische Rekristallisation ist. Die Anwendbarkeit dieser Gleichung ist beschränkt auf den Umformbereich zwischen φ_c und φ_p (Einsetzen der 1. Rekristallisationswelle), da bei größeren Umformungen im stationären Bereich der rekristallisierte Anteil unabhängig von der Zeit ist [22]. Die dynamisch rekristallisierte Korngröße d_{dyn} kann unabhängig von der Anfangskorngröße in Abhängigkeit von der Temperatur und der Umformgeschwindigkeit berechnet werden:

$$d_{dyn} = a Z^b \quad \text{Gleichung 3-10}$$

Wobei a und b Konstanten sind, die für Mn-Stähle bei ca. $a = 1800$ und $b = -0,15$ liegen. Mit einer ähnlichen Gleichung kann auch die stationäre Subkorngröße bei ausschließlichem Auftreten von dynamischer Erholung beschrieben werden [39].

Metadynamische Rekristallisation (MDRX)

Die Kinetik der metadynamischen Rekristallisation kann in gleicher Weise durch eine Avrami-Gleichung beschrieben werden. In diesem Fall verändert sich die Korngröße in Richtung einer stationären Korngröße. Somit ist der Einfluss der Umformungsrate gering. Für den rekristallisierten Anteil (X_a) während der postdynamischen Rekristallisation erhält man [40]:

$$X_a = 1 - \exp\left(-\ln 2 \left(\frac{t}{t_{0,5}}\right)^k\right) \quad \text{Gleichung 3-11}$$

$$t_{0,5} = A \dot{\varepsilon}^{-q} \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad \text{Gleichung 3-12}$$

Hierbei sind k , A und q Konstanten.

Die Entwicklung der metadynamisch rekristallisierten Korngröße d_{mdrx} ist ähnlich wie im Falle der dynamischen Rekristallisation. Für die folgenden zwei chemischen Zusammensetzungen von Mn-Stählen (C – 0,061 %, Mn – 1,2 %, Nb – 0,039 %, N – 36ppm und C – 0,055 %, Mn – 1,3 %, Ti – 0,16 %, N – 36 ppm) wurden die für die Berechnung benötigten Konstanten ermittelt (Tabelle 3-1):

Tabelle 3-1: Gleichungen für die Beschreibung der metadynamischen Rekristallisation.

Stahl	mit Nb	mit Ti
$t_{0,5}$ (s)	$4,42 \cdot 10^{-7} \dot{\epsilon}^{-0,59} \exp(1,53 \cdot 10^5 / RT)$	$8,90 \cdot 10^{-6} \dot{\epsilon}^{-0,83} \exp(1,25 \cdot 10^5 / RT)$
d_{mdrx} (μm)	$1,37 \cdot 10^3 Z^{-0,13}$	$3,94 \cdot 10^4 Z^{-0,42}$

P. D. Hodgson u. a. [25] betrachten die metadynamische Rekristallisation als statische Rekristallisation nach der dynamischen Rekristallisation ohne weitere Keimbildung. Die 50 % Entfestigung kann dann wie folgt berechnet werden:

$$t_{0,5} = B Z^r \exp\left(\frac{Q_{MDRX}}{RT}\right) \quad \text{Gleichung 3-13}$$

Wobei B und r Konstanten sind und r für C-Mn Stähle einen Wert von -0,8 aufweist. Der typische Wert für die Aktivierungsenergie der metadynamischen Rekristallisation Q_{MDRX} liegt bei 230 kJ/mol. Für eine erste Abschätzung kann $t_{0,5}$ in Abhängigkeit von der Umformgeschwindigkeit bestimmt werden:

$$t_{0,5} = 0,43 \dot{\epsilon}^{-0,8} \quad \text{Gleichung 3-14}$$

Statische Rekristallisation (SRX)

Zum Auftreten der statischen Rekristallisation wird eine Aktivierungsenergie benötigt, die in der Größenordnung von 20 MPa liegt [20]. Die Kinetik der statischen Rekristallisation kann auch durch eine Avrami-Gleichung beschrieben werden:

$$X_a = 1 - \exp(-\ln 2 (t/t_{0,5})^k) \quad \text{Gleichung 3-15}$$

$$t_{0,5} = B \epsilon^n d_0^p \dot{\epsilon}^q \exp\left(\frac{Q_{SRX}}{RT}\right) \quad \text{Gleichung 3-16}$$

Wobei B, n, p und q Konstanten, Q_{SRX} die Aktivierungsenergie für die statische Rekristallisation, ϵ der bezogene Umformgrad und $\dot{\epsilon}$ die Umformgeschwindigkeit sind. Die Konstanten und Aktivierungsenergien für C-Mn Stähle sind in der Arbeit von Klarner [41] zahlreich zusammengestellt. Die resultierende Korngröße nach der statischen Rekristallisation d_{stat} hängt von der Temperatur, dem Umformgrad, der Umformgeschwindigkeit und der Ausgangskorngröße ab. Im Gegensatz zur dynamischen Rekristallisation entsteht nur eine Rekristallisationswelle [22]:

$$d_{stat} = E d_0^e \epsilon^{-f} Z^{-h} \quad \text{Gleichung 3-17}$$

Wobei E, e, f und h Konstanten sind.

In den Arbeiten von Kliber [35], Hodgson [42], Medina und Mancilla [43], [44], [45] wurden die Gleichungen zur Berechnung von $t_{0,05}$ (Zeit für 5 % Rekristallisation) und $t_{0,5}$ (Zeit für 50 % Rekristallisation) bei Nb- und Nb-Mn-V- und Ti-Mn-V-Stählen ermittelt. Die Zusammenhänge zwischen der statischen Rekristallisation im Austenit, der kritischen Temperatur für den Start der statischen Rekristallisation und den umforminduzierten Ausscheidungen sind in den Arbeiten von Madina und Mancilla zu finden. Die untersuchten chemischen Zusammensetzungen mit den ermittelten Gleichungen sind unten zusammengestellt. Die Zeit für den Ablauf von 5 % der SRX in Mn-Stählen mit den chemischen Zusammensetzungen aus Tabelle 3-2, wobei Niob in gelöstem Zustand ist, lässt sich mit folgender Gleichung beschreiben:

$$t_{0,5} = 3,85 \cdot 10^{-16} \varepsilon^{-1,95} \exp\left(\frac{320000}{RT}\right) \exp\left\{\left(\frac{1,043 \cdot 10^6}{RT}\right) Nb \varepsilon\right\} \quad \text{Gleichung 3-18}$$

Tabelle 3-2: Chemische Zusammensetzung, Gew.-% [42].

Stahl	C	Mn	P	S	Nb	V	Al
Mn-Nb	0,1	1,58	0,006	0,016	0,040	-	-
Mn-Nb-V	0,14	1,60	0,026	0,019	0,052	0,11	0,011

Die Zeit für den Ablauf von 50 % der SRX für Mn-Stähle mit variierten Si-Gehalten (Tabelle 3-3) wird wie folgt berechnet:

$$t_{0,5} = (-5,24 + 550[Nb])10^{-18} \varepsilon^{-4+77[Nb]} d_0^2 \exp(330000/RT) \quad \text{Gleichung 3-19}$$

Tabelle 3-3: Chemische Zusammensetzung, Gew.-% [42].

Stahl	C	Mn	Si	N	Nb	Al
Mn-Nb	0,15	1,20	0,19	0,003	0,026	0,03
Mn-Nb-Si	0,16	1,40	0,36	0,004	0,032	0,03

Medina und Mancilla [45] definieren eine minimale kritische Temperatur SRCT (static recrystallization critical temperature) für den Ablauf der statischen Rekristallisation. Die Zusammenhänge zwischen der SRX im Austenit und den umforminduzierten Ausscheidungen in Mn-Ti mikrolegierten Stählen aus Tabelle 3-4 sind in Tabelle 3-5 zusammengefasst.

Tabelle 3-4: Chemische Zusammensetzung, Gew.-%, Ar₃ und SRCT in °C [45].

Stahl	C	Mn	Si	Ti	N	Ar ₃ , 0,2°C/s	Ar ₃ , 1°C/s	Ar ₃ , 5°C/s	SRCT, ε = 0,2	SRCT, ε = 0,35
1	0,15	1,15	0,27	0,055	0,01	779	728	675	908	897
2	0,15	1,10	0,26	0,075	0,01	776	731	676	957	942
3	0,14	1,12	0,24	0,021	0,01	789	740	680	844	832

Tabelle 3-5: Gleichungen für die SRCT und für t_{0,5} oberhalb der SRCT [45].

Stahl	SRCT	t _{0,5}
1	SRCT = 1201 - 150 ln(1 + ε)	t _{0,5} = 2,48 · 10 ⁻¹¹ ε ^{-2,1} ε ^{-0,44} d exp(205000/RT)
2	SRCT = 1248 - 150 ln(1 + ε)	t _{0,5} = 3,6 · 10 ⁻¹² ε ^{-2,1} ε ^{-0,44} d exp(227000/RT)
3	SRCT = 1137 - 150 ln(1 + ε)	t _{0,5} = 1,94 · 10 ⁻¹¹ ε ^{-2,1} ε ^{-0,44} d exp(210000/RT)

Die Zusammenhänge zwischen der SRX im Austenit und den umforminduzierten Ausscheidungen in Mn-Nb mikrolegierten Stählen aus Tabelle 3-6 sind in Tabelle 3-7 zusammengefasst.

Tabelle 3-6: Chemische Zusammensetzung, Gew.-%, Ar₃ und SRCT in °C [46].

Stahl	C	Mn	Si	Nb	N	Ar ₃ , 0,2°C/s	Ar ₃ , 1°C/s	Ar ₃ , 5°C/s	SRCT, ε = 0,2	SRCT, ε = 0,35
4	0,11	1,23	0,24	0,042	0,011	786	745	691		
5	0,11	1,30	0,24	0,093	0,012	786	745	693		

Tabelle 3-7: Chemische Zusammensetzung, Gew.-%, Ar₃ und SRCT in °C [46].

Stahl	SRCT	t _{0,5}
4	SRCT = 1376 - 600d ^{-0,27} ε ^{0,5}	t _{0,5} = 3,68 · 10 ⁻¹³ ε ^{-1,9} ε ^{-0,44} d exp(262000/RT)
5	SRCT = 1410 - 600d ^{-0,27} ε ^{0,5}	t _{0,5} = 1,37 · 10 ⁻¹³ ε ^{-1,9} ε ^{-0,44} d exp(272000/RT)

Rekristallisationsstoptemperatur

Die Rekristallisationsstoptemperatur (T_{nr}, no-recrystallization temperature) definiert die minimale Temperaturgrenze für den Ablauf der Rekristallisation. In [47] wurden die Gleichungen für

die Berechnung der Rekristallisationsstoptemperatur T_{nr} in Abhängigkeit von der chemischen Zusammensetzung verglichen. Die allgemein verwendete Boratto-Gleichung ist gegeben als:

$$T_{nr} = 887 + 464C + (6445Nb - 644\sqrt{Nb}) + (732V - 230\sqrt{V}) + 890Ti + 363Al - 357Si \quad \text{Gleichung 3-20}$$

Diese Gleichung wurde bei der Untersuchung von 37 mikrolegierten Stählen abgeleitet. Den variierten Bereich den Elementen ist in Tabelle 3-8 dargestellt:

Tabelle 3-8: Chemische Zusammensetzung der untersuchten Stähle für T_{nr} .

Element	C	Mn	V	Nb	Ti	Si	Al	Mo	Cr	Ni
min	0,04	0,41	0,00	0,00	0,00	0,15	0,000	0,00	0,00	0,00
max	0,17	1,90	0,12	0,06	0,11	0,50	0,065	0,31	0,67	0,45

Diese Gleichung wird auch heute ohne Änderungen beim Modellieren des Warmwalzens verwendet [48]; aus diesem Grund wird sie für die erste Näherung übernommen. In der Arbeit von Fletcher wurden die erheblichen Auswirkungen der Deformation auf die T_{nr} festgestellt. Ein ähnliches Regressionsmodell wie in der Gleichung 3-20, basierend auf Deformation und Legierungsgehalt, ist unten dargestellt [47]:

$$T_{nr} = 203 - 310C - 149\sqrt{V} + 657\sqrt{Nb} + 683e^{-0,36\phi} \quad \text{Gleichung 3-21}$$

3.3.4 Korngrenzengeschwindigkeit der rekristallisierten Körner

Kornwachstum und Vergrößerung sind eine Folge der Geschwindigkeitstheorie, die die Korngrenzengeschwindigkeit v als eine exponentielle Funktion des angelegten Drucks P beschreibt [16]. Das Ergebnis ist der Ausdruck $v = M(P_d - P_z)$, wobei M die Mobilität, P_d und P_z die Wirkung der treibenden und der hemmenden Drücke.

Korngrenzen-Mobilität

Eine Korngrenze bewegt sich durch einen auf sie wirkenden Druck. Die Mobilität ist temperaturabhängig und kann mit einer Arrhenius-Beziehung beschrieben werden:

$$M = M_0 e^{-\frac{Q}{RT}} \quad \text{Gleichung 3-22}$$

Hier sind M_0 der Mobilitätsfaktor, Q die Aktivierungsenergie, R die universelle Gaskonstante und T die Temperatur.

Die treibende Kraft

Die treibende Kraft für das Kornwachstum wird als Druck pro Flächeneinheit der Korngrenze angegeben und kann nach Smith und Zener (1948) als Funktion der Grenzflächenenergie γ und des Kornradius $P_d = 2\gamma/R_g$ ausgedrückt werden. Das Kornwachstum rekristallisierender Körner hängt von der Differenz der Versetzungsdichten $\Delta\rho$ zwischen den rekristallisierten und verformten Körnern ab. Somit kann die Treibkraft für das Wachstum formuliert werden als [49]:

$$P_d = \tau(\rho_{def} - \rho_{rex}) + 2\gamma/R_g \quad \text{Gleichung 3-23}$$

Hier sind $\tau = Gb^2/2$ die Energie einer Stufenversetzung pro Längeneinheit, G das Schubmodul, b der Burgers-Vektor, ρ_{def} die Versetzungsdichte eines deformierten Korns und ρ_{rex} die Versetzungsdichte eines rekristallisierten Korns. Diese Gleichung entspricht den Bedingungen $\rho_{def} \geq \rho_{crit}$, wobei ρ_{crit} der kritische Wert der Versetzungsdichte ist, ab welchem DRX auftritt, und $\rho_{rex} \geq \rho_0$, wobei ρ_0 die anfängliche Versetzungsdichte eines nicht verformten Korns ist. Die mittlere kritische Versetzungsdichte kann durch die Fließspannung ermittelt werden und entspricht der kritischen Dehnung in der Fließkurve.

Die eingebrachte Deformation und die Ausscheidungen sind aufgrund der Versetzungsdichte und der Ausscheidungshärtung σ_{prec} in der Fließspannung verbunden, wobei diese beschrieben werden kann als:

$$\sigma = \alpha Gb\sqrt{\rho} + \sigma_{prec} \quad \text{Gleichung 3-24}$$

Hier ist α der Versetzungswechselwirkungsterm, der einen Wert von 0,5 für die meisten Metalle hat. Der Term der Ausscheidungshärtung σ_{prec} kann mit der Ashby-Orowan Formel als Funktion des Volumenanteils f_V und des Ausscheidungsradius r (in μm) beschrieben werden [50]:

$$\sigma_{prec} = 2,95 \sqrt{f_V} \ln\left(\frac{r}{1,25 \cdot 10^{-4}}\right) \frac{1}{r} \quad \text{Gleichung 3-25}$$

Die hemmende Wirkung der Ausscheidungen

Die fein verteilten Ausscheidungen üben eine hemmende Kraft (Druck) auf einer Groß- oder Kleinwinkelkorngrenze aus, und dies kann stark die Prozesse der Erholung, der Rekristallisation und des Kornwachstums beeinflussen. Dieser Prozess ist als Zener-Drag-Effekt bekannt.

Für einen Volumenanteil f_V von zufällig verteilten, kugelförmigen Ausscheidungen mit einem Radius r kann die Anzahl der Teilchen pro Volumeneinheit (N_V) mit der Gleichung $N_V = 3f_V/4\pi r^3$ approximiert werden. Die Anzahl der auf der Korngrenzfläche liegenden Teilchen ist $N_s = 2rN_V$. Mit der Grenzflächenenergie γ (in J/m^2) wird die auf eine Ausscheidung wirkende Kraft durch $F_s = \pi r \gamma$ [51] gegeben. Der hemmende Druck der Ausscheidungen auf der Korngrenze entspricht $P_z = N_s F_s$ und wird wie folgt berechnet:

$$P_z = \frac{3}{2} \gamma \frac{f_V}{r} \quad \text{Gleichung 3-26}$$

Grenzflächenenergie

Die Korngrenzen teilen sich in Kleinwinkelkorngrenzen (KWKG) und Großwinkelkorngrenzen (GWKG), wobei jede von ihnen ganz besondere Merkmale zeigt. Die Energie einer KWKG wird durch das Shockley-Read-Modell beschrieben. Für GWKG ist die Situation viel weniger klar. Die Schnittstelle einer GWKG wird häufig als amorpher Bereich ohne Nachweis einer Orientierungsbeziehung zwischen den beiden sich berührenden Körnern behandelt. Die Grenzflächenenergie hängt vom Neigungswinkel ab. Kozeschnik fasst die typischen Werte der Grenzflächenenergien für verschiedene Metalle und Legierungen, wie experimentell beobachtet und durch Berechnung ermittelt, zusammen. Der Wert für Edelstahl und Reineisen variiert zwischen 835 und 985 mJ/m^2 [52]. Die Werte der reinen Werkstoffe werden durch Segregation gesenkt. Toloui u. a. [53] verwenden einen niedrigeren Wert für die Grenzflächenenergie von 500 mJ/m^2 für mikrolegierten Rohrrohrstahl. In der vorliegenden Arbeit wird dieser Wert für die Grenzflächenenergie verwendet.

Keimbildungsrate

Es wird angenommen, dass die Keimbildung während der diskontinuierlichen dynamischen Rekristallisation in mikrolegierten Stählen hauptsächlich während der Verformung an den Korngrenzen des deformierten Austenits auftritt, sobald eine kritische Versetzungsdichte ρ_{crit} erreicht wird. Die Keimbildungsrate der DRX kann als eine Funktion der Temperatur, Dehnung und Dehnungsrate beschrieben werden. Es werden verschiedene Keimbildungsmodelle zur Simulation verwendet, wobei die verwendeten Keimbildungsparameter in der Regel qualitativ gewählt werden. Der Grund dafür ist, dass die Keimbildungsrate mit theoretischen oder experimentellen Mitteln schwierig zu bestimmen ist, da der DRX Prozess sehr komplex ist und die Versuchsmaßnahmen begrenzt sind [54]. Es ist bekannt, dass es einen Unterschied zwischen der Keimbildung der DRX vor und nach Erreichen eines stationären Zustands gibt. Bei den Zellulären Automaten (ZA)-Modellen kann für die Wahrscheinlichkeit der Keimbildung der DRX bis zum Erreichen des stabilen Zustands die doppelte Wahrscheinlichkeit des stabilen Zustands genommen werden. In der vorliegenden Arbeit und dem entwickelten ZA-Modell betrachten wir die Keimbildungsrate der DRX (\dot{n}) als Funktion der Temperatur und der Verformungsgeschwindigkeit und rechnen mit folgender Gleichung [49]:

$$\dot{n}(\dot{\varphi}, T) = C \dot{\varphi}^m \exp(-Q_n/RT) \quad \text{Gleichung 3-27}$$

Hier sind C eine Konstante, $\dot{\varphi}$ die Verformungsgeschwindigkeit und Q_n die Aktivierungsenergie der Keimbildung. Der Exponent m ist in den meisten Simulationen auf 1 gesetzt.

Rekristallisierter Anteil

Der rekristallisierte Anteil kann als Funktion der Korngrenzengeschwindigkeit rekristallisierender Körner v_b , der Keimbildungsrate \dot{n} und der Zeit t in zwei Dimensionen abgeleitet werden als [55]:

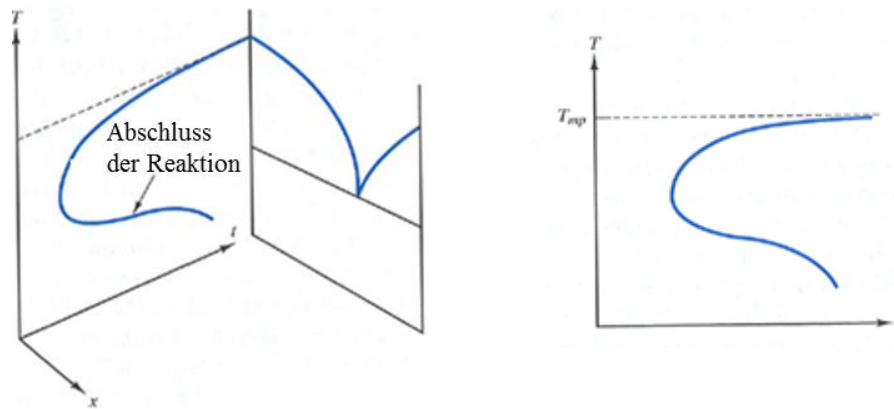
$$X_a(t) = 1 - \exp\left(-\frac{\pi}{3} \dot{n} v^2 t^3\right) \quad \text{Gleichung 3-28}$$

3.4 Phasenumwandlung

3.4.1 Grundlagen

Gleichgewichtsschaubild

Bei der Analyse der Phasendiagramme werden die Gleichgewichtszustände betrachtet. Diese Zustände sind stabil und ändern sich nicht mit der Zeit. Gleichzeitig benötigen alle Strukturen eine gewisse Zeit, um sich zum Gleichgewicht hin zu entwickeln. Diese Annäherung an das Gleichgewicht lässt sich auf einer Zeitskala abbilden. Die einfache Darstellung dieses Konzeptes im Bild 3-23 zeigt eine Zeitachse senkrecht zur Temperatur-Zusammensetzungs-Ebene eines Phasendiagramms.



a)

b)

Bild 3-23: Schematische Darstellung der Annäherung an den Gleichgewichtszustand. (a) Die Zeit ist eine Funktion der Temperatur, (b) Die Temperatur-Zeit-Darstellung mit einer Umwandlungskurve [56].

Eine Phasenumwandlung bzw. ein Ausscheidungsvorgang 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 mit bekannter Enthalpie- (ΔH) und Entropiedifferenz (ΔS) gilt generell:

$$\Delta G = \Delta H - T \Delta S \quad \text{Gleichung 3-29}$$

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

$$\Delta G = \Delta H - T \frac{\Delta H}{T_U} = \frac{\Delta H(T_U - T)}{T_U} = \frac{\Delta H \Delta T}{T_U} \quad \text{Gleichung 3-30}$$

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 [57]:

- ✓ Die Bildung von Keimen einer neuen Phase bei einer Umwandlung erfordert den Aufbau von Grenzflächen der Größe A und den entsprechenden Aufwand an Grenzflächenenergie $A \gamma$ (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 Volumenenergie (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 Volumenenergie-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 Volumenenergie 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 Volumeneinheit vor.
 - Geringe Unterkühlung → wenige Keime
 - Starke Unterkühlung → zahlreiche Keime

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

$$\Delta G = -\left(\frac{4}{3}\pi r^3\right)\Delta g_V + 4\pi r^2\gamma \quad \text{Gleichung 3-31}$$

Der negative erste Summand stellt den Gewinn aus der Phasenumwandlung, der zweite den Aufwand für die Grenzfläche dar. Diese Funktion ist im Bild 3-24 graphisch dargestellt.

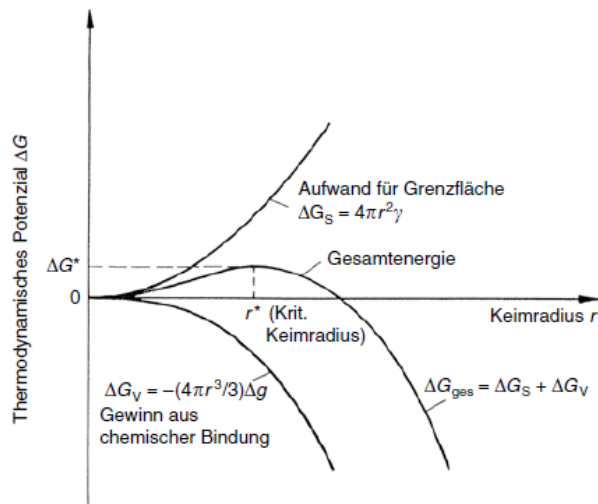


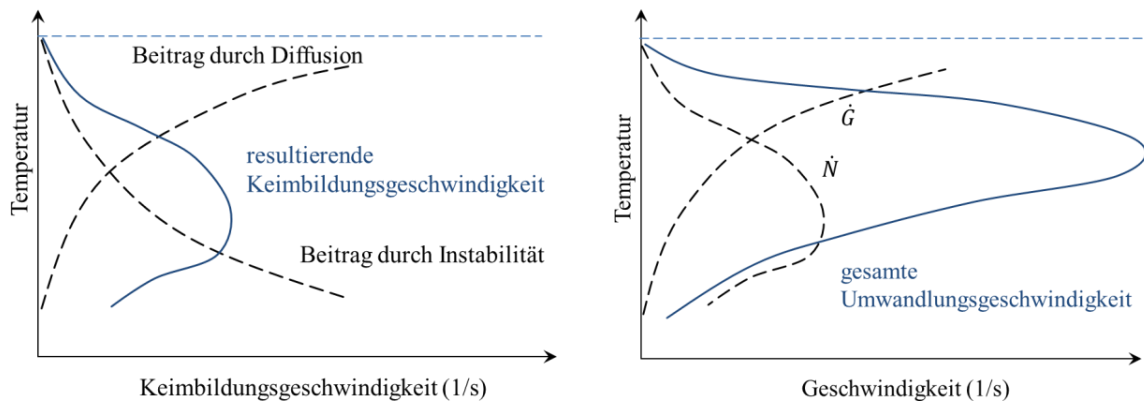
Bild 3-24: Thermodynamisches Potenzial als Funktion des Kugelradius bei der homogenen Keimbildung [57].

Durch Zufallsereignisse müssen Keime mit kritischem Radius 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:

$$\ln(\text{Reaktionsgeschwindigkeit}) = \ln C - \frac{Q}{R T} \quad \text{Gleichung 3-32}$$

Hierbei bezeichnet C eine Konstante, Q die Aktivierungsenergie, R die universelle Gaskonstante und T die absolute Temperatur. In einer halblogarithmischen Darstellung, in welcher $\ln(\text{Reaktionsgeschwindigkeit})$ gegen den Kehrwert der absoluten Temperatur ($1/T$) aufgetragen wird, 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 3-25).



a) Die Keimbildungsgeschwindigkeit und (b) die resultierende Gesamtumwandlungsgeschwindigkeit [56].

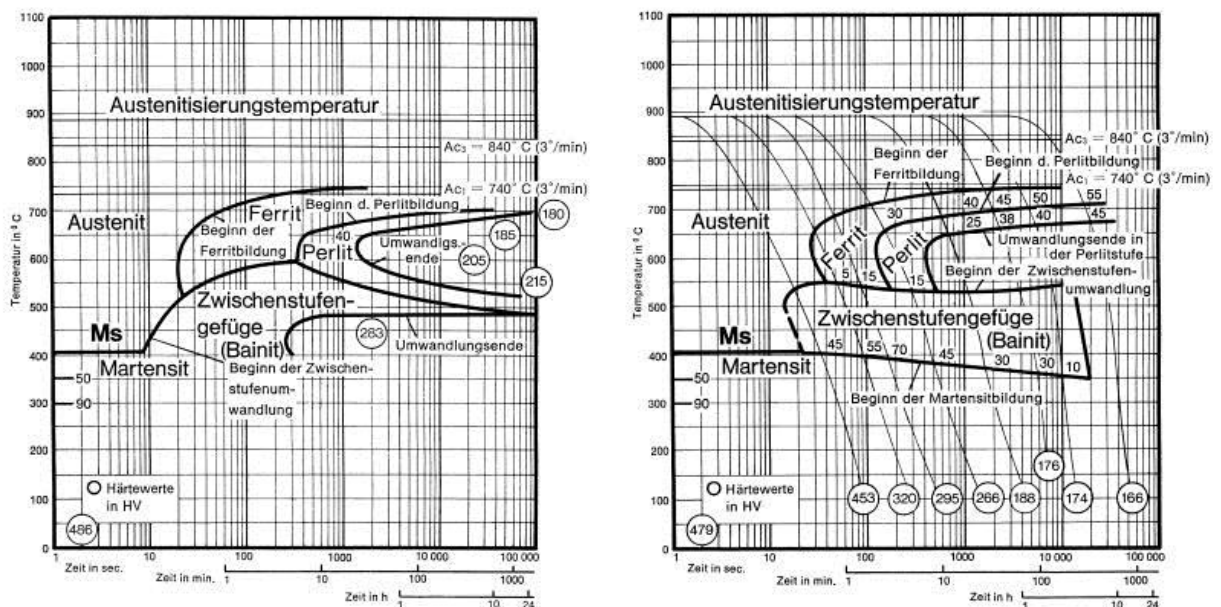
Bild 3-25b stellt die Keimbildungsgeschwindigkeit \dot{N} und die Wachstumsgeschwindigkeit \dot{G} zusammen dar. Die Gesamtumwandlungsgeschwindigkeit ist als Produkt von beiden Geschwindigkeiten zu sehen. Die Keimbildungs- und Gesamtumwandlungsgeschwindigkeit zeigen das gleiche allgemeine Verhalten.

Niedrige Keimbildungsgeschwindigkeiten und hohe Diffusionsgeschwindigkeiten 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. 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 [56].

ZTU kontinuierlich/isotherm

Das ZTU-Schaubild ist die grafische Darstellung der Umwandlungsvorgänge im Gefüge einer Legierung in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit (Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubild). ZTU-Diagramme gibt es für die isotherme Behandlung (Bild 3-26a) und für die kontinuierliche Abkühlung (Bild 3-26b). Schaubilder für die isotherme Behandlung lassen sich für 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 [58].



a) b)
Bild 3-26: ZTU-Diagramm für (a) isotherme Behandlung und (b) kontinuierliche Abkühlung [58].

In einem isothermen ZTU-Schaubild wird der Zusammenhang zwischen der Haltetemperatur und der Haltedauer und dem Ablauf der Austenitumwandlung beschrieben. Die auf Austenitisierungstemperatur gebrachten Proben werden schnell auf eine bestimmte Temperatur abgeschreckt und anschließend über einen längeren Zeitraum bei dieser Temperatur gehalten. Die Umwandlung des

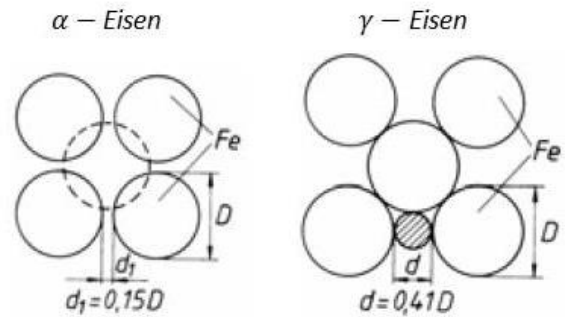
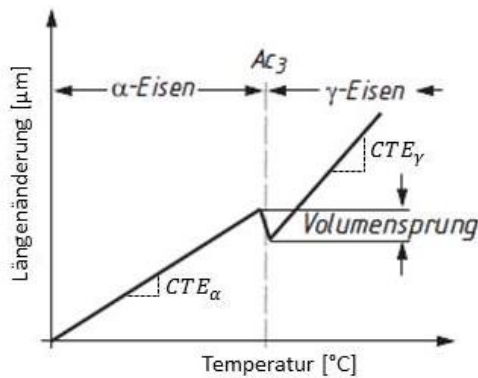
Austenits beginnt erst mit einer gewissen Verzögerung, die von der Temperatur abhängig ist. Diese Verzögerung, Anlaufzeit genannt, nimmt mit zunehmender Unterkühlung zuerst ab und nach Erreichen eines Minimums wieder zu. Die Zeit zwischen dem Umwandlungsanfang und dem Umwandlungsende wird Umwandlungsdauer 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 jeweils zu erwartende Härte in HV (Vickershärte) des bei dieser Abkühlung entstandenen Gefüges. Hauptanwendungsgebiet eines isothermen Schaubilds ist die gezielte Umwandlung zu einem bestimmten Gefüge z. B. bei der Zwischenstufenvergütung [59]. In einem kontinuierlichen ZTU-Schaubild wird der Zusammenhang zwischen der Abkühlungsgeschwindigkeit (-zeit) und dem Ablauf der Austenitumwandlung beschrieben. Die auf Austenitierungstemperatur 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 jeweils 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 [59]. Erklärung zu den Umwandlungspunkten: Ac_1 – Beginn der Umwandlung $\alpha \rightarrow \gamma$, Ac_3 – Ende der Umwandlung $\alpha \rightarrow \gamma$, Ar_3 – Beginn der Umwandlung $\gamma \rightarrow \alpha$, Ar_1 – Ende der Umwandlung $\gamma \rightarrow \alpha$.

3.4.2 Experimentelle Ermittlung der Phasenumwandlungspunkte

Die experimentelle Ermittlung der Phasenumwandlung erfolgt durch Messung der Längenänderung dL (μm) über die Temperatur T ($^{\circ}\text{C}$) und ergibt eine sogenannte Dilatometerkurve. Der Abstand der Atome in einem Kristallgitter (l_0) ergibt sich 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 Ausdehnungskoeffizient α_t charakterisiert.

$$\alpha_t = \frac{1}{L} \frac{dL}{dT} \quad \text{Gleichung 3-33}$$

Die Erwärmung von Eisen auf 911°C (Ac_3) führt durch Phasenumwandlung ($\alpha \rightarrow \gamma$) zu einer Gittermodifikation und dadurch zu einer Änderung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten: $\alpha_{\text{Ferrit}} < \alpha_{\text{Austenit}}$ (Bild 3-27a). 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 3-27b). Diese kann mittels Dilatometer detektiert werden.



a) b)
Bild 3-27: (a) Dilatometerkurve, Längenänderung einer Eisenprobe bei Erwärmung und (b) Packungsdichte [60].

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.

3.4.3 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.

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 Zustandsschaubilder 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. Ab einem bestimmten Legierungsgehalt bilden sich hier bei allen Temperaturen nur noch ferritische Gefüge. Klarner [41] und Buchmayr [61] 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 [62] für die Berechnung der Martensitstarttemperatur am Beispiel von 328 Stählen gegeben. Die vom Creusot Laboratory erreichten Ergebnisse charakterisieren die Wirkung der chemischen Zusammensetzung und der Austenitisierungsbedingungen auf den Ablauf des ZTU-Diagramms von kohlenstoffarmen Stählen [63]. Eine schematische Darstellung des Einflusses der Legierungselemente auf das Umwandlungsverhalten bei Stählen ist unten im Bild 3-28 zusammengefasst.

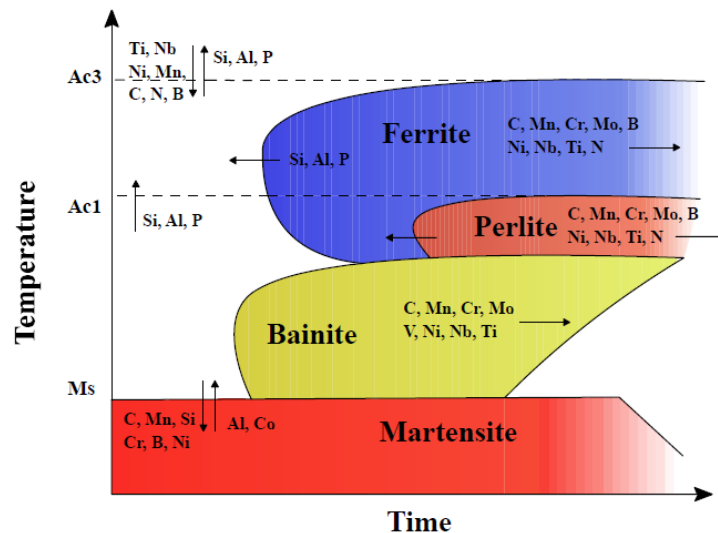


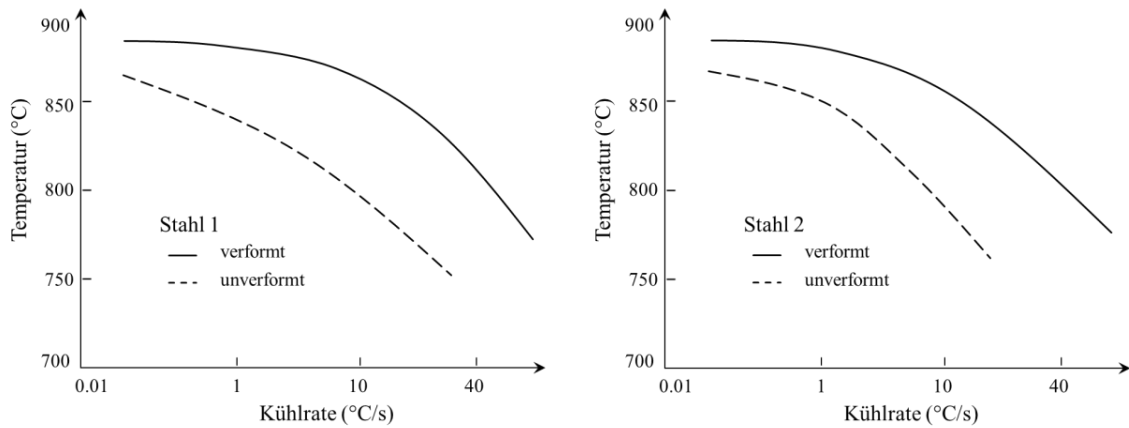
Bild 3-28: Einfluss der Legierungselemente auf das Umwandlungsverhalten bei Stählen [64].

Ochi u. a. [65] 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 3-34 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] bzw. der Rohrwanddicke für das hier vorliegende Prozessmodell [41].

$$A_{r3} (\text{°C}) = 910 - 310C - 80Mn - 20Cu - 15Cr - 55Ni - 80Mo + 0,35(t - 8) \quad \text{Gleichung 3-34}$$

3.4.4 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 des Austenits vor der Umformung und die Größe und Art der Umformung. Bei den Untersuchungen nimmt man entweder die mit einem gewissen Produktionsprozess verbundene Deformation [66], [67], [68] oder einen höheren Wert, um den Einfluss stärker auszuprägen und deutlich zu beschreiben [69], [70]. Die durchgeführten Untersuchungen in [71] 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 (Bild 3-29).

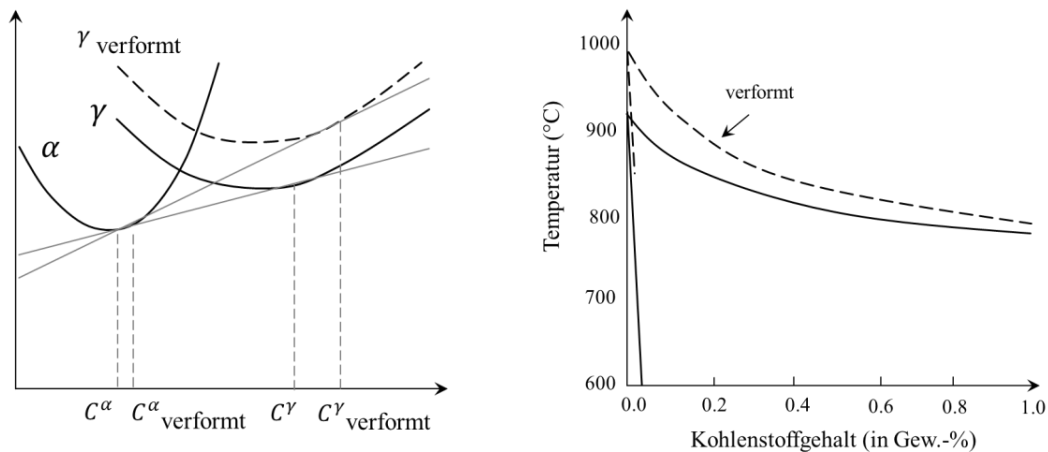


a)

b)

Bild 3-29: (a) Einfluss der Umformung auf die Verschiebung der A_{r3} -Temperatur in C-Mn Stahl ohne und (b) mit Nb-Mikrolegierung [71].

Eine schematische Darstellung im Bild 3-30 erklärt die Entstehung des „umforminduzierten Ferrits“ (deformation induced ferrite transformation) als die Änderung der freien Enthalpie.



a)

b)

Bild 3-30: (a) Schematische Darstellung der Änderung der freien Energie-Kurve des verformten Austenits und (b) Fe-C-Diagramm, Änderung der Umwandlungstemperatur durch Verformung [64].

3.4.5 Einfluss der Korngröße

Ein anderer wichtiger Parameter beim Umwandlungsprozess ist die Austenitkorngröße. Die Korngröße charakterisiert die Korngrenzfläche und die potenzielle Anzahl von Keimstellen für die Umwandlung. Wie aus Bild 3-31 erkennbar ist, verschiebt sich die Umwandlung mit steigender Austenitisierungstemperatur zu späteren Zeiten und niedrigeren Temperaturen (Stahl 1: C = 0,11, Si = 0,40, Mn = 1,28; Stahl 2: C = 0,21, Si = 0,40, Mn = 1,52). Dies kann durch den größeren mittleren Korndurchmesser und dem damit geringeren Anteil an vorhandener Korngrenzfläche erklärt werden.

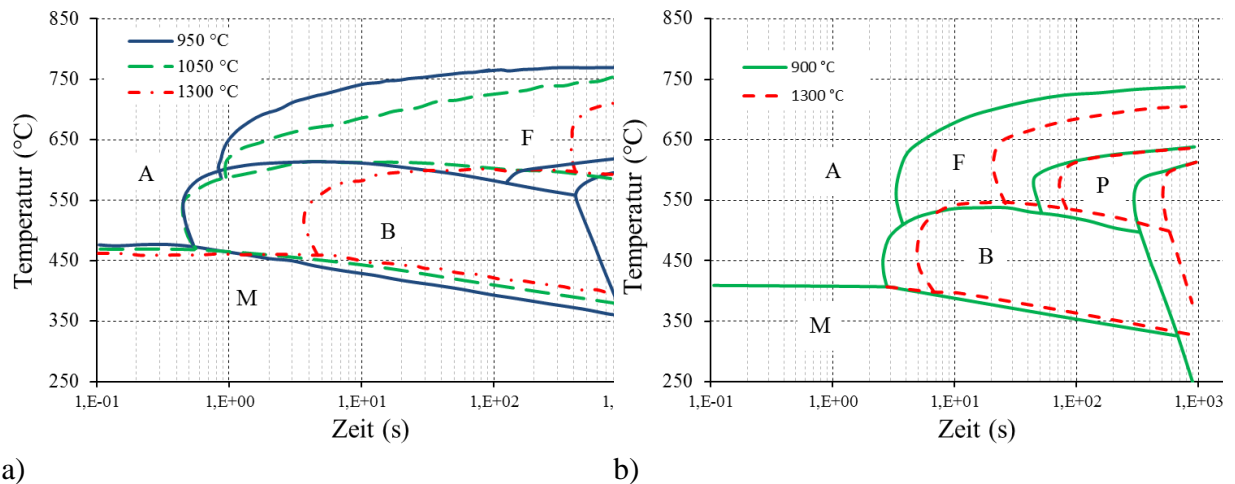


Bild 3-31: Einfluss der Austenitisierungstemperatur (Austenit-Korngröße) auf das Umwandlungsverhalten (a) Stahl 1 und (b) Stahl 2; A – Austenit, F – Ferrit, B – Bainit, M – Martensit [72].

3.4.6 Einfluss einer beschleunigten Abkühlung

Eine beschleunigte Abkühlung nach dem Streckreduzierwalzwerk (SRW) ermöglicht den verformten Austenit auf ein optimales Unterkühlungsausmaß zu bringen, welches 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 [73] 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 [20].

3.4.7 Modelle zur Ermittlung der A_{r3} -Temperatur

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 [74].

Zur Berechnung der Ferrit-Start-Temperatur $A_{r3}^{\circ C}$ während des kontinuierlichen Kühlens bedarf es Modelle, welche neben der chemischen Zusammensetzung zusätzlich die Auswirkungen der Austenitisierungsbedingungen sowie der Kühlrate $CR^{\circ C/s}$ auf die Phasenumwandlung berücksichtigen. Solche Modelle werden mittels multipler linearer Regression durch Anwendung der neuronalen-Netzwerk-Methode von A. A. dos Santos und R. Barbosa erstellt [75].

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 3-36 umgerech-

net. In Tabelle 3-9 ist der Bereich der chemischen Zusammensetzung der untersuchten Stähle ersichtlich.

$$Ar_3[^\circ C] = 877,4 - 512C - 40,9Mn + 23,1Si + 567,1C^2 - 199,5CMn + 265,8CSi + 4,15N - 1,03CR^{0,5} - 11,3 \ln(CR) \quad \text{Gleichung 3-35}$$

$$\text{mit } N = -2 \ln(2 \cdot 10^{-4} d_\gamma / \ln(2)) \quad \text{Gleichung 3-36}$$

Tabelle 3-9: Rahmen der chemischen Zusammensetzungen für die Berechnung von Ar_3 (in Gew.-%).

Element	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 Modell nach J. Trzaska und L. A. Dobrzański [76] werden die Austenitisierungsbedingungen durch die Austenitisierungstemperatur T_A berücksichtigt. In Tabelle 3-10 ist der Bereich der chemischen Zusammensetzung der untersuchten Stähle ersichtlich:

$$Ar_3[^\circ C] = 968,7 - 254C - 71Mn + 27,6Si - 30Cr - 44Ni - 54Mo + 95,8V - 0,02T_A - 62,8CR^{0,25} \quad \text{Gleichung 3-37}$$

Tabelle 3-10: Rahmen der chemischen Zusammensetzungen für die Berechnung von Ar_3 (in Gew.-%).

Element	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 (Gleichung 3-38) unter Einwirkung des Verformungsgrades φ während der Kühlung [75]. Ar_3 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 Rekristallisationsstoptemperatur (T_{nr}).

$$Ar_3 = Ae_3 - 22,2405 CR^{0,1677} \varphi^{-0,1027} d_\gamma^{0,3103} \quad \text{Gleichung 3-38}$$

3.5 Ausscheidungen

Eine Verbesserung bestimmter Eigenschaften, häufig der Festigkeit, der Härte, der Zähigkeit, der Umformbarkeit und der Korrosionsbeständigkeit, wird durch einen gezielten Zusatz weiterer Elemente erreicht. Die Eigenschaften eines Stahles ändern sich nicht immer stetig mit zunehmender Menge eines Legierungselementes und die Wirkungen der im Stahl enthaltenen Legierungselemente addieren sich nicht immer.

3.5.1 S, P – Begleitelemente

Schwefel (S) sowie Phosphor (P), Stickstoff und Sauerstoff sind unerwünschte Begleitelemente. Bei der Stahlerzeugung versucht man grundsätzlich den Anteil von Schwefel durch eine Ent-

schwefelung der Eisenschmelze zu minimieren. Die Grenzwerte der unerwünschten Begleitelemente wurden in den letzten fünfzig Jahren stark reduziert (S von 0,03 bis zu 0,001) [77].

Der Schwefel im Stahl kann folgende Sulfide bilden: MnS, (Mn,Fe)S, Cu₂S, Cu₈S₅, Cu₉S₅, TiS, Ti₄C₂S₂, FeS und Fe₂S. Die Größe und Form der Ausscheidungen können Rekristallisation und dadurch das Umformvermögen beim Warmwalzen beeinflussen.

Die Sulfidstabilität und Ausscheidung oder Auflösung von Sulfiden lässt sich durch ihre Bildungsenthalpien oder anhand der Löslichkeitsprodukte und auch der Schmelzpunkte beurteilen. Für ausgewählte Sulfide sind die Schmelzpunkte angegeben [78]: MnS (1610°C), FeS (1180°C) und Fe₂S (742°C).

3.5.2 Mn, V, Al – Legierungselemente

Mangan wird zur Vermeidung des tiefschmelzenden Eisensulfid-Eutektikums und der Warmrisigkeit zulegiert, bezieht auch unterschiedliche Löslichkeitsprodukte von Schwefel ein und hat eine höhere Affinität zu Schwefel als Eisen. Mangansulfide der Zusammensetzung MnS sind in der α - und β -Modifikation als kubische Formen und γ -MnS als hexagonale Struktur bekannt und werden in [79] beschrieben. Durch den Zusatz von Mangan (bis etwa 1,6%) kann eine höhere Festigkeit über eine Mischkristallverfestigung erreicht werden. Mangan hat keinen erkennbaren Einfluss auf die Korrosionsbeständigkeit, nur in Verbindung mit Schwefel vermindert es die Beständigkeit gegenüber Lochkorrosion. Mit Mn als Legierung wird die Löslichkeit des Stickstoffs im Austenit erhöht, die Löslichkeit des Schwefels gesenkt und parallel dazu die Schweißbarkeit verbessert. Gleich wie Cr und Mo verzögert Mn die Perlitumwandlung [80]. Bei kohlenstoffarmen Nb-mikrolegierten Stählen reduziert Mn fast linear die Phasengleichgewichtstemperaturen [81].

Vanadium hat im Vergleich zu den anderen Mikrolegierungselementen aufgrund seiner geringen Atomdifferenz zu Eisen die größte Löslichkeit im Austenitgitter. Vanadiumnitrid ist mit anderen Nitriden und mit den Niobkarbiden vollkommen mischbar. Bei V-mikrolegierten Stählen erfolgt die Festigkeitssteigerung sowohl durch Kornfeinung als auch durch Bildung fein verteilter Ausscheidungen vom Typ (V,Nb)(C,N)-Karbonitrid. Vanadium trägt durch gelöste Atome oder durch Atome, die zu den Korngrenzen segregiert sind, zur Härteverbesserung bei [82]. Vanadiumausscheidungen sind dagegen Keimstellen für die nicht martensitische Umwandlung [83]. Als ausscheidungshärtendes Element ist Vanadium besser geeignet als Niob. Alle drei Zusätze (V, Ti, Nb) sind als starke Karbidbildner bekannt. Ti, Nb und V bilden sowohl Nitride als auch Karbonitride [84], [85]. Die Vanadiumkarbonitrid-Ausscheidung erfolgt sehr schnell, größtenteils bereits während der γ/α -Umwandlung. Durch die Abbindung von Stickstoff verbessert Vanadium genau wie Nb und Ti die Alterungsneigung von Stählen. Die wesentlich niedrigere Lösungsglühtemperatur des Vanadiumstahles entspricht der stärkeren Löslichkeit von VN im Vergleich zum Nb (C, N) oder zum TiC [86].

Das Element Aluminium ist sehr wichtig, da es bei Gehalten von 0,02% den im Stahl enthaltenen Stickstoff als Aluminiumnitrid bindet. Hierbei sind die AlN-Ausscheidungen für das Fixieren der Kornform verantwortlich [87], [88]. Diese Fixierung ist zusammen mit anderen Ausscheidungen auch nach dem Glühen bekannt [89]. Aluminium selbst, besonders in der Kombination mit Silizium, verlangsamt die Verzunderungsgeschwindigkeit bei hohen Temperaturen, z. B. bei der Erwärmung im Ofen.

3.5.3 Nb, Ti – Mikrolegierungselemente

Mikrolegierungselemente bilden die feinverteilten und erst bei höheren Temperaturen in Lösung gehenden Nitride und/oder Karbide. Titanitride sind selbst bei hohen Drehherdofentemperaturen von 1250°C stabil, hingegen gehen die Karbide von Titan und Niob und auch die Niobnitride im Ofen in Lösung. Die Nitrid- oder Karbidteilchen behindern das Wachsen der Austenitkörner und führen zu einem feinen Ferritkorn [90]. Die Ausscheidungsgröße und -anordnung und damit ihre Wirksamkeit sind von ihrer Bildungstemperatur abhängig. Je höher die Bildungstemperatur ist, desto größer sind die Ausscheidungen. Im Austenit werden die Ausscheidungen auf Austenitkorn Grenzen, Subkorn Grenzen und Zwillingsgrenzen ausgeschieden. Sie wirken hauptsächlich als Keimstellen für das Umwandlungsgefüge. Feine Ausscheidungen können eine Beschleunigung der Austenitumwandlung bewirken [91], [92]. Bei Ti-Nb-legiertem Stahl hat die Abkühlung nach dem Warmwalzen einen großen Einfluss auf die Entwicklung der mechanischen Eigenschaften. Als Folge der Ostwald-Reifung der Ausscheidungen ergibt sich betrieblicherseits hieraus eine optimale Auslagerungstemperatur zwischen ca. 620°C und 660°C [90]. In den Forschungsarbeiten von Hansen u. a. [93], Speer u. a. [94] und Hong u.a. [95] wurde nachgewiesen, dass die Ausscheidungen in Nb-, Nb/V- und Nb/Ti-mikrolegierten Stählen an den Korngrenzen bevorzugt ausgeschieden werden. In der Arbeit von Zajac [96] sind intergranulare Ausscheidungen bei C-Mn-V-Ti Stählen mit unterschiedlichen N-Gehalten im Bereich von 50 bis 250 ppm beschrieben. Von den Mikrolegierungselementen Ti und Nb ist nur Titan Sulfidbildner, während Niob keine Verbindung mit Schwefel eingeht [97].

Das Mikrolegierungselement Titan bildet wie auch andere Mikrolegierungselemente sowohl im Austenit als auch im Ferrit feine Karbid-, Nitrid- und Karbonitridausscheidungen, deren Zusammensetzung sich je nach Kohlenstoff- und Stickstoffgehalt und je nach Bildungstemperatur ändert [98]. Da die Lösungstemperatur der Titanausscheidungen sehr hoch ist, wirken diese, wenn sie feindispers verteilt sind, kornwachstumshemmend. Gelöste Ausscheidungen können sich im Verlauf der Umformung wieder ausscheiden und führen zu einer Festigkeitssteigerung durch Ausscheidungshärtung. Die Zähigkeitseigenschaften werden dabei nicht negativ beeinflusst. Titan verhindert ebenso wie Niob durch die stabile Abbindung von Kohlenstoff und Stickstoff die interkristalline Korrosion von ferritischen Stählen, die durch Chromkarbide und -nitride auf den Korngrenzen hervorgerufen wird. Aufgrund seiner scharfkantigen Ausscheidungen eignet sich Titan allerdings nicht zur Kornwachstumshemmung und zur Ausscheidungshärtung bei dynamisch hochbeanspruchten Bauteilen. Im Vergleich mit Niob hat Titan mehr Affinität zur Stickstoffabbindung. Außerdem können die Verteilung und die Größe der Ti-Ausscheidungen, die während des Nachwärmprozesses gebildet wurden, eine wichtige Rolle nicht nur in Bezug auf „das Festhalten von Austenitkörnern“ während des Nachwärmens, sondern auch auf die Ausscheidungskinetik von Nb-Ausscheidungen spielen [99].

Niob bildet ebenso wie Titan mit den Elementen Kohlenstoff und Stickstoff Ausscheidungen verschiedenster Zusammensetzungen. Nb und V bilden Karbide vom Typ (V,Nb)(C,N), die zu den stabilsten Phasen in den Stählen zählen und daher sehr wichtig für die Hochtemperaturbeständigkeit dieser Werkstoffe sind [100]. Je größer das N/C-Verhältnis eines Stahles ist, desto stickstoffreicher sind die Niobkarbonitride. Die Löslichkeit für Niob im Austenit sinkt mit steigendem Kohlenstoffgehalt in der Schmelze. Beim selben Kohlenstoffgehalt ist die Temperaturstabilität von Niobkarbonitrid höher als von Niobkarbid [101]. Niobkarbide im Austenit können das Kornwachstum behindern. Mit steigendem Niobgehalt der Ausscheidungen steigt die Grenztemperatur für das Kornwachstum, sofern der Volumenanteil der Ausscheidungen gleich ist. Bei

gleichen Gehalten an Mikrolegierungselementen hat Niob den stärksten Einfluss auf die Kornfeinung, gefolgt von Titan und Vanadium. Nb kann ungünstige Seigerungen in dickwandigen Bauteilen hervorrufen [102]. Bei Ti- und TiNb-legierten Stählen mit Mikrolegierungen weit oberhalb von 100 ppm sind im Warmband Niobsegregationen an den Korngrenzen bekannt [103]. Nioblegierte Stähle werden häufig für die thermomechanische Behandlung eingesetzt. Im Verlauf der Warmumformung werden bei niedrigen Austenitisierungstemperaturen dehnungsinduzierte, feine Ausscheidungen gebildet, die die Rekristallisation verzögern, was zu extrem feinen Körnern führt, da die Austenitumwandlung ohne vorherige Rekristallisation ablaufen kann [104], [105]. Die thermodynamisch berechneten Gleichgewichtszustände für mehrere Mikrolegierungstypen bei bestimmten Temperaturen sind in Tabelle 3-11 zusammengefasst [106].

Tabelle 3-11: Die thermodynamisch berechneten Gleichgewichtszustände bei bestimmten Temperaturen.

