



Fakultät für Maschinenwesen
Lehrstuhl für Umformtechnik und Gießereiwesen

In-situ-Messung der Phasenumwandlungs- kinetik von ausferritischem Gusseisen

Leopold Meier

Vollständiger Abdruck der von der Fakultät für Maschinenwesen der Technischen Universität München zur Erlangung des akademischen Grades eines

Doktor-Ingenieurs

genehmigten Dissertation.

Vorsitzender: Univ.-Prof. Dr. mont. habil., Dr. rer. nat. h.c. Ewald Werner

Prüfer der Dissertation:

1. Univ.-Prof. (i. R.) Dr.-Ing. Hartmut Hoffmann
2. Univ.-Prof. Dr.-Ing. Wolfram Volk
3. Univ.-Prof. Dr.-Ing. Babette Tonn,
Technische Universität Clausthal

Die Dissertation wurde am 24.02.2015 bei der Technischen Universität München eingereicht und durch die Fakultät für Maschinenwesen am 24.02.2016 angenommen.

utg-Forschungsberichte

Band 76

Leopold Meier

**In-situ-Messung der Phasenumwandlungskinetik
von ausferritischem Gusseisen**

Shaker Verlag
Aachen 2017

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Zugl.: München, Techn. Univ., Diss., 2016

Tag der mündlichen Prüfung: 4.4.2016

Copyright Shaker Verlag 2017

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-5027-1

ISSN 2366-505X

Shaker Verlag GmbH • Postfach 101818 • 52018 Aachen

Telefon: 02407 / 95 96 - 0 • Telefax: 02407 / 95 96 - 9

Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

Geleitwort

Die Kombination der ersten und der zweiten Verarbeitungsstufe stellt eine seltene Ausgangsposition für eine fachübergreifende Forschung in der deutschen Hochschullandschaft dar. Für die gestiegenen Anforderungen an Produkte und den verstärkten Kostendruck ist dieses Ineinandergreifen von Fertigungsverfahren ein idealer Nährboden für Forschungsaktivitäten, denn erst die gemeinsame Betrachtungsweise dieser beiden Verfahrensgebiete erlaubt Innovationen in vielen nachgeschalteten Bereichen der Industrie.

Vor allem Neuentwicklungen, aber auch die Weiterentwicklung bestehender Fertigungsverfahren, sollen im Umfeld eines härter werdenden Wettbewerbs dazu beitragen, die Position des Standortes Deutschland zu kräftigen. Das gegenseitige Befruchten von Theorie und Praxis durch die Zusammenarbeit von Hochschule und Industrie kann als Beitrag dafür angesehen werden.

Eine enge Anlehnung der Themen an die in der betrieblichen Praxis auftretenden Probleme als ein Bindeglied zwischen Grundlagenforschung und anwendungsorientierter Forschung liegt daher im Interesse dieser Berichte. Die einzelnen Arbeiten sind folglich als Bausteine zu betrachten, die einen entscheidenden Einfluss auf die Verbesserung bisheriger Technologien besitzen.

Neben den beiden großen fertigungstechnischen Schwerpunkten Urformtechnik und Umformtechnik, bei denen der isolierte Prozess im Mittelpunkt steht, gehört die gesamtheitliche Betrachtung der Verfahren mit naturwissenschaftlichen und planerischen Themen zum Inhalt der Arbeiten des Lehrstuhls für Umformtechnik und Gießereiwesen.

Ergebnisse und Inhalte der Forschungsberichte sollen nicht als Einbahnstraße dem Wissenstransfer von Forschungsergebnissen in der Praxis dienen, sondern sie sollen neben der Basis für weiterführende Arbeiten auch als Diskussionsgrundlage für den Dialog zwischen Hochschule und Industrie angesehen werden.

Hartmut Hoffmann

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Lehrstuhl für Umformtechnik und Gießereiwesen (utg) der Technischen Universität München.

