Bei diesem Beitrag handelt es sich um einen wissenschaftlich begutachteten und freigegebenen Fachaufsatz („reviewed paper“).

doi.org/10.37544/1436-4980-2024-10-36

Zunderschichten von Kohlenstoffstählen mit variierenden Chromanteilen

Charakterisierung der Zunderschädigung

B.-A. Behrens, T. Lampke, J. Uhe, M. Graf, T. Bergelt, H. Wester, N. Mohnfeld, S. Peddinghaus

ZUSAMMENFASSUNG Bei der Warmmassivumformung von Stählen tritt durch die Bildung von Zunder ein Massenverlust sowie ein erhöhter Werkzeugverschleiß auf. Um den Einfluss des Legierungselementes Chrom auf die Bildung der Zunderschicht zu analysieren, wird ein herkömmlicher C45-Stahl mit einer Laborschmelze eines 45Cr4 verglichen. Der Aufbau der Zunderschichten wird mittels Nanoindentation und das Schädigungsverhalten durch Zugversuche untersucht.

STICHWÖRTER

Werkstoffe, Stahl, Schmieden

Characterizing oxide scale damage behaviour – Oxide scale layers on iron-based steels with varying steel contents

ABSTRACT When hot forging steels, the formation of scale results in a loss of mass and increased tool wear. To analyze how the alloying element chromium affects the formation of the oxide scale layer, a conventional C45 steel is compared to a laboratory melt of 45Cr4. The resulting structures of the oxide layers are investigated by means of nanoindentation and the damage behaviour through tensile tests.

1 Einleitung und Motivation

Um hochbelastete Bauteile herzustellen, werden häufig Fertigungsverfahren der Warmmassivumformung angewendet. Mit Verfahren wie dem Schmieden oder Walzen kann im Vergleich zu anderen Herstellverfahren zum einen eine hohe Materialausnutzung erreicht werden. Zum anderen können Komponenten mit deutlich besseren mechanischen Eigenschaften hergestellt werden [1]. Durch die Steigerung der Umformtemperaturen können außerdem hohe Formänderungen ermöglicht und gleichzeitig die erforderlichen Kräfte reduziert werden. Durch die Erwärmung auf die Umformtemperatur, zum Beispiel über 900°C für Stahl, entsteht bei Eisenwerkstoffen eine Zunderschicht auf der Oberfläche der Halbzeuge. Diese Zunderschicht beeinflusst während der Umformung die Reibbedingungen sowie das Fließverhalten und stellt zudem eine Verunreinigung im späteren Bauteil dar [2].

Um dies zu vermeiden, wird die relativ spröde und harte Zunderschicht in der Praxis entweder durch eine vorgelagerte geringe Umformung, wie zum Beispiel ein gesondertes Anstauchen, oder durch zusätzliche Schritte, beispielsweise ein „De-scaling“, entfernt. Durch den auftretenden Massenverlust von bis zu 3 % der Bauteilmasse sowie den erhöhten Werkzeugverschleiß, ist die Zunderbildung wirtschaftlich relevant und steht im Fokus der Forschung [3].

Chen et al. und *Day et al.* stellten fest, dass die Zunderbildung von der Legierungszusammensetzung, der Oxidationstemperatur und Oxidationszeit maßgeblich beeinflusst wird [4, 5]. *Wilgosz et al.* und *Cheng et al.* identifizierten unterdessen die Dauer und die Temperatur der Oxidation als primäre Einflussfaktoren für die Wachstumsrate des Zunders. Längere Oxidationszeiten wie auch erhöhte Temperaturen verstärken dabei die auftretenden Diffusionsvorgänge und führen so zu höheren Wachstumsraten als auch Zunderschichtdicken [6, 7]. *Graf et al.* zeigten, dass eine Reduzierung der Zunderschichtdicke, etwa durch eine Erhöhung des Kohlenstoffgehaltes in der Legierung, möglich ist [8].

In jüngeren Forschungsarbeiten steht die numerische Abbildung von Zunderschichten im Fokus. Mit Simulationen auf Basis der Finite-Elemente-Methode (FEM) sollen Zeit und Kosten im Rahmen der Prozessauslegung eingespart werden, indem die Bildung der Zunderschicht und das mechanische Verhalten (zum Beispiel die Schädigung) im Prozess abgebildet wird. *Behrens et al.* stellten einen Ansatz vor, mit dem neben der Bildung einer Zunderschicht auch deren Umformverhalten modelliert werden kann [9].

Zur Abbildung der Schädigung von Zunderschichten entwickelten *Schütze et al.* Diagramme, um die Schädigungsart der Schicht vorhersagen zu können. Die Daten dieser Arbeit und das dazugehörige Modell konnten in FEM-Anwendungen implementiert werden, um das grundsätzliche Schädigungsverhalten zu beschreiben. Dabei zeigte sich die Notwendigkeit von prozessrelevanten, spezifischen Materialdaten für eine präzise Versagensbeschreibung der Zunderschicht. Daher wurde die Zunderschädigung, etwa im Kontext des Walzens, anwendungsbezogen untersucht. Das Schädigungsverhalten zeigte eine starke Abhängigkeit zu der Umformtemperatur und der Zusammensetzung der Zunderschicht [10].

Zunderschichten weisen in der Regel eine dreilagige Struktur auf. Diese besteht, ausgehend vom Halbzeugmaterial, zuerst aus einer Lage Wüstit (FeO), einer Zwischenschicht Magnetit (Fe_3O_4) und einer Außenschicht Hämatit (Fe_2O_3) [11]. Die Zunderschicht kann auch eine schützende Wirkung erfüllen und zum Beispiel weitere Diffusionsprozesse hemmen und so weiterer Oxi-

https://doi.org/10.37544/1436-4980-2024-10-36 https://www.inlibra.com/de/page/agb - Open Access - CC BY

