Analyse von Delta Ferrit und Sigma-Phase in einem hochlegierten Cr-Ni-Stahl

mit Hilfe moderner Untersuchungsmethoden

Christian Broß

Inhaltsverzeichnis

- Aufgabenstellung
- Der Werkstoff
- Kurze Charakterisierung δ-Ferrit und σ-Phase
- Metallografie
- EBSD
- Nanoindentation
- Fazit
- Quellen

Aufgabenstellung

Enthält der Werkstoff 1.4845 sowohl δ-Ferrit als auch σ-Phase ?

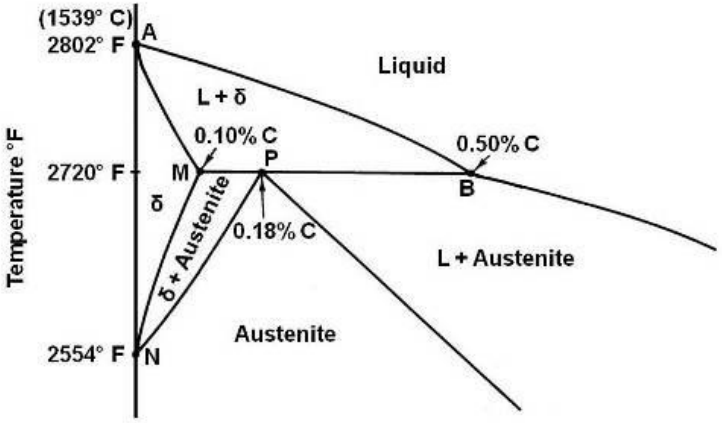
Der Werkstoff

- **Werkstoff-Kennziffer 1.4845**
- **X8CrNi25-21**
- **Austenitischer hitzebeständiger Stahl, hochtemperaturkorrosionsbeständig**
- **Verwendungszweck: Chemische Industrie, Maschinenbau, Formenbau, Ausrüstungsteile für Öfen und Heizkessel**
- **Chemische Zusammensetzung (Masseprozent):**

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	V
≤ 0,15	≤ 0,75	≤ 2,0	≤ 0,045	≤ 0,03	≤ 24,0- 26,0	≤ 19,0- 22,0	≤ 2,0

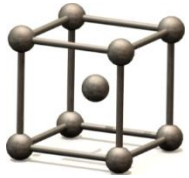
Delta-Ferrit

- **Kristallographisch ist Alfa- und Deltaferrit prinzipiell nicht zu unterscheiden. Beide besitzen ein kubisch-raumzentriertes (krz) Kristallgitter**



The delta region of the iron-iron carbide diagram

Delta-Ferrit ➡ **Krz-Gitter**



Alfa-Ferrit ➡ **Krz-Gitter**

- **Anteil an Delta-Ferrit ist abhängig von der chem. Zusammensetzung und der Wärmebehandlung**

Sigma-Phase

- **Sigma-Phase ist eine sehr spröde intermetallische Phase hoher Härte**
- **Entstehung beim Zusammentreffen eines kfz- und krz Metalls mit ähnlichen Atomradien (<8%)**
- **Ausscheidung in hochlegierten Stählen im Temperaturbereich von 900°C – 600°C**
- **Bildung in hochlegierter Cr-Ni Stählen primär aus dem Delta Ferrit**

  → **Cr- und Mo- Verarmung der austenitischen Matrix**

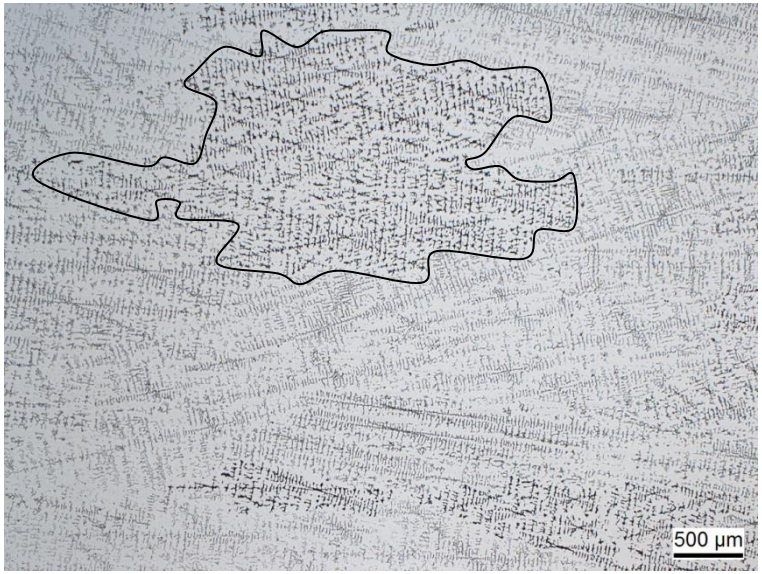
  → **Verschlechterung der Korrosionsbeständigkeit**

