

Protokoll zum Versuch

"Gefügeumwandlungen in Fe-C-Legierungen"

Datum: 28.05.2009

Verfasser: Dimitrij Fiz

Gruppe: 12

Betreuer: Nina Stitz

1. Einleitung

Legierungen können nicht nur anhand der Zusammensetzung charakterisiert werden. Sie weisen oft ganz unterschiedliche Gefügearten auf, was z.B. durch unterschiedliche Abkühlgeschwindigkeiten und -medien beim Herstellungsprozess erreicht werden kann. In diesem Versuch sollen drei Proben einer Fe-C-Legierung unterschiedlich schnell abgekühlt werden. Die Gefügebilder werden mittels Lichtmikroskopie aufgenommen und diskutiert. Außerdem werden Härtemessungen durchgeführt und mit den Umwandlungen im Gefüge korreliert.

2. Grundlagen

2.1. Eisen-Kohlenstoff-System

Die Legierungen des Systems Fe-C haben spielen in der Technik eine große Rolle, da ihre Einsatzmöglichkeiten sehr vielfältig sind. Dabei ist ein wichtiges Merkmal dieses Systems, dass das Eisen im gewissen Temperaturbereich eine andere räumliche Struktur aufweist, als bei Raumtemperatur. In diesem Bereich ist es kubisch-flächenzentriert und wird als γ -Fe oder Austenit bezeichnet, bei Raumtemperatur liegt kubisch-raumzentriertes α -Fe (Ferrit) vor. (s. Abb. 1).

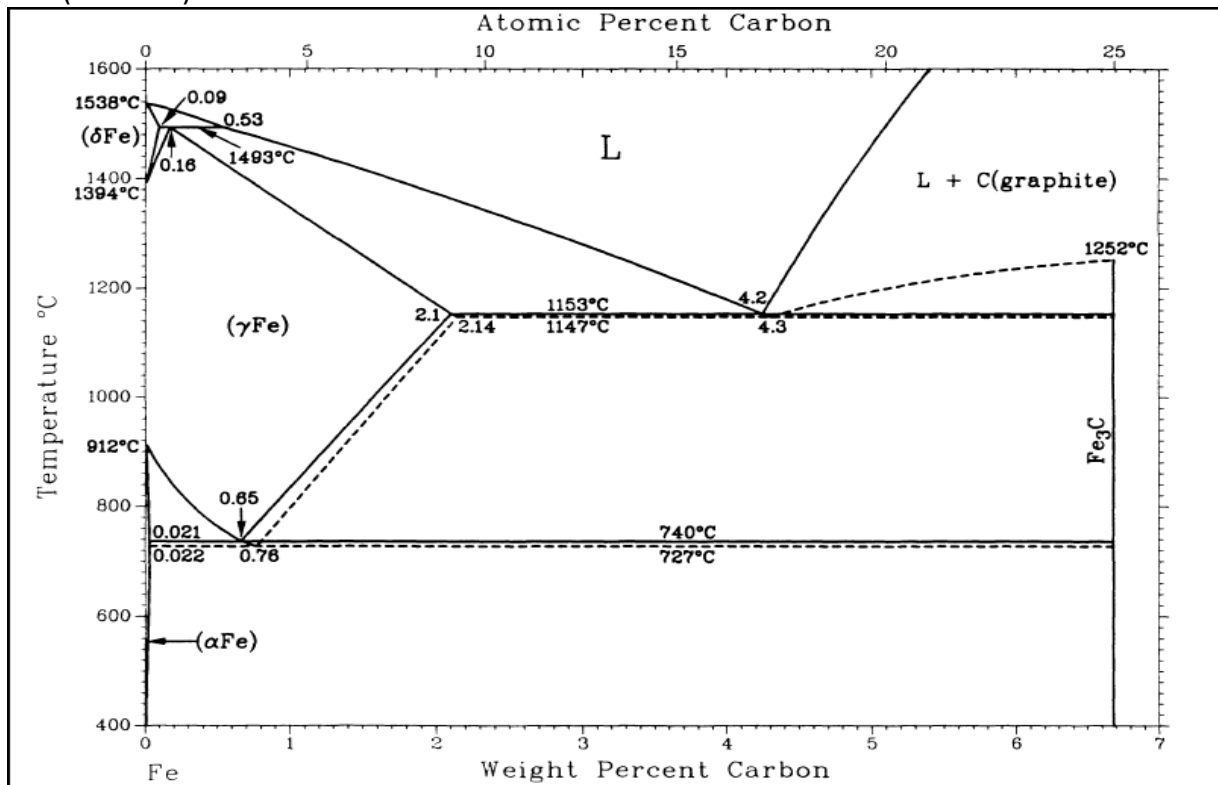


Abb. 1: Fe-C-Zustandsdiagramm. [1]