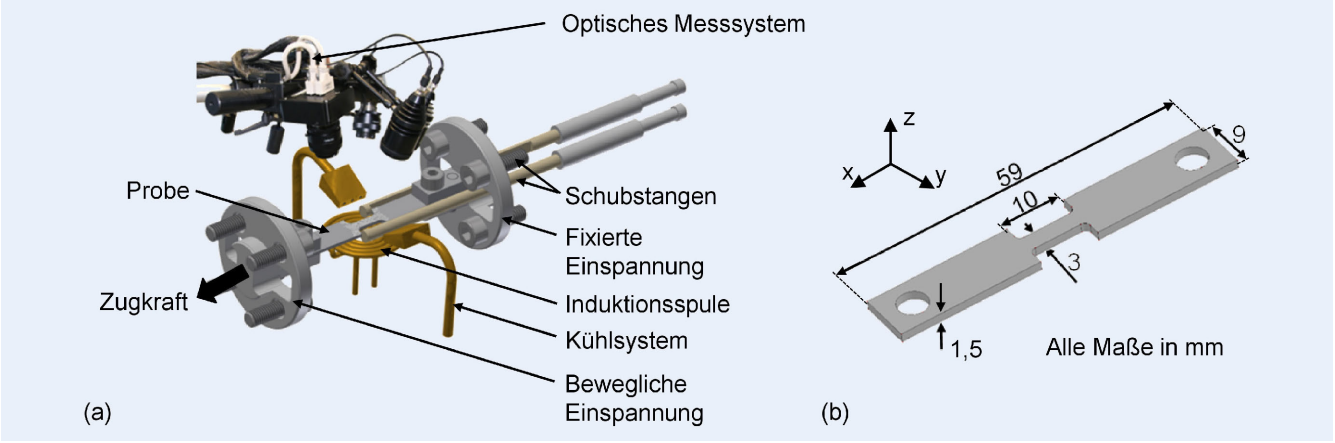

Bild 1. (a) Schematischer Versuchsaufbau, (b) mit Probengeometrie. *Grafik: IFUM Hannover*

dation vorbeugen. Dies ist nur gewährleistet, wenn die Zunderschicht nicht durch Delaminationen oder Risse beschädigt ist [12].

Bei rostfreien Stählen entsteht, im Wesentlichen durch das Legierungselement Chrom, eine passive Schutzschicht. Da Chrom eine höhere Affinität zu Sauerstoff aufweist als Eisen wird anstelle von Zunder eine dichte Schicht aus Chromoxid (Cr_2O_3) gebildet. Diese Schicht schützt die restlichen Bestandteile des Stahls vor Sauerstoff und reduziert so weitere Oxidationsvorgänge [13]. Da Chrom je nach Temperatur auch eine hohe Affinität zu Kohlenstoff besitzt, kann die Bildung von Chromoxid in Konkurrenz zu der Bildung von Chromkarbiden (Cr_3C_2, Cr_7C_3, $CR_{23}C_6$) stehen. Chromkarbide erhöhen zwar die Härte und somit die Verschleißfestigkeit, beeinträchtigen dabei aber die Korrosionsbeständigkeit des Materials [14]. Bis auf wenige Ausnahmen ist bei rostfreien Stählen in der Regel der Legierungsanteil von Chrom mit über 10 % sehr hoch und der Anteil von Kohlenstoff mit unter 0,12 % so gering, dass die Bildung der Chromoxidschicht nicht beeinträchtigt wird. Für Stähle mit deutlich höheren Kohlenstoffanteilen und geringeren Chromanteilen kann jedoch zum einen nicht ausreichend Chromoxid für eine vollständige Schutzschicht gebildet werden und zum anderen, je nach Temperatur und Kohlenstoffanteil, auch die Bildung von Chromkarbiden überwiegen [15].

Geringe Legierungsanteile an Chrom verhindern somit nicht grundsätzlich die Bildung von Zunder, beeinflussen aber die Oxidationsvorgänge. Im Fokus aktueller Forschungsvorhaben steht daher die Frage, ob durch die Zugabe von Chrom in geringen Legierungsanteilen entweder der Massenverlust der Zunderbildung reduziert werden kann oder Eigenschaften der Zunderschicht verbessert werden können, welche für die schützende Wirkung gegen weitere Diffusionsvorgänge relevant sind, zum Beispiel das Schädigungsverhalten. Der Einfluss von Chrom als zusätzliches Legierungselement in verschiedenen Kohlenstoffstählen auf die grundsätzliche Zunderbildung wurde von *Bergelt et al.* untersucht. Dabei wurde für mehrere Stahlwerkstoffe die gesamte Zunderschichtdicke in Abhängigkeit der Oxidationstemperatur und -zeit in Abhängigkeit der Legierungsanteile untersucht [16].

Anknüpfend an diese Untersuchungen soll in dieser Studie der Einfluss von zusätzlichen Chromanteilen in einem Kohlenstoffstahl im Hinblick auf das Schädigungsverhalten der entstehenden Zunderschicht sowie deren Schichtaufbau und Eigenschaften untersucht werden. Dafür wird die Schädigung durch spezielle Zugversuche analysiert und der Aufbau der Zunderschicht anhand der Verteilung der mechanischen Eigenschaften von Nanohärte und E-Modul betrachtet.

2 Material und Methoden

Als Versuchsmaterial wurde eine Laborschmelze des Werkstoffes 45Cr4 verwendet. Die genaue Legierungszusammensetzung ist in [16] dargestellt. Das Schädigungsverhalten des 45Cr4 wird mit den Ergebnissen für einen C45-Werkstoff aus [17] verglichen.

2.1 Analyse der Rissbildung

Zur Charakterisierung des Schädigungsverhaltens des Zunders wurden Zugversuche in Anlehnung an die Untersuchungen von *Krzyzanowski et al.* durchgeführt [18]. Das Vorgehen sowie die Analyse erfolgte analog zu den Untersuchungen für den Werkstoff C45 [17]. Die Versuche wurden an einem Umformsimulator „DIL805 A/D+T“ durchgeführt. Um die Rissbildung zu analysieren, wurde der Versuchsaufbau mit einer optischen 2D-Messeinheit „GOM Aramis“ an Flachzugproben durchgeführt. Die optische Vermessung ermöglicht eine zeitlich und lokal aufgelöste Dehnungsmessung. Durch die Verwendung von flachen Proben kann im Gegensatz zu dem ursprünglichen Versuchsaufbau von *Krzyzanowski et al.* eine breitere Fläche untersucht werden. Der Versuchsaufbau ist schematisch, zusammen mit der verwendeten Probengeometrie, in **Bild 1** dargestellt. Die Proben wurden durch Drahterodieren aus den gegossenen Brammen entnommen und auf das Zielmaß bearbeitet.

Zur kontrollierten Oxidation wurden die Zugproben zunächst in der Prüfanlage fixiert und unter Vakuum induktiv auf die jeweilige Zieltemperatur erwärmt. Anschließend wurde für eine Oxidationszeit von 120 s die Versuchskammer mit Luftatmosphäre geflutet. Nach der Oxidation erfolgt unter Schutzgasatmosphäre, bestehend aus Stickstoff, eine Abkühlung auf die gewünschte Prüftemperatur mit einer anschließenden Zugprüfung. Die Aufheiz- und Abkühlraten betrugen jeweils 5 K/s. Die Überwachung und Regelung der Temperatur erfolgte durch angeschweißte Thermoelemente des Typs S. Pro Parameterkonfiguration erfolgten drei Versuchswiederholungen.