Kohlenstoff- armer Stahl	> 1400°C	1200°C	1000°C	800°C	600°C
Ti, Al	TiN	TiN	TiN AlN	TiN AlN	TiN AlN
Ti, Nb	TiN Nb _{0,87} (C,N) (Nb _x Ti _{1-x})(C _y N _{1-y})	TiN Nb _{0,87} (C,N) (Nb _x Ti _{1-x})(C _y N _{1-y})	TiN Nb _{0,87} (C,N) (Nb _x Ti _{1-x})(C _y N _{1-y})	TiN Nb _{0,87} (C,N) (Nb _x Ti _{1-x})(C _y N _{1-y})	TiN Nb _{0,87} (C,N) (Nb _x Ti _{1-x})(C _y N _{1-y})
Ti, Nb, Al	TiN Nb _{0,87} (C,N) (Nb _x Ti _{1-x})(C _y N _{1-y})	TiN Nb _{0,87} (C,N) (Nb _x Ti _{1-x})(C _y N _{1-y})	TiN Nb _{0,87} (C,N) (Nb _x Ti _{1-x})(C _y N _{1-y}) AlN	TiN Nb _{0,87} (C,N) (Nb _x Ti _{1-x})(C _y N _{1-y}) AlN	TiN Nb _{0,87} (C,N) (Nb _x Ti _{1-x})(C _y N _{1-y}) AlN
Ti, Nb, V	TiN Nb _{0,87} (C,N) (Nb _x Ti _{1-x})(C _y N _{1-y})	TiN Nb _{0,87} (C,N) (Nb _x Ti _{1-x})(C _y N _{1-y}) Nb ₅ V(C,N)	TiN Nb _{0,87} (C,N) (Nb _x Ti _{1-x})(C _y N _{1-y}) Nb ₅ V(C,N)	TiN Nb _{0,87} (C,N) (Nb _x Ti _{1-x})(C _y N _{1-y}) Nb ₅ V(C,N)	TiN Nb _{0,87} (C,N) (Nb _x Ti _{1-x})(C _y N _{1-y}) Nb ₅ V(C,N)
Ti, Nb, Al, V	TiN Nb _{0,87} (C,N) (Nb _x Ti _{1-x})(C _y N _{1-y})	TiN Nb _{0,87} (C,N) (Nb _x Ti _{1-x})(C _y N _{1-y}) Nb ₅ V(C,N)	TiN Nb _{0,87} (C,N) (Nb _x Ti _{1-x})(C _y N _{1-y}) Nb ₅ V(C,N) AlN	TiN Nb _{0,87} (C,N) (Nb _x Ti _{1-x})(C _y N _{1-y}) Nb ₅ V(C,N) AlN	TiN Nb _{0,87} (C,N) (Nb _x Ti _{1-x})(C _y N _{1-y}) Nb ₅ V(C,N) AlN

3.5.4 Ausscheidungen und Phasenumwandlung

Die Löslichkeit von karbonitridbildenden Mikrolegierungselementen in einer ferritischen Matrix ist im Vergleich zu einer austenitischen Matrix um Größenordnungen kleiner. Diese enorme Löslichkeitsdifferenz initiiert, falls für eine notwendige Diffusion genügend Zeit ist, eine Ausscheidungsreaktion, die mit der austenitisch-ferritischen Phasenumwandlung gekoppelt ist. Die Ausscheidungsreaktion kann sowohl während als auch nach der $\gamma \rightarrow \alpha$ Umwandlung ablaufen. Falls keine Ausscheidungsreaktion abläuft, bleibt der Ferrit übersättigt [107].

Die gekoppelte Umwandlungs- und Ausscheidungsreaktion im Stahl kann teilweise so interpretiert werden, dass die Ferritbildung zusammen mit einer Eisenkarbidbildung abläuft. Diese Umwandlung ist bei einer genügend niedrigeren Kühlrate und genügend Kohlenstoff als die Perlitbildung zu betrachten. Gleichzeitig können aufgrund der variablen thermodynamischen Stabilität die Ausscheidungskonfigurationen (in Form der Karbonitride) mit den klassischen Mikrolegierungselementen wie Ti, Nb und V während der Reaktionen Austenit \rightarrow Ferrit, Ferrit \rightarrow Perlit gebildet werden. Das Teilchenwachstum und die Stabilität hängen von der Diffusion der interstitiell gelösten Atome Stickstoff und Kohlenstoff, aber auch von der Diffusionsgeschwindigkeit der substitutionell gelösten Atome ab. Dieses diffusionsgesteuerte Wachstum ist somit zwingend an die Bewegung der Reaktionsfläche zwischen Austenit und Ferrit gekoppelt. In Abhängigkeit

von den Bedingungen in der Reaktionszone können die Karbonitride verschiedene Morphologien annehmen [108].

In mit Ti und Nb mikrolegierten V-Stählen sind die, durch eine ebene Grenzflächenausscheidungsreaktion generierten, parallelen Ausscheidungsbänder zu beobachten. Dies ist mit einer gesteuerten Ausscheidung von Vanadiumkarbid verbunden, der eine höhere Löslichkeit sowohl im Austenit als auch im Ferrit aufweist [109], [110].

Für die Festigkeit einer Struktur folgt daraus, dass bei tiefen Umwandlungstemperaturen ein Minimum im Bandabstand und im Teilchenabstand erreicht wird. Die dazu notwendige Senkung der Umwandlungstemperatur kann durch eine Zulegierung von austenitstabilisierenden Elementen (wie Mn oder Ni) ermöglicht werden. Die gebildeten Ausscheidungen wirken auf den Ablauf der Phasenumwandlung hemmend, da die γ/α – Grenzfläche während der Bewegung zwischen den Ausscheidungen gekrümmt wird, bis sie sich von diesen löst. Der Mechanismus kann im Prinzip mit dem Orowan-Mechanismus für Versetzungsbewegungen verglichen werden, mit der Ausnahme, dass kein Ring analog zum Versetzungsring um die Ausscheidung bleibt [111].

In mikrolegierten Stählen wird nur ein Teil der Ausscheidungen während der γ/α – Umwandlung gebildet. Eine zusätzliche, aus dem übersättigten Ferrit stammende Ausscheidungsmorphologie ist dann möglich, wenn die Diffusion der karbonitridbildenden Elemente noch genügend rasch abläuft. Diese Ausscheidungen werden dementsprechend bei Versetzungen und an Ferritgrenzflächen gebildet, da diese mehrdimensionalen Fehlstellen mit einer örtlich höheren Diffusionsrate assoziiert werden können [112].

3.5.5 Analyse von kompliziert aufgebauten Gefügen

Die teilkohärenten Grenzflächen sind aus einer regelmäßigen Anordnung von Versetzungen aufgebaut. Häufig bilden sich auch Kristallkeime an vorher im Gitter schon vorhandenen Versetzungen. Die Abbildungsbedingungen sind dann häufig so, dass man nicht beide Objekte - Versetzung und Teilchen - gleichzeitig mit gutem Kontrast abbilden kann (Bild 3-32a). Hier hilft oft eine Kombination von Hell- und Dunkelfeldaufnahme. Im Hellfeld werden die Versetzungen gut abgebildet (Bild 3-32b), während im Dunkelfeld das Profil der Teilchen klar erkennbar wird (Bild 3-32c) [113].

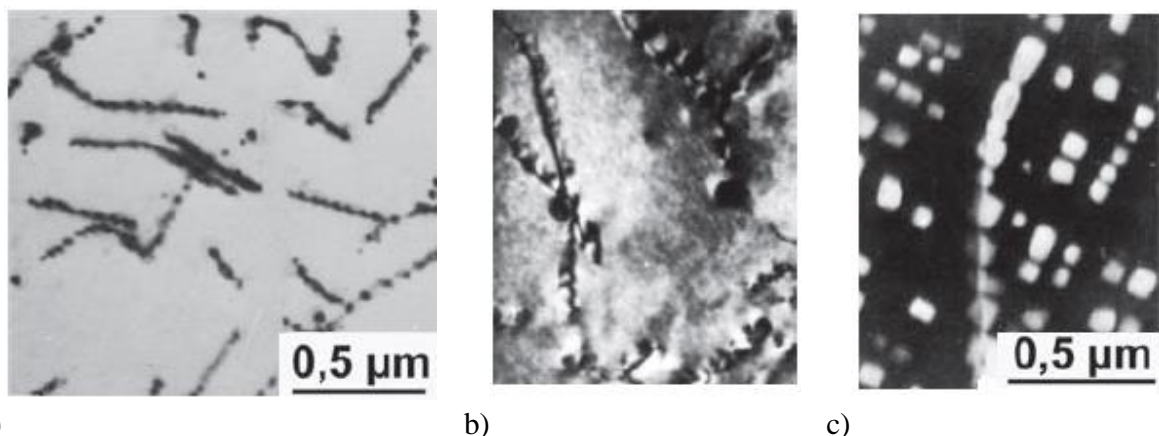


Bild 3-32: Ausscheidungsbildung an Versetzungen: (a) Keime von kfz-Goldteilchen bilden sich im kfz Eisen-Goldmischkristall durch Aufspalten von Versetzungen, (b) die Hellfeldaufnahme zur Abbildung der Versetzungen und (c) die Dunkelfeldaufnahme zur Abbildung der Teilchen [113].

Dunkelfeldmethode

Das Prinzip der Dunkelfeldmikroskopie beruht darauf, dass Objekte Licht nicht nur absorbieren, sondern auch immer einen Teil des Lichtstrahls ablenken. Wenn die Beleuchtung so eingestellt ist, dass die direkten Lichtstrahlen am Objektiv des Mikroskops vorbeigehen, sieht der Betrachter nur das abgelenkte Licht. Eine der Ablenkungsursachen ist die als Tyndall-Effekt bezeichnete Streuung von Licht an kleinen Teilchen. Auch Teilchen, die kleiner sind als die Auflösungsgrenze des Mikroskops, lenken Licht ab und lassen sich daher mit einem Dunkelfeldmikroskop nachweisen. Während man bei der Hellfeldmethode den ungebeugten Elektronenstrahl abbildet (Bild 3-33a), wird für die Dunkelfeldaufnahme ein gebeugter Elektronenstrahl benutzt (Bild 3-33b). Auf diese Weise entsteht ein charakteristischer Beugungscontrast im vergrößerten Endbild.

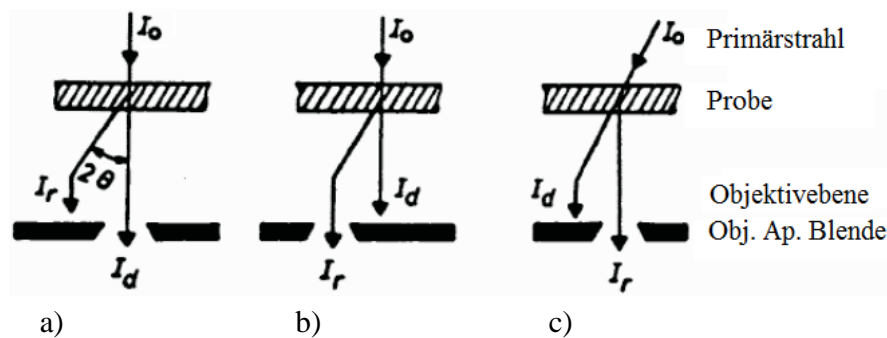


Bild 3-33: Schematischer Strahlengang bei (a) Hellfeldabbildung, (b) Dunkelfeld durch Verschieben der Objektivaperturblende und (c) Dunkelfeld durch Kippen des Strahlerzeugers.

3.5.6 Quantitative Auswertung der Ausscheidungsparameter

Für die quantitative Analyse der Ausscheidungsparameter wie Radius, Anzahl und Volumenfraktion werden heute stereologische Methoden verwendet. Eine ausführliche Zusammenfassung dieser Methoden wird von Underwood gegeben [114].

In dieser Arbeit berechnen wir die Ausscheidungsparameter mit einem modifizierten Ansatz auf der Basis der von Sonderegger entwickelten Methode [115]. Dieses Verfahren erzeugt nur geringe systematische Fehler für die Verteilung der Ausscheidungsgrößen bei unterschiedlichen Probenstärken. Stereologische Gleichungen werden zur Berechnung jeder Art der Ausscheidungen verwendet und ermöglichen die Ermittlung des mittleren Durchmessers und des Volumenanteils. Die Probenstärke an der Position der Ausscheidung i ergibt sich aus dem t/λ Bild, wobei t die Probenstärke und λ die mittlere freie Weglänge von Elektronen bei inelastischer Streuung sind. Dabei wird λ aus dem Ansatz von Malis [116] berechnet.

3.6 Computersimulation

3.6.1 Zelluläre Automaten für die Modellierung der dynamischen Rekristallisation

Im Rahmen dieser Arbeit wurde ein Modell auf der Basis von Zellulären Automaten in Java für die Beschreibung der dynamischen Rekristallisation entwickelt und mit experimentellen Daten validiert.

Zelluläre Automaten sind Algorithmen, die durch Anwenden von lokalen deterministischen oder probabilistischen Transformationsregeln auf die Zellen eines regelmäßigen (oder unregelmäßigen) Gitters, die diskrete räumliche und zeitliche Entwicklung von komplexen Systemen beschreiben [117], [118]. Diese Regeln bestimmen den Zustand eines Gitterpunkts in Abhängigkeit

von seinem vorherigen Zustand und dem Zustand der benachbarten Zellen. Die Anzahl, die Anordnung und der Umfang der Nachbarzellen, die mit den Transformationsregeln zur Berechnung der Zustandsänderung verwendet werden, bestimmen die Wechselwirkung und die lokale Form der Bereiche, die sich entwickeln. Zelluläre Automaten arbeiten in diskreten Zeitschritten. Nach jedem Zeitintervall werden die Werte der Zustandsvariablen für alle Gitterpunkte synchron aktualisiert, um die neuen (oder unveränderten) Werte, welche durch die Transformationsregeln zugeordnet wurden, zu kartieren. Aufgrund dieser Merkmale sind die zellulären Automaten ein diskretes Verfahren für die Simulation und Entwicklung von komplexen dynamischen Systemen, die eine große Anzahl von ähnlichen Komponenten enthalten, auf der Basis ihrer lokalen Wechselwirkungen. Die räumliche Gesamtsystemkomplexität und die Transformationskinetik ergeben sich aus der wiederholten und synchronen Durchführung der zellulären Automaten-Regeln angewendet auf alle Knoten des Gitters [119]. Zelluläre Automaten wurden erfolgreich für eine Vielzahl von Problemen im Bereich der dynamischen Rekristallisation verwendet [120], [12], [121], [54], [122].

3.6.2 JMatPro für die Modellierung der Umwandlungskinetik

Im zweiten Teil dieser Arbeit sind die experimentell bestimmten Werte für den Start der Ferrit-Austenit-Umwandlung für verschiedene Austenit-Bedingungen dargestellt und diese werden mit bekannten Modellen aus der Literatur verglichen. Für diesen Vergleich wird ein empirisches Modell [75], ein neuronales Netzwerkmodell [76] und ein Materialbearbeitungs-Software-JMatPro-Modell [123] verwendet. Es wird gezeigt, wie das Ausmaß der Verformung und die Anzahl der Umformschritte auf die Phasenumwandlung, die sogenannte dynamische Umwandlung (DU) oder spannungsinduzierte dynamische Umwandlung (SIDU), wirken [124]. SIDU beeinflusst die Entwicklung der Versetzungsdichte und damit die Ausscheidungskinetik [125]. Die gewonnenen Informationen sind besonders wichtig für die Bildung einer ultrafeinen Mikrostruktur im Produktionsprozess.

JMatPro ist ein wertvolles Werkzeug für die Berechnung der Werkstoffeigenschaften für eine Vielzahl von technischen Legierungen. Es ist eine Java-basierte Materialbearbeitungs-Software, die Phasengleichgewichte von Mehrkomponenten-Legierungen auf der Basis der Phasendiagramme-Methode CALPHAD (Calculation of Phase Diagrams) berechnet [123]. Für jede einzelne Phase in Mehrkomponentensystemen werden die Eigenschaften wie Molvolumen, Wärmeleitfähigkeit, Elastizitätsmodul und Poisson-Verhältnis mit einfachen Vermischungsmodellen berechnet [126]. Zunächst werden isotherme Phasenumwandlungskurven von Ferrit, Perlit und Bainit berechnet und in einem Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubild (isothermes ZTU) dargestellt [127]. Das isotherme ZTU-Diagramm wird mit den Additivitätsregeln nach Kirkaldy in ein kontinuierliches ZTU-Schaubild transformiert [128].

3.6.3 Thermodynamische Berechnung der Ausscheidungskinetik mittels MatCalc

Im Rahmen der Zusammenarbeit mit dem „Christian Doppler Laboratory Early Stages of Precipitation“ wurden die thermodynamischen Berechnungen der Ausscheidungskinetik in der betrachteten Produktionskette durchgeführt. Es wurde die Entwicklung der Versetzungsdichte und der Ausscheidungs-Populationen berechnet, die sich während der Erstarrung und der anschließenden Warmumformung bilden. Die Computersimulationen der Ausscheidungen M(C, N)-Typ (M = V, Nb oder Ti) wurden mit der thermokinetischen Software MatCalc [129], [130] durchgeführt. Die

Simulationsergebnisse wurden mit experimentell mittels Elektronenmikroskopie (TEM) ermittelten Daten validiert [131].

Die MatCalc Modellierung hilft uns, die Keimbildung, das Wachstum und die Vergrößerung der Ausscheidungen in Mehrkomponenten- und Mehrphasensystemen zu beschreiben, und die daraus resultierende hemmende Wirkung der Ausscheidungen auf die dynamische Rekristallisation zu verstehen.

3.6.4 Berechnung der Mikrostrukturentwicklung mittels Mathcad

Mathcad ist eine kommerzielle Software der Firma Parametric Technology Corporation (PTC) und gehört zur Gruppe der Computeralgebrasysteme wie Derive, Maple, Matlab und Mathematica. Mathcad wird heute für die Ausführung, Analyse und Weitergabe der wichtigsten Konstruktionsberechnungen verwendet. Die einfache Verwendung und die Ähnlichkeit mit den vertrauten Notizbüchern für die technische Entwicklung erleichtern Entwurfserkundung, -validierung und -verifizierung sowie den Austausch wichtiger Konstruktionsdaten. Dank der zahlreichen Beispiele der Kopplung von metallkundlichem und produktionstechnischem Fachwissen mit numerischen Methoden zur Lösung von praktischen Aufgabenstellungen von B. Buchmayer [132] wird Mathcad intensiv auf den Fachgebieten Werkstoffkunde, Schweißtechnik und Umformtechnik verwendet. In der vorliegenden Arbeit werden einzelne Berechnungen in Mathcad dargestellt und diskutiert.

4 Versuchsdurchführung

4.1 Versuchswerkstoffe

Die Versuchswerkstoffe sind kohlenstoffarme Mn-Stähle ohne und mit Mikrolegierungselementen. Die in Tabelle 4-1 dargestellten chemischen Zusammensetzungen unterscheiden sich vor allem im Kohlenstoffgehalt sowie in der Menge der Mikrolegierungselemente wie Vanadium, Titan und Niob.

Tabelle 4-1: Die Gruppe von untersuchten Werkstoffen, chemische Zusammensetzung (in Gew.-%).

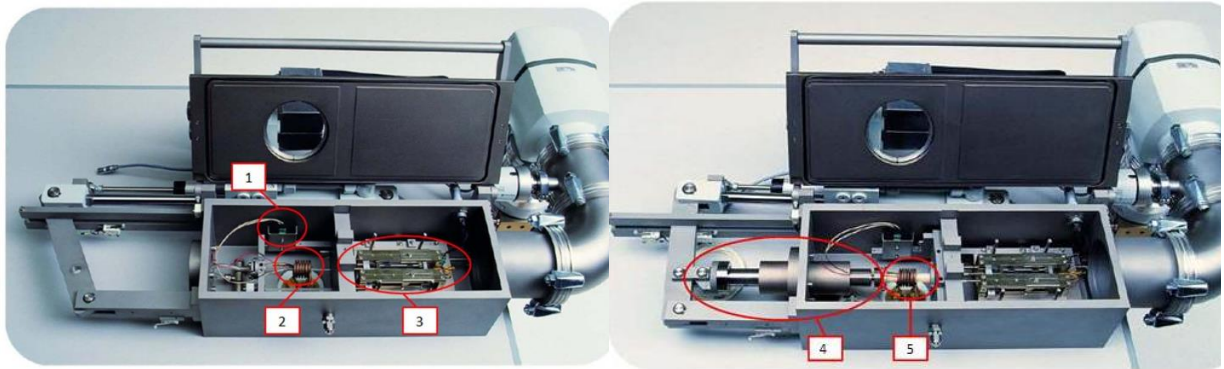
	C	Si	Mn	Al	Ti	Mo	V	N	Nb
Stahl_1 (S1)	0,08	0,30	1,50	0,03	0,03	-	0,01	0,01	0,03
Stahl_2 (S2)	0,20	0,40	1,50	0,04	-	0,01	0,03	0,01	0,03
Stahl_3 (S3)	0,18	0,30	1,40	0,02	-	0,01	0,01	0,01	-

4.2 Versuchsanlagen

Für die Untersuchung der Mikrostruktur im Mikro- und Nanobereich ist eine breite Variation von Methoden vorhanden, jede mit ihrem spezifischen Informationsgehalt, Vorteilen und Nachteilen. Die Kombination dieser vielen Methoden gibt ein möglichst umfassendes Bild über den tatsächlichen Mikrostrukturaufbau und die -entwicklung im Stahl.

4.2.1 Dilatometrische Untersuchungen

Die dilatometrischen Versuche wurden mit einem Hochgeschwindigkeitsumformungs-Dilatometer DIL 805A/D von Bähr durchgeführt, um den Einfluss der Verformung und der Kühlrate auf die Phasenumwandlung festzustellen. Das DIL 805A/D Dilatometer kann optional als Abschreck- (Bild 4-1a) oder Umformdilatometer (Bild 4-1b) 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 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 zweischichtiger Induktionsspule (2) erwärmt. Die innere Spule fungiert als Gasabschreckung. Die axiale Längenänderungsmessung (3) erfolgt mithilfe eines Differentialtransformator-Tauchkern-Systems (LVDT). Die technischen Parameter des Abschreck-Umformdilatometers DIL805 A/D sind in Tabelle 4-2 dargestellt.



a)

b)

Bild 4-1: DIL 805A/D (a) Konfiguration Abschreckdilatometer 1) Temperaturmessung, 2) induktive Heizspirale, 3) Längenänderungsmessung (LVDT); und (b) Konfiguration Umformdilatometer 4) Kraftsensor, 5) Deformationsstempel und Heizspirale.

Tabelle 4-2: Die technischen Parameter des Abschreck-Umformdilatometers DIL805 A/D.

Aufheizgeschwindigkeit	max. 100 K/s
Abkühlgeschwindigkeit	max. 100 K/s
Umformkraft	max. 25 KN
Umformgeschwindigkeit	0,01 – 125 mm/s
Probengeometrie	4x10, 5x10, 6x10 (dxl in mm)

4.2.2 Rasterelektronenmikroskop (JXA-8200 SuperProbe)

Die Flächenanalyse der „mittleren“ und „großen“ Ausscheidungen als auch der Poren wurde mittels JXA-8200 SuperProbe Electron Probe Microanalyzer (EPMA) in Leoben durchgeführt (Bild 4-2).

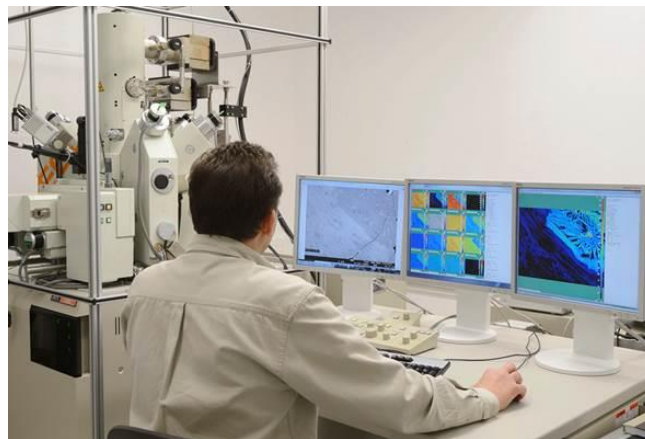


Bild 4-2: JXA-8200 SuperProbe Electron Probe Microanalyzer (EPMA).

Die Elektronenstrahlmikrosonde JXA-8200 SuperProbe liefert auf Basis der Rasterelektronenmikroskopie eine präzise chemische Analyse von festen Materialien (Elemente von B zu U). Die Quantifizierung basiert auf dem Vergleich der Röntgenstrahlintensitäten der Probe mit Standards bekannter Zusammensetzung. Die Mikrosonde ist am Institut für Angewandte Geowissenschaften und Geophysik, Montanuniversität Leoben, installiert und gehört zu einem Konsortium, das die folgenden drei Universitäten umfasst: Technische Universität Graz, Karl-Franzens-Universität Graz und Montanuniversität Leoben. Es handelt sich um das modernste Gerät seiner Art in ganz Österreich (Stand 2012).

Die JXA-8200 SuperProbe ist ein hochauflösendes REM mit einem WD/ED kombinierten Electron-Probe-Micro-Analysator. Die Kombination von bis zu fünf wellenlängendispersiven Röntgenspektrometern (WDS) und einem energiedispersiven Röntgenspektrometer (EDS) gewährleistet die effiziente und genaue Analyse. Die Computereingabe analysiert die Daten der zwei Arten von Röntgenspektrometern und stellt die Daten in einer einheitlichen Analyse zusammen. Das WD/ED kombinierte System kann gleichzeitig bis zu 21 Elemente (5 WDS, 16 EDS) analysieren. Das auf einen hochempfindlichen Festkörperdetektor rückgestreute Elektronenbild und das Sekundärelektronenbild bringen die gesamt erhaltenen Signale auf 23. Der WD/ED kombinierte Mikroanalysator bietet:

- ✓ höhere Nachweisempfindlichkeit für Spurenelemente
- ✓ höhere Genauigkeit der quantitativen Analyse
- ✓ höheres Auflösungsvermögen (Auflösung) für benachbarte Röntgenstrahlen
- ✓ höhere Genauigkeit der quantitativen Analyse leichter Elemente

Die automatisierte Bühne kann mit Probengrößen von bis zu 15x15x5 mm arbeiten und eine Probe auf 0,5 µm genau neu positionieren [133].

4.2.3 Transmissionselektronenmikroskop (Philips CM20/STEM)

Eine experimentelle Charakterisierung der Ausscheidungen wurde mit dem Transmissionselektronenmikroskop Philips CM20/STEM durchgeführt (Bild 4-3).



Bild 4-3: Transmissionselektronenmikroskop Philips CM20/STEM.

Das Philips CM20 ist mit einem Imaging Filter ausgerüstet. Es ermöglicht die Messung der Energie-spektren der austretenden Elektronenstrahlen und das Ausfiltern definierter Energiebereiche. Es wird ausschließlich mit diesen gefilterten Elektronen ein Bild der Probe erzeugt. Der Imaging Filter sorgt für eine zusätzlich Nachvergrößerung um den Faktor 18,4.

Die im CM20 verwendete CCD-Kamera besitzt eine Auflösung von 1024x1024 Pixeln und einen hohen Bildkontrast mit einer maximalen Anzahl von ca. 16400 Counts/Pixel. Hardwaremäßig ist es möglich, 2x2 oder 4x4 Pixel zu einem Einzigen zusammenzufassen. Dies senkt zwar die Auflösung, ermöglicht aber bei geringen Zählraten geringeres statistisches Rauschen und damit schärfere Bilder. Die technischen Parameter von Philips CM20/STEM sind in Tabelle 4-3 zusammengestellt.

Tabelle 4-3: Die technischen Parameter von Philips CM20/STEM.

Maximale Beschleunigungsspannung	200 kV
Elektronenquelle	LaB ₆
Energieauflösung EELS:	1,0eV FWHM
TEM Vergrößerung:	25 - 1.000.000
TEM-Punkt-Auflösung:	0,27 nm
TEM-Zeilen-Auflösung:	0,14 nm
STEM:	Digiscan II - Modell 788 BF, ADF, SE

4.3 Versuchsmethoden und Auswerteverfahren

4.3.1 Umwandlungskinetik (Dilatometer)

Für die Ermittlung des Einflusses der Verformung und der Kühlrate wurden dilatometrische Untersuchungen mit einem Hochgeschwindigkeitsumformungs-Dilatometer DIL 805A/D von Bähr durchgeführt. Die Probenlänge wurde direkt mit einer Genauigkeit von $\pm 0,05 \mu\text{m}$ gemessen. Die zylindrischen Dilatometrie-Proben wurden mit einem Durchmesser von 5 mm und einer Länge von 10mm gedreht.

Sie wurden auf eine Temperatur von 950°C bei einer Aufheizrate von 10°C/s für 15 Minuten (t_a - Austenitisierungszeit) aufgewärmt. Nach dem Aufwärmen wurden die Proben auf die gewünschten Temperaturen abgekühlt und dann mit einem Umformgrad von 0,3 oder 1 mit einer konstanten Umformgeschwindigkeit von $0,2 \text{ s}^{-1}$ gestaucht. Abschließend wurden die Proben ab 800°C mit variierten Kühlraten von 0,1 bis 60°C/s auf 300°C abgekühlt. Bei den Versuchen wurde die Verformung entweder bei konstanter Temperatur (Bild 4-4a) oder während der Kühlung (Bild 4-4b) eingebracht.

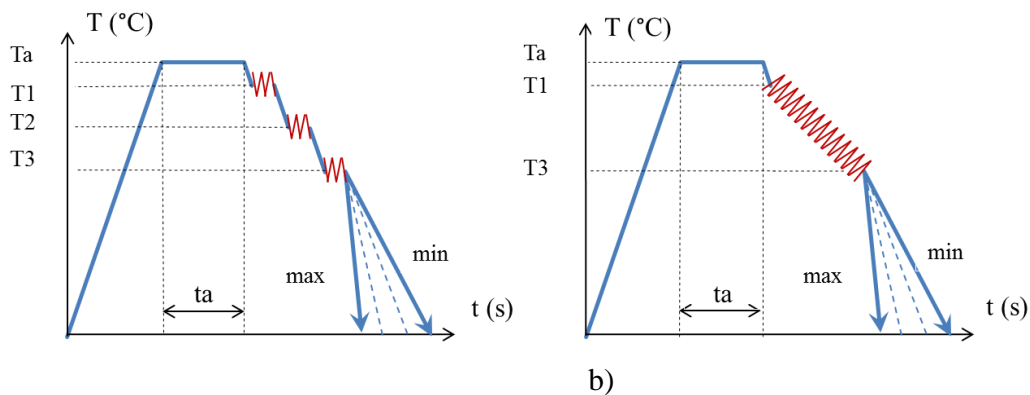


Bild 4-4: Schematische Darstellung der eingebrachten Verformung: (a) bei konstanter Temperatur und (b) während der Kühlung.

Die Versuchsmatrix ist in Tabelle 4-4 dargestellt. Jede Parameterkombination wurde dreimal für die statistische Auswertung ausgeführt.

Tabelle 4-4: Versuchsparameter für die dilatometrischen Untersuchungen (Phasenumwandlung).

Parameter	Test 1	Test 2	Test 3	Test 4	Test 5
Aufheizrate (°C/s)	10				
Austenitisierungstemperatur (°C)	950				
Haltezeit (s)	900				
Eingebrachte Dehnung (Umformtemperatur in °C)	0	0,3 (940)	0,1 (940) 0,1 (870) 0,1 (800)	1 (940-800)	0,33 (940) 0,33 (870) 0,33 (800)
Umformgeschwindigkeit (s^{-1})	0,2				
Kühlrate (°C/s)	0,1; 1; 10; 20; 40; 60				

Die Bestimmung der Umwandlungspunkte wurde mit der Tangentenmethode durchgeführt. Im Bild 4-5 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.

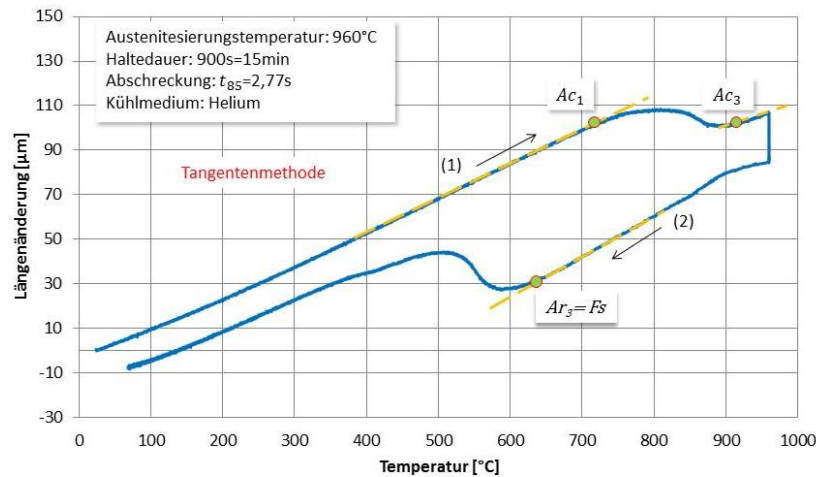


Bild 4-5: Auswertung einer Dilatometerkurve mittels Tangentenmethode [134].

Die Tangenten für Ferrit und Austenit haben unterschiedliche Steigungen. Dies ist auf die unterschiedlichen thermischen Ausdehnungskoeffizienten zurückzuführen. Die Analyse der Aufheizkurve (1) und der Abkühlkurve (2) geschieht nach demselben Schema. In Abhängigkeit von der Abkühlgeschwindigkeit sind folgende Umwandlungspunkte möglich: 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 4-6). Folgt man dem Graphen in Richtung sinkender Temperaturen, so ist ab dem Punkt X ein signifikanter Abfall der Kurve erkennbar. Dieser Punkt entspricht der gesuchten Umwandlungstemperatur.

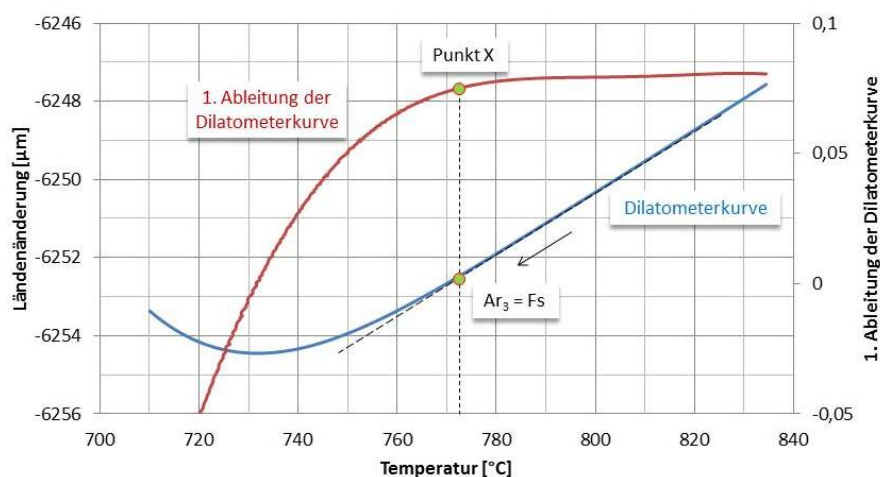


Bild 4-6: Ermittlung des Umwandlungspunktes mithilfe der 1. Ableitung der Dilatometerkurve [134].

4.3.2 Fließkurven mit dynamischem Rekristallisationsverhalten (Dilatometer)

Die Untersuchung der Fließkurven mit dynamischem Rekristallisationsverhalten wurde an dilatometrischen Proben (Werkstoff S1) bei hohen Temperaturen und variierten Umformgeschwindigkeiten durchgeführt. Die Versuchsmatrix ist in Tabelle 4-5 dargestellt. Jeder Versuch (Parameterkombination) wurde dreimal ausgeführt.

Tabelle 4-5: Versuchparameter für die dilatometrischen Untersuchungen.

Parameter	Test 1	Test 2	Test 3	Test 4	Test 5	Test 6
Aufheizrate (°C/s)	10					
Austenitisierungstemperatur (°C)	1000	1050	1100	1050	1050	1050
Haltezeit (s)	900					
Eingebrachte Dehnung	1					
Umformgeschwindigkeit (s ⁻¹)	0,2	0,2	0,2	1	5	10

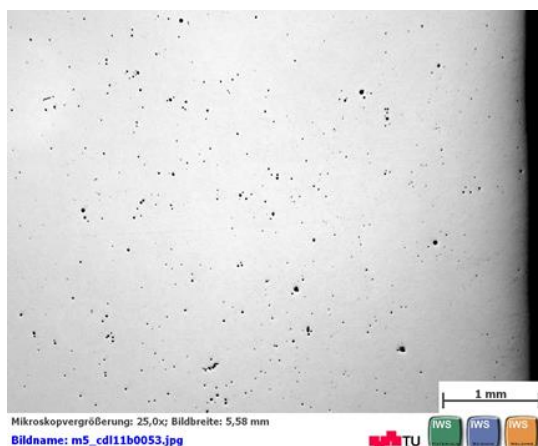
4.3.3 Lichtmikroskop

Für die Darstellung der Mikrostruktur ist es notwendig, eine Kontrastierung zu finden, welche uns hilft, die Gefügemerkmale wie Phasen- und Korngrenzen zu unterscheiden [135]. Die erste Untersuchung der Mikrostruktur wurde mit dem Lichtmikroskop durchgeführt. Die Proben wurden parallel und quer zur Walzrichtung entnommen. Anschließend wurden sie mit SiC-Papier unterschiedlicher Körnung (180-1200) geschliffen, poliert (3 µm und 1 µm) und mit 3%-iger Nital-Lösung (Nital – Salpetersäure HNO₃) kontrastiert.

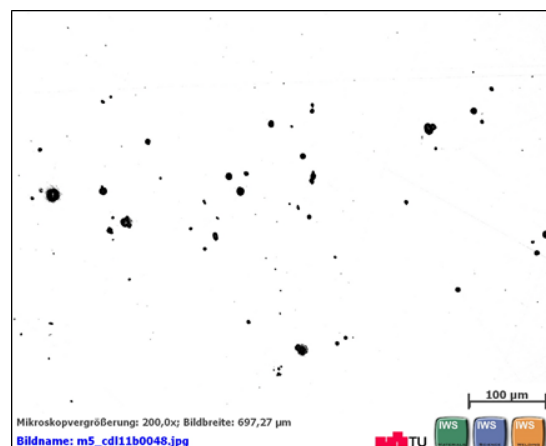
Zur Bestimmung der prozentuellen Phasenanteile stand die Bildverarbeitungssoftware KS400 Version 3.0 zur Verfügung. Die Berechnung der prozentuellen Phasenanteile erfolgt anhand eines Helligkeits-contrastes und einer relativen Flächenberechnung in Pixel. Für die Auswertung wurde eine Routine vorbereitet, die im Kapitel 10.3 dargestellt ist.

4.3.4 Rasterelektronenmikroskop

Nach den lichtmikroskopischen Untersuchungen wurden mehrere ungleichmäßig verteilte „schwarze Bereiche“ beobachtet (Bild 4-7). An einzelnen Punkten wurde die EDX (energiedispersive Röntgenspektroskopie)-Analyse mit REM am Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik mit folgenden Parametern durchgeführt: Signal A, MAG: 2000 x HV: 20 kV.



a)



b)

Bild 4-7: Lichtmikroskopische Aufnahme vom Werkstoff S1 mit: (a) 20-facher und (b) 200-facher Vergrößerung.

Für eine qualitative Abschätzung von mehreren beobachteten Bereichen wurde die Flächenanalyse (mapping) mit dem Rasterelektronenmikroskop (JXA-8200 SuperProbe) ausgewählt. Die Untersuchung erfolgte am thermomechanisch behandelten Rohr mit der Wanddicke 11,13 mm. Der Messbereich war 500x1000 Pixel groß, wobei die Pixelgröße 1,5 μm war und die Messzeit je Pixel 15 ms betrug. Die Flächenanalyse wurde für folgende Elemente durchgeführt: Fe, C, Al, Si, Mn, Mo, Nb, Ti, V und N. Die Untersuchungen wurden bei fokussiertem Elektronenstrahl bei 15 kV und 100 nA durchgeführt.

4.3.5 Transmissionselektronenmikroskop

Bei einem TEM (Transmissions-Elektronen-Mikroskop) handelt es sich um ein Durchstrahlungsmikroskop. Ein Elektronenstrahl wird erzeugt, durchdringt die Probe, und die resultierenden Signale werden mit Hilfe von verschiedenen Detektoren aufgenommen. Die Auswertung erfolgt durch rechnerische Bearbeitung von Spektren und bildanalytische Verarbeitung der Elementverteilungsbilder.

4.3.5.1 Werkstoff und Zustände

Für die Untersuchung der Ausscheidungskinetik wurde der Werkstoff S1 und die zwei Rohrdimensionen 42 und 140 mm ausgewählt, wobei jede Dimension mit und ohne Behandlung an der Kühlstrecke produziert wurde. Die schematische Darstellung der durchgeführten thermomechanischen Behandlung inklusive Gießen, Wiedererwärmung im Drehherdofen und den Walzprozessen an der Stoßbank (STB) und im Streckreduzierwalzwerk (SRW) ist im Bild 4-8 dargestellt. Dieses Temperaturprofil wurde im Weiteren für die MatCalc Simulation übernommen.

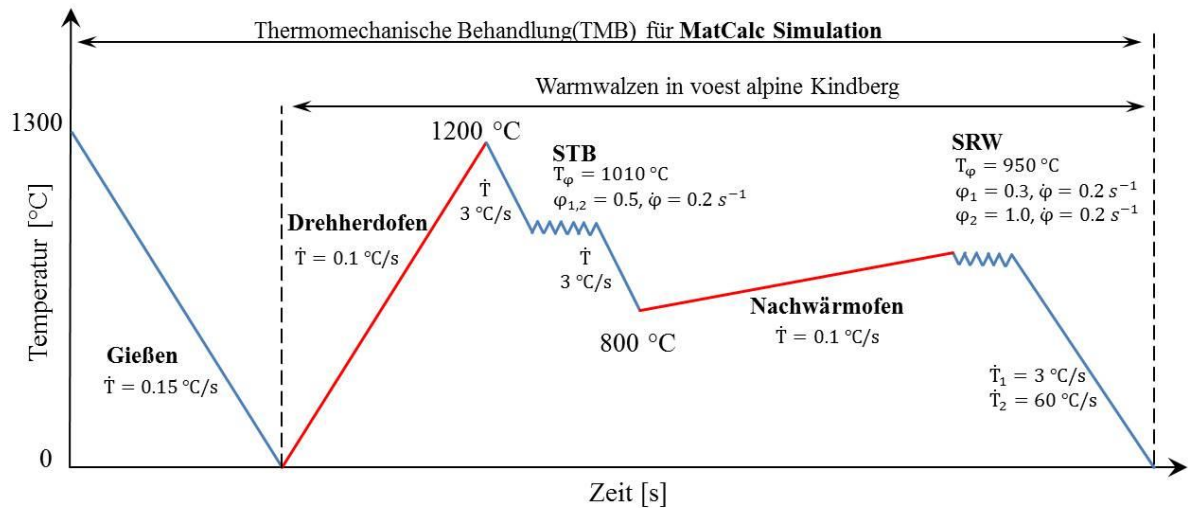


Bild 4-8: Thermomechanische Behandlung der untersuchten Proben (\dot{T} – Temperaturgradient, T_ϕ – Verformungstemperatur).

4.3.5.2 TEM Probe

An die TEM Probe aus Stahl werden hohe Ansprüche gestellt. Der durchstrahlbare Bereich sollte eine sehr geringe Dicke von unter 100 nm aufweisen und dies über eine größtmögliche Fläche, damit viele Aufnahmen gemacht werden können. Die Präparation einer solchen Probe ist zeitaufwendig.

Im ersten Schritt der Präparation wurde ein Würfel mit ca. 1,5 x 1,5 x 1,5 mm aus dem Rohr geschnitten. Die weiteren Präparationsschritte im Labor sind in Tabelle 4-6 dargestellt:

Tabelle 4-6: Schritte zur Präparierung der TEM Dünnschichtfolien.

Präparationsschritt	Gerät	Zeit
Sägen eines dünnen Scheibchens, 100-300 μm Dicke	Diamantblattsäge ISOMET 1000, Buehler	
Stanzen eines Scheibchens mit 3 mm Durchmesser	Ultrasonic Disc Cutter, Gatan	
Polierschritt 1	6 μm Diamantsuspension	ca. 5 min
Polierschritt 2	1/4 μm Diamantsuspension	ca. 5 min
Polierschritt 3	Al ₂ O ₃ Suspension, 0,05 μm	ca. 1 min
Schleifen einer rotationssymmetrischen Vertiefung mit <100 μm zentraler Dicke (Mechanical Dimpling)	Dimple Grinder 656 (Gatan)	
Ionendünnung (Ar)	PIPS, Modell 691; 4 kV, $4 \cdot 10^{-4}$ Pa	ca. 3 St.

Im letzten Präparationsschritt wurden die Proben so lange gedünnt, bis in der Mitte ein Loch entstand. Die endgültige Form der TEM Proben ist im Bild 4-9a schematisch dargestellt. Nur die Randbereiche des Loches sind dünn genug, um untersucht werden zu können. Bild 4-9b zeigt die durchstrahlbaren Bereiche am Rand des Loches, die genügend Fläche aufweisen, um Elementverteilungsbilder aufnehmen zu können.

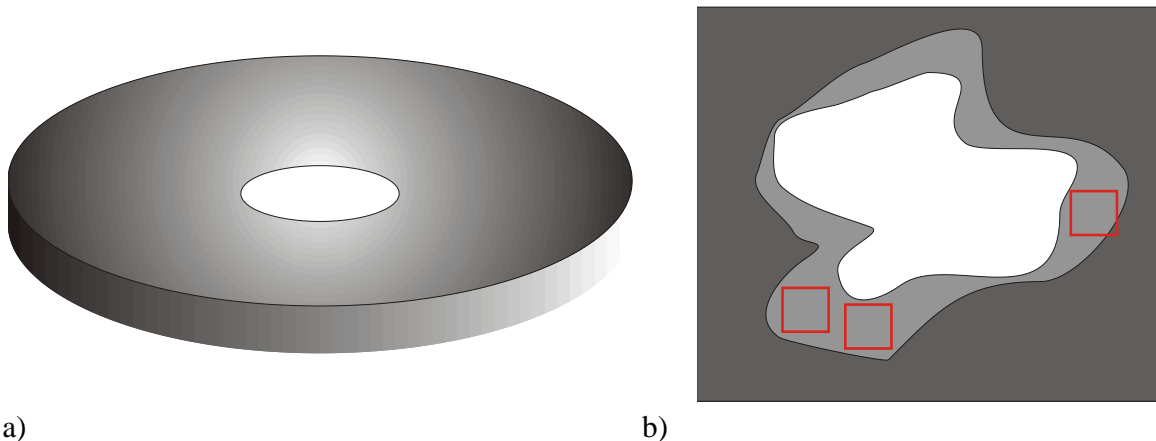


Bild 4-9: Schematische Darstellung (a) Geometrie einer TEM Probe und (b) der durchstrahlbaren Bereiche in einer TEM Probe, Hellgrau: durchstrahlbare Bereiche, Rot: Bildausschnitte [136].

4.3.5.3 EFTEM und EELS

Die Identifizierung feiner Ausscheidungen im Nanometerbereich wurde mit Energiegefiltertem TEM (EFTEM) auf einem Philips CM20/STEM durchgeführt, das mit einem Gatan Imaging Filter (GIF) ausgestattet war [137]. Sämtliche Messungen wurden mit einer LaB₆ Kathode und einer Beschleunigungsspannung von 200 kV durchgeführt.

Die EFTEM (Energie Filternde Transmissions Elektronen Mikroskopie) ermöglicht es, Elementverteilungen in der Probe direkt abzubilden und damit einzelne Phasen voneinander zu unterscheiden. Mit diesem Energiefilter des CM20 ist es möglich, Elektronen, die in der Probe einen bestimmten Energieverlust durch inelastische Wechselwirkung erlitten haben, auszufiltern und ein Bild der Probe zu generieren, das ausschließlich mit diesen Elektronen erzeugt wurde. Dies wird zur Kontraststeigerung in den Zero Loss Images verwendet und zur Probendickenbestimmung durch die Generierung von t-maps.

Für das optimale Signal-Rausch-Verhältnis in den Bildern wurde die größtmögliche Apertur des Mikroskops von 200 μm und die 40 μm Objektivöffnung (Akzeptanz Halbwinkel $\beta=7,6$ mrad)

verwendet. EELS (Elektronenenergieverlustspektroskopie)- und Röntgen-Spektroskopie-(EDX)Spektren wurden im STEM (Rastertransmissionselektronenmikroskop)-Modus mit einem Strahldurchmesser von etwa 4 nm aufgenommen. Für die Röntgenaufnahmen wurde ein Noran HPGe-Detektor mit einem ultradünnen Fenster eingesetzt. Die mit der Slow-Scan CCD-Kamera aufgenommenen Bilder und die EELS-Spektren wurden mit Gatan Digital Micrograph Software verarbeitet und für das Dunkelfeld mit Verstärkungsänderungen korrigiert. Ein Teil der Bilder wurde mit der *Zweifenster Technik* erworben.

In der *Zweifenster Technik* werden zwei Bilder in zwei Energiebereichen aufgenommen (Bild 4-10): Ein Fenster überstreift den Energiebereich der abzubildenden EELS Kante, ein Fenster wird vor der Kante aufgenommen, um damit den Untergrund abschätzen zu können. Die einzelnen Bilder werden als „pre edge“ und „post edge“ bezeichnet. Das resultierende Bild, das „*jump ratio image*“, erhält man als Quotient der Counts in jedem Pixel der beiden Bilder. Eine ausreichende Untersuchung der quantitativen Analyse der Elementverteilungsbilder von EFTEM ist bei Hofer [138] gegeben.

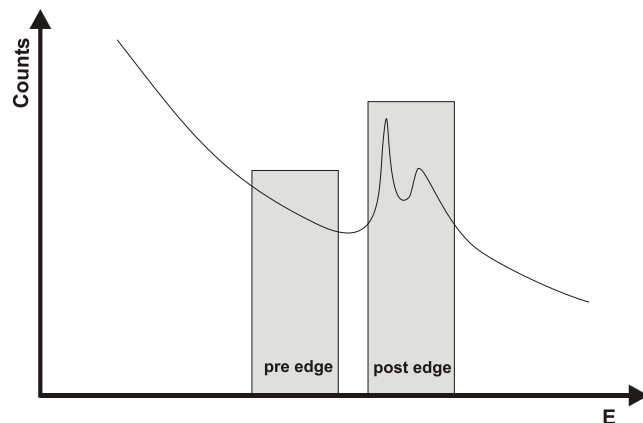


Bild 4-10: EFTEM: Schematische Darstellung der Zweifenster Technik [136].

Eine Voraussetzung für die quantitative Analyse der Elementverteilung ist die Entfernung der Hintergrundintensität. Da das EELS-Signal viel schwächer als das Hintergrundsignal ist, ist die Zuverlässigkeit des Anpassungsverfahrens entscheidend. Hierbei wird die *Dreifenster Technik* angewendet.

In der *Dreifenster Technik* wird vor der Kante ein weiteres „pre edge“ Bild aufgenommen. Unter der Annahme, dass die Anzahl der Counts der Plasmonen exponentiell mit der Energie sinken, lässt sich die Intensität des Untergrundes im post edge Fenster abziehen. Das resultierende Bild wird als „*elemental map*“ oder Elementverteilungsbild bezeichnet.

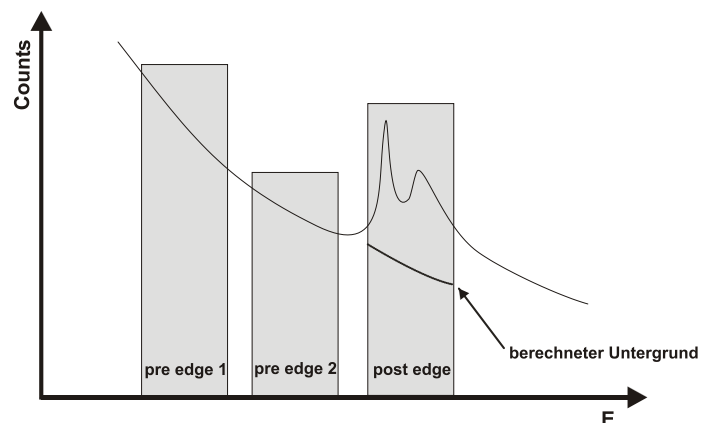


Bild 4-11: EFTEM: Schematische Darstellung der Dreifenster Technik [136].

Jump ratio Bilder sind meist rauschärmer, aber weniger verlässlich bezüglich der Quantität der Helligkeit. Bei Elementverteilungsbildern korreliert das Verhältnis Helligkeit zu Elementkonzentration besser, da aber statistische Fehler von drei Bildern eingebracht werden, steigt das Bildrauschen [136].

Die Analyse mit der *Dreifenster Technik* erfordert relativ dünne Proben mit $t/\lambda < 1$ für Energieverluste höher als 200 eV. Diese Beschränkung auf dünne Proben wird durch mehrere Streuprozesse verursacht, die in dickeren Proben wahrscheinlicher sind und zu Abweichungen der Hintergrundform vom inversen Potenzgesetz führen [139].

Durch niedrige Elementkonzentrationen und Beugungseffekte, die für kristalline Werkstoffe charakteristisch sind, werden Artefakte induziert. Um diese zu minimieren, wurde eine alternative Methode verwendet, bei welcher das "ionization edge image" durch das "post-edge image" ersetzt wurde [140] (Bild 4-12, postedge/pre2edge).

Die Beugungseffekte können vollständig beseitigt werden, wenn die *jump ratio* Bilder unter rocking-beam-Beleuchtung erworben werden. Obwohl das Kontrastverhältnis bei diesen Bildern oft ganz ähnlich wie beim Elementverteilungsbildern ist, wird darauf hingewiesen, dass sie nicht für die elementare Quantifizierung verwendet werden können. Die Partikelgrößen können auf beiden: Elementverteilungsbild und auf dem *jump ratio* mithilfe eines integrierten Unterprogramms in der Digital Micrograph-Software gemessen werden.

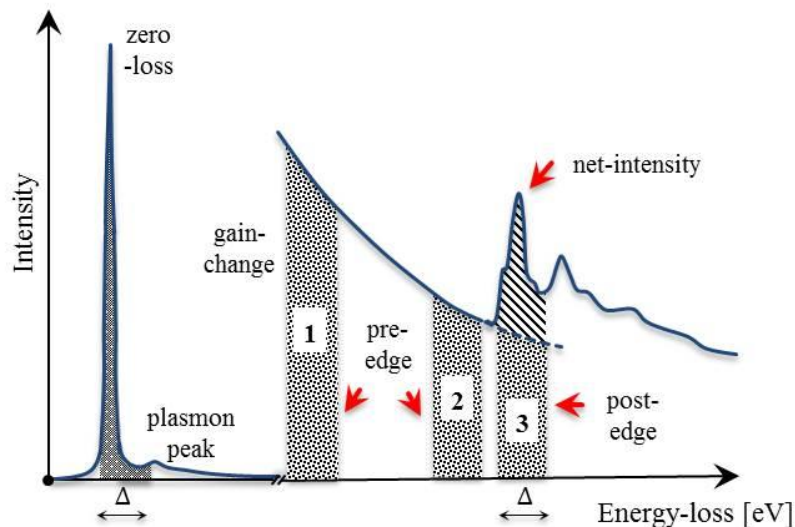


Bild 4-12: Schematische Zusammensetzung eines EEL-Spektrums.

4.3.5.4 EDX

Die quantitative chemische Analyse von kleinen Probenbereichen mit einzelnen Ausscheidungen wurde am CM20 mittels Ge-Halbleiter EDX Detektor durchgeführt. Dadurch wurde eine wesentlich bessere Genauigkeit der Quantifizierung von Elementgehalten im Vergleich zu EELS-Messungen erreicht. Zum Nachteil von EDX-Messungen gehört aber die viel schlechtere Energieauflösung und die schlechtere Handhabbarkeit des Systems gegenüber EELS. Die Wechselwirkungen zwischen Primärelektronen und Schalenelektronen mit darauffolgender Emission von Röntgenquanten erzeugt für jedes Element charakteristische Röntgenstrahlung.

Im Gegensatz zur Quantifizierung von Röntgenspektren in dicken Proben, bei der eine volle ZAF-Korrektur durchgeführt werden muss, ist die Absorption von Röntgenstrahlung in der dünnen TEM-Probe praktisch vernachlässigbar. Als einzige Größe zur korrekten Quantifizierung der chemischen Zusammensetzung ist die richtige Wahl des Energiefensters für das entsprechende Element und die Berücksichtigung des Wirkungsquerschnittes der Wechselwirkung notwendig [136].

In dieser Arbeit wurde eine Vielzahl von Ausscheidungen quantifiziert und in einigen Fällen zusätzlich (nach der Erfahrung von Frau Dr. Albu – Zentrum für Elektronenmikroskopie) mit TEM-EDX-Messungen die chemische Zusammensetzung ermittelt. Dafür wurden für dieses Mikroskop experimentell gemessene K-faktoren ($\sigma_{\text{Element}}/\sigma_{\text{Si}}$) verwendet.

4.3.6 Ermittlung von Ausscheidungsparametern mittels TEM/EFTEM

In diesem Abschnitt wird kurz die entwickelte numerische Methode zur Berechnung von Ausscheidungsparametern auf der Basis des Sonderegger Modells [115] dargestellt.

Nach dem erfolgreichen Abschluss der Walzversuche, der Probenpräparation und der jump-ratio-Bilderstellung verbleiben zwei letzte Schritte in der Quantifizierung der experimentell ermittelten Ausscheidungsparameter.