Da der Kohlenstoff in Austenit besser löslich ist als in Ferrit, kommt es bei der Abkühlung der γ -Fe-Mischkristalle zu einem Zerfall dieser in Ferrit und Zementit (Fe_3C), das Zerfallsgefüge wird als Perlit bezeichnet. Dieser Prozess ist diffusionsbedingt, daher können durch schnelles Unterkühlen des Austenits (z.B. in einem Ölbad) die Diffusionswege des Kohlenstoffs verkürzt werden. Dies führt zu ganz unterschiedlichen Lamellenabständen und -größen und damit auch zu verschiedenen Gefügebildern.

Bei noch höheren Abschreckgeschwindigkeiten (beispielsweise im Wasser) kann der Kohlenstoff nicht aus der Matrix herausdiffundieren, jedoch findet die γ - α -Umwandlung trotzdem statt. Es entsteht also ein mit Kohlenstoff übersättigtes α -Fe, dessen Gitter dadurch stark verzerrt wird. Diese Umwandlung beruht auf einem Umklappmechanismus des Kristallgitters, infolge dessen hohe innere Spannungen hervorgerufen werden, welche ihrerseits einen Härteanstieg des Materials zur Folge haben.

2.2. ZTU-Diagramm

Um die Art des Gefüges voraussagen zu können, kann ein Zeit-Temperatur-Umwandlungs-Diagramm, kurz ZTU-Diagramm genannt, verwendet werden (s. *Abb. 2*).

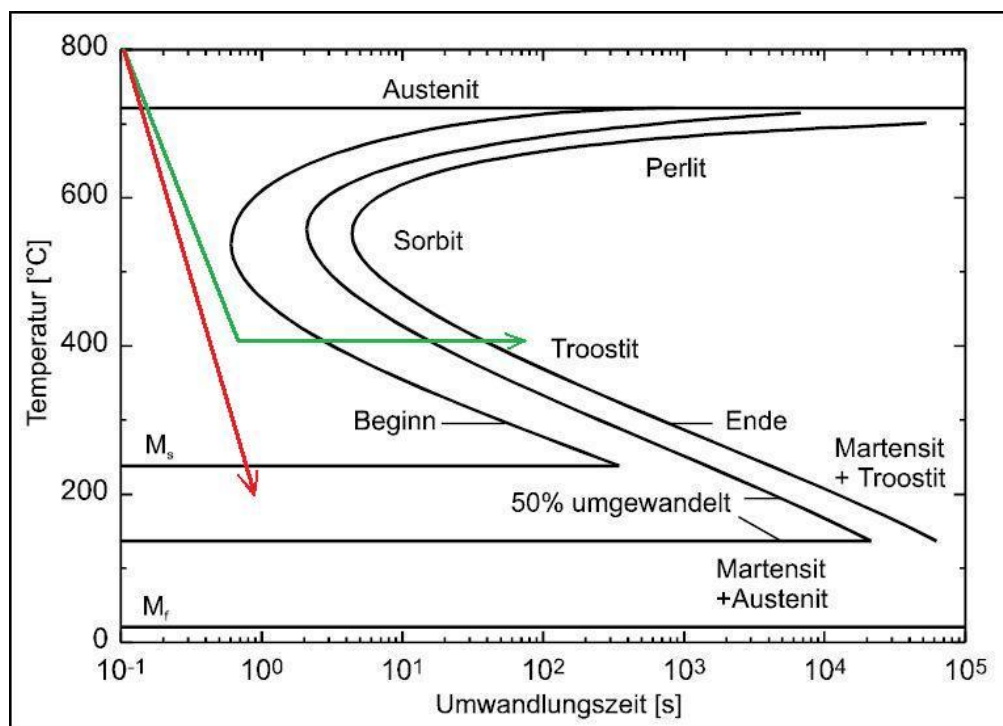


Abb. 2: Beispielhaftes ZTU-Diagramm. [1]