Wester et al. zeigten für den vorgestellten Versuch zudem eine neue Methode für die Auswertung der optischen Messungen mit-

https://doi.org/10.37544/1436-4980-2024-10-36 https://www.inlibra.com/de/page/agb - Open Access - (cc) BY

Tabelle 1. Untersuchte Versuchsparameter.

Oxidationstemperatur in °C	1050; 900
Testtemperatur in °C	1050; 900; 750; 600
Dehnrate in 1/s	0,01; 0,1
Oxidationszeit in s	120

hilfe von Computer Vision [17]. Dabei wurde durch eine Auswahl an unterschiedlichen Filtern zunächst ein Suchbereich auf der Probe definiert und anschließend gebildete Risse automatisiert in diesem Bereich detektiert. Aus der Messung zu dem Zeitpunkt der ersten Rissbildung wurde die Dehnung der Probe anhand der unverformten Probenschultern bestimmt. Die so bestimmte kritische Dehnung wurde als Maß für die ertragbare Schädigung betrachtet [17]. Für den Werkstoff 45Cr4 wurden nach dem gleichen Vorgehen die kritischen Dehnungen bestimmt und in Abhängigkeit von den Versuchsparametern mit den Ergebnissen von *Wester et al.* verglichen. *Wester et al.* betrachteten dabei die Einflüsse der Oxidations- und Prüftemperaturen sowie der Dehnrate. Um den Versuchsumfang mit der eigens für die Untersuchungen hergestellten Laborschmelze effizient zu halten, wurden, wie in **Tabelle 1** dargestellt, nur zwei Konfigurationen pro Parametervariation der Studie von [17] analysiert. Die betrachteten Parameterkonfigurationen wurden dabei so gewählt, dass sie die in dieser Studie untersuchten Wertebereiche möglichst abdecken und zudem charakteristische Effekte, wie etwa Anstiege der Dehnung, überprüft werden können [17].

2.2 Analyse der Oxidschicht

Um den Aufbau der Zunderschichten zu analysieren, wurde ein Teil der Zugproben bei 1050 °C für 120 s kontrolliert oxidiert und anschließend vertikal eingebettet, außermittig durchgetrennt, danach bis zur Probenmitte heruntergeschliffen und poliert. Zusätzlich wurden Proben des Werkstoffes C45 nach identischem Vorgehen oxidiert und präpariert um den Einfluss des Legierungselementes Chrom auf die mechanischen Eigenschaften der Zunderschicht zu untersuchen. Zudem wurden Proben des Werkstoffes 45Cr4 ohne Oxidierung auf die gleiche Art und Weise aufbereitet, um die Eigenschaften des Werkstoffes vor und nach der Wärmebehandlung zu vergleichen. Mittels „Triboindeter TI 950“ der Firma Hysitron konnten die jeweiligen Zunderschichten und Grundmaterialien durch Nanoindentation untersucht werden.

Für die Messungen mit dem Triboindenter wurde ein hochpräziser 3-Achs-Tandemrohr-Piezoscanner verwendet, an dem ein kapazitiver 3-Platten-Transducer (2D-Transducer) montiert ist. Mit dem Transducer ist eine dreiseitige Berkovich-Diamantspitze mit einem Spitzenradius von weniger als 50 nm verbunden. Die Berkovich-Spitze wurde im Bereich von 100 µN bis 10 000 µN an einer Quarzprobe kalibriert. Nach dem Ansatz von *Oliver und Pharr* wurde eine Flächenfunktion bestimmt, die eine minimale Eindringtiefe von 50 nm in das Probenmaterial erfordert [19]. Die kontinuierliche Krafteindringprüfung wurde mit einer trapezförmigen Kraft-Zeit-Funktion durchgeführt.

Durch die kontinuierlich gemessene Be- und Entlastungsphase war es möglich, neben der Nanohärte auch den reduzierten E-Modul zu bestimmen [20]. Eine Prüfkraft von 1800 µN wurde gewählt, um zu gewährleisten, dass die minimale Eindringtiefe von 50 µm in der Zunderschicht erreicht wird. Zur Analyse der gesamten Zunderschicht wurden mit diesen Parametern mehrere Indents in einem Messfeld eingebracht. Um die Zunderschichten möglichst fein aufzulösen, wurde ein Indentabstand von 1 µm über ein Messfeld von 120 µm x 140 µm gewählt. So war es möglich, die gesamte Zunderschicht wie auch etwaige Einschlüsse zu untersuchen, ohne dass sich die Indents gegenseitig beeinflussen. Der Messbereich wurde vor und nach der Eindringprüfung lichtmikroskopisch untersucht. Zusätzlich wurde die Nanohärte und das E-Modul in der Mitte der verzunderten 45Cr4-Probe sowie in der Mitte und am Rand einer unverzunderten 45Cr4-Probe gemessen. Alle Messungen wurden unter Laborbedingungen bei konstanter Raumtemperatur und Luftfeuchtigkeit durchgeführt.

Großflächige und fein aufgelöste Messungen durch Nanoindentation betrachten meist unterschiedliche Materialien oder Phasen mit charakteristischen Eigenschaften. Diese Bestandteile lassen sich durch Clustering anhand ihrer mechanischen Eigenschaften einander zuordnen. Das Clustering kann über unterschiedliche Ansätze, wie etwa dem Spectral Clustering oder dem hierarchischen Clustering, automatisiert erfolgen.

Für die Untersuchungen dieser Studie wurde die „*k*-Means-Methode“ ausgewählt, da sie sich besonders für Messungen mit einer großen Menge an Datensätzen eignet. Bei dieser Methode werden die Daten in eine benutzerdefinierte Anzahl *k* an Clustern durch einen *k*-Means-Algorithmus auf Basis des euklidischen Abstandes eingeteilt [21]. Als Anzahl an Clustern wurde zunächst $k = 5$ gewählt um die drei Zunderschichten, das Einbettmaterial und das jeweilige Halbzeugmaterial abzubilden. Die Einteilung erfolgte in diesem Fall durch die charakteristischen Wertepaare aus Nanohärte und E-Modul. Jeder Cluster hatte dabei einen charakteristischen Wertebereich für beide Größen. Dabei wurden nur Messungen einem Cluster zugeordnet, wenn die Nanohärte und das E-Modul innerhalb dieser Wertebereiche lagen. Die Verteilung der Bestandteile wurde im Messbereich durch die gebildeten Cluster visualisiert. Dadurch konnte der Schichtaufbau anhand der mechanischen Eigenschaften analysiert werden.

3 Ergebnisse und Diskussion

3.1 Auswertung der Rissbildung

Die Ergebnisse der Zugversuche der verzunderten Proben wurden analog zu [17] ausgewertet. **Bild 2** stellt die Versuche dar, bei denen die Zugprüfung jeweils bei der gleichen Temperatur wie die Oxidation erfolgte. Dabei betrug die Dehnrate 0,01 1/s.