4.3.6.1 Typen von Ausscheidungen und Größe

Nach der Analyse der chemischen Zusammensetzung der untersuchten Probe wurden die jump-ratio- und die Elementverteilungsbilder für die relevanten Elemente (Nb, Ti, V, C, N u. a.) erstellt. Gleichzeitig wurden potenzielle Verbindungen (NbC, TiN u. a.) definiert. Diese Kenntnisse ermöglichten eine qualitative Analyse und eine Gruppenunterteilung der Ausscheidungen. Aus den gemessenen jump-ratio-Bildern (Bild 4-13) wurde entschieden, welche Ausscheidung jedem gemessenen Punkt entspricht. Bei Unklarheiten wurden bei einzelnen kleinen Ausscheidungen EDX-Messungen durchgeführt. Die feinsten Ausscheidungen sollen nach praktischer Erfahrung mindestens aus vier Messpixeln bestehen. Jene Punkte, welche nur aus ein bis zwei Messpixeln bestanden, wurden als Rauschen betrachtet.

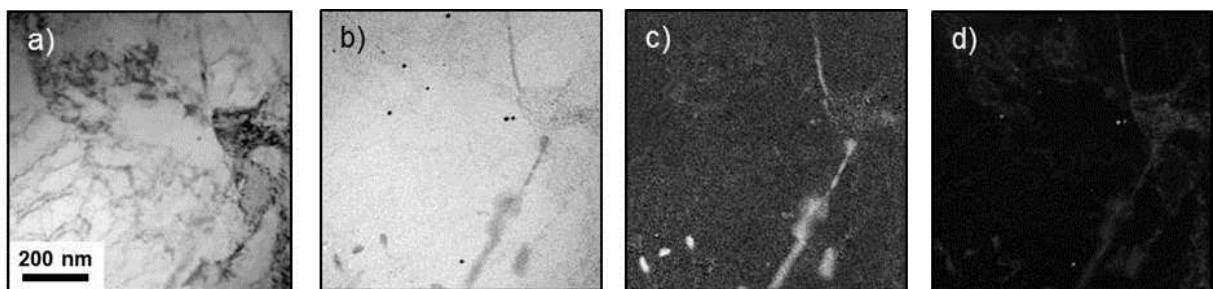


Bild 4-13: (a) Zero-loss Hellfeldabbildung im TEM, (b) Fe jump-ratio-Bild, (c) C jump-ratio-Bild und (d) Nb jump-ratio-Bild.

Danach wurde mit dem Programm Digital Micrograph von Gatan die Anzahl der Pixel pro Ausscheidung im Zusammenhang mit der Pixelgröße (Mikroskop-Einstellungen) – dementsprechend die Größe – als auch das Zentrum jeder Ausscheidung bestimmt. Bei dieser Auswertung wird ein Schwellenwert für die Helligkeit von Teilchen in den Elementverteilungsbildern festgesetzt. Pixel, welche heller als dieser Schwellenwert sind, werden als Ausscheidungen angesehen. Eine quantitative Analyse der einzelnen Teilchen in den Bildern erhält man nach weiteren Schritten

der Bildbearbeitung wie Rauschunterdrückung und Glätten von Ausscheidungsrandern. Diese Werte wurden zur Berechnung der tatsächlichen Teilchenparameter weiterverwendet.

Die Koordinaten jeder Ausscheidung wurden im Zusammenhang mit dem jeweiligen Binning abgespeichert. In Abhängigkeit davon wie die TEM-Bilder gespeichert wurden, spricht man über unterschiedliche Binnings (engl.: binning). Das Bild 4-14 mit der „ t/λ map“ macht uns die typischen Werte dafür erkennbar: 1, 2 und 4. In der Praxis muss die Bildauflösung nicht immer eine ideale Größe wie 1024x1024 Pixel haben, es kann auch z. B. 1000x1010 Pixel sein. Wichtig dabei ist, dass die jeweilige Auflösung einem Binning von Eins entspricht.

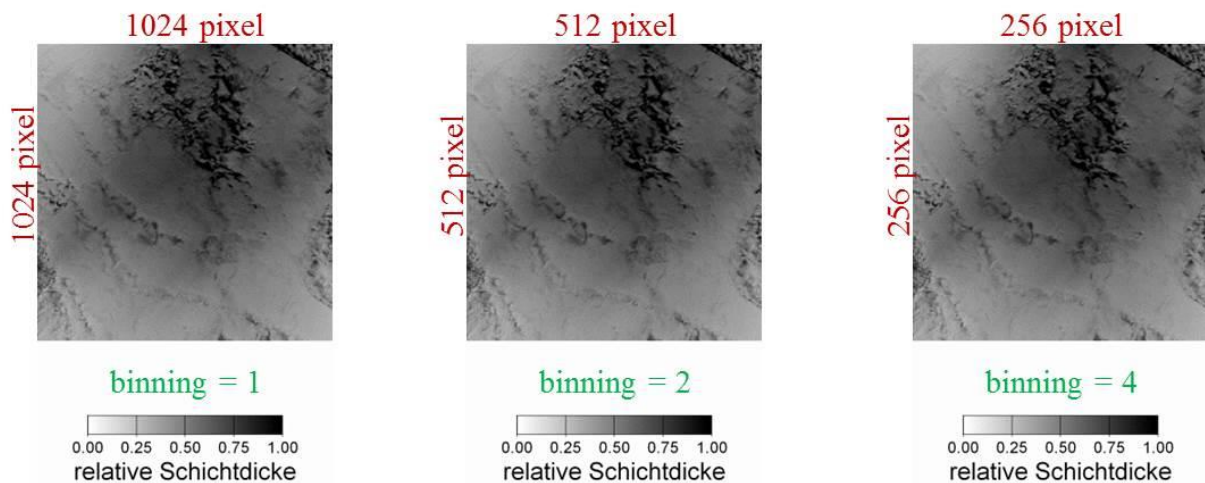


Bild 4-14: Bild mit relativer Schichtdicke gespeichert mit unterschiedlichen Binnings.

4.3.6.2 Die Ermittlung der Probendicke

Die Ermittlung der Probendicke erfolgte aus den „ t/λ map“ Bildern. Für die Analyse wird empfohlen, jene Bereiche zu nutzen, welche einen t/λ -Wert unter Eins aufweisen. In der Praxis können auch Bilder mit maximalen relativen Schichtdicken (rSd_max) bis acht (Bild 4-15) auftreten, die aber wegen Beugungsschlieren von Artefakten betroffen sind. Die minimale relative Schichtdicke (rSd_min) war bei allen analysierten Bildern Null.

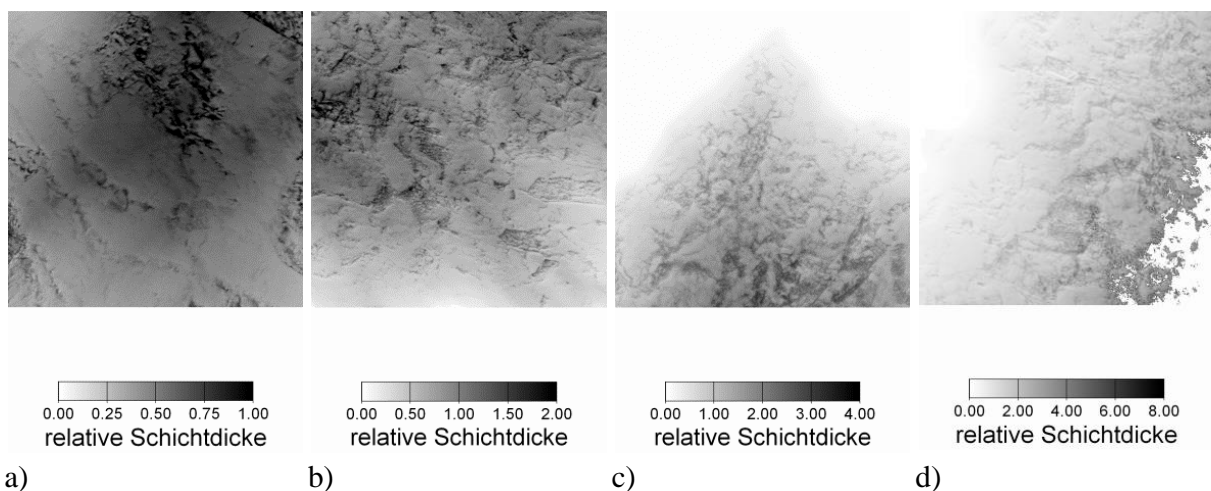


Bild 4-15: Bild mit maximalen relativen Schichtdicken: (a) 1, (b) 2, (c) 4 und (d) 8.

Alle diese Bilder sind in Schwarz-Weiß gespeichert, was eine Digitalisierung der Bilder z. B. mit Matlab und eine Ausgabe in Matrixform mit Helligkeitswerten von 0 (Weiß) bis 255 (Schwarz)

ermöglicht. Die Matrixgröße entspricht der Bildauflösung, der Zusammenhang wird mathematisch wie folgt dargestellt:

$$\frac{t}{\lambda} = \frac{(255 - \text{Helligkeit})}{255} (\text{rSd}_{\max} - \text{rSd}_{\min}) \quad \text{Gleichung 4-1}$$

Dabei wird λ aus dem Ansatz von Malis mit folgenden Koeffizienten für Stahl berechnet: die effektive Ordnungszahl Z_{eff}

$$Z_{\text{eff}} = \frac{\sum_{i=1}^n (Z_i^{1,3} \text{ at. \%}_i)}{\sum_{i=1}^n (Z_i^{0,3} \text{ at. \%}_i)} \quad \text{Gleichung 4-2}$$

der mittlere Energieverlust E_m

$$E_m = 7,6 Z_{\text{eff}}^{0,36} \quad \text{Gleichung 4-3}$$

der relativistische Faktor F

$$F = (1 + E_0/1022)/(1 + E_0/511)^2 \quad \text{Gleichung 4-4}$$

die mittlere freie Weglänge λ von Elektronen bei unelastischer Streuung

$$\lambda = (106 F E_0)/(E_m \ln(2 \beta E_0/E_m)) \quad \text{Gleichung 4-5}$$

Nachdem die Zentren der Ausscheidungen und die Dickenkarte („t-map“) ermittelt wurden, wurden sie aufeinander gelegt. Dies erfolgte unter Berücksichtigung der Binnings. In die Berechnung wurde das Binning-Verhältnis zwischen „jump-ratio“ und „t-map“ eingegeben. Für die Berechnung der Volumenanteile der Ausscheidungen wurde eine mittlere Probendicke benötigt, wobei bei den Messungen am Rand (Bild 4-15c) nur die Pixel mit einem Helligkeitswert > 1 berücksichtigt wurden.

4.3.6.3 Quantifizierung der Ausscheidungspopulationen

EFTEM-Elementverteilungsbilder und jump-ratio-maps-Bilder werden dazu verwendet, Ausscheidungen in der Größenordnung von circa 5-500 nm qualitativ zu bestimmen. Außerdem werden mit ihnen auch Ausscheidungsparameter bestimmt. Hauptsächlich werden sie aber dazu verwendet, verschiedene Ausscheidungspopulationen in Stählen zu quantifizieren.

Bei der quantitativen stereologischen Auswertung gibt es ein Hauptproblem, welches darin besteht, dass die gemessenen Parameter der Teilchen, sofern diese Parameter überhaupt direkt messbar sind, zum Teil nicht mit den tatsächlichen Parametern übereinstimmen. Sieht man sich z.B. Bild 4-16 an, so kann man erkennen, dass die verschiedenen Durchmesser D1 und D2 den gleichen Messwert d liefern. Insofern lässt sich der tatsächliche Durchmesser des Teilchens aus dem gemessenen Durchmesser nicht eindeutig bestimmen. Mit dem tatsächlichen Volumen des Teilchens verhält es sich ebenso, denn mithilfe des gemessenen Durchmessers kann man nicht direkt auf das tatsächliche Volumen schließen.

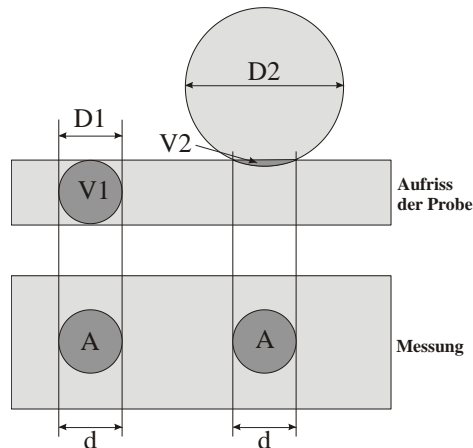


Bild 4-16: Zwei kugelförmige Ausscheidungen mit verschiedenem Durchmesser D_1 , D_2 und verschiedenen Volumanteilen V_1 , V_2 erzeugen in der Probe die gleichen Messwerte A , d [136].

Indem man die jeweiligen Parameter bei vielen Teilchen auswertet und zusätzlich statistische Methoden angewendet, kann man versuchen dieses Problem der Nicht-Übereinstimmung von gemessenem mit tatsächlichem Parameter zu beheben.

In der Literatur werden zwei Methoden beschrieben, mit welchen die quantitative stereologische Auswertung der Messungen erfolgen kann. Jedoch ist auch bei diesen beiden Methoden nicht sichergestellt, dass sich die stereologischen Verzerrungen ausgleichen lassen. Zum Teil werden die Fehler bei Anwendung einer Korrekturmethode sogar noch größer.

Selbst wenn eine große Anzahl von Teilchen zur statistischen Auswertung herangezogen wird, kann das Problem nicht ohne zusätzlich festzulegende Randbedingungen eindeutig gelöst werden. Der Grund, warum weitere, einschränkende Randbedingungen notwendig sind, liegt in der Größenverteilung der Teilchen. Im Allgemeinen ist die Form dieser Größenverteilung nicht zufällig, sondern wohldefiniert, da sie aufgrund von physikalischen Prozessen entsteht. Jedoch ist diese Größenverteilung von vornherein nicht bekannt und deshalb kann sie auch nicht für die Auswertung verwendet werden. Da die gemessene Form der Größenverteilung aufgrund der Verzerrung der stereologischen Abbildung nicht der tatsächlichen Form entspricht, kann auch die gemessene Form der Größenverteilung nicht in die Auswertung einfließen und in dieser berücksichtigt werden. Damit bleibt das Problem aber weiterhin unterbestimmt, weshalb weitere Annahmen benötigt werden, um das Problem eindeutig lösen zu können. Um dies zu erreichen, werden in der Literatur meist die folgenden zwei einschränkenden Randbedingungen festgelegt: Es wird angenommen, dass die Teilchen einen konstanten Durchmesser aufweisen und dass die TEM-Dünnschichtprobe eine konstante Dicke hat. Da diese zwei zusätzlichen Randbedingungen zu verhältnismäßig einfachen Korrekturfunktionen führen, sind sie besonders praktisch zu verwenden. Mitunter können einige Einschränkungen bei der Auswertung berücksichtigt werden, welche auf die Messung selbst zurückzuführen sind. Teilchen, welche am Rand eines Bildbereichs abgeschnitten wurden, bleiben in der Auswertung unberücksichtigt, um eine Vermeidung von systematischen Fehlern zu vermeiden. Durch spezialisierte und aufwendige Präparationstechniken kann, falls notwendig, eine konstante Dicke der Probe erreicht werden. Falls allerdings Dickenkarten („t-maps“) aufgenommen werden, so ist dies gar nicht notwendig, da aus diesen t-map die Probendicke an jedem Punkt des Bildbereichs ermittelt werden kann und diese erhaltenen Informationen über die jeweilige Probendicke dann in die Auswertung einfließen.

Abgeschnittene und sich überlappende Teilchen bleiben bei allen Methoden in der Auswertung unberücksichtigt. Weiter wird angenommen, dass die Teilchen kugelförmig sind, wobei der

Äquivalenzdurchmesser der Teilchen und die Probendicke (wenn t-maps aufgenommen wurden – an jedem Punkt des Bildbereichs) als Messwerte anzusehen sind. Die Ausgabeparameter sind dann der reale mittlere Durchmesser der Teilchen, der relative Volumensanteil der jeweiligen Population und die Anzahl der Teilchen pro Volumeneinheit. Werden neue Methoden angewandt, so erhält man des Weiteren Informationen über die Größenverteilung der Teilchen [136].

4.3.6.4 Stereologische Gleichungen

Die Berechnung der tatsächlichen Teilchenparameter wurde mit den modifizierten stereologischen Gleichungen von B. Sonderegger durchgeführt. Die Information über die Probendicke an jeder Teilchenposition wurde aus dem Bild mit der relativen Schichtdicke ermittelt. Die mittlere Probendicke \bar{t} wurde als Mittelwert der einzelnen Dicken der Pixel, die einen Helligkeitswert von mehr als eins aufwiesen, berechnet. Folgende Gleichungen wurden für die Berechnung der Ausscheidungsparameter verwendet:

der relative Volumensanteil V_V der jeweiligen Population

$$V_V = \frac{1}{2} (\bar{t} \sum_i A_i \frac{2d_{m,i}}{2d_{m,i}+3t_i} + \sum_i \frac{d_i^3 \pi}{6} \frac{t_i}{t_i+d_i}) \quad \text{Gleichung 4-6}$$

der reale Durchmesser d_i der Ausscheidungen

$$d_i = \frac{2}{\pi} (d_{m,i} - t_i) + \sqrt{\left(\frac{2}{\pi} (d_{m,i} - t_i)\right)^2 + \frac{4d_{m,i} t_i}{\pi}} \quad \text{Gleichung 4-7}$$

der mittlere Durchmesser der Population d_m

$$d_m = \sum_i d_i \frac{t_i}{t_i+d_i} / \sum_i \frac{t_i}{t_i+d_i} \quad \text{Gleichung 4-8}$$

die Anzahl der Ausscheidungen pro Volumeneinheit N_V

$$N_V = \frac{1}{A_{Sample}} \sum_{i=1}^{N_A} \frac{1}{t_i+d_i} \quad \text{Gleichung 4-9}$$

5 Simulation

5.1 Umwandlungskinetik mittels JMatPro

Die kontinuierlichen ZTU-Diagramme und die thermophysikalischen Eigenschaften wurden für die mittleren chemischen Zusammensetzungen aus Tabelle 4-1 und die variierten Korngrößen: 15, 30, 60 und 100 μm mit der Software JMatPro bestimmt. Zusätzlich wurde mit JMatPro die erwartete Austenitkorngröße für die Austenitisierungsbedingungen ($T_A = 950^\circ\text{C}$, 1000°C und 1100°C nach $t_A = 900\text{ s}$) berechnet.

5.2 Ausscheidungskinetik mittels MatCalc

In dieser Arbeit wurden die Computersimulationen der Ausscheidungskinetik der enthaltenen primären und sekundären Carbonitride während der thermomechanischen Behandlung des Stahls mit dem thermokinetischen Softwarepaket MatCalc (Version 5.52, rel, 0,020) durchgeführt. Der Ansatz basiert auf dem numerischen Kampmann-Wagner-Modell [141], welches die Ausscheidungen hinsichtlich ihrer Größenklassen beschreibt. Der Keimbildungsansatz basiert auf der klassischen Keimbildungstheorie [142], bei welcher die Grenzflächenenergien mit dem verallgemeinerten Bindungsmodell [143], [144] ausgewertet werden.

Die Evolution der Ausscheidungsgrößen und die Zusammensetzungen folgen dem Mittelfeld-Modell auf der Basis von Onsagers thermodynamischem Extremum-Prinzip [125]. Die Simulationen wurden nach der im Bild 4-8 dargestellten thermomechanischen Behandlung unter Berücksichtigung aller Elemente des untersuchten Werkstoffs S1 (Tabelle 4-1) durchgeführt. Das Umwandeln der Ausscheidungsdomäne zwischen Ferrit und Austenit fand, nach den Daten des vorhandenen ZTU-Diagramms, bei 900°C beim Aufheizen und bei 630°C während der Abkühlung statt. Die Versetzungsdichten in Austenit und Ferrit wurden als $\rho = 10^{11}\text{ m}^{-2}$ und $\rho = 10^{14}\text{ m}^{-2}$ angenommen [145]. Die Austenit- und Ferrit-Korngrößen sind $100\text{ }\mu\text{m}$ mit einer Ferrit-Subkorngröße von $0,1\text{ }\mu\text{m}$. Die Parameter der Ausscheidungen sind in der Tabelle 5-1 angegeben.

Tabelle 5-1: Parameter für die numerische Simulation.

Ausscheidungsdomäne	Austenit (fcc_a1) Ferrit (bcc_a2)
Ausscheidungsphasen	'TiN(C)' ('fcc_a1#01' mit Hauptbestandteilen :Ti:C,N:) 'NbC(N)' ('fcc_a1#02' mit Hauptbestandteilen :Nb:C,N:) 'Zementit' ('M3C')
Formfaktor (Zementit)	4
Bevorzugte Keimstellen	'TiN(C)' – Versetzungen 'NbC(N)' – Versetzungen 'Cementite' – Versetzungen, Subkorn Grenzen

Die Entwicklung der Versetzungsdichte wurde auf der Basis des von Sherstnev u.a. [146] vorgeschlagenen Modells ausgewertet mit den Parameterwerten $A = 75$ (Kaltverfestigungsbeitrag), $B = 4$ (gegenseitige Annihilation der Versetzungen) und $C = 5 \cdot 10^{-5}$ (Beitrag der thermischen Relaxation). Die einzelnen Stufen der Warmumformung wurden als eine Folge von linearen Segmenten mit der eingebrachten Verformung im Werkstoff umgesetzt, die jeweils mit einem Kühlintervall getrennt wurden.

Das in Zusammenarbeit mit dem Christian Doppler Laboratorium *Early Stages of Precipitation* (TU Wien, Institut für Werkstoffwissenschaft und Werkstofftechnologie) und Herrn Dr. Piotr Warczuk erstellte MatCalc-Skript mit klärenden Notizen ist im Anhang (Kapitel 10.6) zu finden.

5.3 ZA-Modell

Zelluläre Automaten sind dynamische Systeme mit lokalen Wechselwirkungen, in denen Raum und Zeit diskret sind. Sie bestehen aus einem regelmäßigen Gitter von Zellen. Der Zustand jeder Zelle wird durch die Zustände der benachbarten Zellen und dem Zustand der Zelle selbst bestimmt. Die dynamische Entwicklung der Automaten erfolgt durch die Anwendung der Transformationsregel. In der vorliegenden Arbeit wurden die neuen Zustände der Zellen probabilistisch berechnet. Es handelt sich um ein zweidimensionales ZA-Modell bestehend aus einer Matrix mit 600x400 Zellen (Bild 5-1a) und der Moore-Nachbarschaft (Bild 5-1b) mit einem unregelmäßigen Zugang zu den Zellen.

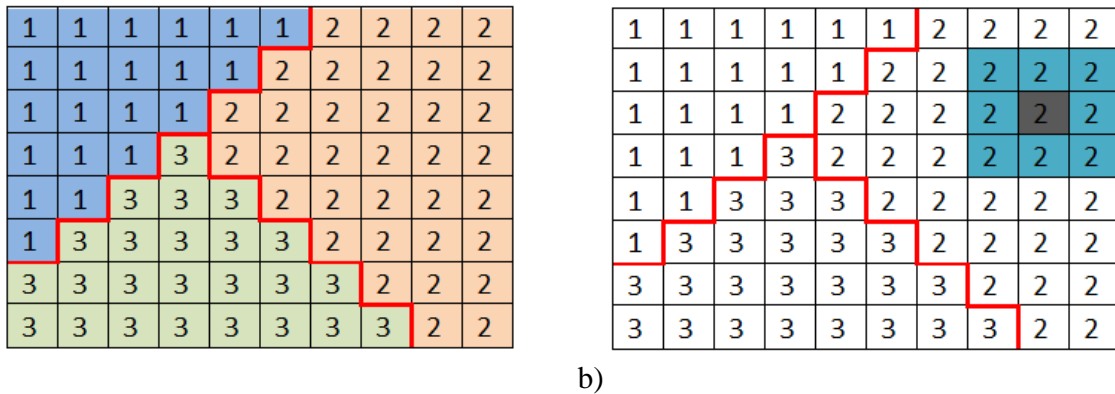


Bild 5-1: Zweidimensionales ZA-Modell: (a) Definition der Korngrenzen und (b) Moore-Nachbarschaft.

Die Wahrscheinlichkeitswerte wurden als eine Funktion der gegebenen Verformungsparameter berechnet. Die wichtigsten dabei sind die Verformungsgeschwindigkeit und die Temperatur. Die in der Simulation verwendeten ZA-Wahrscheinlichkeiten sind in Tabelle 5-2 zusammengefasst.

Tabelle 5-2: Die verwendeten Wahrscheinlichkeiten in der ZA-Simulation.

	Beschreibung
P_n	Keimbildung an der Korngrenze zwischen den nicht-rekristallisierten Körnern
$2 P_n$	Keimbildung an Tripelpunkten
P_{rex}	Wachstum der rekristallisierten Körner an der Grenze zwischen rekristallisierten und nicht-rekristallisierten Körnern
P_v	Vergrößerung an der Grenze zwischen den rekristallisierten Körnern

Die verwendete Simulationsschrittweite der Zeit war $\Delta t = 0,005$ s. Eine ähnliche Schrittgröße wurde auch von anderen Autoren bei der Beschreibung der dynamischen Rekristallisation in C-Mn-Stählen verwendet [147]. Die Auswahl der Simulationsschrittzeit hat gewisse Grenzen. Die obere Grenze kann aus dem Verhältnis der Zellgröße S_c (cell size) zur maximalen Korngrenzen-geschwindigkeit v_{max} ermittelt werden: $\Delta t = S_c/v_{max}$ [148]. Der Verformungsschritt $\Delta\phi$ ist folgendermaßen von der Verformungsgeschwindigkeit $\dot{\phi}$ abhängig:

$$\Delta\varphi = \dot{\varphi} \Delta t$$

Gleichung 5-1

Die ZA-Simulation liefert als Ergebnis die Ausscheidungsdichte, die Größe der rekristallisierten und nicht-rekristallisierten Körner und den rekristallisierten Anteil. Die Größe der rekristallisierten Körner wurde mit der Gleichung $S_i = n_{rec.c} \cdot S_c$ berechnet, wobei hier $n_{rec.c}$ die Anzahl der rekristallisierten Zellen ist. Der rekristallisierte Anteil wurde als Verhältnis der rekristallisierten Zellen $n_{rec.c}$ zur Gesamtzahl der Zellen n_{cA} definiert:

$$X_a(t) = n_{rec.c} / n_{cA}$$

Gleichung 5-2

Wahrscheinlichkeitswerte

In den probabilistischen ZA-Simulationen wurden die Werte für die Wahrscheinlichkeit der Keimbildung an einer Korngrenze P_n von 0,0001 bis 0,5 und die Wahrscheinlichkeit des Wachstums der rekristallisierten Körner P_{rex} von 0,05 bis 0,35 variiert. Die Bewegung der Korngrenze zwischen den rekristallisierten Körnern wurde als Wahrscheinlichkeit P_c mit einem konstanten Wert von 0,15 definiert.

Umsetzung des hemmenden Zener-Effekts in den Zellulären Automaten

Die durchgeführte MatCalc Simulation der Entwicklung der Ausscheidungskinetik während der thermomechanischen Behandlung (Bild 4-8) lieferte die Daten für die Berechnung des hemmenden Zener-Effekts. Die Ausscheidungsparameter wurden als homogen verteilt angenommen.

Die für den hemmenden Effekt relevanten Ausscheidungen sind im Vergleich zur Zellengröße des Automaten deutlich kleiner und können nicht in einer Eins-zu-eins-Umsetzung einer kompletten Zelle zugeordnet werden. Die analytische Berechnung unter der Berücksichtigung des Zener-Effekts hilft den Wahrscheinlichkeitswert P_{rex} zu bestimmen.

Analytischer Ansatz

Die Materialwerte für die analytische Berechnung der Korngrenzengeschwindigkeit der rekristallisierenden Körner wurden der Literatur für ähnliche C-Mn-Stähle entnommen und sind in Tabelle 5-3 zusammengefasst.

Tabelle 5-3: Die Materialwerte für die analytische Berechnung der Korngrenzengeschwindigkeit der rekristallisierenden Körner.

$\rho_0 (m^{-2})$	$G (Pa)$	$b (m)$	$\gamma (J/m^2)$	$M_0 (m^4/Js)$	$Q (kJ/mol)$	$Q_n (kJ/mol)$
10^{11}	$8 \cdot 10^{10}$	$2,57 \cdot 10^{-10}$	0,5	120	310	260

6 Ergebnisse

In diesem Kapitel werden in zwei Unterkapiteln die erreichten experimentellen und simulierten Ergebnisse dargestellt. Die Darstellungsreihe folgt der Struktur aus Kapitel 4 und Kapitel 5.

6.1 Experimente

6.1.1 Umwandlungskinetik (Dilatometer)

Die Austenit/Ferrit-Umwandlungstemperatur (F_s) wurde aus den dilatometrischen Kurven unter Verwendung der Tangentenmethode und der ersten Ableitung bestimmt. Die Ergebnisse für die Werkstoffe S1 und S2 und die verwendeten Kühlraten von 0,1, 1, 10, 20, 40 und 60°C/s sind im Bild 6-1 zusammengefasst.

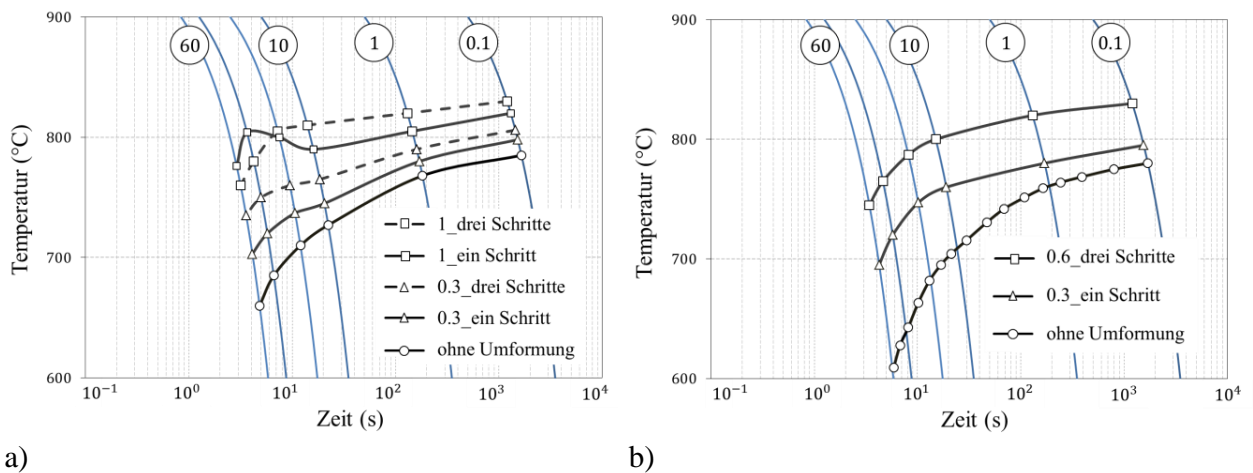


Bild 6-1: Austenit/Ferrit-Umwandlungstemperatur aus den dilatometrischen Versuchen mit variiertem Verformungsgrad und variierten -schritten: (a) S1 und (b) S2.

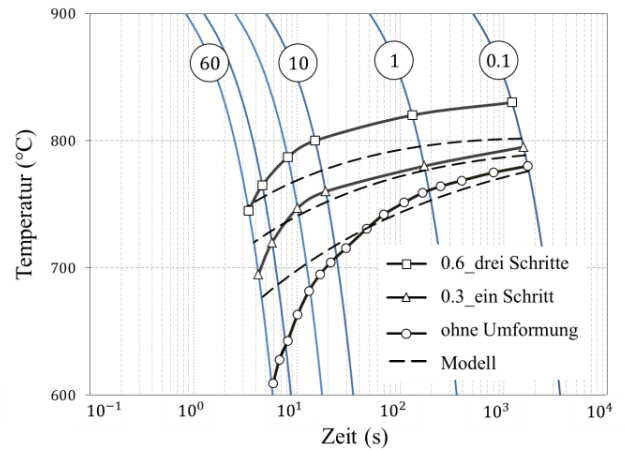
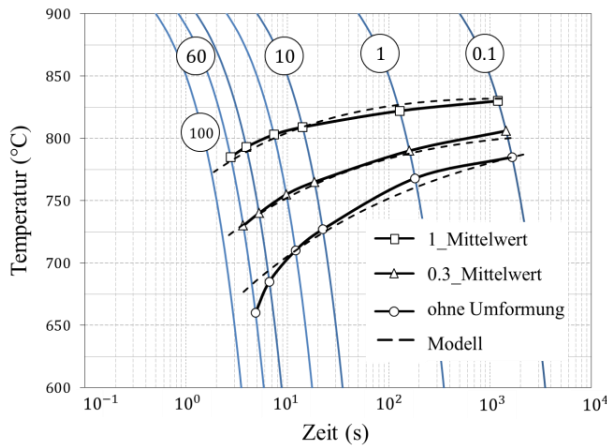
Die Gleichung 6-1 zur Beschreibung der F_s besteht aus drei Termen, die folgende Einflüsse berücksichtigen: chemische Zusammensetzung und Austenitisierungsbedingungen (T_A), Abkühlgeschwindigkeit (G_A) und Verformung (φ).

$$F_s = 969 - 254C - 71Mn + 27,6Si - 30Cr - 44Ni - 54Mo + 95,8V - 0,02T_A - 65G_A^{0,19} + 50 \ln(\varphi + 1) ((-0,2\varphi + 0,43) \ln G_A + 1,8)$$

Gleichung 6-1

Diese Gleichung berücksichtigt den Verformungsgrad und nicht die Anzahl der Verformungsschritte. Aus diesem Grund wurde aus den im Bild 6-1a dargestellten Kurven für einen Verformungsgrad und eine unterschiedliche Anzahl von Verformungsschritten (ein und drei) ein Mittelwert berechnet.

Die Koeffizienten in den zwei letzten Termen wurden für den Werkstoff S1 angepasst (Bild 6-2a). Die Übertragbarkeit der für den Werkstoff S1 angepassten Koeffizienten auf andere untersuchte Werkstoffe wurde mittels Vergleich mit den gemessenen Werten von Werkstoff S2 überprüft (Bild 6-2b).



a)

b)

Bild 6-2: Vergleich der gemessenen Werte mit dem Berechnungsmodell: (a) S1 und (b) S2 (mit Koeffizienten von S1).

Test 4 aus der Versuchsmatrix (Tabelle 4-4) unterscheidet sich von den restlichen Versuchen, da hier die Verformung während des Kühlens erfolgte. Ab 800°C wurde die Temperatur mit variierten Kühlraten auf 300°C gesenkt. Die Unterschiede in der Ferritstart-Temperatur bei variierten Kühl- und Umformbedingungen sind im Bild 6-3 dargestellt. Die schwarze Linie entspricht der Kühlung nach der Austenitisierung bei 1000°C (bei voestalpineTubulars gemessen), die rote Linie stellt Test 4 und die blaue Linie Test 4 ohne Deformation dar. Durch die eingebrachte Energie wurde F_s (zwischen roter und blauer Linie) bei einer Kühlrate von 60°C/s um 65°C erhöht und die Umwandlungsstart-Zeit um 1,1s reduziert.

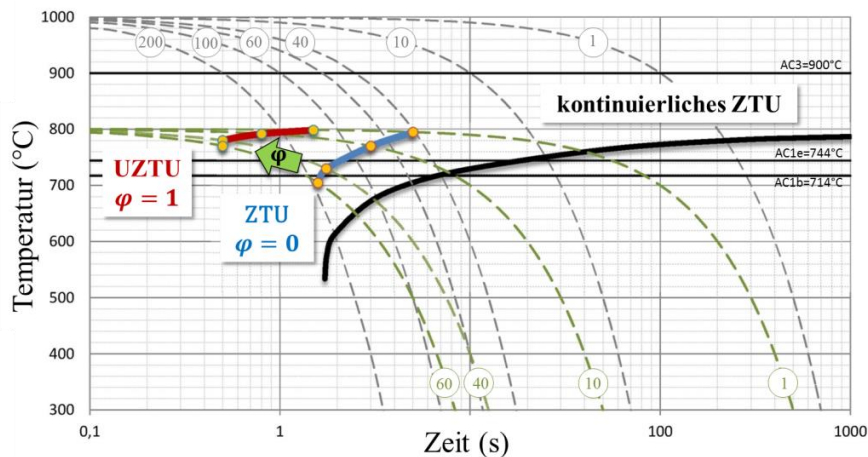


Bild 6-3: Verschiebung der Ferritstart-Temperatur beim Stahl S1 bei variierten Kühl- und Umformbedingungen (Umformung-Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm) [134].

Bei den dilatometrischen Versuchen (Bild 4-4a) mit den Versuchsparametern gemäß Tabelle 4-4 wurden die wirkenden Druckkräfte gemessen und auf den mittleren Durchmesser der Probe bezogen in die Spannung umgerechnet.

6.1.2 Fließkurven mit dynamischem Rekristallisationsverhalten (Dilatometer)

Das Verhalten der dynamischen Rekristallisation (DRX) wurde aus der Bewertung der beim Stauchen der dilatometrischen Proben erhaltenen Fließkurven bestimmt. Die Ergebnisse der Untersuchung mit verschiedenen Austenitisierungstemperaturen und Verformungsgeschwindigkeiten sind im Bild 6-4a und Bild 6-4b zusammengefasst. Die Verformungsgeschwindigkeiten betragen 0,2, 1, 5 und 10 s⁻¹.

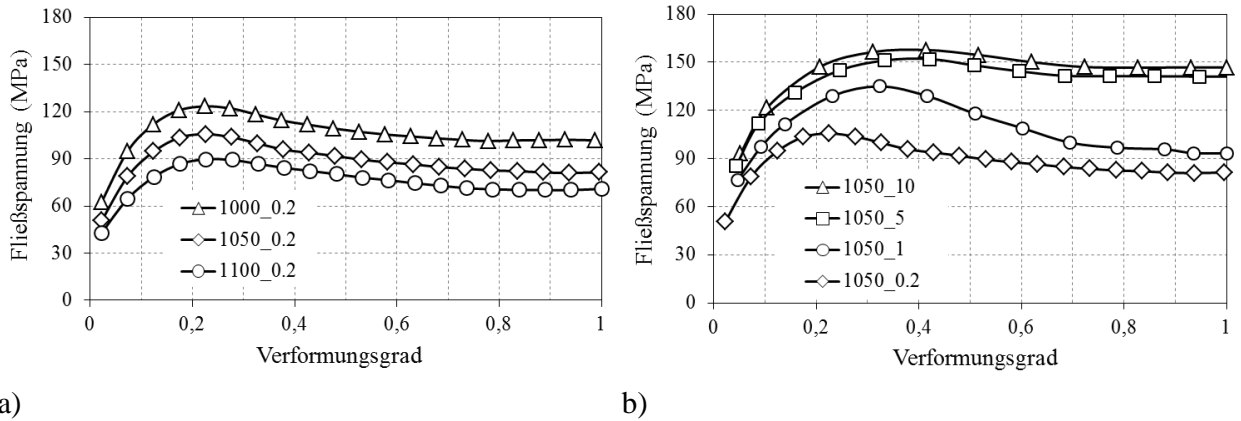


Bild 6-4: Fließkurven der gestauchten dilatometrischen Proben (Werkstoff S1) bei verschiedenen: (a) Temperaturen und (b) Verformungsgeschwindigkeiten.

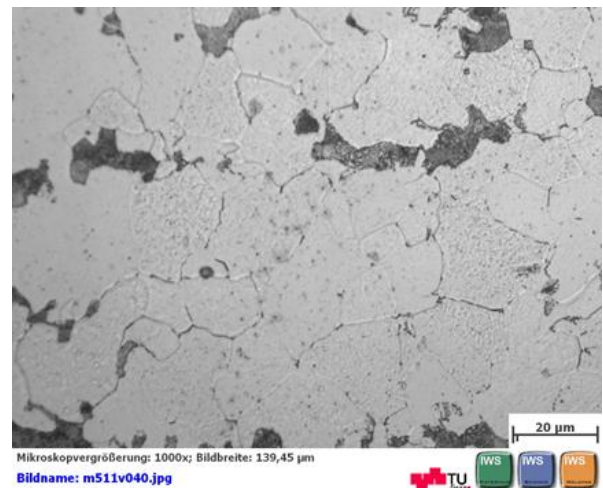
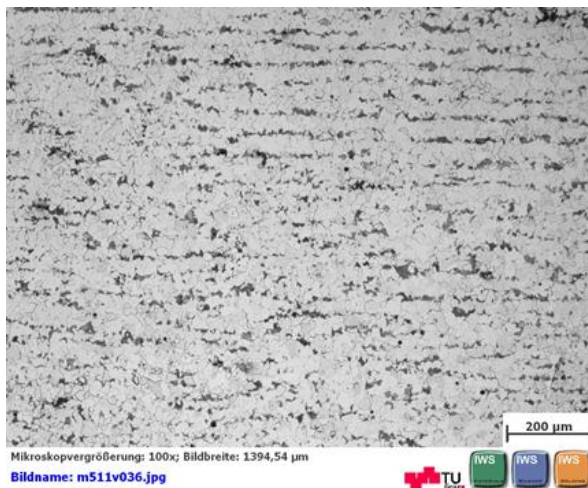
Die Auswertung der experimentell ermittelten Kurven hat es ermöglicht die Koeffizienten in bekannten Zusammenhängen zu bestimmen: kritischer Verformungsgrad φ_c als Funktion der Spitzenverformung φ_p (am Peak), anfängliche Austenitkorngröße d_0 und Zener-Hollomon Parameter Z (Tabelle 6-1). Diese Gleichungen wurden weiters in den ZA-Berechnungen verwendet. Für die Abschätzung der Austenitkorngröße wurde die Software JMatPro verwendet.

Tabelle 6-1: Empirisches Modell zur Beschreibung des DRX Verhaltens.

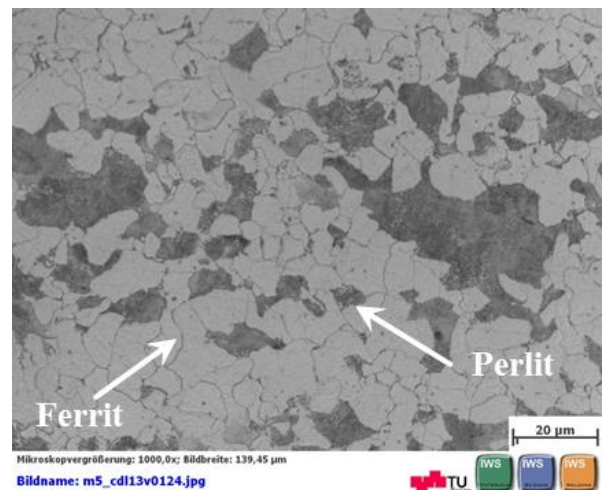
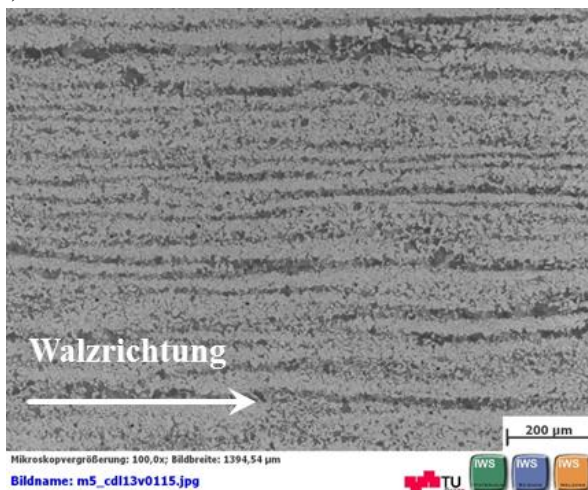
Kritischer Verformungsgrad	$\varphi_c = 0,8 \varphi_p$
Spitzenverformung (am Peak)	$\varphi_p = 0,16 d_0^{0,42} Z^{0,16}$
Zener-Hollomon Parameter	$Z = \dot{\varphi} \exp(Q/RT)$

6.1.3 Lichtmikroskop

Die untersuchten Stähle hatten ein ferritisch-perlitisches Ausgangsgefüge. Dieses ist von den Werkstoffen S1 (Bild 6-5a) und S2 (Bild 6-5b) in 100-facher und 1000-facher Vergrößerung dargestellt. Klar erkennbar ist die zeilenförmige Anordnung der Ferrit- (hell) und Perlitkörner (dunkel) des Gefüges.



a)



b)

Bild 6-5: Das Ausgangsgefüge vom Werkstoff: (a) S1 und (b) S2 in 100-facher und 1000-facher Vergrößerung.

Die Mikrostrukturentwicklung von S1 im unverformten Zustand nach verschiedenen Abkühlbedingungen von 0,1 bis 60°C/s ist im Bild 6-6 dargestellt. Die gebildeten Mikrostrukturen bestehen aus polygonalem Ferrit, nadelförmigem Ferrit, Bainit und Perlit. Bei einer Abkühlungsrate von 0,1°C/s ist polygonaler Ferrit (F) und Perlit (P) zu erkennen. Mit Erhöhung der Kühlrate auf 1°C/s nimmt der Gehalt von Perlit zu. Die Mikrostrukturen mit Kühlraten von 40 und 60°C/s bestehen aus Ferrit und Bainit (B).

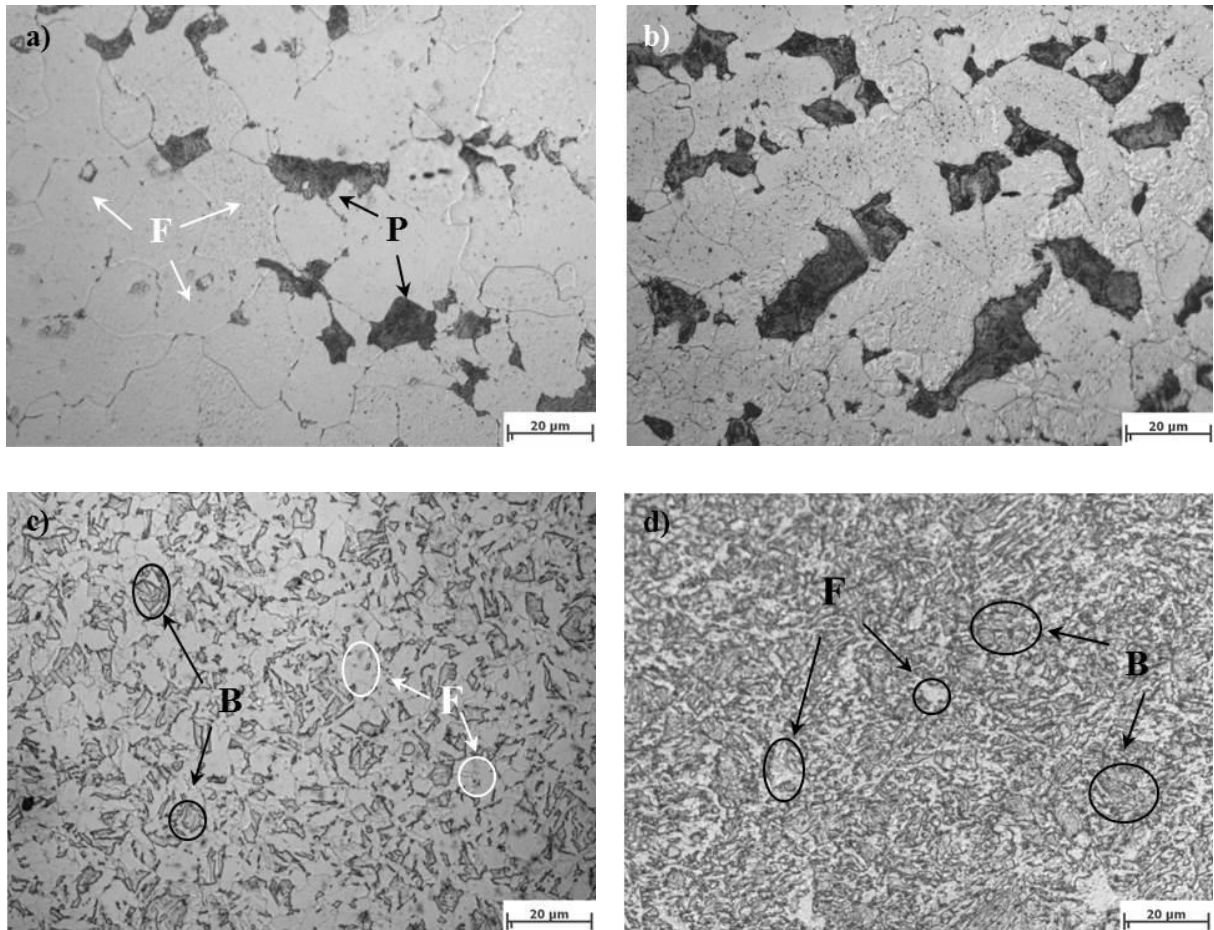
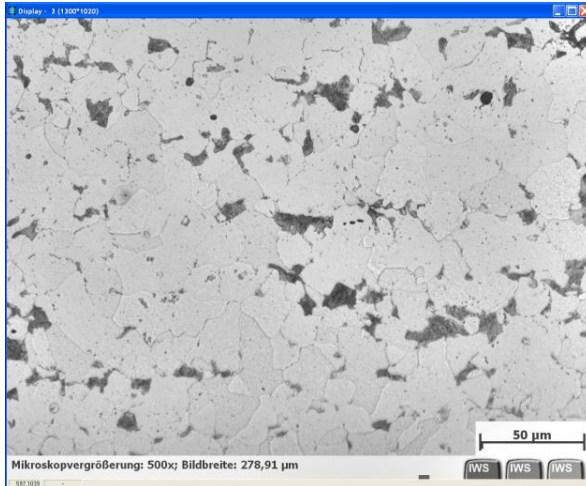
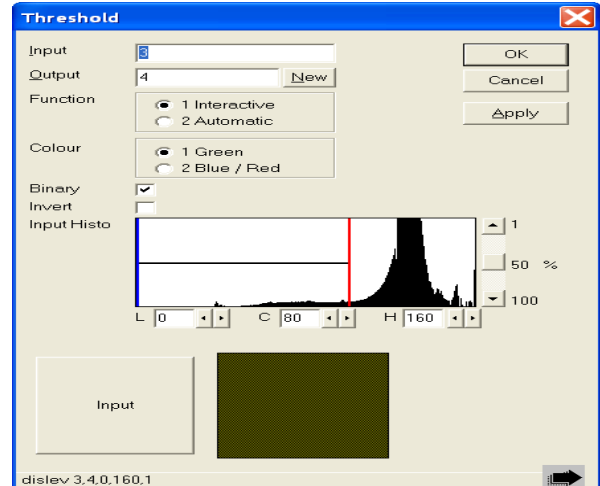


Bild 6-6: Die lichtmikroskopischen Aufnahmen von S1 mit vier Kühlraten: (a) 0.1, (b) 1, (c) 40 und (d) 60°C/s.

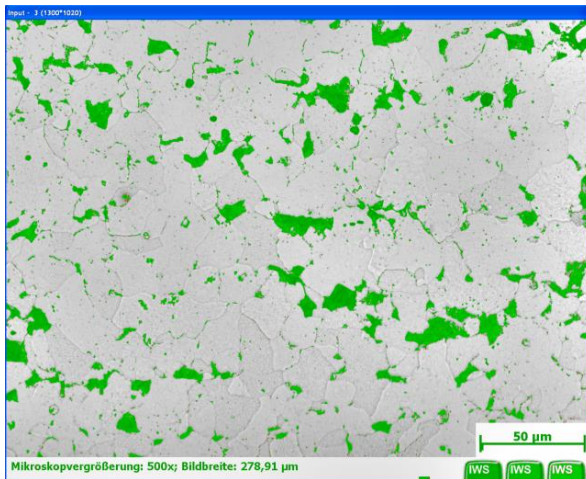
Im Weiteren wurden die Phasen kontrastiert und die Phasenanteile gemessen (Bild 6-7). Das Unterprogramm Set Features der Bildverarbeitungssoftware KS400 ermöglicht es, verschiedene Bereiche des Bildes auszumaskieren. Dieses liefert die Anzahl der ausmaskierten Pixel in tabellarischer Form. Der ermittelte Perlitanteil für S1 bei den Kühlraten 0,1 und 1°C/s liegt bei 7,9 % und 18 %.



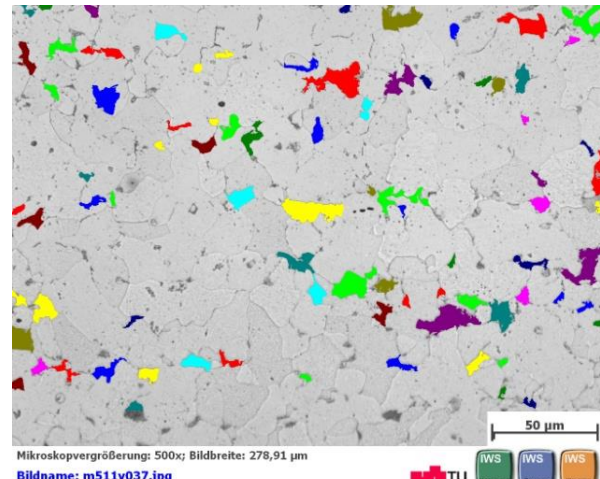
a)



b)



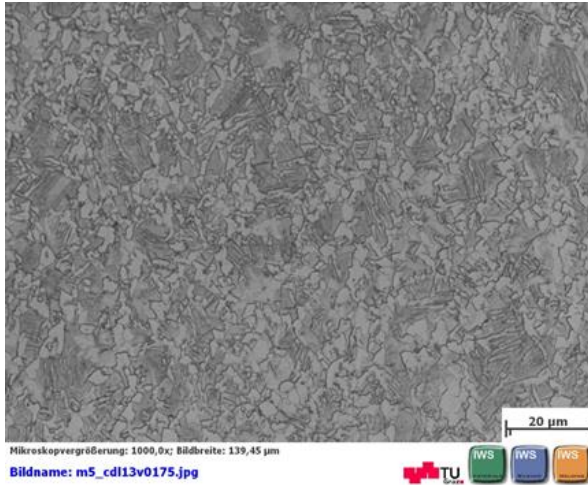
c)



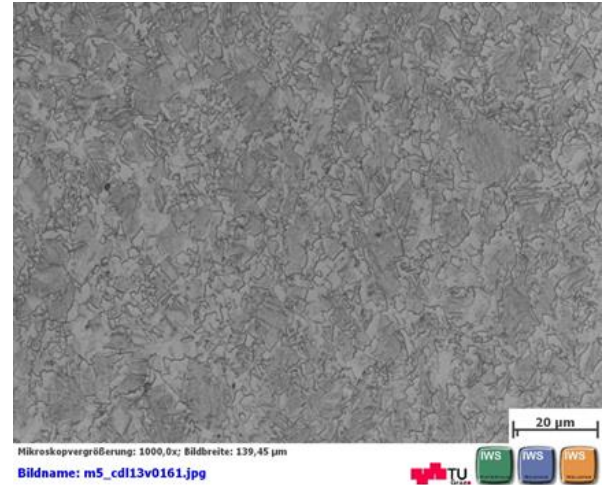
d)

Bild 6-7: Ermittlung der Phasenanteile von Ferrit und Perlit: (a) originales Graustufenbild, (b) Auswahl der Kontrastschranke, (c) nicht gefiltertes Ergebnis und (d) gefiltertes Ergebnis.

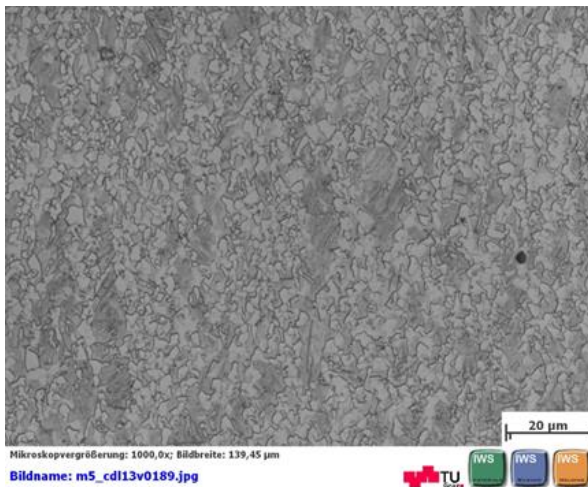
Der Einfluss der Deformations- und Kühlbedingungen auf das Umwandlungsverhalten ist am Beispiel des Werkstoffs S2 im Bild 6-8 dargestellt. Zusätzlich wurde für die Austenitisierungstemperatur von 960°C der Abschreckversuch mit Helium (He) und einer maximalen Kühlrate von ca. 190°C/s für den Temperaturbereich 800-300°C durchgeführt. Im Bild 6-8d konnten keine Bereiche von restlichem Ferrit ermittelt werden. Das bestätigt, dass die eingesetzten Austenitisierungsbedingungen mit einer Austenitisierungstemperatur von 960°C zu einer vollständigen Austenitisierung führen.



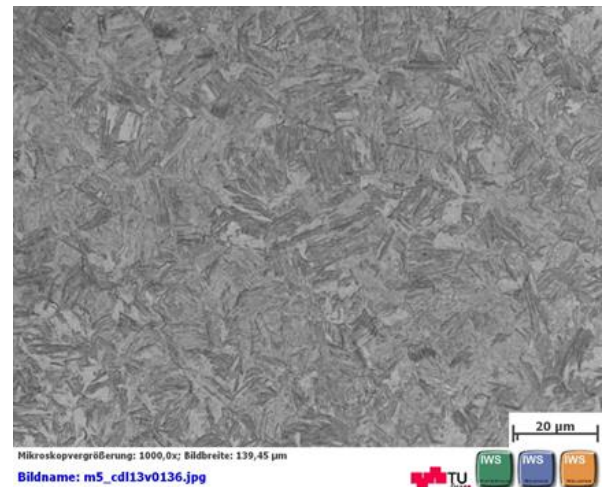
a)



b)



c)



d)

Bild 6-8: Die lichtmikroskopischen Aufnahmen von S2 mit verschiedenen Deformations- und Kühlbedingungen: (a) $\varphi = 0,3$, $\dot{T} = 40^\circ\text{C/s}$, (b) $\varphi = 0,3$, $\dot{T} = 60^\circ\text{C/s}$, (c) $\varphi = 0,6$, $\dot{T} = 60^\circ\text{C/s}$ und (d) $\varphi = 0$, $T = 190^\circ\text{C/s}$.

