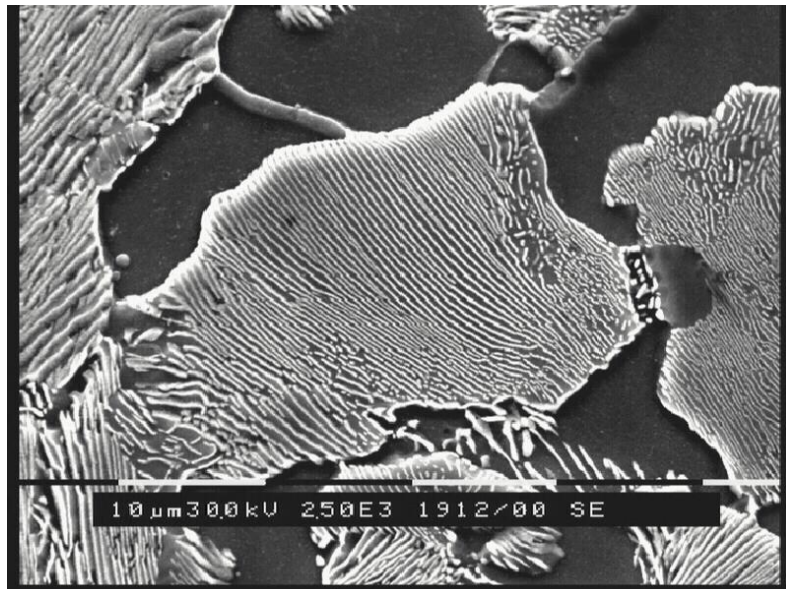




Master Forschungspraktikum

Schwerpunkt Festkörper- und Materialphysik (M.Phys.1401/2)



Versuchsanleitung zu FM.PHA

Phasenumwandlungen in Eisen-Kohlenstoff-Legierungen

Motivation

Eisen-Kohlenstoff ist die wichtigste technische Legierung. Sie wird eingesetzt für so unterschiedliche Anwendungen wie Eisenbahnschienen, Hängebrückenseile, Verstärkung von Autoreifen, Instrumentensaiten, Werkzeugen aller Art bis hin zu den berühmten Damaszener-Messern. Diese so unterschiedlichen Anwendungsbereiche sind möglich, weil bereits kleinste Veränderungen des Kohlenstoffgehaltes große Auswirkungen auf die Eigenschaften des Werkstoffes haben. Zusätzlich können durch Wärmebehandlungen und Variation der Geschwindigkeit beim anschließenden Abkühlen das Gefüge und damit verbunden die physikalischen Eigenschaften (mechanische Festigkeit, magnetische Eigenschaften, usw.) von Fe-C-Legierungen stark variiert werden. Dieses begründet die vielfältigen Einsatzgebiete der Kohlenstoffstähle. Das Eisen-Kohlenstoff-Diagramm, siehe Abb.1, ist ein Gleichgewichtsschaubild für das binäre System Fe-C, aus dem sich in Abhängigkeit vom Kohlenstoffgehalt und der Temperatur die Phasenzusammensetzung ablesen lässt. Die Aussagefähigkeit des Eisen-Kohlenstoff-Diagramms wird jedoch geringer, je schneller abgekühlt wird.

In dem Versuch werden Fe-C Proben unterschiedlicher Zusammensetzung unterschiedlich schnell abgekühlt. Die Phasenzusammensetzung wird anschließend mittels Rasterelektronenmikroskopie beobachtet und die Vickershärte der einzelnen Proben bestimmt.

Theorie

Das Zustandsdiagramm Fe-Fe₃C (durchgezogen gezeichnet) ist technisch viel wichtiger als das Fe-C-Diagramm (gestrichelt), da sich in der Praxis anstelle der Gleichgewichtsphase des Kohlenstoffs (Graphit) zunächst das metastabile Eisenkarbid Fe₃C, sog. **Zementit** bildet.