Bei einer Temperatur von 1050 °C können für beide Werkstoffe vergleichbare Dehnungen von circa 0,002 detektiert werden. Außerdem ist zu erkennen, dass der untersuchte Werkstoff 45Cr4, bei einer geringeren Oxidations- und Prüftemperatur von 900 °C eine erhöhte Dehnung von etwa 0,006 zeigt. Jedoch fällt die Veränderung deutlich geringer aus als beim Werkstoff C45. Dies deutet daraufhin, dass die deutliche Erhöhung der Dehnung, wie bei C45 für Oxidations- und Prüftemperaturen von 900 °C bis 950 °C, entweder bei anderen Temperaturen oder gar nicht für 45Cr4 auftritt.

Die Versuche bei einer Oxidations- und Prüftemperatur von 900 °C für verschiedene Dehnraten sind in **Bild 3** gegenübergestellt.

Für den Werkstoff C45 kann dabei eine erhöhte Dehnung für 0,01 1/s und 0,05 1/s beobachtet werden. Bei einer Dehnrate von

https://doi.org/10.37544/1436-4980-2024-10-36 https://www.inlibra.com/de/page/agb - Open Access - CC BY

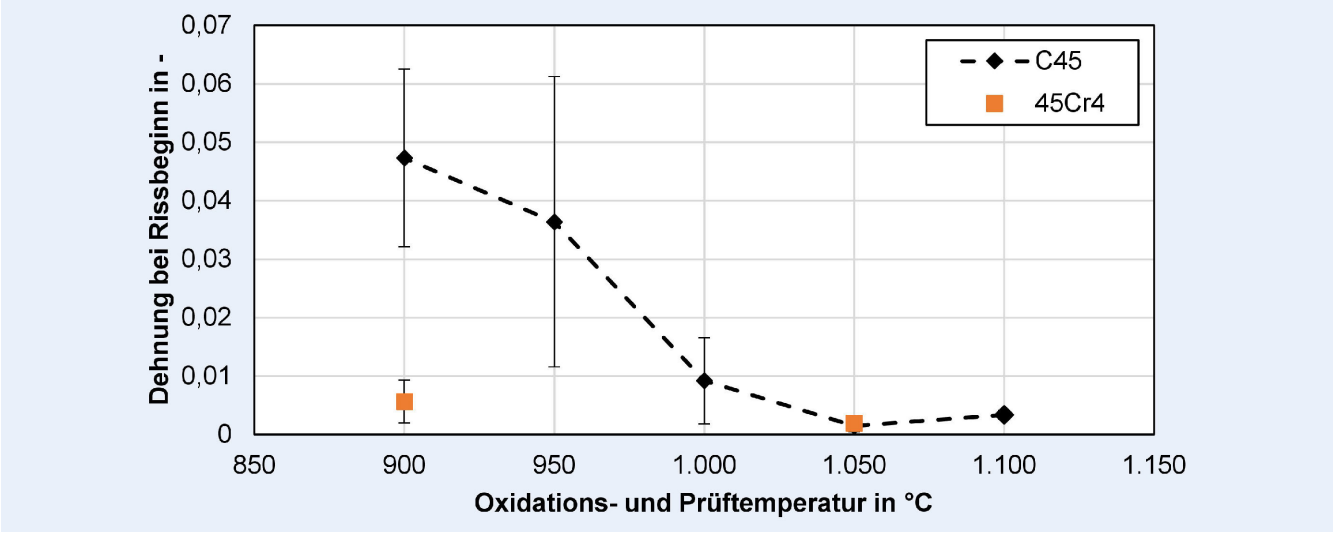

Bild 2. Einfluss der Oxidations- und Prüftemperatur auf die Rissdehnung bei einer Dehnrate von 0,01 1/s für 45Cr4 im Vergleich zu C45 [17].
Grafik: IFUM Hannover

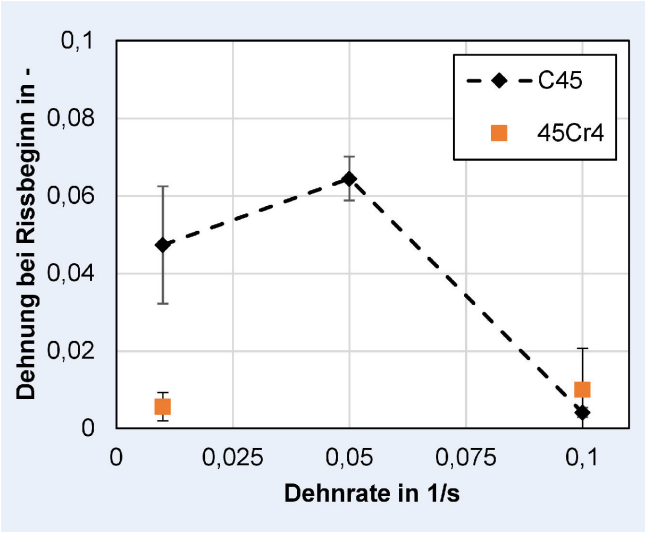

Bild 3. Einfluss der Dehnrate auf die Rissdehnung bei einer Oxidations- und Prüftemperatur von 900 °C; für 45Cr4 im Vergleich zu C45 [17].
Grafik: IFUM Hannover

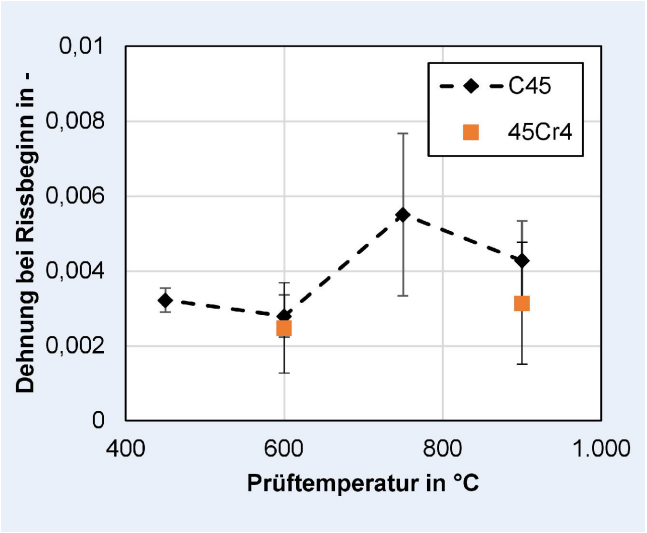

Bild 4. Einfluss der Prüftemperatur bei dem Zugversuch für eine Oxidation bei 1050 °C und einer Dehnrate von 0,01 1/s für 45Cr4 im Vergleich zu C45 [17]. *Grafik: IFUM Hannover*

0,1 1/s ist die Dehnung von C45 jedoch stark reduziert. Für den Werkstoff 45Cr4 ist die Dehnung bei einer Dehnrate von 0,01 1/s, wie zuvor erwähnt, deutlich geringer und weist bei einer höheren Dehnrate von 0,1 1/s eine geringe Erhöhung der Dehnung auf circa 0,01 auf. Diese Erhöhung liegt noch innerhalb der Standardabweichung der Dehnrate von 0,01 1/s. Bei einer Dehnrate von 0,1 1/s zeigen die beiden Werkstoffe vergleichbare Werte für die Dehnung.

