

Pavao Barić

**Bestimmung thermophysikalischer
Daten von X153CrMoV12 in fester und
flüssiger Phase**

Diplomarbeit

zur Erlangung des akademischen Grades
Diplom-Ingenieur

Diplomstudium Technische Physik



Technische Universität Graz

Betreuer:

Ao. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. Gernot Pottlacher
Institut für Experimentalphysik

Graz, Juni 2010

Deutsche Fassung:
Beschluss der Curricula-Kommission für Bachelor-, Master- und Diplomstudien vom 10.11.2008
Genehmigung des Senates am 1.12.2008

EIDESSTÄTTLICHE ERKLÄRUNG

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

Graz, am

.....
(Unterschrift)

Englische Fassung:

STATUTORY DECLARATION

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

.....
date

.....
(signature)

Kurzfassung

X153CrMoV12 ist ein maßänderungsarmer, ledeburitischer 12 %iger Chromstahl, der gute Zähigkeit aufweist und besonders für Lufthärtung geeignet ist. Verwendung findet er in Hochleistungsschneidwerkzeugen, Holzbearbeitungswerkzeugen, Werkzeugen der Stanzertechnik, etc. X153CrMoV12 wird in Drahtform mit 0,5 mm Durchmesser mittels schneller Ohm'scher Pulsheizung bis weit in die flüssige Phase erhitzt. Dies wird mittels eines Strompulses von bis zu 3900 A bewerkstelligt. Dabei werden Heizraten von $4 \cdot 10^7$ K/s erreicht. Es wird der Strom durch die Probe, der Spannungsabfall an der Probe, die Temperatur sowie die Expansion gemessen. Weiters wird auch eine DSC-Messung (dynamische Wärmestromdifferenzkalorimetrie) durchgeführt. Aus der Kombination der Pulsheiz- und DSC-Messwerte können folgende thermophysikalische Größen in Abhängigkeit von der Temperatur im Bereich von 473 K bis 2200 K berechnet werden: Die Dichte, die spezifische Enthalpie, der spezifische elektrische Widerstand, die Wärmeleitfähigkeit und die Temperaturleitfähigkeit. Weiters wurde ein Umbau an der CCD-Kamera durchgeführt, um den Bildabstand von 5 μ s auf 2,8 μ s zu verkürzen.

Abstract

X153CrMoV12 is a dimensionally stable, high carbon 12 % high-chromium steel, which has good toughness and is particularly suitable for air hardening. Its applications are high-duty cutting tools, woodworking tools, blanking and punching tools, etc. Using a fast ohmic pulse-heating system wire shaped samples with 0.5 mm diameter of X153CrMoV12 are heated up into the liquid phase by passage of large currents (up to 3900 A) yielding heating rates of about $4 \cdot 10^7$ K/s. During this heating process the current through the sample, the voltage drop across the sample, the temperature as well as the expansion are measured. Additionally, separate DSC measurements are performed. By combining the results from pulse-heating and the DSC measurements, the following thermophysical quantities can be determined as a function of temperature in the range from 473 K to 2200 K: density, specific enthalpy, electrical resistivity, thermal conductivity and thermal diffusivity. Further, the used CCD-camera was modified to take pictures of the expanding sample at intervals of 2.8 μ s.

1 EINLEITUNG	1
2 STAHL.....	2
2.1 Definition von Stahl	2
2.2 Einteilung nach DIN EN 10020	2
2.3 Kurznamen von Stählen	3
2.3.1 Bezeichnung aufgrund der Verwendung und Eigenschaften.....	3
2.3.2 Bezeichnung aufgrund der chemischen Zusammensetzung	4
2.3.3 Bezeichnung durch Werkstoffnummern.....	5
2.4 Gefüge	6
2.4.1 Grundsätzliches	6
2.4.2 Das Eisen-Eisenkarbid-System	8
2.4.3 Einfluss der Legierungselemente und der Eisenbegleiter	11
2.5 Stahlerzeugung	14
2.5.1 Schmelzen	14
2.5.2 Vergießen von Stahl	15
2.5.3 Wärmebehandlung	16
3 MESSAUFBAU	20
3.1 Pulsheizexperiment	20
3.1.1 Prinzipieller Aufbau	20
3.1.2 Praktische Durchführung.....	23
3.1.3 Veränderungen am Aufbau	26
3.2 DSC – Differential Scanning Calorimeter.....	27
4 MESSDATENAUSWERTUNG	29
4.1 Spezifische Enthalpie und Wärmekapazität.....	29
4.2 Schmelzwärme.....	30
4.3 Elektrischer Widerstand	30
4.4 Temperatur.....	31
4.5 Dichte	32
4.6 Wärmeleitfähigkeit	33
4.7 Temperaturleitfähigkeit	34
5 MESSERGEBNISSE UND DISKUSSION	35
5.1 Dichte	35
5.2 Spezifische Enthalpie $H(T)$ und spezifische Wärmekapazität $c_p(T)$	38
5.3 Spezifischer elektrischer Widerstand $\rho(T)$	40

5.4 Wärmeleitfähigkeit $\lambda(T)$	43
5.5 Temperaturleitfähigkeit $a(T)$	44
5.6 Zu grosse Expansionsmessung - Evaluierung.....	45
6 UNSICHERHEITSANALYSE	48
6.1 Dichte	48
6.2 Enthalpie	48
6.3 Widerstand	49
6.4 Wärmeleitfähigkeit	49
6.5 Temperaturleitfähigkeit	49
7 ZUSAMMENFASSUNG	50
7.1 Experiment	50
7.2 Thermophysikalische Daten.....	50
8 LITERATUR	51

1 Einleitung

Diese Diplomarbeit entstand im Zuge eines Kooperationsprojekts der TU Graz mit der Böhler Edelstahl GmbH & Co KG und wurde von der Österreichischen Forschungsförderungsgesellschaft (Projekt: 812972) gefördert.

Die Böhler Edelstahl GmbH & Co KG ist im Bereich der Hochleistungswerkstoffe tätig. Sie produziert Materialien die z. B. in der Luftfahrt- oder Energietechnik verwendet werden, wo ein hoher Anspruch an Qualität gefordert wird. Das Ziel des Projekts sind die Bestimmung thermophysikalischer Daten mehrerer hochlegierter Stähle, die als Eingangsdaten zur numerischen Simulation von Umform- und Umschmelzprozessen Verwendung finden, die letztendlich zur Prozessoptimierung dienen.

Da die thermophysikalischen Daten in Abhängigkeit von der Temperatur von Interesse sind, wurden die Daten mittels schnellem Ohm'schen Pulsheizen und differentieller Wärmestromkalorimetrie (DSC¹) erhoben, um eine Darstellung von 473 K bis 2200 K zu ermöglichen.

Die ermittelten thermophysikalischen Daten sind:

- Spezifische Enthalpie
- Schmelzwärme
- Spezifische Wärmekapazität
- Dichteänderung
- Spezifischer elektrischer Widerstand
- Wärmeleitfähigkeit
- Temperaturleitfähigkeit

Ziel dieser Diplomarbeit war die Bestimmung der thermophysikalischen Daten des hochlegierten Stahls X153CrMoV12 (eines der Projektmaterialien²), sowie der Umbau der zur Dichtemessung verwendeten CCD-Kamera zur Verringerung des Zeitabstandes der Bildzeitpunkte.

Tabelle 1.1: Chemische Zusammensetzung² der Legierungselemente des Stahls X153CrMoV12

Chemische Zusammensetzung (in % ³)					
C	Si	Mn	Cr	Mo	V
1,55	0,30	0,30	11,30	0,75	0,75

Tabelle 1.2: Charakteristische Materialdaten² des Stahls X153CrMoV12

<i>Dichte bei 293 K</i>	7677 kg/m ³
<i>Solidustemperatur</i>	1525 K
<i>Liquidustemperatur</i>	1728 K

¹ Differential Scanning Calorimeter

² Material, chemische Zusammensetzung und charakteristische Materialdaten wurden von der Böhler Edelstahl GmbH & Co KG zur Verfügung gestellt.

³ Die Konzentrationsangaben in dieser Diplomarbeit sind Massenprozent. Sollte eine Angabe in Atomprozent erfolgen, wird dies explizit erwähnt.

2 Stahl

Dieser Abschnitt wurde mittels folgender Literatur ausgearbeitet: [1 - 6]

2.1 Definition von Stahl

Als Stahl werden Werkstoffe bezeichnet, die eine Eisen-Kohlenstoff-Legierung mit einem Kohlenstoffgehalt von 0,01 % bis höchstens 2 % haben (mit Ausnahme einiger chromreicher Legierungen) und deren Eisengehalt (mittlerer Gewichtsanteil) höher als der jedes Legierungselements ist. Eisen-Kohlenstoff-Legierungen mit mehr als 2 % werden als Gusseisen bezeichnet.

2.2 Einteilung nach DIN EN 10020⁴

Nach dieser Norm werden Stähle in Stahlgruppen nach ihrer chemischen Zusammensetzung und des Weiteren nach Hauptgüteklassen aufgrund ihrer Haupteigenschaftsmerkmale und Anwendungen unterteilt (siehe Tabelle 2.1).

Bei unlegierten Stählen bleiben die in Tabelle 2.2 angegeben Elemente unter den dazu angegebenen Grenzwerten.

Bei legierten Stählen erreicht oder überschreitet zumindest ein Element den in Tabelle 2.2 angegebenen Grenzwert.

Tabelle 2.1: Einteilung der Stähle nach ihrer chemischen Zusammensetzung und Hauptgüteklassen

Unlegierte Stähle	Legierte Stähle
▶ Grundstähle	
▶ Qualitätsstähle	▶ Qualitätsstähle
▶ Edelstähle	▶ Edelstähle

Grundstähle sind unlegierte Stahlsorten, deren Güteanforderungen innerhalb bestimmter Grenzwerte liegen. Sie sind nicht für eine Wärmebehandlung bestimmt. Ihre Herstellung erfordert keine besonderen Maßnahmen.

Qualitätsstähle sind unlegierte bzw. legierte Stahlsorten, die im allgemeinen kein gleichmäßiges Ansprechen auf eine Wärmebehandlung fordern. Die Anforderungen hinsichtlich ihrer Gebrauchseigenschaften (u. a. Oberflächenbeschaffenheit, Schweißignung, Spröbruchunempfindlichkeit) machen eine besondere Sorgfalt bei der Herstellung erforderlich.

*Edelstähle*⁵ sind unlegierte bzw. legierte Stahlsorten, die im allgemeinen für eine besondere Wärmebehandlung bestimmt sind, auf die sie gleichmäßig ansprechen müssen. Wegen ihrer besonderen Herstellungsbedingungen weisen sie einen höheren Reinheitsgrad (genauere Einstellung der chemischen Zusammensetzung) als Qualitätsstähle auf. So dürfen Phosphor und Schwefel einen Höchstgehalt von je 0,035 % in der Schmelze haben.

⁴ Europäische Norm mit dem Status einer Deutschen Industrie Norm

⁵ Edelstahl ist nicht zwangsläufig nichtrostend.

Legierte Stähle werden weiter in niedrig- und hochlegierte Stähle eingeteilt. Enthält ein Stahl mehr als 5 % eines Legierungselements, gilt er als hochlegiert.

Tabelle 2.2: Grenzgehalte für Einteilung in unlegierten bzw. legierten Stahl

Element	Massengehalt (in %)	Element	Massengehalt (in %)
Aluminium	0,10	Nickel ^{6b}	0,30
Bor	0,0008	Blei	0,40
Wismut	0,10	Selen	0,10
Kobalt	0,10	Silizium	0,50
Chrom ^{6a}	0,30	Tellur	0,10
Kupfer ^{6a}	0,40	Titan ^{6b}	0,05
Lanthanide	0,05	Vanadium ^{6b}	0,10
Mangan	1,65	Wolfram	0,10
Molybdän ^{6a}	0,08	Zirkon ^{6b}	0,05
Niob ^{6b}	0,06	Sonstige ⁷ jeweils	0,05

2.3 Kurznamen von Stählen

Die große Zahl an Stahlsorten - zur Zeit gibt es weltweit rund 3500 - mit ihrer Vielfalt an Eigenschaften machen es lohnenswert, sich ihre systematische Bezeichnung durch Kurznamen anzusehen ⁸.

Die in der Technik häufig verwendeten Bezeichnungen von Stählen ergeben sich:

- Aufgrund der Verwendung und Eigenschaften
- Aufgrund der chemischen Eigenschaften
- Durch Werkstoffnummern

2.3.1 Bezeichnung aufgrund der Verwendung und Eigenschaften

Der Kurzname besteht je nach Stahlgruppe aus einer Kennziffer (siehe Tabelle 2.3) gefolgt von einer Zahl, die mechanischen oder physikalischen Eigenschaften entspricht; wie Mindeststreckgrenzwert, Streckgrenze, Mindestzugfestigkeit (jeweils in MPa) usw.

Bsp.: E295 bedeutet Maschinenbaustahl mit Mindeststreckgrenze von 295 MPa

^{6a} bzw. ^{6b} Hat ein Stahl mehrere Elemente mit der gleichen Fußnote, so ist zusätzlich ein Grenzgehalt von 70 % der Summe der Grenzgehalte zu berücksichtigen.

⁷ Ausnahmen: Kohlenstoff, Phosphor, Schwefel, Stickstoff

⁸ Bei der Bildung der Kurznamen werden Kennbuchstaben und -zahlen ohne Leerzeichen aneinandergereiht.

Tabelle 2.3: Kennziffern der Stahlgruppen

Kennziffer	Anwendungsbereich
S	Stähle für allgemeinen Stahlbau
P	Stähle für Druckbehälterbau
L	Stähle für Rohrleitungsbau
E	Maschinenbaustähle
B	Betonstähle
Y	Spannstähle
R	Schienenstähle
H	Kaltgewalzte Flacherzeugnisse in höherfesten Ziehgüten
D	Flacherzeugnisse aus weichen Stählen zum Kaltumformen
T	Feinst- und Weißblech und -band
M	Elektroblech und -band

2.3.2 Bezeichnung aufgrund der chemischen Zusammensetzung

Der Kurzname setzt sich jeweils aus Kennbuchstaben und -zahlen zusammen. Die Bezeichnung der Stähle aufgrund der chemischen Zusammensetzung erfolgt je nach Legierungsgehalt unterschiedlich:

1. *Unlegierte Stähle* (ausgenommen Automatenstähle) mit einem mittleren Mangengehalt unter 1 %:

Kennbuchstabe C und eine Zahl, die den hundertfachen mittleren Kohlenstoffgehalt in % angibt.

Bsp.: C44 bedeutet Stahl mit C-Gehalt von 0,44 %

2. *Unlegierte Stähle* mit einem mittleren Mangengehalt über 1 %, *legierte Automatenstähle* sowie *niedrig legierte Stähle* (außer Schnellarbeitsstahl):

Kennzahl, die den hundertfachen mittleren Kohlenstoffgehalt in % angibt, chemische Symbole der Legierungselemente nach abnehmenden Gehalten, die für den Stahl kennzeichnend sind, gefolgt von verschlüsselten Zahlen, durch Bindestriche getrennt, die entsprechend der Reihenfolge der Legierungselemente deren mittleren Gehalt wiedergeben. Die Verschlüsselung geschieht mittels der in Tabelle 2.4 für die jeweiligen Legierungselemente gegebenen Faktoren, indem man den mittleren Gehalt des Legierungselements mit dem dazugehörigen Faktor multipliziert.

Tabelle 2.4: Faktoren zur Ermittlung der Kennzahlen

Legierungselement	Faktor
Cr, Co, Mn, Ni, Si, W	4
Al, Be, Cu, Mo, Nb, Pb, Ta, Ti, V, Zr	10
C, Ce, N, P, S	100
B	1000

Bsp.1: 13CrMo4-4 bedeutet Gehalt von: 0,13 % C, 1 % Cr und 0,4 % Mo
Bsp.2: 32CrMoV5-3 bedeutet Gehalt von: 0,32 % C, 1,25 % Cr, 0,3 % Mo und etwas Vanadium

3. *Legierte Stähle* (außer Schnellarbeitsstahl):

Kennbuchstabe X, der hochlegiert kennzeichnet, dem hundertfachen mittleren Kohlenstoffgehalt in %, Symbole der Legierungselemente nach abnehmenden Gehalten, die für den Stahl kennzeichnend sind, gefolgt von Zahlen der Reihenfolge der Legierungselemente entsprechend, die den Gehalt, auf ganze Zahlen gerundet, der Legierungselemente angeben und durch Bindestriche getrennt sind.

Bsp.: X153CrMoV12 bedeutet Gehalt von: 1,53 % C, 12 % Cr und jeweils etwas Mo und V

4. *Schnellarbeitsstähle*

Kennbuchstaben HS, gefolgt von Zahlen welche die Gehalte der Elemente in folgender Reihenfolge angeben: Wolfram, Molybdän, Vanadium, Kobalt. Die Zahlen werden auf die nächste ganze Zahl gerundet und durch Bindestriche getrennt.

Bsp.: HS2-9-2-8 bedeutet Gehalt von: 2 % W, 9 % Mo, 2 % V und 8 % Co

2.3.3 Bezeichnung durch Werkstoffnummern

Mit Werkstoffnummern (nach DIN EN 10027-2) sind alle Werkstoffe bezeichnenbar. Für Stahl sehen sie folgend aus: 1.SSZZ(ZZ). Die 1 ist die Werkstoffhauptgruppennummer (1 = Stahl). SS gibt die Stahlgruppennummer an. ZZ(ZZ) sind die Zählnummern, wobei die in Klammer geschriebenen Stellen für zukünftigen Bedarf vorgesehen sind.

Bedeutung der Stahlgruppennummern:

Grund und Qualitätsstähle

- 00: Grundstähle
- 01...07: unlegierte Qualitätsstähle
- 08...09: legierte Qualitätsstähle
- 90: Grundstähle
- 91...97: unlegierte Qualitätsstähle
- 98...99: legierte Qualitätsstähle

Unlegierte Edlstähle

- 10: Stähle mit besonderen physikalischen Eigenschaften
- 11...13: Bau-, Maschinenbau- und Behälterstähle
- 15...18: Werkzeugstähle

Legierte Edlstähle

- 20...28: Werkzeugstähle
- 32...33: Schnellarbeitsstähle

- 35: Wälzlagerstähle
- 36...39: Werkstoffe mit besonderen physikalischen Eigenschaften
- 40...45: Nichtrostende Stähle
- 46: chemisch beständige Stähle
- 47...48: Hitzebeständige Stähle
- 49: Hochwarmfeste Werkstoffe
- 50...84: Bau-, Maschinenbau- und Behälterstähle
- 85: Nitritstähle
- 88...89: hochfeste schweißgeeignete Stähle

2.4 Gefüge

2.4.1 Grundsätzliches

Eisen liegt in der festen Phase in unterschiedlichen Phasen vor: α -Eisen bei Raumtemperatur bis 911°C, γ -Eisen von 911°C bis 1392°C und δ -Eisen von 1392°C bis zum Schmelzpunkt bei 1536°C. α - und δ -Eisen haben ein kubisch-raumzentriertes (krz) Gitter, γ -Eisen hat ein kubisch-flächenzentriertes (kfz) Gitter (siehe Abb. 2.1).

Reines Eisen ist, wie die meisten reinen Metalle, relativ weich und daher im Allgemeinen als Konstruktionswerkstoff ungeeignet. Grund dafür ist die geringe kritische Schubspannung. Aus materialphysikalischer Sicht (mikroskopisch) lässt sich die Festigkeit durch Behindern von Gleiten und Klettern der Versetzungen bewerkstelligen. Die Mischkristallhärtung (Legierungshärtung) beeinflusst die Versetzungsbewegung zum Einen durch Verzerrung des Wirtsgitters aufgrund der unterschiedlichen Größe der Fremdatome und zum Anderen durch die Änderung des Schubmoduls in Abhängigkeit von der Konzentration der Fremdatome. Zwischengitteratome führen dabei zu einer höheren Verfestigung als Substitutionsatome. Die Versetzungshärtung wirkt durch das Spannungsfeld zusätzlicher Versetzungen. So sind Versetzungen für andere Versetzungen ein Hindernis, da zur Bewegung einer Versetzung durch das Spannungsfeld einer Anderen höhere Spannungen benötigt werden. Bei der Korngrenzenhärtung bilden die Korngrenzen ein unüberwindliches Hindernis für Versetzungen. Dabei stauen sich die Versetzungen an und führen zu hohen Spannungsfeldern. Je feinkörniger das Gefüge, desto stärker die verfestigende Wirkung. Die Ausscheidungshärtung wird durch das Spannungsfeld der Ausscheidungen infolge der Volumenabweichung gegenüber der Matrix bewirkt. Unterschieden wird, ob dabei die Ausscheidung in der Gleitebene der Versetzung geschnitten oder umgangen wird. Beim Umgehen ist die Verfestigung größer als beim Schneiden. Dabei gilt, dass die Verfestigung am Größten ist, wenn bei gegebenem Volumenanteil der Ausscheidungen der Abstand am Geringsten ist, solange die Teilchen so groß sind, dass sie nicht geschnitten werden.

Betrachtet man diese Härtungsmechanismen, führt die Zugabe von Legierungselementen grundsätzlich zur Verfestigung des Eisens. Somit kann durch Legieren und Behandlung von Stählen gezielt auf die geforderten Eigenschaften eingegangen werden, sei es ein höherer Streckgrenzwert in Hinblick auf Gewichtseinsparungen oder ausreichender Kaltumformbarkeit bei hoher Festigkeit (siehe dazu Abschnitt 2.4.3).

Legierungs- bzw. Begleitelemente können dabei als Lösung oder Ausscheidung im Stahl vorliegen. Bedeutung haben dabei der Gittertyp des Eisens und des Fremdelements, die Größe des Fremdatoms im Verhältnis zum Eisenatom, sowie die Temperatur. Wird das Fremdatom vom Eisengitter aufgenommen, entsteht ein Mischkristall (MK). Unterschieden wird zwischen Substitutions-MK und Interstitutions-MK.

Im Interstitutions-MK werden Fremdatome in die Zwischengitterplätze des Eisengitters eingebettet (siehe Abbildung 2.1 und 2.2). Dies ist nur bei Atomen möglich, deren Atomradius kleiner oder unwesentlich größer als die Gitterlücke ist. Typische Vertreter sind Kohlenstoff, Stickstoff und Wasserstoff. Kohlenstoff und Stickstoff führen aufgrund ihres großen Atomradius zu Gitterverzerrungen. So lagert sich Kohlenstoff im krz-Gitter nicht in der Tetraederlücke (wie in Abbildung 2.2 dargestellt) ab, sondern schiebt sich zwischen zwei Eisenatome (in Abbildung 2.1 a.) dargestellt), da dort nur zwei statt vier Eisenatome aus dem Gleichgewicht gebracht werden.