6.1.4 REM

In den gemessenen kugelförmigen Bereichen der ferritischen Matrix sind Mn, Al, S und O vorhanden. Der erste Messpunkt (Bild 6-9a) enthält MnS und der zweite (Bild 6-9b) zusätzlich noch Al_2O_3 . Bei einer niedrigeren Vergrößerung wurden darüber hinaus mehrere kugelförmige Mo-Teilchen in der Größe von 3 bis 15 μm erfasst (Bild 6-9c). Die mapping-Bilder für die restlichen Elemente sind in Kapitel 10.5 zu finden.

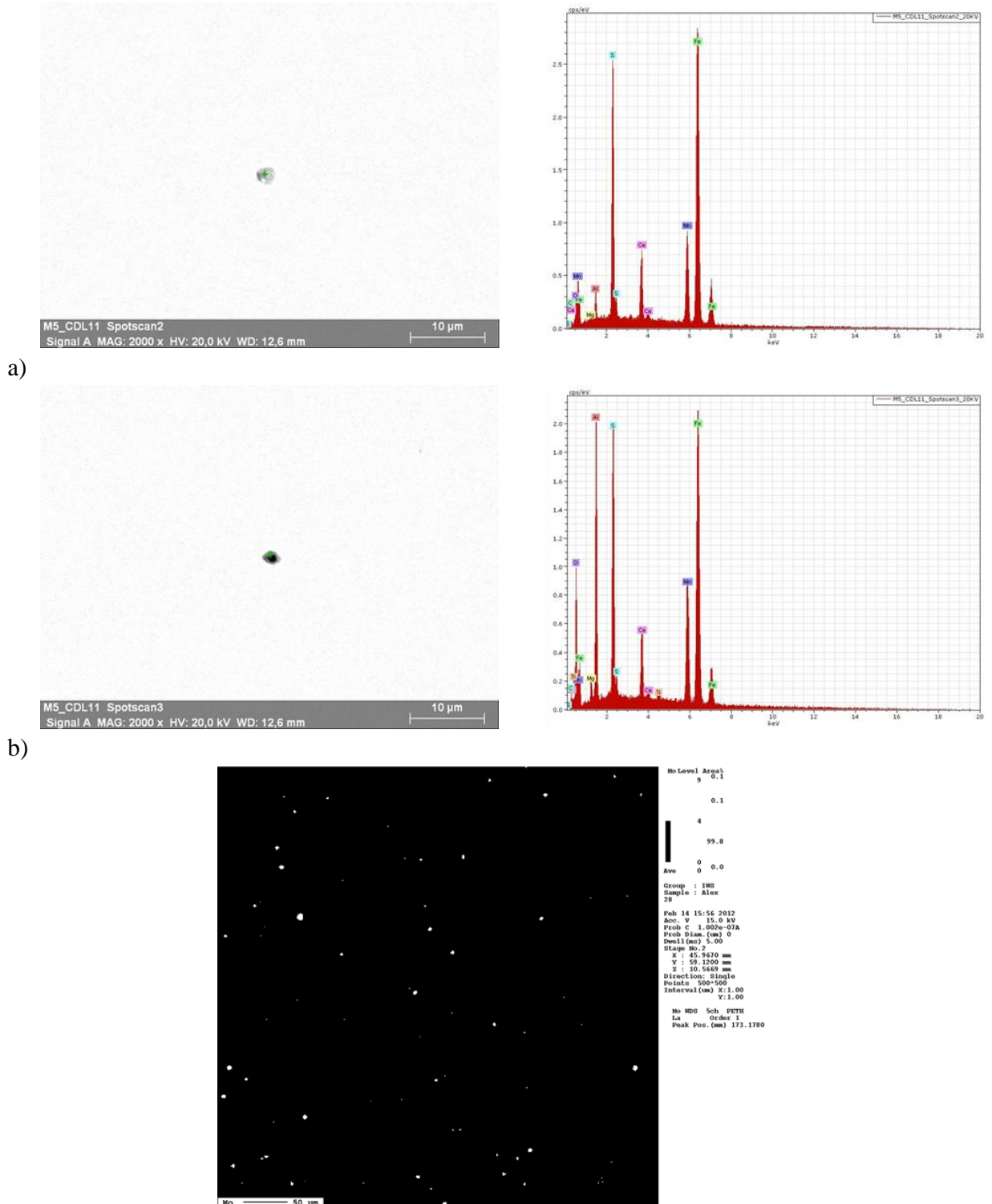


Bild 6-9: (a) und (b) REM-Aufnahmen und die ermittelten Spektren und (c) REM-mapping für Mo.

6.1.5 TEM

Die TEM-Analyse wurde für vier ausgewählte Proben – zwei Rohrdimensionen mit Außendurchmesser 42,4 und 137,9 mm und jede Dimension mit und ohne Behandlung an der Kühlstrecke – durchgeführt. Für die statistische Auswertung wurden für jede einzelne Probe zehn Gesichtsfelder aus Übersichtsaufnahmen verwendet. Die Proben enthielten mehrere Generationen von Ausscheidungen, die sich während den folgenden drei Produktionsbereichen bilden und weiterentwickeln konnten. Die ersten Ausscheidungen entstehen nach dem Stranggießen. Der zweite Bereich ist die nachfolgende mehrstündige Wiedererwärmung im Drehherdofen des Warmwalzwerks. Hier lösen sich die Ausscheidungen vollständig oder teilweise auf. Im dritten Bereich, im Stoßbank und Streckreduzierwalzwerk, handelt es sich um Deformationsstellen. An diesen Stellen bilden sich aufgrund der kurzen Zeit und der angewandten Energie feine Ausscheidungen. Die nach dem Streckreduzierwalzwerk eingesetzte Wasserkühlung stabilisiert die neu gebildeten feinen Verbindungen wie (TiNb)CN, die im Gegensatz zu vorher ohne schnelle Temperatursenkung noch zusätzliche Zeit für die Vergrößerung zur Verfügung haben. Bei der durchgeführten TEM-Analyse werden nur die kleinen Ausscheidungen in der Größe von einzelnen Nanometern betrachtet, um den Einfluss der Kühlung und Verformung auf die Ausscheidungsbildung festzustellen. Die erreichten Unterschiede in den resultierenden mechanischen Eigenschaften beim Einsatz der installierten Kühlstrecke wurden in der Arbeit von Klarner [41] diskutiert.

Die TEM-Untersuchungen der Proben zeigten eine ferritisch-perlitische Matrix mit feinen sphärischen und leicht gestreckten (NbTi)CN-Partikeln im Korninneren sowie an den Korngrenzen. Die Partikel wurden in allen Bereichen mit energiegefiltertem TEM (EFTEM), Elektronen-Energieverlust-spektrometrie (EELS) und der energie-dispersiven Röntgenspektroskopie (EDX) ermittelt. Mithilfe der EDX wurde die lokale Elementzusammensetzung der einzelnen Partikel analysiert.

Bei der Ermittlung der *jump ratio*-Bilder kann zwischen der Aufnahmen von Einzelbildern ein eventueller Probendrift erfolgen. Diese Korrektur muss immer berücksichtigt werden und wurde automatisch mit den Bildanalysetools von Schaffer [149] durchgeführt, die als Script in das Bildbearbeitungsprogramm Digital Micrograph implementiert wurden. Die in der Arbeit verwendeten Werte für die Energiefenster und deren Breiten sind in der Tabelle 6-2 angegeben. Dabei ist Z die Ordnungszahl, die *Kantenenergie* die nominale Energie der Elementkante, *pre edge* und *post edge* die Mittelpunkte der gemessenen Energiefenster (in eV), dE die Breite der Energiefenster (in eV) und t die Belichtungszeit (in s).

Tabelle 6-2: Energiefenster zur Detektion der Elementverteilungen im Stahl 1.

Z	Element	Kante	Kantenenergie	Pre edge	Post edge	dE	t
6	C	K	284	274	292	16	10
7	N	K	401	386	408	20	10
22	Ti	L _{2,3}	456	441	468	20	20
23	V	L _{2,3}	513	481	523	30	30
26	Fe	M _{2,3}	56	48	58	8	1
41	Nb	M _{2,3}	363	195	373	20	10

Die Details zur Ausscheidungsmorphologie sind an einem Beispiel des untersuchten Stahls im Bild 6-10 dargestellt. Wie in diesem Bild zu sehen ist, überlappen sich die Nb- und C-Kanten. Für die Berechnung des Nb-jump ratio wurde ein post edge bei der Kante M_{4,5} und ein pre edge vor der Kante M_{2,3} bei 200 eV erworben. Dabei könnten im Nb-jump ratio auch einige Artefakte, wie z. B. Beugungsartefakte, vorhanden sein.

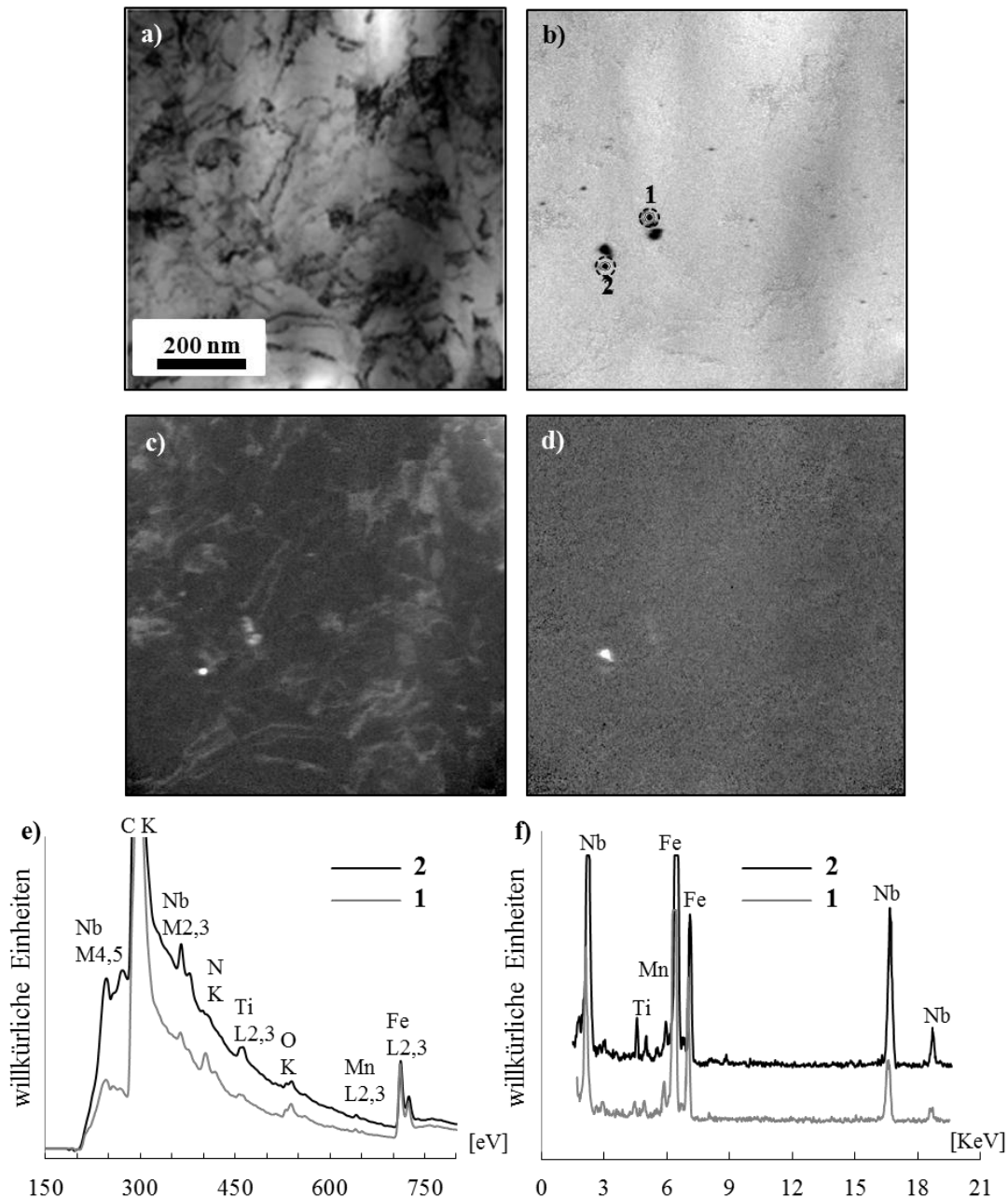


Bild 6-10: (a) Zero loss gefiltertes Hellfeld Bild (Energiefenster 10eV) mit der mittleren Dicke von 150 nm, (b) Fe jump ratio Bild, (c) Nb jump ratio Bild, (d) Ti jump ratio Bild (Energiefenster für jump ratio Bilder siehe Tabelle 6-2), (e) EELS Spektrum und (f) EDX Spektrum.

Um einige Fehler und Missinterpretationen zu vermeiden, müssen jump-ratio-Bilder und Elementverteilungsbilder bei jeder Aufnahme miteinander verglichen werden. Durch diesen Vergleich ist meist zu erkennen, ob der Untergrund einen korrekten exponentiellen Abfall hatte oder nicht. Ist der Abfall korrekt, so ist die Elementverteilung in beiden Bildern gleich. Ein nicht exponentieller Abfall kann mit einem weiteren Signal im Untergrund, wie z. B. einer nicht berücksichtigten Elementkante, geklärt werden.

Die mit EDX erhaltenen Elementzusammensetzungen sind in Tabelle 6-3 aufgelistet. Jede Messung hat ihre eigenen Gewichtsmessfehler. In der Tabelle sind die maximalen Messwerte für zwei Messpunkte dargestellt. Hier müssen wir darauf hinweisen, dass die leichten Elemente wie C und N sehr schwierig mit EDX-Spektren zu quantifizieren sind, da ihre Peakpositionen bei sehr niedrigen Energien liegen, die durch Cerenkov-Strahlung beeinflusst werden. Dies führt zu einer

Ungenauigkeit in der Hintergrund-Extraktion. Die EDX-Messungen mit TEM-Bildern sind im Kapitel 10.1 zu finden.

Tabelle 6-3: Ergebnisse der EDX-Untersuchung für die Punkte 1 und 2.

Element und Kante	Netto Impuls		Gewichtskonzentration %		Gewichtsfehler %
	Punkt 1	Punkt 2	Punkt 1	Punkt 2	
V K	118		0,98	-	+/- 0,18
Ti K	-	234	-	1,57	+/- 0,31
Mn K	281	259	2,49	1,82	+/- 0,28
Nb L	1498	3289	15,55	27,04	+/- 1,55
Fe K	8632	9833	80,98	69,57	+/- 1,29
Total			100	100	

Während der Untersuchung konnten auch einige Tripelpunkte gesichtet werden. Wie im Bild 6-11 zu sehen ist, enthält die Tripelpunkt-Aufnahme längliche FeC-Ausscheidungen in der Größe von 50-200 nm (Fläche zwischen 1000 und 21000 nm²), die im Korninneren und an den Korngrenzen liegen. Da die mittlere Probendicke ca. 100 nm beträgt, können wir rückschließen, dass die feinen NbC(N) im Korn liegen. Alle TEM Aufnahmen sind auf der CD im Ordner TEM zu finden.

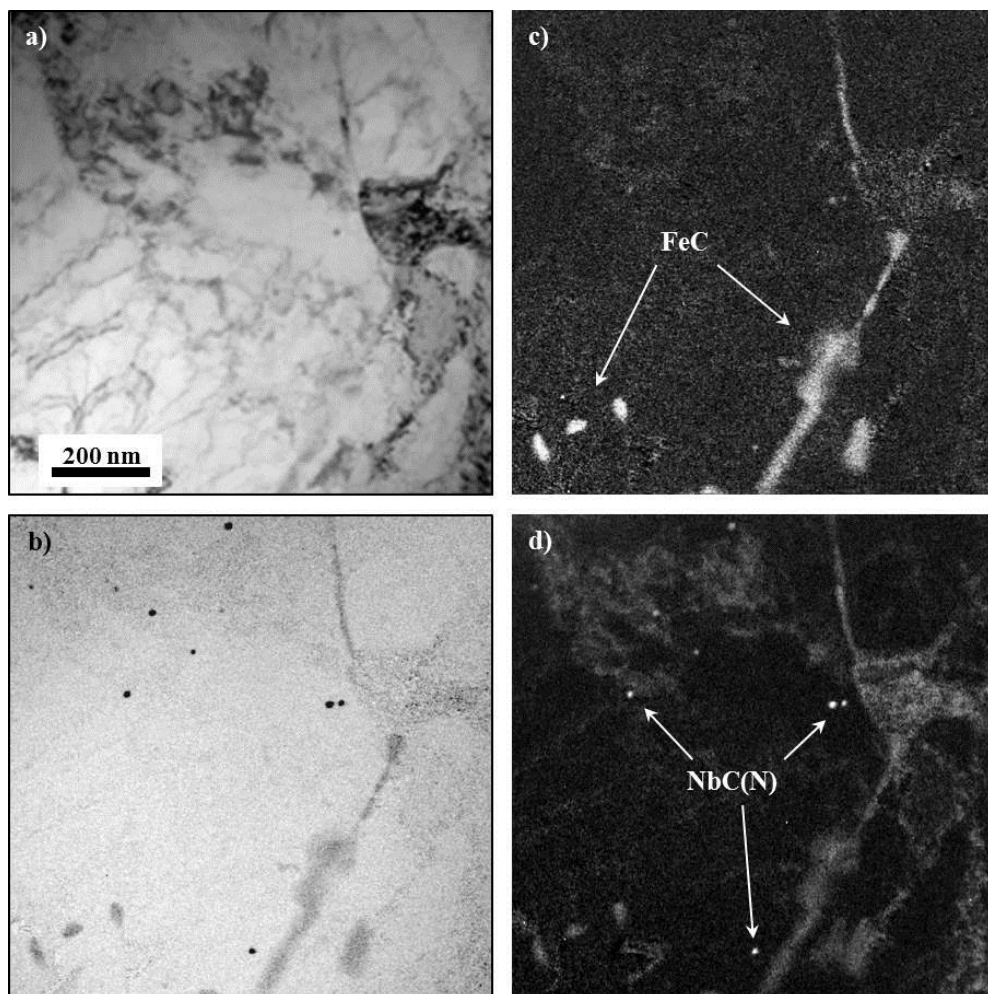


Bild 6-11: Ein Tripelpunkt mit länglichen FeC-Ausscheidungen im Rohr 139,7 mm x11,13 mm (mit Kühlstrecke): (a) Zero loss gefiltertes Hellfeld Bild, (b) Fe-jump ratio Bild, (c) C-jump ratio Bild und (d) Nb-jump ratio Bild.

Wie man im Bild 6-11 sehen kann, bilden die beiden Elemente Fe und Nb Karbide. In einigen Fällen entsteht Fe(Nb)C. Dieser Ausscheidungstyp wurde zahlreich (Bild 6-12) in der Probe (Rohr 42,4 mm x 4,50 mm ohne Kühlstrecke) gemessen. Die Ausscheidungen erreichten eine Flächengröße von 2000 bis 23000 nm².

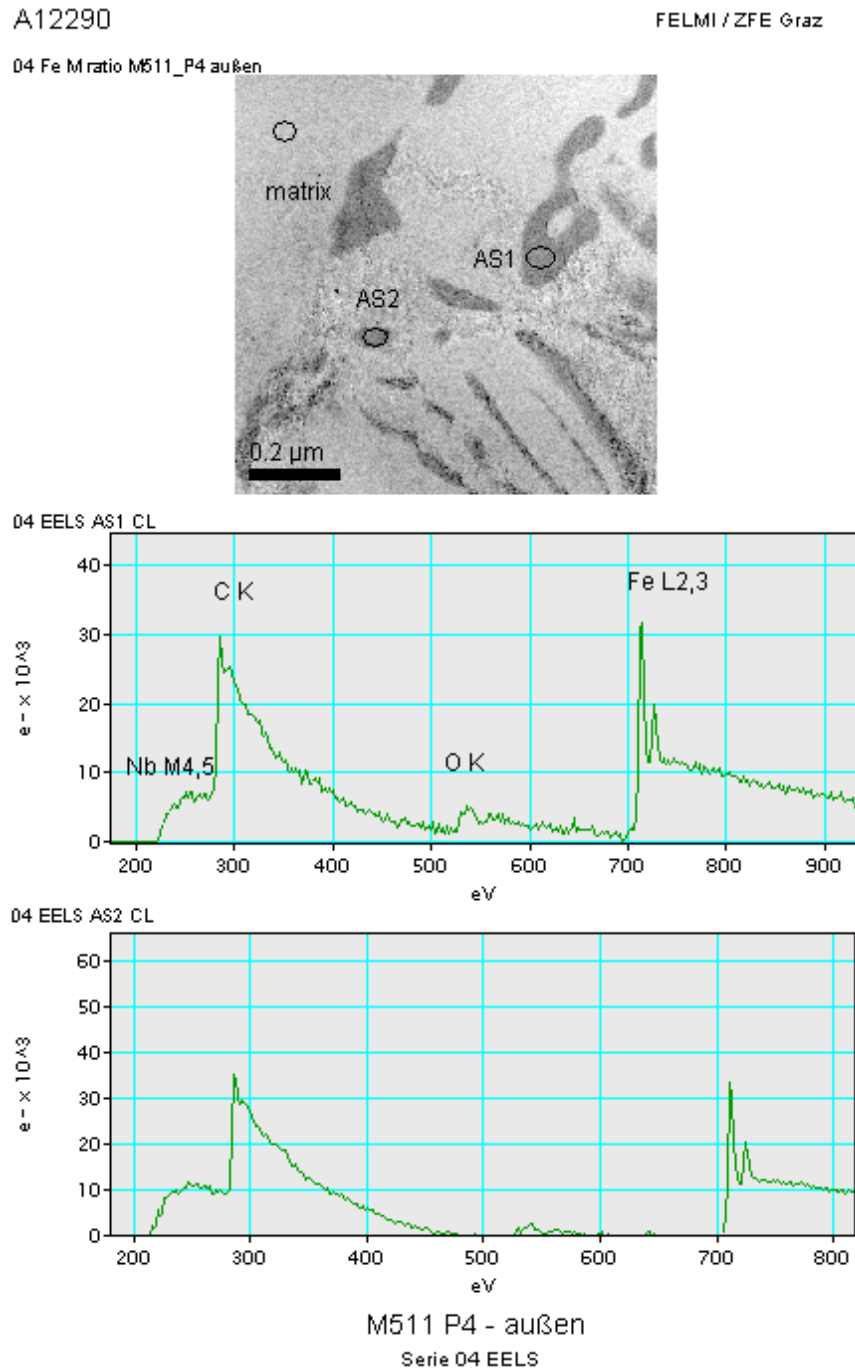


Bild 6-12: Grobe Fe(Nb)C Ausscheidungen in einem Rohr (42,4 mm x 4,50 mm, ohne Kühlstrecke) und ermittelte EELS Spektren an den Punkten AS1 und AS2.

In weiteren Gesichtsfeldern wurden auch fein verteilte lineare FeC- und Fe(Nb)C-Ausscheidungen ermittelt, die für ein bainitisches Gefüge typisch sind. Die Anzahl und die feine Verteilung der Karbide sind für die guten mechanischen Eigenschaften des unteren Bainits verantwortlich (Bild 6-13).

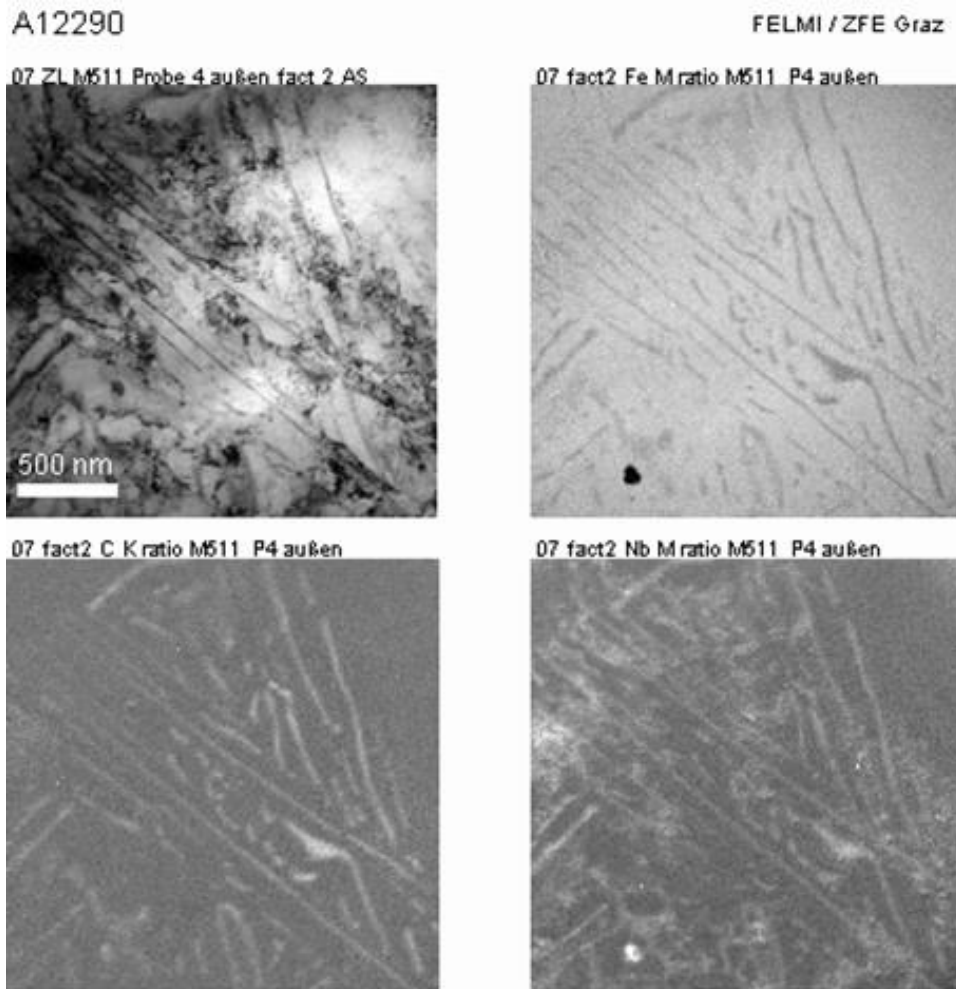


Bild 6-13: Fein verteilte FeC- und Fe(Nb)C-Ausscheidungen in einem Rohr (42,4 mm x 4,50 mm, ohne Kühlstrecke): Zero loss und ratio-Aufnahmen.

Während der Messungen wurden verschiedene Ausscheidungen des Typs MC gefunden. Die Ergebnisse sind im Kapitel 10.2 aufgelistet. Es wurde eine große Anzahl von NbC und TiN gemessen, weiters auch Nb(Ti)C und Ti(Nb)N mit einem geringeren Anteil vom zweiten Mikrolegierungselement in Klammer. Außerdem wurden einige Ausscheidungen von NbTiCN und einzelne von NbMoTiC und Nb(TiV)C gefunden. Weitere Spuren von Vanadiumverbindungen wie VN wurden nicht entdeckt.

Im Weiteren wurden nach der Diskussion mit Experten vom Zentrum für Elektronenmikroskopie Graz (FELMI-ZFE) die Ausscheidungen in zwei Gruppen geteilt: NbC, NbTiCN, Nb(Ti)C und Nb(TiV)C bildeten die Gruppe NbC(N). TiN und Ti(Nb)N bildeten die Gruppe TiN(C). Die berechneten Werte der minimalen und maximalen realen Durchmesser der Ausscheidungen d_i , der mittlere Durchmesser der Population \bar{d} , die Anzahl der Ausscheidungen pro Volumseinheit N_V und der relative Volumsanteil der jeweiligen Population V_V sind in der Tabelle 6-4 zusammengestellt. Die zwei ausgewählten Dimensionen der Endgeometrie gehören zum unteren und oberen Bereich der Produktionspalette bei voestalpine Tubulars. Die gebildeten Ausscheidungen von TiN sind groß und dementsprechend selten anzutreffen. In drei Proben konnte jeweils nur eine einzige Ausscheidung gefunden werden.

Tabelle 6-4: Ausgewertete Ausscheidungsparameter für die Proben mit verschiedenen Deformations- und Kühlbedingungen.

Endgeometrie DxS (mm)	Kühlstrecke	Typ	Min/Max d_i (nm)	\bar{d} (nm)	N_V (m^{-3})	V_V
137,9x11,1	ohne	NbC(N)	11/52	23,4	$1,16 \cdot 10^{20}$	$1,11 \cdot 10^{-3}$
		TiN(C)	46/57	51,4	$1,68 \cdot 10^{19}$	$2,10 \cdot 10^{-3}$
	mit	NbC(N)	4,3/18,7	10,1	$6,09 \cdot 10^{19}$	$5,12 \cdot 10^{-5}$
		TiN(C)	92	92	$1,60 \cdot 10^{17}$	$5,18 \cdot 10^{-4}$
42,4x4,5	ohne	NbC(N)	17,3/153	46,7	$8,32 \cdot 10^{19}$	$5,47 \cdot 10^{-5}$
		TiN(C)	91	91	$1,60 \cdot 10^{17}$	$5,18 \cdot 10^{-4}$
	mit	NbC(N)	16,6/188	38,4	$5,43 \cdot 10^{18}$	$2,00 \cdot 10^{-4}$
		TiN(C)	116	116	$5,61 \cdot 10^{17}$	$3,37 \cdot 10^{-4}$

Die in Tabelle 6-4 dargestellten Werte dienen zum Vergleich mit den MatCalc-Simulationen. Ein weiterer Vergleich der Ergebnisse für die Zustände mit und ohne Kühlstrecke und für die Ausscheidungen mit einer Fläche kleiner als 3000 nm^2 ist im Bild 6-14 ersichtlich.

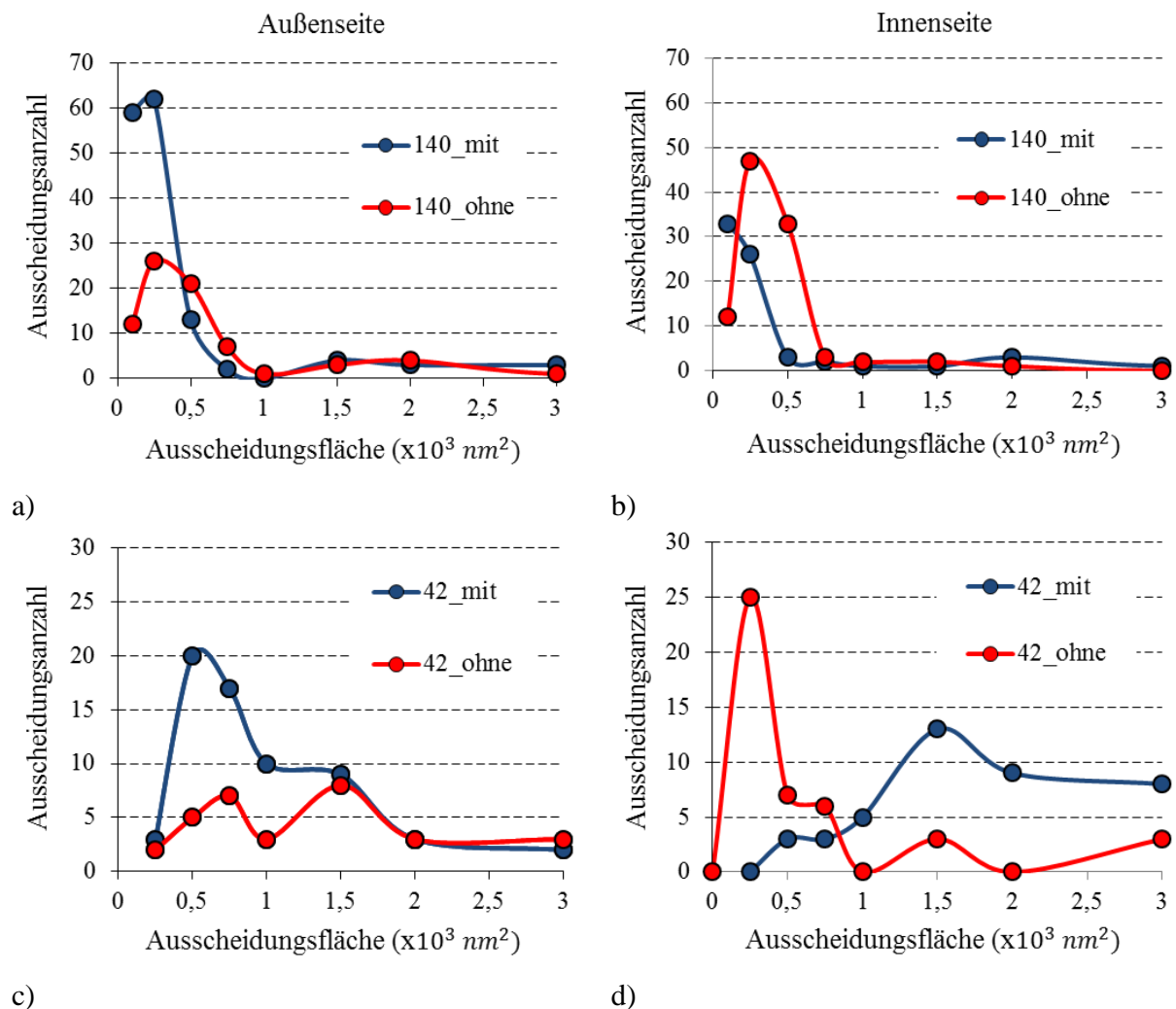


Bild 6-14: Ausscheidungsfläche und -anzahl für die zwei ausgewählten Rohrdimensionen 42,4 und 139,7 mm mit und ohne Behandlung in der Kühlstrecke.

6.2 Simulation

In diesem Kapitel werden die Ergebnisse der durchgeführten Simulationen in den Bereichen Rekristallisation, Phasenumwandlung und Ausscheidungskinetik präsentiert.

6.2.1 Umwandlungskinetik

Für die Berechnung der Umwandlungskinetik wurden die empirischen Gleichungen aus Kapitel 3.4.7 und die Software-JMatPro verwendet. Zum Vergleich wurden die experimentell ermittelten Daten der Werkstoffe S1, S2 und S3 verwendet (Bild 6-15). Die mit JMatPro berechnete und experimentell validierte Ausgangskorngröße nach der Wärmebehandlung liegt bei ca. 60 μm . Am Beispiel des ersten Werkstoffs werden zusätzlich die erweiterten Rahmen der eingesetzten Parameter verwendet. Im ersten Modell (Gleichung 3-35) sind die verwendeten Austenit-Korngrößen 30 und 100 μm , im zweiten Modell (Gleichung 3-37) wurde eine Austenitisierungstemperatur von 800 und 1200°C angenommen. Die Berechnungen mit JMatPro wurden für die untersuchten Werkstoffe (S1, S2 und S3) mit jeweilig vorhandener chemischer Zusammensetzung und eine Korngröße von 60 μm durchgeführt.

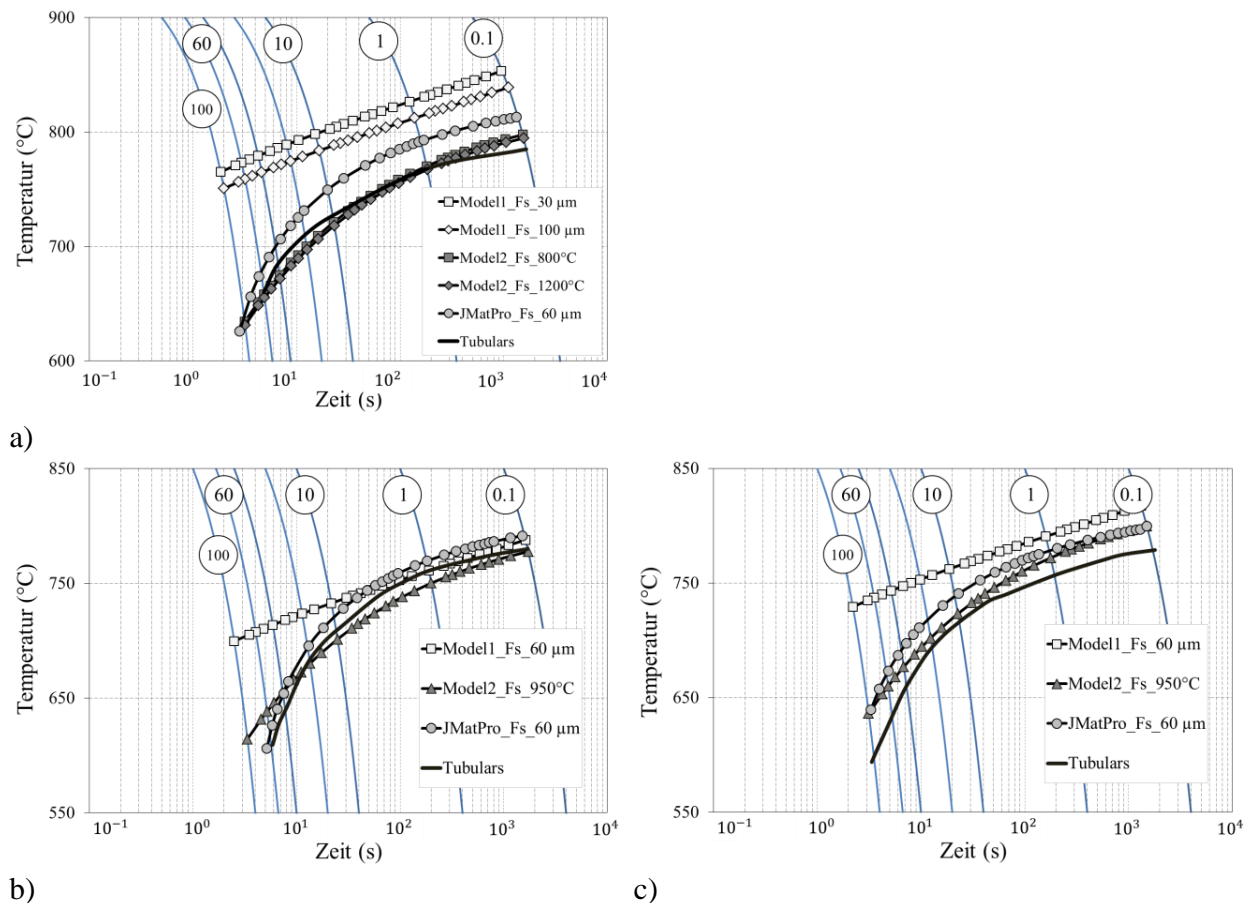


Bild 6-15: Der Vergleich der experimentell ermittelten und mit JMatPro und empirischen Ansätzen berechneten Verläufe der Ferritstarttemperatur: (a) S1, (b) S2 und (c) S3.

Wie aus den Ergebnissen (Bild 6-15) zu sehen ist, haben das Modell 2 (von Trzaska [76]) und JMatPro eine gute Übereinstimmung mit den experimentellen Daten. Mit beiden Modellen wurden ZTU-Diagramme für eine mittlere chemische Zusammensetzung aus der Tabelle 4-1 und die zwei Austenitisierungstemperaturen 950 und 1050°C für den Werkstoff S1 berechnet. Bei diesem Werkstoff sind mehrere Phasen vorhanden, es wurden Ferrit- (Fs), Perlit- (Ps), Bainit- (Bs) und

Martensitstarttemperatur (Ms) ermittelt. Mit JMatPro war es möglich die Grenzen des perlitischen (Kurve Pf) und bainitischen Bereichs (Kurve Bf) zu bestimmen (Bild 6-16).

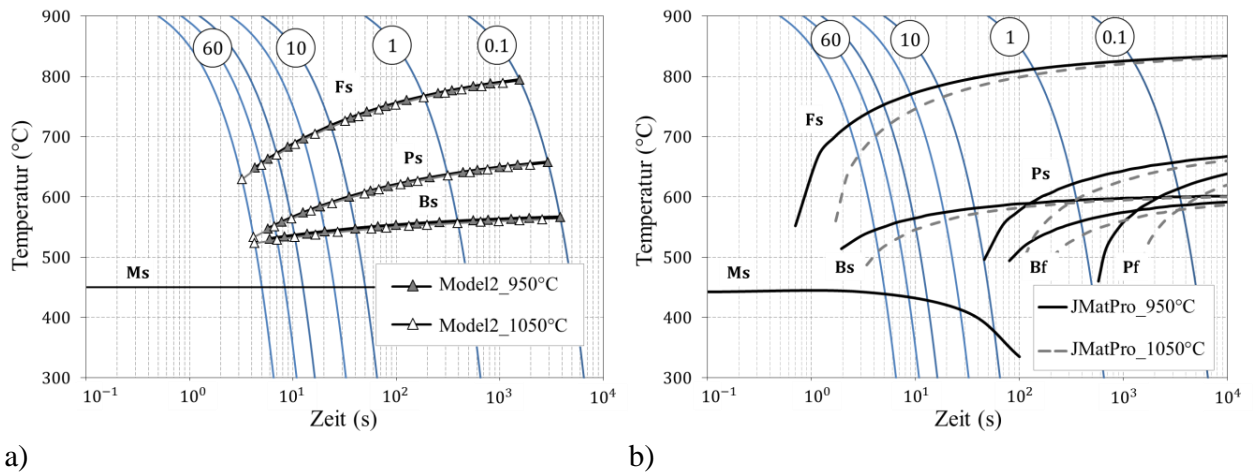


Bild 6-16: Berechnete ZTU-Diagramme für den Werkstoff S1 für die Austenitierungstemperaturen 950 und 1050°C mit einer Haltezeit von 900 s mit: (a) empirischem Ansatz (Modell 2) und (b) JMatPro.

Abschätzung der Austenitkorngröße mit JMatPro

Die Abschätzung der Austenitkorngröße nach der Wärmebehandlung wurde mit variierten Austenitierungstemperaturen T_a und -zeiten t_a mit JMatPro durchgeführt. JMatPro unterscheidet grundsätzlich zwischen zwei Typen von Modellen: „allgemeiner Stahl“ und „korrosionsfreier Stahl“. Für die untersuchten Werkstoffe wurde das Modell „allgemeiner Stahl“ ausgewählt. Die Berechnungsergebnisse sind in Bild 6-17a und Bild 6-17b zusammengefasst und können im untersuchten Bereich mit der folgenden Gleichung dargestellt werden:

$$d_0 = (0,000438 T_a^2 - 0,765 T_a + 338) \ln(t_a) - (0,000833 T_a^2 - 1,458 T_a + 638,7) \quad \text{Gleichung 6-2}$$

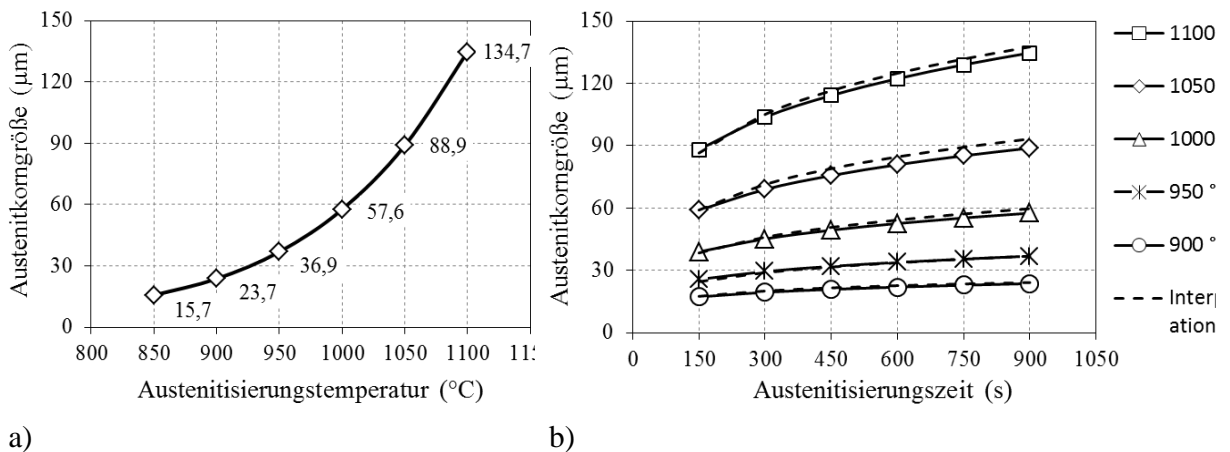


Bild 6-17: Die Entwicklung der Korngröße eines allgemeinen Stahls (general steel) bei unterschiedlichen Bedingungen: (a) Austenitierungszeit 900 s und (b) Austenitierungstemperaturen von 900°C bis 1100°C.

Abschätzung der thermomechanischen Eigenschaften mit JMatPro

Bei den durchgeführten Berechnungen der ZTU-Diagramme (Bild 6-16) in JMatPro wurden zusätzlich die Entwicklungen der Dichte, der Wärmeleitfähigkeit und der spezifischen Wärmekapazität berechnet. Die JMatPro Ergebnisse sind im Vergleich mit den im Produktionsmodell verwendeten Werten (JK – aus dem J.Klarter Modell) am Beispiel vom Werkstoff S1 im Bild 6-18 dargestellt. Die Vergleiche für die Werkstoffe S1 und S2 sind im Anhang zu finden (Bild 10-2).

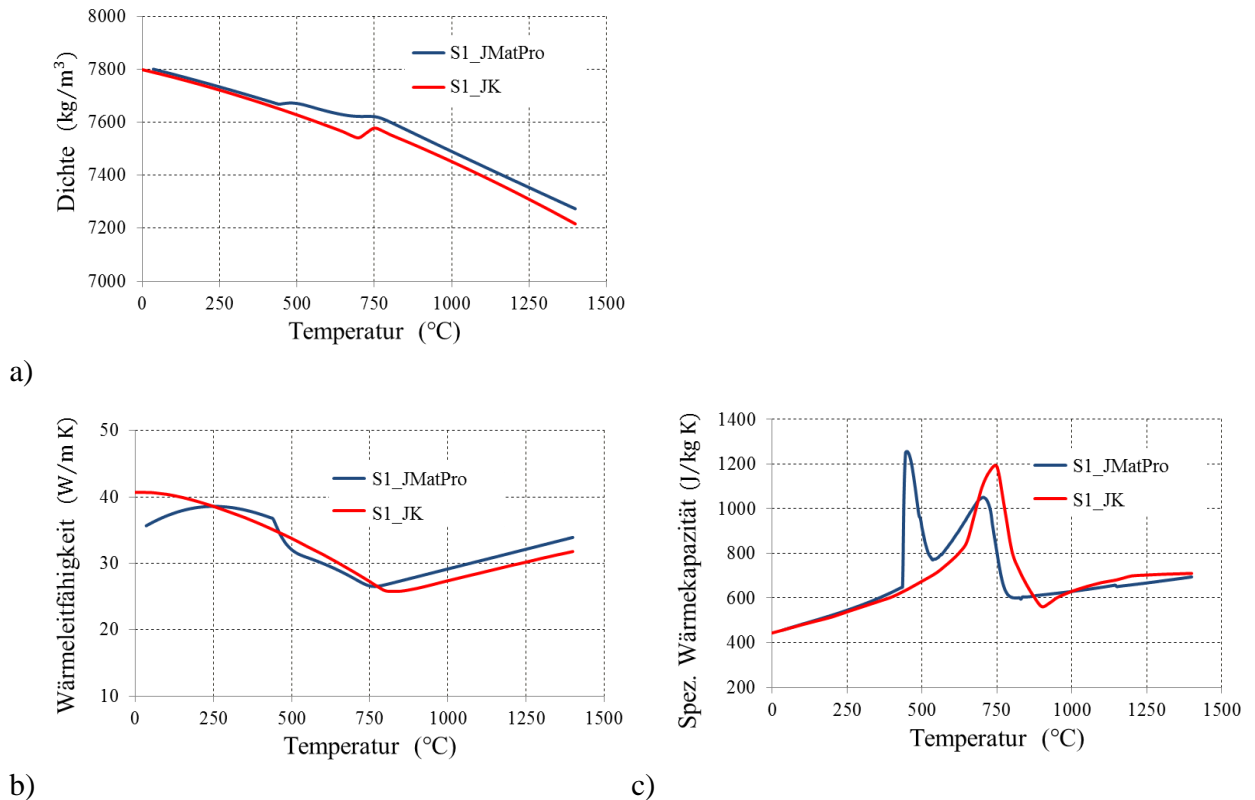


Bild 6-18: Die mit JMatPro berechneten Eigenschaften für den Werkstoff S1 im Vergleich mit den aktuell im Produktionsmodell verwendeten Werten (JK): (a) Dichte, (b) Wärmeleitfähigkeit und (c) spezifische Wärmekapazität.

6.2.2 Ausscheidungskinetik

Die numerischen Simulationen wurden zur Ermittlung des Einflusses der Umformparameter auf die Ausscheidungskinetik im Streckreduzierwalzwerk durchgeführt. Die Verformung fand im Temperaturbereich von 800 - 950°C statt. Der Ausgangspunkt bei 950°C, das heißt vor der Verformung, wurde für die im Bild 4-8 definierte thermomechanische Behandlung berechnet.

Wirkung der Anzahl der Verformungsschritte

Zur Untersuchung gelangten zwei Rohrdimensionen, die im Streckreduzierwalzwerk unterschiedlichen Verformungsgraden und einer unterschiedlichen Anzahl an Verformungsschritten unterworfen wurden. Dementsprechend wurden für die Simulation eine minimale Anzahl von 5 und eine maximale Anzahl von 20 Verformungsschritten ausgewählt. Die Entwicklungen der Versetzungsdichten und der Ausscheidungsparameter N_V und r_m von TiN und NbC im Werkstoff S1 bei einer variierten Anzahl an Verformungsschritten sind im Bild 6-19 dargestellt. In allen Berechnungen wurde ein totaler Vergleichsumformgrad von 0,3 mit einer nachfolgenden kontinuierlichen Abkühlung von 3°C/s verwendet. Die maximale Versetzungsdichte nimmt mit abnehmender Anzahl an Verformungsschritten zu (Bild 6-19a), da ein größerer Verformungsgrad pro Schritt aufgebracht wird, um dieselbe Deformation zu erreichen. Die Anzahl der Ausscheidungen pro Volumen ist bei einer Verformung in 5 und 10 Schritten in etwa gleich, aber sie ist deutlich niedriger bei 20 Verformungsschritten (Bild 6-19b). Die Abnahme der mittleren Radien der Ausscheidungen bei einer Zunahme an Verformungsschritten im Bild 6-19c demonstriert die kontinuierliche Bildung von neuen Ausscheidungen. Ausscheidungsichte, Ausscheidungsichte

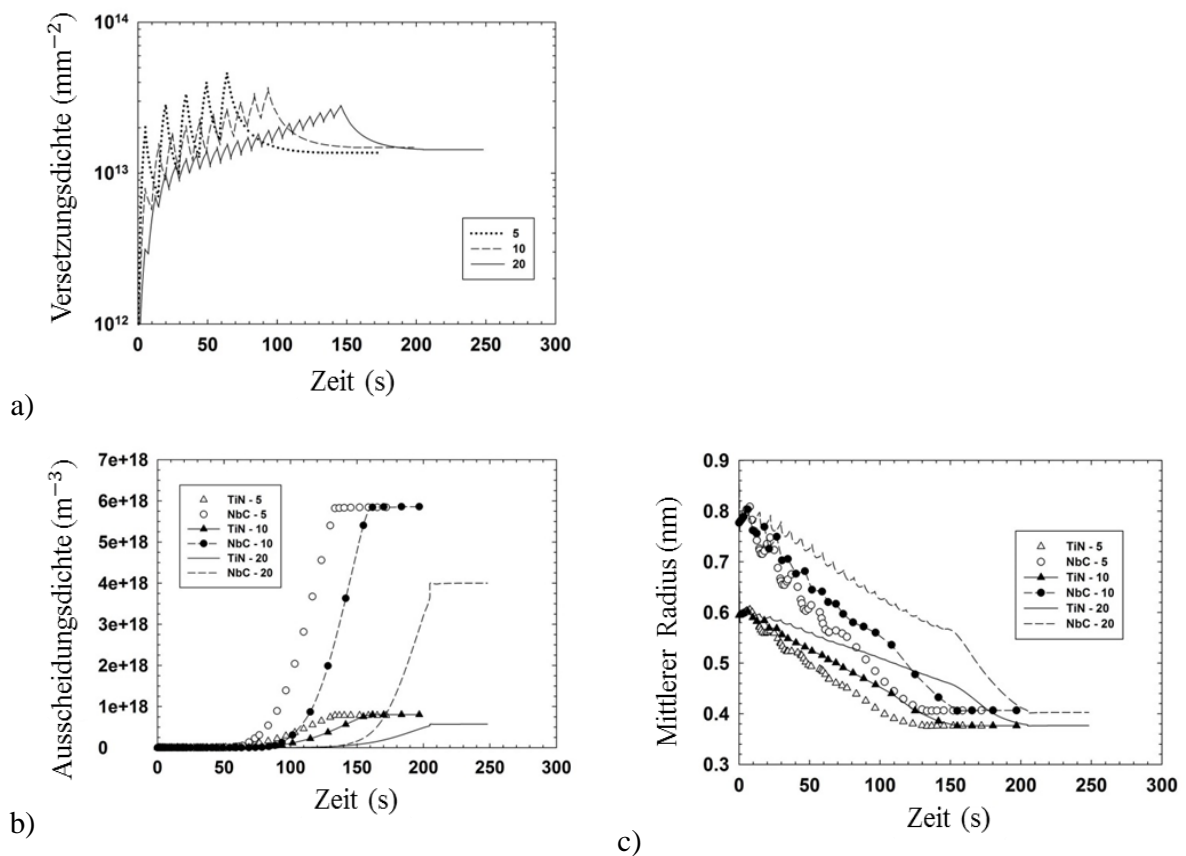


Bild 6-19: Entwicklung der Ausscheidungsparameter beim eingebrachten Verformungsgrad von 0,3 in 5, 10 und 20 Verformungsschritten (Werkstoff S1): (a) Versetzungsdichte, (b) Ausscheidungsichte und (c) mittlerer Radius.

Wirkung des Vergleichsumformgrades

Die Simulationen wurden für eine auf 10 Schritte gleichmäßig verteilte Verformung mit nachfolgender kontinuierlicher Kühlung von 3°C/s durchgeführt. Im Bild 6-20 sind die Entwicklungen der Versetzungsdichten, der Ausscheidungsdichten (Bild 6-20b) und der mittleren Radien der NbC- und TiN-Ausscheidungen für die eingebrachten Vergleichsumformgrade von 0,1, 0,3 und 1,0 dargestellt. Die Versetzungsdichte steigt mit zunehmendem Verformungsgrad und die Unterschiede erreichen eine ganze Größenordnung (Bild 6-20a). Die größte Dichte von NbC-Ausscheidungen wird in der Simulation mit dem Verformungsgrad von 0,3 festgestellt, während bei den anderen Verformungsgraden dieser Parameter annähernd gleich ist (Bild 6-20b). Die Verteilung der Dichten der TiN-Ausscheidungen hat eine ähnliche Tendenz wie die der NbC-Ausscheidungen mit minimaler Differenz. Die mittleren Radien der beiden Ausscheidungen NbC und TiN zeigen eine abnehmende Tendenz mit zunehmendem Verformungsgrad im Material.

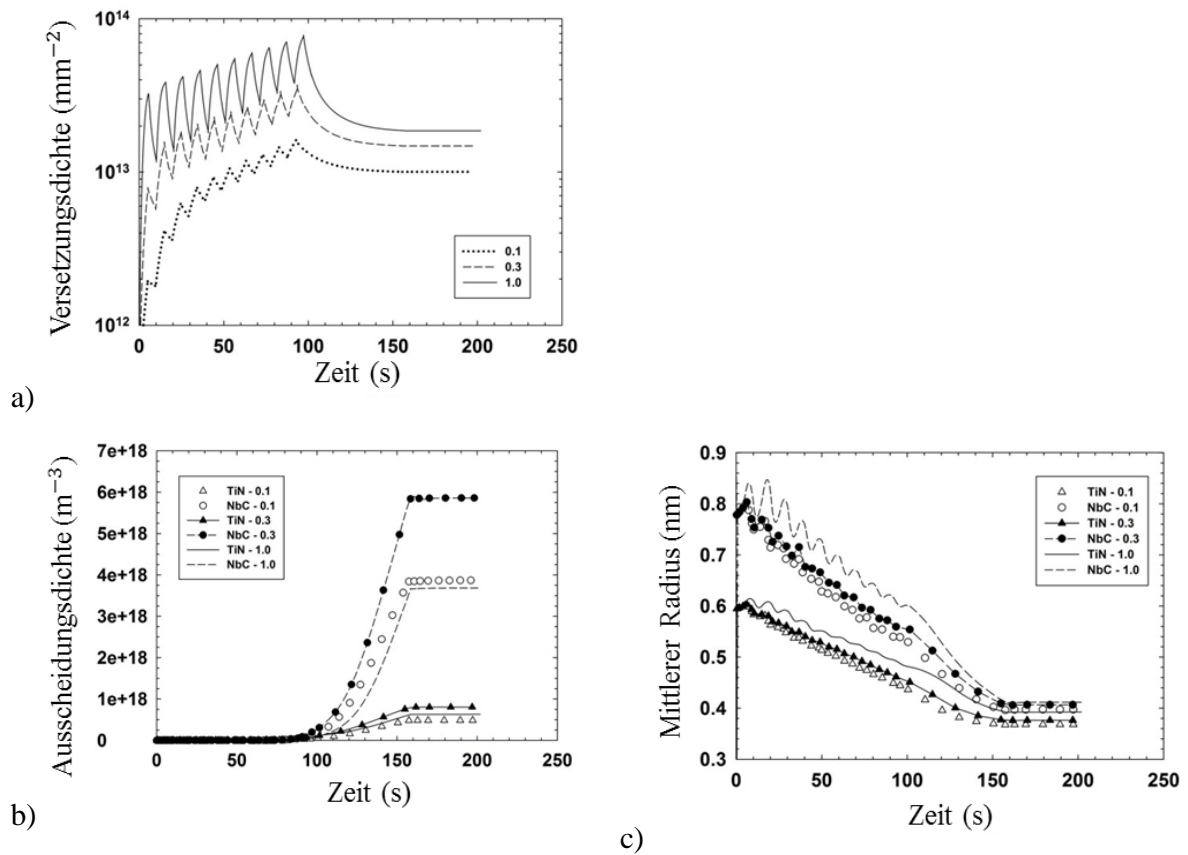


Bild 6-20: Entwicklung (a) der Versetzungsdichte im Austenit, (b) der Ausscheidungsdichte und (c) der mittleren Radien von TiN und NbC für den Werkstoff S1 mit gleichmäßig auf 10 Schritte verteiltem Vergleichsumformgrad von 0,1, 0,3 und 1,0.