In **Bild 4** ist der Einfluss variierender Prüftemperaturen bei jeweils gleicher Oxidationstemperatur und Dehnrate dargestellt.

Durch die einheitliche Oxidation aller Proben bei 1050 °C für 120 s und der folgenden Abkühlung unter Schutzgasatmosphäre auf die jeweilige Prüftemperatur wurde gewährleistet, dass die Randbedingungen zur Einstellung der Zunderschichten vergleichbar sind. Die Dehnrate bei den Zugversuchen betrug 0,01 1/s. Die Dehnungen des Werkstoffes 45Cr4 zeigen bei den Prüftemperaturen 600 °C und 900 °C ähnliche Werte-Dehnungen wie für C45, jedoch auch hohe Standardabweichungen. Für C45 ist eine höhere Dehnung bei Prüftemperaturen von 750 °C als bei geringeren Prüftemperaturen zu erkennen. Für 45Cr4 kann ein starker Anstieg der Dehnung nicht festgestellt werden. Die Dehnung steigt leicht von etwa 0,0025 auf circa 0,003 an, jedoch liegt diese Erhöhung innerhalb der Standardabweichung der Prüftemperatur von 600 °C.

Der Vergleich des Schädigungsverhaltens der Zunderschichten der beiden Werkstoffe zeigt, dass für einen Teil der betrachteten Parameterkonfigurationen vergleichbare Dehnungen auftreten. Dies kann aber nur beobachtet werden, wenn für den Werkstoff C45 kein duktiles Verhalten auftritt. Bei den Parametern des duktilen Verhaltens von C45, zum Beispiel bei Oxidations- und Prüftemperaturen von 900 °C bis 950 °C und einer Dehnrate von 0,01 1/s, ist eine große Abweichung zu den Versuchsergebnissen mit 45Cr4 erkennbar. Dies zeigt, dass das Schädigungsverhalten

https://doi.org/10.37544/1436-4980-2024-10-36 https://www.inlibra.com/de/page/agb - Open Access - (cc) BY

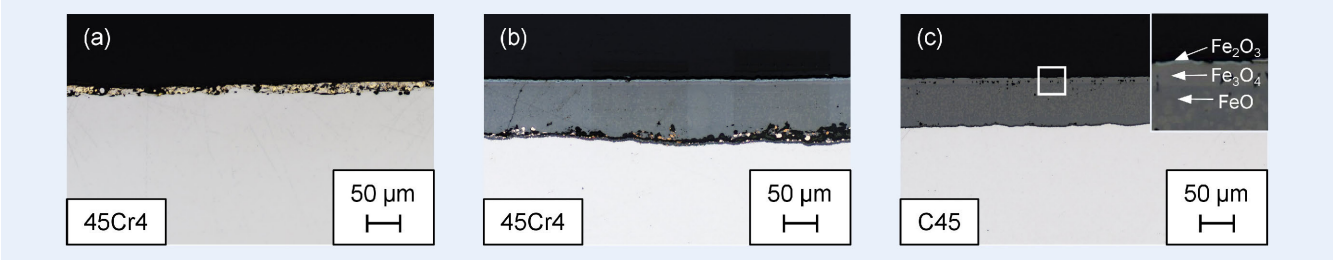

Bild 5. Lichtmikroskopische Aufnahmen der Proben aus 45Cr4 (a) vor, (b) nach der Oxidation sowie (c) C45 nach der Oxidation. *Grafik: IFUM Hannover*