In diesem Diagramm wird die Temperatur gegen die Umwandlungszeit aufgetragen. Die c-förmigen Linien markieren dabei die Austenit-Perlit-Umwandlung. M_s steht für die kritische Temperatur, bei deren Unterschreitung eine martensitische Umwandlung stattfindet. Im Folgenden soll das Lesen solch eines ZTU-Diagramms an zwei Beispielen verdeutlicht werden:

Kühlt man den gegebenen Stahl von 800 °C auf 400 °C innerhalb einer Sekunde ab und hält dann diese Temperatur (s. grüne Linie), so entsteht in den darauf folgenden Sekunden ein feines perlitisches Gefüge, auch Troostit genannt. Wird das Material in der gleichen Zeit auf 200 °C abgeschreckt (rote Linie), setzt die Martensitumwandlung ein.

2.3. Untersuchungsmethoden

Für genaueren Aussagen über ein Gefüge und die Eigenschaften eines Materials können verschiedene Untersuchungsverfahren eingesetzt werden. Im folgenden Versuch wird durch mechanische und chemische Bearbeitungsschritte die Aufnahme von Gefügebildern ermöglicht. Durch das Schleifen und Polieren der Proben soll eine möglichst glatte, saubere und ebene Oberfläche erreicht werden. Die darauf folgende Korngrenzen- und Kornflächenätzung liefert die für eine mikroskopische Betrachtung günstigen Reflexionsbedingungen (s. Abb. 3).

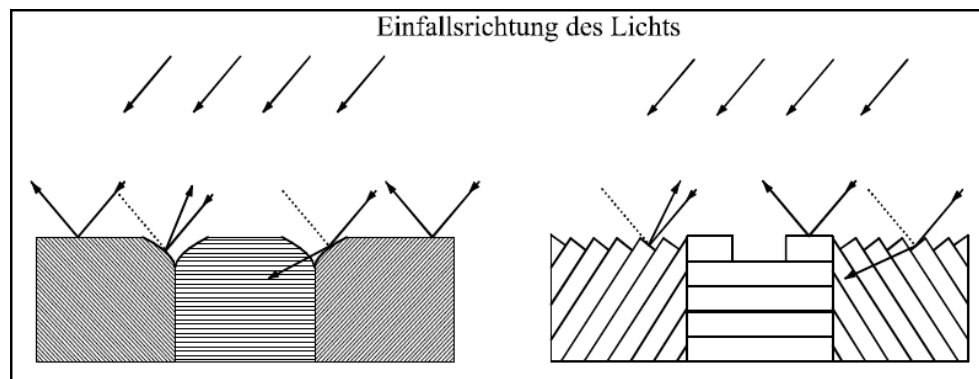


Abb. 3: Optische Reflexionsbedingungen bei Korngrenzen- und Kornflächenätzung. [1]

Zur Untersuchung der mechanischen Eigenschaften kann die Härteprüfung nach Vickers dienen. Bei dieser Prüfmethode wird eine Diamantpyramide mit einem Flächenöffnungswinkel von 136° verwendet, die gegen die Probe gedrückt wird und einen Eindruck hinterlässt. Das Verhältnis der Belastung P zur Eindrucksoberfläche O , welche sich aus dem geometrischen Verhältnis des Winkels und des Mittelwerts der Eindrucksdiagonalen d errechnet, wird als Vickershärte HV bezeichnet und mit folgender Formel berechnet:

$$HV = \frac{P}{O} = \frac{2P \sin 68^\circ}{d^2} = \frac{1,8544P}{d^2} \quad \left[\frac{\text{kp}}{\text{mm}^2} \right] \quad (\text{Gl. 1})$$

3. Versuchsdurchführung

Drei Proben mit jeweils 0,45 Gew.% Kohlenstoff werden etwa eine halbe Stunde im Ofen bei ca. 1000°C homogenisiert. Danach werden diese auf unterschiedliche Art abgeschreckt: Eine in Wasser, die zweite in Öl und die dritte an der Luft. Die abgekühlten Proben werden mithilfe einer Schleif- und Polierapparatur für die mikroskopische Betrachtung vorbereitet. Dabei wird zunächst die äußere Oxidschicht mit einer mit 500er-Papier bestückte rotierende Platte unter ständiger Wasserzufuhr abgetragen. In weiteren Schleifvorgängen mit 1000er-, 2400er- und 4000er-Papier wird die Oberfläche immer feiner geschliffen, wobei der Papierwechsel erst dann erfolgt, wenn die durch die gröbere Papiersorte entstandene Kratzer verschwinden. Zur Feinpolitur wird schließlich ein Poliertuch mit einem Tonerde-Wasser-Gemisch verwendet.