Reines Eisen besitzt mehrere Kristallgitter (*Allotropie* des Eisens). Die bei tiefen Temperaturen stabile kubisch raumzentrierte (krz, engl. bcc) α -Phase kann nur sehr geringe Mengen an C lösen (maximal 0.02 Gew.% bei 727 °C). Die kubisch flächenzentrierte (kfz, engl. fcc) γ -Phase hat dagegen eine bessere C-Löslichkeit (maximal 2.04 Gew.% C bei 1149 °C). Die ebenfalls krz δ -Phase stellt die Hochtemperaturfortsetzung der α -Phase dar. Entsprechend wird krz α -Fe-C **Ferrit** genannt, und kfz γ -Fe-C **Austenit**.

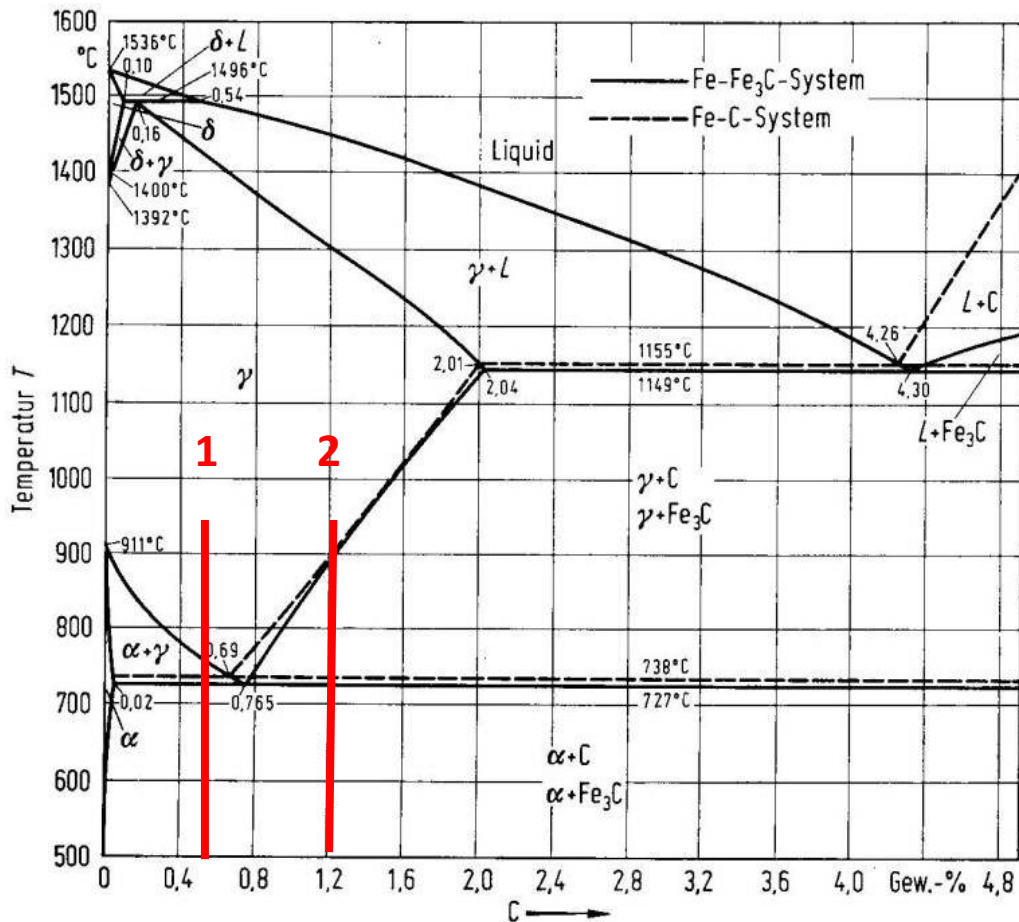


Abb. 1: Das Zustandsdiagramm Eisen-Kohlenstoff [1]