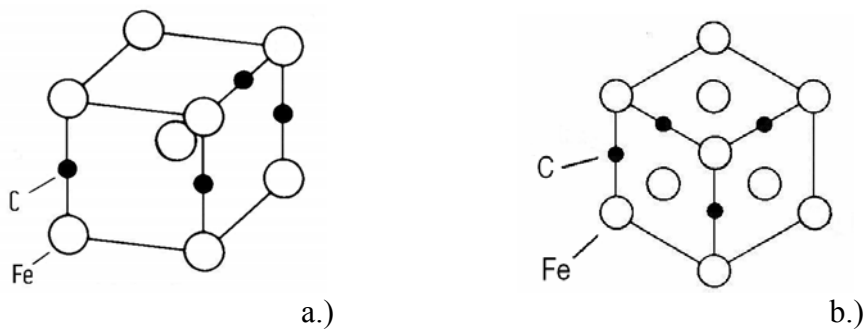


Abbildung 2.1: Elementarzelle des Eisens bei a.) krz-Punktgitter und b.) kfz-Punktgitter mit Kohlenstoff in den Zwischengitterplätzen (entnommen und verändert aus [1] S. 135-136)

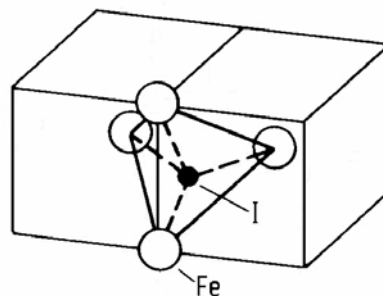


Abbildung 2.2: Tetraederlücke des Eisens bei krz-Punktgitter mit einem Interstitutionsatom (entnommen und verändert aus [1] S. 135)

Das krz-Gitter weist mehr Gitterlücken als das kfz-Gitter auf, aber aufgrund der kleineren Lücken kommt es zu stärkeren Verzerrungen, womit die Löslichkeit sinkt. Dies ist schön zu erkennen in der Verbindung Eisen-Kohlenstoff, siehe Abbildung 2.3, wo die maximale Löslichkeit von Kohlenstoff im α -Eisen 0,02 % und im γ -Eisen 2,06 % beträgt.

Größere Atome werden im Substitutions-MK anstelle der Eisenatome in das Gitter eingebaut. Stahl betreffende mögliche Vertreter dafür sind: Al, Co, Cr, Cu, Mn, Mo, Nb, Ni, P, S, Si, Ti, V, W.

Sauerstoff und Bor können sowohl substitutionell als auch interstitiell im Gitter eingebaut werden.

Mit steigender Temperatur nimmt die Löslichkeit des Eisens für Fremdatome zu, da die Elementarzellen und somit auch die Lücken durch thermische Ausdehnung wachsen.

Überschreitet die Konzentration an Fremdatomen die Löslichkeit des MK, wie es beim Abkühlen oder bei Phasenumwandlungen vorkommen kann, entstehen Ausscheidungen, in denen die Legierungsatome angereichert sind, und bilden eine neue Phase. Dabei kommt es eher selten zur Ausscheidung von Elementen, z. B. Kohlenstoff als Graphit, sondern zu einer Verbindung des Überschusselements mit Eisen oder einem anderen Element.

Für die Bezeichnung der Eisenmischkristalle haben sich folgende Namen eingebürgert:

- α -Mischkristall = **Ferrit**
- γ -Mischkristall = **Austenit**
- δ -Mischkristall = **δ -Ferrit**

2.4.2 Das Eisen-Eisenkarbid-System

Im Zuge der Eisengewinnung kommt Kohlenstoff als unvermeidbares Begleitelement im Stahl vor. Kohlenstoff ist der wichtigste Legierungsbestandteil des Stahls. Schon geringe Anteile an Kohlenstoff führen zu erheblichen Veränderungen der Eigenschaften des Eisens. Abbildung 2.3 zeigt die vorliegenden Phasen im metastabilen Gleichgewicht des Eisenkarbids Zementit Fe_3C in Abhängigkeit von der Temperatur und des Kohlenstoffgehalts bei sehr langsamem Aufheizen oder Abkühlen. Dieses Schaubild ist nur bedingt für Stahl heranzuziehen. Seine Aussagefähigkeit sinkt mit schnellem Aufheizen oder Abkühlen bzw. mit steigendem Gehalt an anderen Legierungselementen (siehe Abschnitt 2.4.3). Trotzdem läßt sich damit Grundsätzliches über Kohlenstoffstähle aussagen.

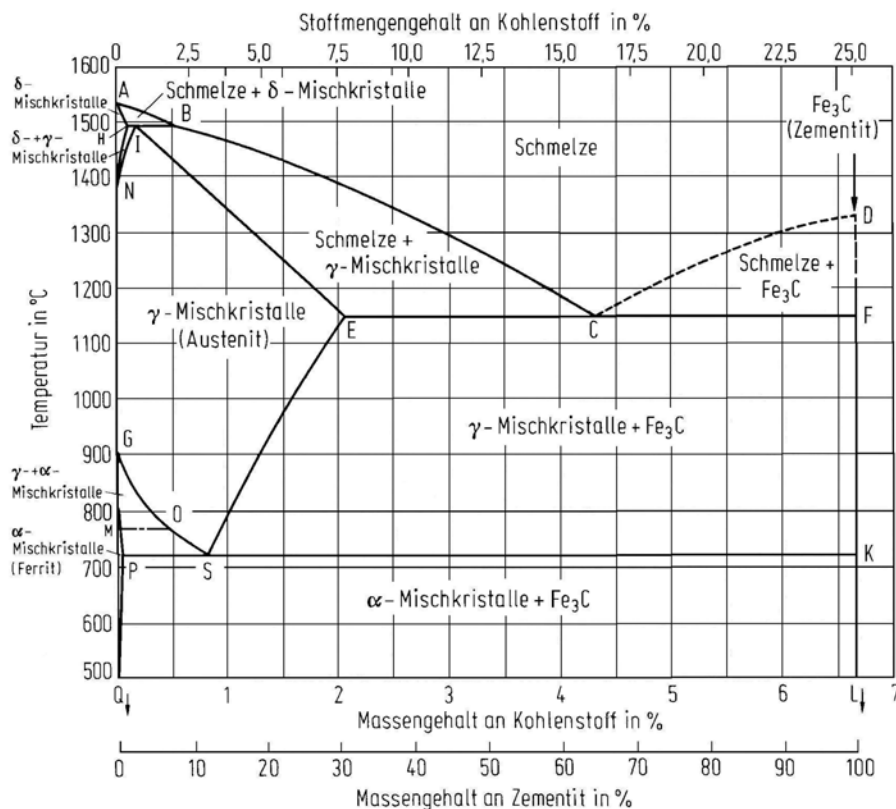


Abbildung 2.3: Zustandsschaubild im metastabilen System Eisen-Eisenkarbid (entnommen aus [2] S. 199)

Die Eckpunkte der einzelnen Phasen aus Abbildung 2.3 sind in Tabelle 2.5 bis zu einem Kohlenstoffgehalt von 2,06 % (relevant für Stahl) angegeben.

Der Kohlenstoff im Eisen hat einige wesentliche Wirkungen: Mit steigendem Kohlenstoffgehalt sinkt die Schmelztemperatur der Eisen-Kohlenstoff-Legierung.

Das Austenitgebiet erweitert sich, indem die γ - α -Umwandlung zu niedrigerer und die δ - γ -Umwandlung zu höherer Temperatur verschoben wird.

Tabelle 2.5: Temperaturen und Konzentrationen der ausgezeichneten Punkte⁹ der Abbildung 2.3

Punkt	Massengehalt an C in %	Temperatur in °C
A	0	1536
B	0,51	1493
E	2,06	1147
G	0	911
H	0,1	1493
I	0,16	1493
M	0	768
N	0	1392
O	0,47	768
P	0,02	723
S	0,8	723

Der Punkt S ist ein eutektoider¹⁰ Punkt, dementsprechend werden Stähle mit Kohlenstoffgehalten bis 0,8 % untereutektoid und die darüber als übereutektoid bezeichnet. Er stellt den eutektischen Zerfall von Austenit in Ferrit und Zementit dar, da Ferrit seine maximale Löslichkeit für Kohlenstoff mit 0,02 % bei 723°C erreicht hat. Im Gebiet GOSP in Abbildung 2.3 wird kein Zementit gebildet, da der im Ferrit nicht mehr lösliche Kohlenstoff in den Austenit verschoben wird. Das beim Austenitzerfall entstehende Ferrit-Zementit-Gefüge wird Perlit genannt. Während der Perlitreaktion werden Eisen und Kohlenstoff über Diffusion transportiert und setzen sich im Allgemeinen in wechselnder Reihenfolge als Ferrit-Zementit Lamellen ab. Der Lamellenabstand des Perlits ist für die mechanischen Eigenschaften maßgebend. Ein feinlamellares Gefüge wirkt auf die mechanischen Eigenschaften wie ein Feinkorngefüge. Der Lamellenabstand wird durch Temperatur und/oder Legierungselemente beeinflusst. Dieser nimmt mit abnehmender Perlitbildungstemperatur und steigender Unterkühlung ab.

Wie oben bereits erwähnt nimmt die Gültigkeit des metastabilen Gleichgewichts Eisen-Eisenkarbid mit schnellem Aufheizen oder Abkühlen ab. Aus Sicht der Thermodynamik wird das Gleichgewichtsgefüge durch Diffusion erreicht und benötigt viel Zeit.

Bei genügend großer und schneller Unterkühlung wird die Diffusion des Kohlenstoffs unterbunden und es kommt zu einer Schiebungsumwandlung des Austenits (γ -Phase) in Martensit (α -Phase).

Die Martensitbildung beginnt schlagartig bei der Temperatur M_s (= martensit start) ein und setzt sich bis zur Temperatur M_f (= martensit finish) kaskadenförmig, jeweils in kleinen Volumsbereichen, fort. Die Atome wechseln dabei nicht einzeln, sondern gekoppelt als Gruppe die Plätze. Die Kohlenstoffatome behalten ihre relativen Plätze, was zu einer tetragonalen Verzerrung führt. Dies ist der Grund für die hohe Härte des Martensits. Erst bei Erreichen von M_f ist der Austenit vollständig in Martensit umgewandelt. Liegt M_f unter der Raumtemperatur, kann der Austenit nicht vollständig in Martensit umgewandelt werden und es bleibt ein Restaustenit zurück. Durch entsprechendes Legieren kann M_s unter Raumtemperatur gebracht werden, womit ein austenitischer Stahl vorliegt. Im System Eisen-Kohlenstoff verschieben sich M_s und M_f mit steigendem Kohlenstoffanteil hin zu tieferen Temperaturen. So liegt bis ca. 0,5 % C-Anteil M_f oberhalb der Raumtemperatur, bei höherem

⁹ Die Linie PSK wird A_1 -Temperatur, die Linie GOS A_3 -Temperatur und die Linie NI A_4 -Temperatur bezeichnet.

¹⁰ Eine feste Phase geht beim Abkühlen in zwei fein verteilte feste Phasen über.

C-Anteil kann die Martensitumwandlung nicht vollständig ablaufen. Wird beim Durchlaufen des Temperaturbereichs $M_s - M_f$ die Abkühlung unterbrochen und anschließend fortgesetzt, kann es durch thermische Stabilisierung zu einem Absinken von M_f kommen.

Martensit liegt bei Kohlenstoffstählen bis ca. 0,5 % C als reiner Lanzettmartensit, über 1 % C als reiner Plattenmartensit und dazwischen als Lanzett- und Plattenmartensit vor.

Liegt die Temperatur und Kühlgeschwindigkeit zwischen der Perlit- und der Martensitumwandlung entsteht Bainit. Bainit vereint die Merkmale der Perlit- und Martensitstufe. Sein Gefüge besteht aus bainitischem Ferrit, Karbiden und eventuell Martensit und Restaustenit. Bainitischer Ferrit ist kohlenstoffarm, versetzungsreich und bildet sich platten- oder nadelförmig aus. Treten Martensit und Restaustenit auf, haben diese einen höheren Kohlenstoffgehalt als der mittlere Kohlenstoffgehalt des Stahls.

Über die Entstehung von Bainit kann nichts Genaueres gesagt werden, da über die Abläufe wie Karbidbildung und Ferritbildung in der Bainitstufe verschiedene Vorstellungen vorherrschen.

Die Entstehung des Gefüges und seiner Mengenanteile (Ferrit, Perlit, Bainit, Martensit) hängt von der Verweildauer im entsprechenden Temperaturbereich während der Kühlung ab.

Um die Mengenanteile ablesen zu können, bedient man sich kontinuierlicher Zeit-Temperatur-Umwandlungs(ZTU)-Schaubilder¹¹. Abbildung 2.4 zeigt das ZTU-Schaubild eines Kohlenstoffstahls (0,38 % C, 1,14 % Mn, 1,05 % Si). Darin sind die Bereiche des Austenits (A), des Ferrits (F), des Perlits (P), des Bainits (B), des Martensits (M) und die Martensitbildungstemperatur (M_s) zu sehen. Kontinuierliche ZTU-Schaubilder beschreiben entlang der Abkühlbahnen (in Abbildung 2.5 I, II und III) den Umwandlungsablauf und die bei Raumtemperatur vorliegenden Gefügeanteile und Härtewerte.

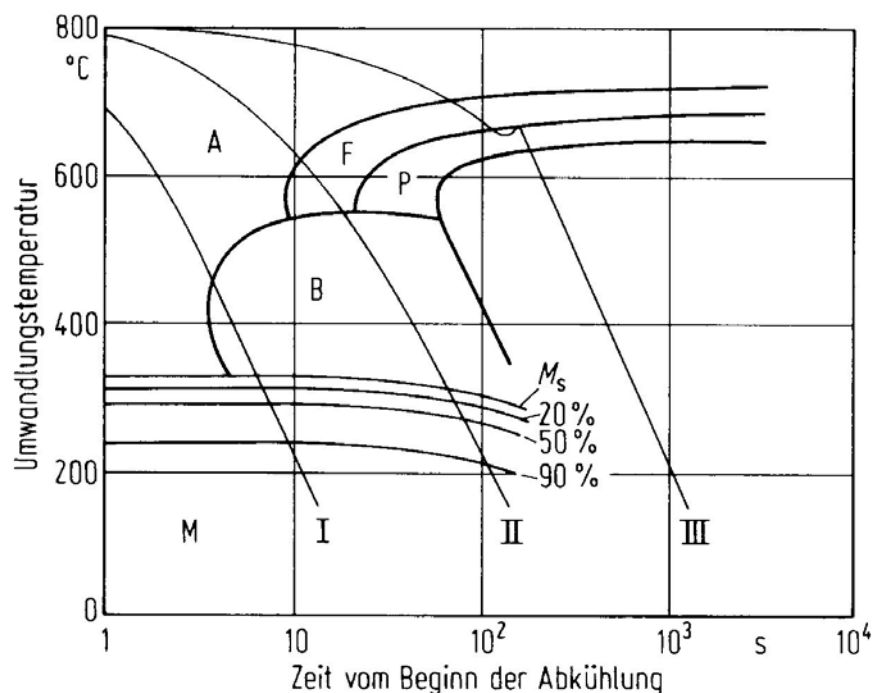


Abbildung 2.4: Kontinuierliches ZTU-Schaubild (entnommen aus [3] S. 271)

¹¹ Die Meßverfahren zur Erstellung von ZTU-Schaubildern sind in [2] und [4] beschrieben.

2.4.3 Einfluss der Legierungselemente und der Eisenbegleiter

Legierungselemente und Eisenbegleiter beeinflussen im Stahl zum Einen das Umwandlungsverhalten und die Gleichgewichtstemperaturen, zum Anderen die mechanischen Eigenschaften wie die Härte, Streckgrenze, Festigkeit und Zähigkeit.

Beeinflussung des Umwandlungsverhaltens

Kohlenstoffgehalte bis zum eutektoidischen Gehalt verzögern sowohl die Perlit- als auch die Bainitumwandlung. Übereutektoidische Kohlenstoffgehalte führen wiederum zu einer früheren Perlitumwandlung. Generell verzögern substitutionelle Legierungselemente die Perlitumwandlung, mit Ausnahme von Kobalt, das den gegenteiligen Effekt hat. Mit steigendem Legierungsanteil verschieben die Elemente Silizium, Wolfram, Chrom, Nickel und Mangan den eutektoiden Punkt S, die Elemente Molybdän, Wolfram und Chrom verschieben den Punkt E (Abbildung 2.3) zu geringeren Kohlenstoffgehalten.

Legierungselemente erschweren generell die Bainitumwandlung und führen mit steigendem Legierungsanteil zu tieferen Umwandlungstemperaturen und längeren Umwandlungszeiten.

Wie in Abschnitt 2.4.2 bereits erwähnt sinken mit zunehmendem Kohlenstoffgehalt M_s und M_f , wobei M_f dabei schneller absinkt. Kohlenstoff beeinflusst das Absinken der Temperaturen der Martensitstufe stärker als andere Legierungselemente.

Die Elemente Chrom, Aluminium, Titan, Tantal, Silizium, Molybdän Vanadium und Wolfram werden als Ferritbildner bezeichnet. Sie erhöhen die A_3 - Temperatur und erniedrigen die A_4 - Temperatur, wodurch der Bereich der γ -Mischkristalle eingeengt wird und der Ferrit unter bestimmten Legierungsgehalten bis zur Schmelztemperatur erhalten bleibt.

Die Elemente Nickel, Kohlenstoff, Kobalt, Mangan und Stickstoff werden als Austenitbildner bezeichnet. Sie erniedrigen die A_3 -Temperatur und erhöhen die A_4 - Temperatur, wodurch der Austenitbereich erweitert wird. Unter bestimmten Legierungsgehalten haben Stähle auch bei Raumtemperatur ein austenitisches Gefüge.

Beeinflussung der Eigenschaften von Stahl

Kohlenstoff regelt je nach Gehalt die kritische Abkühlgeschwindigkeit (siehe oben). Somit erhöht er die Festigkeit und ermöglicht Eisen durch Abschrecken zu härten (Stichwort Martensitumwandlung).

Mangan ist ein wirksames Desoxidationsmittel und ist daher in fast allen Stählen herstellungsbedingt in geringen Mengen vorhanden. Ferrit kann bei Raumtemperatur etwa 10 % Mangan lösen. Mangan bindet Schwefel zu MnS (schmilzt bei über 1600°C) oder einem an Mangan reichen Sulfid. Dadurch wird die Bildung von niederschmelzenden Eisen-Schwefel-Verbindungen verhindert, wodurch der Stahl warmverformbar wird. Stähle mit hohem Mangangehalt sind bei einem Mn/S-Verhältnis $> 1,7$ nicht mehr rotbruchempfindlich. Mit steigendem Mangangehalt sinkt die kritische Abkühlgeschwindigkeit, wodurch die Einhärtung erhöht wird, was im vergüteten Zustand zu einer besseren Zugfestigkeit, Streckgrenze und Kerbschlagzähigkeit führt.

Chrom zählt zu den wichtigsten Legierungselementen von Stahl, insbesondere der säure- und rostbeständigen Stähle. Die karbidbildende Wirkung erhöht die Härte. Ab 12,2 % Chromgehalt wird der Stahl korrosionsunempfindlich, da sich eine sauerstoffabsorbierende Grenzschicht bildet. Chrom erhöht die Zugfestigkeit des Stahls bei geringfügiger

Verschlechterung der Dehnung. Weiters setzt es die kritische Abkühlgeschwindigkeit herab, wodurch die Einhärtbarkeit gesteigert wird. Durch hohen Chromgehalt wird die Warmfestigkeit und Anlaßbeständigkeit verbessert. In Kombination mit Silizium oder Aluminium erhöht Chrom die Zunderbeständigkeit. Es bildet Karbide, die auch bei erhöhten Temperaturen beständig sind, und verringert dadurch die Entkohlungsneigung.

Nickel begünstigt die Erstarrung nach dem Eisen-Kohlenstoff-System. Es verbessert die Durchhärtung und Durchvergütung durch Absenken der kritischen Abkühlgeschwindigkeit, was bei großen Werkstücken von Bedeutung ist. Bei etwa 36 % Nickelgehalt hat der Stahl einen extrem niedrigen Ausdehnungskoeffizienten.

Molybdän erhöht durch Karbidbildung die Verschleißfestigkeit und Anlaßbeständigkeit. Es erhöht die Härte und Warmfestigkeit und verringert die Anlaßversprödung chrom- und manganhaltiger Vergütungsstähle. Auf die Durchhärtung hat die Zulegierung von 1 % Molybdän etwa den gleichen Einfluß wie die Zugabe von 2 % Chrom. In austenitischen Stählen verbessert es die Korrosions- und Warmfestigkeit. Bei hohen Temperaturen verbessert es die Zunderbeständigkeit. Bei Zugabe von 2 % bis 5 % Molybdän wird die Lochfraßbeständigkeit gegenüber chloridhaltigen Medien erhöht.

Kupfer steigert die Streckgrenze, die Zugfestigkeit und die Härte. Es führt zur Erhöhung der Witterungsbeständigkeit und des Rostwiderstandes durch Bildung von wetterfesten Schutzschichten, insbesondere in Verbindung mit Phosphor und Chrom. Kupfergehalte von 1 % bis 2% erhöhen die Beständigkeit gegen Salz- und Schwefelsäure.

Kobalt ist ein Austenitbildner. Es bewirkt eine erhöhte Versetzungsdichte im Ni-Martensit und verstärkt die Ausscheidungsbildung gewisser Elemente.

Wolfram ist ein Ferritbildner (engt das Austenitgebiet ein). Es ist ein starker Karbidbildner, so dass sich die Verschleißfestigkeit, die Warmfestigkeit und die Anlaßbeständigkeit bis hin zur Rotglut erhöht.

Niob, *Titan* und *Vanadium* weisen eine hohe Affinität zu Kohlenstoff und Stickstoff auf und bilden Karbide und Nitride. Sie führen durch Feinkornhärtung, welche die Rekristallisation und das Austenitkornwachstum behindert, und Ausscheidungshärtung zu hoher Festigkeit bei guter Zähigkeit. Vanadium weist eine geringere feinkornhärtende Wirkung als Niob und Titan aus.

Aluminium zählt zu den wichtigsten Desoxidationsmitteln. In Nitrierstählen erhöht es die Härte der Nitrierschicht und den Verschleißwiderstand. Es erhöht die Warmfestigkeit durch Ausscheidung von intermetallischen Phasen. In Verbindung mit hohen Chromgehalten erhöht es die Zunderbeständigkeit.

Bor verzögert bereits in geringen Mengen die Austenitumwandlung in der Ferritstufe. In Chrom-Nickel-Stählen erhöht es durch Ausscheidungshärtung die Streckgrenze und Festigkeit auch bei höheren Temperaturen. In Einsatzstählen erhöht es die Schlagfestigkeit und -zähigkeit durch Bildung von Bornitriden. In Werkzeugstählen verbessert es die Warmumformbarkeit.

Silizium zählt ebenfalls zu den wichtigsten Desoxidationsmitteln. Im α -Eisen können fast 14 % Silizium gelöst werden, es vermindert aber die Löslichkeit für Kohlenstoff. Stähle sind ab einem Siliziumgehalt von 3 % nicht mehr kalt- und ab 7 % nur noch schwer

warmverformbar. Dies liegt an den harten und spröden Silicaten, welche sich beim Walzen nicht verformen lassen. Allerdings verbessern geringe Siliziumgehalte die Glühbarkeit und die Kaltumformbarkeit. Durch Bildung von Siliziumoxidschichten werden das Korrosionsverhalten und die Zunderbeständigkeit verbessert. Weiters erhöht Silizium die Einhärtbarkeit, die Zugfestigkeit, die Verschleißfestigkeit und die Anlaßbeständigkeit.