Wirkung der Abkühlgeschwindigkeit

Nach dem Streckreduzierwalzwerk kommt die Kühlstrecke, die das Rohr in einigen Sekunden von 950°C auf 300°C abkühlt. Zur Ermittlung des Einflusses der unterschiedlichen Kühlraten auf die Ausscheidungsentwicklung wurden die Simulationen am Beispiel des Werkstoffs S1 durchgeführt. Die hier betrachtete Legierung wurde in 10 Schritten mit einem Gesamt-Verformungsgrad von 0,3 bei 950°C verformt und danach auf 300°C abgekühlt. Die Wirkung der unterschiedlichen Kühlraten von 3, 10 und 50°C/s auf die TiN- und NbC-Ausscheidungen ist im Bild 6-21 dargestellt. Die Anzahl der NbC-Ausscheidungen bei unterschiedlichen Kühlraten liegt in einer Größenordnung (von $3 \cdot 10^{18}$ bis $7 \cdot 10^{18}$). Einen deutlichen Unterschied merkt man im Bildungsgradi-

enten; eine bessere quantitative Aussage wäre bei einer Darstellung über der Temperatur möglich.

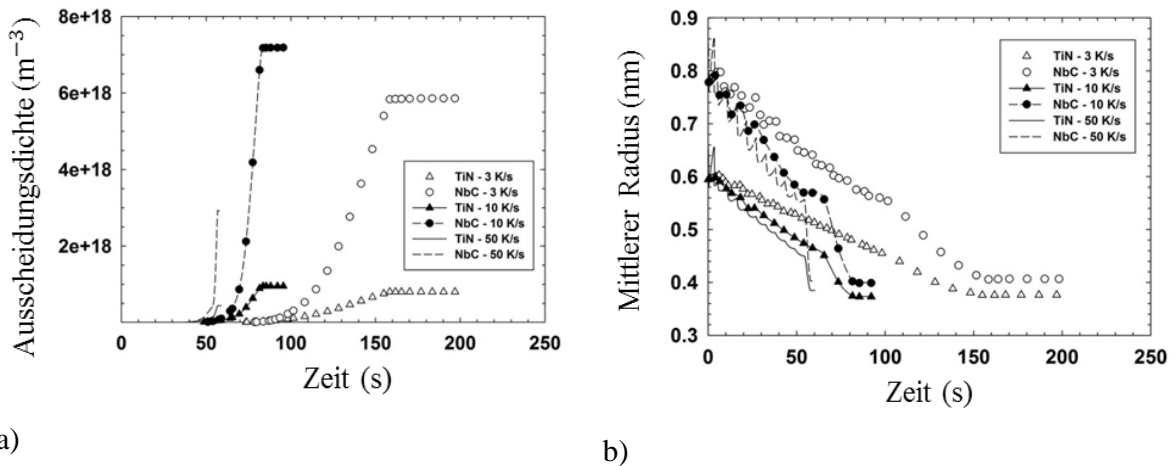


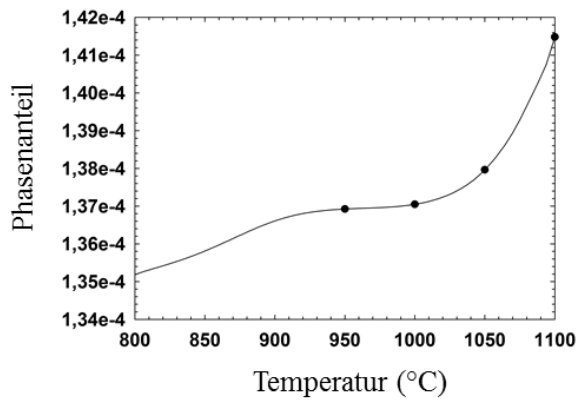
Bild 6-21: Entwicklung der Ausscheidungsparameter im Werkstoff S1 mit unterschiedlichen Kühlraten nach dem Streckreduzierwalzwerk: (a) Ausscheidungsichte und (b) mittlerer Radius.

Die berechneten Ausscheidungsparameter der betrachteten Ausscheidungspopulationen: der mittlere Radius r_m und die Anzahl der Ausscheidungen pro Volumseinheit N_V sind in Tabelle 6-5 angeführt. Die Primärausscheidungen vom Typ Titanitrid ("TiN_1" in Tabelle 6-5) wurden mit der Scheil-Gulliver Berechnung ermittelt und weisen einen mittleren Radius von 2 nm auf. Während der Erwärmung der massiven Blöcke im Drehherdofen lösen sich die Ausscheidungen an NbC wieder auf, sodass nur primäre und sekundäre TiN-Ausscheidungen (d.h. "TiN_1" und "TiN_2" in Tabelle 6-5) im System vorhanden sind. Die nachfolgende Verformung in der Stoßbank führt zur Bildung neuer, verformungsinduzierter Populationen von Ausscheidungen (jeweils "TiN_3" und "NbC_1" in Tabelle 6-5). Es ist zu beobachten, dass die zweite Verformung am Streckreduzierwalzwerk nicht alle diese Populationen beeinflusst. Die spannungsinduzierten Ausscheidungen sind sehr klein, aber die Ausscheidungsichte ist beträchtlich, insbesondere im Fall von NbC.

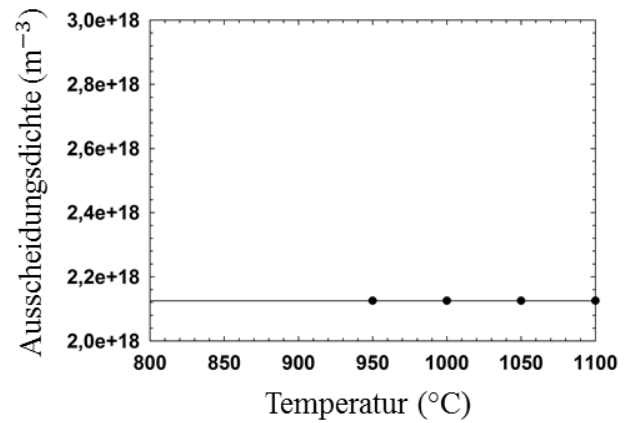
Tabelle 6-5: Dichte und Größe der berücksichtigten Ausscheidungen im simulierten System am Beispiel des Werkstoffs S1 vor der Warmumformung im Streckreduzierwalzwerk.

Ausscheidungs-population	$N_V (\text{m}^{-3})$	$r_m (\text{nm})$	Kommentar
TiN_1	$3,5 \cdot 10^{12}$	2000	Primäre Ausscheidungen, die beim Stranggießen gebildet wurden
TiN_2	$2,1 \cdot 10^{18}$	24	TiN-basierte Ausscheidungen, die vor der Stoßbank gebildet wurden
TiN_3	$6,5 \cdot 10^{18}$	0,6	TiN-basierte Ausscheidungen, die in der Stoßbank gebildet wurden
NbC_1	$1,5 \cdot 10^{20}$	0,6	NbC-basierte Ausscheidungen, die in der Stoßbank gebildet wurden

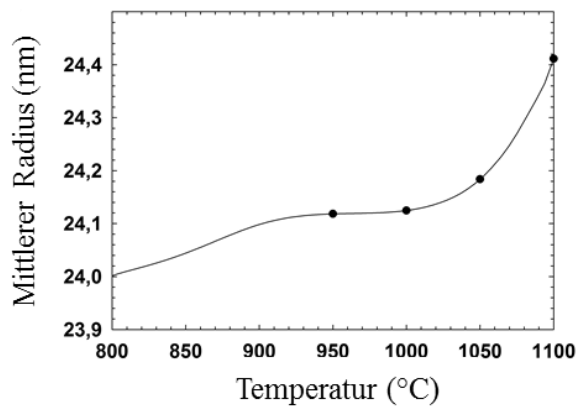
Die nächsten Ergebnisse stellen die Entwicklung der einzelnen Populationen während der Wiedererwärmung vor dem SRW mit einer Erwärmungsrate von $0,1^\circ\text{C/s}$ auf eine Walztemperatur von $950\text{-}1100^\circ\text{C}$ dar. Die sekundären TiN-Ausscheidungen (TiN_2) wachsen und schrumpfen nicht bei diesen Bedingungen. Eine deutliche Änderung der Austenitisierungstemperatur auf 1100°C führt bei diesen Ausscheidungen mit einem mittleren Radius von 24 nm zu einem unbedeutenden Wachstum um ca. $0,3\text{ nm}$, was aufgrund einer konstanten Partikelanzahl auch eine geringe Erhöhung des Phasenanteils bewirkt (Bild 6-22).



a)



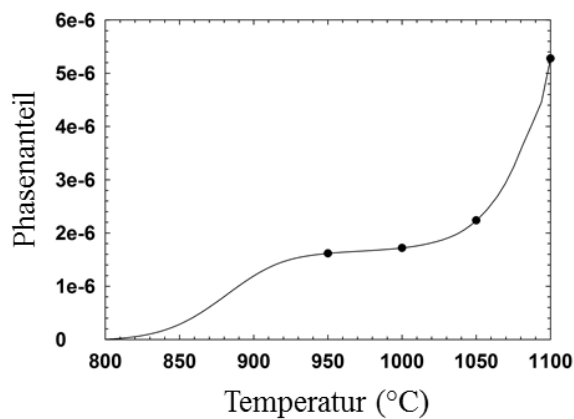
b)



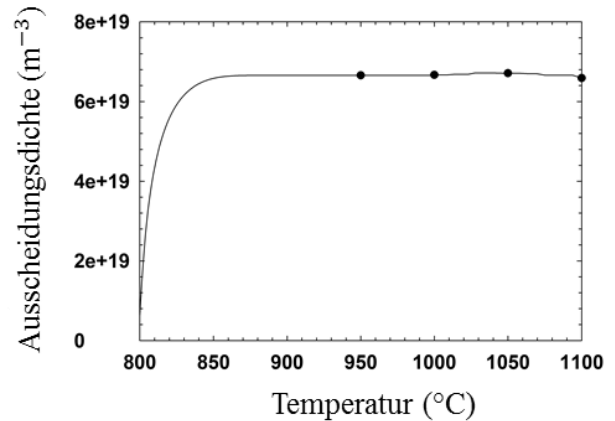
c)

Bild 6-22: Entwicklung der Ausscheidungsparameter der sekundären TiN_2 Ausscheidungen während der Wiedererwärmung ($0,1^\circ\text{C/s}$) auf $950\text{-}1100^\circ\text{C}$: (a) Phasenanteil, (b) Ausscheidungsichte und (c) mittlerer Radius.

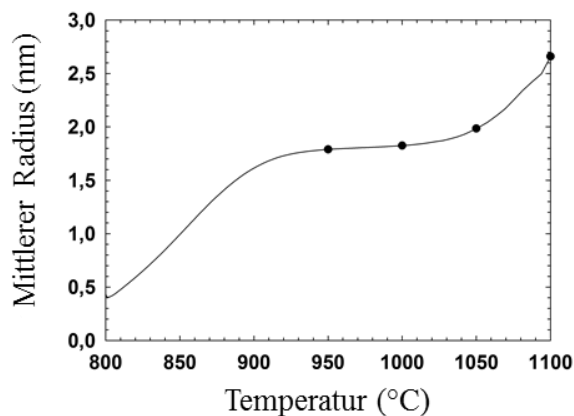
Bei den verformungsinduzierten TiN-Ausscheidungen (TiN₃) bleibt die Ausscheidungsichte konstant (Bild 6-23b). Die Änderung des mittleren Radius (Bild 6-23c) spiegelt sich im Verlauf des Phasenanteils wieder (Bild 6-23a). Der Radius der Ausscheidungen bleibt im Temperaturbereich von 920-1030°C konstant und liegt bei 1,9 nm.



a)



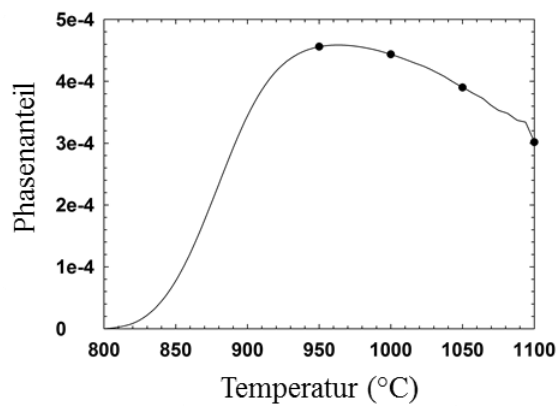
b)



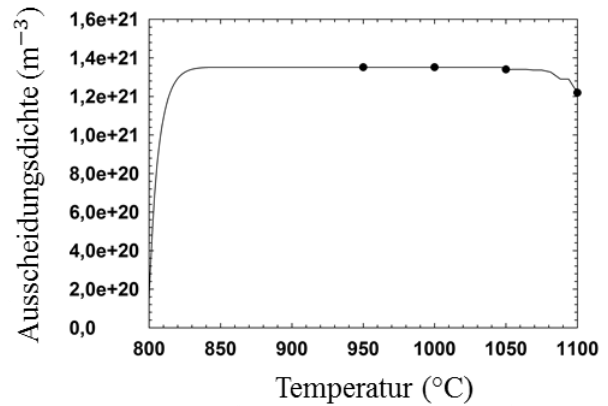
c)

Bild 6-23: Entwicklung der Ausscheidungsparameter der verformungsinduzierten TiN₃ Ausscheidungen während der Wiedererwärmung (0,1°C/s) auf 950-1100°C: (a) Phasenanteil, (b) Ausscheidungsichte und (c) mittlerer Radius.

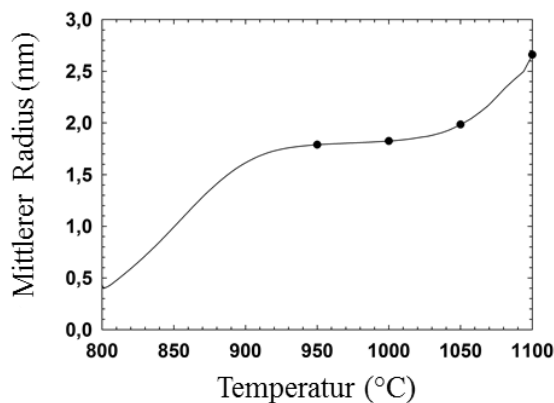
Die verformungsinduzierten NbC-Ausscheidungen sind zahlreicher (etwa um eine Größenordnung) und größer (ca. 4 nm) als die verformungsinduzierten TiN-Ausscheidungen (Bild 6-24). Allerdings nimmt ihr Phasenanteil mit zunehmender Endtemperatur der Erwärmung (Bild 6-24a) ab. Dies ist auf die Erhöhung der Löslichkeit der Phase bei erhöhten Temperaturen zurückzuführen. Die leicht abnehmende Ausscheidungsichte und die Abnahme des mittleren Radius bestätigen die Auflösung dieser Ausscheidungen mit steigender Temperatur.



a)



b)



c)

Bild 6-24: Entwicklung der Ausscheidungsparameter der verformungsinduzierten NbC Ausscheidungen während der Wiedererwärmung (0,1°C/s) auf 950-1100°C: (a) Phasenanteil, (b) Ausscheidungsichte und (c) mittlerer Radius.

Die Änderung der Ausscheidungsparameter wie Ausscheidungsichte und mittlerer Radius der Ausscheidungen kann nur bei der Wiedererwärmung im Nachwärmofen (NWO) beobachtet werden. In Bezug auf die Diffusionsvorgänge der gelösten Elemente und die Walzzeit im SRW werden die Parameter nahezu nicht durch die nachträgliche Verformung beeinflusst. Die durchgeführte Simulation der Keimbildung neuer verformungsinduzierter Ausscheidungen während der Verformung im SRW hat keine signifikanten Änderungen im Vergleich mit einem Endpunkt bei der Wiedererwärmung gezeigt.

Der hemmende Druck für das Austenit-Kornwachstum ist vom Verhältnis des Phasenanteils zum Ausscheidungsradius abhängig (Gleichung 3-26). Da die Ausscheidungen in der Simulation in Größenklassen getrennt wurden, wurden diese Verhältnisse für jede einzelne Klasse berechnet und dann aufsummiert. Die Ergebnisse sind für die sekundären TiN und die spannungsinduzierten Ausscheidungen beim Wiedererwärmen im NWO von 800°C mit der Rate von 0,1°C/s im Bild 6-25 dargestellt. Die maximale Wirkung zeigen die verformungsinduzierten NbC. Die sekundären TiN bringen mehr Wirkung als verformungsinduzierte, obwohl sie einen größeren mittleren Radius haben. Die hemmende Wirkung jeder Population bleibt im Temperaturbereich von 900-1050°C konstant.

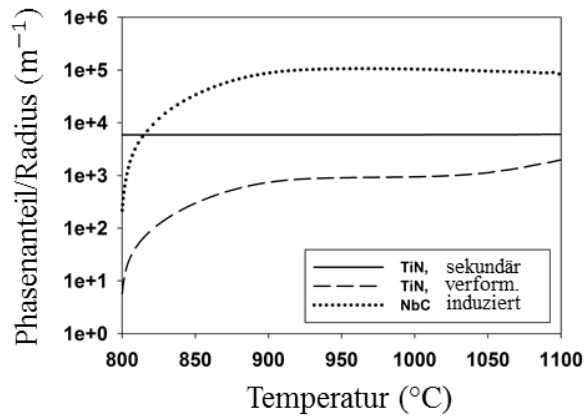


Bild 6-25: Vergleich des Phasenanteil/Radius-Verhältnisses für verschiedene Ausscheidungspopulationen im System während der Wiedererwärmung im NWO mit einer Rate von $0,1^{\circ}\text{C/s}$ bis auf 1100°C .

6.2.3 Rekristallisation

Die Ausscheidungshärtung (σ_{prec}) wurde mit den Daten aus den MatCalc Simulationen (Kapitel 6.2.2) und Gleichung 3-25 berechnet. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 6-6 für die Temperaturen zwischen 950°C und 1100°C dargestellt.

Tabelle 6-6: Abschätzung der Ausscheidungshärtung für verschiedene Ausscheidungspopulationen.

TiN (sekundär)				TiN (verformungs-induziert)				NbC (verformungs-induziert)			
T (°C)	f_V (10^{-4})	r (nm)	σ_{prec} (MPa)	T (°C)	f_V (10^{-6})	r (nm)	σ_{prec} (MPa)	T (°C)	f_V (10^{-4})	r (nm)	σ_{prec} (MPa)
950	1,37	24,10	7,54	950	1,62	1,80	5,56	950	4,56	4,30	51,83
1000	1,37	24,10	7,54	1000	1,72	1,80	5,73	1000	4,43	4,30	51,09
1050	1,38	24,20	7,54	1050	2,23	2,00	6,11	1050	3,90	4,10	49,60
1100	1,42	24,40	7,60	1100	5,27	2,70	7,71	1100	3,02	3,80	46,06

Die erforderliche kritische Versetzungsdichte ρ_c für die Berechnung der treibenden Kraft gemäß Gleichung 3-23 wurde aus den experimentellen Daten (Bild 6-4) und mittels Gleichung 3-24 ermittelt. Die resultierende Ausscheidungshärtung wurde dabei als Summe der Beiträge von jeder Population (Tabelle 6-6) betrachtet. Die Ergebnisse der ermittelten Ausscheidungshärtungen und den daraus resultierenden Versetzungsdichten sind in der Tabelle 6-7 dargestellt:

Tabelle 6-7: Berechnete globale Ausscheidungshärtung und resultierende kritische Versetzungsdichte.

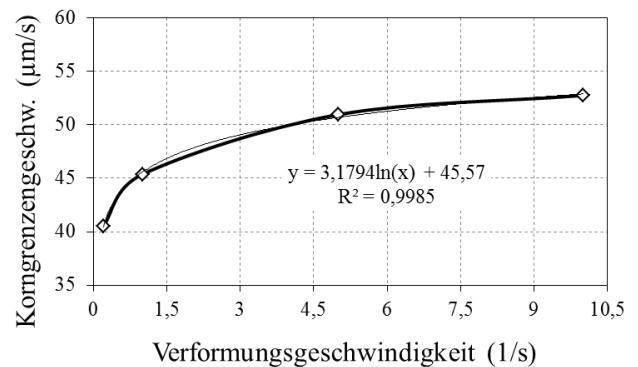
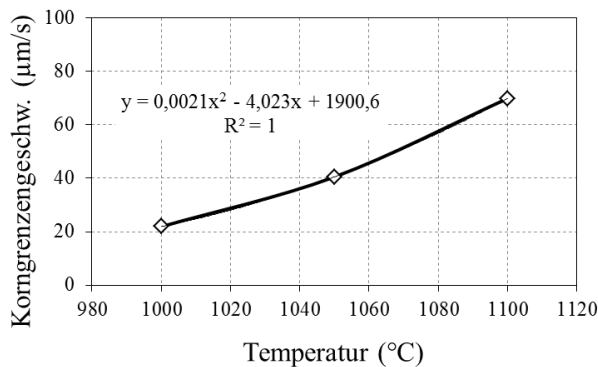
T (°C)	σ_{prec} (MPa)	$\dot{\phi}$ (s^{-1})	σ_c (MPa)	ρ_c (m^{-2})	T (°C)	$\dot{\phi}$ (s^{-1})	σ_c (MPa)	ρ_c (m^{-2})
1000	64,4	0,2	120,8	$3,0 \cdot 10^{13}$	1050	0,2	103,4	$1,5 \cdot 10^{13}$
1050	63,2	0,2	103,4	$1,5 \cdot 10^{12}$	1050	1	130,0	$4,2 \cdot 10^{13}$
1100	61,4	0,2	86,6	$6,0 \cdot 10^{12}$	1050	5	151,2	$7,3 \cdot 10^{13}$
					1050	10	157,0	$8,3 \cdot 10^{13}$

Aufgrund der normalen Wechselwirkungen zwischen den Zellen wird eine einzelne Zelle nicht als ein Korn betrachtet sondern als ein Keim. Als stabiles kleines Korn wird eine Anordnung mit

vier Zellen angesehen. Die berechnete Korngrenzengeschwindigkeit v und der mathematische Zusammenhang zwischen den berechneten Werten sind in der Tabelle 6-8 und im Bild 6-26 zusammengefasst.

Tabelle 6-8: Die berechnete Korngrenzengeschwindigkeit v_b ($\mu\text{m/s}$).

$\dot{\varphi}$ (s^{-1})	0,2			T ($^{\circ}\text{C}$)	1050			
T ($^{\circ}\text{C}$)	1000	1050	1100	$\dot{\varphi}$ (s^{-1})	0,2	1	5	10
v ($\mu\text{m/s}$)	21,9	40,5	69,9	v ($\mu\text{m/s}$)	40,5	45,4	51,0	52,8



a)

b)

Bild 6-26: Mathematischer Zusammenhang zwischen den berechneten Werten aus Tabelle 6-8 für variable: (a) Temperaturen und (b) Verformungsgeschwindigkeiten.

Die relative Änderung der Korngrenzengeschwindigkeit bei der mittleren Temperatur 1050°C (Bild 6-26b) wurde weiters für die restlichen Temperaturen 1000°C und 1100°C übernommen. Die resultierende Korngrenzengeschwindigkeit im untersuchten Bereich kann dann wie folgt berechnet werden:

$$v = (0,0021 T^2 - 4,023 T + 1900,6) \left(\frac{3,1794 \ln(\dot{\varphi}) + 45,57}{40,5} \right) \quad \text{Gleichung 6-3}$$

Die berechnete Korngrenzengeschwindigkeit und die experimentellen Daten (Bild 6-4) wurden für die Bestimmung der Keimbildungsrate nach Gleichung 3-28 verwendet. Die Berechnung wurde für den rekristallisierten Anteil von 50 % durchgeführt. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 6-9 zusammengefasst.

Tabelle 6-9: Die berechnete Keimbildungsrate \dot{n} .

T ($^{\circ}\text{C}$)	φ_c	φ_s	$\dot{\varphi}$ (s^{-1})	t_{rex} (s)	v (m/s)	\dot{n} ($\text{s}^{-1}\text{m}^{-2}$)	C
1000	0,178	0,727	0,2	2,74	$2,19 \cdot 10^{-5}$	$5,35 \cdot 10^8$	$1,26 \cdot 10^{20}$
1050	0,179	0,734	0,2	2,77	$4,05 \cdot 10^{-5}$	$1,55 \cdot 10^8$	$1,41 \cdot 10^{19}$
1100	0,181	0,737	0,2	2,78	$6,99 \cdot 10^{-5}$	$5,04 \cdot 10^8$	$1,99 \cdot 10^{18}$

Hier sind φ_s der Beginn des stationären Verformungsbereichs und t_{rex} die Dauer der einzelnen Rekristallisationsvorgänge im Bereich zwischen φ_c und φ_s (Bild 6-4). C ist konstant für eine konstante Temperatur und enthält Informationen über den Zustand der Verformung und der vorhandenen Ausscheidungen bei einer gegebenen Temperatur im thermomechanischen Verfahren. Der Zusammenhang zwischen der Konstante C, dem kritischen Verformungsgrad φ_c und der Verformungstemperatur wird gegeben als:

$$\ln(C) = \varphi_c(-0,234 T + 489)$$

Gleichung 6-4

In der Gleichung 3-27 führt eine Erhöhung der Temperatur zu einer Erhöhung der Keimbildungsrate. Die stark temperaturabhängige Mobilität verursacht jedoch eine exponentielle Zunahme der Korngrenzengeschwindigkeit der rekristallisierten Körner und verringert dadurch die Keimbildungsrate, was mit experimentellen Daten validiert wurde.

6.2.4 Rekristallisation mit ZA

Die Ergebnisse der ZA Simulationen wurden mit dem experimentell korrigierten analytischen Modell validiert. Die Validierung erfolgte in zwei Schritten: zuerst eine Korrelation für die Ermittlung der Wahrscheinlichkeitswerte des Kornwachstums und dann der Keimbildung.

Kornwachstum der rekristallisierenden Körner

Zur Bestimmung der Wachstumsgeschwindigkeit wurden in die Simulation geringere Wahrscheinlichkeiten für die Keimbildung eingegeben. Dies ermöglicht ein unabhängiges Kornwachstum, bei welchem die Körner nicht aneinander anstoßen und dementsprechend sich nicht gegenseitig beeinflussen. Die Simulationsergebnisse für verschiedene Wahrscheinlichkeitswerte für das Wachstum der rekristallisierenden Körner und ähnliche Korngrößen (nach unterschiedlicher Schrittzahl) sind im Bild 6-27 dargestellt.

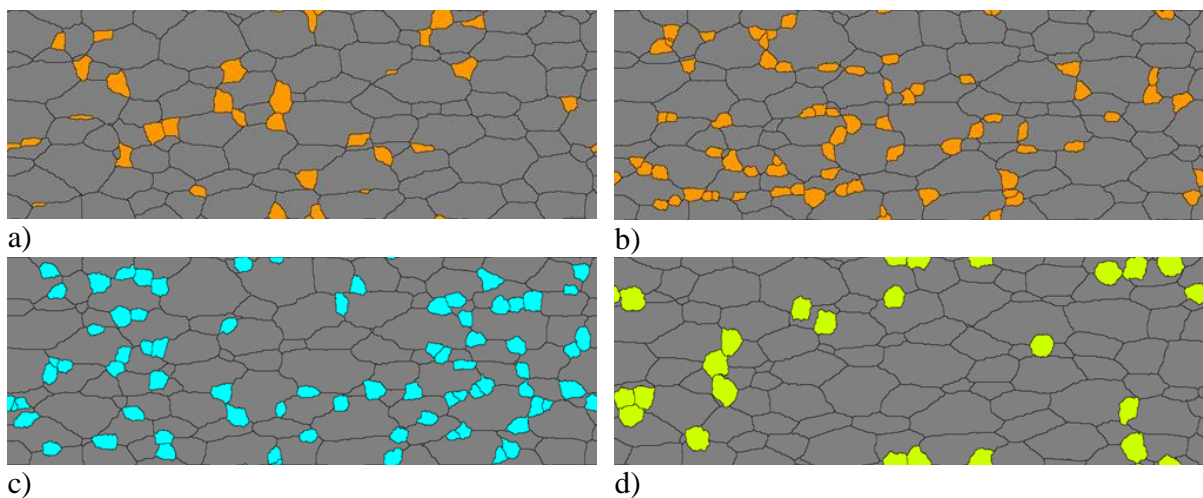
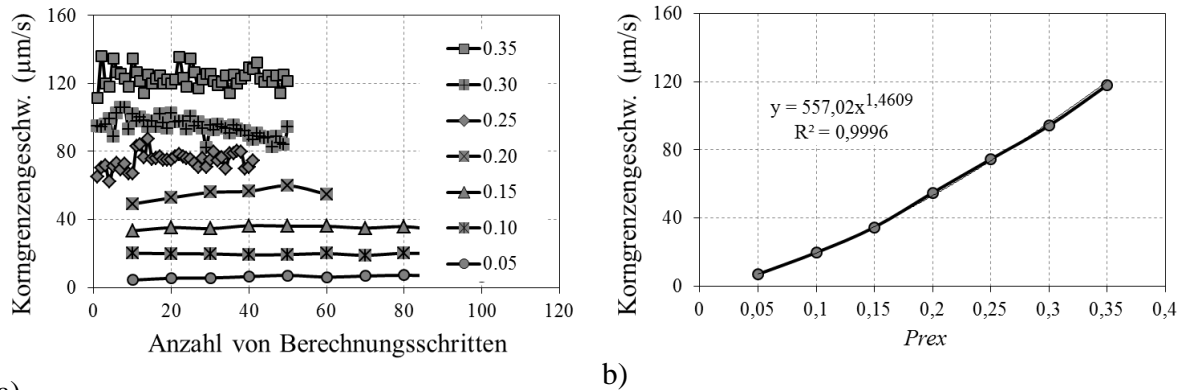


Bild 6-27: Mikrostrukturentwicklung mit unterschiedlichen Werten für die Wahrscheinlichkeit des Wachstums der rekristallisierenden Körner: (a) 0,05 (nach 600 Schritten), (b) 0,15 (nach 140 Schritten), (c) 0,25 (nach 100 Schritten) und (d) 0,35 (nach 55 Schritten).

Die Anzahl der erzeugten Keime ist größer als die Anzahl der danach stabil wachsenden Körner. Diese Abnahme kann innerhalb der wenigen Berechnungsschritte bei bis zu 30 % liegen. Dann wachsen die Körner mit einer relativ konstanten Geschwindigkeit bis sie aneinander treffen (anstoßen). Ab diesem Punkt verringert sich die Wachstumsgeschwindigkeit. Die stabilen linearen Bereiche für verschiedene Wahrscheinlichkeitswerte des Wachstums rekristallisierender Körner sind im Bild 6-28a dargestellt. Der Zusammenhang zwischen der mittleren Korngrenzengeschwindigkeit und den verwendeten Wahrscheinlichkeitswerten ist im Bild 6-28b gezeigt. Die dargestellte Funktion hat ein sehr hohes Bestimmtheitsmaß. Die Entwicklung der Geschwindig-

keit bei den geringeren Wahrscheinlichkeitswerten 0,20, 0,15 und 0,10 ist als Mittelwert von zehn Schritten gegeben. Bei den Werten 0,10 und 0,05 ist die Geschwindigkeit über 100 Berechnungsschritte konstant. Die Berechnung mit dem niedrigsten Wert von 0,01 zeigte instabile Werte und große Schwankungen zwischen -1,5 und 4 $\mu\text{m/s}$.



a) **Bild 6-28: (a) Linearer Bereich der Korngrenzengeschwindigkeit und (b) der Zusammenhang mit den verwendeten Wahrscheinlichkeitswerten für das Wachstum rekristallisierender Körner.**

P_{rex} als Funktion der Verformungsgeschwindigkeit und der Temperatur ergibt sich aus dem Zusammenhang zwischen der Funktion im Bild 6-28b und der Gleichung 6-3.

Keimbildung während der DRX

Für die dargestellten Werte von P_{rex} im Bild 6-28b wurde P_n im Bereich von 0,0001 bis 0,05 variiert. Die einzelnen Simulationsergebnisse mit unterschiedlicher P_n und $P_{rex} = 0,35$ sind im Bild 6-29 zu sehen.

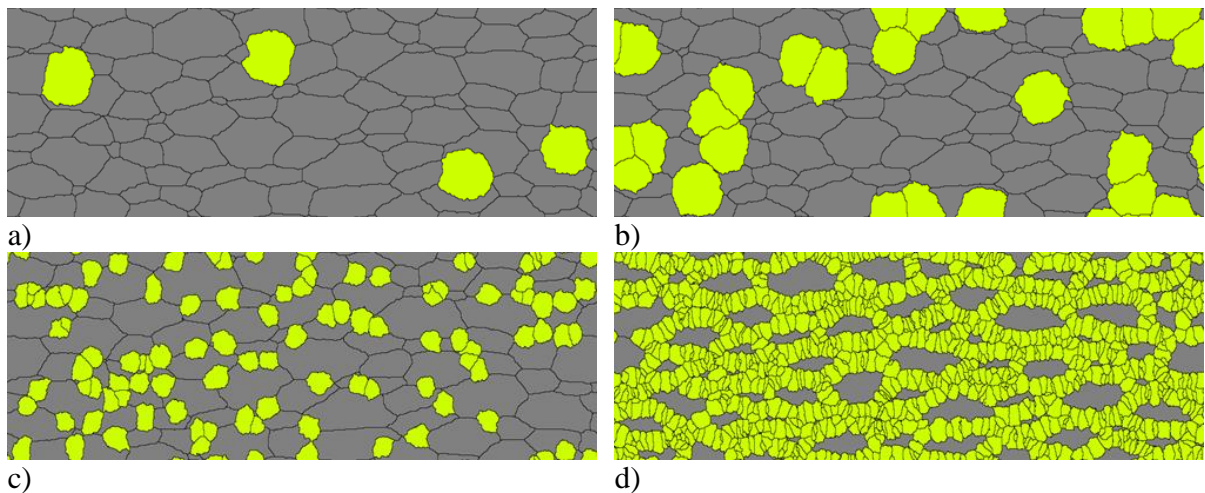


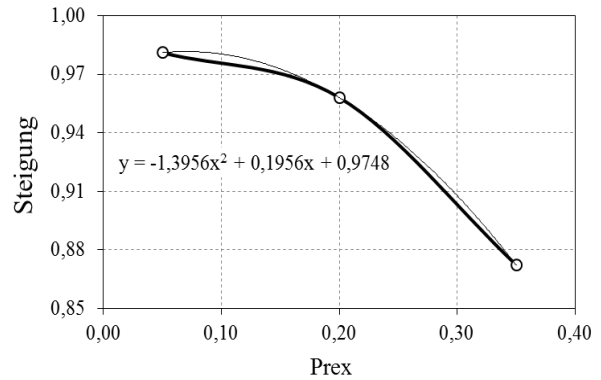
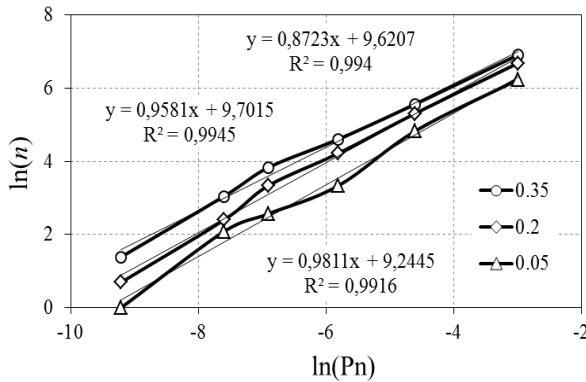
Bild 6-29: Mikrostrukturentwicklung für eine konstante $P_{rex} = 0,35$ mit unterschiedlichen Wahrscheinlichkeiten für die Keimbildung: (a) 0,0001 (nach 100 Schritten), (b) 0,0005 (nach 100 Schritten), (c) 0,003 (nach 50 Schritten) und (d) 0,05 (nach 50 Schritten).

Die Anzahl der gebildeten Keime n im Bild 6-29 unterscheidet sich von der Anzahl der Körner nach der Beendigung eines DRX-Zyklus aufgrund ihrer gegenseitigen Auslöschung. Während der Berechnung wurde festgestellt, dass die Auslöschungsrate mit den Wahrscheinlichkeitswerten für die Keimbildung und dem Wachstum der rekristallisierten Körner verbunden ist. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 6-10 zusammengefasst und die entsprechenden Funktionen sind im Bild 6-30a

dargestellt. Zur Vereinfachung werden die Ergebnisse aus dem Bild 6-30a als lineare Funktionen betrachtet. Der Zusammenhang zwischen den Steigungswerten bei variierten P_{rex} ist im Bild 6-30b dargestellt, wobei für den Achsenabschnitt als Mittelwert 9,52 übernommen werden kann.

Tabelle 6-10: Die Anzahl der stabilen Keime n für verschiedene Wahrscheinlichkeitswerte P_n und P_{rex} :

P_n	0,0001	0,0005	0,001	0,003	0,01	0,05
$n (P_{rex} = 0,35)$	4	21	46	100	261	1000
$n (P_{rex} = 0,20)$	2	11	28	68	202	800
$n (P_{rex} = 0,05)$	1	8	13	28	125	510



a)

b)

Bild 6-30: (a) Zusammenhang zwischen P_n und der Anzahl der stabilen Keime n für verschiedene Werte von P_{rex} und (b) Entwicklung der Steigung im untersuchten P_{rex} -Bereich.

P_n als Funktion der Keimanzahl n und verschiedenen P_{rex} -Werten wird dann wie folgt berechnet:

$$\ln(P_n) = \frac{\ln(n) - 9,52}{-1,3956 P_{rex}^2 + 0,1956 P_{rex} + 0,9748} \quad \text{Gleichung 6-5}$$

Schließlich wurde die Keimanzahl für die in der Tabelle 6-9 ermittelten Keimbildungsraten und die in der ZA-Simulation betrachtete Bild-Fläche S mit der Gleichung 6-6 berechnet:

$$n = \dot{n} S \Delta t = \dot{n} \frac{\pi d_m^2}{4} \frac{\varphi_c}{\dot{\varphi}} \quad \text{Gleichung 6-6}$$

Die Anzahl der in der Simulation verwendeten Körner lag immer bei 97. Die betrachtete Mikrostrukturfläche S ergab sich aus der Anzahl der Körner und der mit JMatPro abgeschätzten mittleren Korngröße d_m für bekannte Austenitisierungsbedingungen. Die berechnete Keimanzahl n wurde auf ganze Zahlen gerundet und ist in der Tabelle 6-11 zu finden.

Tabelle 6-11: Die berechnete Keimanzahl für verschiedene Austenitisierungsbedingungen.

T (°C)	Körner ZA	d_m (µm)	$S(m^2)$	\dot{n} (s ⁻¹ m ⁻²)	n
1000	97	57,6	$2,526 \cdot 10^{-7}$	$5,35 \cdot 10^8$	135
1050	97	88,9	$6,018 \cdot 10^{-7}$	$1,55 \cdot 10^8$	91
1100	97	134,7	$1,382 \cdot 10^{-6}$	$5,04 \cdot 10^7$	70

Alle relevanten Gleichungen für die Bewertung der Wahrscheinlichkeit der Keimbildung P_n sind für einen besseren Überblick in der Tabelle 6-12 aufgelistet.

Tabelle 6-12: Die relevanten Gleichungen für die Berechnung der Wahrscheinlichkeit der Keimbildung P_n

Gleichungen	Kurze Beschreibung
$d_0 = (0.000438 T_a^2 - 0.765 T_a + 338) \ln(t_a)$ $-(0.000833 T_a^2 - 1.458 T_a + 638.7)$	Entwicklung der Korngröße während der Wärmebehandlung
$Z = \dot{\varphi} \exp(Q/RT)$ $\varphi_p = 0.16 d_0^{0.42} Z^{0.16}$ $\varphi_c = 0.8 \varphi_p$	umformtechnische Parameter
$\dot{n}(\dot{\varphi}, T) = C \dot{\varphi}^m \exp(-Q_n/RT)$ $\ln(C) = \varphi_c(-0.234 T + 489)$ $n = \dot{n} S dt = \dot{n} \frac{\pi d_0^2}{4} \frac{\varphi_c}{\dot{\varphi}}$ $\ln(P_n) = \frac{\ln(n) - 9.52}{-1.3956 P_{rex}^2 + 0.1956 P_{rex} + 0.9748}$	resultierende Gleichungen für die Berechnung der Wahrscheinlichkeit der Keimbildung P_n

7 Diskussion

7.1 Experimente

7.1.1 Lichtmikroskopie

Die untersuchten Stähle haben bei verschiedenen Abkühlbedingungen ein ferritisch-perlitisches, ferritisch-bainitisches oder martensitisches Gefüge. Mit der verwendeten und im Kapitel 4.3.3 beschriebenen Präparationsmethode wurden die ferritischen und perlitischen Bereiche deutlich kontrastiert. Weniger scharfe Bilder wurden im ferritisch-bainitischen Gefüge erreicht.

In einer weiteren Ätzerie wurde die von Miyama [150] beschriebene elektrolytische Präparation verwendet, bei der sich die Korn- und Phasengrenzen kaum mehr entwickeln, jedoch sollten die Zementitausscheidungen ausreichend gut kontrastiert werden. An den untersuchten Werkstoffen wurde die erforderliche Kontrastierung jedoch nicht erreicht. Dass die metallkundliche Charakterisierung der unterschiedlichen Bainitstufen in modernen Mehrphasenstählen schwierig ist, liegt daran, dass die Bainitprägung nicht immer dem klassischen Bild des oberen und unteren Bainit entspricht. Man beschreibt die weiteren möglichen Ausprägungen von Bainit:

- ✓ Granularer Bainit – auch karbidfreier Bainit genannt, ist irregularer Ferrit mit Martensit/Restaustenit
- ✓ Oberer Bainit – Ausscheidungen an den Ferritlatten
- ✓ Degenerierter oberer Bainit – die Ausscheidungen an den Latten sind Martensit/ Restaustenit
- ✓ Unterer lattiger Bainit – Zementit in und an den Ferritlatten (eher in niedrigkohligen Stählen)
- ✓ Unterer plattiger Bainit - Zementit in und an den Ferritlatten (bei höheren Kohlenstoffgehalten)

7.1.2 REM

Die einzelnen REM-Aufnahmen haben die Ermittlung grober MnS (bis 2,5 μm) mit eingemischtem Al_xO_y ermöglicht. Die weiteren Flächenanalysen zeigten weitere Verbindungen mit Mo. VN Teilchen wurden nicht detektiert. Die Kombination von LiMi mit REM-EDX-Mapping ermöglicht eine vollständige Charakterisierung von groben Ausscheidungen und Oxiden.

7.1.3 TEM

Die TEM-Analyse zeigt, dass eine Erhöhung des Verformungsgrades zu einer Vergrößerung der Niob-Ausscheidungen führt und ihre Anzahl reduziert. Eine schnellere Kühlung verringert die Vergrößerung sowie die Anzahl der gebildeten Ausscheidungen. Als Ergebnis sind die Ausscheidungen im Durchschnitt kleiner.

7.1.4 Phasenumwandlung

Wirkung der chemischen Zusammensetzung

Die untersuchte Stahlgruppe enthält sowohl Ferrit-stabilisierende Legierungselemente (Si und Al), als auch Austenit-stabilisierende Elemente (Mn und Mo). Letztere beeinflussen den Verlauf der Umwandlungskurven in einem ZTU-Diagramm, indem sie die Perlit- und Bainitkurve nach rechts verschieben. Si ist ein Ferrit-Bildungselement und bei der Bildung des polygonalen Ferrits wird die Kohlenstoffdiffusion in den Austenit erhöht. Mn ist ein Austenit-Stabilisator im Stahl und beeinflusst damit seine Zersetzungsgeschwindigkeit. Der Zusatz von Mn vermindert auch die Aktivität von C im Austenit und damit wird die Bildung von Nichtgleichgewichtsphasen begünstigt.

tigt. Das Vorhandensein einer bestimmten Menge an granularem Bainit ist verbunden mit der Menge an gelöstem Mn [151].

Die C Diffusionszeit für die dynamische Bildung von Zementit liegt im Bereich von ungefähr 25 bis 100 μs . Bei niedrigeren Temperaturen benötigt Kohlenstoff für einen Diffusionsweg von $\approx 100\text{ nm}$ im Ferrit $\approx 100\ \mu\text{s}$. Dies ist die ungefähre Zeit für das Heraus- und Hineindiffundieren des Kohlenstoffs aus dem Ferrit in den Austenit während dessen Bildung [152]. Die Änderung der Gibbs-Energie im Gleichgewichtszustand ist mit der γ/α -Umwandlung verbunden und ist im Allgemeinen von der chemischen Zusammensetzung abhängig. Sie kann beschrieben werden als:

$$\Delta G = \Delta G_{\text{Chemisch}}^{\gamma \rightarrow \alpha} \quad \text{Gleichung 7-1}$$

wobei $G_{\text{Chemical}}^{\gamma \rightarrow \alpha}$ die chemische treibende Kraft für die Umwandlung ist. Die Senkung der Phasenumwandlungstemperatur bei einer Erhöhung der Kühlrate ist durch kürzere Zeiten für die Kohlenstoff-Diffusion im Austenit zu erklären, siehe Bild 6-1a (Kurve ohne Umformung).

Wirkung der Mikrolegierungen

Die Mikrolegierungselemente haben einen Einfluss auf die chemische Triebkraft der Phasenumwandlung, Ausscheidungen und Entfestigung bei der Warmumformung. Die feinen Ausscheidungen der Mikrolegierungselemente Ti, Nb und V in C-Mn-Stählen verzögern die Rekristallisationsvorgänge im Austenit, was wiederum die Akkumulation der Verformung für die dynamisch induzierte Ferrit-Umwandlung (DIFT) ermöglicht [153]. Das im Austenit gelöste Nb kann sich an den Korngrenzen abscheiden. Dadurch wird stark die Korngrenzenenergie und als Folge die γ - α Keimbildungsrate verringert [154]. Die Verschiebung der Austenit/Ferrit-Umwandlungskurve zu kürzeren Zeiten und höheren Temperaturen, siehe Bild 6-1 (Kurven mit Verformung) und die Abwesenheit von ausgeprägter dynamischer Rekristallisation während der Verformung, präsentieren den vorherrschenden Einfluss der vorhandenen feinen Ausscheidungen. Diese Effekte können durch eine schnelle Abkühlung verstärkt werden, welche mit einer Stabilisierung der feinen Ausscheidungen verbunden ist (Tabelle 6-4).

Wirkung der Verformung

Plastische Verformung erhöht die Versetzungsdichte, insbesondere an den Korngrenzen [155]. Eine Korngrenze stellt ein Hindernis für die Bewegung dar, wodurch sich Versetzungen anhäufen, welche letztlich als Keimbildungsort für die Ferritumwandlung dienen. Verformung erhöht somit die Keimstellendichte für die Ferritbildung [156]. Eine höhere Versetzungsdichte beschleunigt die Diffusionsvorgänge und führt zu einer Verschiebung der Austenit/Ferrit-Umwandlung zu kürzeren Zeiten und dementsprechend zu höheren Temperaturen. Die Streckgrenze ist proportional zur Quadratwurzel der Versetzungsdichte. Die höhere Fließspannung bei der dreistufigen Verformung kann mit einer geringeren Erholungsgeschwindigkeit (schrittweise Verformung bei konstanter Temperatur gegenüber kontinuierlicher Verformung während der Abkühlung) und damit mit einer höheren Versetzungsdichte verbunden werden. Es kann daraus geschlossen werden, dass die Verformung einen Beschleunigungseffekt auf die Austenit/Ferrit-Umwandlung hat. Der gleiche Effekt wurde auch bei der Umwandlung von anderen Phasen beschrieben [157], [158].

Wenn Austenit verformt wird, wird ein Teil der mechanischen Energie im Austenit gespeichert, wodurch die innere Energie und auch die Gibbs-Energie des Systems steigen. Unter solchen Bedingungen kann die Gleichung 7-1 umgeschrieben werden als:

$$\Delta G = \Delta G_{\text{Chemisch}}^{\gamma \rightarrow \alpha} - \Delta G_{V(\text{in } \gamma)} \quad \text{Gleichung 7-2}$$

wobei hier $\Delta G_{V(\text{in } \gamma)}$ die gespeicherte Verformungsenergie [159] ist. Diese überschüssige, gespeicherte Energie ist verantwortlich für die Lage der γ/α -Umwandlung bei Temperaturen oberhalb von A_{e3} . Diese Energie umfasst drei verschiedene Komponenten, nämlich die Versetzungsenergie, die Korngrenzenenergie und die Leerstellenbildungsenergie und kann angegeben werden als:

$$\Delta G_{V(\text{in } \gamma)} = \Delta G_{\text{Versetzungen}} + \Delta G_{\text{Korngrenzen}} + \Delta G_{\text{Leerstellen}} \quad \text{Gleichung 7-3}$$

Die Erhöhungen der Korngrenzen- und der Leerstellenenergie sind viel kleiner als die Erhöhung der Versetzungsenergie. Als Ergebnis können sie in der Regel generell vernachlässigt werden [152]. Die maximale Verschiebung der hier beobachteten Phasenumwandlungen zeigt sich bei der höchsten Abkühlrate von 60°C/s und beträgt 100°C. Dies ist vergleichbar mit den berechneten Daten anderer Forscher [160], [66]. Zusätzlich zur Erhöhung der Versetzungsdichte beim Verformen können Scherbänder gebildet werden, die als weitere Stellen für die Bildung von Ferrit dienen.

7.2 Simulation

7.2.1 Numerische Simulation der Ausscheidungskinetik

Die mit MatCalc durchgeführten numerischen Simulationen zeigen, dass die Verformung in der Stoßbank nur Einfluss auf die an dieser Stelle gebildeten Ausscheidungen hat. Die Simulationsergebnisse der Versetzungsdichteentwicklung geben Hinweise auf den wirkenden Mechanismus, der die Phasenumwandlungsprozesse bestimmt. Eine Erhöhung der Verformungsgeschwindigkeit und des Verformungsgrades führt zu einer höheren Versetzungsdichte. Eine niedrigere Kühlrate begünstigt die Annihilation der Versetzungen durch das Klettern, welches ein thermisch aktivierter Prozess ist. Die erhöhte Menge an Versetzungen im System beeinflusst die Ausscheidungskinetik in zweierlei Hinsicht. Erstens ist die Anzahl der möglichen Keimbildungsstellen höher und daher wird eine größere Anzahl von sich an den Versetzungen bildenden Ausscheidungen erwartet. Ein zweiter Effekt ist auf die Beschleunigung der Diffusion bezogen, da die atomare Mobilität entlang der Versetzungskerne höher als im Gitter des Materials ist (Pipe-Diffusion). Dies führt auch zum schnelleren Ausscheidungswachstum. Dieser zweite Faktor ist in den Simulationen deutlich beobachtbar: Der mittlere Radius der beiden TiN- und NbC-Ausscheidungen steigt mit höheren Versetzungsdichten in allen untersuchten Fällen. Die Anzahl der Ausscheidungen pro Volumseinheit (N_V) von TiN und NbC zeigt nicht solch einen gleichbleibenden Trend. Stattdessen wird eine maximale N_V bei einem bestimmten Wert der in dem System vorhandenen Versetzungen beobachtet. Es liegt somit der Schluss nahe, dass es einen kritischen Wert der Versetzungsdichte gibt, bis zu welchem die Keimbildung neuer Ausscheidungen gefördert wird. Jenseits dieses Wertes wird eine kleinere Anzahl an Keimen weiter wachsen, sodass die Übersättigung weiter reduziert und eine künftige Keimbildung erschwert wird.

7.2.2 Modellierung der Phasenumwandlung

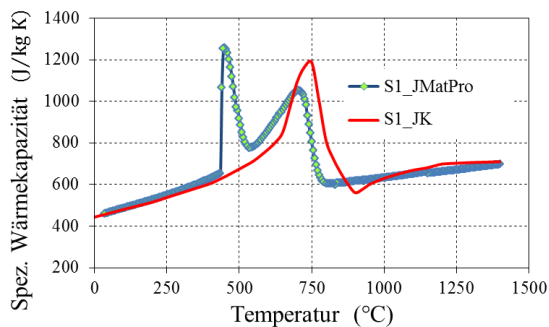
Umwandlungskurven / UZTU-Diagramm

Die Koeffizienten der chemischen Elemente in den Gleichung 3-35 und Gleichung 3-37 beschreiben die Wirkung von jedem Element im C-Mn-Stahl auf die Ferritstarttemperatur (F_s). Bezogen auf die logarithmische Zeitachse ist der Einfluss der Kühlung in der ersten Gleichung linear und in der zweiten nicht linear. In beiden Modellen verlangsamt eine größere Korngröße (z.B. als Ergebnis einer höheren Austenitisierungstemperatur) den Umwandlungsprozess. Im Bild 6-15a weist Modell 1 eine lineare Abhängigkeit auf. Mit steigender Kühlrate reduziert sich die F_s , wobei die Differenz 90°C zwischen den Kühlraten $0,1$ und 60°C/s beträgt. Modell 2 zeigt keinen ausgeprägten Einfluss der Austenitisierungstemperatur. Die Berechnung des ZTU-Diagramms mit 100°C Differenz zwischen den Austenitisierungstemperaturen 950 und 1050°C führt zu einer unbedeutenden Verschiebung der F_s von 2°C und der B_s von 3°C (Bild 6-16a). Dieses Modell zeigt jedoch eine bessere Übereinstimmung mit dem unverformten Umwandlungsverhalten (Bild 6-15a und Bild 6-15b).

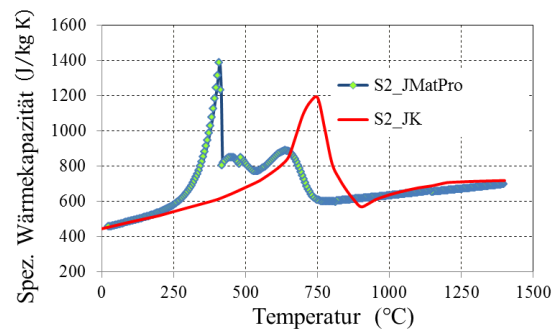
Die Ergebnisse der JMatPro Berechnungen sind ähnlich den erhaltenen Werten von Modell 2 (Bild 6-15). Die Ferritstarttemperatur für die beiden Austenitisierungstemperaturen 950 und 1050°C sinkt mit zunehmender Kühlrate. Die maximale Differenz beträgt 37°C (Bild 6-16b). Beim Perlit- und Bainit-Umwandlungsbereich ist eine ähnliche Verschiebung zu erkennen. Die JMatPro Berechnung liefert im Vergleich zum Modell 2 einen viel kleineren Perlit-Bereich, aber einen ähnlichen Wert für den Beginn der diffusionslosen martensitischen Umwandlung. Die Ergebnisse von Modell 1 liegen in allen Fällen oberhalb der gemessenen Werte und passen besser für die Beschreibung des Umwandlungsverhaltens nach der Deformation.

Thermomechanische Daten

JMatPro stellt als einfacher Kalkulator die Berechnung der thermomechanischen Eigenschaften von Stählen als Funktion der chemischen Zusammensetzung und der Austenitisierungsbedingungen zur Verfügung. Die berechnete Dichteverteilung ist gleich (S1) oder ähnlich (S2) zu den vorhandenen Werten aus dem Produktionsmodell. Der Verlauf der Wärmeleitfähigkeit ist bei beiden Werkstoffen gleich wie im JK-Modell, allerdings ist die mathematische Darstellung der Werte als Funktion im JK-Modell [41] einfacher. Bei den JMatPro-Werten für die spezifische Wärmekapazität sind deutliche Unterschiede im Temperaturbereich 300 - 550°C zu beobachten (Bild 7-1). Eine punktweise Darstellung zeigt, dass im scharfen Abfall nur ein Punkt dazwischen liegt. Nach dem Vergleich der Entwicklung der einzelnen Phasen mit dem Verlauf der spezifischen Wärmekapazität (Anhang, Bild 10-3) wurde festgestellt, dass dies eine rein mathematische Ursache aufgrund der Division durch Null (z. B. trigonometrische Funktion $\sin 0^\circ = 0$) hat.



a)



b)

Bild 7-1: Mit JMatPro berechnete spezifische Wärmekapazitäten für (a) S1 und (b) S2 im Vergleich mit dem Produktionsmodell.