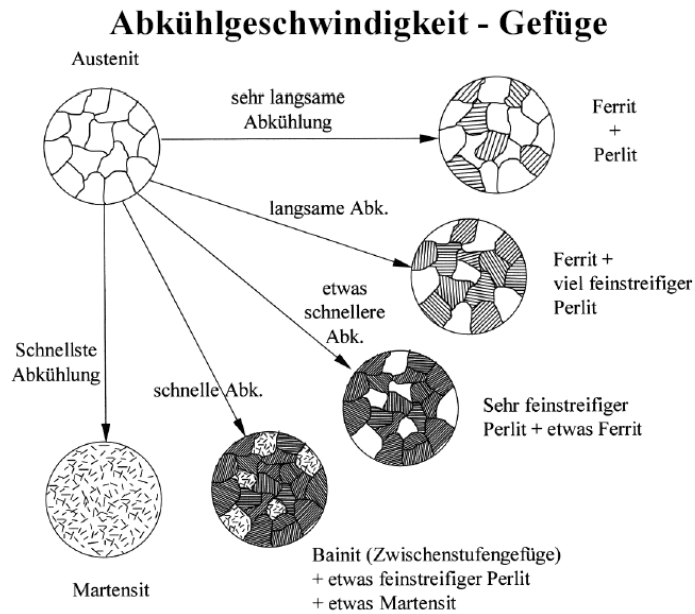
Es gibt zwei Dreiphasengleichgewichte:

1. 1153 °C: eutektische Temperatur
 $\text{liquidus (Fe-4,26 Gew.\% C)} \leftrightarrow \gamma \text{ (Fe-2,01 Gew.\% C)} + Fe_3C$
2. 738 °C: eutektoide Temperatur
 $\gamma \text{ (Fe-0,8 Gew.\% C)} \leftrightarrow \alpha \text{ (Fe-0,02 Gew.\% C)} + Fe_3C \text{ (Perlit)}$

Davon ist das zweite für den Versuch bedeutsam:

Beim langsamen Abkühlen von Temperaturen oberhalb von ca. 900 °C scheidet sich aus dem γ -Fe-C-Mischkristall (Austenit) zunächst C-armer krz α -Fe-C-Mischkristall (Ferrit) aus, wenn die Ausgangskonzentration kleiner als 0,8 Gew.% ist (Fall 1), bzw. Fe_3C , wenn die Ausgangskonzentration größer als 0,8 Gew.% ist (Fall 2), aus. Hierbei verändert der Austenit seine Zusammensetzung, bis durch die Ausscheidungsbildung bei genügend langsamer Abkühlung schließlich ein Kohlenstoffgehalt von 0,80 Gew.% (=3,62 At.%) erreicht wird. Sobald 723 °C unterschritten wird, zerfällt der übriggebliebene Austenit (sogenannter *eutektoide* Zerfall) und es entsteht ausgehend

von den Korngrenzen ein lamellares Gefüge aus α -Fe-C und Fe_3C , das als Perlit bezeichnet wird. Dieses Gefüge wird immer feinstreifiger, je größer die Unterkühlung ist. Es besteht, wie in Abb. 2 dargestellt, folgender Zusammenhang zwischen Abkühlgeschwindigkeit und dem entstehenden Gefüge:



Austenit

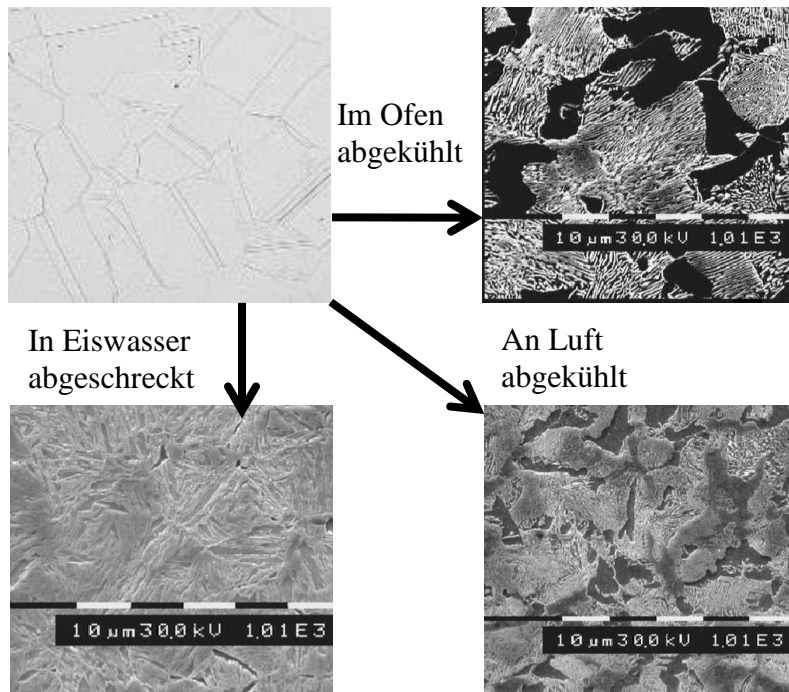
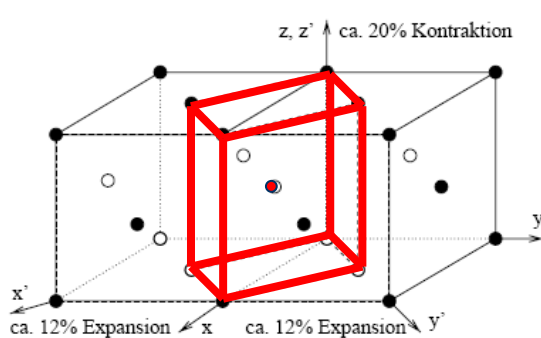
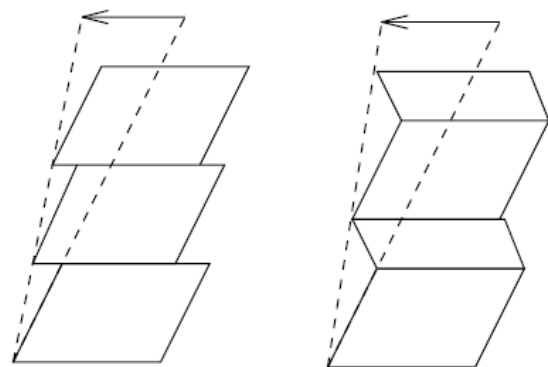


Abb. 2: Zusammenhang zwischen Abkühlgeschwindigkeit und Gefüge bei einer Konzentration von etwa 0,45 Gew.% C. Oben: Schemazeichnung, unten: Praktikum 2009

Überschreitet man bei der Abkühlung einen kritischen Wert, so wird die Diffusion eingefroren und es findet statt der Perlitbildung unterhalb einer bestimmten Temperatur (M_s) eine diffusionslose Scherumwandlung zu einem tetragonal verzerrten Fe-C-Mischkristall, dem **Martensit**, statt. Bei dieser Umwandlung entsteht aus den Austenitkristallen eine grosse Zahl annähernd plattenförmiger Martensitkristalle (im ebenen Schnitt nadeliges Gefüge). Martensit ist ein ferromagnetisches metastabiles Gefüge in Metallen, das diffusionslos und athermisch durch eine kooperative Scherbewegung aus dem Ausgangsgefüge entsteht. Dabei muss das Material von der Temperatur des Austenits unter die eutektoide Temperatur abgekühlt werden. Die Unterkühlung unter die eutektoide Temperatur muss tief genug sein, um die notwendige Aktivierungsenergie für die athermische Phasenumwandlung zu erzeugen, muss aber auch schnell genug erfolgen, um Diffusionsvorgänge zu verhindern. Die notwendige Unterkühlung und Abkühlgeschwindigkeit sind stark von der Zusammensetzung abhängig und variieren über einen weiten Bereich, so dass manchmal ein rasches Abschrecken in Wasser oder gar Tiefkühlen in flüssigen Stickstoff notwendig ist, manchmal genügt auch ein langsames Abkühlen an Luft oder im Warmbad. Die Härte der Martensitkristalle wird vor allem durch die Konzentration der im krz. Gitter gelösten C-Atome und die durch Scherung erzeugten Gitterbaufehler bedingt.