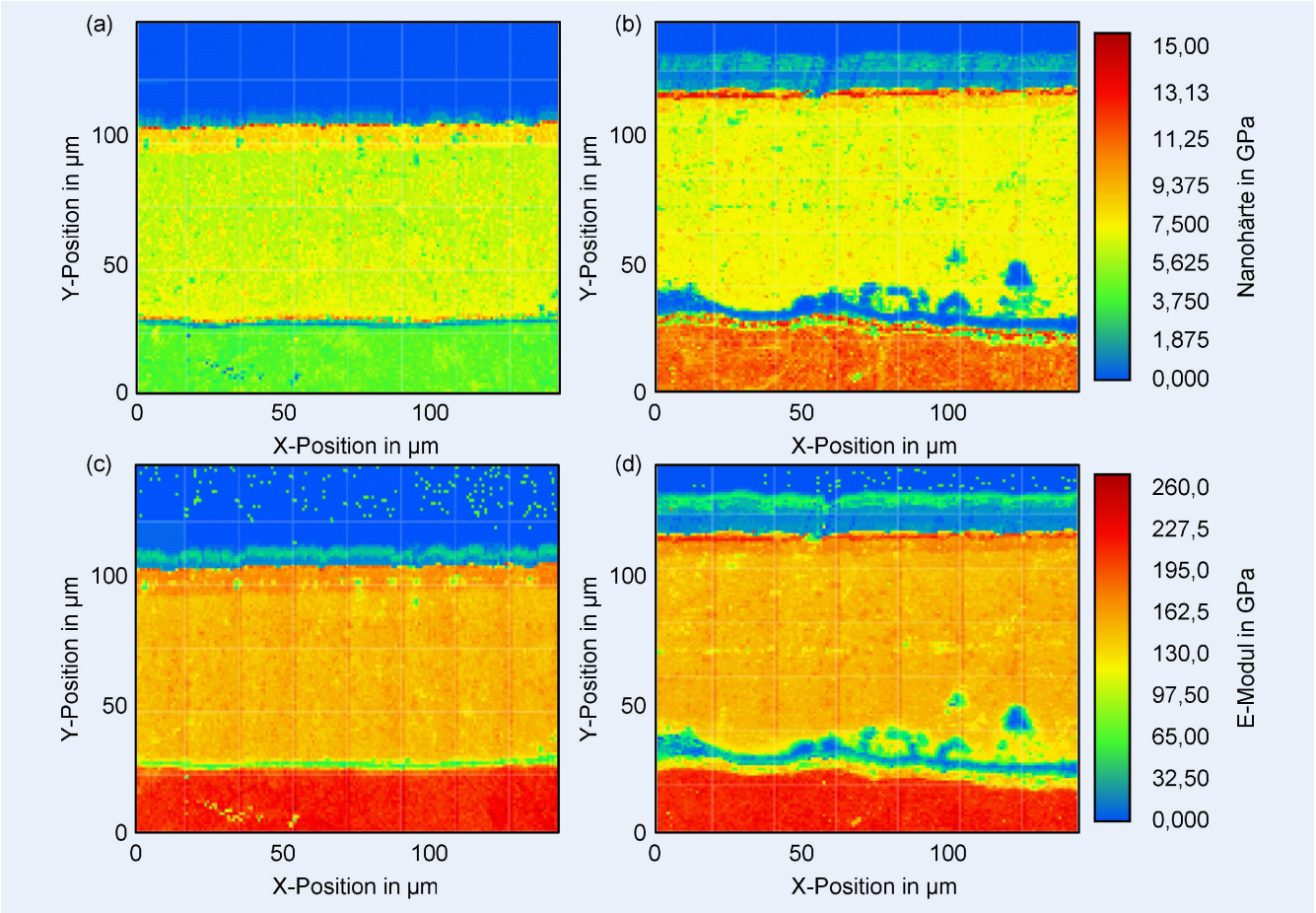

Bild 6. Mappings der Nanohärte für (a) C45 und (b) 45Cr4 sowie des E-Moduls für (c) C45 und (d) 45Cr4. *Grafik: IFUM Hannover*

der Zunderschicht von 45Cr4 und C45 bei sprödem Verhalten ähnlich ist.

3.2 Auswertung der Messungen mit dem Triboindenter

In den lichtmikroskopischen Aufnahmen der Zunderschichten in **Bild 5** können deutliche Unterschiede zwischen den Zunderschichten der beiden Werkstoffe erkannt werden. Bei beiden Werkstoffen sind die drei charakteristischen Bestandteile der Zunderschicht, Hämatit, Magnetit und Wüstit, zu erkennen, jedoch treten diese mit unterschiedlichen Schichtdicken auf. Die Schicht des Hämatits ist bei dem Werkstoff 45Cr4 mit durchschnittlich 3,6 µm Dicke, dicker ist die Schicht des C45 mit durchschnittlich 1,2 µm. Während die gesamte Schichtdicke des 45Cr4 mit durchschnittlich 86,96 µm dicker ist als die des C45-Werkstoffes mit durchschnittlich 71,26 µm. Für beide Werkstoffe ist zu sehen, dass der von [16, 22] für die angewendeten Oxidationsparameter festgestellte Anteil des Wüstit von etwa 70 % auch hier auftritt. Die deutlich helleren farbigen Einschlüsse an der Grundmaterialseite der Zunderschicht des 45Cr4 lassen sich dabei der Herstellung durch Drahterodieren zuordnen, da sie auch an der unverzunderten Probe bereits in der Randschicht zu erkennen sind.

Die Mappings der Nanohärte und des E-Moduls ermöglichen, wie **Bild 6** zeigt, die verschiedenen Bestandteile der Zunderschicht anhand ihrer mechanischen Eigenschaften zu erkennen.

Dabei kann die Einbettmasse für beide Messungen direkt anhand der geringen Werte für die Härte, von kleiner 1 GPa, und das E-Modul, von etwa 20 GPa, erkannt werden. Das Grundmaterial des Werkstoffes C45 zeigt im Vergleich zur Zunderschicht eine geringere Härte von circa 3 GPa und ein höheres E-Modul. Bei dem 45Cr4 weist das Grundmaterial mit circa 210 GPa ein

https://doi.org/10.37544/1436-4980-2024-10-36 https://www.inlibra.com/de/page/agb - Open Access - (cc) BY

Tabelle 2. Wertebereiche, Durchschnittswerte und Standardabweichungen der gebildeten Cluster.

Cluster	Nanohärte Wertebereich in GPa	Nanohärte Durchschnitt in Gpa	Nanohärte Standardabweichung in GPA	E-Modul Wertebereich in GPa	E-Modul Durchschnitt in Gpa	E-Modul Standardabweichung in GPA
Stahl C45	2,24–6,04	4,31	0,42	143,6–258,41	205,26	13,56
Wüstite	3,01–7,94	5,98	0,51	64,81–182,13	142,88	8,12
Magnetite	6,35–12,50	7,60	0,91	88,76–204,12	152,88	13,08
Hämatite	7,42–15,13	10,18	0,88	123,64–244,39	204,59	11,05
Einbettmaterial	0,12–6,47	0,73	0,98	3,53–196,91	22,28	29,26

Tabelle 3. Nanohärte und E-Modul Messungen für verzunderte und unverzunderte Proben aus 45Cr4.

Probe	Nanohärte Durchschnitt in Gpa	Nanohärte Standardabweichung in GPA	E-Modul Durchschnitt in Gpa	E-Modul Standardabweichung in GPA
C45Cr4 verzundert Mitte	8,87	0,95	212,32	9,10
C45Cr4 unverzundert Mitte	4,06	0,24	210,08	7,94
C45Cr4 unverzundert Rand	3,86	0,40	202,23	8,36

ähnlich hohes E-Modul wie der C45 auf, zeigt jedoch eine höhere Härte von etwa 11 GPa. Für beide Werkstoffe zeigen sich vergleichbare Werte für die Härte und das E-Modul in den verschiedenen Bereichen der Zunderschichten. Die Schicht des Hämatits kann bei der Probe des 45Cr4 im Vergleich zur C45-Probe besser anhand von deutlich höheren Härtewerten von circa 12 GPa erkannt werden. Die Messung der Schicht des Hämatits wird bei der Probe des C45 dadurch erschwert, dass bei der Probenvorbereitung eine Kantenverrundung auftritt, wodurch die äußerste Schicht der Probe teilweise entfernt wird.

Um die Mappings zusammenzuführen und die Verteilung der einzelnen Bestandteile zu betrachten, wurden die Messungen mithilfe des *k*-Means-Algorithmus geclustert. In **Tabelle 2** sind die Wertebereiche der Cluster mit den Durchschnittswerten und den Standardabweichungen der Nanohärte und des E-Moduls aufgeführt.

Das Cluster des Hämatits zeigt dabei zwar mit durchschnittlich 204,59 GPa ein ähnliches E-Modul wie der Stahl C45 mit 205,26 GPa, jedoch mit 10,18 GPa eine deutlich höhere Nanohärte als der Werkstoff C45 mit 4,31 GPa im Durchschnitt. Die Ergebnisse der Clusterung sind in **Bild 7** visualisiert.