Phosphor bewirkt stark das Entstehen von Seigerungen¹², was auf die niedrige Diffusionsgeschwindigkeit und den großen Abstand zwischen Solidus- und Liquidustemperatur des Stahls zurückzuführen ist. Dadurch macht Phosphor den Stahl spröde. Obwohl Phosphor die Härtbarkeit, die Durchvergütung und in Verbindung mit Kupfer die Korrosionsbeständigkeit steigert, überwiegt der negative Einfluß durch Versprödung, so dass im Zuge der Stahlherstellung der Phosphorgehalt möglichst gering gehalten wird.

Schwefel steigt wie Phosphor sehr stark. Dies liegt in der geringen Löslichkeit, die im Ferrit bei 910°C nur 0,02 % beträgt, wodurch sich schon bei geringen Mengen an Schwefel nichtmetallische Einschlüsse in Form des Eisensulfids FeS bilden. Bei der Warmformgebung verursacht FeS im Temperaturbereich von 800 °C bis 1000°C Warm- und Rotbrüche und oberhalb von 1200°C Heißbrüche. Durch Zulegieren von Mangan wird Schwefel aufgrund der höheren Affinität zu Mangansulfid MnS abgebunden, das, im Gegensatz zu anderen Einschlüssen, verformbar ist und sich bei der Warmformgebung in Walzrichtung streckt. Automatenstähle enthalten bis zu 0,3 % Schwefel und einen höheren Gehalt an Mangan, da die geringe Festigkeit zu kurzbrechenden Spänen im Zuge der Automatenbearbeitung führt.

Stickstoff ist im Eisen nur gering löslich. Im Ferrit beträgt seine maximale Löslichkeit 0,1 % bei 594°C und bei Raumtemperatur ist er quasi unlöslich, wodurch er bei schnellem Abkühlen zwangsgelöst bleibt. Ungebundener Stickstoff erhöht die Härte und Festigkeit. In austenitischen Cr-Ni-Stählen steigert er ebenfalls die Festigkeit und verbessert die Korrosionsbeständigkeit. Bei kaltverformten Stählen diffundiert Stickstoff mit der Zeit in die Versetzungsbereiche und macht den Stahl spröde (Verformungsalterung). Durch Zulegieren von Elementen, die eine höhere Affinität zum Stickstoff als Eisen haben, u. a. Aluminium, Titan, Niob, wird der Stickstoff als Nitrit gebunden und der Stahl wird alterungsbeständig.

Wasserstoff hat eine sehr hohe Diffusionsgeschwindigkeit, die bereits bei Raumtemperatur größer als die von Kohlenstoff knapp unter der Solidustemperatur ist. Da Wasserstoff nur in atomarer Form im Stahl diffundieren kann, bleibt der molekulare Wasserstoff am Ort seiner Entstehung unter hohem Druck eingeschlossen. Der wandernde Wasserstoff hat an den Gitterfehlstellen aufgrund des Spannungsgradienten eine größere Aufenthaltsdauer und kann dort chemisorbiert werden, d. h. er ist am chemischen Prozeß beteiligt. Damit nimmt die ohnehin geringere Trennfestigkeit zu und es können Mikrorisse und damit in letzter Konsequenz zeitlich versetzt Kaltrisse entstehen.

Sauerstoff läßt sich im Ferrit so gut wie nicht lösen und führt ähnlich wie Stickstoff und Wasserstoff bereits in geringen Mengen zu starker Versprödung. In kohlenstoffarmen Stählen bildet sich besonders oft das Eisenoxid FeO, welches ähnlich wie FeS den Stahl rotbrüchig macht. Daher wird im Zuge der Desoxidation der Großteil des Sauerstoffs aus dem Stahl entfernt.

¹² Seigerungen sind Entmischungen, die beim Übergang von der Schmelze in den festen Zustand entstehen.

2.5 Stahlerzeugung

Das Ausgangsmaterial zur Herstellung von Stahl ist das in Hochöfen gewonnene Roheisen, sowie Schrott. Roheisen ist durch seine hohen Gehalte an Begleitelementen wie Kohlenstoff, Schwefel, Phosphor, Silizium und Mangan als Konstruktionswerkstoff unbrauchbar, da es hart und spröde ist. Die Begleitelemente im Roheisen stammen überwiegend aus dem Erz und dem Hochofenkoks. Schwefel wird bereits im Rahmen der Roheisenentschwefelung durch Einblasen von CaO/CaO₂-Gemischen oder Magnesium abgetrennt und reichert sich in der entstehenden Kalkschlacke an.

2.5.1 Schmelzen

Bei der Raffination zu Stahl müssen die verspröde wirkenden Eisenbegleiter des Roheisens entfernt werden. Dies geschieht durch Abbrennen der Begleitelemente. Dieser Vorgang wird Frischen genannt. Gefrischt wird mit festen (z. B.: Fe₂O₃) und gasförmigen (z. B. Luft) Sauerstoffträgern, in Konvertern (birnenförmig) oder Herden (flach, wannenförmig). Kohlenstoff verbrennt mit Sauerstoff zu CO, das aus der Schmelze entweicht, während Phosphor, Mangan und Silizium Oxide bilden, die von einer kalkhaltigen Stahlwerksschlacke aufgenommen werden. Die Verringerung des Kohlenstoffs in der Schmelze muss mit einer Temperaturerhöhung auf ca. 1600°C einhergehen, um ein Erstarren der Schmelze zu verhindern (siehe Abbildung 2.3).

Das Legieren wird durch Zugabe von Ferrolegierungen oder Elementen bzw. durch Zugabe von entsprechendem Schrott gesteuert.

Sauerstoff-Blas-Verfahren

Reiner Sauerstoff wird durch eine wassergekühlte Lanze auf das Roheisenbad in einem Konverter geblasen. Die Verwendung reinen Sauerstoffs führt zu sehr niedrigem Stickstoffgehalt. Die benötigte Temperatursteigerung bei der Entfernung des Kohlenstoffs stellt sich autotherm durch die Verbrennungswärme des Kohlenstoffs her. Die überschüssige Verbrennungswärme wird durch Zugabe von Eisenschrott ausgeglichen.

Intensives Mischen von Stahl und Schlacke beschleunigt die Reaktionsabläufe erheblich.

Elektrostahl-Verfahren

Die Energie für die Schmelzwärme wird auf elektrischem Weg (Lichtbogen, Induktion) zugeführt, wobei Temperaturen von bis zu 2000°C erreicht werden. Es entstehen keine Verunreinigungen durch Flammgase (Schwefel). Da die Sauerstoffaktivität sehr gering ist (geringer Legierungsabbrand) und hohe Temperaturen erreicht werden, eignen sich Elektrostahl-Verfahren sehr gut für hochlegierte Stähle. Ein weiterer Vorteil dieser Verfahren ist, dass auch reiner Schrott verwendet werden kann. Gefrischt wird mit Sauerstoff oder Erz.

Der *Lichtbogen-Elektroofen*¹³ nach HEROULT ist der am häufigsten verwendete Elektroofen. Geheizt wird indem zwischen drei Graphitelektroden und dem Einsatz ein Lichtbogen gezündet wird. Durch Regelung des Stromes läßt sich die Badtemperatur genau einstellen. Mittels Lichtbogen-Elektroofen wird aus hochwertigem Roheisen und ausgewähltem Schrott Edelstahl (wenig Verunreinigungen und definierte Eigenschaften) hergestellt. Der Gasgehalt

¹³ Die Böhler Edelstahl GmbH & Co KG verwendet diesen Ofentyp

muß bei hochlegierten Stählen aus Qualitätsgründen besonders niedrig sein, wobei sich hier Sauerstoff relativ einfach, Wasserstoff und Stickstoff schwerer entfernen lassen.

Beim *Lichtbogen-Abschmelzelektroden-Verfahren* wird ein kontinuierlich zugeführtes Stahlband als selbst verzehrende Elektrode im Lichtbogen an Luft, inertem Gas oder Vakuum abgeschmolzen. Unter Schutzgas oder Vakuum können die gasförmigen oder flüssigen Reaktionsprodukte den flüssigen Stahl leichter verlassen.

Beim *Induktionsofen* sind um das tiegelförmige Gefäß Primärspulen gewickelt. Die Sekundärspule ist das Stahlbad, welches durch die entstehenden Wirbelströme bis auf 1900°C erwärmt wird. Die Legierungselemente werden zuverlässig durch die aufgrund des Skineffekts entstehende Badbewegung gelöst. Der Induktionsofen wird praktisch nur zum Umschmelzen und Aufbauen legierter Stähle verwendet, da z. B. die Tiegelwand durch Ansetzen von Schlacke stärker wird.

Erwähnt seien der Vollständigkeit halber das THOMAS- und das SIEMENS-MARTIN-Verfahren, die heute an Bedeutung verloren haben. Ersteres ergibt aufgrund Luftfrischung spröden Stahl und führt wegen der Verbrennungsgase zu starken Umweltbelastungen und das Zweitere ist aufgrund der langen Frischzeiten unwirtschaftlich.

2.5.2 Vergießen von Stahl

Der geschmolzene Stahl wird nach dem Stranggießverfahren, dem Blockgießverfahren, dem Formguss oder als Stahlpulver in eine feste Form gebracht. Der Großteil des produzierten Stahls wird nach dem Stranggussverfahren und der überwiegende Rest nach dem Blockgießverfahren vergossen.

Strangguss

Die Schmelze wird über ein Tauchrohr vertikal in eine wassergekühlte Kupferkokille gegossen und als Endlosstrang abgezogen. Die Kokille führt dabei leicht oszillierende Bewegungen aus, um ein Haftenbleiben der sich bildenden Stahlschale zu vermeiden. Durch Wahl des Kokillenquerschnitts lassen sich optimale Formen herstellen, was die Umformarbeit bei der Warmumformung erheblich verringert.

Der austretende Strang wird über Rollen im Bogen in die Horizontale geführt und mittels Sprühkühlung (Wasser) gekühlt. Die hohe Abkühlgeschwindigkeit führt zu homogenem, seigerungsfreiem Stahl.

Rissemempfindliche Stähle können nicht mittels Sprühkühlung gekühlt werden. Hier wird die Wärme über innengekühlte Rollen abgeführt.

Blockguss

Blockguss wird in Oberguss (fallend) und Unterguss (steigend) eingeteilt. Bei ersterem wird die Schmelze von oben eingegossen, was aufgrund von Spritzern zu einer schlechten Oberfläche führt. Bei zweiterem wird die Schmelze vom Boden her eingefüllt, was bei größerem Gussgewicht Einschlüsse aus dem feuerfest ausgekleideten Zulauf ablösen kann.

Im Vergleich zum Strangguss werden nur kleine Mengen hergestellt, die sich auf rissemempfindliche Stähle und große Dicken beschränken.

2.5.3 Wärmebehandlung

Die Wärmebehandlung stellt das Ende der eigentlichen Stahlherstellung seitens des Stahlwerks dar.

Wärmebehandlung ist die absichtlich herbeigeführte Temperatur-Zeit-Folge eines Werkstücks oder eines Bereiches (Oberfläche) des Stahls in fester Phase zur Erlangung gewünschter Eigenschaften und bestimmten Gefüge. Dabei kann das Werkstück zusätzlich physikalischen und chemischen Einwirkungen ausgesetzt werden.

Die Verfahren lassen sich dabei in die zwei Hauptgruppen Glühen und Härten einteilen:

Glühbehandlungen zielen auf einen gleichgewichtsnäheren Zustand des Gefüges zur Verbesserung der Verarbeitungseigenschaften ab, somit wird auch langsam abgekühlt. Härten zielt auf die Optimierung der Gebrauchseigenschaften ab und führt den Austenit durch schnelles Abkühlen in das Ungleichgewichtsgefüge Martensit über.

Jede Wärmebehandlung besteht aus drei Einzelschritten:

- *Erwärmen*¹⁴ auf Solltemperatur
- *Halten* = Aufrechterhalten der Solltemperatur über den ganzen Querschnitt
- *Abkühlen*

Bei manchen Bauteilen muß die Oberfläche Eigenschaften wie z. B. Verschleißfestigkeit aufweisen, während der Kernwerkstoff z. B. seine Zähigkeit beibehalten soll. Die Oberflächenhärtung läßt sich dabei in thermische- und thermochemische Verfahren unterteilen. Thermische Verfahren verändern das Gefüge der Randschicht ohne die chemische Zusammensetzung zu verändern. Thermochemische Verfahren ändern gleichzeitig die chemische Zusammensetzung der Randschicht durch Diffusionsbehandlungen mit Fremdatomen wie Kohlenstoff, Stickstoff oder Bor.

Glühbehandlungen

Diffusionsglühen dient der Beseitigung von Unterschieden in der chemischen Zusammensetzung (Kristallseigerungen), die in der Primärkristallisation entstanden sind. Der Konzentrationsausgleich erfolgt durch Diffusion bei sehr hohen Glühtemperaturen (1100 bis 1300°C) und sehr langen Haltezeiten (ca. 50 Stunden). Bei stark verunreinigten Werkstoffen werden die mechanischen Eigenschaften verbessert, da die stark versprödhenden, löslichen Verunreinigungen von den Korngrenzen ins Korninnere diffundieren. Das Diffusionsglühen kann nur Kristallseigerungen und Konzentrationsunterschiede direkt benachbarter Kristalle beseitigen. Meist führt es auch wegen der hohen Temperatur zu einem grobkörnigen Gefüge.

Grobkornglühen wird zur Einstellung zerspanungstechnisch günstiger Gefügestruktur eingesetzt, da grobkörniges Gefüge im Allgemeinen eine schlechte Zähigkeit hat. Die Glühtemperaturen liegen zwischen 950°C und 1100°C, bei einer Haltedauer von ein bis vier Stunden. Dabei entsteht ein grobes Austenitkorn, das bei anschließender, schneller Abkühlung zu einem groben, ferritisch-perlitischen Gefüge mit schlechter Zähigkeit führt. Nach der spanabhebenden Bearbeitung kann das Gefüge durch entsprechende Nachbehandlung, z.B. Normalglühen, wieder feinkörniger gemacht werden.

Spannungsarmglühen baut die inneren Spannungen, die im Zuge der Herstellung innerhalb des Werkstücks entstanden sind, ab, ohne das Gefüge zu ändern. Die Glühtemperatur wird dabei möglichst hoch gewählt, da je höher die Temperatur ist, desto rascher entspannt wird,

¹⁴ Erwärmen setzt sich zusammen aus Anwärmen, Zeit bis Rand des Werkstücks auf Solltemperatur ist, plus Durchwärmen, Restzeit bis auch Kern auf Solltemperatur ist.

muss aber unterhalb der Umwandlungstemperatur A_1 liegen. Die Abkühlung erfolgt langsam und gleichmäßig, damit keine neuen Spannungen eingebracht werden.

Rekristallisationsglühen dient, nach und zwischen der Kaltverformung, zur Erlangung der ursprünglichen Werkstoffeigenschaften. Beim Kaltverformen wird das Kristallgitter stark gestört, indem alle plastisch verformbaren Gefügebestandteile in Verformrichtung gestreckt werden, was zum Aufbau innerer Gegenspannungen durch Versetzungsmultiplikation führt. Die Versetzungen und die Wärmezufuhr liefern die Energie zur Neubildung des Kristallgitters, wodurch der Werkstoff seine Verformbarkeit wiedererlangt. Die Rekristallisationstemperatur hängt vom vorangegangenen Verformungsgrad und dem Legierungsgehalt ab, und liegt bei unlegierten Stählen zwischen 450°C und 600°C und bei mittel- und hochlegierten Stählen zwischen 600°C und 800°C . Für hochlegierte ferritische und austenitische Stähle stellt das Rekristallisationsglühen die einzige Möglichkeit dar, um die Korngröße zu ändern.

Weichglühen bezeichnet das Glühen dicht unterhalb, oberhalb oder Pendeln um die Umwandlungstemperatur A_1 , mit Haltezeiten um 100 Stunden, und anschließend langsamem Abkühlen, um einen möglichst weichen Zustand des Stahls zu erreichen. Dabei wird lamellares ferritisch-perlitisches Gefüge in körniges übergeführt.

Normalglühen bezeichnet die Erzeugung von möglichst gleichmäßigem, feinkörnigem Gefüge, dem sogenannten „Normalgefüge“. Die Bezeichnung „Normalgefüge“ kommt durch die Eigenschaft des Normalglühens zustande, immer das gleiche feinkörnige Gefüge zu erhalten, unabhängig von der vorangegangenen Behandlung (Kaltverformen, Gießen, Walzen oder Schweißen) des Werkstoffs. Untereutektoide Stähle werden auf 30°C bis 50°C über die A_3 -Temperatur und übereutektoide Stähle auf 30°C bis 50°C über die A_1 -Temperatur erhitzt und anschließend an ruhender Luft oder mit Pressluft gekühlt. Dabei wandelt sich das meist grobkörnige Gefüge durch zweimalige Umwandlung ($\alpha \rightarrow \gamma$, $\gamma \rightarrow \alpha$) in gleichmäßiges, feinkörnig ferritisch-perlitisches bzw. perlitisches Gefüge um.

Härten

Härten beruht auf der Martensitbildung bei Abschrecken des Austenits. Dazu wird untereutektoider Stahl über die A_3 -Temperatur und übereutektoider Stahl über die A_1 -Temperatur erwärmt und gehalten, um Austenit zu bilden und im Anschluss schnell abgekühlt. Die Abkühlung muss dabei so schnell erfolgen, dass auch im Kern die Umwandlungslinie vor der Perlit- und Zwischenstufe vorbeiläuft. Bei übereutektoiden Stählen sinkt die M_f -Temperatur unter die Raumtemperatur, wodurch sich kein vollständiges Martensitgefüge einstellen kann. Dort besteht das Härtegefüge aus feinnadeligem Martensit und eingelagerten, nicht aufgelösten Karbiden. Die Härte bleibt aber mit steigendem Kohlenstoffgehalt konstant, da die Härte durch Karbide in etwa der von Martensit entspricht.

Anlassen ist das Erwärmen bis (unter) die A_1 -Temperatur, Halten und entsprechendes Abkühlen, um durch Diffusionsvorgänge ein stabileres, wenig spröderes Gefüge zu erhalten. Dabei kommt es in verschiedenen Anlasstemperaturbereichen zu charakteristischen Änderungen: Ausscheidung von instabilen Karbiden (von 100°C bis 200°C), Umwandlung des Restaustenits zu Bainit oder Martensit (von 200°C bis 325°C), Verschwinden instabiler Karbide unter Bildung von Zementit (von 325°C bis 400°C), Erholung und Rekristallisation des martensitischen Gefüges (über 400°C), Bildung von Sonderkarbiden bei hochlegierten Stählen (über 450°C). Im Allgemeinen führt das Anlassen zur Verbesserung der Zähigkeit und Verminderung der Festigkeit.

Vergüten ist die kombinierte Wärmebehandlung durch Härten und nachfolgendem Anlassen. Ziel des Vergütens ist die optimale Kombination von Festigkeit und Zähigkeit den Ansprüchen des Bauteils anzupassen.

Thermische Verfahren der Oberflächenhärtung

*Flammhärten*¹⁵ eignet sich nur für gut zugängliche Oberflächenpartien und hat eine Härtetiefe von 2 mm bis 10 mm. Das intensive Aufheizen erfolgt über Gasbrenner, die als Brenngas zumeist Leuchtgas oder Acetylen haben. Dabei ist das Energieangebot an der Oberfläche größer als durch Wärmeleitung in das Werkstückinnere dringen kann. Dieser Wärmestau wird zur Randschichthärtung ausgenutzt. Bevor sich die Wärme auf das Werkstück ausbreitet, wird mit einer dem Werkstück angepaßten Brause abgeschreckt.

Induktionshärten wird durch elektroinduziertes Erwärmen bewerkstelligt. Das zu härtende Werkstück wird durch eine mit hochfrequentem Wechselstrom durchflossene Spule umschlossen, die den Wechselstrom im Werkstück induziert. Der Skineneffekt ermöglicht die oberflächliche Härtung. In einem von Wechselstrom durchflossenen Leiter nimmt die Stromdichte von Außen nach Innen in Abhängigkeit der Härtetiefe¹⁶ exponential ab. In der Randschicht (d. h. bis zur Härtetiefe) fließen 63 % des Stromes, was 86 % der erzeugten Wärmemenge entspricht. Weiters ist die Härtetiefe indirekt proportional zur Wurzel der Wechselstromfrequenz, wodurch sich das Verfahren gut steuern läßt. Die Härtetiefe geht von 0,1 mm bis ca. 1cm.

Tauchhärten eignet sich besonders für Werkstücke mit vorspringenden Teilen oder komplizierten Formen als Alternative zum Flamm- oder Induktionshärten. Die Oberfläche des Werkstücks wird durch eine Flüssigkeit hoher Temperatur im Bad erhitzt. Um den erforderlichen Wärmestau in der Oberfläche zu erreichen, werden Metallschmelzbäder, wie z. B. Zinnbronzebäder, verwendet.

Thermochemische Verfahren der Oberflächenhärtung

Einsatzhärten ist das Anreichern der Randschicht des Werkstücks von außen durch Diffusion mit Kohlenstoff (Aufkohlen) und anschließendes Härten. Dazu eignen sich im Allgemeinen kohlenstoffarme Stähle. Der Werkstoff wird über die A_3 -Temperatur gebracht um Kohlenstoff bis zu 0,7 % zu lösen und die Bildung des spröden Zementits zu vermeiden. Aufgekohlt wird mit festen (z. B. Granulat aus Holzkohle), flüssigen (z. B. Zyansalze) und gasförmigen Mitteln (z. B. unvollständig verbrannte Abgase). Dabei wird der Kohlenstoff in atomarer Form in die Randschicht eingebracht. Das abschließende Härten der Randschicht beruht im Wesentlichen auf der Martensitbildung durch schnelles Abkühlen.

Nitrieren ist die Härtesteigerung der Randschicht eines Werkstücks durch Anreicherung mit Stickstoff. Das Nitrieren erfolgt im Ferritbereich, d. h. unterhalb der A_1 -Temperatur, üblich bei 500°C bis 550°C mit einer Eindringtiefe von 0,2 mm bis 0,5 mm. Der in atomarer Form eindiffundierte Stickstoff kann dabei im Ferrit gelöst werden (lagert sich auf Zwischengitterplätzen ein), mit Eisen oder geeigneten Legierungselementen (besonders Al, Cr, Mo und Ti) Nitride bilden oder durch Anlagerung an bereits vorhandene Karbide

¹⁵ Flammhärten und Induktionshärten werden allgemein auch Randschichthärten genannt.

¹⁶ Härtetiefe ist jene Tiefe, bei der die Stromdichte auf den 1/e-ten Teil abgenommen hat.

Karbonitride bilden. Die entstandene Nitridschicht weist hohe Oberflächenhärte sowie verbesserten Verschleißwiderstand und Korrosionsbeständigkeit auf.