Meinem Doktorvater, Herrn Prof. Dr.-Ing. Hartmut Hoffmann, ehemaliger Ordinarius des Lehrstuhls für Umformtechnik und Gießereiwesen der Technischen Universität München, gilt mein Dank für das mir entgegengebrachte Vertrauen und für die Freiheit, die mir bei der Bearbeitung zugestanden wurde. Durch seine offene und menschliche Art schuf er eine Atmosphäre am Lehrstuhl, in der nicht nur die Wissenschaft gedeihen konnte, sondern auch aus Kollegen Freunde wurden.

Herrn Prof. Dr.-Ing. Wolfram Volk, Ordinarius des Lehrstuhls für Umformtechnik und Gießereiwesen, danke ich für die Übernahme des 1. Koreferats und die konstruktive Begleitung der letzten Promotionsphase. Zudem möchte ich ihm für das große Vertrauen in die wissenschaftlichen Mitarbeiter bei der Berufung an den Lehrstuhl danken, das sich durch die bedingungslose Übernahme aller laufenden Promotionsprojekte ausdrückte.

Frau Prof. Dr.-Ing. Babette Tonn, Ordinaria für Gießereitechnik am Institut für Metallurgie der TU Clausthal, gilt mein Dank für ihr großes Interesse an meiner Arbeit und die Übernahme des 2. Koreferats.

Herrn Prof. Dr. mont. habil., Dr. rer. nat. h. c. Ewald Werner, Ordinarius für Werkstoffkunde und Werkstoffmechanik der Technischen Universität München, danke ich für die Übernahme des Prüfungsvorsitzes sowie die reibungslose und schnelle Organisation der Promotionsprüfung.

Diese Dissertation basiert auf Ergebnissen des öffentlich geförderten Forschungsprojektes „Kinetik der Phasenumwandlung in Ausferritischem Gusseisen (ADI)“. Der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) sei für die finanzielle Unterstützung herzlich gedankt.

Des Weiteren bedanke ich mich bei den Mitarbeitern des FRM II für die konstruktive und angenehme Zusammenarbeit. Mein besonderer Dank gilt dabei

Herrn Dr. Michael Hofmann, der mich als direkter Projektpartner durch alle experimentellen und theoretischen Wurrungen der Diffraktometrie geführt hat und mir ein großes Beispiel darin war, wie wissenschaftliches Arbeiten in der anwendungsorientierten Forschung pragmatisch und dennoch exakt umgesetzt werden kann.

Darüber hinaus bin ich allen Kollegen und Studierenden des Lehrstuhls utg zu großem Dank verpflichtet, die durch fruchtbare Diskussionen, ihre tatkräftige Unterstützung und ihren Anteil an der unvergleichlichen kollegialen Atmosphäre zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben. Stellvertretend für viele möchte ich mich an dieser Stelle bei Frau Michaela Brummer und Herrn Patrick Saal bedanken, mit denen ich lange Jahre mein Büro in großer Harmonie geteilt habe.

Mein besonderer Dank gilt meiner Familie und meinen Freunden, deren Rückhalt von unschätzbarem Wert für mich ist. Besonders zu nennen sind meine Eltern, die mir durch ihre uneingeschränkte Unterstützung und Förderung meinen beruflichen Werdegang ermöglicht haben.

Schließlich danke ich meiner Frau Katrin, deren Energie mich immer ermutigt und deren Hilfe, den Sinn für das Wesentliche zu schärfen, entscheidend zur Fertigstellung der vorliegenden Arbeit beigetragen hat.

München, im Dezember 2016

Leopold Meier

Resümee

Ausferritische Gusseisenwerkstoffe (ADI) zeichnen sich durch eine Kombination aus hoher Festigkeit und Zähigkeit aus, die durch ein feinkörniges Wärmebehandlungsgefüge aus Graphitkugeln, Ferritnadeln und hoch kohlenstoffhaltigem Restaustenit hervorgerufen wird. Für eine zielgerichtete und prozesssichere Einstellung bestmöglicher mechanischer Eigenschaften ist allerdings ein grundlegendes Verständnis der Phasenumwandlungskinetik während der ausferritischen Wärmebehandlung, bestehend aus Austenitisierung und isothermer Auslagerung, notwendig.