7.2.3 Analytischer Ansatz zur Beschreibung der dynamischen Rekristallisation

Der entwickelte analytische Ansatz zur Beschreibung der dynamischen Rekristallisation beruht auf experimentell validierten Ergebnissen. Die ausgewählten Gleichungen zur Abschätzung der Ausscheidungshärtung waren die einzigen aus einer in der Literatur beschriebenen Reihe, welche mit den experimentell ermittelten Kurven korreliert werden konnten. Im Weiteren wird versucht die Maßnahmen zur Verbesserung der mechanischen Eigenschaften der untersuchten Stähle zu definieren:

Aus dem Bild 6-4 folgt, dass es im Temperaturbereich 950-1000°C zu dynamischer Rekristallisation kommt. Die Erhöhung der Austenitisierungstemperatur von 950 auf 1000°C nach der Abschätzung von JMatPro führt zu einer Kornvergrößerung von 37 auf 60 µm. Dies könnte in Bezug auf die vorhandenen Ausscheidungen und ihre hemmende Wirkung auf das Kornwachstum zu einer Korngröße von 50-55 µm in der Realität führen.

Aus der Tabelle 6-7 folgt, dass die Ausscheidungshärtung σ_{prec} fast bei der Hälfte (64 von 120 MPa) der kritischen Spannung σ_c liegt. Das bedeutet, dass die vorhandene Fließspannung im gleichen Maße von der Mikrolegierung und der Korngröße (Kornzustand) abhängig ist und die auftretende dynamische Rekristallisation nur die Erhöhung der restlichen 56 MPa beeinflussen kann. Eine grobe Abschätzung der Fließspannung $\sigma \approx 1/\sqrt{d_v}$ führt zu einer Erhöhung um ca. 40 % bei einer Abnahme der mittleren Korngröße von 56 auf 30 µm. Diese Erhöhung um 40 % kann auch bei Raumtemperatur beobachtet werden.

Es wird empfohlen, einen Produktionsversuch mit einer Austenitisierungstemperatur von ca. 1000°C im NWO und Verformungsgraden oberhalb von φ_c (ca. 0,18 für S1) in den ersten zwei bis drei Gerüsten durchzuführen, solange die Temperatur die kritischen 950°C nicht erreicht hat. Der experimentelle Nachweis wurde nicht durchgeführt, da aufgrund des aktuellen Stands der Technik und der Rohrgeometrie die entstehenden Kräfte am Beispiel von SRW an der produktionstechnischen Grenze liegen.

7.2.4 Modellierung der dynamischen Rekristallisation mit ZA

Das vorgeschlagene und entwickelte ZA-Modell stellt ein universales Werkzeug für die Modellierung der Mikrostrukturentwicklung unter Betrachtung verschiedener Phänomene dar, die auch eine andere Größenordnung im Vergleich zur Zellengröße aufweisen. Das Modell gilt als Basis für die Beschreibung solcher Prozesse wie Keimbildung (stabil und instabil), Rekristallisation (statisch und dynamisch), Kornwachstum und Kornvergrößerung. In Bezug auf den Warmwalzprozess, wo unter dem Einfluss der Reibung der Verformungsgrad im Walzspalt ungleichmäßig verteilt ist, sind ZA in der Lage diese Ungleichmäßigkeiten und die daraus resultierenden Wechselwirkungen am besten zu beschreiben. Die daraus resultierenden Ergebnisse bieten gleich wie bekannte empirische Modelle ein mittleres Ergebnis sowie auch eine lokale Auswertung an und stellen damit einen erweiterten Bereich für Diskussion und Weiterentwicklung zur Verfügung. Die aktuelle Berechnungszeit für ein 2D-Modell mit 97 Körnern ist abhängig von den eingegebenen Wahrscheinlichkeitswerten. Sie liegt im Minutenbereich und ist vergleichbar mit den 2D-Berechnungen in FEM-Paketen wie DEFORM und FORGE. Eine weitere Kopplung mit ähnlichen Modulen (wie z. B. Beschreibung der Phasenumwandlung) oder eine Ergänzung um andere Rekristallisationsprozesse (wie statische und metadynamische Rekristallisation) bringt die Berechnungszeit in den Stundenbereich, was beim aktuellen Stand der Server mit der Möglichkeit zur parallelen Rechnung keinen großen Aufwand darstellt.

8 Übertragung der erreichten Ergebnisse in das Produktionsmodell

Die in der Arbeit erreichten Ergebnisse wurden in das von Klarner [41] entwickelte Produktionsmodell integriert. Die Übertragung der Ergebnisse lief in mehreren Schritten ab. Die Modellergänzung beinhaltet die Modellansätze:

- ✓ experimentell ermittelte Koeffizienten für den Fließspannungsansatz
- ✓ experimentell ermittelte Gleichung für die Phasenumwandlung (Fs)
- ✓ Berechnung der Verformung für beliebige Winkel im Kaliber

und auch einige Änderungen in der Benutzer-Oberfläche. Es wurde eine Listenauswahl für folgende Parameter erstellt:

- ✓ Interne Marken
- ✓ Dornstangen
- ✓ Kaliberreihen

Fließspannung

Die Berechnung der Fließspannung gehört zu den grundlegenden Berechnungen in der Umformtechnik. Die erste Abschätzung wurde mit dem Hensel-Spittel-Ansatz für das Warmwalzen aus der Datenbank FEM-Paket FORGE 2010 für einen definierten Rahmen der chemischen Zusammensetzung durchgeführt.

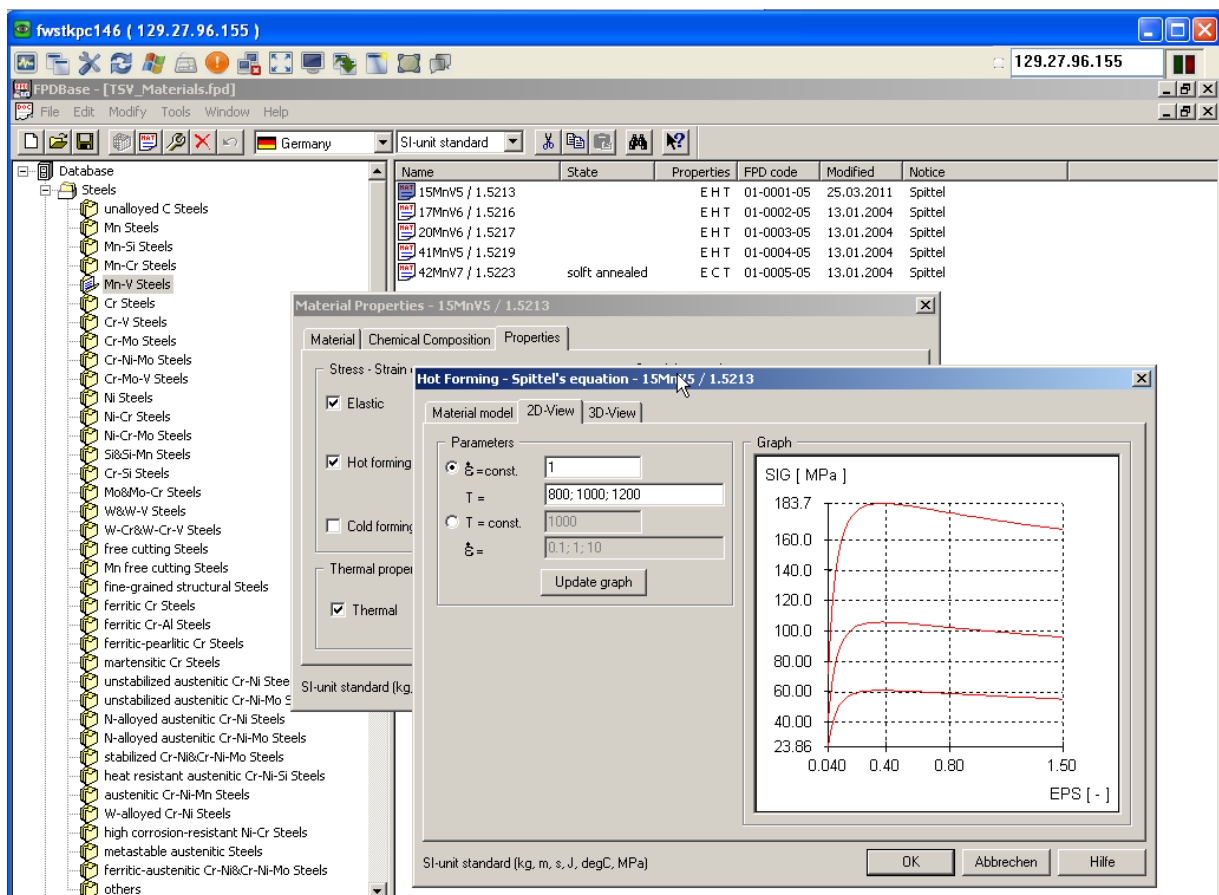


Bild 8-1: Hensel-Spittel-Ansatz für das Warmwalzen aus der Datenbank FORGE 2010.

Die vorhandenen Ansätze im Beispiel im Bild 8-1 haben zwei Kritikpunkte:

- ✓ Die Berechnung gilt für den Bereich 800-1200°C, was unter Berücksichtigung des ZTU-, bzw. UZTU-Diagramms nicht vollständig das Austenitgebiet abbildet.
- ✓ Die maximale Verformungsgeschwindigkeit ist oft mit 10 s^{-1} begrenzt.

Die experimentell ermittelten Fließspannungs-Werte vom Werkstoff S1 wurden mit FEM-Ansätzen für eine ähnliche chemische Zusammensetzung (Werkstoffe S355, S235 und 17Mn4) bei gleichen umformtechnischen Parametern (Umformtemperatur 1010°C und Umformgeschwindigkeit 0,2) verglichen. Die mit FEM berechneten Werte liegen deutlich niedriger (Bild 8-2a). Dies ermöglicht die Anwendung der Gleichungen aus FEM mit einem entsprechenden Korrekturfaktor zwischen 1,5 und 2 zur groben Abschätzung.

Bei variierten und die Produktion vollständig abdeckenden umformtechnischen Parametern wurden die experimentell ermittelten Fließkurven mit dem erweiterten Hensel-Spittel-Ansatz für das Warmwalzen (Gleichung 8-1) mit den folgenden Koeffizienten: $A = 1100$, $m_1 = -0,0037$, $m_2 = -0,33$, $m_3 = 0,12$, $m_4 = -0,11$, $m_5 = 0,00035$, $m_9 = 0,22$ beschrieben (Bild 8-2b).

$$\sigma = A e^{m_1 T} \varphi^{m_2} \dot{\varphi}^{m_3} e^{m_4 / \varphi} (1 + \varphi)^{m_5 T} T^{m_9} \quad \text{Gleichung 8-1}$$

Ein Experiment spiegelt die Produktionsbedingungen im Streckreduzierwalzwerk wider mit der Abnahme der Temperatur von 940 auf 800°C in fünf Sekunden. Im Bild 8-2b sind die experimentell ermittelte Kurve (nicht unterbrochene Linie, grün) und die Kurve mit stufenweise berechneter Temperatur ($\Delta T = 5^\circ\text{C}$; unterbrochene Linie, violett) dargestellt.

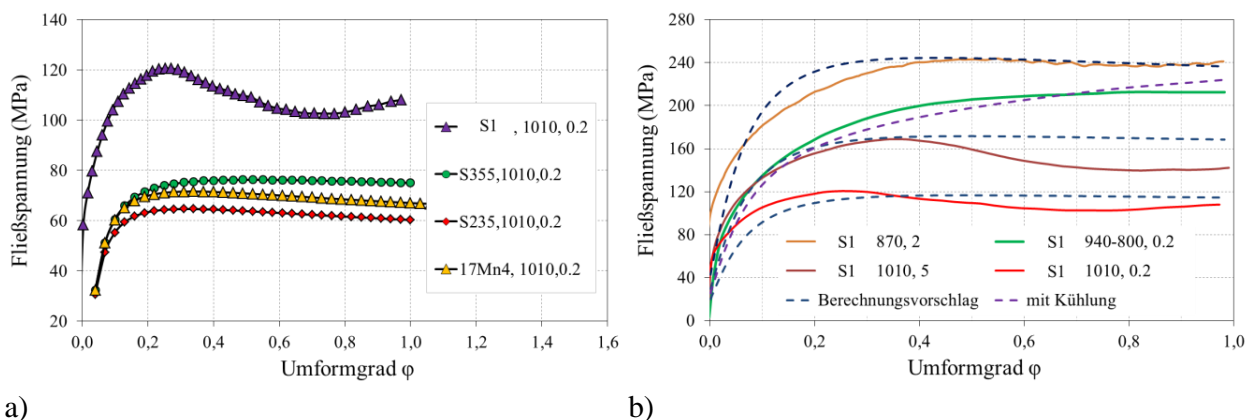


Bild 8-2: Vergleich der experimentell ermittelten Fließkurven für S1: (a) mit FEM-Datenbank und (b) mit vorgeschlagenen Koeffizienten.

Phasenumwandlung (Fs)

Die experimentell ermittelten (nicht unterbrochene Linien) und die mit dem ergänzten Modell berechneten (unterbrochene Linien) Werte der γ/α -Phasenumwandlung (Ferritstarttemperatur) zeigen deutliche Unterschiede am Beispiel S1 zum bisherigen Ansatz im JK-Modell (Bild 8-3).

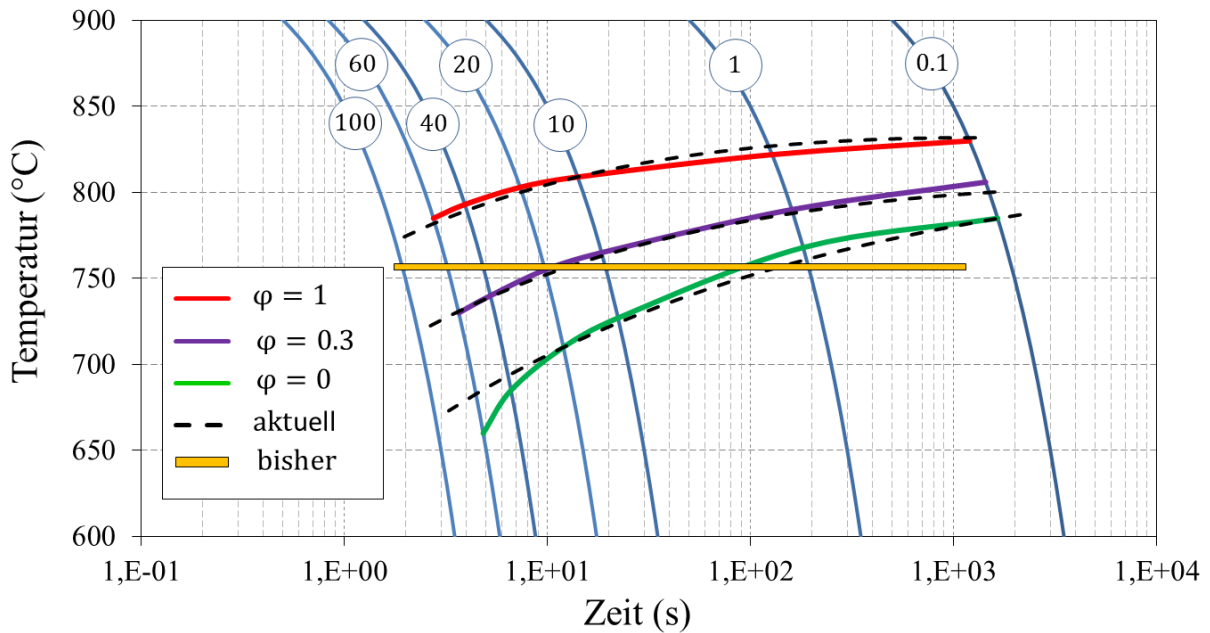


Bild 8-3: Abschätzung der Ferritstarttemperatur mit bisherigem (JK) und aktuellem Ansatz.

Der neue Ansatz (Gleichung 6-1) besteht aus drei Termen, die folgende Einflüsse berücksichtigen: chemische Zusammensetzung und Austenitisierungsbedingungen (T_A), Abkühlgeschwindigkeit (G_A) und Verformung (φ). Die Temperatur- und die Verformungsmatrix über die Produktionskette wurden schon in der Arbeit von Klarner [41] berechnet. Die erste Abschätzung der lokalen Abkühlgeschwindigkeit zwischen den nachfolgenden Schritten war nicht erfolgreich, weil die Werte an einzelnen Stellen negativ waren (Bild 8-4a). Um Berechnungsfehler zu vermeiden, wurde die Abkühlgeschwindigkeit als Mittelwert in Bezug auf die Temperatur beim Eintritt in das Walzwerk berechnet (Bild 8-4b). Im Bild 8-4 sind auf der vertikalen Achse die Gerüstnummer und auf der horizontalen Achse die Berechnungsschritte aufgetragen.

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
0	0	144	143	142	142	141	140	139	138	138	137	136
1	0	111	111	110	109	109	108	107	107	106	105	105
2	0	94	93	93	92	92	91	90	90	89	89	88
3	0	72	71	71	70	70	69	69	69	68	68	67
4	0	49	49	49	49	49	49	48	48	48	48	48
5	0	25	26	26	26	26	26	27	27	27	27	28
6	0	9	9	10	11	11	12	13	13	14	15	15
7	0	-2	-1	1	2	3	4	5	6	7	8	9
8	0	-11	-9	-7	-5	-3	-1	0	2	4	5	6
9	0	-17	-14	-11	-8	-5	-3	-0	2	4	6	8
10	0	-25	-20	-15	-11	-7	-3	0	3	6	9	12
11	0	-31	-24	-17	-11	-6	-1	4	8	11	15	18
12	0	-18	-10	-3	3	8	13	18	22	25	28	31
13	0	15	20	25	29	32	36	38	41	0	0	0
14	0	43	46	47	49	51	52	53	55	56	...	
15												

a)

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
0	72	72	96	107	114	119	122	124	126	127	128	128	129
1	120	120	120	120	119	119	119	119	119	119	118	118	118
2	114	113	113	113	113	113	112	112	112	112	112	111	111
3	105	105	104	104	104	104	104	103	103	103	103	102	102
4	96	95	95	95	95	94	94	94	94	93	93	93	93
5	85	85	84	84	84	84	83	83	83	83	82	82	82
6	74	74	73	73	73	73	73	72	72	72	72	72	71
7	66	66	66	66	65	65	65	65	65	64	64	64	64
8	61	60	60	60	60	60	59	59	59	59	59	59	59
9	56	56	56	56	56	55	55	55	55	55	55	55	55
10	53	53	53	53	53	53	52	52	52	52	52	52	52
11	52	51	51	51	51	51	51	51	50	50	50	50	0
12	50	50	50	50	50	49	49	49	49	49	49	49	0
13	49	49	49	49	49	49	49	49	49	0	0	0	0
14	49	49	49	49	49	49	49	49	49	49	49	49	...
15													

b)

Bild 8-4: Beispiel der berechneten Abkühlgeschwindigkeiten in der Stoßbank: a) zwischen den nachfolgenden Berechnungsschritten und b) als Mittelwert (Startpunkt ist Eingang Walzwerk)

Eine Möglichkeit zur Abschätzung der A_{c3} -Temperatur aus den bekannten A_{r3} -Werten wurde am Beispiel der aus dem ZTU-Atlas vorhandenen Daten beim Industriepartner präsentiert und diskutiert. Die Gleichungen wurden aber nicht ins Produktionsmodell integriert. Diese Ergänzungsmöglichkeit kann im Rahmen einer Diplomarbeit an zwei bis drei Werkstoffen realisiert werden.

Verformungsmodell

Im vorigen Modell wurde die Entwicklung des Verformungsgrades pro Gerüst als Mittelwert berechnet. In der Gleichung wurden die mittleren Radien beim Ein- und Ausgang verwendet. Die Form der Gerüste ist aber nicht immer ideal kreisförmig (Bild 8-5), was zu einem Bedarf der Berechnung des Verformungsgrades für eingeebnete Winkel geführt hat.

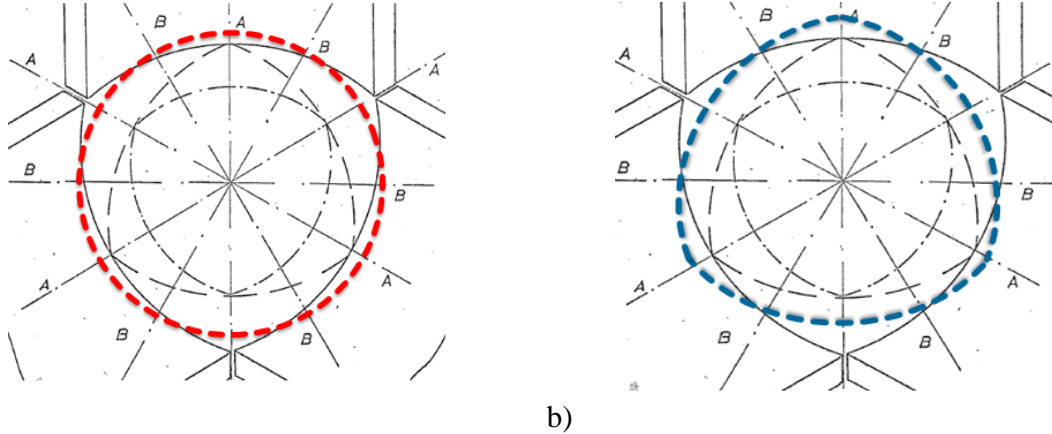


Bild 8-5: Rohrgeometrie: a) idealer Kreis mit mittlerem Radius des vorigen Gerüsts und b) berechnete.

Aufgrund der Symmetrie wird in der Berechnung nur ein Sechstel des Ganzen betrachtet. Die Berechnung erfordert die Berücksichtigung der Lage des aktuellen Gerüsts. Jedes zweite Gerüst ist um 60° gedreht. Als Eingabeparameter dienen zwei Durchmesser (D_2 und D_3) und die Gerüstlage (gedreht oder nicht gedreht). Die elliptische Form im betrachteten Sechstel wurde nach der Diskussion mit dem Industriepartner durch einen Teil des Kreises mit dem Zentrum in X mathematisch definiert (Bild 8-6).

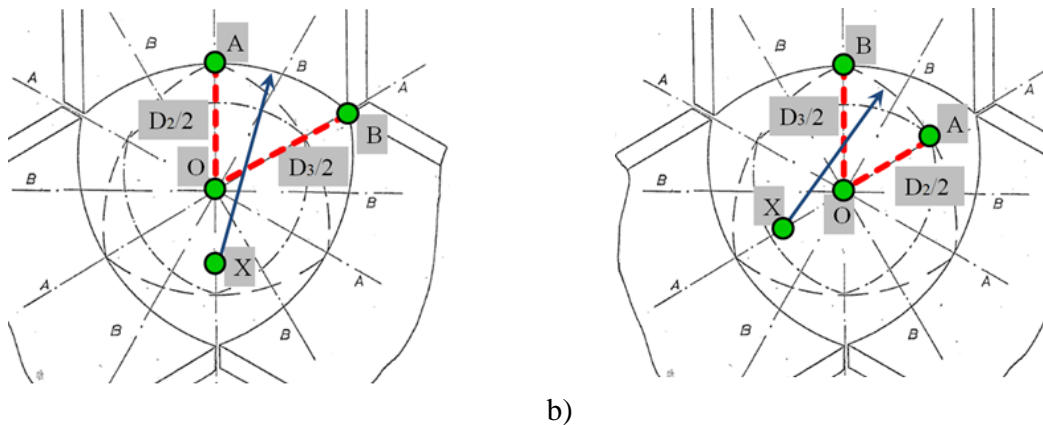


Bild 8-6: Die Lage des Kreiscentrums bei durchgängiger Berechnung in a) nicht gekipptem und b) gekipptem Gerüst.

Wie im Bild 8-6 ersichtlich ist, ist $AO = D_2/2 < BO = D_3/2$. Das Zentrum X des Kreises liegt immer auf der Linie AO und wird bei der durchgängigen Berechnung in Abhängigkeit von der Lage verschoben. Der Abstand OX wurde wie folgt berechnet:

$$OX = \frac{D_3^2 - D_2^2}{4 D_2 - 2 D_3} \quad \text{Gleichung 8-2}$$

Die Abnahme im Gerüst könnte senkrecht zum betrachteten Radius mit dem Zentrum in X berechnet werden. Aufgrund von sowohl kleinen Unterschieden zwischen D_2 und D_3 , als auch dem kleinen Verhältnis $2OX/(D_2+D_3)$ wurde diese Annahme übernommen. Die Radiusabnahme erfolgt bezogen auf die Linie mit dem Zentrum im Punkt O.

In der Berechnung wurden auch die Werte vom Kantenradius berücksichtigt. Dies hat den betrachteten Bereich von $30-90^\circ$ auf $35-85^\circ$ reduziert.

Listenauswahl

Die Anwendung der Listenauswahl in den Eingabefeldern vereinfacht die Berechnung durch das Vermeiden der falschen Eingabe der im Programm definierten Parameter und Werte.

9 Zusammenfassung

Die Aufgabenstellung dieser Arbeit war die Ergänzung eines Computerprogrammes zur Beschreibung der mikrostrukturellen Entwicklung und daraus resultierend der mechanischen Eigenschaften während des Warmwalzens kohlenstoffarmer Mn-Stähle ohne und mit Mikrolegierungselementen. Das ergänzte Modell wird als offline-Modell verwendet und kann dazu beitragen, die aufwendigen Versuchswalzungen einzusparen und eine Walzstraßenmodellierung mit daraus resultierender Optimierung durchzuführen. Das Programm hat in der Software MathCad einen modularen Aufbau und die Ergänzungen betrafen die Beschreibung der Deformation, Rekristallisation, Ausscheidungskinetik und Phasenumwandlung unter Berücksichtigung der Wechselwirkungen.

Es wurde die Rolle der plastischen Verformung im Austenit auf die Phasenumwandlung und Ausscheidungskinetik experimentell analysiert. Es ist nachgewiesen, dass die Verformung die Bildung von Ferrit bei höheren Temperaturen fördert. Der Beginn der Phasenumwandlungen von Perlit und Bainit kann durch Kombination der Informationen über die Verschiebung der gemessenen Ferritstarttemperatur und die mit JMatPro berechneten Daten qualitativ im ergänzten Programm beschrieben werden. Die Austenit-Verformung induziert neue Populationen von Ausscheidungen und verzögert die dynamische Rekristallisation. Die gemeinsame Bewertung der Fließ- und Phasenumwandlungskurven im verformten Austenit bringt Vorteile für die Simulation der entsprechenden Ausscheidungsevolution.

Die wichtigsten Mikrolegierungselemente in der durchgeführten MatCalc Simulation sind Nb und Ti. Die betrachteten Ausscheidungsphasen waren NbC(N) und TiN(C) mit Versetzungen als bevorzugte Keimstellen. Es war möglich, die Karbide und Nitride der Mikrolegierungselemente in der MatCalc-Simulation zu berücksichtigen und das Ausscheidungsverhalten während der thermomechanischen Behandlung in der Produktion besser zu verstehen und zu analysieren. Die numerischen MatCalc-Berechnungen stimmen gut mit den experimentell gefundenen Ausscheidungstypen und -größen überein. MatCalc kann gemäß den gewünschten Materialeigenschaften dazu verwendet werden, um den thermomechanischen Prozess und/oder die chemische Zusammensetzung zu optimieren. Das erstellte MatCalc Skript kann auch für schnelle Abschätzungen der Ausscheidungskinetik für die restlichen Werkstoffe und Rohrdimensionen aus der Produktion der voestalpine Tubulars verwendet werden.

Zur Simulation des dynamischen Rekristallisationsverhaltens beim warmgewalzten C-Mn-mikrolegierten Stahl unter Berücksichtigung der hemmenden Wirkung der Ausscheidungen wurde ein 2D Zelluläres Automatenmodell verwendet. In Abhängigkeit von der thermomechanischen Geschichte zeigten die MatCalc Simulationen drei verschiedene Ausscheidungspopulationen (primäre, sekundäre und verformungsinduzierte). Der mit MatCalc berechnete und experimentell validierte Volumenanteil und der mittlere Radius der Teilchen wurden im ZA Modell für die Berücksichtigung der hemmenden Wirkung der Ausscheidungen auf das dynamische Rekristallisationsverhalten verwendet. Im vorgestellten probabilistisch-basierten ZA-Modell wurden heterogene Keimbildung dynamisch rekristallisierender Körner und homogene Ausscheidungsbildung angenommen. Das Modell wurde durch analytische Berechnungen des Wachstums der rekristallisierenden Körner auf der Basis von experimentell am Verformungsdilatometer erhaltenen Fließkurven bestätigt.

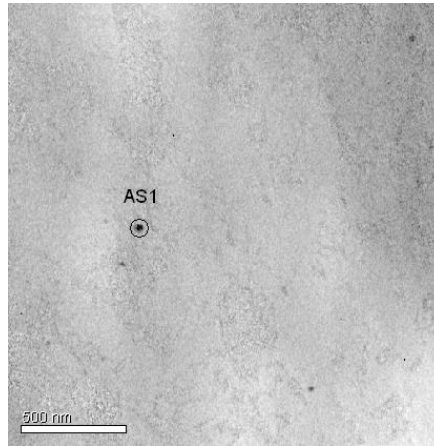
Die erreichten experimentellen und aus den Simulationen resultierenden Ergebnisse wurden in das Programm von voestalpine Tubulars für die Vorhersage der mechanischen Eigenschaften integriert.

10 Anhänge

10.1 EDX Analyse

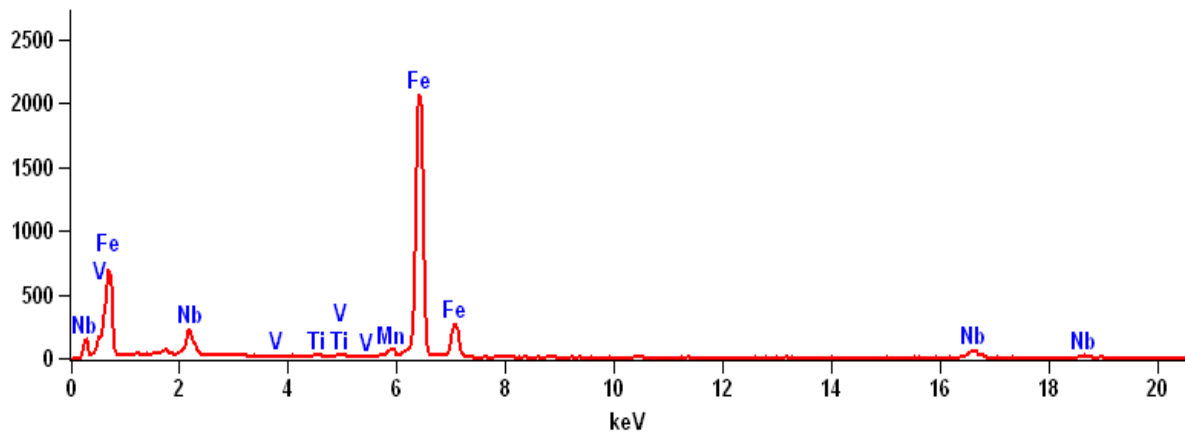
EDX im Rohr 42,4 x 4,50 mm MIT Kühlstrecke (WL 145842) – außen

EDX Serie 05, Fe jump ratio



Skalierung, Counts: 2068

05 P1_außen AS1(2)

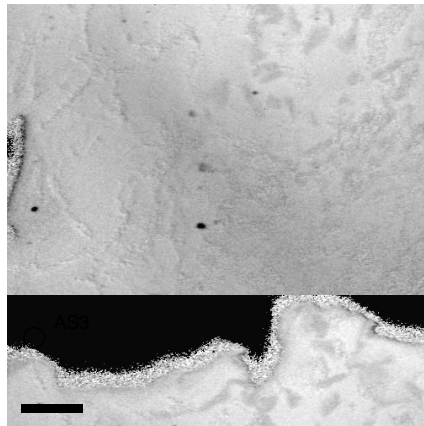


Quantitative Results 05 P1_außen AS1(2)

<i>Element Linie</i>	<i>Netto Impulse</i>	<i>K-Faktor</i>	<i>Gew.- Konz %</i>	<i>Gew. % Fehler</i>
<i>Ti K</i>	218	1.169C	0.56	+/- 0.08
<i>Mn K</i>	657	1.220C	1.76	+/- 0.16
<i>Fe K</i>	32021	1.230C	86.67	+/- 0.75
<i>Nb L</i>	3501	1.430C	11.01	+/- 0.43
<i>Total</i>			100.00	

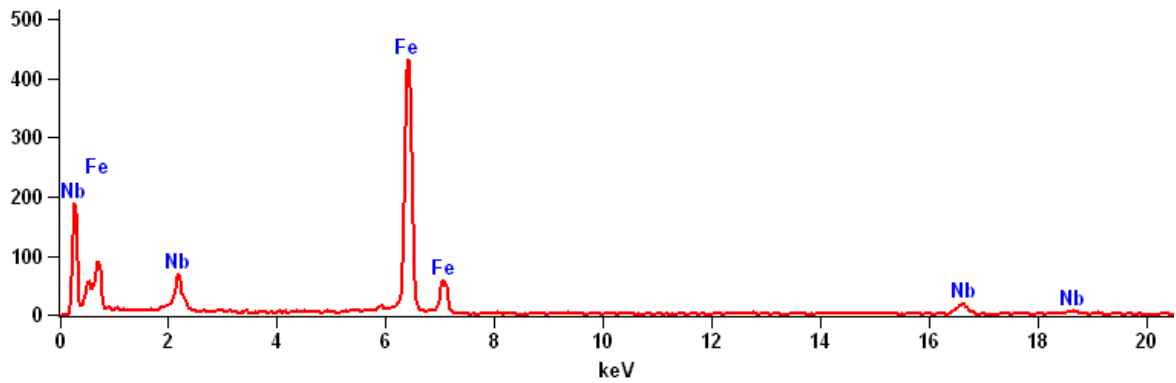
EDX im Rohr 42,4 x 4,50 mm MIT Kühlstrecke (WL 145842) – innen

Fe jump ratio



Skalierung, Counts: 432

09 M511_P1_innen(5)

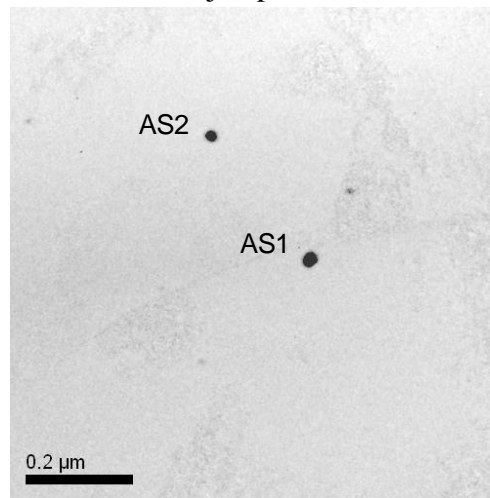


Quantitative Results 09 M511_P1_innen(5)

<i>Element Linie</i>	<i>Netto Impulse</i>	<i>K-Faktor</i>	<i>Gew.- Konz %</i>	<i>Gew. % Fehler</i>
<i>Mn K</i>	113	1.220C	1.49	+/- 0.38
<i>Fe K</i>	6542	1.230C	87.17	+/- 1.72
<i>Nb L</i>	732	1.430C	11.33	+/- 1.75

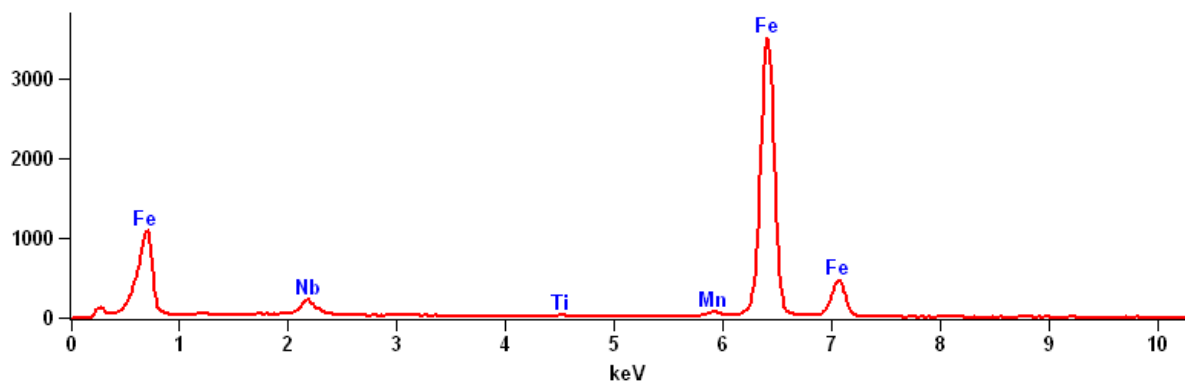
EDX im Rohr 42,4 x 4,50 mm OHNE Kühlstrecke (WL 145842) – außen

EDX Serie 02
Fe jump ratio



Skalierung, Counts: 3513

02 M511 P4_AS1(1)_pt1

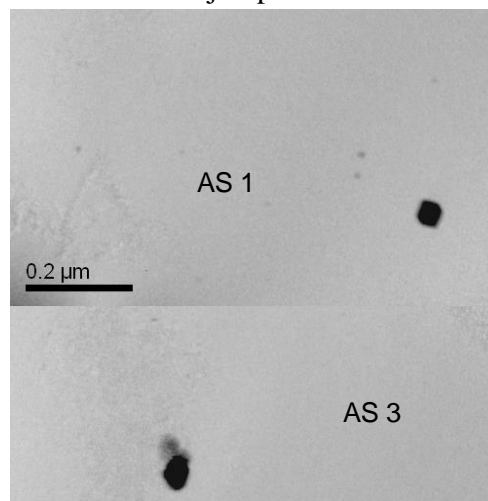


Quantitative Results 02 M511 P4_AS1(1)_pt1

<i>Element Linie</i>	<i>Netto Impulse</i>	<i>Gew.- Konz %</i>	<i>Gew. % Fehler</i>
<i>Ti K</i>	316	0.48	+/- 0.06
<i>Mn K</i>	980	1.56	+/- 0.17
<i>Fe K</i>	57297	91.92	+/- 0.60
<i>Nb L</i>	3242	6.04	+/- 0.42

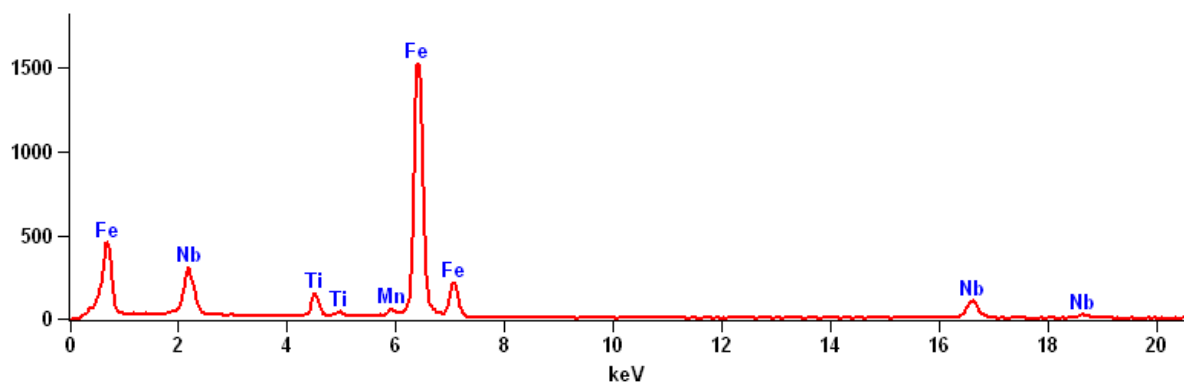
EDX im Rohr 42,4 x 4,50 mm OHNE Kühlstrecke (WL 145842) – innen

EDX Serie 10
Fe jump ratio



Skalierung, Counts: 1522

10 M511 Probe 4 innen(1)_pt1



Quantitative Results 10 M511 Probe 4 innen(1)_pt1

<i>Element Linie</i>	<i>Netto Impulse</i>	<i>Gew.- Konz %</i>	<i>Gew. % Fehler</i>
<i>Ti K</i>	2505	6.46	+/- 0.27
<i>Mn K</i>	520	1.40	+/- 0.15
<i>Fe K</i>	28147	76.35	+/- 0.83
<i>Nb L</i>	5009	15.79	+/- 0.79

10.2 Ausscheidungsparameter

In diesem Anhang sind die Ausscheidungsgröße, –lage und die TEM Parameter für vier untersuchte Zustände am Werkstoff Stahl1 (S1) aufgelistet.

Tabelle 10-1: Ermittelte Ausscheidungen im Rohr 42,4 x 4,50 mm MIT Kühlstrecke (WL 145842)

Außen					Innen				
Gerät	Type	Pixel	X	Y	Gerät	Type	Pixel	X	Y
serie 1	Nb(Ti)C	429	55,58	46,95	serie 1	Nb(Ti)C	185	113,95	17,36
Fe M ratio	Nb(Ti)C	206	42,59	39,41	Fe M ratio	TiNbC	150	75,41	14,59
pixelsize					pixelsize	Nb(Ti)C	68	19,01	35,44
6.66112nm					6.66112nm	Nb(Ti)C	31	85,50	13,40
binning 2					binning 2	Nb(Ti)C	152	53,80	72,09
factor 4					factor 4	Nb(Ti)C	29	13,50	111,60
serie 2	NbTiC	47	31,50	22,50		Nb(Ti)C	28	45,00	129,50
Fe M ratio	NbTiC	38	10,37	17,87		Nb(Ti)C	37	21,28	142,09
pixelsize						Nb(Ti)C	154	45,25	181,60
6.66112nm					serie 2	Nb(Ti)C	9	17,50	8,50
binning 2					Fe M ratio	Nb(Ti)C	26	223,35	24,81
factor 4					pixelsize	Nb(Ti)C	24	10,00	48,00
serie 3	Nb(Ti)C	35	107,47	181,81	6.66112nm	Nb(Ti)C	63	75,80	78,58
Fe M ratio	Nb(Ti)C	40	247,88	184,77	binning 2	Nb(Ti)C	45	153,57	86,52
pixelsize	Nb(Ti)C	68	75,90	236,99	factor 4	Nb(Ti)C	28	68,50	5,00
4.16703 nm	Nb(Ti)C	15	453,10	248,90		Nb(Ti)C	36	76,00	15,00
binning 2	Nb(Ti)C	56	20,57	257,54		Nb(Ti)C	6	33,50	18,00
factor 2	Nb(Ti)C	780	167,70	287,29		Nb(Ti)C	8	10,00	26,00
	Nb(Ti)C	70	410,57	274,66		Nb(Ti)C	20	56,50	40,00
	Nb(Ti)C	35	301,50	279,50		Nb(Ti)C	15	80,50	48,50
	TiCN	386	106,27	320,37	serie 3	Nb(Ti)C	79	32,07	11,64
	Nb(Ti)C	24	295,00	314,00	Fe M ratio	NbTiC	137	49,15	35,16
	Nb(Ti)C	23	421,11	320,07	pixelsize	Nb(Ti)C	51	11,21	115,38
	NbCN	220	102,84	340,68	6.66112nm	Nb(Ti)C	43	9,94	9,94
	Nb(Ti)C	22	450,45	388,59	binning 2	NbTiC	156	77,52	26,62
serie 4	Nb(Ti)C	12	64,00	11,50	factor 4	Nb(Ti)C	27	8,61	7,94
Fe M ratio	Nb(Ti)C	21	108,93	51,21		Nb(Ti)C	74	33,07	25,66
pixelsize	Nb(Ti)C	19	8,39	53,08	serie 4	NbTiC	107	24,11	16,52
4.16703 nm	Nb(Ti)C	20	58,50	97,00	Fe M ratio				
binning 2	Nb(Ti)C	35	69,99	105,64	pixelsize				
factor 2	Nb(Ti)C	30	55,57	3,73	6.66112nm				
	Nb(Ti)C	32	40,69	8,31	binning 2				
	Nb(Ti)C	37	71,91	24,45	factor 4				
	Nb(Ti)C	96	10,67	55,65	serie 5	Nb(Ti)C	97	24,89	24,40
	Nb(Ti)C	47	92,33	64,31	Fe M ratio	Nb(Ti)C	22	13,00	43,00
	Nb(Ti)C	47	78,71	70,97	pixelsize	TiC	174	22,92	24,39
	Nb(Ti)C	21	48,21	86,21	6.66112nm				
serie 5	Nb(Ti)C	142	49,78	17,14	binning 2				
Fe M ratio	Nb(Ti)C	50	30,10	58,60	serie 6	Nb(Ti)C	90	129,46	26,54
pixelsize	Nb(Ti)C	38	10,13	12,39	Fe M ratio	Nb(Ti)C	62	38,00	44,00
4.16703 nm					pixelsize	Nb(Ti)C	67	144,34	63,14
binning 2					6.66112nm	FeC	216	14,51	19,65
serie 6	Nb(Ti)C	69	14,47	6,49	binning 2	FeC	74	38,51	28,00
Fe M ratio	Nb(Ti)C	19	233,08	36,61	factor 4	FeC	253	67,79	25,45
pixelsize	Nb(Ti)C	46	203,30	60,91		FeC	134	109,52	26,22
4.16703 nm	Nb(Ti)C	68	138,06	63,81	serie 7	NbTiC	511	30,25	25,53
binning 2	Nb(Ti)C	48	66,50	81,83	Fe M ratio	Nb(Ti)C	45	19,79	13,14
factor 2	Nb(Ti)C	23	80,50	89,33	pixelsize	Nb(Ti)C	20	18,50	7,00
	Nb(Ti)C	275	23,85	18,31	6.66112nm				
	Nb(Ti)C	17	24,68	21,44	binning 2				
serie 7	Nb(Ti)C	19	8,61	11,08	serie 8	Nb(Ti)C	39	90,71	11,17
Fe M ratio	Nb(Ti)C	12	241,00	10,50	Fe M ratio	Nb(Ti)C	20	51,45	63,55
pixelsize	Nb(Ti)C	66	280,29	35,61	pixelsize	Nb(Ti)C	23	32,11	83,07
4.16703 nm	Nb(Ti)C	15	148,10	52,90	6.66112nm	NbTiC	145	45,54	199,69
factor 2	Nb(Ti)C	43	20,50	9,36	binning 2	Nb(Ti)C	31	19,08	12,82
binning 2	Nb(Ti)C	33	6,68	44,59	factor 4	Nb(Ti)C	12	48,00	103,50

serie 8	Nb(Ti)C	63	111,71	8,52		Nb(Ti)C	32	52,13	114,00
Fe M ratio	Nb(Ti)C	20	23,50	59,00		Nb(Ti)C	53	8,44	10,07
pixelsize	Nb(Ti)C	19	61,61	101,08	serie 9	Nb(Ti)C	67	9,40	7,16
4.16703 nm	Nb(Ti)C	29	9,09	145,57	Fe M ratio	Nb(Ti)C	29	76,40	28,16
binning 2	Nb(Ti)C	34	127,00	8,29	pixelsize	Nb(Ti)C	34	170,47	32,88
factor 2	Nb(Ti)C	48	6,40	29,90	6.66112nm	Nb(Ti)C	19	139,39	43,08
	Nb(Ti)C	23	40,89	30,07	binning 2	Nb(Ti)C	27	22,94	49,72
	Nb(Ti)C	12	94,00	66,50	factor 4	Nb(Ti)C	32	109,59	54,44
	Nb(Ti)C	37	102,93	68,66		Nb(Ti)C	16	136,00	56,00
	Nb(Ti)C	21	115,50	80,50		Nb(Ti)C	46	7,78	9,80
	Nb(Ti)C	24	28,88	95,63		Nb(Ti)C	125	9,21	10,15
	Nb(Ti)C	18	72,50	105,00		Nb(Ti)C	66	9,18	11,08
serie 9	Nb(Ti)C	55	12,52	15,28		Ti(Nb)C	42	11,50	11,00
Fe M ratio	Nb(Ti)C	34	25,18	10,56		Ti(Nb)C	95	24,78	74,96
pixelsize	Nb(Ti)C	39	9,45	45,19		FeC	259	68,21	10,34
4.16703 nm						FeC	412	115,71	17,65
binning 2						FeC	40	139,63	18,13
serie 9	Nb(Ti)C	58	14,62	82,67		FeC	134	114,54	58,31
Fe M ratio	Nb(Ti)C	25	24,50	137,50		FeC	328	71,23	66,04
pixelsize	Nb(Ti)C	58	99,10	149,21		FeC	1335	145,58	70,68
4.16703 nm	Nb(Ti)C	92	14,07	8,23		FeC	547	93,49	88,44
binning 2	Nb(Ti)C	45	72,79	30,86		FeC	1979	33,57	35,72
factor 2	Nb(Ti)C	61	19,88	66,17	serie 10	Nb(Ti)C	86	466,43	216,67
	Nb(Ti)C	35	77,76	10,73	Fe M ratio	Ti(Nb)N	531	147,58	231,62
	Nb(Ti)C	36	11,00	16,00	6.66112nm	Nb(Ti)C	12	84,00	232,50
	Nb(Ti)C	56	12,89	13,21	binning 2	Nb(Ti)C	67	470,93	270,54

Tabelle 10-2: Ermittelte Ausscheidungen im Rohr 42,4 x 4,50 OHNE Kühlstrecke (WL 145842)

Außen					Innen				
Gerät	Type	Pixel	X	Y	Gerät	Type	Pixel	X	Y
serie 1	Nb(Ti)CN	184	183,29	126,38	serie 1	Nb(Ti)CN	165	41,03	224,70
Fe M ratio	Nb(Ti)CN	294	316,30	175,03	Fe M ratio	Nb(Ti)CN	373	147,03	243,85
	Nb(Ti)CN	847	350,24	278,77	1.8797 nm	Nb(Ti)CN	86	229,45	275,36
1.8797 nm	Nb(Ti)CN	361	85,01	340,48	binning 2	Nb(Ti)CN	34	173,88	283,85
binning 2	Nb(Ti)CN	430	91,81	392,09		Nb(Ti)CN	42	171,45	344,43
	Nb(Ti)CN	357	363,87	490,68	serie 2	TiN	1016	354,42	179,27
serie 2	Nb(Ti)CN	209	206,46	132,54	Fe M ratio				
Fe M ratio	Nb(Ti)CN	94	349,26	188,95	1.8797 nm				
1.8797 nm	Nb(Ti)CN	340	308,10	259,16	binning 2				
binning 2					serie 3	NbC	45	91,43	96,77
serie 3	Nb(Ti)CN	162	300,94	150,38	Fe M ratio	NbC	55	386,52	142,10
Fe M ratio	Nb(Ti)CN	62	218,48	195,84	1.8797 nm	NbC	45	392,06	184,43
1.8797 nm	Nb(Ti)CN	280	135,81	229,33	binning 2	NbC	44	217,57	278,61
binning 2	Nb(Ti)CN	114	378,38	378,30	serie 4	Nb(Ti)C	205	64,15	26,15
serie 4	Fe(Nb)C	1661	300,18	39,44	Fe M ratio	Nb(Ti)C	595	56,11	365,07
Fe M ratio	Fe(Nb)C	6392	44,18	113,80	1.8797 nm				
1.8797 nm	Fe(Nb)C	6306	271,07	153,00	binning 2				
binning 2	Fe(Nb)C	1861	156,88	222,55	serie 5	Nb(Ti)C	30	155,00	69,50
	Fe(Nb)C	1039	31,33	25,51	Fe M ratio	Nb(Ti)C	337	351,41	188,42
	Fe(Nb)C	250	113,27	24,69	1.8797 nm	Nb(Ti)C	393	343,88	223,58
	Fe(Nb)C	2313	195,51	140,11	binning 2				
	Fe(Nb)C	753	61,99	79,58	serie 6	Nb(Ti)CN	189	209,04	32,58
	Fe(Nb)C	563	109,55	115,75	Fe M ratio	Nb(Ti)CN	839	356,32	118,40
	Fe(Nb)C	2722	87,38	162,39	1.8797 nm	Nb(Ti)CN	36	270,50	210,00
	Fe(Nb)C	981	155,64	163,17	binning 2	Nb(Ti)CN	53	425,07	363,44
	Fe(Nb)C	5508	293,18	119,21	serie 7	Nb(Ti)CN	56	169,00	113,50
serie 5	Nb(Ti)CN	109	295,83	88,28	Fe M ratio	Nb(Ti)CN	79	208,59	181,40
Fe M ratio	Nb(Ti)CN	128	327,16	152,90	1.8797 nm	Nb(Ti)CN	205	170,94	283,35
1.8797 nm	Nb(Ti)CN	254	231,53	161,99	binning 2	Nb(Ti)CN	144	8,69	379,95
binning 2	Nb(Ti)CN	147	161,07	192,87					
	Nb(Ti)CN	110	276,60	194,35					

	Nb(Ti)CN	309	302,57	281,52		Nb(Ti)CN	41	80,06	386,57
	Nb(Ti)CN	66	463,52	412,91		Nb(Ti)CN	1361	276,41	418,10
	Nb(Ti)CN	150	260,41	430,33					
	Nb(Ti)CN	142	267,89	463,23	serie 8	NbC	36	90,03	81,61
serie 6					Fe M ratio	Ti(Nb)N	605	109,08	140,40
Fe M ratio	Ti(Nb)NC	8834	213,16	99,88	1.8797 nm	NbC	34	169,41	133,44
1.8797 nm					binning 2	NbC	37	63,77	328,55
binning 2						NbC	49	45,28	351,81
					serie 9	NbC	43	330,36	30,97
serie 7	FeC	1969	325,96	88,80	Fe M ratio	NbC	51	259,05	53,66
Fe M ratio	FeC	2639	402,86	200,43	1.8797 nm	NbC	55	319,37	90,63
4.16703 nm	FeC	1496	329,67	191,27	binning 2	NbC	81	382,04	95,55
binning 2	FeC	917	310,87	201,55		NbC	75	11,99	16,13
factor 2	FeC	245	285,60	171,39		NbC	59	136,96	68,30
	FeC	617	259,94	201,77		Nb(Ti)C	203	18,03	16,69
	FeC	221	198,60	204,39		NbC	70	104,04	36,99
	FeC	309	195,57	239,69		NbC	45	115,46	40,92
	FeC	850	131,40	260,01		NbC	60	144,33	75,60
	FeC	620	391,77	283,31		NbC	49	73,50	101,50
	FeC	368	237,38	266,58		Nb(Ti)C	84	16,31	12,88
	FeC	627	30,91	290,50		Nb(Ti)C	111	149,51	39,52
	FeC	899	132,17	300,01		Nb(Ti)C	85	13,29	17,52
	FeC	258	299,95	294,30					
	FeC	180	248,08	293,54	serie 10	NbTiCN	1713	168,75	159,83
	FeC	1582	355,54	326,89	Fe M ratio	NbC	70	360,60	350,90
	FeC	197	280,19	313,15	1.8797 nm	NbC	54	356,50	372,13
	FeC	88	262,64	308,01	binning 2	TiNbCN	860	430,46	411,05
	FeC	256	191,64	334,26	serie 1	Nb(Ti)CN	165	41,03	224,70
	FeC	123	301,71	330,34	Fe M ratio	Nb(Ti)CN	373	147,03	243,85
	FeC	149	312,43	346,59	1.8797 nm	Nb(Ti)CN	86	229,45	275,36
	FeC	1069	41,70	317,60	binning 2	Nb(Ti)CN	34	173,88	283,85
	FeC	426	340,82	363,79		Nb(Ti)CN	42	171,45	344,43
	FeC	1045	419,84	407,05					
	FeC	2145	132,00	414,31	serie 2	TiN	1016	354,42	179,27
					Fe M ratio				
serie 8	Ti(Nb)NC	468	10,46	44,51	1.8797 nm				
Fe M ratio	Nb(Ti)CN	66	432,61	44,89	binning 2				
4.16703 nm	Nb(Ti)CN	64	209,42	232,88					
binning 2	Nb(Ti)CN	36	195,00	251,00	serie 3	NbC	45	91,43	96,77
factor 2	Nb(Ti)CN	150	233,41	261,28	Fe M ratio	NbC	55	386,52	142,10
	Nb(Ti)CN	70	187,44	364,91	1.8797 nm	NbC	45	392,06	184,43
C K ratio	FeC	532	323,17	24,48	binning 2	NbC	44	217,57	278,61
	FeC	323	389,90	16,17					
	FeC	722	359,21	39,67	serie 4	Nb(Ti)C	205	64,15	26,15
	FeC	2107	343,50	74,25	Fe M ratio	Nb(Ti)C	595	56,11	365,07
	FeC	250	312,95	109,71	1.8797 nm				
	FeC	387	358,05	146,10	binning 2				
	FeC	230	329,23	161,96					
	FeC	659	290,28	194,87	serie 5	Nb(Ti)C	30	155,00	69,50
	FeC	668	404,36	216,30	Fe M ratio	Nb(Ti)C	337	351,41	188,42
	FeC	1074	346,87	200,54	1.8797 nm	Nb(Ti)C	393	343,88	223,58
	FeC	549	239,48	240,18	binning 2				
	FeC	1093	443,37	260,53					
	FeC	307	437,64	306,67	serie 6	Nb(Ti)CN	189	209,04	32,58
	FeC	556	386,30	326,52	Fe M ratio	Nb(Ti)CN	839	356,32	118,40
	FeC	1543	300,57	319,24	1.8797 nm	Nb(Ti)CN	36	270,50	210,00
	FeC	1037	465,36	357,10	binning 2	Nb(Ti)CN	53	425,07	363,44
	FeC	1160	364,87	426,89					
	FeC	249	284,19	466,55	serie 7	Nb(Ti)CN	56	169,00	113,50
	FeC	473	359,81	471,72	Fe M ratio	Nb(Ti)CN	79	208,59	181,40
	FeC	691	303,29	489,18	1.8797 nm	Nb(Ti)CN	205	170,94	283,35
	FeC	879	412,81	484,35	binning 2	Nb(Ti)CN	144	8,69	379,95
						Nb(Ti)CN	41	80,06	386,57
						Nb(Ti)CN	1361	276,41	418,10
serie 9	Nb(Ti)CN	188	468,55	64,26					
Fe M ratio	Ti(Nb)NC	940	67,24	148,98	serie 8	NbC	36	90,03	81,61
6.66112 nm	Nb(Ti)CN	324	439,39	222,41	Fe M ratio	Ti(Nb)N	605	109,08	140,40
binning 2	Nb(Ti)CN	132	409,66	421,21	1.8797 nm	NbC	34	169,41	133,44
factor 4									

serie 10	Nb(Ti)CN	55	292,25	215,41	binning 2	NbC	37	63,77	328,55
Fe M ratio	Nb(Ti)CN	98	487,66	220,84		NbC	49	45,28	351,81
6.66112 nm	Nb(Ti)CN	131	377,81	262,35	serie 9	NbC	43	330,36	30,97
binning 2	TiN	225	295,73	319,81	Fe M ratio	NbC	51	259,05	53,66
factor 4					1.8797 nm	NbC	55	319,37	90,63
					binning 2	NbC	81	382,04	95,55
						NbC	75	11,99	16,13
						NbC	59	136,96	68,30
						Nb(Ti)C	203	18,03	16,69
						NbC	70	104,04	36,99
						NbC	45	115,46	40,92
						NbC	60	144,33	75,60
						NbC	49	73,50	101,50
						Nb(Ti)C	84	16,31	12,88
						Nb(Ti)C	111	149,51	39,52
						Nb(Ti)C	85	13,29	17,52
					serie 10	NbTiCN	1713	168,75	159,83
					Fe M ratio	NbC	70	360,60	350,90
					1.8797 nm	NbC	54	356,50	372,13
					binning 2	TiNbCN	860	430,46	411,05