Verwendet man beim Nitrieren Mittel, die das Werkstück mit Stickstoff und Kohlenstoff anreichern, so spricht man von *Nitrocarburieren*.

Borieren bezeichnet das Anreichern der Oberflächenschicht eines Werkstücks mit Bor zur Erlangung einer besseren Verschleißfestigkeit und Korrosionsbeständigkeit. Boriert wird mit Pasten und Pulvern in einem Temperaturbereich von 850°C bis 1000°C. Dabei entstehen durch Diffusion kompakte harte Randschichten aus FeB, Fe₂B oder beidem (FeB außen und Fe₂B innen) mit bis zu 1 mm Dicke.

3 Messaufbau

Die experimentelle Bestimmung von Messwerten zur Erlangung der interessierenden thermophysikalischen Daten des Stahls X153CrMoV12 wurde mittels zweier Verfahren durchgeführt. Das wesentliche Verfahren war das schnelle Ohm'sche Pulsheizen, auch einfach als Pulsheizen bezeichnet, um auch im flüssigen Temperaturbereich messen zu können. Mit dem dabei verwendeten Pyrometer kann nur das Temperaturintervall von 1100 K bis 2500 K erfaßt werden. Als zweites Verfahren diente die Messung mittels DSC im Temperaturintervall von 473 K bis 1473 K, um den Temperaturbereich zu erweitern.

3.1 Pulsheizexperiment

3.1.1 Prinzipieller Aufbau

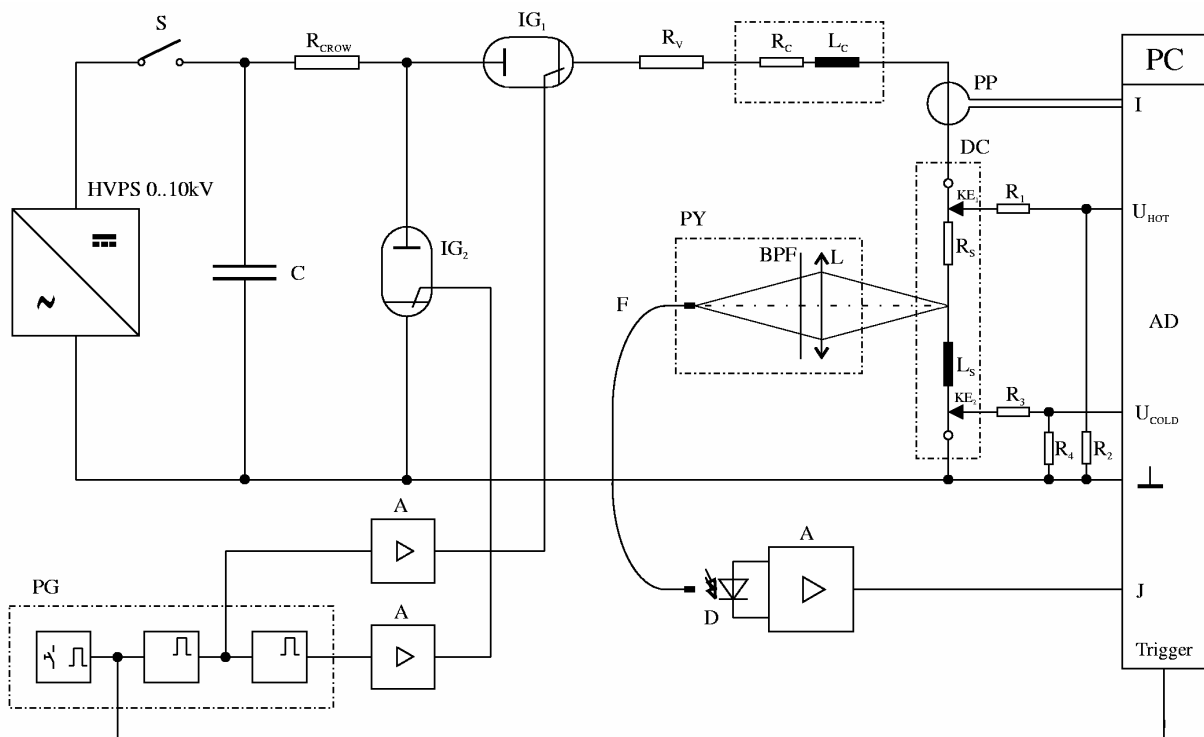


Abbildung 3.1: Schaltplan des Pulsheizexperiments (entnommen aus [7] S. 30)
S: Schalter; **R_{CROW}:** Kurzschlusswiderstand; **IG_{1,2}:** Start-, Löschignitron; **R_V:** Vorschaltwiderstand; **R_L, L_L** ohmscher, induktiver Lastwiderstand; **PP:** Strommesssonde (Pearson-Probe); **HG:** Hochspannungsgenerator; **C:** Kondensatorbank; **PY:** Pyrometer; **IF:** Interferenzfilter; **L:** Linse; **R_{1,2,3,4}:** Spannungsteilerwiderstände; **R_P, L_P:** ohmscher, induktiver Widerstand der Probe; **PG:** Pulsgenerator; **A:** Verstärker; **F:** Lichtwellenleiter; **D:** Detektor; **I:** Strom; **U_{HOT}, U_{COLD}:** Spannungsabfall an der Probe; **J:** Pyrometersignal

Eine metallische Drahtprobe wird in einigen μ s von Raumtemperatur bis weit in die flüssige Phase erhitzt. Die Einbringung der Energie für den Aufheizvorgang erfolgt dabei direkt unter

Nutzung des elektrischen¹⁷ Widerstands der Probe, indem ein sehr hoher elektrischer Strom durch die Probe geleitet wird. Um einen Strom in der erforderlichen Stärke zu erhalten, wird vor Beginn des Experiments eine Kondensatorbank (siehe Abbildung 3.3) mit einer Gesamtkapazität von 500 μF über einen Hochspannungsgenerator (siehe Abbildung 3.4) geladen¹⁸. Die Ladespannung variiert dabei probenbedingt von mindestens 3 kV bis höchstens 10 kV (nach [8] S. 4). Am Probedraht werden weiters Spannungsschneiden (siehe Abbildung 3.5) zur Bestimmung des Spannungsabfalls entlang der Probe angebracht. Zum in Abbildung 3.1 dargestellten Aufbau des Stromkreises des Pulsheizexperiments ist zusätzlich eine CCD-Kamera angebracht. Diese nimmt ab einem eingestellten Zeitpunkt des Experiments alle 2,8 μs Bilder („Schattenbilder“)¹⁹ des Drahtes auf. Dabei „schauen“ das Pyrometer und die CCD-Kamera im rechten Winkel zueinander auf den Probedraht (siehe Abbildung 3.2).

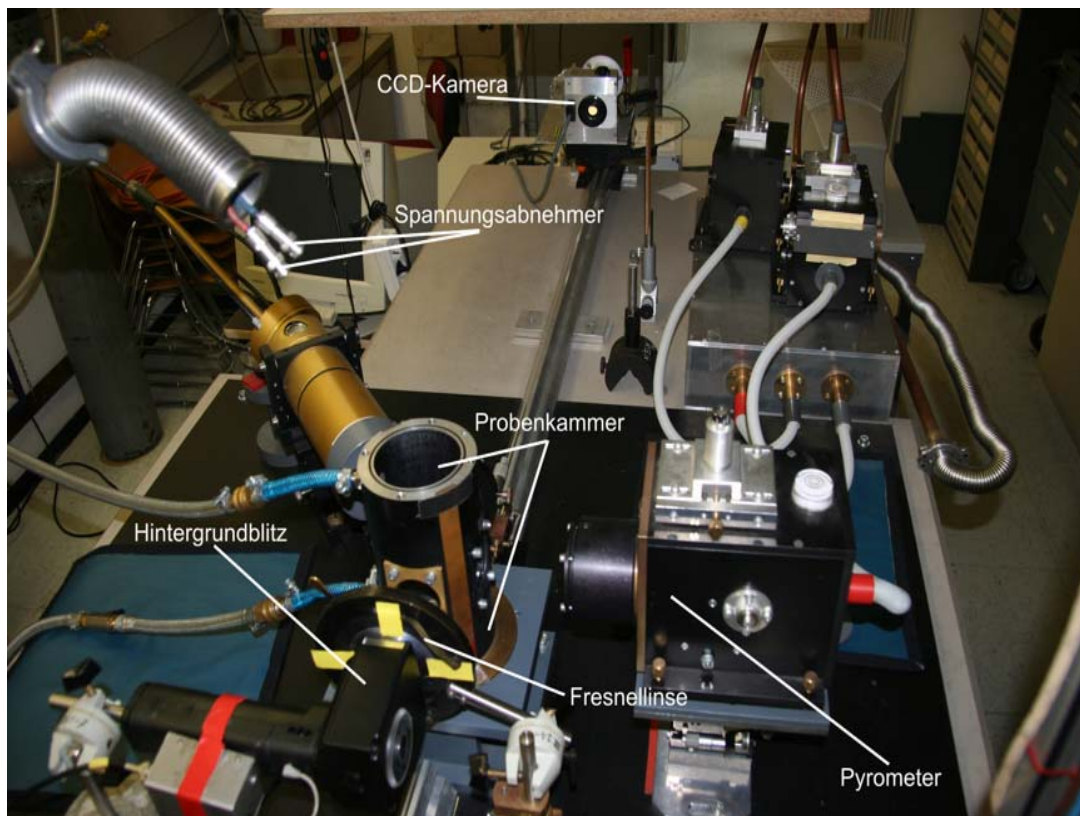


Abbildung 3.2: Messtisch des Pulsheizexperiments

Das Experiment wird durch Betätigung des Startknopfes am TTL-Pulsgenerator (siehe Abbildung 3.4) ausgelöst, welcher zeitlich getrennte Pulse sendet, die mit einer Genauigkeit von 1 μs einstellbar sind.

Der erste Puls startet den Blitz und die Datenaufzeichnung von Strom, Spannungen und Pyrometersignal.

Die Strommessung erfolgt über eine Strommesssonde²⁰, welche nach dem Induktionsprinzip eine dem Strom proportionale Spannung als Ausgangssignal liefert.

¹⁷ Wird auch Ohm'scher Widerstand bezeichnet. Daher die Bezeichnung schnelle Ohm'sche Pulsheizung.

¹⁸ Die benötigte Stromstärke kann nicht direkt aus dem Stromnetz entnommen werden.

¹⁹ Der Draht wird im Hintergrund durch einen Blitz beleuchtet, wodurch der Blitz samt Schatten an der Multichannelplatte der CCD-Kamera abgebildet wird.

²⁰ Wird auch Pearson-Sonde genannt, da die herstellende Firma Pearson Electronics Inc. heißt.

Die gemessenen Spannungen sind die an zwei Stellen der Probe gegen Erde gemessenen Spannungen (siehe Abschnitt 3.1.2).

Der zweite Puls startet nach $230 \mu\text{s}$ das Krytron²¹. Dieses schaltet über einen zur galvanischen Trennung verwendeten Triggertransformator das Startignitron. „Dieser spezielle Schalter (Krytron, Ingitron) garantiert eine exakte Zeitsteuerung“ [9].

Die Verzögerung von $230 \mu\text{s}$ vom ersten zum zweiten Puls des TTL-Generators liegt an der Eigenschaft des verwendeten Blitzes. In der Diplomarbeit von Reschab [7] zeigte sich, dass der Blitz nach $230 \mu\text{s}$ ein konstantes Strahlungsniveau für die Wellenlänge 1570 nm aufweist. Dies ermöglicht erst die gleichzeitige Messung von Temperatur und Durchmesser der Probe.

Der geschlossene Stromkreis (siehe Abbildung 3.1) erhitzt mit dem aus der Kondensatorbank kommenden Strom die Probe bis in den flüssigen Bereich. Der Vorwiderstand, der sich auf $0,25 \Omega$ oder $0,5 \Omega$ einstellen läßt, dämpft sehr stark das Schwingen des Entladekreises. Weiters läßt sich über den Vorwiderstand die Heizrate ändern. In dieser Diplomarbeit wurde der Vorwiderstand mit $0,5 \Omega$ gewählt, wodurch sich die Heizrate verringert und mehr Bilder in der flüssigen Phase aufgenommen werden können.

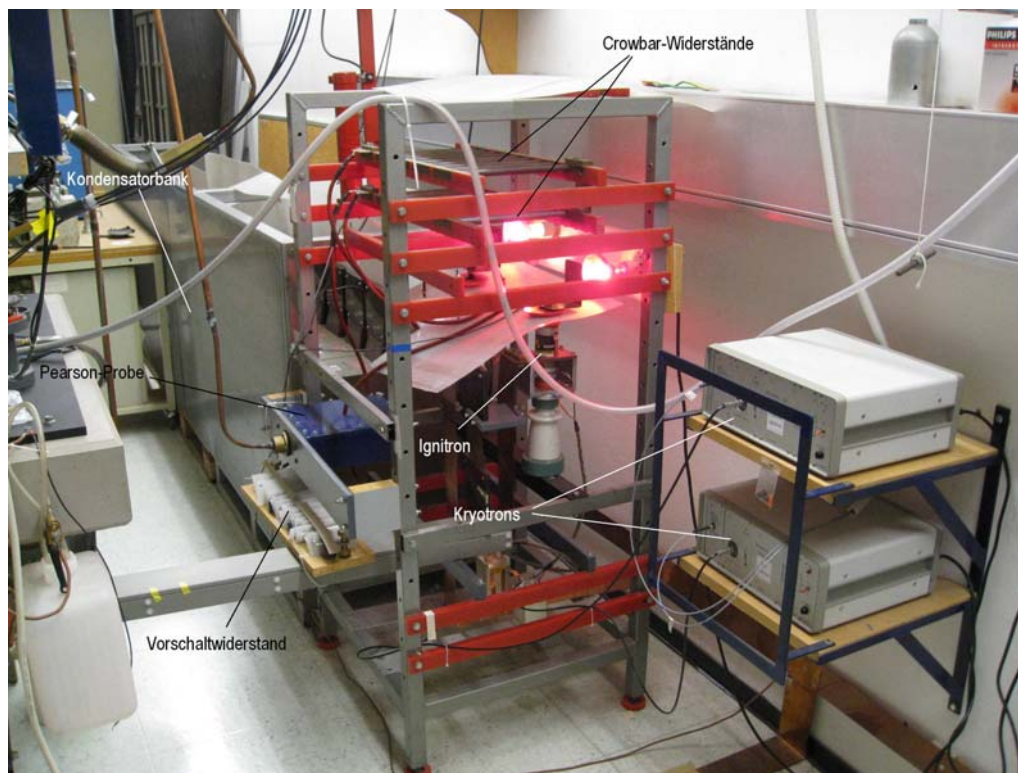


Abbildung 3.3: Stromversorgungseinheit des Pulsheizexperiments

Der dritte Puls aktiviert die CCD-Kamera. Der Startzeitpunkt wird abwechselnd von einem zum nächsten Experiment von 1 bis $5 \mu\text{s}$ nach dem zweiten Puls eingestellt. Damit soll eine „kontinuierlichere“ Darstellung der Durchmesserzunahme ermöglicht werden.

Der letzte Impuls schaltet auf gleiche Weise, wie das Startignitron gestartet wird, das Löschnitron, womit die Kondensatorbank nur mehr über den Kurzschlusswiderstand entladen wird. Dies ist ein aus seriell und parallel angeordneten Graphitstäben geschalteter Widerstand zur Vernichtung der im Kondensator verbleibenden Restenergie. Der Zeitpunkt des letzten Pulses hängt vom Probenmaterial und der Heizrate ab. Er ist so gewählt, dass ein Erhitzen der Probe bis in die Gasphase verhindert wird, da es sonst zu Plasmaentladungen

²¹ Ein schneller Schalter der einen auf 3 kV aufgeladenen $0,25 \mu\text{F}$ Kondensator entlädt und somit einen Hochspannungspuls generiert.

kommen kann, was in weiterer Folge eine Beschädigung der Probenkammer nach sich ziehen könnte.



Abbildung 3.4: Stromlade- und Steuereinheit des Pulsheizexperiments

Der sich im Experiment schnell ändernde hohe Strom führt zur Entstehung elektromagnetischer Felder. Um die Messwerte durch Induktion in den Messleitungen nicht zu verfälschen, werden die Messleitungen von der Pearson-Probe bzw. der Probenkammer in Kupferrohren bis in den Faradayraum geführt, wo sich der Messrechner befindet.

3.1.2 Praktische Durchführung

Die verwendete Stahlprobe²² wird mit Schleifpapier der Körnung 1200 abgezogen und mit Aceton gereinigt, um definierte experimentelle Bedingung herzustellen. Der minimale und maximale Durchmesser des Probendrahts wird an drei verschiedenen Stellen mittels Lasermikrometer gemessen²³. Der Probendraht wird in die Probenhalterung eingespannt, gespannt und mit Aceton entfettet. Am eingespannten Probendraht werden jeweils in ca. 1 cm Entfernung zum Probenhalter Spannungsschneiden, das sind Molybdänstreifen, angebracht (siehe Abbildung 3.5). An Diesen wird während des Experiments die Spannung gegen Erde gemessen, um aus der Differenz den Spannungsabfall entlang der Probe zu bestimmen. Zur Unterscheidbarkeit wird die obere Spannungsschneide als kalte und die untere als heiße Spannungsschneide bezeichnet. Anschließend wird der Abstand der Spannungsschneiden mit einem Messkathetometer, dessen Skalierung 2/100 mm beträgt, bestimmt.

²² Vom Projektpartner Böhler Edelstahl GmbH & Co KG als Draht mit 0,5 mm Durchmesser gezogen und zur Verfügung gestellt.

²³ Der Mittelwert dieser Messungen wird in der Auswertung als Durchmesser gewählt.



Abbildung 3.5: Probenhalter mit bereits eingespanntem Stahldraht

Der Probenhalter wird vorsichtig (vermeiden von Stößen um eventuelles Verschieben der Spannungsschneiden zu vermeiden) in die Probenkammer (siehe Abbildung 3.2) eingeführt, mit vier Schrauben festgezogen und die Leitungen zur Spannungsmessung angeschlossen.

Die Probenkammer wird mit Stickstoff bei einem Überdruck von 1,3 bar gefüllt. Der Stickstoff verhindert einerseits die Oxidation bzw. Verbrennung des Probendrahtes während des Experiments und beugt andererseits Entladungen abseits des Probendrahtes vor (Oberflächenentladungen könnten die Temperaturmessung verfälschen).

Das Pyrometer wird durch das Fenster der Probenkammer auf den Draht scharf gestellt. Dies geschieht durch Umklappen eines Justierspiegels im Inneren des Pyrometers²⁴ und Blick durch das Messmikroskop an der Oberseite. Ein Neutraldichtefilter der Stärke 1 (läßt 10 % der auftreffenden Lichtintensität durch) wird an das Fenster vor dem Pyrometer zur Abschwächung der Strahlungsintensität angebracht.

²⁴ Eine genauere Beschreibung ist in [10] S. 21 - 26 zu finden.

Bei abgedunkeltem Labor wird das Schattenbild des Drahtes auf der CCD-Kamera scharf eingestellt und ein „Kaltbild“ (kein Aufheizen des Drahtes wie im Experiment) aufgenommen. Das Blitzlicht wird durch eine Fresnellinse vor dem Fenster der Probenkammer parallel gestellt, um einen scharfen Drahtschatten zu erhalten, der wiederum mittels einer Linse ($f = 60 \text{ cm}$) auf den CCD-Chip der Kamera abgebildet wird. Eine Beschreibung der Kamera ist in [9] S. 28 -34 zu finden.

Am TTL-Generator werden Verzögerungen der aufeinanderfolgenden Pulse in folgender Reihe eingestellt: $230 \mu\text{s}$, die nie geändert werden (siehe Abschnitt 3.1.1); $1\text{-}5 \mu\text{s}$, von einem zum nächsten Experiment ändern und $55 \mu\text{s}$. Die Meßeinrichtungen werden aufnahmebereit gemacht und die Kondensatorbank wird auf $4,1 \text{ kV}$ geladen.

Das Experiment wird durch Betätigung eines Startknopfes an der Schalttafel des TTL-Generators durchgeführt und dabei die elektrischen Signale und ein Heißbild aufgenommen.

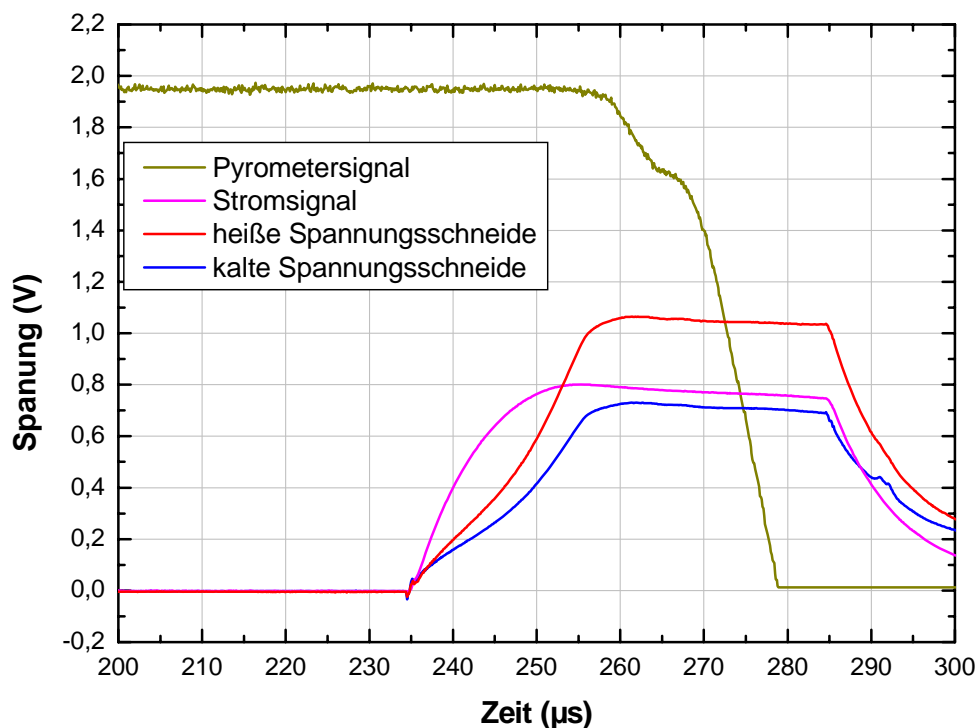


Abbildung 3.6: Aufgenommene elektrische Signale im Experiment

In Abbildung 3.6 ist der Verlauf²⁵ der gemessenen elektrischen Signale zu sehen, die über die Zeit aufgetragen werden, die zur Temperaturzuordnung der Drahtexpansion benötigt wird. In diesem Experiment wird eine Heizrate von $4 \cdot 10^7 \text{ K/s}$ und eine maximale Stromstärke von 3900 A erreicht.

²⁵ Der in Abbildung 3.6 abgebildete Verlauf der elektrischen Signale entspricht nicht dem tatsächlich zu sehendem Verlauf am Meßrechner. Zwecks Übersicht wurden die Signale in ihrer Höhe verändert. Insbesondere das Pyrometersignal wurde angehoben.