Die polierten Proben werden gewaschen und getrocknet, bevor sie mit 1%-Nitallösung (65%-Salpetersäure in Ethanol) 1 min 20 s geätzt (ggf. nachgeätzt) werden. Nach dem Ätzen erfolgt wieder eine Reinigung der Proben unter Wasser und Trocknen.

Von allen drei Proben werden lichtmikroskopische Gefügeaufnahmen gemacht, anhand welcher die Umwandlungen diskutiert werden. Im Anschluss darauf erfolgt die Härteprüfung

nach Vickers. Es wird dabei eine Last von 2000 gf = 2 kp (gf: gram-force, kp: Kilopond; Umrechnung s. [3]) für 10 s angelegt. Es werden jeweils 10 Messungen durchgeführt, die Auswertung erfolgt maschinell. Die Härte soll ebenfalls zur besseren Beschreibung der Umwandlung und damit verbundenen Änderungen der mechanischen Eigenschaften dienen.

4. Ergebnisse

Im Folgenden werden die drei Gefügaufnahmen und die Härtewerte präsentiert und kurz beschrieben.

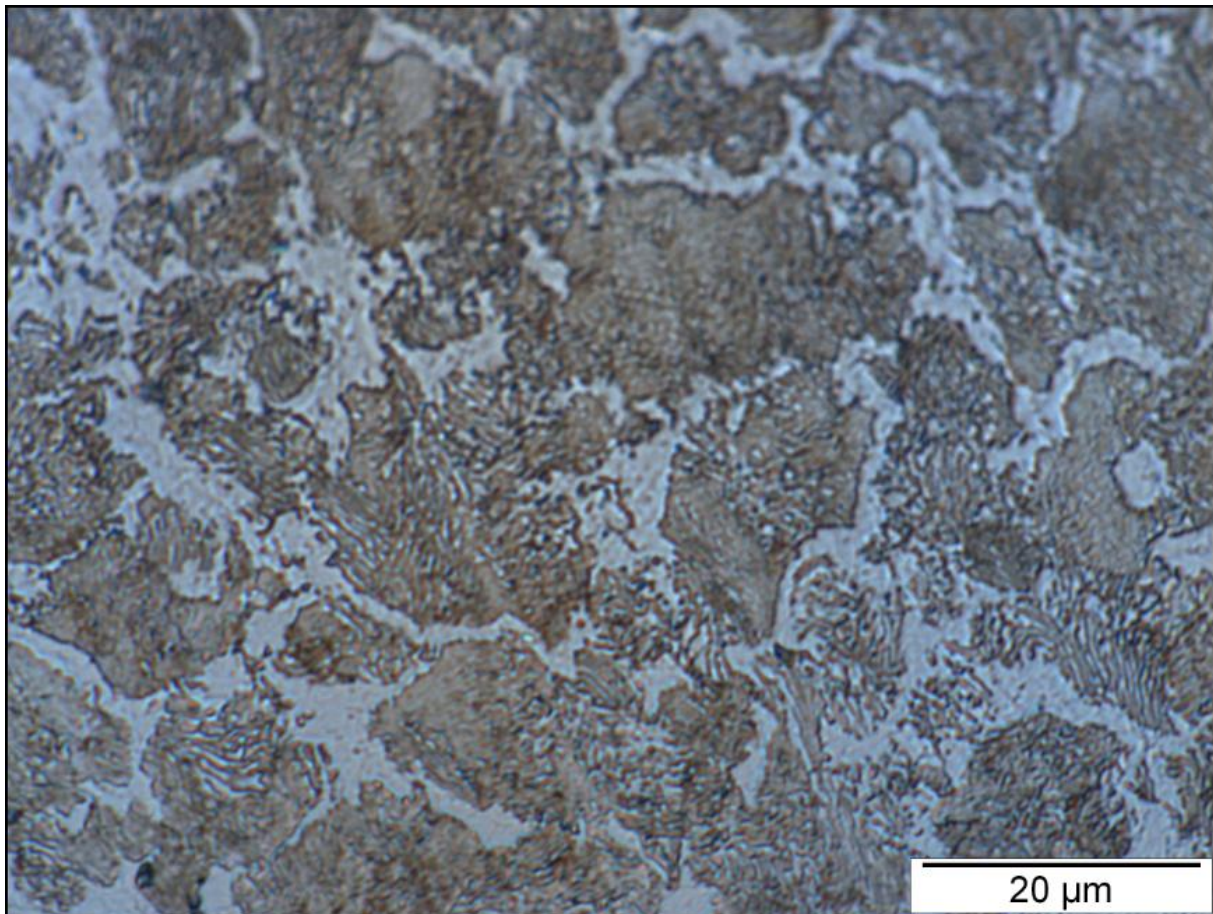


Abb. 4: Aufnahme der an der Luft gekühlten Probe.

Beobachtung: Neben den großen dunklen und den kleineren hellen Bereichen ist vor allem rechts unten im Bild ganz deutlich ein lamellares Gefüge zu erkennen.

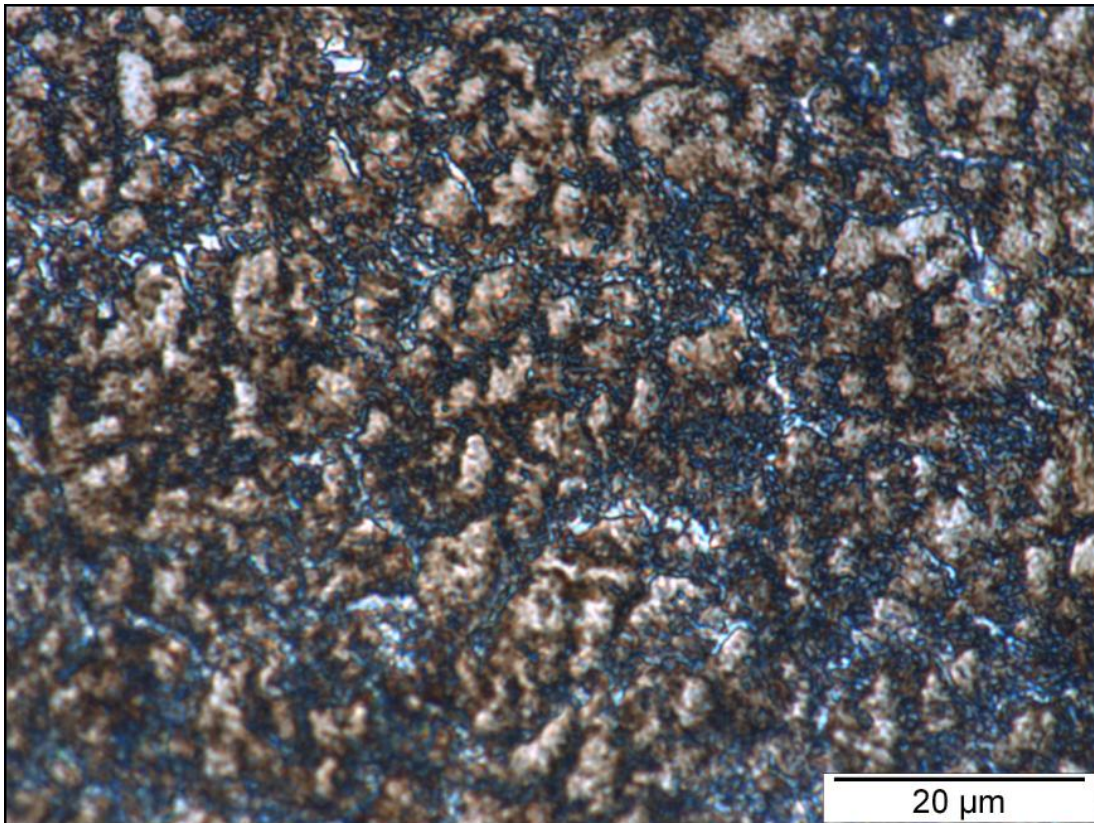


Abb. 5: Aufnahme der in Öl abgeschreckten Probe.

Beobachtung: Das Bild ist teilweise sehr unscharf. Es sind kleine helle und noch feinere hell-dunkel erscheinende Bereiche erkennbar.