Es ist zu sehen, dass die einzelnen Bestandteile der Zunderschicht gut identifiziert werden können. In beiden Fällen ist zu erkennen, dass entweder beim Präparieren Einbettmasse zwischen dem Grundmaterial und der Zunderschicht gelangt ist oder dort ein Luftspalt vorliegt. Zudem sind in der Schicht des Wüstits bei beiden Werkstoffen Einschlüsse erkennbar, die die gleichen mechanischen Eigenschaften wie der Cluster des Magnetits oder der Cluster des Einbettmittels zeigen. Der Cluster des Einbettmittels repräsentiert auch die Poren oder einen Luftspalt. Da bei der Messung von Luft, ähnlich wie bei Messung des Einbettmittels, sehr geringe Nanohärten und E-Moduln ermittelt werden, wurden diese im Cluster Einbettmittel zusammengefasst. Bei den Einschlüssen innerhalb der Wüstitschicht handelt es sich daher um Poren. Dabei zeigt die Zunderschicht des 45Cr4 einen größeren Anteil an Poren, welche durch den Cluster des Einbettmittels repräsentiert werden. Für den 45Cr4 ist zu erkennen, dass das Grundmaterial ähnliche Eigenschaften wie das Hämatit aufweist und es deswegen zu dem gleichen Cluster gezählt wird.

Um zu überprüfen, ob die hohe Härte des Grundmaterials 45Cr4 durch die Wärmebehandlung des Oxidationsprozesses oder durch den Werkstoff an sich bedingt wird, wurden Messungen der Nanohärte und des E-Moduls in der Mitte der verzunderten Probe sowie in der Mitte und am Rand einer unverzunderten Probe verglichen. Wie die Ergebnisse der Messung in **Tabelle 3** zeigen, kann die erhöhte Härte des Grundmaterials der verzunderten Proben aus 45Cr4 auf eine Wärmebehandlung durch die Oxidation zurückgeführt werden. Dass ein solches Phänomen nicht für den Werkstoff C45 beobachtet werden kann deutet daraufhin, dass durch das Legierungselement ein anderes Phasenumwandlungsverhalten vorliegt.

4 Zusammenfassung und Ausblick

In dieser Studie wurde die Zunderschädigung unter dem Einfluss des Legierungselementes Chrom untersucht. Dafür wurden für eine Laborschmelze des Werkstoffes 45Cr4 Zugversuche mit kontrolliert oxidierten Proben durchgeführt sowie die Nanohärte und das E-Modul in den Zunderschichten gemessen und mit dem Material C45 verglichen. In den Zugversuchen zeigen die Dehnungen zum Zeitpunkt der Rissbildung für einen Teil der betrachteten Parameterkonfigurationen beider Werkstoffe ähnliche Werte. Das temperaturabhängige, duktile Verhalten der Zunderschicht konnte bei den betrachteten Temperaturen beim 45Cr4 nicht beobachtet werden. Um zu überprüfen, ob ein duktiles Verhalten für den Werkstoff 45Cr4 gar nicht oder nur bei anderen Temperaturen auftritt, sind weitere Zugversuche in einem erweiterten Temperaturfeld geplant.

Bei den Untersuchungen der Zunderschichten durch Nanoindentation war erkennbar, dass sich bei beiden Werkstoffen die Verteilung der Schichten unterscheidet. Im Vergleich zum C45 konnte beim 45Cr4 eine durchgehende und dickere Schicht des

https://doi.org/10.37544/1436-4980-2024-10-36 https://www.inlibra.com/de/page/agb - Open Access - CC BY

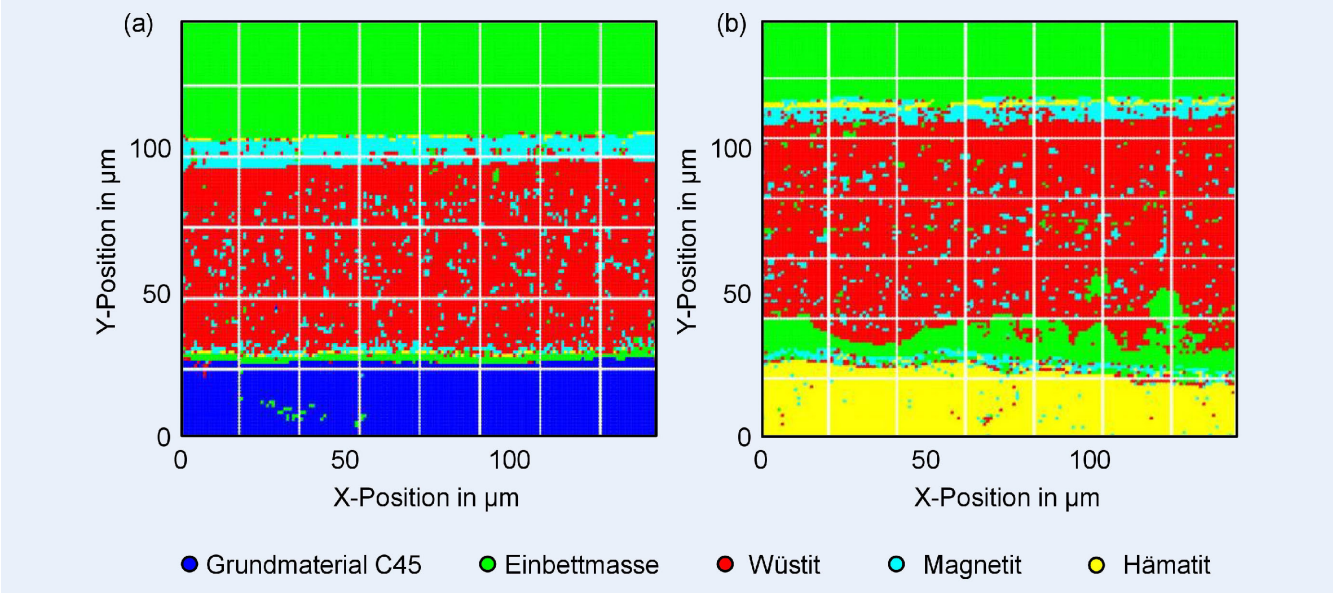

Bild 7. Verteilung der aus den Mappings bestimmten Cluster für (a) C45 und (b) 45Cr4. *Grafik: IFUM Hannover*

Hämatits gemessen werden, während die gesamte Zunderschicht größer war. Durch das Clustern anhand der Nanohärte und des E-Moduls konnten die verschiedenen Bestandteile der Zunderschicht zugeordnet werden. Dabei zeigten sich in der Schicht des Wüstits eine große Anzahl an Einschlüssen, die weiterführende Untersuchungen erfordern. Um die Zusammensetzung der Einschlüsse zu ermitteln und auch zu überprüfen, inwiefern Chromoxid in der Zunderschicht vorhanden ist, sind Untersuchungen durch ein Rasterelektronenmikroskop, gegebenenfalls in Kombination mit einem fokussierten Ionenstrahl, erforderlich.