3.1.3 Veränderungen am Aufbau

Im Zuge dieser Diplomarbeit wurde die CCD-Kamera umgebaut. Wurden bisher die ersten 16 Zeilen des 576 x 384 Pixel großen CCD-Chips belichtet, so werden nunmehr die ersten 8 Zeilen belichtet. Die restlichen Zeilen des Chips werden wie bisher als Speicher verwendet.

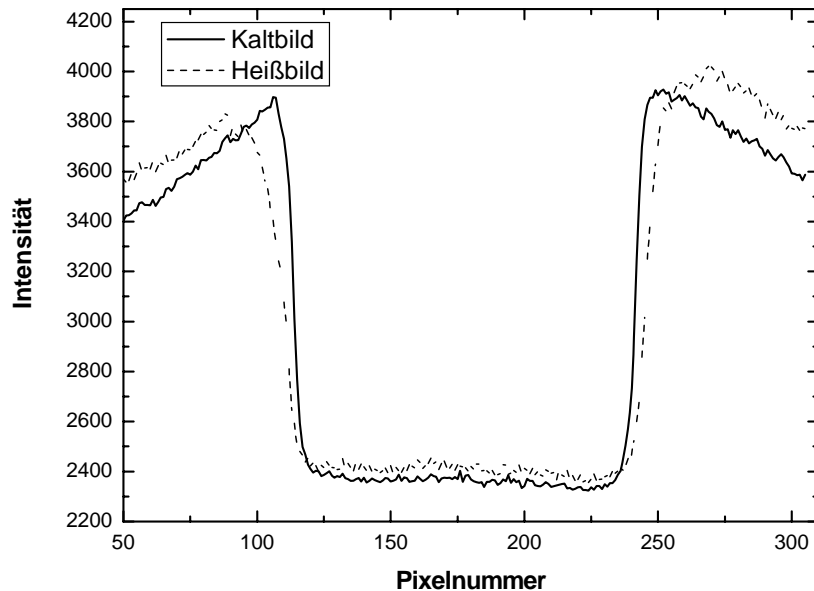


Abbildung 3.7: Profilvergleich im 16 Zeilen Betrieb

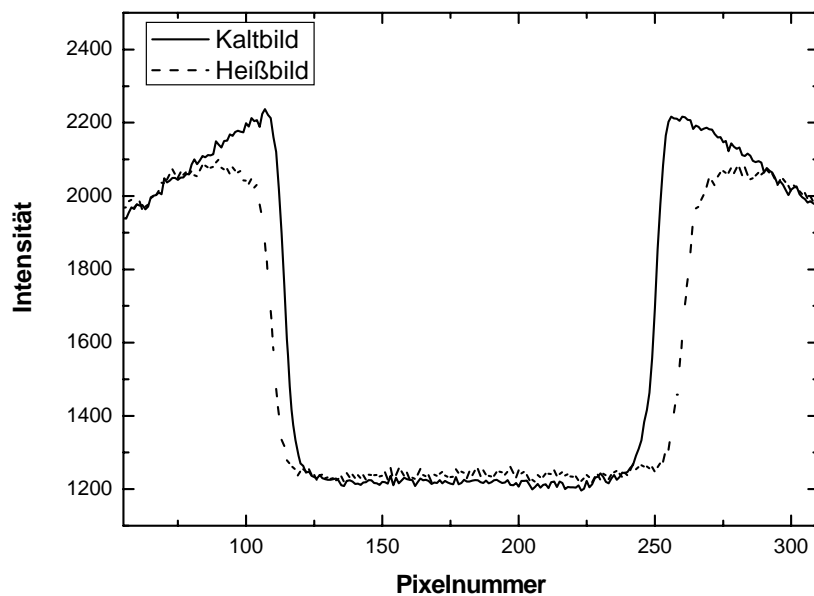


Abbildung 3.8: Profilvergleich im 8 Zeilen Betrieb

Beim Vergleich der aufgenommenen Profile der alten mit der neuen Konfiguration zeigt die neue Einstellung wie erwartet eine Abnahme der Intensität und etwas flachere Flanken. Das

erhaltene Profil im 8 Zeilen Betrieb ist insgesamt zur Expansionsbestimmung qualitativ geeignet und die Kamera wurde somit in der neuen Konfiguration belassen. Durch diese Maßnahme wurde der Zeitabstand zwischen den Bildern von 5 μs auf 2,8 μs verkürzt, was im Vergleich zur alten Einstellung fast doppelt so viele Bilder pro Experiment ergibt.

3.2 DSC – Differential Scanning Calorimeter

Wie eingangs erwähnt, läßt sich die Temperatur im Pulsheizexperiment mit dem dabei verwendeten Pyrometer (1570 nm) erst ab ca. 1100 K bestimmen. Die Strom- und Spannungsmessung beim Pulheizexperiment liefert Werte ab Raumtemperatur. Um auch thermophysikalische Daten im Temperaturbereich unter 1100 K zu erhalten, wird mittels DSC die spezifische Wärmekapazität im Temperaturbereich von 473 K bis 1473 K bestimmt (siehe Abbildung 3.10). Im Zuge der Auswertung kann dann über den Vergleich der Enthalpien den Pulsheizdaten eine Temperatur ab 473 K zugeordnet werden.

Die verwendete Hochtemperatur DSC der Firma Netzsch, DSC-404 (siehe Abbildung 3.9), wurde von Wilthan im Zuge seiner Diplomarbeit [11] am Institut für Experimentalphysik der TU Graz aufgebaut. Eine genauere Beschreibung dieser Apparatur findet sich in [11].



Abbildung 3.9: Hochtemperatur DSC am Institut für Experimentalphysik der TU Graz

Die tablettenförmige Probe (140 mg schwer, ca. 2 mm hoch mit 5 mm Durchmesser) wird einem Temperaturzyklus von drei Aufheiz- und drei Abkühlvorgängen unterworfen²⁶. Die

²⁶ Die Notwendigkeit ergibt sich aus dem unterschiedlichen Verlauf zwischen dem ersten zu den darauffolgenden Aufheizvorgängen bei wärmebehandelten Legierungen.

Heizrate beträgt dabei 20 K/min. Auf gleiche Weise werden eine Referenzmessung mit einem Standardmaterial, in diesen Fall ein Saphir und eine Leermessung mit jeweils einem Aufheiz- und einem Abkühlvorgang durchgeführt. Die Leermessung dient zur Festlegung der Nulllinie, um Abweichungen die z. B. durch den Probeniegel verursacht werden, zu berücksichtigen. Die bekannte Wärmekapazität des Standardmaterials ermöglicht erst mit (GL. 3.1) die Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität der Probe in Abhängigkeit der Temperatur.

$$c_{p,P} = \frac{m_S}{m_P} \cdot \frac{\Phi_P - \Phi_l}{\Phi_S - \Phi_l} \cdot c_{p,S} \quad (\text{Gl. 3.1})$$

$c_{p,P}$, $c_{p,S}$: Wärmekapazität der Probe bzw. des Standards

m_P , m_S : Masse der Probe bzw. des Standards

Φ_P , Φ_S , Φ_l : Signal der Probe, des Standards bzw. leer

Für X153CrMoV12 ergab sich der in Abbildung 3.10 gezeigte Verlauf. Die im Temperaturbereich von 1000 K bis 1100 K auftretenden Peaks sind auf diverse Umwandlungen zurückzuführen, welche bei der Umwandlung Energie freigeben bzw. benötigen.

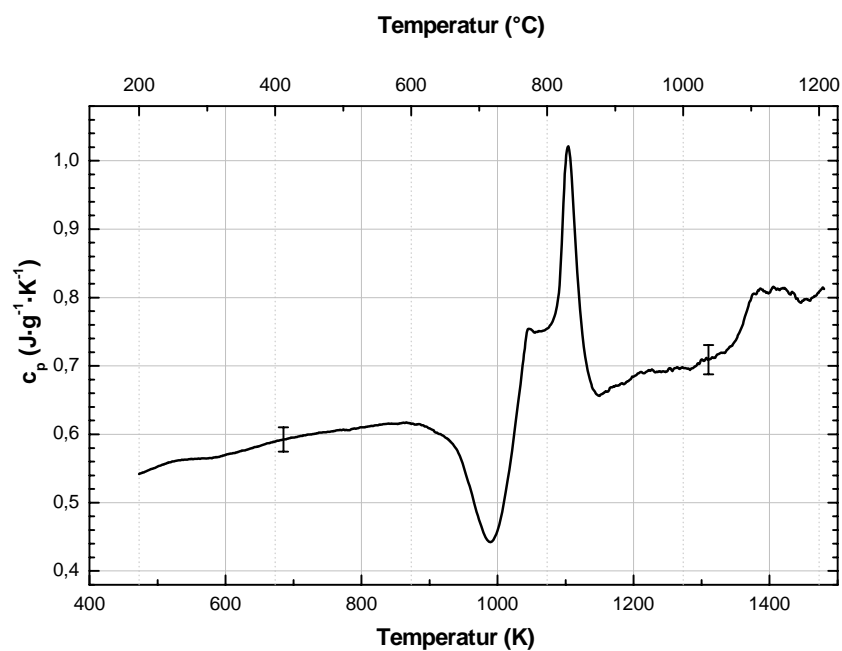


Abbildung 3.10: Wärmekapazität aus DSC-Messung

4 Messdatenauswertung

Dieser Abschnitt erläutert die Berechnung der thermophysikalischen Daten aus den experimentell gemessenen Größen. In Abbildung 4.1 ist der Zusammenhang der Messgrößen und der daraus abgeleiteten thermophysikalischen Daten dargestellt.

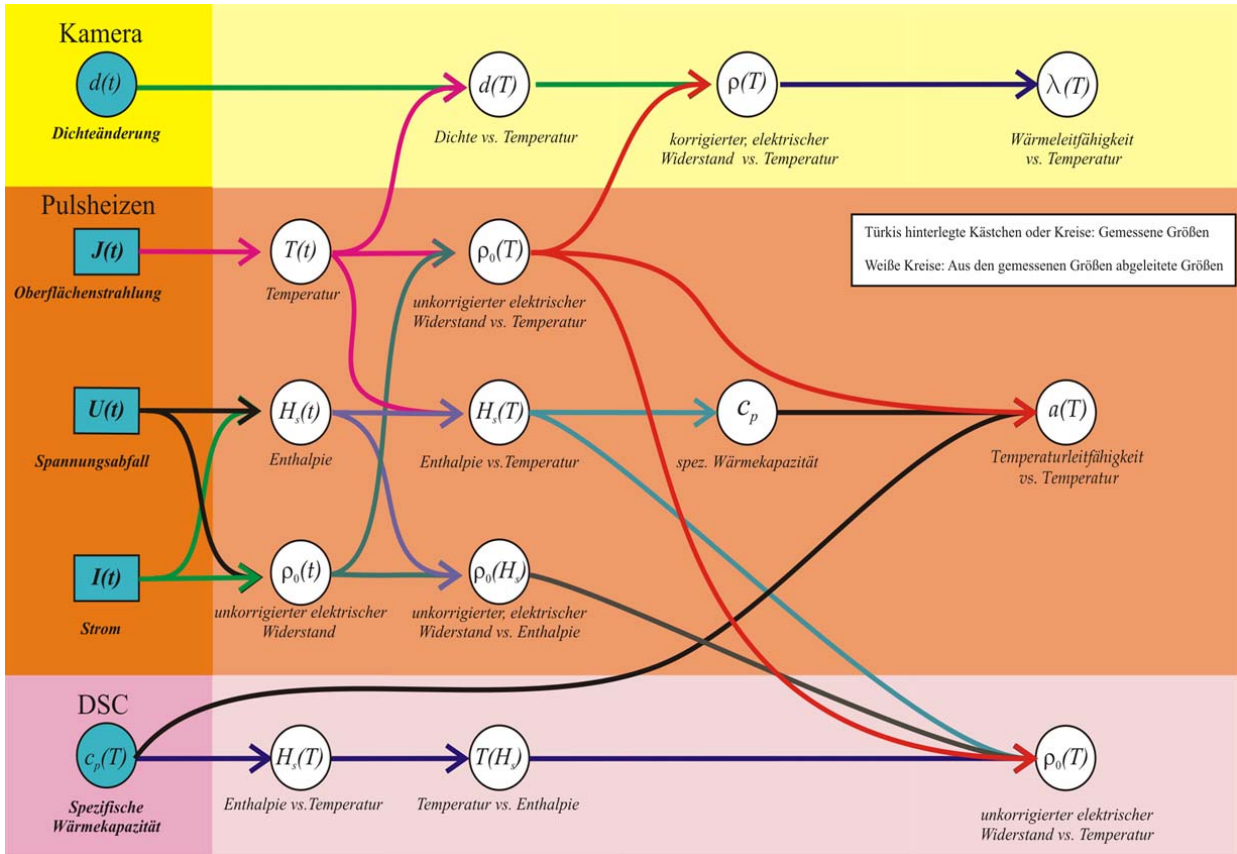


Abbildung 4.1: Rechenfluss der Messdaten²⁷

4.1 Spezifische Enthalpie und Wärmekapazität

Im Pulsheizexperiment ist der Umgebungsdruck annähernd gleichbleibend, weshalb er als isobar angenommen wird. Daraus ergibt sich unter Berücksichtigung des 1. Hauptsatzes der Thermodynamik, dass die Änderung der Enthalpie H gleich der zugeführten Wärmeenergie Q ist. Im Experiment wird die Probe beim Durchfließen des Stromes aufgrund des elektrischen Widerstandes erhitzt. Somit läßt sich die zugeführte Wärme mit dem Strom durch die Probe $I(t)$ und dem Spannungsabfall an der Probe $U(t)$ als Integral der Zeit t darstellen:

$$Q(t) = \int_0^t U(t') \cdot I(t') dt' \quad (\text{Gl. 4.1})$$

²⁷ Zwecks Übersichtlichkeit wurden die gemessenen Größen Probengewicht, Drahtlänge und -durchmesser, Dichte und Spannungsschneidenabstand in dieser Grafik nicht mit einbezogen.

Unter Berücksichtigung der Probenmasse m , die sich einfach mittels Dichte des Materials, Abstand der Spannungsschneiden und Drahtdurchmesser berechnen läßt, kann die spezifische Enthalpie wie folgt dargestellt werden:

$$H(t) = H_0 + Q(t) \quad (\text{Gl. 4.3})$$

mit H_0 gleich der Enthalpie bei Raumtemperatur.

Die spezifische Wärmekapazität bei konstantem Druck c_p ist die partielle Ableitung der spezifischen Enthalpie nach der Temperatur:

$$c_p = \left(\frac{\partial H}{\partial T} \right)_p \quad (\text{Gl. 4.4})$$

Unter Nutzung des Zusammenhangs von Enthalpie und Wärmekapazität wird den Messwerten des Pulsheizexperiments unter 1100 K durch die Wärmekapazität der DSC-Messung eine Temperatur zugeordnet. Da der erste Messpunkt der DSC erst bei 473 K liegt, wird die spezifische Wärmekapazität von 293 K bis 473 K als konstanter Wert $c_{p,473}$ angenommen. Damit ergibt sich für die spezifische Enthalpie aus der DSC-Messung folgende Integraldarstellung:

$$H(T) = c_{p,473} \cdot 180 + \int_{473}^T c_p(T') dT' \quad (\text{Gl. 4.5})$$

Durch direkten Vergleich der zeitabhängigen Enthalpiewerten des Pulsheizexperiments mit den temperaturabhängigen Enthalpiewerten der DSC wird den Pulsheizwerten unter 1100 K eine Temperatur zugeordnet.

4.2 Schmelzwärme

Die Schmelzwärme entspricht aufgrund des isobaren Experimentierablaufs der Schmelzenthalpie ΔH_S . Diese ist wiederum die Differenz der Enthalpien bei Solidus- und Liquidustemperatur.

4.3 Elektrischer Widerstand

Aus dem Spannungsabfall U an und dem Strom I durch die Probe wird der elektrische Widerstand R der Probe nach dem Ohm'schen Gesetz bestimmt:

$$R = \frac{U}{I} \quad (\text{Gl. 4.6})$$

Um den spezifischen elektrischen Widerstand ρ zu bestimmen, muss die Geometrie der Probe miteinbezogen werden. Im vorliegenden Fall liegt die Probe als Zylinder vor, wodurch sich der elektrische Widerstand R als Produkt von spezifischem elektrischen Widerstand ρ und dem Spannungsschneidenabstand l , geteilt durch den Probenquerschnitt $A = (d/2)^2 \cdot \pi$, ergibt. d

ist der Probendurchmesser. Umgeformt ergibt sich somit für den spezifischen elektrischen Widerstand:

$$\rho = \frac{U}{I} \cdot \left(\frac{d}{2}\right)^2 \cdot \frac{\pi}{l} \quad (\text{Gl. 4.7})$$

Während dem Experiment ändert sich das Volumen der Probe in Abhängigkeit von der Temperatur. Wird die Volumsänderung nicht berücksichtigt, ergibt das den unkompenzierten, spezifischen elektrischen Widerstand $\rho_{el,0}(T)$. Es wird dabei der Durchmesser d_0 bei Raumtemperatur verwendet:

$$\rho_{el,0}(T) = \frac{U(T)}{I(T)} \cdot \left(\frac{d_0}{2}\right)^2 \cdot \frac{\pi}{l} \quad (\text{Gl. 4.8})$$

Wird die temperaturbedingte Querschnittsflächenänderung des Probendrahtes berücksichtigt, ergibt das den kompensierten, spezifischen elektrischen Widerstand $\rho_{el,kom}(T)$:

$$\rho_{el,kom}(T) = \rho_{el,0}(T) \cdot \left(\frac{d(T)}{d_0}\right)^2 \quad (\text{Gl. 4.9})$$

4.4 Temperatur

Zur Temperaturbestimmung beim Pulsheizexperiment wird das Planck'sche Strahlungsgesetz für schwarze Körper (Gl. 4.10) herangezogen, da sich im vorliegenden Versuchsaufbau nur die optische Pyrometrie eignet. Dabei wird ein Pyrometer mit einer Beobachtungswellenlänge von $\lambda_0 = (1569,5 \pm 83,6)$ nm verwendet.

$$L_{\lambda,S}(\lambda, T) = \frac{c_1}{\lambda^5 \cdot \pi} \cdot \left(e^{\frac{c_2}{\lambda T}} - 1 \right)^{-1} \quad (\text{Gl. 4.10})$$

$L_{\lambda,S}(\lambda, T)$: Spektrale Strahldichte eines schwarzen Körpers mit Temperatur T bei der Wellenlänge λ ; c_1, c_2 : erste und zweite Planck'sche Konstante

Da (GL.4.10) nur für schwarze Strahler gültig ist, strahlt die Probenoberfläche bei gegebener Wellenlänge eine geringere Strahldichte ab. Daher muss (Gl. 4.10) um den spektralen Emissionskoeffizienten $\varepsilon(\lambda, T)$ erweitert werden:

$$L_{\lambda,P}(\lambda, T) = \varepsilon(\lambda, T) \cdot L_{\lambda,S}(\lambda, T) \quad (\text{Gl. 4.11})$$

$L_{\lambda,P}(\lambda, T)$: Spektrale Strahldichte der Probe

Die Strahlleistung pro Flächeneinheit der Probe ergibt sich, wenn die Strahldichte über alle Wellenlängen und den gesamten Raumwinkel integriert wird. Allerdings gelangt Strahlung von der Probenoberfläche nur über einen kleinen Raumwinkel zum Detektor, wodurch ein Geometriefaktor G berücksichtigt werden muss. Weiters wird durch den Interferenzfilter des

Pyrometers die Wellenlänge in einem schmalen Bereich $\Delta\lambda$ um λ_0 empfangen. Nimmt man für diesen Bereich einen rechteckigen Verlauf an, ergibt sich für die detektierte Intensität:

$$I_p(T) = G \cdot \varepsilon(\lambda_0, T) \cdot L_{\lambda,S}(\lambda_0, T) \cdot T_S \cdot S(\lambda_0) \cdot \Delta\lambda \quad (\text{Gl. 4.12})$$

$I_p(T)$: Pyrometersignal; G : Geometriefaktor; T_S : Transmissionskoeffizient des Pyrometers; $S(\lambda_0)$: spektrale Empfindlichkeit des Detektors bei Wellenlänge λ_0 ; $\Delta\lambda$: durchlässiger Bereich des Interferenzfilters

Die Zusammenfassung aller bei Temperaturänderungen annähernd konstant bleibender Größen führt zur Pyrometerkonstante K :

$$K = G \cdot T_S \cdot S(\lambda_0) \cdot \Delta\lambda \cdot \frac{c_1}{\lambda_0^5 \cdot \pi} \quad (\text{Gl. 4.13})$$

Durch das Einsetzen von (Gl. 4.10) in (Gl. 4.12) kann nach der Temperatur aufgelöst werden:

$$T(\lambda) = \frac{c_2}{\lambda \cdot \ln\left(\frac{\varepsilon(\lambda_0, T) \cdot K}{I_p} + 1\right)} \quad (\text{Gl. 4.14})$$

„Dazu ist aber die Kenntnis der Pyrometerkonstante K nötig, die entweder durch Kalibration des Pyrometers am Schwarzkörper, oder, wie im vorliegenden Fall, durch indirekte Kalibration am Schmelzplateau²⁸ bestimmt werden kann.“[7] S.46

Mit dem Programm HOTWIRE wird die indirekte Kalibration am Schmelzplateau und die Bestimmung der Temperatur durchgeführt.

Das Programm HOTWIRE wurde im Zuge der Diplomarbeit von Sachsenhofer [12] geschrieben.

4.5 Dichte

Die Dichtebestimmung wird mittels der von der CCD-Kamera vor und während des Experiments aufgenommenen Schattenbilder bewerkstelligt. Abbildung 4.2 zeigt ein solches Schattenbild während der Expansion.

Die aufgenommenen Bilder werden im Programm WinSiS dargestellt, gegebenenfalls der Kontrast verbessert, und als JPEG und ASCII-File gespeichert. Das Gesamtbild besteht aus 8×384 Pixel großen Einzelbildern, die im Abstand von $2,8 \mu\text{s}$ aufgenommen wurden.

Die Einzelbilder werden mit dem Programm WIREDIA ausgewertet. Dazu werden die 8 übereinanderliegenden Zeilen der Einzelbilder summiert, wodurch sich Intensitätsprofile, wie in Abbildung 3.8 dargestellt, ergeben und im Programm WIREDIA angezeigt werden. Hier werden manuell die Minima und Maxima markiert, wonach die Breite des Profils auf halber Höhe der Markierungen bestimmt wird. Da jeweils Kalt- und Heißbilder aufgenommen werden, wird die relative Durchmesserzunahme der geheizten Probe bestimmt. Die Temperaturzuordnung der Einzelbilder läuft dabei über die Zeit.

Durch die Annahme, dass der Probedraht aufgrund seiner Trägheit in der kurzen Experimentdauer radial, aber keinesfalls axial expandiert, wird die Dichteänderung über die

²⁸ Ein solches Schmelzplateau ist in Abbildung 3.6 im Verlauf des abgebildeten Pyrometersignals zu sehen.