Tabelle 10-3: Ermittelte Ausscheidungen im Rohr 139,7 x 11,13 mm OHNE Kühlstrecke (WL_145528)

Außen					Innen				
Gerät	Type	Pixel	X	Y	Gerät	Type	Pixel	X	Y
serie 1	NbC	505	277,22	103,38	serie 1	NbC	74	17,78	12,22
Fe M ratio	NbC	157	271,03	282,14	Fe M ratio	NbC	46	72,11	48,26
	NbC	390	132,21	280,79		NbC	41	54,30	64,09
1.8797 nm	NbC	448	52,79	293,44	1.8797 nm	NbC	51	45,13	73,38
binning 2	NbC	61	361,32	296,55	binning 2	NbC	134	113,20	11,68
	NbC	70	345,67	305,06		NbC	53	103,48	37,20
	NbC	146	367,86	316,08		NbC	97	12,43	42,87
	NbC	186	476,58	339,06		NbC	74	94,89	54,85
	NbC	75	120,37	354,09		TiNbNC	565	30,26	32,78
	NbC	39	305,58	365,17					
	NbC	166	494,48	370,29	serie 2	NbC	55	363,55	9,06
	NbC	129	274,16	377,46	Fe M ratio	NbC	12	363,00	24,50
	NbC	69	172,12	435,38		NbC	25	468,50	33,50
	NbC	82	229,85	452,38	1.8797 nm	NbC	38	163,34	44,89
	NbC	96	237,45	485,34	binning 2	NbC	25	455,50	47,50
						NbC	20	87,50	53,00
serie 2	NbC	192	282,09	137,95		NbC	20	464,50	57,00
Fe M ratio	NbC	42	342,00	174,50		NbC	24	264,00	83,00
1.8797 nm	NbC	99	379,16	202,76		NbC	30	456,00	84,50
binning 2	NbC	28	259,50	204,00		NbC	44	192,32	92,59
	NbTiNC	572	277,46	342,86		NbC	20	271,00	101,50
						NbC	32	250,13	120,00
serie 3	Ti(Nb)N	414	448,30	203,74		NbC	28	382,86	204,36
Fe M ratio	Ti(Nb)N	424	350,36	317,79		NbC	54	224,41	226,87
1.8797 nm	Ti(Nb)N	523	322,30	439,22		NbTiCN	233	464,95	257,22
binning 2						NbC	25	381,50	278,50
						Nb(Ti)C	134	6,16	435,84
serie 4	NbC	77	467,06	6,95		NbC	87	211,89	448,63
Fe M ratio	NbC	71	397,40	47,20		NbC	42	215,00	291,50
1.8797 nm	NbC	66	451,52	53,44		NbC	50	188,90	305,22
binning 2	NbC	154	306,25	75,58		NbC	63	118,31	367,88
	NbC	229	15,27	136,53		NbC	76	30,79	387,16
	NbC	190	438,72	183,03					
	NbC	102	322,13	219,14	serie 3	NbC	59	215,33	9,96
serie 5	NbC	70	155,76	13,50	Fe M ratio	NbC	77	31,55	51,97
Fe M ratio	NbC	70	90,51	118,93		NbC	45	64,97	121,63
1.8797 nm	NbC	72	20,31	129,94	1.8797 nm	NbC	54	84,43	156,52
binning 2	NbC	49	169,95	129,64	binning 2	Nb(VTi)C	130	430,52	159,78
						NbC	119	471,39	310,72

	NbC	62	40,13	230,29		NbC	75	140,73	371,43	
	NbC	70	192,71	235,20		NbC	93	30,87	419,74	
	NbC	64	21,27	17,19		NbC	99	27,51	461,59	
	NbC					NbC	97	23,46	485,52	
serie 6	NbC	50	126,00	38,50						
Fe M ratio	NbC	61	111,30	44,37	serie 4	NbC	72	472,36	86,86	
1.8797 nm	NbC	31	86,05	55,21	Fe M ratio	NbC	46	391,37	93,91	
binning 2	NbC	39	187,12	80,83		NbC	74	338,81	109,85	
	NbC	104	457,00	257,82	1.8797 nm	NbC	40	466,60	109,65	
	NbC	100	246,53	285,41	binning 2	NbC	43	290,87	138,13	
	NbC	41	246,01	355,43		NbC	59	303,65	140,65	
						NbC	40	302,25	158,73	
serie 7	NbC	107	13,74	15,39		NbC	57	288,85	180,15	
Fe M ratio	NbC	62	118,56	37,61		NbC	162	124,02	196,37	
1.8797 nm	NbC	46	46,83	101,89		NbC	85	128,16	220,26	
binning 2	NbC	70	223,83	190,07		NbC	68	40,94	221,43	
	NbC	57	13,11	8,99		NbC	34	23,85	232,50	
	NbC	59	43,99	82,47		NbC	173	266,96	367,01	
						NbC	101	344,88	443,70	
serie 8	NbC	64	277,59	107,08						
Fe M ratio	NbC	124	233,45	222,60	serie 5	NbC	45	77,01	14,59	
1.8797 nm	NbC	79	368,37	236,11	Fe M ratio	NbC	36	93,69	16,47	
binning 2	NbC	78	37,96	255,54		NbC	66	11,18	23,17	
	NbC	112	312,52	325,99	1.8797 nm	NbC	29	29,09	27,05	
	NbC	61	355,50	333,40	binning 2	NbC	60	44,38	39,78	
	NbC	101	123,38	342,88		NbC	31	60,05	42,15	
	NbC	95	450,92	440,70		NbC	54	25,15	14,74	
						NbC	71	24,35	24,99	
serie 9	NbC	134	11,61	13,72		NbC	59	19,72	27,33	
Fe M ratio	NbC	87	217,88	38,53		FeC	1123	288,68	152,16	
1.8797 nm	NbC	82	24,82	68,01		FeC	4021	101,37	276,71	
binning 2	NbC	47	20,63	86,48		FeC	1432	57,94	57,10	
	NbC	43	83,38	94,03		und andere aber zu groß				
	NbC	46	275,00	242,89						
serie 10	NbC	30	213,00	99,50	serie 6	FeC	3899	139,62	161,91	
Fe M ratio	NbC	20	269,50	107,00	Fe M ratio	FeC	1431	412,20	371,74	
1.8797 nm	NbC	67	374,25	115,22		FeC	8811	178,84	301,76	
binning 2	NbC	53	19,80	188,61	1.8797 nm	und andere aber zu groß				
	NbC	25	19,50	211,50	binning 2					
	NbC	19	34,61	254,08						
	NbC	30	36,23	268,93	serie 7	NbC	87	318,84	112,60	
	NbC	46	41,87	306,11	Fe M ratio	NbC	106	262,50	128,00	
	NbC	25	25,50	310,50		NbC	334	469,66	143,21	
	TiNbNC	481	441,43	333,08	1.8797 nm	NbC	106	305,28	168,25	
					binning 2	NbC	90	244,48	173,20	
						NbC	107	228,60	211,51	
						NbC	104	295,83	214,83	
						NbC	25	291,50	252,50	
						NbC	54	10,87	264,41	
						NbC	59	380,70	272,58	
						NbC	78	195,00	278,00	
						NbC	24	360,00	320,00	
						NbC	54	17,00	402,39	
					serie 8	NbC	30	336,50	6,00	
					Fe M ratio	NbC	56	117,50	19,00	
						NbC	80	246,00	77,00	
					1.8797 nm	NbC	36	173,00	84,00	
					binning 2	NbC	64	283,00	157,00	
						NbC	49	9,50	163,50	
						NbC	62	78,44	185,45	
						NbC	248	415,62	226,18	
						NbC	110	17,29	19,69	
					serie 9	NbC	154	73,57	14,75	
					Fe M ratio	NbC	59	78,91	35,74	
						NbC	50	83,04	63,56	
					1.8797 nm	NbC	69	118,36	137,49	
					binning 2	NbC	77	99,40	153,72	

NbC

	NbC	126	74,01	196,48
	NbC	100	23,86	267,44
	NbC	73	25,32	288,32
serie 10	NbC	45	266,97	29,63
Fe M ratio	Nb(TiV)C	379	122,68	110,03
	NbC	22	150,59	309,59
1.8797 nm	NbC	67	233,40	313,19
binning 2	NbC	125	284,65	387,79
	NbC	68	102,56	492,84

Tabelle 10-4: Ermittelte Ausscheidungen im Rohr 139,7 x 11,13 mm MIT Kühlstrecke (S1 M5)

Außen					Innen				
Gerät	Type	Pixel	X	Y	Gerät	Type	Pixel	X	Y
serie 1	NbC	53	474,7	10,1	serie 1	NbTiC	46	14,11	8,26
Fe M ratio	NbC	9	487,5	30,5	Fe M ratio	NbTiC	42	48,86	69,88
1.8797nm	NbC	49	360,5	41,5	4.16703nm	NbTiC	34	51,65	131,12
binning 2	NbC	25	387,5	43,5	binning 2	NbTiC	69	62,69	219,38
	NbC	6	355,5	44,0	factor 2	NbTiC	88	9,11	11,51
	NbC	72	293,5	51,0		NbTiC	94	46,21	62,94
	FeC	762	20,5	58,5		NbTiC	107	47,11	101,31
	NbC	20	402,5	52,0		NbTiC	316	27,43	25,09
	NbC	30	3,0	55,5					
	NbC	70	339,5	62,0	serie 2	NbTiC	98	220,50	44,00
	NbC	8	474,0	96,0	Fe M ratio	NbTiC	40	172,50	123,00
	NbC	6	182,0	118,5	1.1879nm	NbTiC	42	31,00	211,50
	NbC	35	104,5	183,5	binning 2	NbTiC	12	52,50	7,00
	NbC	20	237,5	243,0		NbTiC	24	72,00	31,00
	NbC	48	361,0	263,0		NbTiC	112	14,84	76,07
	NbC	15	308,5	275,5					
	NbC	20	255,5	286,0	serie 3	NbTiC	115	332,58	9,58
	NbC	6	413,0	290,5	Fe M ratio	NbTiC	109	67,49	12,22
	NbC	35	420,5	302,5	1.1879nm	NbTiC	79	274,50	12,40
	NbC	25	268,5	319,5	binning 2	NbTiC	145	166,47	23,04
	NbC	20	102,0	360,5		NbTiC	42	307,50	33,00
	NbC	12	3,0	373,0		NbTiC	46	300,33	42,43
	NbC	42	57,5	373,0		NbTiC	95	319,04	65,05
	NbC	20	117,0	374,5		NbTiC	173	16,78	75,57
	NbC	30	169,0	375,5		NbTiC	94	225,24	79,30
	NbC	20	235,5	405,0		NbTiC	85	193,45	83,14
	NbC	4	1,0	405,0		NbTiC	139	61,46	128,90
	FeC	816	322,8	436,4		NbTiC	25	28,50	19,50
	NbC	30	60,0	460,5		NbTiC	35	14,50	74,50
	NbC	18	382,5	478,0		NbTiC	20	133,50	91,00
	NbC	18	387,5	478,0		NbTiC	68	44,72	12,93
	NbC	8	12,0	481,0		NbTiC	112	20,74	51,65
	NbC	6	15,0	480,5		NbTiC	82	12,38	9,51
						NbTiC	75	31,25	142,79
						NbTiC	111	38,29	193,64
serie 2	NbC	34	261,6	23,1	serie 4	NbTiC	35	335,41	12,19
Fe M ratio	NbC	35	165,2	37,1	Fe M ratio	NbTiC	269	152,75	24,66
1.8797nm	NbC	12	255,5	43,0	1.1879nm	NbTiC	76	7,57	22,95
binning 2	NbC	12	265,5	56,0	binning 2	NbTiC	51	388,79	25,44
	NbC	9	251,5	57,5		NbTiC	48	15,48	42,88
	NbC	33	47,9	65,8		NbTiC	93	63,91	12,04
	NbC	41	334,9	83,5		NbTiC	139	10,78	14,77
	NbC	17	500,9	119,6		NbTiC	90	61,74	128,17
	NbC	45	462,3	135,1					
	NbC	20	459,9	142,1					
	NbC	51	470,9	152,0					
	NbC	15	144,9	158,1					
	NbC	9	476,5	161,5	serie 5	NbTiC	165	213,65	11,89
	NbC	9	450,5	164,5	Fe M ratio	NbTiC	83	283,14	15,32
	NbC	9	186,5	170,5	1.1879nm	NbTiC	65	176,67	23,76
	NbC	12	166,5	188,0	binning 2	NbTiC	66	229,58	25,47
	NbC	30	32,0	225,1		NbTiC	56	12,02	26,11
	NbC	40	404,4	256,9		NbTiC	41	41,21	27,16
						NbTiC	69	176,05	51,56

	NbC	9	19,5	288,5		NbTiC	48	98,13	63,81
	NbC	9	253,5	303,5		NbTiC	45	70,77	64,21
	NbC	9	258,5	303,5		NbTiC	44	25,57	65,45
	NbC	9	230,5	304,5		NbTiC	80	25,00	17,00
	NbC	27	324,4	321,1		NbTiC	42	18,00	24,50
	NbC	27	450,1	382,4		NbTiC	227	21,07	19,72
	NbC	33	246,2	386,6					
	NbC	35	471,9	394,1	serie 6	NbTiC	47	22,37	81,50
serie 3	NbC	72	221,5	203,0	Fe M ratio	FeC	5798	68,11	69,80
Fe M ratio	NbC	63	229,5	217,5	1.1879nm	Al2O3	175	26,64	20,24
1.8797nm	NbC	15	418,5	241,5	binning 2	Al2O4	1997	53,41	60,23
binning 2	NbC	48	415,0	350,0					
	NbC	30	410,5	358,0	serie 7	NbTiC	44	56,45	9,55
	NbC	48	283,0	381,0	Fe M ratio	NbTiC	30	35,00	14,50
	NbC	64	262,0	412,0	1.1879nm	NbTiC	172	8,35	78,04
	NbC	36	235,0	429,0	binning 2	NbTiC	63	82,36	95,04
	NbC	6	479,0	482,5		NbTiC	25	129,50	170,50
	NbC	12	420,0	486,5		NbTiC	96	9,84	17,05
	NbC	12	463,0	500,5		Al2O3	274	39,29	21,43
						FeC	129	23,81	55,82
serie 4	NbC	42	229,0	12,5	serie 8	NbTiC	25	5,50	31,50
Fe M ratio	NbC	42	150,5	103,0	Fe M ratio	NbTiC	40	201,13	117,50
1.8797nm	NbC	16	192,0	144,0	1.1879nm	NbTiC	25	237,50	146,50
binning 2	NbC	49	123,5	187,5	binning 2	NbTiC	36	318,00	257,00
	NbC	36	347,0	197,0		Al2O3	5521	301,41	330,94
	NbC	56	335,0	198,5		NbTiC	30	61,50	329,00
	NbC	16	389,0	281,0		NbTiC	35	16,07	411,93
	NbC	49	253,5	455,5					
	FeC	4	51,0	83,5					
	FeC	313	111,1	95,3					
	FeC	307	65,3	113,3					
	FeC	439	28,6	136,0					
	FeC	1362	146,8	45,9					
	FeC	1580	115,5	234,5					
	FeC	6006	68,8	179,2					
serie 5	NbC	42	185,5	66,0					
Fe M ratio	NbC	56	160,5	96,0					
1.8797nm	NbC	25	323,5	107,5					
binning 2	NbC	100	434,0	114,0					
	NbC	56	486,5	134,0					
	NbC	30	267,0	153,5					
	NbC	8	446,0	176,0					
	NbC	49	358,5	225,5					
	NbC	56	105,0	227,5					
	NbC	42	200,5	250,0					
	NbC	64	487,0	295,0					
	NbC	12	402,0	300,5					
	NbC	9	465,5	336,5					
	NbC	42	164,5	406,0					
	NbC	4	245,0	412,0					
	NbC	100	376,0	424,0					
	NbC	30	258,0	432,5					
	NbC	42	453,5	443,0					
	NbC	12	213,0	471,5					
	NbC	6	453,5	489,0					
serie 6	NbC	12	374,0	179,5					
Fe M ratio	NbC	30	347,5	192,0					
1.8797nm	NbC	56	321,5	221,0					
binning 2	NbC	206	125,6	231,9					
	NbC	30	312,5	228,0					
	NbC	42	304,5	238,0					
	NbC	56	209,5	269,0					
	NbC	36	198,0	336,0					
	NbC	64	468,0	410,0					
	NbC	72	445,5	428,0					
	NbC	28	118,0	460,5					

serie 7	NbC	20	27,5	21,0
Fe M ratio	NbC	163	252,9	57,4
1.8797nm	NbC	35	179,5	77,5
binning 2	NbC	15	44,5	304,5
	FeC	337	58,3	312,2
	FeC	3335	51,5	52,3
serie 8	NbMoTiC	111	32,4	22,6
Fe M ratio	FeC	123	30,6	25,6
6.66112nm				
binning 2				
factor 4				
	NbC	48	62,0	42,0
serie 9	NbC	30	97,0	74,5
Fe M ratio	NbC	30	108,0	134,5
1.8797nm	NbC	110	144,2	16,7
binning 2	NbC	12	105,5	31,0
	NbC	81	27,0	55,4
	NbC	37	77,6	125,1
	NbC	96	16,3	21,2
	NbC	53	102,3	34,8
	NbC	36	79,0	40,0
	NbC	12	76,5	57,0
	NbC	48	64,0	78,0
	NbC	117	11,2	9,4
	NbC	20	73,0	16,5
	NbC	12	8,5	29,0
	NbC	34	67,0	44,0
	FeC	1075	40,1	37,2
	FeC	488	214,5	37,5
serie 10	FeC	523	358,8	41,8
Fe M ratio	NbC	60	316,2	33,8
1.8797nm	FeC	313	181,9	40,3
binning 2	FeC	140	296,1	35,8
	FeC	141	297,6	67,3
	FeC	788	273,6	151,7
	NbC	85	52,5	138,0
	NbC	56	170,8	163,2
	NbC	36	11,0	165,0
	FeC	101	185,5	178,8
	NbC	20	14,0	9,5

10.3 Routine für die Phasen-Analyse

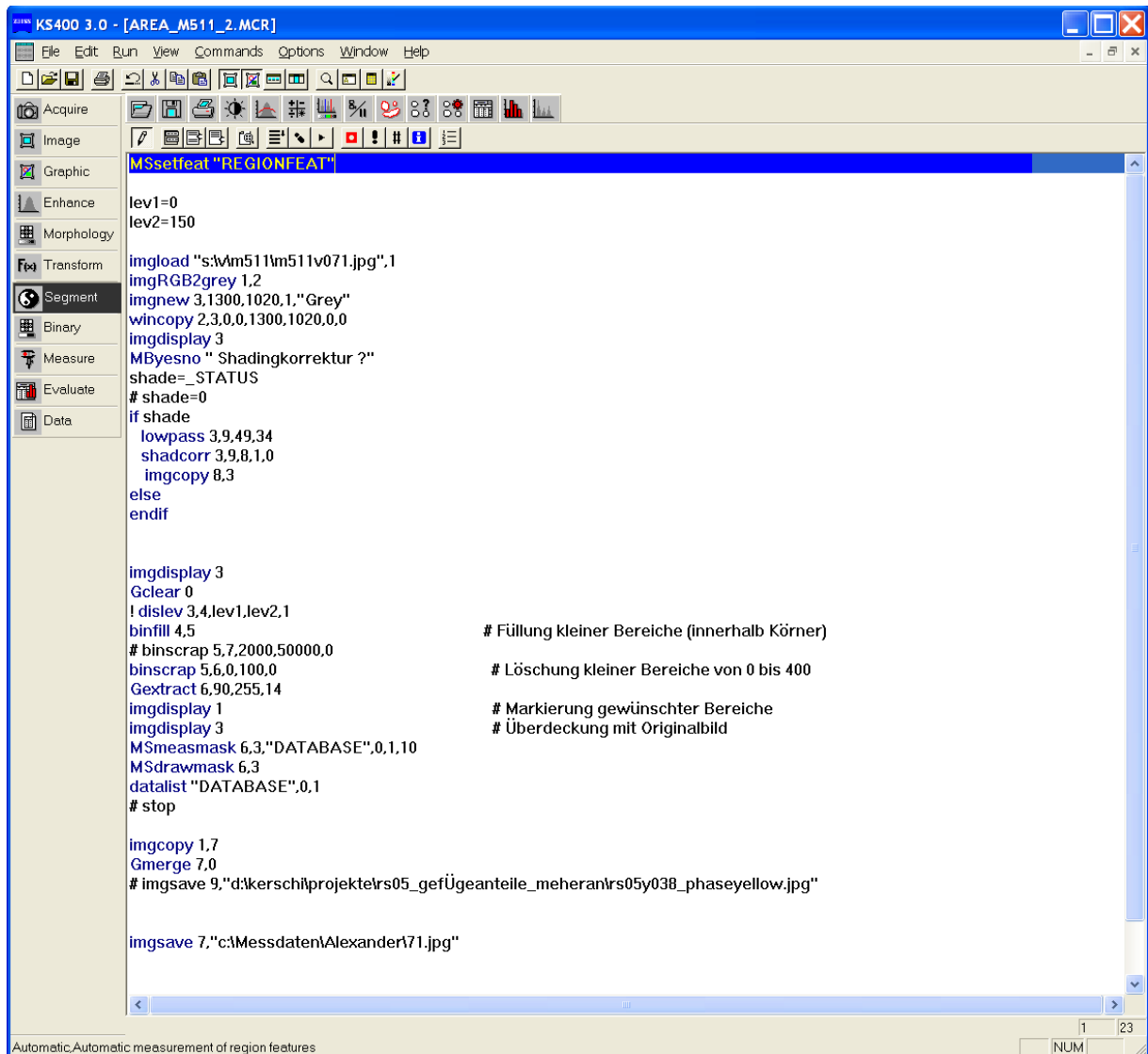
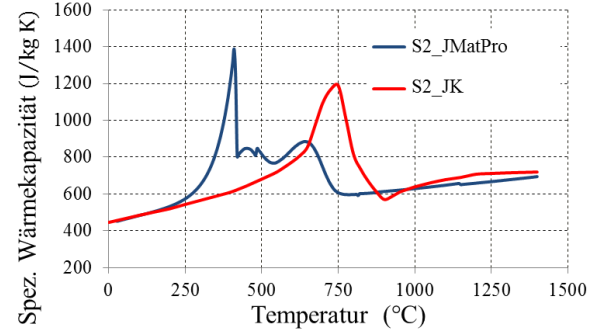
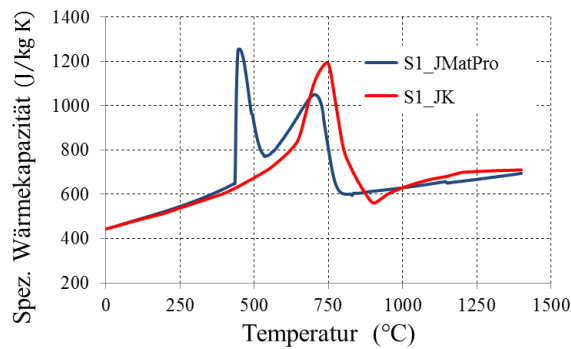
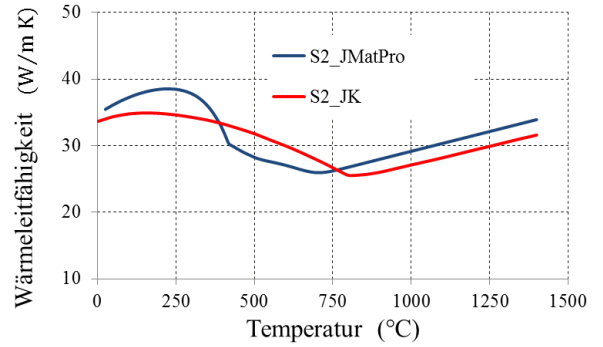
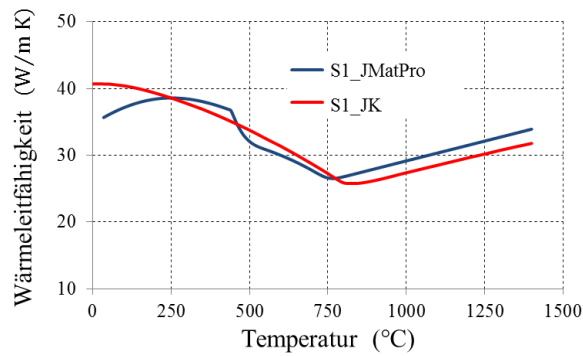
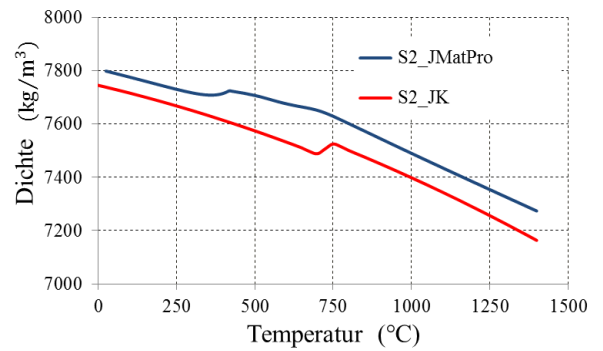
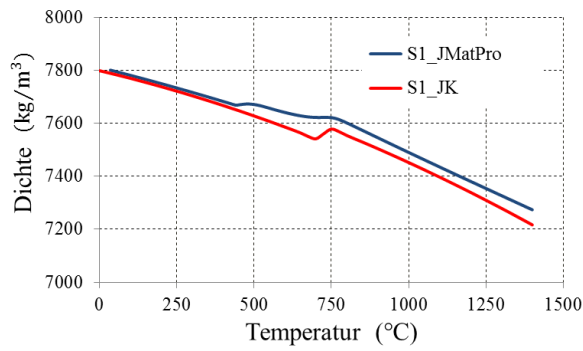


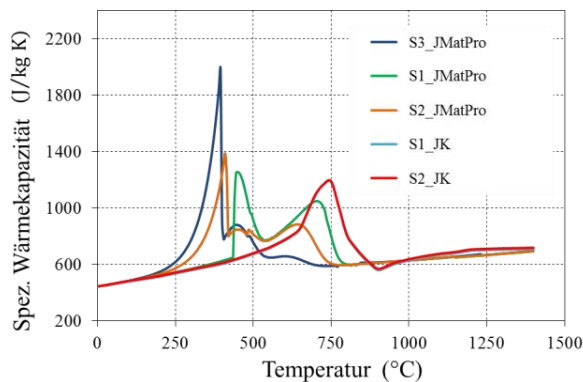
Bild 10-1: REM: Benutzeroberfläche der Software KS400 3.0 Version für die Phasen-Analyse und verwendete Routine.

10.4 Thermomechanischen Eigenschaften



a)

b)



c)

Bild 10-2: Die mittels JMatPro berechneten Eigenschaften Dichte, Wärmeleitfähigkeit und spezifische Wärmekapazität im Vergleich mit den aktuell im Produktionsmodell verwendeten Werten (JK) für: (a) S1, (b) S2 und (c) Schwankung bei S3.

RN9FL Properties

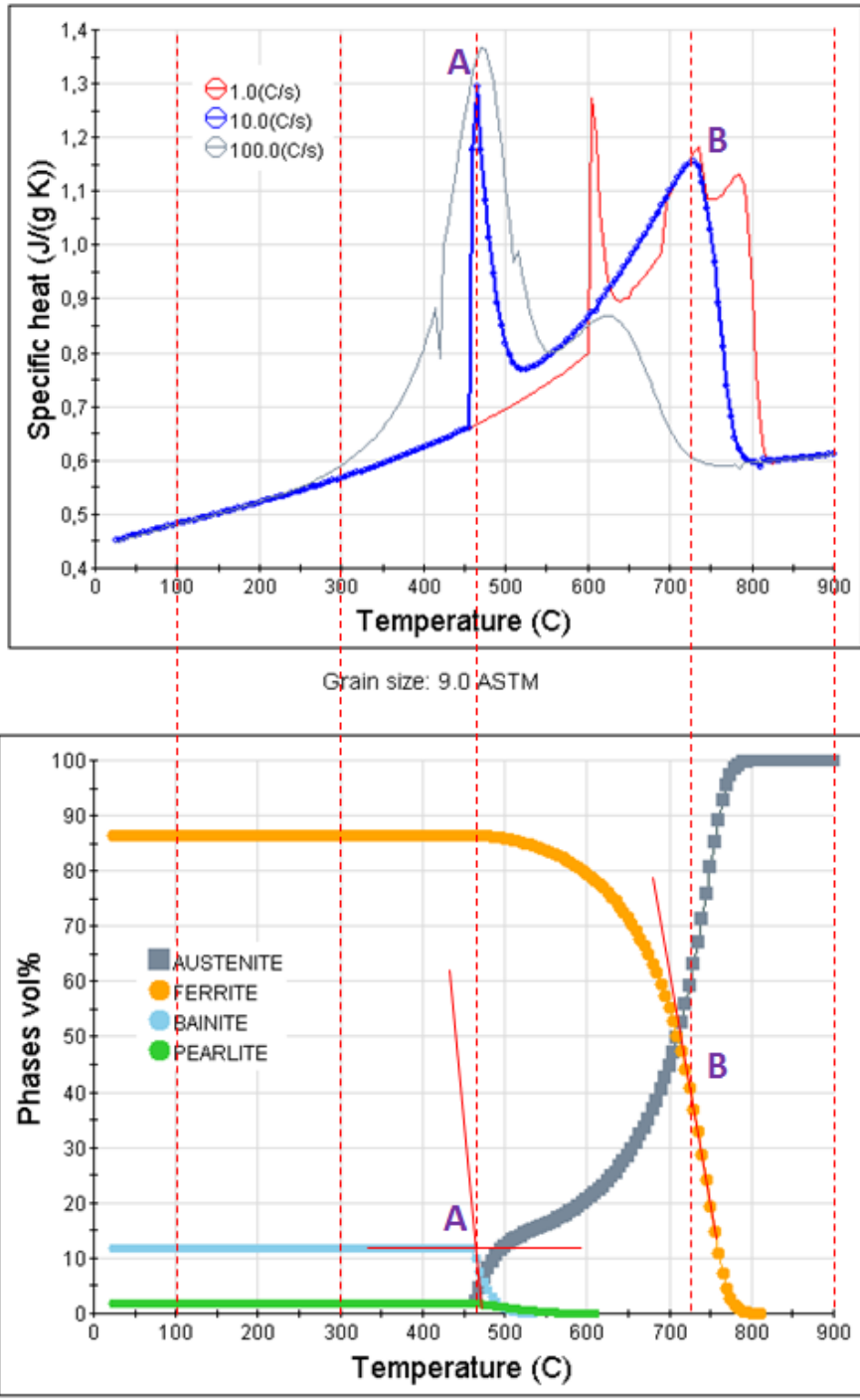
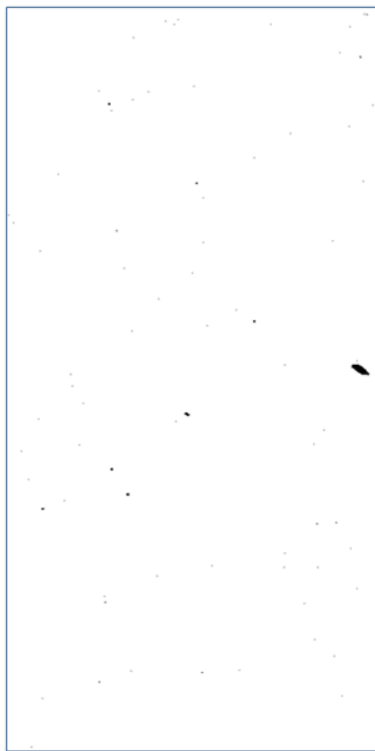


Bild 10-3: Zusammenhang zwischen den Peaks in der spezifischen Wärmekapazität für S1 (Originalbilder aus JMatPro).

10.5 Restliche REM-Mapping Bilder (JXA-8200 SuperProbe)



Fe

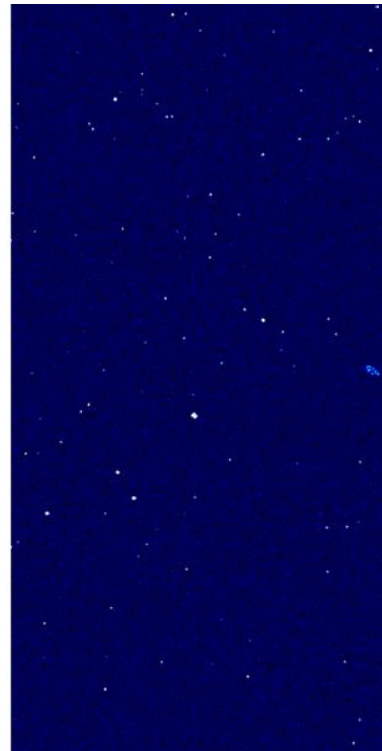
Fe Level Area%

60	22.6
77.3	
30	
0.1	
0	0.0
Ave	54

Group : IHS
Sample : Alex
21_1

Feb 14 22:57 2012
Acc. V 15.0 kV
Prob C 1.004e-07A
Prob Diam. (um) 0
Dwell (ms) 15.00
Stage No.3
X : 72.6178 mm
Y : 60.2638 mm
Z : 11.1888 mm
Direction: Single
Points 500*1000
Interval (um) X:1.50
Y:1.50

Fe MDS 3ch LIP
Kh Order 1
Peak Pos. (mm) 122.1400



Al

Al Level Area%

60	0.0
52	0.0
45	0.0
37	0.0
30	0.0
22	0.0
15	0.4
7	99.4
0	0.0
Ave	2

Group : IHS
Sample : Alex
21_1

Feb 14 22:57 2012
Acc. V 15.0 kV
Prob C 1.004e-07A
Prob Diam. (um) 0
Dwell (ms) 15.00
Stage No.3
X : 72.6178 mm
Y : 60.2638 mm
Z : 11.1888 mm
Direction: Single
Points 500*1000
Interval (um) X:1.50
Y:1.50

Al MDS 2ch TAP
Ka Order 1
Peak Pos. (mm) 90.6480

a)

b)



Mn

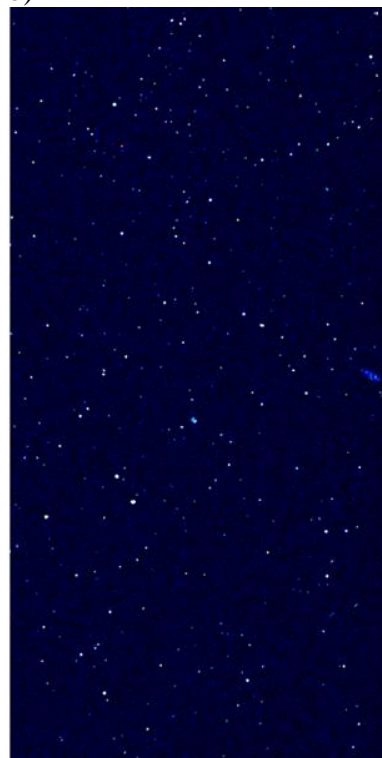
Mn Level Area%

100	0.1
1.1	
50	
98.8	
0	0.0
Ave	34

Group : IHS
Sample : Alex
21_1

Feb 14 22:57 2012
Acc. V 15.0 kV
Prob C 1.004e-07A
Prob Diam. (um) 0
Dwell (ms) 15.00
Stage No.3
X : 72.6178 mm
Y : 60.2638 mm
Z : 11.1888 mm
Direction: Single
Points 500*1000
Interval (um) X:1.50
Y:1.50

Mn MDS 3ch PETJ
Ka Order 1
Peak Pos. (mm) 66.8830



Mo

Mo Level Area%

50	0.1
43	0.0
37	0.0
31	0.0
25	0.0
18	0.1
12	0.2
6	99.5
0	0.0
Ave	1

Group : IHS
Sample : Alex
21_1

Feb 14 22:57 2012
Acc. V 15.0 kV
Prob C 1.004e-07A
Prob Diam. (um) 0
Dwell (ms) 15.00
Stage No.3
X : 72.6178 mm
Y : 60.2638 mm
Z : 11.1888 mm
Direction: Single
Points 500*1000
Interval (um) X:1.50
Y:1.50

Mo MDS 5ch PETH
La Order 1
Peak Pos. (mm) 173.1820

c)

d)



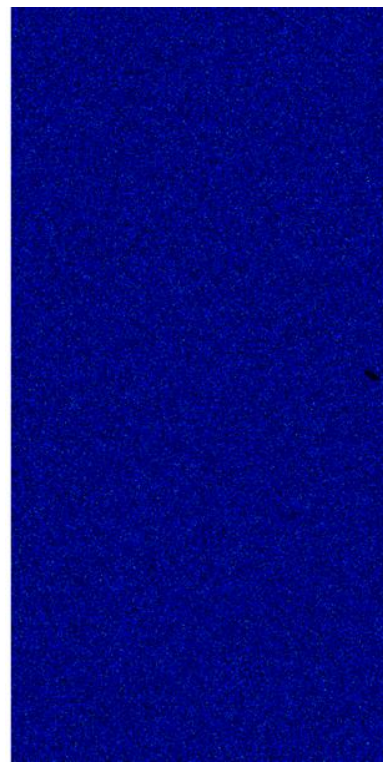
N

N Level Area%	0.0
10	0.0
5	0.5
0	99.5
Ave	0.0

Group : IHS
Sample : Alex
21_1

Feb 14 22:57 2012
Acc. V 15.0 kV
Prob C 1.004e-07A
Prob Diam. (um) 0
Dwell (ms) 15.00
Stage No.3
X : 72.6178 mm
Y : 60.2638 mm
Z : 11.1888 mm
Direction: Single
Points 500*1000
Interval(um) X:1.50
Y:1.50

N NDS 1ch LDE1
Ka Order 1
Peak Pos. (mm) 148.7870



V

V Level Area%	0.0
30	0.0
26	0.0
22	0.0
18	0.0
15	0.0
11	0.0
7	0.1
3	15.7
0	84.1
Ave	2.0

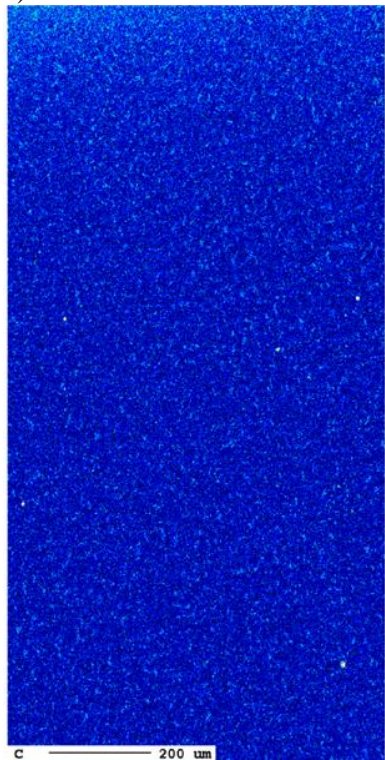
Group : IHS
Sample : Alex
21_1

Feb 14 22:57 2012
Acc. V 15.0 kV
Prob C 1.004e-07A
Prob Diam. (um) 0
Dwell (ms) 15.00
Stage No.3
X : 72.6178 mm
Y : 60.2638 mm
Z : 11.1888 mm
Direction: Single
Points 500*1000
Interval(um) X:1.50
Y:1.50

V NDS 4ch LIPH
Ka Order 1
Peak Pos. (mm) 174.2630

e)

f)



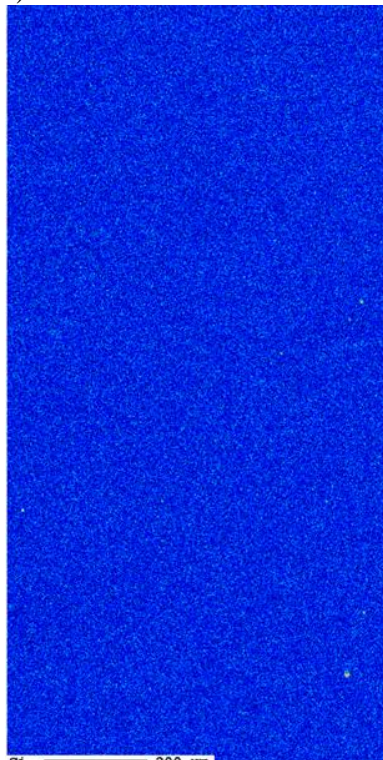
C

C Level Area%	0.0
50	0.0
43	0.0
37	0.0
31	0.0
25	0.0
18	0.1
12	2.3
6	35.8
0	61.8
Ave	5.0

Group : IHS
Sample : Alex
24_1

Feb 15 08:14 2012
Acc. V 15.0 kV
Prob C 1.007e-07A
Prob Diam. (um) 0
Dwell (ms) 15.00
Stage No.5
X : 45.2002 mm
Y : 86.1502 mm
Z : 11.1106 mm
Direction: Single
Points 500*1000
Interval(um) X:1.50
Y:1.50

C NDS 1ch LDE2
Ka Order 1
Peak Pos. (mm) 124.0920



Si

Si Level Area%	0.0
60	0.0
52	0.0
45	0.0
37	0.0
30	0.0
22	0.0
15	3.9
7	62.9
0	33.2
Ave	8.0

Group : IHS
Sample : Alex
24_1

Feb 15 08:14 2012
Acc. V 15.0 kV
Prob C 1.007e-07A
Prob Diam. (um) 0
Dwell (ms) 15.00
Stage No.5
X : 45.2002 mm
Y : 86.1502 mm
Z : 11.1106 mm
Direction: Single
Points 500*1000
Interval(um) X:1.50
Y:1.50

Si NDS 2ch TAP
Ka Order 1
Peak Pos. (mm) 77.4480

g)

h)

Bild 10-4: REM-Mapping Bilder (JXA-8200 SuperProbe) für die einzelnen Elemente: (a) Fe, (b) Al, (c) Mn, (d) Mo, (e) N, (f) V, (g) C und (h) Si.

10.6 MatCalc Skript

```
$ Script for MatCalc
$ Created: 20.12.2013 (created in cooperation with CDL - Early Stages of Precipitation)
$ MatCalc Version: 5.53.0031
$ Databases: mc_fe_v1.028.tdb, mc_fe_v1.001.ddb
$ Revisions: none till now

USE_MODULE core
NEW_WORKSPACE

$$*****
***** VARIABLES (used later in script) *****
*****$$

$ ***** Variables for the first deformation stage *****

$ Start temperature of the deformation stage
SET_VARIABLE_VALUE start_temp_1 1200

$ End temperature of the deformation stage
SET_VARIABLE_VALUE end_temp_1 800

$ Temperature difference
SET_VARIABLE_VALUE temp_diff_1 end_temp_1-start_temp_1

$ First deformation stage duration
SET_VARIABLE_VALUE time_1 150

$ First the number of the deformation steps is defined
SET_VARIABLE_VALUE deform_step_num_1 10

$ Next comes the total strain introduced at this stage defined as ln(L/L0)
SET_VARIABLE_VALUE ln_strain_1 0,5

$ What will be needed is the strain during a single deformation step
$ Assuming that the strain is the same during all the deformation steps,
$ the single step strain is defined
SET_VARIABLE_VALUE ln_strain_single_1 ln_strain_1/deform_step_num_1

$ MatCalc uses the engineering strain, defined as (L-L0)/L0
SET_VARIABLE_VALUE epsi_1 exp(ln_strain_single_1)-1

$ The strain rate at this stage
SET_VARIABLE_VALUE strain_rate_1 0,2

$ The total time of deformation is thus given as
SET_VARIABLE_VALUE deform_time_1 ln_strain_1/strain_rate_1

$ The time of the single deformation is thus assumed as
SET_VARIABLE_VALUE time_on_roll_1 deform_time_1/deform_step_num_1

$ The (engineering) strain rate (during a single deformation step) required by MatCalc is then defined
SET_VARIABLE_VALUE epsdot_1 epsi_1/time_on_roll_1

$ ***** Variables for the second deformation stage *****

$ Start temperature of the deformation stage
$ (This will be varied later in the script)
SET_VARIABLE_VALUE start_temp_2 950

$ First the number of the deformation steps is defined
SET_VARIABLE_VALUE deform_step_num_2 1

$ Next comes the total strain introduced at this stage defined as ln(L/L0)
SET_VARIABLE_VALUE ln_strain_2 1

$ What will be needed is the strain during a single deformation step
$ Assuming that the strain is the same during all the deformation steps,
$ the single step strain is defined
SET_VARIABLE_VALUE ln_strain_single_2 ln_strain_2/deform_step_num_2

$ MatCalc uses the engineering strain, defined as (L-L0)/L0
SET_VARIABLE_VALUE epsi_2 exp(ln_strain_single_2)-1

$ The strain rate at this stage
SET_VARIABLE_VALUE strain_rate_2 0,2

$ The total time of deformation is thus given as
SET_VARIABLE_VALUE deform_time_2 ln_strain_2/strain_rate_2

$ The time of the single deformation is thus assumed as
SET_VARIABLE_VALUE time_on_roll_2 deform_time_2/deform_step_num_2
```

\$ The (engineering) strain rate (during a single deformation step) required by MatCalc is then defined
SET_VARIABLE_VALUE epsdot_2 epsi_2/time_on_roll_2

\$\$\$\$*****

SYSTEM SETUP *****
***** (thermodynamics, composition, initial equilibrium) *****
*****\$\$\$\$

\$ Thermodynamic data
OPEN_THERMODYN_DATABASE mc_fe_v1.028.tdb
SELECT_ELEMENTS c si mn al ti v n nb
SELECT_PHASES liquid fcc_a1 bcc_a2 cementite m7c3 aln
READ_THERMODYN_DATABASE

\$ Diffusion data
READ_MOBILITY_DATABASE mc_fe_v1.001.ddb

\$ Chemical composition (wt.%)
ENTER_COMPOSITION WP c=0.0787 si=0.3028 mn=1.544 al=0.036 ti=0.0143 v=0.05 n=0.0045 nb=0.035

\$ Definition of carbonitride-phases with fcc-structure.
\$ "fcc_a1#01" is to be a titanium carbonitride ("fcc_a1#01" is created automatically by the database)
CHANGE_PHASE_STATUS fcc_a1#01 M :ti:c:n: \$ Major constituents for fcc_a1#01
CHANGE_PHASE_STATUS fcc_a1#01 F E S \$ Enforce the major constituents

\$ "fcc_a1#02" is to be a niobium carbonitride
CREATE_NEW_PHASE fcc_a1 E \$ Creates fcc_a1#02
CHANGE_PHASE_STATUS fcc_a1#02 M :nb:c:n: \$ Major constituents for fcc_a1#02
CHANGE_PHASE_STATUS fcc_a1#02 F E S \$ Enforce the major constituents

\$ Initial equilibrium at 1000°C
SET_AUTOMATIC_STARTVALUES
SET_TEMPERATURE_CELSIUS 1000
CALCULATE EQUILIRIUM

\$\$\$\$*****
***** PRECIPITATION DOMAINS *****
*****\$\$\$\$

\$ Austenite domain is created. Additionally, an auxiliary domain "deform" is created. It is identical with austenite, which it will substitute during the second deformation stage. This will allow to identify the precipitates nucleating at the second deformation stage

\$ Austenite domain
CREATE_PRECIPITATION_DOMAIN austenite
SET_PRECIPITATION_PARAMETER austenite X fcc_a1 \$ Thermodynamics of fcc_a1 phase
SET_PRECIPITATION_PARAMETER austenite T D E 1e11 \$ Equilibrium dislocation density
SET_PRECIPITATION_PARAMETER austenite T E E Y \$ Dislocation density evolution switched ON
SET_PRECIPITATION_PARAMETER austenite T E A 75 \$ A-value (Sherstnev model)
SET_PRECIPITATION_PARAMETER austenite T E B 4 \$ B-value (Sherstnev model)
SET_PRECIPITATION_PARAMETER austenite T E c 5e-5 \$ C-value (Sherstnev model)
SET_PRECIPITATION_PARAMETER austenite S N S 0,15 \$ Interfacial energy of the subgrains (needed for the dislocation density recovery)

\$ Deformation domain
CREATE_NEW_PHASE fcc_a1 E \$ New equilibrium phase is created as a basis for the new domain
CREATE_PRECIPITATION_DOMAIN deform
SET_PRECIPITATION_PARAMETER deform X fcc_a1#03 \$ Thermodynamics of fcc_a1#03 phase
SET_PRECIPITATION_PARAMETER deform T D E 1e11 \$ Equilibrium dislocation density
SET_PRECIPITATION_PARAMETER deform T E E Y \$ Dislocation density evolution ON
SET_PRECIPITATION_PARAMETER deform T E A 75 \$ A-value (Sherstnev model)
SET_PRECIPITATION_PARAMETER deform T E B 4 \$ B-value (Sherstnev model)
SET_PRECIPITATION_PARAMETER deform T E c 5e-5 \$ C-value (Sherstnev model)

\$\$\$\$*****
***** PRECIPITATION PHASES *****
*****\$\$\$\$

\$ Titanium carbonitride created during the first deformation stage
CREATE_NEW_PHASE fcc_a1#01 P Ti(C,N)_1st_roll
SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#01_p0 N S D \$ Nucleation sites: dislocations
SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#01_p0 F Y 6000 \$ Critical temperature (needed for the diff. interf. energy model)
SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#01_p0 N P Y austenite \$ Nucleation restricted to austenite domain
SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#01_p0 T M N 0.1 \$ Volumetric misfit value
SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#01_p0 N F Y \$ Volumetric misfit influence on nucleation is ON

\$ Niobium carbonitride created during the first deformation stage
CREATE_NEW_PHASE fcc_a1#02 P Nb(C,N)_1st_roll
SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#02_p0 N S D \$ Nucleation sites: dislocations
SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#02_p0 F Y 3500 \$ Critical temperature (needed for the diff. interf. energy model)
SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#02_p0 N P Y austenite \$ Nucleation restricted to austenite domain
SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#02_p0 T M N 0.1 \$ Volumetric misfit value
SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#02_p0 N F Y \$ Volumetric misfit influence on nucleation is ON

\$ Titanium carbonitride created during the second deformation stage
CREATE_NEW_PHASE fcc_a1#01 P Ti(C,N)_2nd_roll

```

SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#01_p1 N S D           $ Nucleation sites: dislocations
SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#01_p1 F Y 6000       $ Critical temperature (needed for the diff. interf. energy model)
SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#01_p1 N P Y deform   $ Nucleation restricted to deformation domain
SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#01_p1 T M N 0.1     $ Volumetric misfit value
SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#01_p1 N F Y         $ Volumetric misfit influence on nucleation is ON

$ Niobium carbonitride created during the second deformation stage
CREATE_NEW_PHASE fcc_a1#02 P Nb(C,N)_2nd_rol
SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#02_p1 N S D           $ Nucleation sites: dislocations
SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#02_p1 F Y 3500       $ Critical temperature (needed for the diff. interf. energy model)
SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#02_p1 N P Y deform   $ Nucleation restricted to deformation domain
SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#02_p1 T M N 0.1     $ Volumetric misfit value
SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#02_p1 N F Y         $ Volumetric misfit influence on nucleation is ON

$ Primary titanium carbonitride
CREATE_NEW_PHASE fcc_a1#01 P primary_tin
SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#01_p2 N S N           $ No nucleation sites (the phase may grow only)

$ Secondary titanium carbonitride
CREATE_NEW_PHASE fcc_a1#01 P secondary_tin
SET_PRECIPITATION_PARAMETER fcc_a1#01_p3 N S N           $ No nucleation sites (the phase may grow only)

$$$$
*****          HEAT TREATMENTS          *****
$$$$

$ ***** First deformation stage *****
CREATE_HEAT_TREATMENT first_deformation

$ The first deformation stage is approximated as a sum of the single deformation parts.
$ Each single deformation part consist of a single isothermal deformation step
$ followed by a temperature fall.
$ Of course, the number of the deformation parts is specified by the 'deform_step_num' variable.
$ The next two segments define the first deformation part
$ At first, the isothermal deformation step is defined
$ (additionally, the precipitate populations from the previous material history are introduced)

APPEND_HT_SEGMENT first_deformation
EDIT_HT_SEGMENT first_deformation . S start_temp_1       $ Start temperature
EDIT_HT_SEGMENT first_deformation . 4 epsi_1             $ Accumulated strain (from variable defined at the beginning)
EDIT_HT_SEGMENT first_deformation . E epsdot_1           $ Strain rate (from variable defined at the beginning)
EDIT_HT_SEGMENT first_deformation . D N austenite        $ Precipitation domain
EDIT_HT_SEGMENT first_deformation . R +IMPORT_PRECIPITATE_DIST fcc_a1#01_p3 secondary_tin.txt $ Prescript: Load the
secondary titanium carbonitride precipitate
EDIT_HT_SEGMENT first_deformation . R +IMPORT_PRECIPITATE_DIST fcc_a1#01_p2 primary_tin_initial.txt $ Prescript: Load the
primary titanium carbonitride precipitate

$ Next, the segment describing the temperature fall is defined
APPEND_HT_SEGMENT first_deformation
EDIT_HT_SEGMENT first_deformation . 3 start_temp_1+temp_diff_1/deform_step_num_1 time_1/deform_step_num_1-time_on_rol_1 $ Target
temperature, time
EDIT_HT_SEGMENT first_deformation . D Y                   $ Precipitation domain
inherited from the previous segment

$ Now, the above deformation part is repeated with a help of the loop
FOR(dum1;2.. deform_step_num_1)

APPEND_HT_SEGMENT first_deformation
EDIT_HT_SEGMENT first_deformation . 4 epsi_1             $ Accumulated strain
EDIT_HT_SEGMENT first_deformation . E epsdot_1           $ Strain rate
EDIT_HT_SEGMENT first_deformation . D Y                   $ Precipitation domain inherited from the previous segment

APPEND_HT_SEGMENT first_deformation
EDIT_HT_SEGMENT first_deformation . 3 start_temp_1+dum1*temp_diff_1/deform_step_num_1 time_1/deform_step_num_1-time_on_rol_1 $
Target temperature, time
EDIT_HT_SEGMENT first_deformation . D Y                   $ Precipitation
domain inherited from the previous segment

ENDFOR

$ ***** Heating up towards the second deformation *****
CREATE_HEAT_TREATMENT heating

APPEND_HT_SEGMENT heating
EDIT_HT_SEGMENT heating . S end_temp_1                   $ Start temperature
EDIT_HT_SEGMENT heating . D N austenite                  $ Precipitation domain
EDIT_HT_SEGMENT heating . 1 start_temp_2 0.1            $ Target temperature, cooling rate
EDIT_HT_SEGMENT heating . R +SET_PRECIPITATION_PARAMETER austenite T D X exdd1 $ Prescript: Set the dislocation density to the value
of exdd1 variable (defined later)

$ ***** Second deformation stage *****
CREATE_HEAT_TREATMENT second_deformation

APPEND_HT_SEGMENT second_deformation