Zudem zeigte sich, dass bei den verzunderten Proben des 45Cr4 das Grundmaterial eine hohe Nanohärte aufwies und so bei der Bildung von Clustern dem Hämatit zugeordnet wurde. Durch den Vergleich zu unverzunderten Proben konnte gezeigt werden, dass die erhöhte Härte auf eine Wärmebehandlung durch die Oxidation zurückzuführen ist. Im Vergleich zu identisch verzunderten Proben des Werkstoffes C45 deutet dies auf ein anderes Phasenumwandlungsverhalten hin. Um zu überprüfen, wie stark das Umwandlungsverhalten abweicht und welchen Einfluss zum Beispiel eine abweichende Wärmeausdehnung auf die Schädigung der Zunderschicht hat, muss der Werkstoff 45Cr4 durch weiterführende Untersuchungen charakterisiert und analysiert werden.

FÖRDERHINWEIS

Gefördert durch die Deutsche Forschungsgemeinschaft (DFG) – 316273316.

Literatur

[1] Altan, T.; Ngaile, G.; Shen, G.: Cold and hot forging. Fundamentals and applications. Materials Park, OH: ASM International 2010
[2] Behrens, B.-A.; Chugreev, A.; Awiszus, B. et al.: Sensitivity Analysis of Oxide Scale Influence on General Carbon Steels during Hot Forging. Metals 8 (2018) 2, p. 140
[3] Luong, L. H.; Heijkoop, T.: The Influence of Scale on Friction in Hot Metal Working. Wear 71 (1981) 1, pp 93–102
[4] Chen, R. Y.; Yuen, W. Y. D.: Review of the High-Temperature Oxidation of Iron and Carbon Steels in Air or Oxygen. Oxidation of Metals 59 (2003), pp. 433–468, doi.org/10.1023/A:1023685905159
[5] Day, M. J.; Smith, G. V.: Iron Alloy Scaling. Industrial & Engineering Chemistry 35 (1943) 10, pp. 1098–1103
[6] Wielgosz, E.; Kargul, T.; Falkus, J.: Comparison of Experimental and Numerically Calculated Thermal Properties of Steels. Proceedings of 23rd International Metallurgical and Materials Conference 2014 (2014), pp. 1528–1533
[7] Cheng, X.; Jiang, Z.; Wei, D. et al.: Oxide scale characterization of ferritic stainless steel and its deformation and friction in hot rolling. Tribology International 84 (2015), pp. 61–70
[8] Graf, M.; Ullmann, M.; Korpala, G. et al.: Forming and Oxidation Behavior During Forging with Consideration of Carbon Content of Steel. Metals 8 (2018) 12, #996
[9] Behrens, B.-A.; Kawalla, R.; Awiszus, B. et al.: Numerical Investigation of the Oxide Scale Deformation Behaviour with Consideration of Carbon Content during Hot Forging. Procedia Engineering 207 (2017), pp. 526–531
[10] Schütze, M.; Tortorelli, P. F.; Wright, I. G.: Development of a Comprehensive Oxide Scale Failure Diagram. Oxidation of Metals 73 (2010) 3–4, pp. 389–418
[11] Arreola-Villa, S. A.; Vergara-Hernández, H. J.; Solorio-Diáz, G. et al.: Kinetic Study of Oxide Growth at High Temperature in Low Carbon Steel. Metals 12 (2022) 1, #147
[12] Schütze, M.: Mechanical properties of oxide scales. Oxidation of Metals 1995 (1995) 44, pp. 29–61
[13] Buscail, H.; Messki, S. E.; Riffard, F. et al.: Characterization of the oxides formed at 1000°C on the AISI 316L stainless steel—Role of molybdenum. Materials Chemistry and Physics 111 (2008) 2–3, pp. 491–496
[14] Molinari, A.; Straffelini, G.; Tomasi, A. et al.: Influence of microstructure and chromium content on oxidation behaviour of spin cast high

https://doi.org/10.37544/1436-4980-2024-10-36 https://www.inlibra.com/de/page/agb - Open Access - (cc) BY

speed steels. Materials science and technology 17 (2001) 4, pp. 425–430
[15] Bargel, H.-J.; Schulze, G. (Hrsg.): Werkstoffkunde. Heidelberg: Springer 2005
[16] Bergelt, T.; Graf, M.; Hunze, J. N. et al.: Investigation of scale properties and layer growth depending on the carbon and chromium content in steel. European Oxide Scale Conference 2022 (2022)
[17] Wester, H.; Hunze-Tretow, J. N.; Brunotte, K. et al.: Using computer vision to analyse fracture strains of oxide scale layers on a macro level. Materials Research Proceedings 41 (2024), pp. 802–811
[18] Krzyzanowski, M.; Beynon, J. H.: The tensile failure of mild steel oxides under hot rolling conditions. Steel Research 70 (1999) 1, pp. 22–27
[19] Oliver, W. C.; Pharr, G. M.: An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation. Journal of materials research 7 (1992), pp. 1564–1583, doi. org/10.1557/JMR.1992.1564
[20] Fischer-Cripps, A. C.: Nanoindentation. New York: Springer Science+Business Media LLC 2011
[21] Ketchen Jr., D. J.; Shook, C. L.: The Application of Cluster Analysis in Strategic Management Research: an Analysis and Critique. Strategic Management Journal 17 (1996) 6, pp. 441–458
[22] Basabe, V. V.; Szpunar, J. A.; Basabe, V. V. et al.: Growth Rate and Phase Composition of Oxide Scales during Hot Rolling of Low Carbon Steel. ISIJ International 44 (2004) 9, pp. 1554–1559

Simon Peddinghaus, M.Sc.
s.peddinghaus@ifum.uni-hannover.de
Foto: IFUM

Prof. Dr.-Ing Bernd-Arno Behrens

Dr.-Ing. Johanna Uhe

Hendrik Wester, M.Sc.

Norman Mohnfeld, M.Sc.

Institut für Umformtechnik
und Umformmaschinen IFUM
An der Universität 2, 30823 Hannover
Tel. +49 511 / 762-2264
www.ifum.uni-hannover.de

Prof. Dr.-Ing Thomas Lampke

Dr.-Ing Marcel Graf

Tim Bergelt, M.Sc.

Institut für Werkstoffwissenschaft
und Werkstofftechnik IWW
Erfenschlager Str. 73, 09125 Chemnitz
Tel. +49 371 / 531-8-39650
www.tu-chemnitz.de/mb/iww/

LIZENZ

Dieser Fachaufsatz steht unter der Lizenz Creative Commons Namensnennung 4.0 International (CC BY 4.0)

https://doi.org/10.37544/1436-4980-2024-10-36 https://www.inlibra.com/de/page/agb - Open Access -