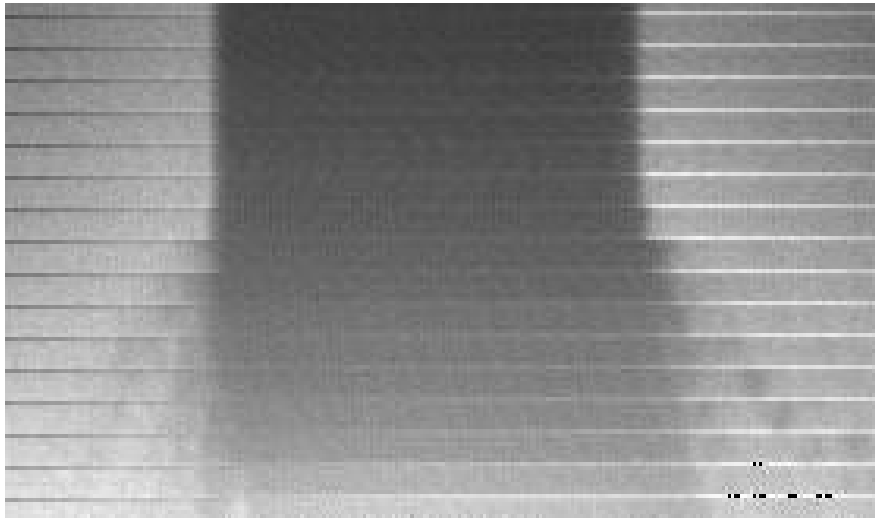


Abbildung 4.2: Gesamtbild der Drahtexpansion

nur radial stattfindende Volumensänderung dargestellt:

$$\rho(T) = \rho_0 \cdot \left(\frac{d_0}{d(T)} \right)^2 \quad (\text{GL.4.15})$$

$\rho(T)$: Dichte bei Temperatur T; ρ_0 : Dichte bei Raumtemperatur; d_0 : Probendurchmesser bei Raumtemperatur; $d(T)$: Probendurchmesser bei Temperatur T;

Zur Auswertung können meistens nur bestimmte Einzelbilder verwendet werden. Bei den ersten Bildern kann keine Temperatur zugewiesen werden (noch unter 1100 K), und bei den späteren Bildern wiederum wird das Schattenprofil durch einsetzende Emission von Licht nicht auswertbar.

4.6 Wärmeleitfähigkeit

Das WIEDEMANN-FRANZ Gesetz setzt den elektronischen Anteil der Wärmeleitfähigkeit mit der elektrischen Leitfähigkeit λ in ein Verhältnis. Dabei wird bei gut leitenden Metallen davon ausgegangen, daß die Wärmeleitung hauptsächlich über den elektronischen Anteil abläuft.

$$\lambda = \frac{L \cdot T}{\rho_{el, kom}} \quad (\text{Gl. 4.16})$$

L : Lorenz-Zahl, hat nach [13] S. 324 den theoretischen Wert $2,45 \times 10^{-8} \text{ V}^2/\text{K}^2$;
 $\rho_{el, kom}$: kompensierter, spezifischer elektrische Widerstand;

Allerdings kann bei Legierungen ein erheblicher Phononenbeitrag zur Wärmeleitfähigkeit vorhanden sein.

4.7 Temperaturleitfähigkeit

Die Temperaturleitfähigkeit a ist definiert als:

$$a = \frac{\lambda}{c_p \cdot d} \quad (\text{Gl. 4.17})$$

λ : Wärmeleitfähigkeit; c_p : spezifische Wärmekapazität; d : Dichte

Ist die Wärmeleitfähigkeit aus Abschnitt 4.6 bekannt und wird sie in (Gl.4.17) eingesetzt, ergibt sich ein von der Volumszunahme unabhängiger Ausdruck der Temperaturleitfähigkeit:

$$a = \frac{L \cdot T}{\rho_{el,0}(T) \cdot c_p(T) \cdot d_0} \quad (\text{Gl. 4.18})$$

$\rho_{el,0}(T)$: nicht kompensierter spezifischer elektrischer Widerstand; d_0 : Dichte bei Raumtemperatur

5 Messergebnisse und Diskussion

5.1 Dichte

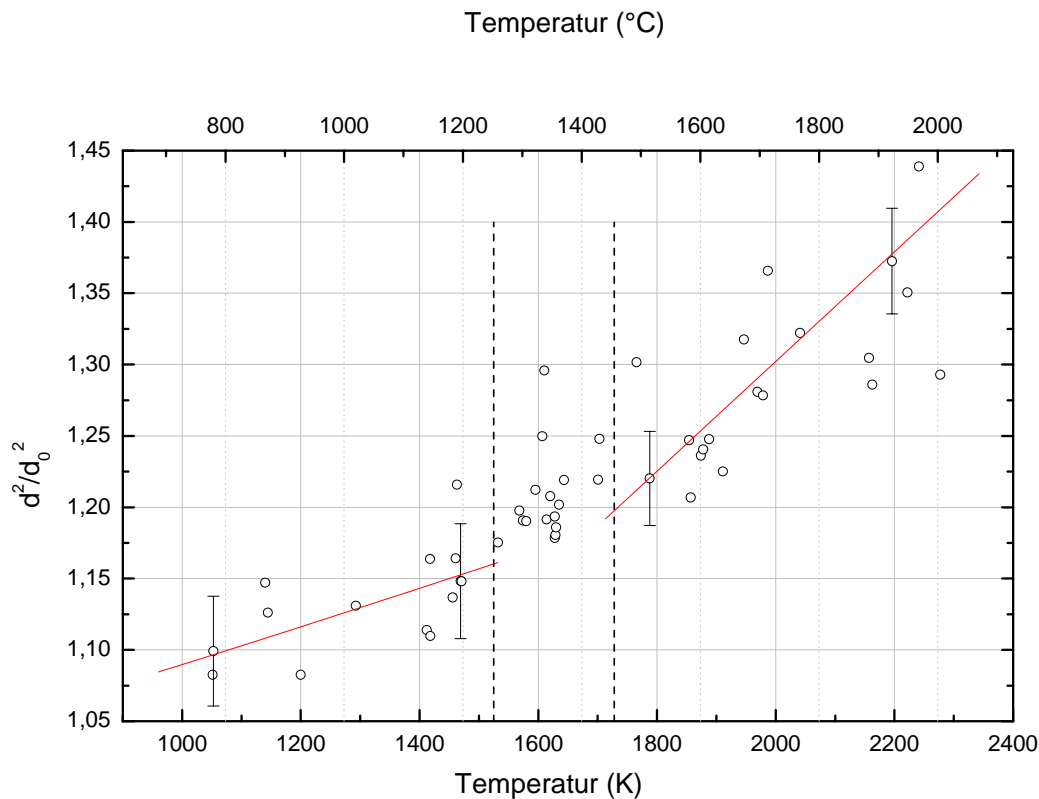


Abbildung 5.1: Quadratische Durchmesseränderung in Abhängigkeit von der Temperatur
Schwarze Kreise...Meßwerte
Rot...Fitkurven
Senkrecht schwarz strichliert...Schmelzanfang und -ende

In Abbildung 5.1 ist die berechnete quadratische Durchmesseränderung, die laut Annahme zugleich die Volumsänderung ist, dargestellt. Die Kreise stellen Werte der Einzelmessungen dar. Die Ausgleichskurven sind im Festen durch einen Polynomfit 2. Grades um im Flüssigen durch einen Linearfit berechnet worden. Die zwei senkrecht gestrichelten Linien stellen (auch in weiteren Abbildungen) den Schmelzanfang und das Schmelzende dar.

Hierbei ergab sich von Raumtemperatur bis zum Schmelzanfang eine Zunahme der quadratischen Durchmesseränderung von 16 %. Am Institut für Experimentalphysik wurden schon mehrere Stähle mit gleichem Versuchsaufbau gemessen. Im Vergleich zeigt sich, dass die Volumszunahme bis zum Schmelzpunkt von 16 % zu groß ist. Erfahrungsgemäß liegt diese für Stähle bei 4 % bis 9 %.

Es konnten weder systematische Fehler gefunden werden, noch ging die Volumsausdehnung bis zum Schmelzpunkt bei wiederholter Messung und Auswertung zurück.

Die Suche nach der möglicher Ursache und weitere Messungen werden im Abschnitt 5.6 behandelt.

Im Zuge des Projekts, in dem diese Diplomarbeit verfasst wurde, wurde auch eine Dilatometermessung von X153CrMoV12 am ARC-Seibersdorf in Auftrag gegeben. Dabei wurde bis zur Temperatur von 1873 K gemessen.

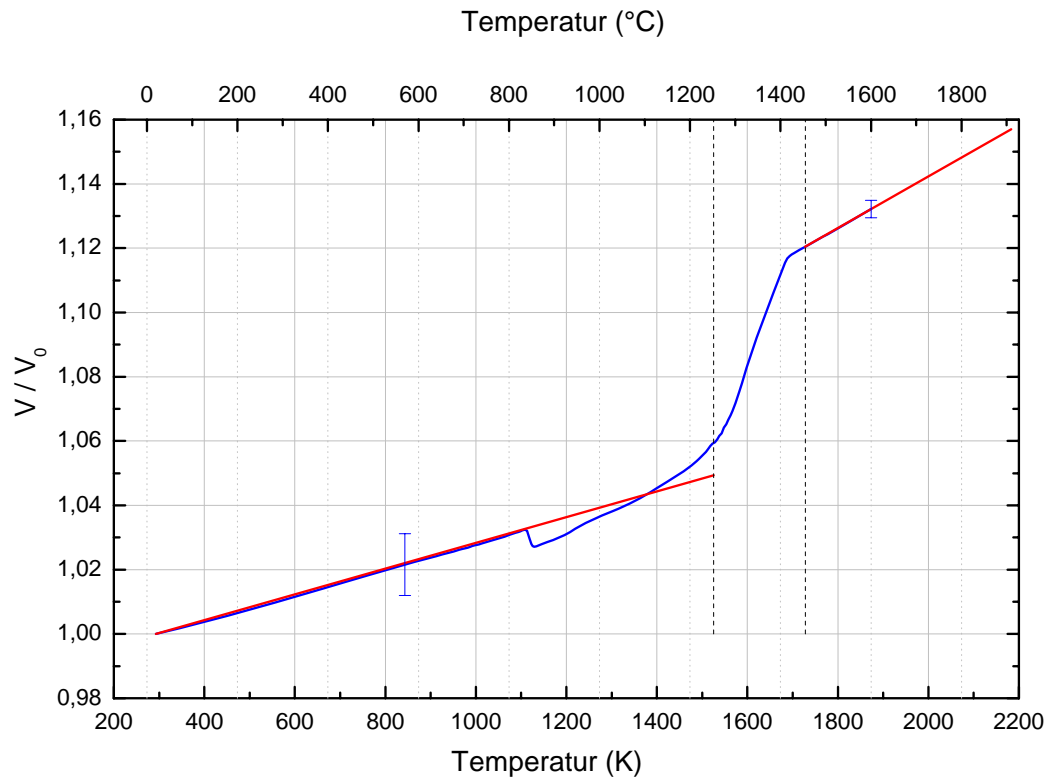


Abbildung 5.2: Dilatometermessung des X153CrMoV12 von ARC
Blau...Meßwert ARC
Rot...Fitkurven
Senkrecht schwarz strichliert...Schmelzanfang und -ende

Die Volumszunahme in Abhängigkeit von der Temperatur ist in Abbildung 5.2 als blaue Linie dargestellt. Zu erkennen ist dabei der Übergang vom kubisch-raumzentrierten zum kubisch-flächenzentrierten Gitter bei einer Temperatur von ca. 1100 K. Im Festen wurde der krz-Bereich der Dilatometermessung linear gefittet und bis zum Schmelzanfang extrapoliert, da davon ausgegangen wurde, daß das krz-Gitter durch die schnelle Aufheizung im Experiment nicht genug Zeit zur Umwandlung in ein kfz-Gitter hat. Im Flüssigen wurde die Dilatometermessung ebenfalls linear gefittet und bis zu einer Temperatur von 2250 K extrapoliert. Die linearen Fits sind die roten Geraden in Abbildung 5.2.

Die angenommenen temperaturabhängigen Querschnittsänderungen lassen sich somit mit (Gl. 5.1) für die feste und mit (Gl. 5.2) für die flüssige Phase angeben.

$$\frac{d^2}{d_0^2}(T) = 0,988 + 4,007 \cdot 10^{-5} \cdot T \quad (273 < T \text{ in K} < 1525) \quad (\text{Gl. 5.1})$$

$$\frac{d^2}{d_0^2}(T) = 0,982 + 8,015 \cdot 10^{-5} \cdot T \quad (1728 < T \text{ in K} < 2200) \quad (\text{Gl. 5.2})$$

Durch Einsetzen dieser zwei Gleichungen in (Gl. 4.15), wird die Dichte in Abhängigkeit von der Temperatur berechnet (siehe Abbildung 5.3 blauer Graph). Durch quadratisches Fitten im Festen und Flüssigen (in Abbildung 5.3 als rote Graphen zu sehen), lässt sich die Dichte temperaturabhängig in der festen Phase durch (Gl. 5.3) und in der flüssigen Phase durch (Gl. 5.4) angeben.

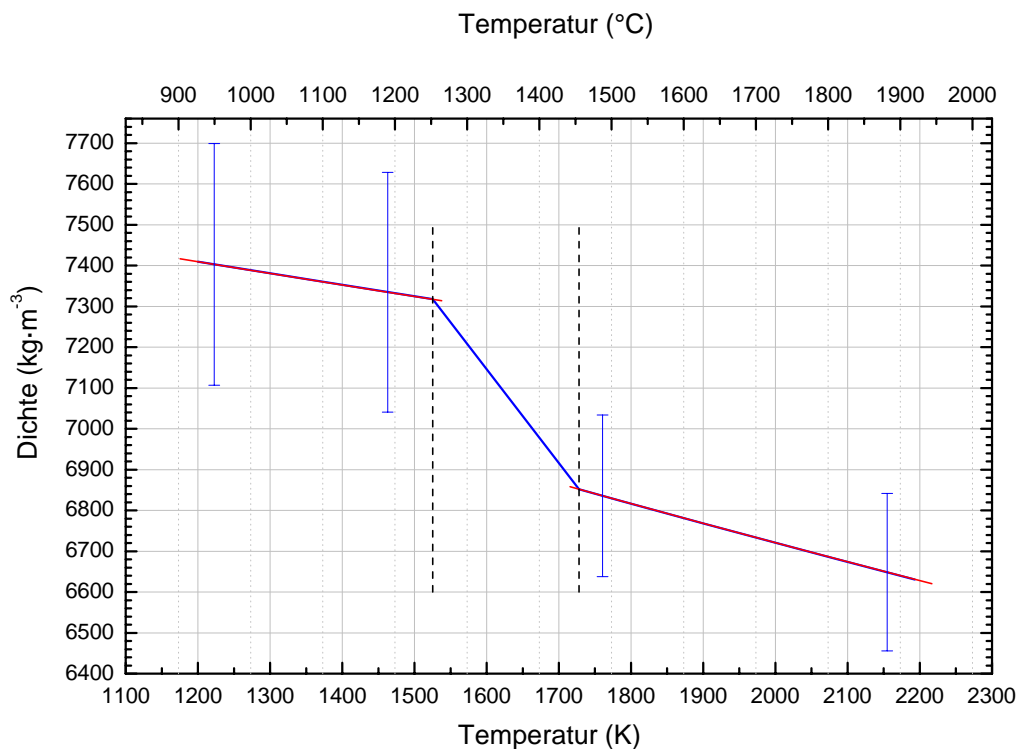


Abbildung 5.3: Dichte in Abhängigkeit der Temperatur
Blau...Dichte
Rot...Fitkurven
Senkrecht schwarz strichliert...Schmelzanfang und -ende

$$\rho(T) = 7769,1 - 0,313 \cdot T + 1,09 \cdot 10^{-5} \cdot T^2 \quad (273 < T \text{ in K} < 1525, \rho \text{ in kg/m}^3) \quad (\text{Gl. 5.3})$$

$$\rho(T) = 7797,4 - 0,605 \cdot T + 3,34 \cdot 10^{-5} \cdot T^2 \quad (1728 < T \text{ in K} < 2200, \rho \text{ in kg/m}^3) \quad (\text{Gl. 5.4})$$

5.2 Spezifische Enthalpie $H(T)$ und spezifische Wärmekapazität $c_p(T)$

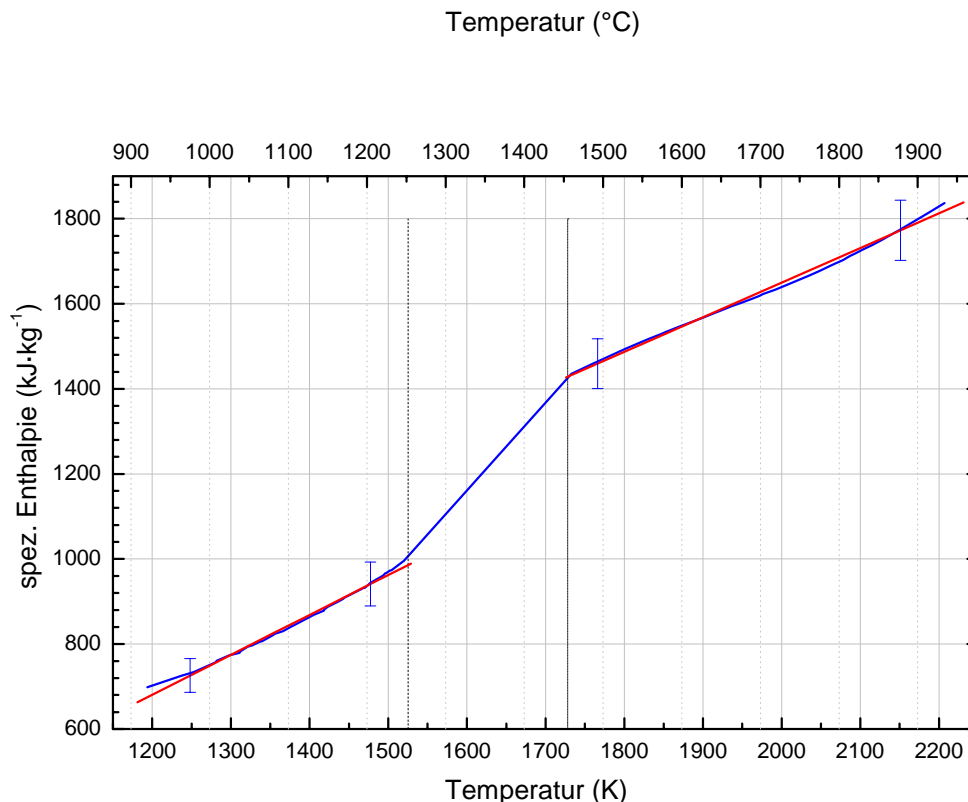


Abbildung 5.4: Spezifische Enthalpie $H(T)$ aus dem Pulsheizexperiment
Blau...Meßwert
Rot...Fitkurven
Senkrecht schwarz strichliert...Schmelzanfang und -ende

In Abbildung 5.4 ist der temperaturabhängige Verlauf der spezifischen Enthalpie $H_S(T)$ dargestellt. Die roten Linien sind die linear gefitteten Verläufe in der festen (Gl. 5.3) und flüssigen (Gl. 5.4) Phase.

$$H(T) = -446,27 + 0,939 \cdot T \quad (1200 < T \text{ in K} < 1525, H \text{ in kJ} \cdot \text{kg}^{-1}) \quad (\text{Gl. 5.5})$$

$$H(T) = 21,81 + 0,814 \cdot T \quad (1728 < T \text{ in K} < 2200, H \text{ in kJ} \cdot \text{kg}^{-1}) \quad (\text{Gl. 5.6})$$

Das Einsetzen von (Gl. 5.5) und (Gl. 5.6) in (Gl. 4.4) ergibt jeweils die spezifischen Wärmekapazitäten c_p in der festen und flüssigen Phase mit $939 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$ und $814 \text{ J} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$. Die Schmelzenthalpie ΔH beträgt $442 \text{ kJ} \cdot \text{kg}^{-1}$.