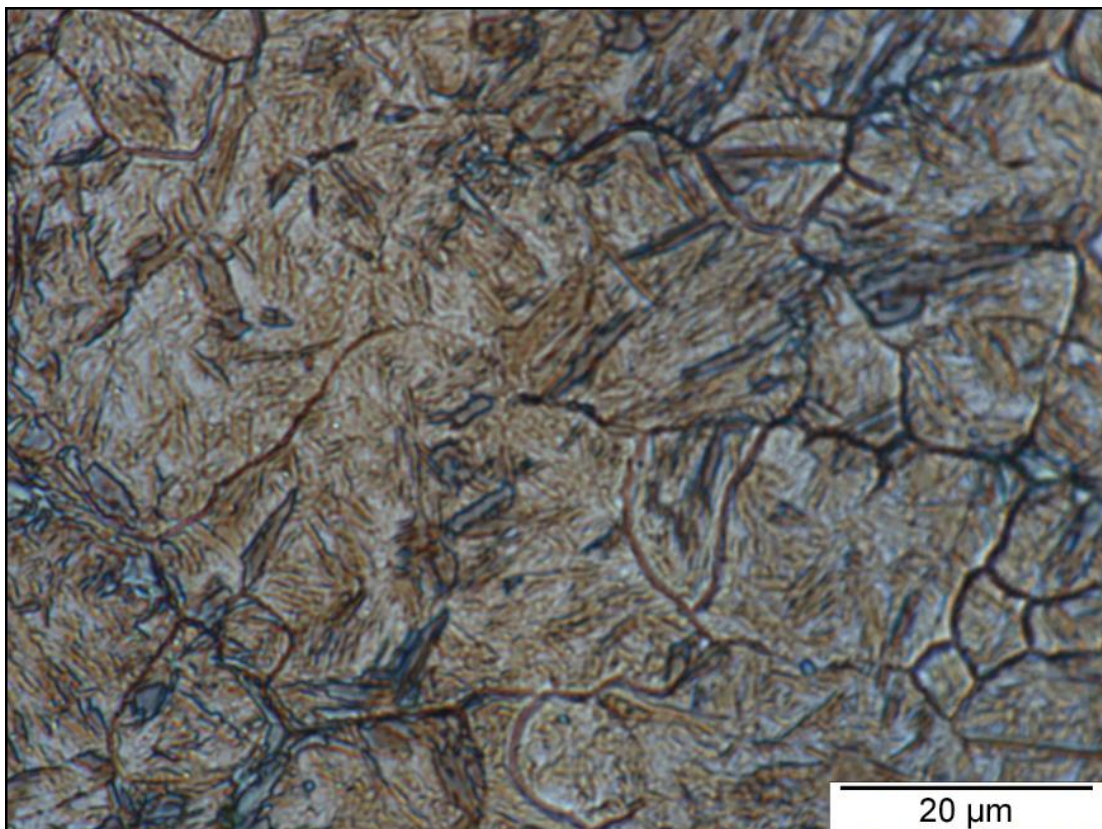


Abb. 6: Aufnahme der in Wasser abgeschreckten Probe.

Beobachtung: Im Unterschied zu den ersten beiden Aufnahmen zeigt diese ein im Wesentlichen einheitliches Farbbild. Man erkennt außerdem deutlich eine feine nadelförmige Struktur im gesamten aufgenommenen Bereich.

Folgende Werte wurden für die Härte der Proben ermittelt:

Tab. 1: Härtemesswerte der untersuchten Proben.

Messung	$HV_{Luft} 2/10$ [kp/mm ²]	$HV_{\text{Öl}} 2/10$ [kp/mm ²]	$HV_{Wasser} 2/10$ [kp/mm ²]
1	225	362	839
2	221	296	806
3	211	286	878
4	216	284	823
5	221	285	810
6	221	286	826
7	222	292	894
8	247	285	782
9	239	291	814
10	237	287	853
Mittelwert:	226	295	833

Beobachtung: Die Härte steigt mit zunehmender Abschreckgeschwindigkeit. Dabei unterscheiden sich die Werte der an der Luft gekühlten und der in Öl abgeschreckten Probe nur geringfügig. Im Gegensatz dazu fallen die Härtewerte der in Wasser abgeschreckten Probe vergleichsweise hoch aus.

5. Diskussion der Ergebnisse

5.1. Gefügaufnahmen

An den drei Gefügebildern lassen sich die Auswirkungen der unterschiedlich schnellen Abkühlmethoden gut erklären.