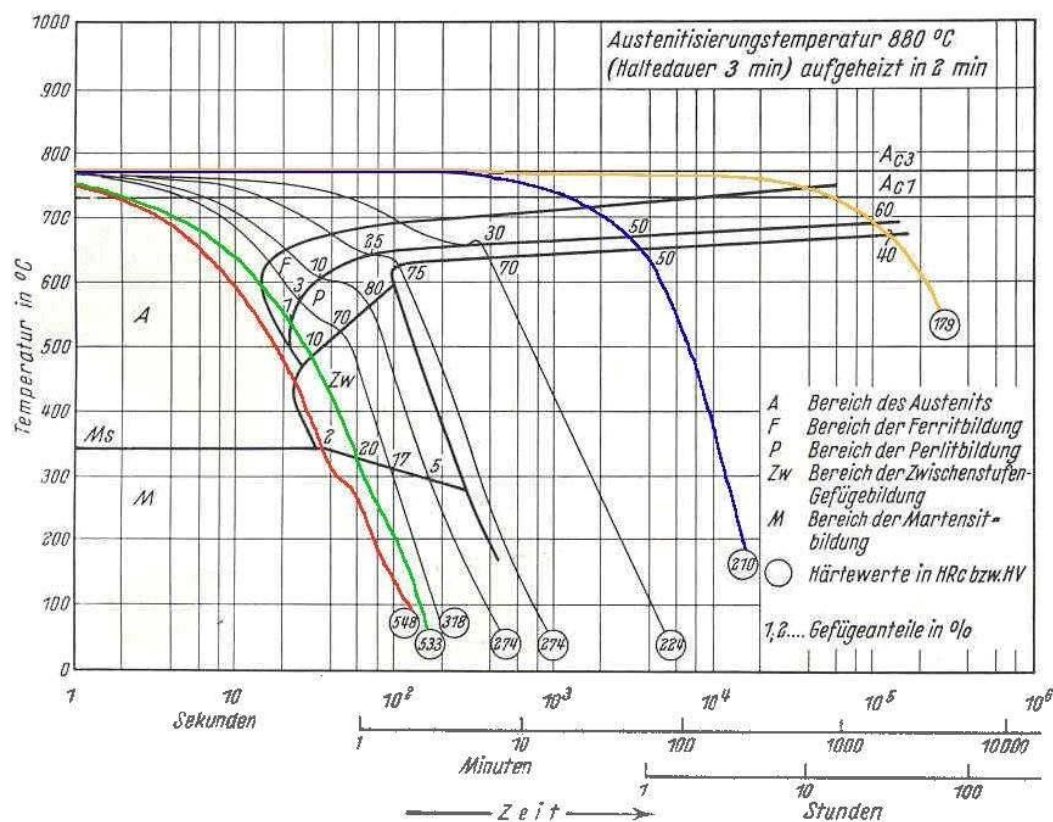
Änderung der Struktur:
fcc \rightarrow bct
(tetragonal raumzentriert)



Scherung bzw. Zwillingsbildung
führen zur Reliefbildung

Abb. 3: Schemazeichnung der Martensitumwandlung.

Man kann den Zeitpunkt, zu dem bei einer bestimmten Temperatur ein bestimmter Umwandlungsgrad der Perlitreaktion erreicht ist, in ein Diagramm eintragen. Man bezeichnet diese Darstellung als Zeit-Temperatur-Umwandlungs-Schaubild (ZTU - oder engl. TTT-Diagramm, siehe Abb.4). ZTU-Diagramme vermitteln also einen Überblick darüber, welches metallographische Gefüge man bei einer bestimmten Auslagerungstemperatur eines Stahls nach einer bestimmten Zeit erwarten kann. Sie unterscheiden sich von Legierung zu Legierung und müssen daher für jede Zusammensetzung neu gemessen werden. Am Ende jeder Abkühlungskurve wird i.a. auch die Härte des Stahls eingetragen.