Die spezifische Wärmekapazität der DSC-Messung ist in Abbildung 3.10 dargestellt, die in (Gl. 4.5) eingesetzt die spezifische Enthalpie in Abhängigkeit der Temperatur ergibt und in Abbildung 5.5 samt dem quadratischen Fit (Gl. 5.7) dargestellt wird.

$$H(T) = 45,13 + 0,39 \cdot T + 1,29 \cdot 10^{-4} \cdot T^2 \quad (473 < T \text{ in K} < 1473, H \text{ in kJ} \cdot \text{kg}^{-1}) \quad (\text{Gl. 5.7})$$

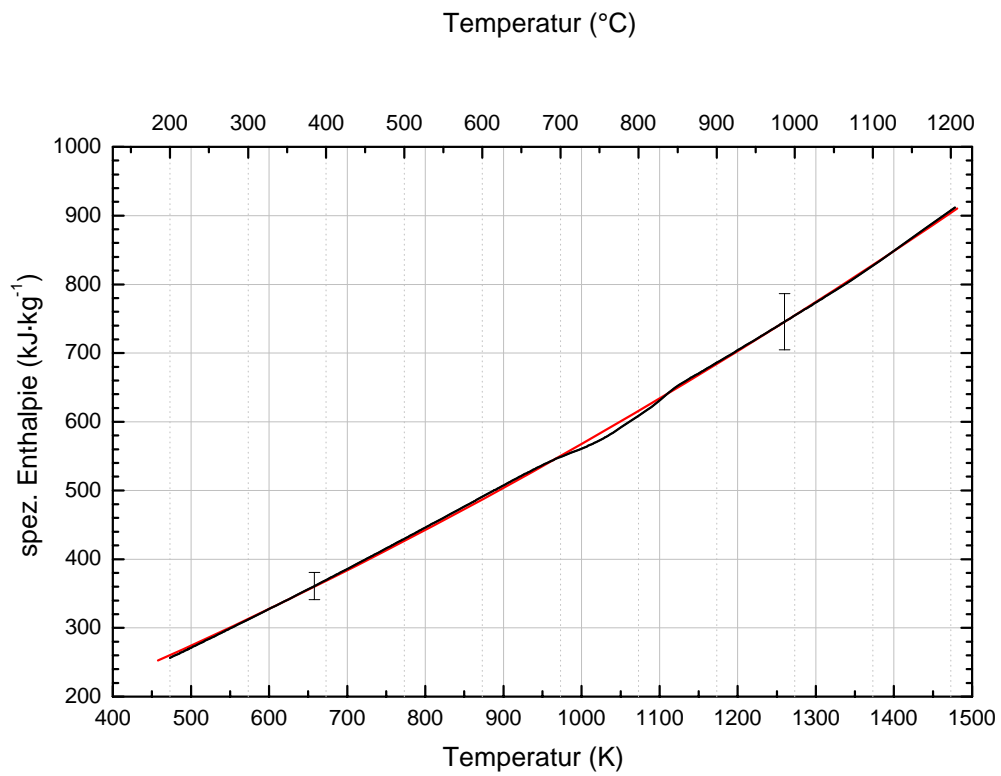


Abbildung 5.5: Temperaturabhängige spezifische Enthalpie aus DSC-Messung
Schwarze...Meßwert
Rot...Fitkurve

5.3 Spezifischer elektrischer Widerstand $\rho(T)$

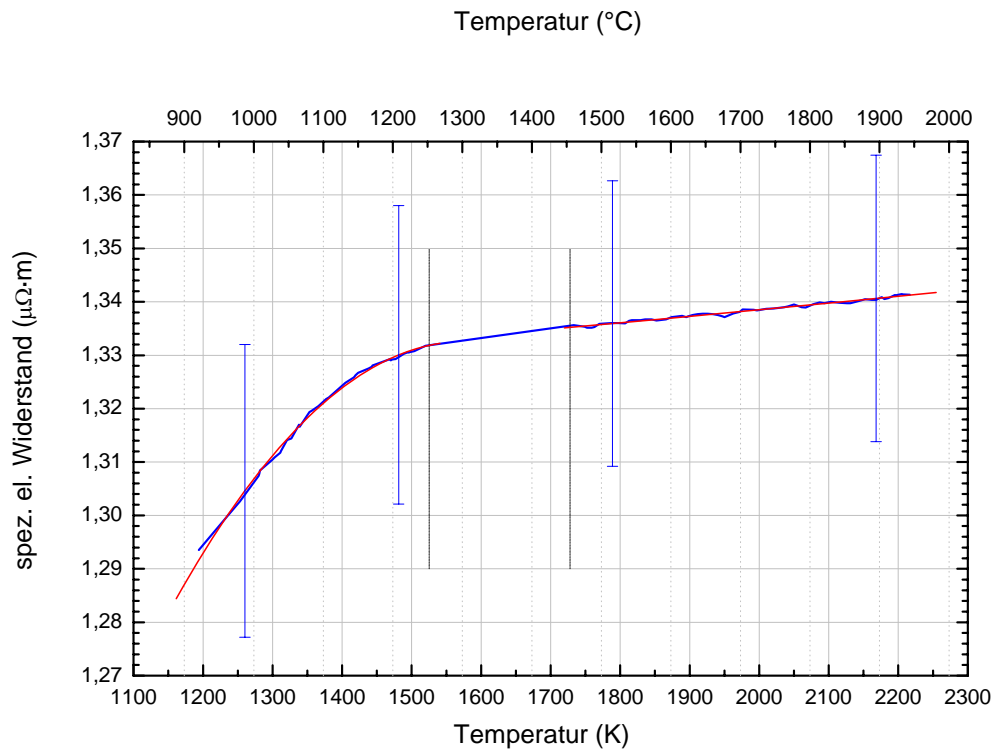


Abbildung 5.6: Unkompensierter spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit von der Temperatur
Blau...Meßwert
Rot...Fitkurven
Senkrecht schwarz strichliert...Schmelzanfang und -ende

In Abbildung 5.6 ist der temperaturabhängige Verlauf des unkompensierten spezifischen elektrischen Widerstands $\rho_{el,0}(T)$ dargestellt. Die roten Graphen sind die quadratisch gefitteten Verläufe in der festen (Gl. 5.8) und flüssigen (Gl. 5.9) Phase.

$$\rho_{el,0}(T) = 0,636 + 8,83 \cdot 10^{-4} \cdot T - 2,8 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 \quad (1200 < T \text{ in K} < 1525, \rho_{el,0} \text{ in } \mu\Omega\text{m}) \quad (\text{Gl. 5.8})$$

$$\rho_{el,0}(T) = 1,319 + 6,7 \cdot 10^{-6} \cdot T + 1,43 \cdot 10^{-9} \cdot T^2 \quad (1728 < T \text{ in K} < 2200, \rho_{el,0} \text{ in } \mu\Omega\text{m}) \quad (\text{Gl. 5.9})$$

Die Multiplikation, bei eingesetzten Temperaturen aus dem jeweiligen Definitionsbereich, von (Gl. 5.8) mit (Gl. 5.1) bzw. (Gl. 5.9) mit (Gl.5.2) ergibt nach (Gl. 4.9) den kompensierten spezifischen elektrischen Widerstand $\rho_{el,kom}(T)$, und ist in Abbildung 5.7 als blauer Graph dargestellt. Auch hier lassen sich die Verläufe in fester und flüssiger Phase quadratisch fitten. Die gefitteten Polynome in (Gl. 5.10), fest, und (Gl. 5.11), flüssig, sind als rote Graphen in Abbildung 5.7 dargestellt.

$$\rho_{el,kom}(T) = 0,6 + 9,61 \cdot 10^{-4} \cdot T - 2,88 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 \quad (1200 < T \text{ in K} < 1525, \rho_{el,kom} \text{ in } \mu\Omega\text{m}) \quad (\text{Gl. 5.10})$$

$$\rho_{el,kom}(T) = 1,3 + 1,1 \cdot 10^{-4} \cdot T + 2,84 \cdot 10^{-9} \cdot T^2 \quad (1728 < T \text{ in K} < 2200, \rho_{el,kom} \text{ in } \mu\Omega\text{m}) \quad (\text{Gl. 5.11})$$

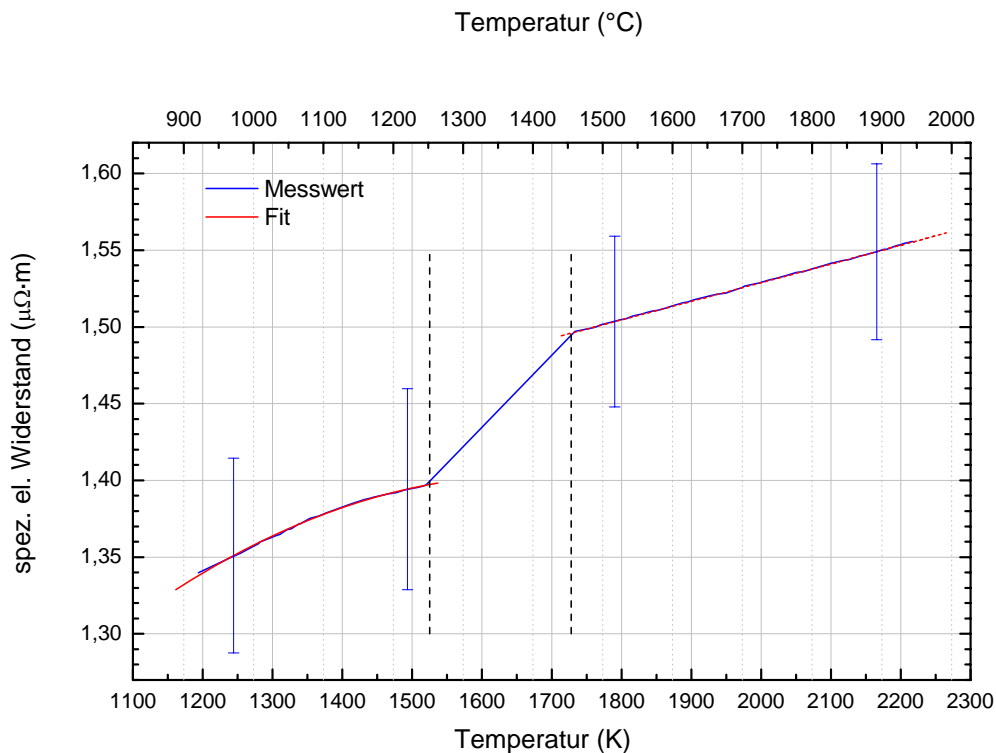


Abbildung 5.7: Kompensierter spezifischer elektrischer Widerstand in Abhängigkeit der Temperatur
Blau...Meßwert
Rot...Fitkurven
Senkrecht schwarz strichliert...Schmelzanfang und -ende

Wie in Abschnitt 4.1 bereits erwähnt, wurden den Messwerten des Pulsheizexperiments über einen Enthalpievergleich von Pulsheizung und DSC auch Temperaturen unter 1100 K zugeordnet. Daraus konnten ebenfalls die spezifischen elektrischen Widerstände in unkompensierter und kompensierter Form ermittelt werden. Alle ermittelten spezifischen elektrischen Widerstände aus der Pulsheiz- und DSC-Messung sind in Abbildung 5.8 zusammengefaßt, wobei der blaue Verlauf die unkompensierten und der rote Verlauf die kompensierten Werte darstellt. Zu erkennen ist dabei, dass der spezifische elektrische Widerstand bis in den Temperaturbereich von etwa 950 K sehr stark zunimmt und anschließend etwas flacher, mit einem Sprung im Übergangsbereich fest-flüssig, weitergeht.

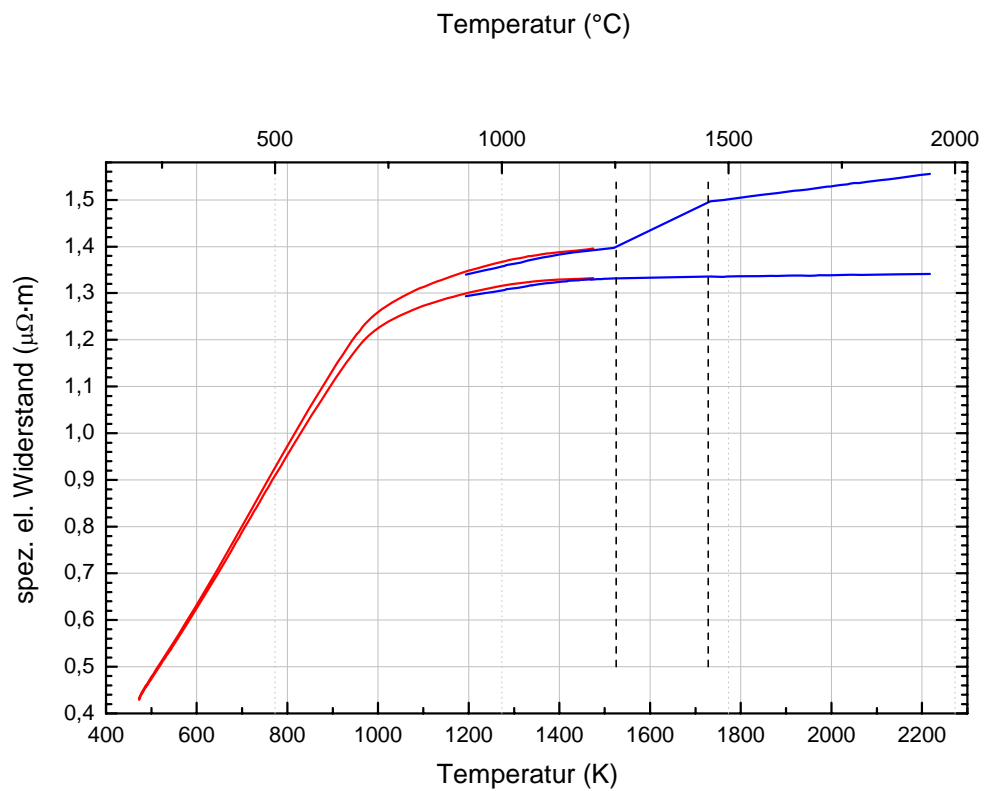


Abbildung 5.8: Spezifische elektrische Widerstände in Abhängigkeit der Temperatur aus Pulsheiz- und DSC-Messung; untere Kurven unkompensiert, obere Kurven kompensiert
Rot...DSC-Messung
Blau...Pulsheiz-Messung
Senkrecht schwarz strichliert...Schmelzanfang und -ende

5.4 Wärmeleitfähigkeit $\lambda(T)$

Die Wärmeleitfähigkeit wurde nach (Gl. 4.16) mittels DSC- und Pulsheiz-Daten berechnet und ist in Abbildung 5.9 als grüner bzw. blauer Graph dargestellt. Durch den starken Anstieg des spezifischen Widerstands bis etwa 950 K ergibt sich für die Wärmeleitfähigkeit der ungewöhnliche Verlauf, dass sie zunächst bis etwa 900 K sinkt und dann wieder steigt.

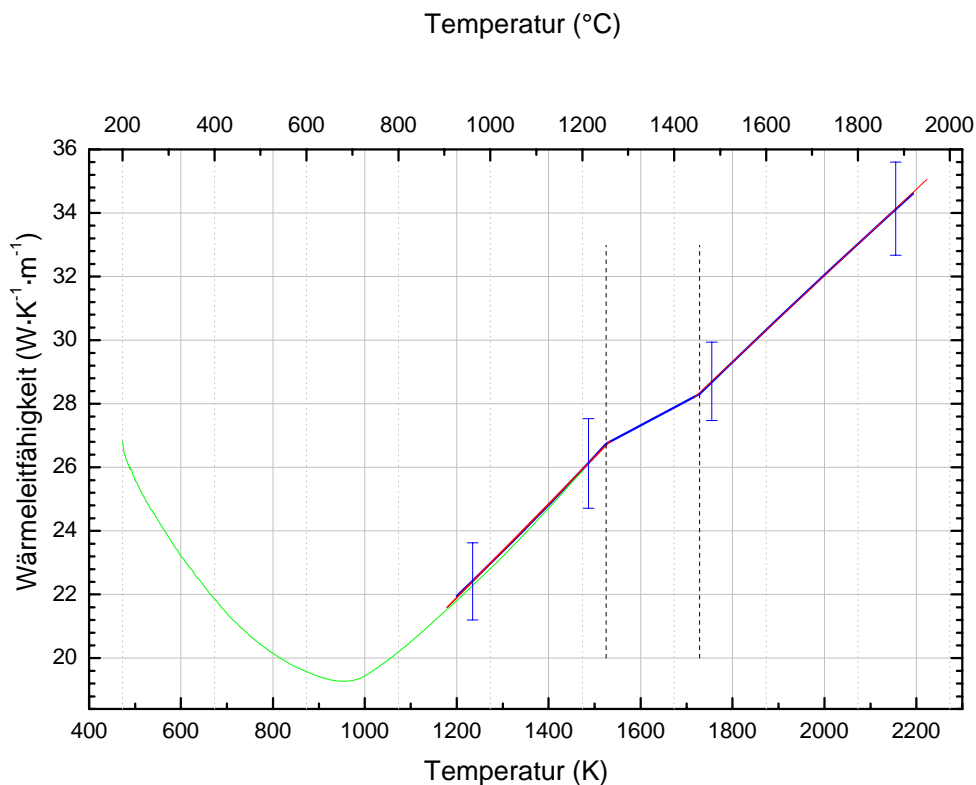


Abbildung 5.9: Wärmeleitfähigkeit in Abhängigkeit von der Temperatur aus Pulsheiz- und DSC-Messung
Grün...DSC
Blau...Pulsheizung
Rot...Fitkurven der Pulsheizung
Senkrecht schwarz strichliert...Schmelzanfang und -ende

Die Wärmeleitfähigkeit kann im Bereich der Pulsheizmessung im Festen und Flüssigen als Gerade dargestellt werden, (Gl. 5.12) und (Gl. 5.13), beide sind rot in Abbildung 5.9 eingezeichnet. Durch den ungewöhnlichen Verlauf der Wärmeleitfähigkeit aus der DSC-Messung konnte kein geeignetes zusammenhängendes Polynom gefunden werden. Es wurden daher zwei Bereiche, einer bis 988 K und der andere ab 988 K, gewählt und quadratisch gefittet. (GL.5.12), (GL.5.13), (GL.5.14) und (GL.5.15) haben die Dimension $[\text{W}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{m}^{-1}]$.

$$\lambda(T) = 4,23 + 1,473 \cdot 10^{-2} \cdot T \quad (1200 < T \text{ in K} < 1525, \lambda \text{ in } \text{W}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{m}^{-1}) \quad (\text{Gl. 5.12})$$

$$\lambda(T) = 4,89 + 1,357 \cdot 10^{-2} \cdot T \quad (1728 < T \text{ in K} < 2200, \lambda \text{ in } \text{W}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{m}^{-1}) \quad (\text{Gl. 5.13})$$

$$\lambda(T) = 46,65 - 5,66 \cdot 10^{-2} \cdot T + 2,932 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 \quad (473 < T \text{ in K} < 998, \lambda \text{ in } \text{W}\cdot\text{K}^{-1}\cdot\text{m}^{-1}) \quad (\text{Gl. 5.14})$$

$$\lambda(T) = 17,57 - 6,04 \cdot 10^{-3} \cdot T + 7,958 \cdot 10^{-6} \cdot T^2 \quad (998 < T \text{ in K} < 1473, \lambda \text{ in W} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{m}^{-1}) \quad (\text{Gl. 5.15})$$

5.5 Temperaturleitfähigkeit $a(T)$

Die Temperaturleitfähigkeit wurde nach (Gl. 4.18) aus den DSC- und Pulsheizdaten berechnet und in Abbildung 5.10, mit grünem und blauem Graphen, dargestellt. Hier konnte der aus den Pulsheizdaten berechnete Anteil in fester und flüssiger Phase durch Geraden, (Gl. 5.16) und (Gl. 5.17) gefittet werden.

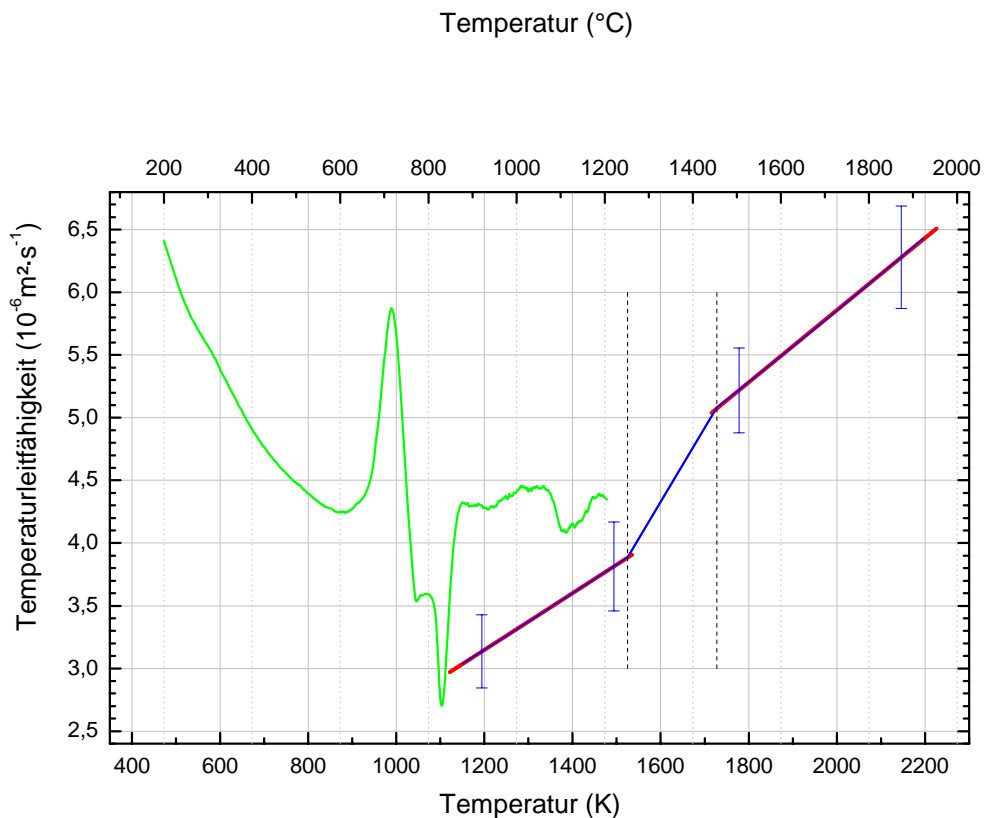


Abbildung 5.10: Temperaturleitfähigkeit aus DSC- und Pulsheizmessung in Abhängigkeit von der Temperatur
Grün...DSC
Blau...Pulsheizung
Rot...Fitkurven der Pulsheizung
Senkrecht schwarz strichliert...Schmelzanfang und -ende

$$a(T) = 0,434 + 0,002 \cdot T \quad (1200 < T \text{ in K} < 1525, a \text{ in } 10^{-6} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}) \quad (\text{Gl. 5.16})$$

$$a(T) = 0,102 + 0,003 \cdot T \quad (1728 < T \text{ in K} < 2200, a \text{ in } 10^{-6} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1}) \quad (\text{Gl. 5.17})$$

In Abbildung 5.10 ist zu erkennen, dass die aus der DSC bzw. aus der Pulsheizung bestimmten Temperaturleitfähigkeiten im Festen nicht übereinstimmen. Dies ist nicht weiter verwunderlich, da im Zuge des Pulsheizens Strom und Spannungsabfall durch die Probe gemessen werden und somit der Phononenanteil der Temperaturleitung nicht wiedergegeben

werden kann. Im Flüssigen allerdings läuft die Temperaturleitung nur mehr über die Elektronen womit dort die Temperaturleitfähigkeit richtig wiedergegeben werden kann. Der Verlauf der Temperaturleitfähigkeit die mittels DSC-Daten berechnet wurde ist nur teilweise korrekt. Dies liegt an den wie im Abschnitt 3.2 bereits erwähnten Umwandlungen die in der Wärmekapazität zu sehen sind und sich letztlich durch Anwendung von (Gl. 4.18) in der Temperaturleitfähigkeit wiederfinden.

5.6 Zu grosse Expansionsmessung - Evaluierung

Es wurden mehrere Proben gemessen, wobei sich keine Änderung der Expansion ergab, und systematische Fehler ausgeschlossen werden konnten. In den Heißbildern, eines ist in Abbildung 4.2 zu sehen, wurden Schlieren gesehen. Dabei wurden an der Probenoberfläche verbliebene Korrosionen vermutet, die während dem Pulsheizen weggesprengt werden und zu einem größer gemessenen Drahtdurchmesser führen. Um ein Auftreten dieser Korrosionen, die sich durch Verwendung von Schleifpapier nicht vollständig entfernen lassen können, als mögliche Ursache der zu großen Expansion auszuschliessen, wurden vom Projektpartner Böhler Edelstahl GmbH & Co KG noch verbliebene Probendrähte mit 0,5 mm und 0,7 mm Durchmesser des gleichen Stücks gebeizt. Nach dem Beizen wiesen die Drähte statt der vormals 0,5 mm bzw. 0,7 mm nun einen Durchmesser von 0,45 mm bzw. 0,65 mm auf.