Die langsam an der Luft abgekühlte Probe zeigt ein typisches Perlit-Gefüge. Die hellen Bereiche entsprechen dabei Ferrit, die dunklen Zementit. Der Kohlenstoff diffundiert aus der Matrix heraus, der Austenit wandelt sich in Ferrit um. Zementit scheidet sich in Form von Plättchen aus, was im Bild als Lamellen sichtbar wird. Die Lamellenstruktur ist hier ganz deutlich zu erkennen, da für den Kohlenstoff bei der vergleichsweise langsamen Abkühlung günstige Diffusionsbedingungen herrschen. Es ist jedoch anzumerken, dass das Zerfallsgefüge nicht überall im Bild deutlich wird, was aus dem möglicherweise falschen oder zeitlich unzureichenden Ätzzvorgang resultiert. Die Härte dieser Probe hat den niedrigsten Wert, was sich darauf zurückführen lässt, dass das Material durch die langsame Temperaturabnahme die Spannungen vermeiden kann, indem es energetisch günstigere Anordnungen annimmt. Dadurch werden die Versetzungen nicht in ihrer Beweglichkeit behindert, die Härte ist gering.

Die Aufnahme der in Öl abgeschreckten Probe weist ein viel feineres Gefügebild auf. Das lässt sich damit erklären, dass durch das schnelle Abschrecken in Öl dem Kohlenstoff nur noch kurze Diffusionswege zur Verfügung stehen. Hier gibt es nur noch einzelne Keime der

Zementitausscheidungen und der eutektoide Zerfall erfolgt bevorzugt an Korngrenzen Die Unschärfe der Aufnahme ist auf eine schlechte Bearbeitung der Probe am Schleifstand zurückzuführen. Die hell-dunklen Bereiche der Aufnahme lassen jedoch vermuten, dass es sich hierbei um ein sehr feinlamellares Gefüge handelt. Diese feinen Ausscheidungen führen zu einer höheren Behinderung der Versetzungsbewegung und den daraus resultierenden etwas höheren Härtewerten.

Das Gefügebild der in Wasser abgeschreckten Probe zeigt die nadelförmige Martensitstruktur, welche in der Aufnahme hell erscheint. Die dunklen Stellen lassen sich als Restaustenit interpretieren, der infolge nicht vollständig ablaufenden Martensitumwandlung erhalten bleibt. Da das Abschrecken in Wasser die Probe schnell abkühlt, durchläuft der Kohlenstoff keine Diffusionsprozesse mehr, sondern es entsteht eine übersättigte Ferritmatrix, welcher ein verzerrtes Gitter hat. Die Nadeln entstehen dabei durch ein Umklappen der Gitterstruktur. Dieser Umklappmechanismus ist mit sehr hohen inneren Spannungen im Material verbunden. Bei der Wechselwirkung mit den Spannungsfeldern der Versetzungen werden diese in ihrer Bewegungsfreiheit gehemmt, womit sich die sehr hohen Härtewerte erklären lassen.

5.2. Standardabweichung

Für die Härte der drei Proben lässt sich eine Standardabweichung $s(HV)$ berechnen. Dabei werden die Quadrate der Abweichungen der Einzelwerte x vom Mittelwert \bar{x} aufsummiert und durch die Anzahl der Messungen n minus 1 dividiert, woraus die Wurzel gezogen wird. Es gilt:

$$s(HV) = \sqrt{\frac{\sum(x - \bar{x})^2}{(n - 1)}} \quad (Gl. 2)$$

Die nach (Gl. 2) ermittelten Abweichungen sind in (Tab. 2) aufgeführt.

6. Zusammenfassung

Es konnte trotz fehlerhafter Arbeitsmethoden ein eindeutiger Zusammenhang zwischen den Abkühlverfahren und den daraus resultierenden Veränderungen im Gefüge hergestellt werden. Die Härte der Proben ließ sich qualitativ für die Interpretation der Umwandlungen benutzen, jedoch nicht mit einer hohen Genauigkeit ermitteln.

Tab. 2: Härtemittelwerte der Proben mit Standardabweichung.

	Luft	Öl	Wasser
$\overline{HV} 2/10$ [kp/mm ²]	226	295	833
$s(HV)$ [kp/mm ²]	±11	±24	±34

7. Literatur

- [1] Skript zum Werkstoffwissenschaftlichen Praktikum, 2009
- [2] Skript zur Vorlesung "Einführung in die Materialwissenschaft", 2007
- [3] <http://www.onlineconversion.com/force.htm>