In der vorliegenden Arbeit wurden daher die Phasenumwandlungen bei der Wärmebehandlung von unlegiertem Gusseisen mittels In-situ-Neutronendiffraktometrie in Abhängigkeit der Temperaturparameter charakterisiert. Aufgrund der Phasenselektivität des Messverfahrens und der hohen Eindringtiefe der Neutronenstrahlen konnten erstmalig sowohl der Verlauf der Austenit-Ferrit-Umwandlung kontinuierlich gemessen als auch die entsprechenden Kohlenstoffgehalte der beteiligten Phasen ermittelt werden. Ergänzend wurde mit metallographischen Untersuchungen an Abschreckproben die Entwicklung der ausferritischen Mikrostruktur untersucht.

Anhand der Messdaten konnte die Kinetik der ADI-Phasenumwandlung mittels Avrami-Gleichungen modelliert und detaillierte Schaubilder zur Darstellung der Phasenumwandlung und der Kohlenstoffanreicherung aufgestellt werden. Des Weiteren konnten mittels einer systematischen Untersuchung des Kohlenstoffhaushalts innerhalb des ausferritischen Gefüges die gängigen thermodynamischen Theorien zum Bildungsmechanismus der Ferritnadeln in bainitischen Werkstoffen überprüft und diskutiert werden.

Neben einem tieferen Verständnis der metallurgischen Vorgänge und der Phasenumwandlungskinetik bei der Herstellung von ADI ermöglichen die Ergebnisse der vorliegenden Arbeit eine genauere Auslegung und Kontrolle industrieller Wärmebehandlungsprozesse.

Executive Summary

Austempered Ductile Iron (ADI) combines high strength and ductility due to a fine-grained heat treatment microstructure which consists of graphite nodules, ferrite needles and high carbon retained austenite. However, fundamental understanding of the phase transformation kinetics during the heat treatment steps of austenitisation and austempering is necessary in order to achieve best possible mechanical properties.

Therefore, phase transformations during heat treatment of unalloyed ductile iron as a function of temperature parameters were characterised by in-situ neutron diffraction. For the first time both the austenite-ferrite transformation and the carbon content of the phases could be measured continuously due to the phase-specific measurement technique and the high penetration depth of neutron radiation. In addition, the evolution of the ADI microstructure was analysed by metallography on interrupted austempering samples.

Based on the measuring data, ADI phase transformation kinetics was modelled by Avrami equations and detailed diagrams depicting phase transformation and carbon enrichment were derived. A systematic analysis of the carbon redistribution within the ADI microstructure led to a detailed discussion of the thermodynamic theories of ferrite nucleation mechanism in bainitic materials.

Besides deeper knowledge of the kinetics and metallurgy of ADI phase transformations the results of this thesis enable manufacturers to design and control industrial heat treatment processes more precisely.

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	I
Verzeichnis der Abkürzungen	V
Verzeichnis der Kurzzeichen.....	VI
1 Einleitung.....	1
1.1 Die Entdeckung des verformbaren Gusseisens	1
1.2 Ausferritisierung von Gusseisen mit Kugelgraphit	3
2 Grundlagen und Stand der Kenntnisse.....	5
2.1 Einführung in die Herstellung und Anwendung von ADI	5
2.1.1 Ausgangsmaterial	5
2.1.2 ADI-Wärmebehandlung	6
2.1.3 Mechanische Eigenschaften und industrielle Anwendungen ..	8
2.2 Thermodynamik und Kinetik von Phasenumwandlungen	11
2.2.1 Freie Enthalpie und Zustandsgleichgewicht von Phasen	11
2.2.2 Keimbildung und Keimwachstum	12
2.2.3 Phasenumwandlungen im festen Zustand	15
2.2.4 Kinetik von Phasenumwandlungen nach Avrami.....	17
2.3 Metallurgie der Eisenwerkstoffe.....	22
2.3.1 Polymorphie des Eisens	22
2.3.2 Kohlenstoff als Legierungselement.....	23
2.3.3 Silizium als Legierungselement.....	26
2.3.4 Diffusion in Eisenwerkstoffen.....	28