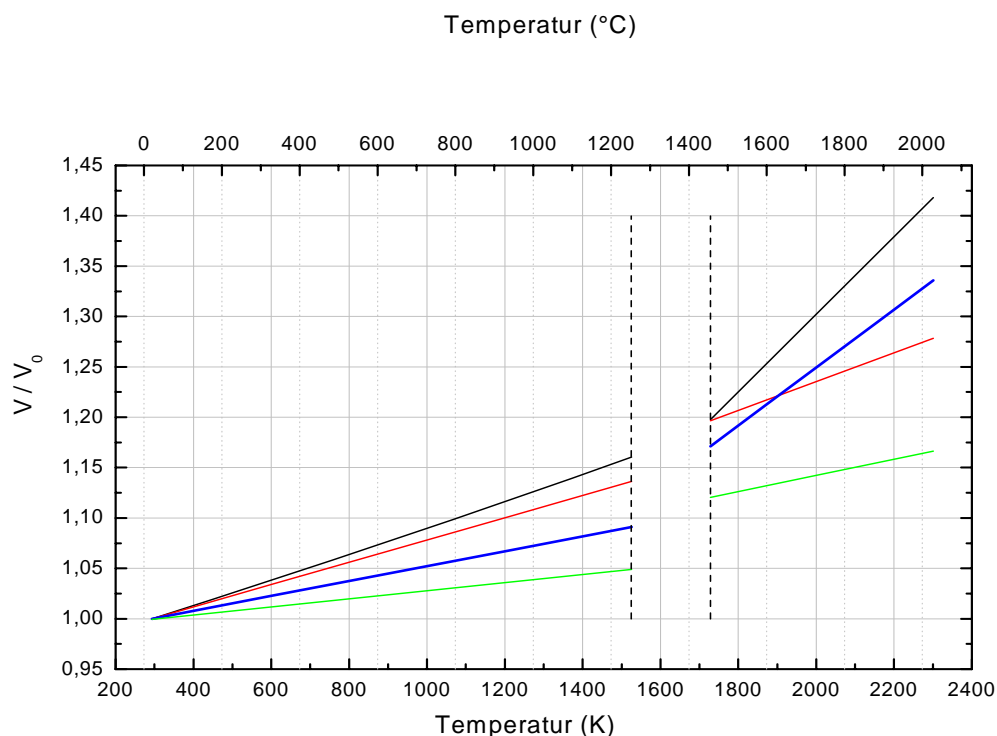


Abbildung 5.11: Volumsänderung in Abhängigkeit von der Temperatur bei unterschiedlichen Durchmessern
Schwarz...0,5 mm ungebeizt
Rot...0,5 mm gebeizt
Blau...0,7 mm gebeizt
Grün...ARC-Seibersdorf
Senkrecht schwarz strichliert...Schmelzanfang und -ende

Das Resultat der neuen Expansionsmessungen ist mit den ursprünglichen Messergebnissen des ungebeizten Probendrahts und der Dilatometermessung in Abbildung 5.11 dargestellt.

In den Heißbildern der gebeizten Proben wurden in der Tat keine Schlieren mehr gesehen. Allerdings wurde noch immer eine zu große Expansion bis zum Schmelzpunkt beobachtet. Die Zunahme der Expansion mit kleiner werdendem Durchmesser ließ wiederum die Idee eines systematischen Fehlers aufkommen, der im Abbildungssystem der CCD-Kamera liegen könnte. Diese „Vermutung“ musste allerdings wieder fallen gelassen werden, nachdem die Verhältnisse von mittels Kaltbild zu mit Lasermikrometer bestimmten Durchmessern, für unterschiedliche Drahtdurchmesser, keinen wesentlichen Unterschied ergaben.

Letztlich drängte sich die Annahme auf, dass es durch das Drahtziehen selbst zu einer Änderung im Gefüge der Stahlprobe gekommen sein könnte. Dadurch könnte sich u. U. eine Gefügegenordnung ergeben die eine höhere Stromleitung durch Gefügeteile mit einem anderen Ausdehnungskoeffizienten ergibt. Dies würde bedeuten, dass diese Gefügeteile durch den höheren Stromfluss auch mehr Wärmeenergie abbekommen würden, und dadurch ein unterschiedliches Ausdehnungsverhalten gegenüber der vorher vorliegenden Gefügegenordnung des Stahls zeigen könnte.

Vom Projektpartner Böhler Edelstahl GmbH & Co KG wurden Schliffbilder der ungebeizten Probendrähte mit 0,5 und 0,7 mm Durchmesser erstellt (siehe Abbildung 5.12 und 5.13) und auf Karbidverteilungen untersucht. Dabei ergab sich für beide Probendrähte eine sehr ähnliche Verteilung an Karbidkorndurchmessern und Karbidhäufigkeit pro Fläche. Somit wurde auch diese mögliche Erklärung verworfen.

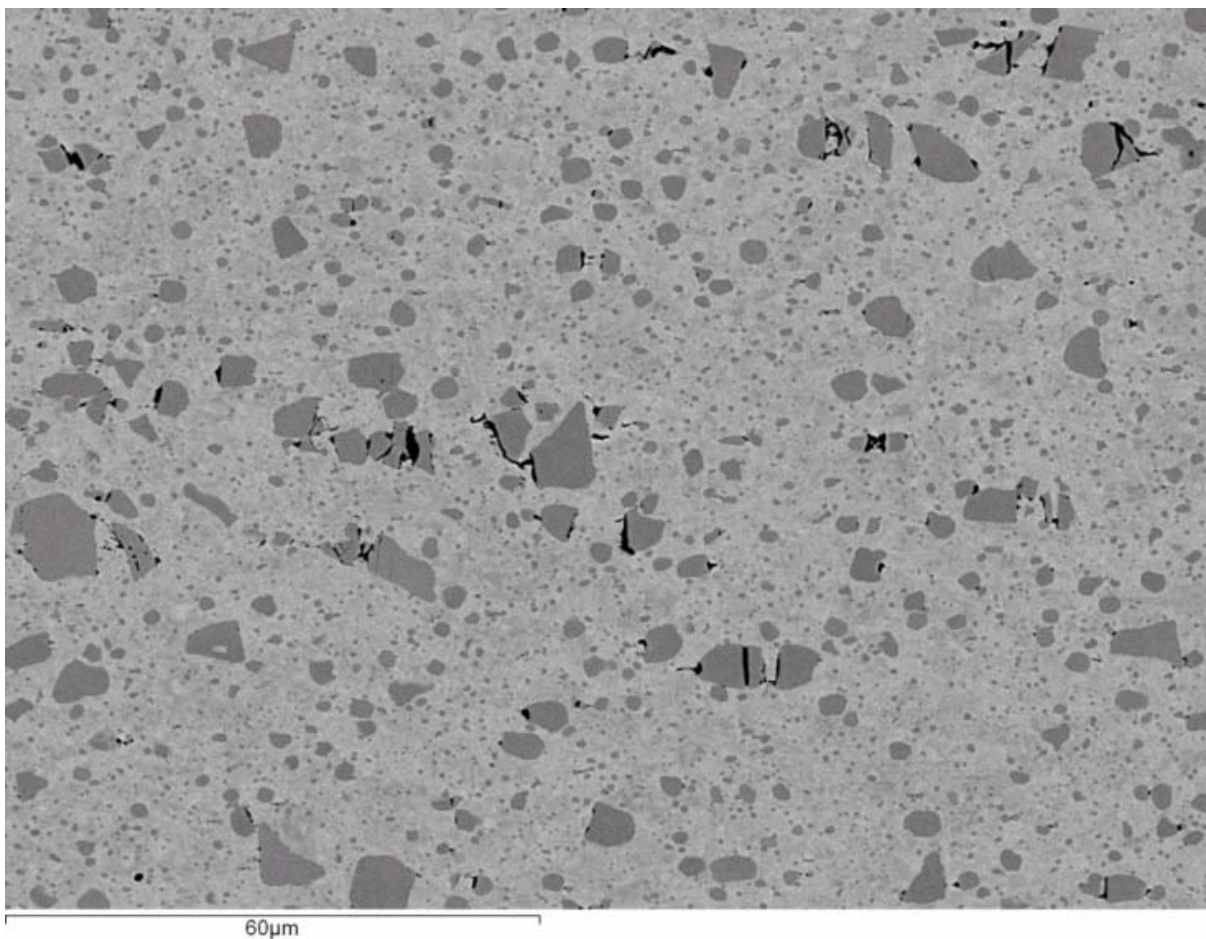


Abbildung 5.12: Schliffbild des Drahtes mit 0,5 mm Durchmesser

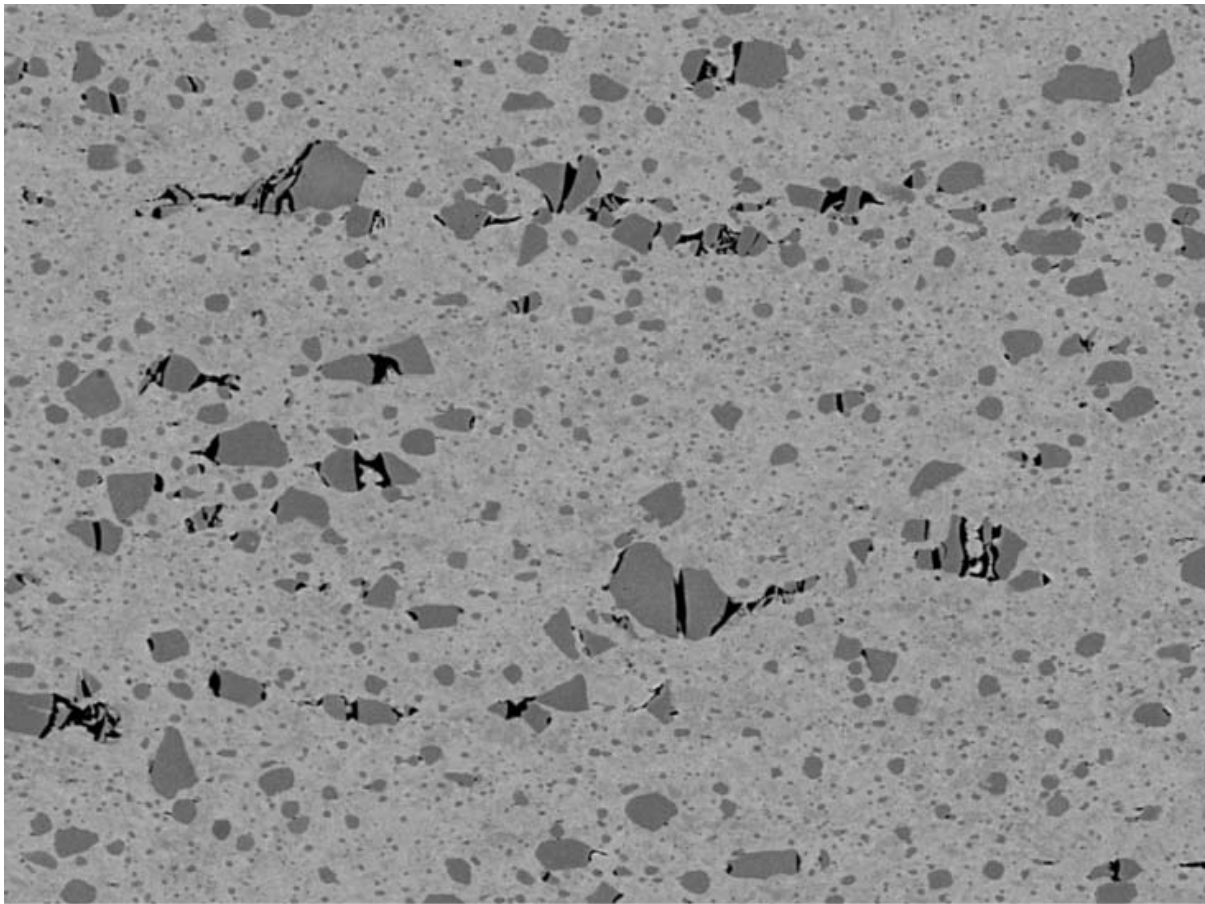


Abbildung 5.13: Schliffbild des Drahtes mit 0,7 mm Durchmesser

Zum Zeitpunkt der Fertigstellung dieser Diplomarbeit konnte keine Erklärung der zu hohen Expansion gegeben werden.

6 Unsicherheitsanalyse

Die Unsicherheitsanalyse der Messapparatur basiert auf der Dissertation von Wilthan [8]. Wilthan ging dabei nach der GUM²⁹-Norm aus [14] vor, welche auch in dieser Diplomarbeit Verwendung fand. Die Unsicherheiten wurden jeweils mit Erweiterungsfaktor $k = 2$ berechnet und gelten jeweils für einzelne Messwerte. Da jeweils Mittelwerte als Messwerte verwendet wurden, kann es zu einer Verringerung der Unsicherheit kommen.

Da in Wilthans Dissertation [8] die temperaturabhängige Dichteänderung nicht betrachtet wurde, wurde die Unsicherheit der Dichteänderung nach [15] und die Unsicherheit der davon abhängigen Größen nach GUM bestimmt.

6.1 Dichte

Die Unsicherheit der quadratischen Querschnittsänderung wurde aus der Standardabweichung der Messdaten nach [15] berechnet. Es ergab sich eine Unsicherheit von maximal 3,5 % in der festen Phase und maximal 2,5 % in der flüssigen Phase mit einem Erweiterungsfaktor $k = 2$. In Tabelle 6.1 ist die bezogene erweiterte Unsicherheit angegeben.

Tabelle 6.1: Bezogene erweiterte Unsicherheit für die Messdaten

Gemessene Werte	Unsicherheit ($k = 2$) / %
$\rho(293 \text{ K})$	$\pm 0,1$
$\rho(T)$ in der festen Phase beim Pulsheizen	± 4
$\rho(T)$ in der flüssigen Phase beim Pulsheizen	$\pm 2,9$

6.2 Enthalpie

Die Unsicherheit der aus der DSC-Messung erhaltenen spezifischen Wärmekapazität wurde bereits in Wilthans Diplomarbeit [11] bestimmt und hat den Wert von 3%. Die bezogene erweiterte Unsicherheit der spezifischen Enthalpie ergibt beim Pulsheizen 5,5 % in der festen Phase und 4 % in der flüssigen Phase. Werte für die bezogene erweiterte Unsicherheit, die sich aus der Enthalpie ergeben oder aus der DSC- Messung stammen, sind in Tabelle 6.2 angegeben.

Tabelle 6.2: Bezogene erweiterte Unsicherheit für die Messdaten

Gemessene Werte	Unsicherheit ($k = 2$) / %
$c_p(T)$ in der festen Phase beim Pulsheizen	$\pm 7,8$
$c_p(T)$ in der flüssigen Phase beim Pulsheizen	$\pm 5,3$
ΔH	± 21

²⁹ Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement

6.3 Widerstand

Die bezogene erweiterte Unsicherheit des unkompensierten spezifischen Widerstands beim Pulsheizen ergibt sich zu 2,1 % in der festen und zu 2 % in der flüssigen Phase. Die Unsicherheit für den kompensierten elektrischen Widerstand ist in Tabelle 6.3 angegeben.

Tabelle 6.3: Bezogene erweiterte Unsicherheit für die Messdaten

Gemessene Werte	Unsicherheit ($k = 2$) / %
$\rho_{\text{kom}}(T)$ in der festen Phase	$\pm 4,7$
$\rho_{\text{kom}}(T)$ in der flüssigen Phase	$\pm 3,7$

6.4 Wärmeleitfähigkeit

Die bezogene erweiterte Messunsicherheit der Wärmeleitfähigkeit ist in Tabelle 6.4 gegeben.

Tabelle 6.4: Bezogene erweiterte Unsicherheit für die Messdaten

Gemessene Werte	Unsicherheit ($k = 2$) / %
$\lambda(T)$ in der festen Phase	$\pm 5,4$
$\lambda(T)$ in der flüssigen Phase	$\pm 4,3$

6.5 Temperaturleitfähigkeit

Die erweiterte Messunsicherheit der Temperaturleitfähigkeit ist in Tabelle 6.5 gegeben.

Tabelle 6.5: Bezogene erweiterte Unsicherheit für die Messdaten

Gemessene Werte	Unsicherheit ($k = 2$) / %
$a(T)$ in der festen Phase	$\pm 9,3$
$a(T)$ in der flüssigen Phase	$\pm 6,5$
$a(T)$ aus DSC-Messung	$\pm 5,0$

7 Zusammenfassung

7.1 Experiment

Die im Zuge dieser Diplomarbeit aus Messungen bestimmten thermophysikalischen Daten des Stahls X153CrMoV12 sind in Abschnitt 7.2 nochmals übersichtlich zusammengefasst.

Das Auftreten einer zu großen Expansion des Materials beim Pulsheizen konnte bis dato nicht erklärt werden.

Der an der CCD-Kamera durchgeführte Umbau in den 8 Zeilen Betrieb zur Verkürzung der Zeitabstände zwischen den Bildern liefert ein zur Expansionsbestimmung qualitativ geeignetes Profil.

7.2 Thermophysikalische Daten

Dichte:

$$\frac{d^2}{d_0^2}(T) = 0,988 + 4,007 \cdot 10^{-5} \cdot T \quad (273 < T \text{ in K} < 1525)$$

$$\frac{d^2}{d_0^2}(T) = 0,982 + 8,015 \cdot 10^{-5} \cdot T \quad (1728 < T \text{ in K} < 2200)$$

Spezifische Enthalpie:

Aus Pulsheizung:

$$H(T) = -446,27 + 0,939 \cdot T \quad (1200 < T \text{ in K} < 1525, H \text{ in kJ} \cdot \text{kg}^{-1})$$

$$H(T) = 21,81 + 0,814 \cdot T \quad (1728 < T \text{ in K} < 2200, H \text{ in kJ} \cdot \text{kg}^{-1})$$

Aus DSC:

$$H(T) = 45,13 + 0,39 \cdot T + 1,29 \cdot 10^{-4} \cdot T^2 \quad (473 < T \text{ in K} < 1473, H \text{ in kJ} \cdot \text{kg}^{-1})$$

Schmelzwärme:

$$\Delta H = 443 \text{ kJ} \cdot \text{kg}^{-1}$$

Spezifischer volumskompensierter elektrischer Widerstand:

$$\rho_{\text{el, kom}}(T) = 0,6 + 9,61 \cdot 10^{-4} \cdot T - 2,88 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 \quad (1200 < T \text{ in K} < 1525, \rho_{\text{el, kom}} \text{ in } \mu\Omega \cdot \text{m})$$

$$\rho_{\text{el, kom}}(T) = 1,3 + 1,1 \cdot 10^{-4} \cdot T + 2,84 \cdot 10^{-9} \cdot T^2 \quad (1728 < T \text{ in K} < 2200, \rho_{\text{el, kom}} \text{ in } \mu\Omega \cdot \text{m})$$

Wärmeleitfähigkeit:

Aus Pulsheizmessung:

$$\lambda(T) = 4,23 + 1,473 \cdot 10^{-2} \cdot T \quad (1200 < T \text{ in K} < 1525, \lambda \text{ in W} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{m}^{-1})$$

$$\lambda(T) = 4,89 + 1,357 \cdot 10^{-2} \cdot T \quad (1728 < T \text{ in K} < 2200, \lambda \text{ in W} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{m}^{-1})$$

Aus DSC:

$$\lambda(T) = 46,65 - 5,66 \cdot 10^{-2} \cdot T + 2,932 \cdot 10^{-7} \cdot T^2 \quad (473 < T \text{ in K} < 998, \lambda \text{ in W} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{m}^{-1})$$

$$\lambda(T) = 17,57 - 6,04 \cdot 10^{-3} \cdot T + 7,958 \cdot 10^{-6} \cdot T^2 \quad (998 < T \text{ in K} < 1473, \lambda \text{ in W} \cdot \text{K}^{-1} \cdot \text{m}^{-1})$$

Temperaturleitfähigkeit:

$$a(T) = 0,434 + 0,002 \cdot T \quad (1200 < T \text{ in K} < 1525, a \text{ in } 10^{-6} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1})$$

$$a(T) = 0,102 + 0,003 \cdot T \quad (1728 < T \text{ in K} < 2200, a \text{ in } 10^{-6} \cdot \text{m}^2 \cdot \text{s}^{-1})$$

8 Literatur

- [1] Bargel H.-J./ Schulze G., 2000: Werkstoffkunde, 7. Auflage, Springer-Verlag
- [2] Verein Deutscher Eisenhüttenleute, 1984: Werkstoffkunde Stahl Band 1: Grundlagen, Springer-Verlag
- [3] Hornbogen E./ Warlimont H., 2001: Metallkunde Aufbau und Eigenschaften von Metallen und Legierungen, 4.Auflage, Springer-Verlag
- [4] Institut für Eisenhüttenkunde, 1993: Eigenschaften und Anwendungen von Stählen – Band 1:Grundlagen, Verlag der Augustinus Buchhandlung
- [5] Institut für Eisenhüttenkunde, 1993: Eigenschaften und Anwendungen von Stählen – Band 2: Stahlkunde, Verlag der Augustinus Buchhandlung
- [6] Berns H., 1991: Stahlkunde für Ingenieure Gefüge, Eigenschaften, Anwendungen, Springer Verlag
- [7] Reschab H. C., 2008: Thermodynamische Daten von X2CrNiMo18-14-3 in der festen und flüssigen Phase, Diplomarbeit, Technische Universität Graz
- [8] Wilthan B., 2005: Verhalten des Emissionsgrades und thermophysikalische Daten von Legierungen bis in die flüssige Phase mit einer Unsicherheitsanalyse aller Meßgrößen, Dissertation, Technische Universität Graz
- [9] Preis K. H. M., 2006: Thermophysikalische Daten von Niomic 80A in der festen und flüssigen Phase, Diplomarbeit, Technische Universität Graz
- [10] Hüpf T., 2005: Mehrwellenpyrometrie an flüssigem Eisen, Molybdän und Vanadium, Diplomarbeit, Technische Universität Graz
- [11] Wilthan B., 2002: Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität von Stoffen mittels dynamischer Differenzkalorimetrie, Diplomarbeit, Technische Universität Graz
- [12] Sachsenhofer F., 2000: Data evaluation for pulse heating experiments combined with emissivity measurements using a division-of-amplitude photopolarimeter, Diplomarbeit, Technische Universität Graz
- [13] Weißmantel Ch., Hamann C., 1980: Grundlagen der Festkörperphysik, Springer Verlag
- [14] Deutsches Institut für Normung, 1995: Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, Beuth Verlag GmbH, 1. edition, Original: Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, ISO (Genf, Schweiz,1993)
- [15] Matus M., 2005: Technisches Messen, Oldenburg Verlag

Danksagung

Diese Diplomarbeit wurde unter der Leitung meines Betreuers Herrn Ao. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. Gernot Pottlacher am Institut für Experimentalphysik der Technischen Universität Graz durchgeführt. Ich danke ihm sowohl für die Betreuung und die Bereitstellung der Apparaturen als auch für diverse Aktivitäten die mit zum guten Arbeitsklima in unserer Gruppe beitrugen.

Besonderer Dank gebührt meinem Kollegen Dipl.-Ing. Harald Reschab. Er unterwies mich im Gebrauch der Apparaturen und war stets bereit Fragen zu beantworten und Hilfestellung beim Auftreten von Problemen zu geben.

Für die Beantwortung vieler Fragen danke ich Dipl.-Ing. Dr. Claus Cagran und Dipl.-Ing. Dr. Thomas Hüpf, MA, sowie allen Mitgliedern unserer Gruppe für das gute Arbeitsklima.

Weiters bedanke ich mich bei allen Mitarbeitern des Instituts für Experimentalphysik unter der Leitung von Univ.-Prof. Mag. Dr. Wolfgang Ernst. Sie waren stets freundlich und hilfsbereit.

Für die Bereitstellung und chemische Behandlung des Probenmaterials, sowie Beantwortung diverser Fragen bedanke ich mich bei Dipl.-Ing. Dr. Martin Hafok, Dipl.-Ing. Robert Tanzer und Manfred Hausbauer vom Projektpartner Böhler Edelstahl GmbH & Co KG.

Besonderer Dank ergeht an meine Familie, die mich in allen Lebensbelangen unterstützt hat.

Diese Arbeit wurde finanziell vom FFG unterstützt (Projekt: 812972).

Pavao Barić