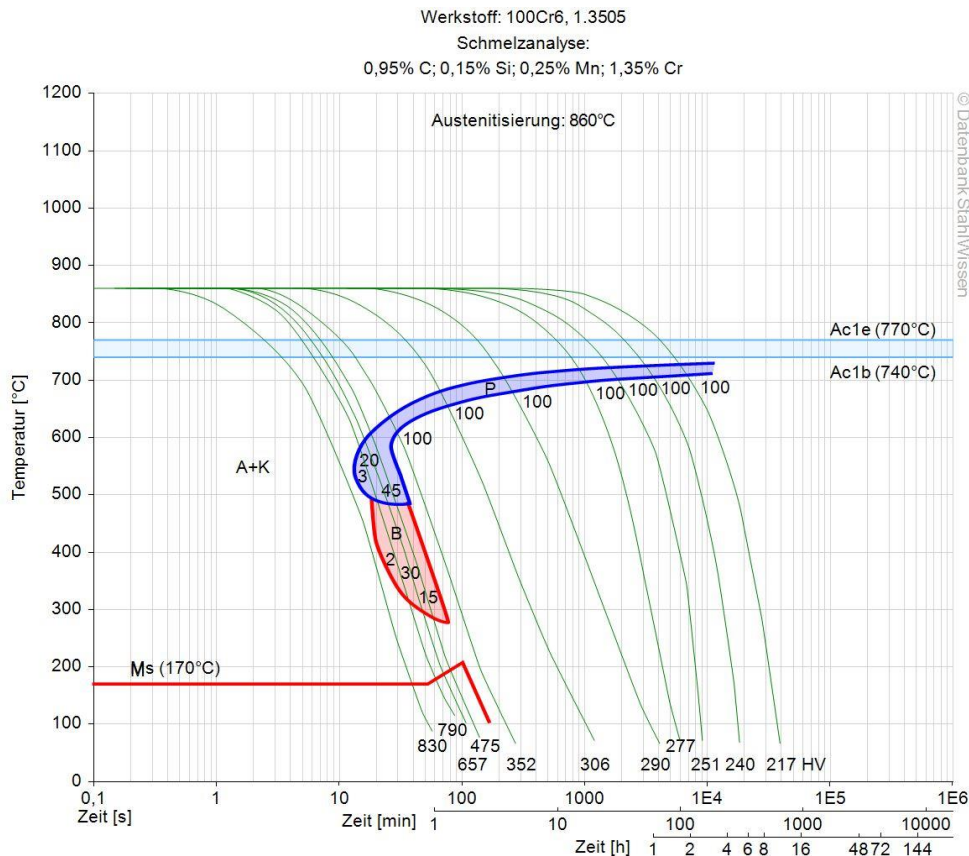


Abb. 4 ZTU-Diagramme für verschiedene Abkühlgeschwindigkeiten (oben: $c \approx 0.45$ Gew.%, unten: $c \approx 1.00$ Gew.%) [2,3]

Versuch

Die Gefügearten Perlit (grob und fein), Perlit und Ferrit sowie Martensit werden in Kohlenstoffstählen zweierlei Zusammensetzung (2: Fe-1.2 Gew.% C & 1: Fe-0.45 Gew.% C) auf ihre Härte sowie auf ihren Gefügebau untersucht.

1. Zwei Proben jeder Zusammensetzung werden für 30 min auf 950 °C in Formiergas (95% Ar, 5% H₂) gehalten.
2. Eine Probe der Zusammensetzung 1 wird in Eiswasser abgeschreckt, eine Probe der Zusammensetzung 2 wird an Luft abgekühlt. Der Ofen wird abgestellt und die restlichen Proben kühlen im Ofen sehr langsam ab.
3. Danach werden die Proben geschliffen (Nass-Schleifen von Hand, Polieren auf rotierender Tuchscheibe mit hochdisperser Tonerde als Poliermittel) mit anschließender Bestimmung der Vickershärte (Belastung 500 p) als Mittel aus drei Messungen.
4. Zur metallographischen Gefügeuntersuchung werden die Proben in 3%-iger alkoholischer Salpetersäure geätzt, und es erfolgen Beobachtung und photographische Aufnahmen im Rasterelektronenmikroskop.