2.3.5	Phasenumwandlungen in Gusseisen.....	31
2.4	Gitterkonstanten der Phasen von Eisenwerkstoffen	35
2.4.1	Wärmeausdehnung der Kristallgitter des Eisens.....	35
2.4.2	Einfluss von Legierungselementen	38
2.4.3	Interphasenspannungen	50
2.5	Metallurgie der ausferritischen Wärmebehandlung	51
2.5.1	Mechanismus der Phasenumwandlung in der Bainitstufe	51
2.5.2	Ausferritische Phasenumwandlung in Gusseisen.....	58
2.6	Messverfahren zur Untersuchung von Phasenumwandlungen in ADI ..	72
2.6.1	Diffraktometrie	72
2.6.2	Metallographie.....	81
2.6.3	Elektronenmikroskopie und Elektronenbeugung.....	82
2.6.4	Dilatometrie	83
3	Zielsetzung und Lösungsansatz.....	85
4	Versuchs- und Messeinrichtungen	86
4.1	Neutronendiffraktometer STRESS-SPEC	86
4.2	Laborspiegelöfen	88
4.2.1	Grundprinzip.....	89
4.2.2	Aufbau und konstruktive Details.....	89
4.2.3	Steuerung	92
4.3	Abschreckdilatometer	95
4.4	Mikroskopie.....	95
5	Versuchsdurchführung	96
5.1	Versuchswerkstoff und Probenherstellung	96

5.2	ADI-Wärmebehandlungen.....	98
5.3	Proben- und Versuchsbezeichnungen.....	100
5.4	Metallographische Untersuchungen.....	101
5.5	Neutronendiffraktometrie.....	102
5.5.1	Instrumenteinstellungen.....	102
5.5.2	Auswertung der In-situ-Diffraktionsdaten.....	103
5.5.3	Berechnung der Gitterkonstanten.....	105
5.5.4	Berechnung der Phasenanteile.....	105
5.6	Fehlerdiskussion.....	108
5.6.1	Neutronendiffraktometrie.....	108
5.6.2	Temperaturmessung.....	110
6	Untersuchung der Proben temperaturhomogenität.....	111
6.1	Charakterisierung mittels Zusatz-Thermoelementen.....	111
6.2	Referenzmessungen mittels Diffraktometrie.....	113
6.3	Diskussion der Proben temperaturen.....	116
7	In-situ-Wärmebehandlungsexperimente.....	120
7.1	Austenitisierung.....	120
7.2	Abschreckung.....	123
7.3	Auslagerung.....	126
7.3.1	Phasenanteile und Gitterkonstanten.....	127
7.3.2	Reflexbreiten.....	134
7.3.3	Kohlenstoffgehalt.....	136
8	Metallographische Untersuchungen.....	142

8.1	Gefügehomoogenität	142
8.2	Gefügeentwicklung	145
9	Diskussion	152
9.1	Charakteristische Parameter der ausferritischen Umwandlung.....	152
9.2	Phasenanteile und Kohlenstoffgehalt im Plateau der Reaktion	154
9.3	Kohlenstofflücke	158
9.4	Thermodynamische Betrachtung der Kohlenstoffgehalte	164
9.5	Reflexbreiten und Gefügeentwicklung	168
9.6	Kinetik der Phasenumwandlung	173
10	Zusammenfassung	182
11	Ausblick.....	188
12	Literaturverzeichnis.....	189
13	Anhang	204
13.1	Eigenschaftsübersicht genormter Gusseisenwerkstoffe.....	204
13.2	Dehnungskoeffizienten in Eisenwerkstoffen	206
13.3	Textur des ausferritischen Gefüges	207
13.4	Ergebniszusammenfassung der In-situ-Experimente	208