```

```

EDIT_HT_SEGMENT second_deformation . S start_temp_2 $ Start temperature
EDIT_HT_SEGMENT second_deformation . 4 epsi_2 $ Accumulated strain
EDIT_HT_SEGMENT second_deformation . E epsdot_2 $ Strain rate
EDIT_HT_SEGMENT second_deformation . D N deform $ Precipitation domain
EDIT_HT_SEGMENT second_deformation . R +SET_PRECIPITATION_PARAMETER deform T D X exdd2 $ Prescript: Set the dislocation density
to the value of exdd2 variable (defined later)

$$*****
***** PLOTS *****
*****$$

NEW_GUI_WINDOW p1 $ Create plot window
MOVE_GUI_WINDOW . 75 15 880 790 $ Move and resize plot window

$ Default x-axis properties
SET_GUI_WINDOW_PROPERTY . S U Y $ Use default x-axis for all plots
SET_GUI_WINDOW_PROPERTY . S T time / s $ Axis title

SET_GUI_WINDOW_PROPERTY . N 2 $ Plots displayed in two columns

$ ***** Plot: Temperature *****
SET_PLOT_OPTION . A Y 1 T temperature / C $ y-axis title
SET_PLOT_OPTION . S N B t$c $ Add new buffer series (T$c variable – temperature in °C)

$ ***** Plot: Phase fractions *****
CREATE_NEW_PLOT X .
SET_PLOT_OPTION . L A Y $ Use 'kinetic alias' names for phases
SET_PLOT_OPTION . A Y 1 T phase fraction $ y-axis title
SET_PLOT_OPTION . S N B f_prec$* $ add series $ Add new buffer series (f_prec$* variable – phase fractions of all precipitate
phases)

$ ***** Plot: Precipitate number densities *****
CREATE_NEW_PLOT X .
SET_PLOT_OPTION . L A Y $ Use 'kinetic alias' names for phases
SET_PLOT_OPTION . A Y 1 T number density / m<sup>-3</sup> $ y-axis title
SET_PLOT_OPTION . A Y 1 Y log $ y-axis scale: logarithmic
SET_PLOT_OPTION . A Y 1 S 1e10.. $ y-axis scaling range (starts at 1e10)
SET_PLOT_OPTION . S N B num_prec$* $ Add new buffer series (num_prec$* variable – number density of all precipitate
phases)

$ ***** Plot: Mean radii *****
CREATE_NEW_PLOT X .
SET_PLOT_OPTION . L A Y $ Use 'kinetic alias' names for phases
SET_PLOT_OPTION . A Y 1 T mean radius / nm $ y-axis title
SET_PLOT_OPTION . A Y 1 Y log $ y-axis scale: logarithmic
SET_PLOT_OPTION . A Y 1 S 1e-1.. $ y-axis scaling range (starts at 1e-1)
SET_PLOT_OPTION . A Y 1 F 1e9 $ y-axis factor (results in the nanometer unit)
SET_PLOT_OPTION . S N B r_mean$* $ Add new buffer series (r_mean$* variable – mean radii of all precipitate phases)

$ ***** Plot: Dislocation density *****
CREATE_NEW_PLOT X .
SET_PLOT_OPTION . L A Y $ Use 'kinetic alias' names for phases
SET_PLOT_OPTION . A Y 1 T dislocation density / m<sup>-2</sup> $ y-axis title
SET_PLOT_OPTION . A Y 1 Y log $ y-axis scale: logarithmic
SET_PLOT_OPTION . S N B ddt$* $ Add new buffer series (ddt$* variable – total dislocation densities in all precipi-
tation domains)

$$*****
***** SIMULATION *****
*****$$

$ First, let's simulate the first deformation stage
SET_SIMULATION_PARAMETER T H first_deformation 10 $ Simulate the "first_deformation" heat treatment, with max 10°C calculation
step
START_PRECIPITATE_SIMULATION $ Start calculation

$ Store the result of the calculation as a 'calc-state'
CREATE_CALC_STATE after_fd $ Creates/defines a calc-state
STORE_CALC_STATE $ Stores the output in the calc-state

$ Store the excess dislocation density of austenite domain in the variable
$ (this will be introduced in the next heat-treatment with the prescript)
SET_VARIABLE_VALUE exdd1 ddx$austenite

$ With the loop the start temperature of the second deformation step is varied
FOR(start_temp_2;950..1100:3)
EDIT_HT_SEGMENT heating 0 1 start_temp_2 0.1 $ Modifies the segment of the "heating" heat treatment (defines the temperature
and time of the segment)

$ Every calculation of the heating stage is kept in a separate buffer. So the buffers are created here
FORMAT_VARIABLE_STRING buffername1 "pre_%d" start_temp_2 $ Defines a string variable "pre_#start_temp_2" (e.g. "pre_950")
CREATE_CALC_BUFFER #buffername1 $ Creates the buffer with the desired name
SELECT_CALC_BUFFER #buffername1 $ Selects the buffer with the desired name
SET_GUI_WINDOW_PROPERTY . B #buffername1 $ Plots displays the data from the desired buffer

```

```

$ Now, let's simulate the heating up step
SET_SIMULATION_PARAMETER S L after_fd
SET_SIMULATION_PARAMETER T H heating 10
START_PRECIPITATE_SIMULATION

$ Start the calculation from the stored calc-state
$ Simulate the "heating" heat treatment, with max step of 10°C

$ Again, store the result of the calculation as another 'calc-state'
$ (overwritten at every loop run)
CREATE_CALC_STATE after_h
STORE_CALC_STATE

$ Creates/defines a calc-state
$ Stores the output in the calc-state

$ Again, store the excess dislocation density of austenite domain in the variable
$ (this will be introduced in the next heat-treatment with the prescript)
SET_VARIABLE_VALUE exdd2 ddx$austenite

$ And again, the buffers are created, this time for the second deformation stage
FORMAT_VARIABLE_STRING buffername2 "%d" start_temp_2
CREATE_CALC_BUFFER #buffername2
SELECT_CALC_BUFFER #buffername2
SET_GUI_WINDOW_PROPERTY . B #buffername2

$ Defines a string variable "#start_temp_2" (e.g. "950")
$ Creates the buffer with the desired name
$ Selects the buffer with the desired name
$ Plots displays the data from the desired buffer

$ The start temperature for the second deformation stage is selected
EDIT_HT_SEGMENT second_deformation . S start_temp_2
(defines the start temperature)

$ Modifies the segment of the "second_deformation" heat treatment

$ At the end, the second deformation step is simulated
SET_SIMULATION_PARAMETER S L after_h
SET_SIMULATION_PARAMETER T H second_deformation 10
10°C
START_PRECIPITATE_SIMULATION
ENDFOR

$ Start the calculation from the stored calc-state
$ Simulate the "second_deformation" heat treatment, with max step of

SAVE_WORKSPACE timoshenkov_caiwcmm.mcw
$ Saving the MatCalc workspace
$exit

```

11 Abbildungsverzeichnis

Bild 3-1: Fließbild des Rohrwalzprozesses mit den wesentlichen Messstellen [4].	4
Bild 3-2: Ursachen-Wirkungs-Diagramm der Einflussfaktoren auf die optimierten mechanisch-technologischen Eigenschaften beim Walzen von nahtlosen Stahlrohren [4].	6
Bild 3-3: Struktur des Prozessmodells zum Rohrwalzen [4].	7
Bild 3-4: Flussbild der Berechnungsabfolge einer vollständigen Simulation [4].	8
Bild 3-5: Schematische Darstellung des Rekristallisationsablaufes: (a) stark umgeformter Zustand, (b) Keimbildung, (c) abgeschlossene primäre Rekristallisation, (d) abgeschlossene sekundäre Rekristallisation [15].	10
Bild 3-6: Schematische Darstellung einer Fließkurve [20].	11
Bild 3-7: Fließkurven eines Stahls bei 1100°C und verschiedenen Dehngeschwindigkeiten [21].	11
Bild 3-8: Warmfließkurve mit (a) aufeinander folgenden und (b) mit sich überlagernden Rekristallisationszyklen [20].	12
Bild 3-9: Schematische Darstellung einer Fließkurve während der Umformung im Austenit [23].	12
Bild 3-10: Schematische Darstellung einer Fließkurve während der Umformung im Ferrit [23].	12
Bild 3-11: 50% Entfestigung durch postdynamische Rekristallisation bei $\varepsilon = 3 s - 1$ [25].	13
Bild 3-12: Zusammenhang zwischen Verhältnis $\varepsilon c \rho$ und Zener-Hollomon Parameter [25].	13
Bild 3-13: Austenitkornentwicklung bei	14
Bild 3-14: Rekristallisierte Austenitkorngröße für einen C-Mn- und Nb-legierten Stahl [26].	14
Bild 3-15: Haltezeit für 90i% Entfestigung durch statische Rekristallisation bei C-Mn-Stahl [28].	15
Bild 3-16: Einfluss der Mikrolegierung auf die Ausbildung der Fließkurve (schematisch) [23].	15
Bild 3-17: Einfluss der Nb-, Ti-, und V-Konzentration auf die T_{nr} für einen 0,15i% C-Stahl [29].	15
Bild 3-18: Anstieg der T_{nr} für einen Stahl mit 0,07i% C, 1,4i% Mn und 0,25i% Si [30].	15
Bild 3-19: Simulation der mehrstufigen Warmversuche an einem Mn-Ti-Stahl [32].	16
Bild 3-20: Ermittlung der Rekristallisationsstoptemperatur (T_{nr}) [32].	16
Bild 3-21: Schematische Darstellung von einem RPTT-Diagramm [28].	16
Bild 3-22: RPTT-Diagramm für C-Mn-Nb-Stahl nach unterschiedlichen Umformgraden [35].	16
Bild 3-23: Schematische Darstellung der Annäherung an den Gleichgewichtszustand. (a) Die Zeit ist eine Funktion der Temperatur, (b) Die Temperatur-Zeit-Darstellung mit einer Umwandlungskurve [56].	24
Bild 3-24: Thermodynamisches Potenzial als Funktion des Kugelradius bei der homogenen Keimbildung [57].	26
Bild 3-25: (a) Die Keimbildungsgeschwindigkeit und (b) die resultierende Gesamtumwandlungsgeschwindigkeit [56].	26
Bild 3-26: ZTU-Diagramm für (a) isotherme Behandlung und (b) kontinuierliche Abkühlung [58].	27
Bild 3-27: (a) Dilatometerkurve, Längenänderung einer Eisenprobe bei Erwärmung und (b) Packungsdichte [60].	29
Bild 3-28: Einfluss der Legierungselemente auf das Umwandlungsverhalten bei Stählen [64].	30
Bild 3-29: (a) Einfluss der Umformung auf die Verschiebung der A_{r3} -Temperatur in C-Mn Stahl ohne und (b) mit Nb-Mikrolegierung [71].	31
Bild 3-30: (a) Schematische Darstellung der Änderung der freien Energie-Kurve des verformten Austenits und (b) Fe-C-Diagramm, Änderung der Umwandlungstemperatur durch Verformung [64].	31
Bild 3-31: Einfluss der Austenitisierungstemperatur (Austenit-Korngröße) auf das Umwandlungsverhalten (a) Stahl 1 und (b) Stahl 2; A – Austenit, F – Ferrit, B – Bainit, M - Martensit [72].	32
Bild 3-32: Ausscheidungsbildung an Versetzungen: (a) Keime von kfz-Goldteilchen bilden sich im krz Eisen-Goldmischkristall durch Aufspalten von Versetzungen, (b) die Hellfeldaufnahme zur Abbildung der Versetzungen und (c) die Dunkelfeldaufnahme zur Abbildung der Teilchen [113].	37
Bild 3-33: Schematischer Strahlengang bei (a) Hellfeldabbildung, (b) Dunkelfeld durch Verschieben der Objektivaperturbblende und (c) Dunkelfeld durch Kippen des Strahlerzeugers.	38
Bild 4-1: DIL 805A/D (a) Konfiguration Abschreckdilatometer 1) Temperaturmessung, 2) induktive Heizspirale, 3) Längenänderungsmessung (LVDT); und (b) Konfiguration Umformdilatometer 4) Kraftsensor, 5) Deformationsstempel und Heizspirale.	42
Bild 4-2: JXA-8200 SuperProbe Electron Probe Microanalyzer (EPMA).	42
Bild 4-3: Transmissionselektronenmikroskop Philips CM20/STEM.	43
Bild 4-4: Schematische Darstellung der eingebrachten Verformung: (a) bei konstanter Temperatur und (b) während der Kühlung.	44
Bild 4-5: Auswertung einer Dilatometerkurve mittels Tangentenmethode [134].	45
Bild 4-6: Ermittlung des Umwandlungspunktes mithilfe der 1. Ableitung der Dilatometerkurve [134].	45

Bild 4-7: Lichtmikroskopische Aufnahme vom Werkstoff S1 mit: (a) 20-facher und (b) 200-facher Vergrößerung. .46	46
Bild 4-8: Thermomechanische Behandlung der untersuchten Proben (T – Temperaturgradient, $T\phi$ – Verformungstemperatur).47	47
Bild 4-9: Schematische Darstellung (a) Geometrie einer TEM Probe und (b) der durchstrahlbare Bereiche in einer TEM Probe, Hellgrau: durchstrahlbare Bereiche, Rot: Bildausschnitte [136].....48	48
Bild 4-10: EFTEM: Schematische Darstellung der Zweifenster Technik [136].....49	49
Bild 4-11: EFTEM: Schematische Darstellung der Dreifenster Technik [136].....49	49
Bild 4-12: Schematische Zusammensetzung eines EEL-Spektrums.50	50
Bild 4-13: (a) Zero-loss Hellfeldabbildung im TEM, (b) Fe jump-ratio-Bild, (c) C jump-ratio-Bild und (d) Nb jump-ratio-Bild.51	51
Bild 4-14: Bild mit relativer Schichtdicke gespeichert mit unterschiedlichen Binnings.52	52
Bild 4-15: Bild mit maximalen relativen Schichtdicken: (a) 1, (b) 2, (c) 4 und (d) 8.....52	52
Bild 4-16: Zwei kugelförmige Ausscheidungen mit verschiedenem Durchmesser D_1 , D_2 und verschiedenen Volumsanteilen V_1 , V_2 erzeugen in der Probe die gleichen Messwerte A , d [136].54	54
Bild 5-1: Zweidimensionales ZA-Modell: (a) Definition der Korngrenzen und (b) Moore-Nachbarschaft.57	57
Bild 6-1: Austenit/Ferrit-Umwandlungstemperatur aus den dilatometrischen Versuchen mit variiertem Verformungsgrad und variierten -schritten: (a) S1 und (b) S2.59	59
Bild 6-2: Vergleich der gemessenen Werte mit dem Berechnungsmodell: (a) S1 und (b) S2 (mit Koeffizienten von S1).60	60
Bild 6-3: Verschiebung der Ferritstart-Temperatur beim Stahl S1 bei variierten Kühl- und Umformbedingungen (Umformung-Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramm) [134].....60	60
Bild 6-4: Fließkurven der gestauchten dilatometrischen Proben (Werkstoff S1) bei verschiedenen: (a) Temperaturen und (b) Verformungsgeschwindigkeiten.61	61
Bild 6-5: Das Ausgangsgefüge vom Werkstoff: (a) S1 und (b) S2 in 100-facher und 1000-facher Vergrößerung.62	62
Bild 6-6: Die lichtmikroskopischen Aufnahmen von S1 mit vier Kühlraten: (a) 0.1, (b) 1, (c) 40 und63	63
Bild 6-7: Ermittlung der Phasenanteile von Ferrit und Perlit: (a) originales Graustufenbild, (b) Auswahl der Kontrastschranke, (c) nicht gefiltertes Ergebnis und (d) gefiltertes Ergebnis.64	64
Bild 6-8: Die lichtmikroskopischen Aufnahmen von S2 mit verschiedenen Deformations- und Kühlbedingungen: (a) $\phi = 0,3, T = 40^\circ\text{C/s}$, (b) $\phi = 0,3, T = 60^\circ\text{C/s}$, (c) $\phi = 0,6, T = 60^\circ\text{C/s}$ und (d) $\phi = 0, T = 190^\circ\text{C/s}$65	65
Bild 6-9: (a) und (b) REM-Aufnahmen und die ermittelten Spektren und (c) REM-mapping für Mo.....66	66
Bild 6-10: (a) Zero loss gefiltertes Hellfeld Bild (Energiefenster 10eV) mit der mittleren Dicke von 150 nm, (b) Fe jump ratio Bild, (c) Nb jump ratio Bild, (d) Ti jump ratio Bild (Energiefenster für jump ratio Bilder siehe Tabelle 6-2), (e) EELS Spektrum und (f) EDX Spektrum.68	68
Bild 6-11: Ein Tripelpunkt mit länglichen FeC-Ausscheidungen im Rohr 139,7 mm x11,13 mm (mit Kühlstrecke): (a) Zero loss gefiltertes Hellfeld Bild, (b) Fe-jump ratio Bild, (c) C-jump ratio Bild und (d) Nb-jump ratio Bild.69	69
Bild 6-12: Grobe Fe(Nb)C Ausscheidungen in einem Rohr (42,4 mm x 4,50 mm, ohne Kühlstrecke) und ermittelte EELS Spektren an den Punkten AS1 und AS2.....70	70
Bild 6-13: Fein verteilte FeC- und Fe(Nb)C-Ausscheidungen in einem Rohr (42,4 mm x 4,50 mm, ohne Kühlstrecke): Zero loss und ratio-Aufnahmen.71	71
Bild 6-14: Ausscheidungsfläche und –anzahl für die zwei ausgewählten Rohrdimensionen 42,4 und 139,7mm mit und ohne Behandlung in der Kühlstrecke.....72	72
Bild 6-15: Der Vergleich der experimentell ermittelten und mit JMatPro und empirischen Ansätzen berechneten Verläufe der Ferritstarttemperatur: (a) S1, (b) S2 und (c) S3.73	73
Bild 6-16: Berechnete ZTU-Diagramme für den Werkstoff S1 für die Austenitisierungstemperaturen 950 und 1050°C mit einer Haltezeit von 900 s mit: (a) empirischem Ansatz (Modell 2) und (b) JMatPro.74	74
Bild 6-17: Die Entwicklung der Korngröße eines allgemeinen Stahls (general steel) bei unterschiedlichen Bedingungen: (a) Austenitisierungszeit 900 s und (b) Austenitisierungstemperaturen von 900°C bis 1100°C.74	74
Bild 6-18: Die mit JMatPro berechneten Eigenschaften für den Werkstoff S1 im Vergleich mit den aktuell im Produktionsmodell verwendeten Werten (JK): (a) Dichte, (b) Wärmeleitfähigkeit und (c) spezifische Wärmekapazität.....75	75
Bild 6-19: Entwicklung der Ausscheidungsparameter beim eingebrachten Verformungsgrad von 0,3 in 5, 10 und 20 Verformungsschritten (Werkstoff S1): (a) Versetzungsdichte, (b) Ausscheidungsdichte und (c) mittlerer Radius.76	76
Bild 6-20: Entwicklung (a) der Versetzungsdichte im Austenit, (b) der Ausscheidungsdichte und (c) der mittleren Radien von TiN und NbC für den Werkstoff S1 mit gleichmäßig auf 10 Schritte verteiltem Vergleichsumformgrad von 0,1, 0,3 und 1,0.77	77

Bild 6-21: Entwicklung der Ausscheidungsparameter im Werkstoff S1 mit unterschiedlichen Kühlraten nach dem Streckreduzierwalzwerk: (a) Ausscheidungsdichte und (b) mittlerer Radius.	78
Bild 6-22: Entwicklung der Ausscheidungsparameter der sekundären TiN ₂ Ausscheidungen während der Wiedererwärmung (0,1°C/s) auf 950-1100°C: (a) Phasenanteil, (b) Ausscheidungsdichte und (c) mittlerer Radius. .	79
Bild 6-23: Entwicklung der Ausscheidungsparameter der verformungsinduzierten TiN ₃ Ausscheidungen während der Wiedererwärmung (0,1°C/s) auf 950-1100°C: (a) Phasenanteil, (b) Ausscheidungsdichte und (c) mittlerer Radius.	80
Bild 6-24: Entwicklung der Ausscheidungsparameter der verformungsinduzierten NbC Ausscheidungen während der Wiedererwärmung (0,1°C/s) auf 950-1100°C: (a) Phasenanteil, (b) Ausscheidungsdichte und (c) mittlerer Radius. .	81
Bild 6-25: Vergleich des Phasenanteil/Radius-Verhältnisses für verschiedene Ausscheidungspopulationen im System während der Wiedererwärmung im NWO mit einer Rate von 0,1°C/s bis auf 1100°C.	82
Bild 6-26: Mathematischer Zusammenhang zwischen den berechneten Werten aus Tabelle 6-8 für variable: (a) Temperaturen und (b) Verformungsgeschwindigkeiten.	83
Bild 6-27: Mikrostrukturentwicklung mit unterschiedlichen Werten für die Wahrscheinlichkeit des Wachstums der rekristallisierenden Körner: (a) 0,05 (nach 600 Schritten), (b) 0,15 (nach 140 Schritten), (c) 0,25 (nach 100 Schritten) und (d) 0,35 (nach 55 Schritten).	84
Bild 6-28: (a) Linearer Bereich der Korngrenzengeschwindigkeit und (b) der Zusammenhang mit den verwendeten Wahrscheinlichkeitswerten für das Wachstum rekristallisierender Körner.	85
Bild 6-29: Mikrostrukturentwicklung für eine konstante $Prex = 0,35$ mit unterschiedlichen Wahrscheinlichkeiten für die Keimbildung: (a) 0,0001 (nach 100 Schritten), (b) 0,0005 (nach 100 Schritten), (c) 0,003 (nach 50 Schritten) und (d) 0,05 (nach 50 Schritten).	85
Bild 6-30: (a) Zusammenhang zwischen Pn und der Anzahl der stabilen Keime n für verschiedene Werte von $Prex$ und (b) Entwicklung der Steigung im untersuchten $Prex$ -Bereich.	86
Bild 7-1: Mit JMatPro berechnete spezifische Wärmekapazitäten für (a) S1 und (b) S2 im Vergleich mit dem Produktionsmodell.	91
Bild 8-1: Hensel-Spittel-Ansatz für das Warmwalzen aus der Datenbank FORGE 2010.	93
Bild 8-2: Vergleich der experimentell ermittelten Fließkurven für S1: (a) mit FEM-Datenbank und (b) mit vorgeschlagenen Koeffizienten.	94
Bild 8-3: Abschätzung der Ferritstarttemperatur mit bisherigem (JK) und aktuellem Ansatz.	95
Bild 8-4: Beispiel der berechneten Abkühlgeschwindigkeiten in der Stoßbank: a) zwischen den nachfolgenden Berechnungsschritten und b) als Mittelwert (Startpunkt ist Eingang Walzwerk).	95
Bild 8-5: Rohrgeometrie: a) idealer Kreis mit mittlerem Radius des vorigen Gerüsts und b) berechnete.	96
Bild 8-6: Die Lage des Kreiscentrums bei durchgängiger Berechnung in a) nicht gekipptem und b) gekipptem Gerüst.	96
Bild 10-1: REM: Benutzeroberfläche der Software KS400 3.0 Version für die Phasen-Analyse und verwendete Routine.	111
Bild 10-2: Die mittels JMatPro berechneten Eigenschaften Dichte, Wärmeleitfähigkeit und spezifische Wärmekapazität im Vergleich mit den aktuell im Produktionsmodell verwendeten Werten (JK) für: (a) S1, (b) S2 und (c) Schwankung bei S3.	112
Bild 10-3: Zusammenhang zwischen den Peaks in der spezifischen Wärmekapazität für S1 (Originalbilder aus JMatPro).	113
Bild 10-4: REM-Mapping Bilder (JXA-8200 SuperProbe) für die einzelnen Elemente: (a) Fe, (b) Al, (c) Mn, (d) Mo, (e) N, (f) V, (g) C und (h) Si.	115

12 Tabellenverzeichnis

Tabelle 3-1: Gleichungen für die Beschreibung der metadynamischen Rekristallisation.	18
Tabelle 3-2: Chemische Zusammensetzung, Gew.-% [42].	20
Tabelle 3-3: Chemische Zusammensetzung, Gew.-% [42].	20
Tabelle 3-4: Chemische Zusammensetzung, Gew.-%, Ar ₃ und SRCT in °C [45].	20
Tabelle 3-5: Gleichungen für die SRCT und für t _{0,5} oberhalb der SRCT [45].	20
Tabelle 3-6: Chemische Zusammensetzung, Gew.-%, Ar ₃ und SRCT in °C [46].	20
Tabelle 3-7: Chemische Zusammensetzung, Gew.-%, Ar ₃ und SRCT in °C [46].	20
Tabelle 3-8: Chemische Zusammensetzung der untersuchten Stähle für Tnr.	21
Tabelle 3-9: Rahmen der chemischen Zusammensetzungen für die Berechnung von Ar ₃ (in Gew.-%).	33
Tabelle 3-10: Rahmen der chemischen Zusammensetzungen für die Berechnung von Ar ₃ (in Gew.-%).	33
Tabelle 3-11: Die thermodynamisch berechneten Gleichgewichtszustände bei bestimmten Temperaturen.	36
Tabelle 4-1: Die Gruppe von untersuchten Werkstoffen, chemische Zusammensetzung (in Gew.-%).	41
Tabelle 4-2: Die technischen Parameter des Abschreck-Umformdilatometers DIL805 A/D.	42
Tabelle 4-3: Die technischen Parameter von Philips CM20/STEM.	44
Tabelle 4-4: Versuchsparameter für die dilatometrischen Untersuchungen (Phasenumwandlung).	44
Tabelle 4-5: Versuchsparameter für die dilatometrischen Untersuchungen.	46
Tabelle 4-6: Schritte zur Präparierung der TEM Dünnschichtfolien.	48
Tabelle 5-1: Parameter für die numerische Simulation.	56
Tabelle 5-2: Die verwendeten Wahrscheinlichkeiten in der ZA-Simulation.	57
Tabelle 5-3: Die Materialwerte für die analytische Berechnung der Korngrenzengeschwindigkeit der rekristallisierenden Körner.	58
Tabelle 6-1: Empirisches Modell zur Beschreibung des DRX Verhaltens.	61
Tabelle 6-2: Energiefenster zur Detektion der Elementverteilungen im Stahl 1.	67
Tabelle 6-3: Ergebnisse der EDX-Untersuchung für die Punkte 1 und 2.	69
Tabelle 6-4: Ausgewertete Ausscheidungsparameter für die Proben mit verschiedenen Deformations- und Kühlbedingungen.	72
Tabelle 6-5: Dichte und Größe der berücksichtigten Ausscheidungen im simulierten System am Beispiel des Werkstoffs S1 vor der Warmumformung im Streckreduzierwalzwerk.	78
Tabelle 6-6: Abschätzung der Ausscheidungshärtung für verschiedene Ausscheidungspopulationen.	82
Tabelle 6-7: Berechnete globale Ausscheidungshärtung und resultierende kritische Versetzungsdichte.	82
Tabelle 6-8: Die berechnete Korngrenzengeschwindigkeit vb (µm/s).	83
Tabelle 6-9: Die berechnete Keimbildungsrate n	83
Tabelle 6-10: Die Anzahl der stabilen Keime n für verschiedene Wahrscheinlichkeitswerte Pn und $Prex$	86
Tabelle 6-11: Die berechnete Keimanzahl für verschiedene Austenitisierungsbedingungen.	87
Tabelle 6-12: Die relevanten Gleichungen für die Berechnung der Wahrscheinlichkeit der Keimbildung Pn	87
Tabelle 10-1: Ermittelte Ausscheidungen im Rohr 42,4 x 4,50 mm MIT Kühlstrecke (WL 145842)	103
Tabelle 10-2: Ermittelte Ausscheidungen im Rohr 42,4 x 4,50 OHNE Kühlstrecke (WL 145842).	104
Tabelle 10-3: Ermittelte Ausscheidungen im Rohr 139,7 x 11,13 mm OHNE Kühlstrecke (WL_145528)	106
Tabelle 10-4: Ermittelte Ausscheidungen im Rohr 139,7 x 11,13 mm MIT Kühlstrecke (S1 M5).	108

13 Literaturverzeichnis

- [1] A. Hensel, P. I. Poluchin, and W. P. Poluchin, *Technologie der Metallformung, Eisen- und Nichteisenwerkstoffe*. Leipzig: Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1990.
- [2] H. J. Pehle, "Position and Future Prospects of the Seamless Steel Tube," *Firmenschrift, SMS-MEER GmbH*, p. 46, 2004.
- [3] W. Löpmann, *Technisch - wirtschaftliche Möglichkeiten zur Herstellung von Stahlsträngen und ihrer Verarbeitung zu nahtlosen Rohren*. Aachen: RWTH Aachen, Dissertation, 1973.
- [4] J. Klarner, "Prozessdatenerfassung in einem modernen Rohrwalzwerk und deren Nutzen für statistische Prozesskontrolle," in *XXVI. Verformungskundliches Kolloquium*, Planneralm, 2007, pp. 17-33.
- [5] W. Lehnert, R. Kawalla, and G. Lehmann, "Grundlagen, Verfahrensarten und Innovationspotential der thermomechanischen Behandlung beim Warmwalzen," in *Moderne thermomechanische Prozessstrategien in der Stahlforschung*, Düsseldorf, 2007, pp. 67-88.
- [6] M. Werner and S. Christof, "Zur Theorie der Gefügeänderungen in Metallen: Verfestigung, Erholung, Korngrenzenbewegung und Rekristallisation," ed Graz: Verlag d. Technischen Universität Graz, 2010, p. 154.
- [7] R. D. Doherty, D. A. Hughes, F. J. Humphreys, J. J. Jonas, D. Juul Jensen, M. E. Kassner, *et al.*, "Current issues in recrystallization: A review," *Materials Science and Engineering A*, vol. 238, pp. 219-274, // 1997.
- [8] J. W. Christian, *The Theory of Transformations in Metals and Alloys (Part I + II)*, 3rd Edition: A Paramount Title, 2002.
- [9] F. J. Humphreys, "A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures - I. The basic model," *Acta Materialia*, vol. 45, pp. 4231-4240, // 1997.
- [10] Y. Inokuti and R. D. Doherty, "Transmission kossel study of the structure of compressed iron and its recrystallization behaviour," *Acta Metallurgica*, vol. 26, pp. 61-80, // 1978.
- [11] Y. Y. Tse, G. L. Liu, and B. J. Duggan, "Deformation banding and nucleation of recrystallization in IF steel," *Scripta Materialia*, vol. 42, pp. 25-30, // 1999.
- [12] R. L. Goetz, "Particle stimulated nucleation during dynamic recrystallization using a cellular automata model," *Scripta Materialia*, vol. 52, pp. 851-856, // 2005.
- [13] M. El Wahabi, L. Gavard, F. Montheillet, J. M. Cabrera, and J. M. Prado, "Effect of initial grain size on dynamic recrystallization in high purity austenitic stainless steels," *Acta Materialia*, vol. 53, pp. 4605-4612, 10// 2005.
- [14] Y. Yogo, H. Takeuchi, T. Ishikawa, N. Iwata, and K. Nakanishi, "Strain-induced boundary migration of carbon steel at high temperatures," *Scripta Materialia*, vol. 61, pp. 1001-1003, 12// 2009.
- [15] V. Marx, *Integrative Rekristallisationssimulation*. Dissertation, RWTH Aachen: Shaker, 2004.
- [16] J. Zhou and V. Mohles, "Towards realistic molecular dynamics simulations of grain boundary mobility," *Acta Materialia*, vol. 59, pp. 5997-6006, // 2011.
- [17] J. Humphreys and M. Hatherly, "Preface to the First Edition," in *Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition)*, F. J. Humphreys and M. Hatherly, Eds., ed Oxford: Elsevier, 2004, pp. xxv-xxvi.
- [18] G. Gottstein, *Rekristallisation metallischer Werkstoffe. Grundlagen - Analyse - Anwendung*. RWTH Aachen: Deutsche Gesellschaft für Metallkunde, 1984.
- [19] C. Biegus, *Anwendung von Werkstoffmodellen auf das Entfestigungsverhalten und die Ferritkorngröße mikrolegierter Baustähle*. Dissertation, RWTH Aachen: Shaker, 1996.
- [20] S. Kleber, *Physikalische Simulation eigenschaftsbestimmender Vorgänge beim thermomechanischen Walzen*: Dissertation, TU Graz, 1998.
- [21] M. Frommert, *Dynamische Rekristallisation unter Konstanten und Transienten Umformbedingungen*: Cuvillier, 2008.
- [22] C. Sommitsch, *Theorie und Modell der mikrostrukturellen Entwicklung von Nickel-Basis-Legierungen während des Warmwalzens. Die virtuelle Walzstraße*: Dissertation., TU Graz, 1999.
- [23] H. Langner, *Experimentelle Beschreibung des Verfestigungsverhaltens weicher Stähle bei Temperaturen über 700°C*. Dissertation, RWTH Aachen: Shaker, 2007.

- [24] T. Sakai, A. Belyakov, R. Kaibyshev, H. Miura, and J. J. Jonas, "Dynamic and post-dynamic recrystallization under hot, cold and severe plastic deformation conditions," *Progress in Materials Science*, vol. 60, pp. 130-207, 3// 2014.
- [25] P. D. Hodgson, S. H. Zahiri, and J. J. Whale, "The Static and Metadynamic Recrystallization Behaviour of an X60 Nb Microalloyed Steel," *ISIJ International*, vol. 44, pp. 1224-1229, 2004.
- [26] R. Kienreich, *Simulation und Optimierung der Herstellbedingungen beim Drahtwalzen unter besonderer Berücksichtigung der Drahtweiterverarbeitung*: Dissertation, TU Graz, 2001.
- [27] J. W. Bowden, F. H. Samuel, and J. J. Jonas, "Effect of interpass time on austenite grain refinement by means of dynamic recrystallization of austenite," *Metallurgical Transactions A*, vol. 22, pp. 2947-2957, // 1991.
- [28] L. Meyer, "Grundlagen der Werkstoffentwicklung durch Verknüpfung thermischer und mechanischer Vorgänge beim Warmumformen," *Stahl und Eisen*, vol. 101, pp. 483-491, // 1981.
- [29] K. Matsukura and K. Sato, "Effect of alloying elements and rolling conditions on the planar anisotropy of the r-value in high strength hot-rolled steel sheet for deep drawing," *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*, vol. 21, pp. 783-792, // 1981.
- [30] A. J. DeArdo, "Microalloyed strip steels for the 21st century," vol. 284-286, ed, 1998, pp. 15-26.
- [31] E. I. Poliak and J. J. Jonas, "Critical Strain for Dynamic Recrystallization in Variable Strain Rate Hot Deformation," *ISIJ International*, vol. 43, pp. 692-700, 2003.
- [32] M. I. Vega, S. F. Medina, A. Quispe, M. Gómez, and P. P. Gómez, "Recrystallisation driving forces against pinning forces in hot rolling of Ti-microalloyed steels," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 423, pp. 253-261, 5/15/ 2006.
- [33] E. J. Palmiere, C. I. Garcia, and A. J. DeArdo, "The influence of niobium supersaturation in austenite on the static recrystallization behavior of low carbon microalloyed steels," *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, vol. 27, pp. 951-960, // 1996.
- [34] J. Majta, J. G. Lenard, and M. Pietrzyk, "A study of the effect of the thermomechanical history on the mechanical properties of a high niobium steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 208, pp. 249-259, 4/30/ 1996.
- [35] J. Kliber and I. Schindler, "Recrystallization/precipitation behaviour in microalloyed steels," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 60, pp. 597-602, 6/15/ 1996.
- [36] C. M. Sellars, "Hot working," in *Materials Engineering*, J. V. Bee and G. G. Garrett, Eds., ed: Pergamon, 1986, pp. 231-243.
- [37] N. D. Ryan and H. J. McQueen, "Mean pass flow stresses and interpass softening in multistage processing of carbon-, HSLA-, tool- and γ -stainless steels," *Journal of Mechanical Working Technology*, vol. 12, pp. 323-349, 2// 1986.
- [38] R. N. De Carvalho, M. A. C. Ferreira, D. B. Santos, and R. Barbosa, "Modelling microstructure evolution of VNb and VNbTi microalloyed steels during hot rolling of seamless tubes," 2008.
- [39] H. J. McQueen and J. J. Jonas, "Recovery and Recrystallization during High Temperature Deformation," in *Treatise on Materials Science & Technology*. vol. Volume 6, A. R.J, Ed., ed: Elsevier, 1975, pp. 393-493.
- [40] P. Uranga, A. I. Fernández, B. López, and J. M. Rodríguez-Ibabe, "Transition between static and metadynamic recrystallization kinetics in coarse Nb microalloyed austenite," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 345, pp. 319-327, 3/25/ 2003.
- [41] J. Klärner, *Thermomechanische Behandlung beim Walzen von nahtlosen Stahlrohren*: Dissertation, Montanuniversität Leoben, Leoben, 2009.
- [42] P. D. Hodgson and R. K. Gibbs, "A Mathematical Model to Predict the Mechanical Properties of Hot Rolled C-Mn and Microalloyed Steels," *ISIJ International*, vol. 32, pp. 1329-1338, 1992.
- [43] S. F. Medina and J. E. Mancilla, "The influence of titanium on the static recrystallization of hot deformed austenite and on induced precipitation kinetics," *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 30, pp. 73-78, 1/1/ 1994.
- [44] S. F. Medina and J. E. Mancilla, "The influence of vanadium on the static recrystallization of hot deformed austenite and on induced precipitation kinetics," *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 31, pp. 315-320, 8/1/ 1994.
- [45] S. F. Medina and J. E. Mancilla, "Static recrystallization of austenite and strain induced precipitation kinetics in titanium microalloyed steels," *Acta Metallurgica et Materialia*, vol. 42, pp. 3945-3951, 12// 1994.

- [46] S. F. Medina, "The influence of niobium on the static recrystallization of hot deformed austenite and on strain induced precipitation kinetics," *Scripta Metallurgica et Materialia*, vol. 32, pp. 43-48, 1/1/ 1995.
- [47] C. N. Homsher, "Determination of the Non-Recrystallization Temperature (T_{nr}) in multiple microalloyed Steels," Master Thesis, Metallurgical and Materials Engineering, Colorado School of Mines, Colorado, 2011.
- [48] P. Suwanpinij, U. Prah, W. Bleck, and R. Kawalla, "Fast algorithms for phase transformations in dual phase steels on a hot strip mill run-out table (ROT)," *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, vol. 12, pp. 305-311, 9// 2012.
- [49] R. Ding and Z. X. Guo, "Coupled quantitative simulation of microstructural evolution and plastic flow during dynamic recrystallization," *Acta Materialia*, vol. 49, pp. 3163-3175, 9/20/ 2001.
- [50] K. Yamada, K. Sato, and H. Nakamichi, "Analysis of nanometer-sized precipitates using advanced TEM," *JFE Technical Report*, pp. 5-11, // 2007.
- [51] J. Humphreys and M. Hatherly, "Preface to the Second Edition," in *Recrystallization and Related Annealing Phenomena (Second Edition)*, ed Oxford: Elsevier, 2004, p. xxvii.
- [52] E. Kozeschnik, *Modeling Solid-State Precipitation*: Momentum Press, 2012.
- [53] M. Toloui and M. Militzer, "Phase field simulation of austenite grain growth in the HAZ of microalloyed linepipe steel," *International Journal of Materials Research*, vol. 101, pp. 542-548, // 2010.
- [54] Z. Jin and Z. Cui, "Investigation on dynamic recrystallization using a modified cellular automaton," *Computational Materials Science*, vol. 63, pp. 249-255, // 2012.
- [55] G. Kugler and R. Turk, "Study of the influence of initial microstructure topology on the kinetics of static recrystallization using a cellular automata model," *Computational Materials Science*, vol. 37, pp. 284-291, // 2006.
- [56] J. F. Shackelford, *Werkstofftechnologie für Ingenieure. Grundlagen - Prozesse - Anwendungen*: Addison-Wesley Verlag; Auflage: 6., überarbeitete Auflage, 2005.
- [57] B. Ilschner, *Werkstoffwissenschaften und Fertigungstechnik: Eigenschaften, Vorgänge, Technologien*: Springer; Auflage: 5., neu bearb. Aufl., 2010.
- [58] www.giessereilexikon.com, *ZTU-Schaubild*, (Stand 06.02.2014).
- [59] www.metallograf.de, *ZTU-Schaubild*, (Stand 06.02.2014).
- [60] W. Weißbach, *Werkstoffkunde: Strukturen, Eigenschaften, Prüfung*: Vieweg+Teubner Verlag; Auflage: 16., überarb. Aufl., 2007.
- [61] B. Buchmayr, "Computereinsatz in der Werkstoff- und Schweißtechnik unter besonderer Berücksichtigung der mathematischen Modellierung " Habilitationsschrift, Technische Universität Graz, 1991.
- [62] Y. H. Seok, *Design of Low-Carbon, Low-Temperature Bainite*: Doktor Thesis, Pohang University of Science and Technology, 2011.
- [63] 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.
- [64] H. Hofmann, D. Mattissen, and T. W. Schaumann, "Advanced cold rolled steels for automotive applications," *Steel Research International*, vol. 80, pp. 22-28, 2009.
- [65] 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.
- [66] 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.
- [67] 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.
- [68] 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.
- [69] 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.

- [70] 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.
- [71] 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.
- [72] *Stahl und Eisen*, vol. 86, p. 633, 1966.
- [73] 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.
- [74] A. A. Gorni, *Steel forming and heat treating (handbook)*, 2013.
- [75] 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.
- [76] 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.
- [77] B. Bergmann, N. Bannenberg, and A. Streißelberger, "Entwicklung der Metallurgie und der Herstellung von Druckbehälterstählen in den letzten 50 Jahren," in *Dillinger Kolloquium Druckbehälter und Kesselbau Dillingen*, 1996.
- [78] K. A. Gschneidner, "Thermodynamic stability and physical properties of metallic sulfides and oxy sulfides," in *Sulfide inclusions in steel*, New York, 1975, pp. 159-177.
- [79] P. Haasen, *Physikalische Metallkunde*: Springer; Auflage: 3, 1994.
- [80] H. Schumann and H. Oettel, *Metallografie*: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA; Auflage: 14., 2004.
- [81] K. J. Lee and J. K. Lee, "Modelling of γ/α transformation in niobium-containing microalloyed steels," *Scripta Materialia*, vol. 40, pp. 831-836, 1999.
- [82] F. B. Pickering, "Vanadium as a Hardenability and Temperability Additive in Quenched and Tempered Steels," in *HSLA Steels: Metallurgy and Applications*, Beijing, China, 1985, pp. 305-324.
- [83] H. J. Eckstein, *Mikrolegieren von Stahl: Tagungsberichte ; Entwickeln u. Veredeln von Konstruktionswerkstoffen : mit 17 Tab*: Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 1984.
- [84] V. D. Eisenhüttenleute, *Ausscheidungsatlas der Stähle*: Verein Deutscher Eisenhüttenleute, 1983.
- [85] W. Jäniche, V. D. Eisenhüttenleute, W. Dahl, H. F. Klärner, W. Pitsch, H. Schmitz, *et al.*, *Werkstoffkunde STAHL: Band 2: Anwendung*: Springer Berlin Heidelberg, 2011.
- [86] S. Engineer, B. Huchtemann, and V. Schueler, "Review of the Pearlitic Steels Microalloying Development and Application," *Technische Berichte - Thyssen-Edelstahl*, vol. 13, pp. 34-43, 1987.
- [87] A. Rollett, F. J. Humphreys, and G. S. Rohrer, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*: Elsevier Science, 2004.
- [88] W. Müschenborn, *Beitrag zur Beeinflussung der Tiefziehfähigkeit von kaltgewalztem Feiblech aus aluminiumberuhigtem Stahl*, 1973.
- [89] M. Bouzekri, V. Sardoy, P. Zimmer, and J. Merlin, "Influence of aluminium content on recrystallization of continuous annealed ultra low carbon steel for packaging," in *Modern LC and ULC sheet steels for cold forming: processing and properties*, Aachen, 1998.
- [90] W. Bleck, L. Meyer, and R. Kaspar, "Thermomechanical rolling of hot strip from microalloyed structural steels," *Stahl und Eisen*, vol. 111, pp. 51-56, 1991.
- [91] I. Rafféis, *Einfluss verschiedener Legierungselemente auf das Ausscheidungsverhalten der Stähle 19MnB4 und 19Mn4*, 1989.
- [92] W. Bleck, *Werkstoffkunde Stahl für Studium und Praxis*: Wissenschaftsverlag Mainz, 2001.
- [93] S. S. Hansen, J. B. V. Sande, and M. Cohen, "Niobium carbonitride precipitation and austenite recrystallization in hot-rolled microalloyed steels," *Metallurgical Transactions A*, vol. 11, pp. 387-402, 1980.
- [94] J. G. Speer, J. R. Michael, and S. S. Hansen, "Carbonitride precipitation in niobium/vanadium microalloyed steels," *Metallurgical Transactions A*, vol. 18, pp. 211-222, 1987.
- [95] S. G. Hong, H. J. Jun, K. B. Kang, and C. G. Park, "Evolution of precipitates in the Nb-Ti-V microalloyed HSLA steels during reheating," *Scripta Materialia*, vol. 48, pp. 1201-1206, 2003.
- [96] S. Zajac, "Extended Use of Vanadium in A New Generation of Flat Rolled Steels," in *International Seminar on Application Technologies of Vanadium in Flat - Rolled Steels*, Stockholm, Sweden, 2005.

- [97] H. E. Bühler, *Über die Bildung und die Eigenschaften von sulfidischen Einschlüssen in allgemeinen Baustählen*, 1974.
- [98] F. Hanus and J. Schütz, "Kleine Ursache große Wirkung. Mögliche Beeinträchtigung der Schweißbeugung durch Mikrolegierungs- und Begleitelemente in Stählen," 2002.
- [99] S. G. Hong, K. B. Kang, and C. G. Park, "Strain-induced precipitation of NbC in Nb and Nb-Ti microalloyed HSLA steels," *Scripta Materialia*, vol. 46, pp. 163-168, 2002.
- [100] H. Peter, "Mikrostrukturelle Analyse als Basis für die Entwicklung neuer Kraftwerkswerkstoffe am Beispiel von G-X12 CrMoWVNbN," Dissertaion, Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik, TU Graz, 1999.
- [101] M. I. Gol'dshtein and V. V. Popov, "Thermodynamic calculations of the solubility of carbonitrides in the austenite of constructional steels," *Metal Science and Heat Treatment*, vol. 31, pp. 840-848, 1990.
- [102] R. Blum, J. Hald, W. Bendick, A. Rosselet, and J. C. Vaillant, "Newly developed high-temperature-resistant ferritic-martensitic steels from the USA, Japan and Europe," *VGB-Kraftwerkstechnik*, vol. 74, pp. 641-652, 1994.
- [103] C. Fang, "Annealing and Precipitation Behavior during batch Annealing of HSLA Steels," Doctoral Dissertation, Swanson School of Engineering, University of Pittsburgh 2011.
- [104] A. Peters, R. Kaspar, J. Janovec, and O. Pawelski, "Austenite in the process of thermomechanical treatment of microalloyed spring steels," *Steel Research*, vol. 67, pp. 291-297, 1996.
- [105] W. Dahl, M. Hagen, K. Karhausen, R. Kaspar, and L. Meyer, "Processes in the material during thermomechanical treatment of steel," *Stahl und Eisen*, vol. 111, pp. 113-119, 1991.
- [106] V. Ludlov, D. Senk, G. A. d. Toledo, S. Zajac, and K. T. Müller, "Precipitation of nitrides and carbides during solidification and cooling," european commission, technical steel research report, 2006.
- [107] P. R. Rios and R. W. K. Honeycombe, "Carbide precipitation in low carbon niobium steel containing manganese and chromium," *Materials Science and Technology*, vol. 6, pp. 838-842, 1990.
- [108] A. T. Davenport and R. W. K. Honeycombe, "Precipitation of Carbides at γ - α Boundaries in Alloy Steels," *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, vol. 322, pp. 191-205, 1971.
- [109] A. D. Batte and R. W. K. Honeycombe, "Precipitation of vanadium carbide in ferrite," *J Iron Steel Inst (London)*, vol. 211, pp. 284-289, 1973.
- [110] B. I. Izotov, "Precipitation of disperse vanadium carbides at the interphase boundary upon the pearlitic transformation of a steel," *Physics of Metals and Metallography*, vol. 111, pp. 592-597, 2011.
- [111] S. Kleber, "Physikalische Simulation eigenschaftsbestimmender Vorgänge beim thermomechanischen Walzen: ," Dissertation, Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik, TU Graz, 1998.
- [112] R. W. K. Honeycombe and G. M. Smith, "Yield points in micro-alloyed titanium steels," 1983, pp. 407-412.
- [113] E. Hornbogen and B. Skrotzki, *Mikro- und Nanoskopie Der Werkstoffe*: Springer, 2009.
- [114] E. E. Underwood. London: Addison-Wesley, 1970.
- [115] B. Sonderegger, "Modifications of stereological correction methods for precipitate parameters using transmission microscopy," *Ultramicroscopy*, vol. 106, pp. 941-950, 8// 2006.
- [116] T. Malis, S. C. Cheng, and R. F. Egerton, "EELS log-ratio technique for specimen-thickness measurement in the TEM," *Journal of electron microscopy technique*, vol. 8, pp. 193-200, // 1988.
- [117] S. Wolfram, "Theory and Applications of Cellular Automata," *Advanced Series on Complex Systems*, vol. 1 World Scientific, Singapore, 1986.
- [118] D. Raabe, "Cellular automata in materials science with particular reference to recrystallization simulation," *Annual Review of Materials Science*, vol. 32, pp. 53-76, // 2002.
- [119] D. Raabe and L. Hantcherli, "2D cellular automaton simulation of the recrystallization texture of an if sheet steel under consideration of Zener pinning," *Computational Materials Science*, vol. 34, pp. 299-313, // 2005.
- [120] R. L. Goetz and V. Seetharaman, "Modeling dynamic recrystallization using cellular automata," *Scripta Materialia*, vol. 38, pp. 405-413, // 1998.

- [121] N. Xiao, C. Zheng, D. Li, and Y. Li, "A simulation of dynamic recrystallization by coupling a cellular automaton method with a topology deformation technique," *Computational Materials Science*, vol. 41, pp. 366-374, // 2008.
- [122] Y. Zhang, S. Jiang, Y. Liang, and L. Hu, "Simulation of dynamic recrystallization of NiTi shape memory alloy during hot compression deformation based on cellular automaton," *Computational Materials Science*, vol. 71, pp. 124-134, 4// 2013.
- [123] N. Saunders and P. Miodownik, "A Comprehensive Guide to CALPHAD (CALculation of PHase Diagrams)," vol. 1, ed, 1998.
- [124] H. K. D. H. Bhadeshia, "Phase transformations contributing to the properties of modern steels," *Bulletin of the Polish Academy of Sciences: Technical Sciences*, vol. 58, pp. 255-265, // 2010.
- [125] P. D. Hodgson, A. Shokouhi, and H. Beladi, "A descriptive model for the formation of ultrafine grained steels," *ISIJ International*, vol. 48, pp. 1046-1049, // 2008.
- [126] Z. Guo, N. Saunders, P. Miodownik, and J. P. Schillé, "Modeling material properties of lead-free solder alloys," *Journal of Electronic Materials*, vol. 37, pp. 23-31, // 2008.
- [127] J. S. Kirkaldy and D. Venugopalan, *Phase Transformations in Ferrous Alloys: Proceedings of an International Conference*
- [128] J. S. Kirkaldy, "Diffusion-controlled phase transformations in steels. Theory and applications," *Scandinavian Journal of Metallurgy*, vol. 20, pp. 50-61, // 1991.
- [129] J. Svoboda, F. D. Fischer, P. Fratzl, and E. Kozeschnik, "Modelling of kinetics in multi-component multi-phase systems with spherical precipitates I: Theory," *Materials Science and Engineering A*, vol. 385, pp. 166-174, // 2004.
- [130] E. Kozeschnik, J. Svoboda, P. Fratzl, and F. D. Fischer, "Modelling of kinetics in multi-component multi-phase systems with spherical precipitates II: Numerical solution and application," *Materials Science and Engineering A*, vol. 385, pp. 157-165, // 2004.
- [131] A. Timoshenkov, P. Warczok, M. Albu, J. Klarner, E. Kozeschnik, G. Gruber, *et al.*, "Influence of Deformation on Phase Transformation and Precipitation of Steels for Oil Country Tubular Goods," *steel research international*, vol. 85, pp. 954-967, 2014.
- [132] B. Buchmayr, *Werkstoff- und Produktionstechnik mit Mathcad: Modellierung und Simulation in Anwendungsbeispielen*: Springer Berlin Heidelberg, 2002.
- [133] www.speciation.net, "Instrument Database: JEOL - JXA-8200," (Stand 18.06.2014).
- [134] G. Gruber, "Untersuchung der Umwandlungskinetik während des Warmwalzens am Beispiel der Produktion von nahtlosen Rohren," Diplomarbeit, Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik, TU Graz, 2014.
- [135] M. P. Aarnts, R. A. Rijkenberg, and F. A. Twisk, "Microstructural quantification of multi-phase steels (Micro-quant)," european commission, technical steel research report, 2011.
- [136] B. Sonderegger, "Charakterisierung der Substruktur in modernen Kraftwerkswerkstoffen mittels der EBSD Methode," Dissertation, Institut für Werkstoffkunde und Schweißtechnik, TU Graz, 2005.
- [137] A. J. Gubbens and O. L. Krivanek, "Applications of a post-column imaging filter in biology and materials science," *Ultramicroscopy*, vol. 51, pp. 146-159, // 1993.
- [138] F. Hofer, W. Grogger, G. Kothleitner, and P. Warbichler, "Quantitative analysis of EFTEM elemental distribution images," *Ultramicroscopy*, vol. 67, pp. 83-103, // 1997.
- [139] R. F. Egerton, "A revised expression for signal/noise ratio in EELS," *Ultramicroscopy*, vol. 9, pp. 387-390, // 1982.
- [140] D. E. Johnson, J. I. Goldstein, J. J. Hren, and D. C. Joy, "Energy-loss spectrometry for biological research," *Introduction to Analytical Electron Microscopy*, pp. 245-258, 1979.
- [141] R. Kampmann and R. Wagner, *The Early Stages* vol. 91. Oxford, United Kingdom: Pergamon, 1984.
- [142] K. C. Russell, "Nucleation in solids: The induction and steady state effects," *Advances in Colloid and Interface Science*, vol. 13, pp. 205-318, 9// 1980.
- [143] B. Sonderegger and E. Kozeschnik, "Generalized nearest-neighbor broken-bond analysis of randomly oriented coherent interfaces in multicomponent Fcc and Bcc structures," *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, vol. 40, pp. 499-510, // 2009.
- [144] B. Sonderegger and E. Kozeschnik, "Size dependence of the interfacial energy in the generalized nearest-neighbor broken-bond approach," *Scripta Materialia*, vol. 60, pp. 635-638, // 2009.

- [145] Y. Bergström, *The Plastic Deformation of Metals: A Dislocation Model and Its Applicability*: Freund Publ. House, 1982.
- [146] Y. Bergström, "A dislocation model for the strain-ageing behaviour of steel," *Materials Science and Engineering*, vol. 9, pp. 101-110, // 1972.
- [147] L. Zhang, C. Zhang, X. Liu, G. Wang, and Y. Wang, "Modeling recrystallization of austenite for C-Mn steels during hot deformation by cellular automaton," *Journal of Materials Science and Technology*, vol. 18, pp. 163-166, // 2002.
- [148] G. Kugler and R. Turk, "Modeling the dynamic recrystallization under multi-stage hot deformation," *Acta Materialia*, vol. 52, pp. 4659-4668, 9/6/ 2004.
- [149] B. Schaffer, W. Grogger, and G. Kothleitner, "Automated spatial drift correction for EFTEM image series," *Ultramicroscopy*, vol. 102, pp. 27-36, 12// 2004.
- [150] E. Miyama, C. Voit, and M. Pohl, "The identification of Cementite for differentiating Between the Various Types of Bainite in Modern Low-Alloyed Multi-Phase Steels," *Practical Metallography*, vol. 48, pp. 261-272, 2011/05/01 2011.
- [151] Z. Li, D. Wu, H.-s. Lv, and S.-r. Fang, "Continuous Cooling Transformation Behaviour of C-Si-Mn TRIP Steel," *Journal of Iron and Steel Research, International*, vol. 14, pp. 277-281, 9// 2007.
- [152] C. Ghosh, V. V. Basabe, J. J. Jonas, Y.-M. Kim, I.-H. Jung, and S. Yue, "The dynamic transformation of deformed austenite at temperatures above the Ae3," *Acta Materialia*, vol. 61, pp. 2348-2362, 4// 2013.
- [153] S. C. Hong, S. H. Lim, H. S. Hong, K. J. Lee, D. H. Shin, and K. S. Lee, "Effects of Nb on strain induced ferrite transformation in C-Mn steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 355, pp. 241-248, 8/25/ 2003.
- [154] Q.-y. Liu, S.-h. Deng, X.-j. Sun, H. Dong, and Y.-q. Weng, "Effect of Dissolved and Precipitated Niobium in Microalloyed Steel on Deformation Induced Ferrite Transformation (DIFT)," *Journal of Iron and Steel Research, International*, vol. 16, pp. 67-71, 7// 2009.
- [155] P. R. Rios, I. D. S. Bott, D. B. Santos, T. M. F. De Melo, and J. L. Ferreira, "Effect of Nb on dynamic strain induced austenite to ferrite transformation," *Materials Science and Technology*, vol. 23, pp. 417-422, // 2007.
- [156] H. C. Lee and K. K. Um, "Ferrite transformation during deformation of super-cooled austenite," *ISIJ International*, vol. 48, pp. 1050-1055, // 2008.
- [157] L.-x. Du, H.-l. Yi, H. Ding, X.-h. Liu, and G.-d. Wang, "Effects of Deformation on Bainite Transformation During Continuous Cooling of Low Carbon Steels," *Journal of Iron and Steel Research, International*, vol. 13, pp. 37-39, 3// 2006.
- [158] M.-C. Zhao, K. Yang, F.-R. Xiao, and Y.-Y. Shan, "Continuous cooling transformation of undeformed and deformed low carbon pipeline steels," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 355, pp. 126-136, 8/25/ 2003.
- [159] D. N. Hanlon, J. Sietsma, and S. Van Der Zwaag, "The effect of plastic deformation of austenite on the kinetics of subsequent ferrite formation," *ISIJ International*, vol. 41, pp. 1028-1036, // 2001.
- [160] G. Krause, R. Kawalla, L. Chabbl, U. Urlaub, A. Stüber, R. Diederichs, *et al.*, "Simulation of material flow, microstructure and properties evolution in bar and wire rolling," *Steel Research International*, vol. 78, pp. 745-750, // 2007.