Versuchsaufbau und –Ausrüstung

- Die Wärmebehandlungen werden in einem elektrischen Rohofen in senkrechter Aufstellung unter Schutzgas (Formiergas: 95 % Ar, 5 % H₂) durchgeführt. Das Schutzgas ist notwendig zur Vermeidung von Oxydation und damit Randentkohlung. Die Temperaturmessung erfolgt mit einem Thermoelement.
- Die Vickershärte wird mittels einer Mikrohärteprüfmaschine LEITZ Durimet durchgeführt. Dabei wird die Vickers-Härte mit einer Kraft von 500 p gemessen.
- Nass-Schleifen erfolgt von Hand, Polieren auf rotierender Tuchscheibe mit hochdisperser Tonerde als Poliermittel. Ätzen erfolgt in 3%-iger alkoholischer Salpetersäure, Achtung: <http://de.wikipedia.org/wiki/Salpetersäure>
- Beobachtung und photographische Aufnahme erfolgen im Rasterelektronenmikroskop LEO Supra 35 der Firma Zeiss oder dem FEI Nova NanoSEM 650.

Fragen zur Vorbereitung

Gehen Sie in Ihrer Darstellung der theoretischen Grundlagen (als Teil des Versuchsprotokolls) auf folgende Fragen ein:

1. Warum ist die C-Löslichkeit von γ -Fe größer als die von α -Fe?
2. Was bedeutet "metastabil"?
3. Wie hängt die Diffusion von der Temperatur ab?
4. Warum diffundiert bei Stahl im Wesentlichen nur C?
5. Wodurch sind Keimbildung und Wachstum bei der Perlitbildung bestimmt?
6. Weshalb bildet sich beim Perlit eine Lamellenstruktur?
7. Was ist eine Perlitnase und warum bildet sie sich?
8. Was ist charakteristisch für die Martensitumwandlung?
9. Welche Mechanismen gibt es bei der Stahlhärtung?

Auswertung

Gehen Sie bei der Auswertung auf folgende Punkte ein:

1. Schätzen Sie den Perlitanteil in Ihren Proben ab und vergleichen ihn mit den nach dem Hebelgesetz zu erwartenden Werten. Machen Sie das Gleiche mit dem Primärferrit, wo anwendbar.

2. Vermessen Sie, wo möglich, Lamellenabstände im Perlit und diskutieren Sie dabei auftretende Schwierigkeiten, die durch evtl. schräg angeschnittene Kolonien auftreten.
3. Vergleichen Sie die beobachtete Mikrostruktur mit derjenigen, die Sie gemäß den ZTU-Diagrammen erwartet hätten.
4. Vergleichen Sie die gemessenen Härtewerte mit denjenigen, die Sie gemäß den ZTU-Diagrammen erwartet hätten.
5. Diskutieren Sie die Ergebnisse unter Berücksichtigung evtl. vorhandener Materialfehler [4] oder experimenteller Fehler.

Literatur

- [1] P. Haasen, *Physikalische Metallkunde*. Berlin-Heidelberg-New York-Tokyo 1984.
- [2] <http://nitriertechnik.de/literatur/umwandlungstahl/c45wbh.htm>, besucht am 03.12.2019.
- [3] http://www.dew-stahl.com/fileadmin/files/dew-stahl.com/documents/Publikationen/Werkstoffdatenblaetter/Werkzeugstahl/Kaltarbeitsstahl/D_Cryodur2002.pdf, besucht am 03.12.2019.
- [4] www.metallograf.de
(Informationsseite für *Metallografen* auf dem Stahlsektor und jeden, den das Thema Metallografie interessiert.) zuletzt besucht am 03.12.2019.
- [5] E. Houdremont, *Sonderstahlkunde Bd. I*, Berlin-Göttingen-Heidelberg 1956, pp. 122-187: Das Fe-C-System.
- [6] W. Hume-Rothery, *Elements of Structural Metallurgy*, London 1961, pp. 53-163: Fe-N und Fe-C-Legierungen.
- [7] E. Bain, H. Paxton, *Alloying Elements in Steel*, Ohio 1961.
- [8] R.E. Reed-Hill, *Physical Metallurgy Principles*, New York 1964, pp. 477-517: Härtung von Fe-C-Stahl.
- [9] H. Schumann, *Metallographie*, Leipzig 1967, pp. 13-51: Schleifen, Ätzen, Mikroskopieren, pp. 367-381: Austenit-Umwandlung
- [10] H.K.D.H. Bhadeshia, Martensitic Transformations: Crystallography and Nucleation, <https://www.phase-trans.msm.cam.ac.uk/2002/martensite.html>, zuletzt besucht am 08.04.2010.