  → **Bildung von Sekundäraustenit**
- **Weitere Eigenschaften:**
  - **Nicht magnetisierbar**
  - **Sehr spröde → schlechte Kerbschlagzähigkeit**

Untersuchungsmethoden

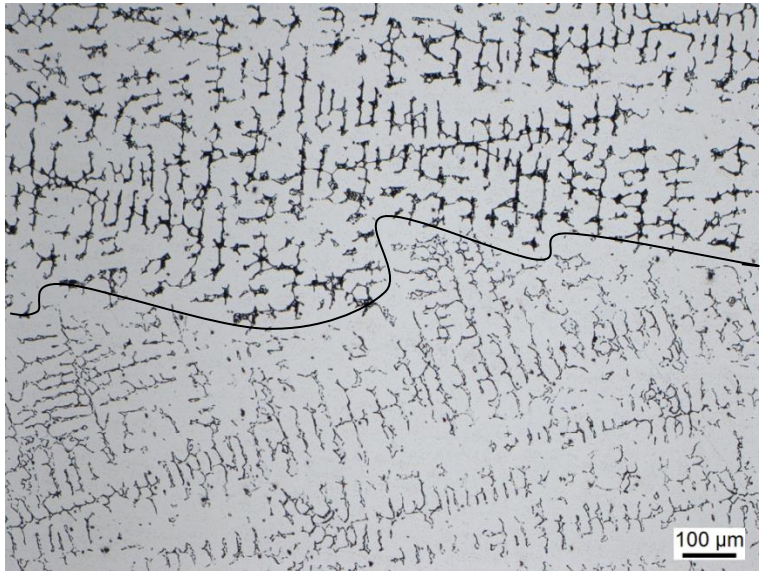
- **Metallografie**
- **EBSD**
- **Nanohärteprüfung**

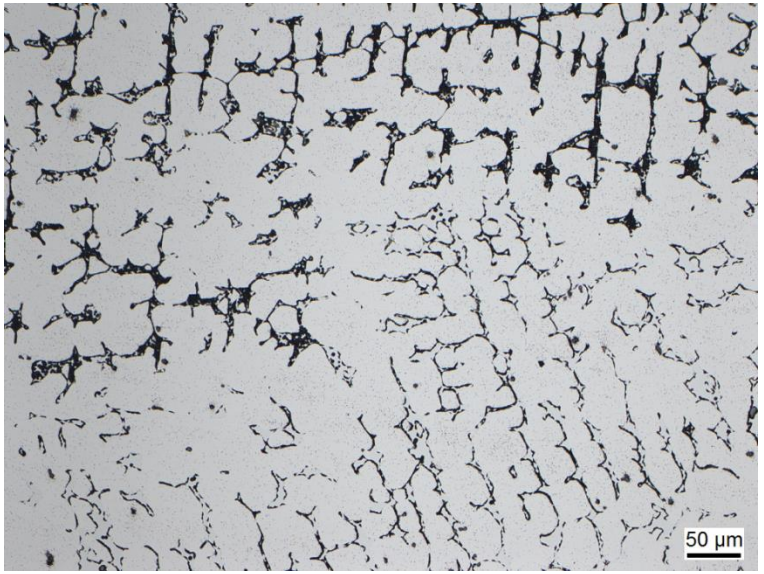
Beraha II



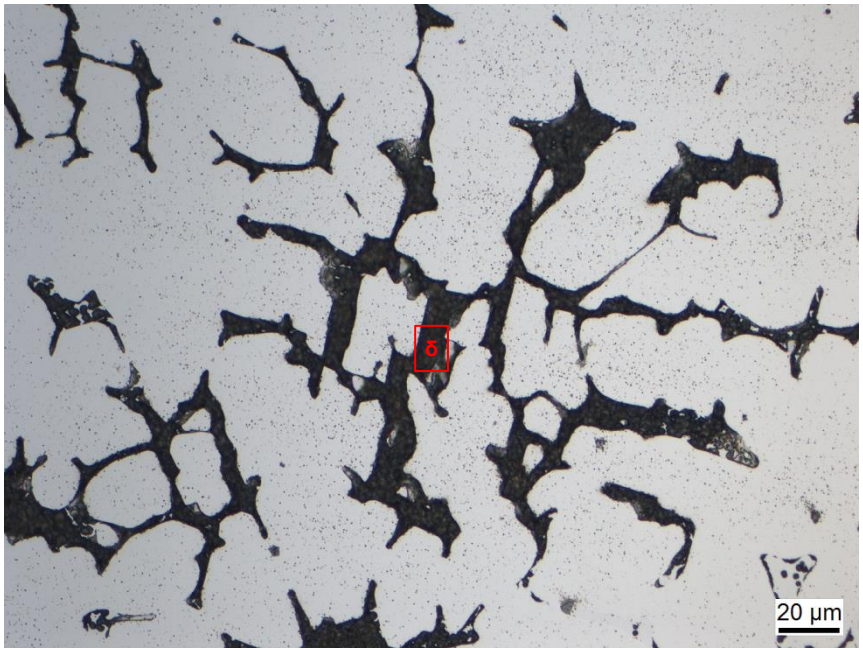
Ätzbild:

- **Delta-Ferrit wird im Schliffbild bei Cr-Ni-Stählen dunkelblau (teilweise fast schwarz) gefärbt oder herausgelöst**
- **Sigma-Phase wird nicht gefärbt, bleibt weiß oder wird nur schwach getönt**





Beraha II

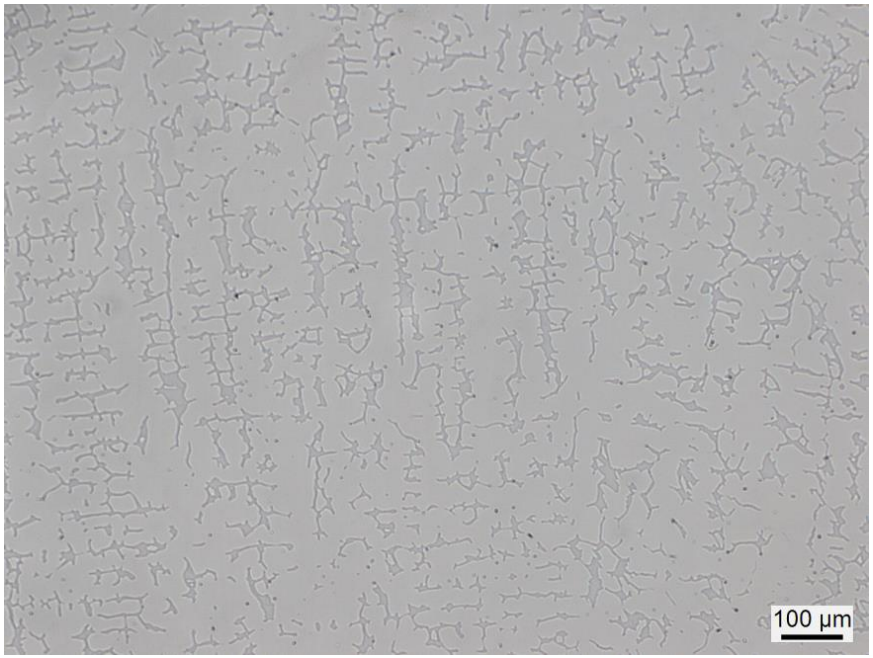


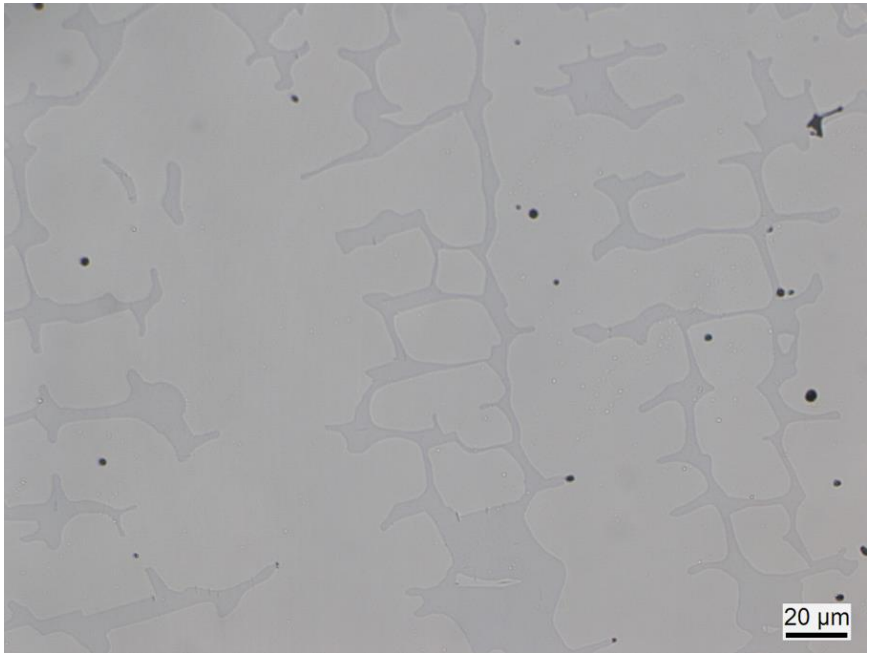
Vermutung: Unterschiedliche Ätzreaktion auf Grund unterschiedlicher Kornorientierung → Der Werkstoff enthält keine δ-Phase

Lichtenegger und Bloech

Ätzbild:

- **Delta-Ferrit bleibt weiß und wird nicht gefärbt**
- **Der Austenit wird nach kurzer Ätzdauer (ca.30 sek) hell bräunlich, danach dunkel braun**





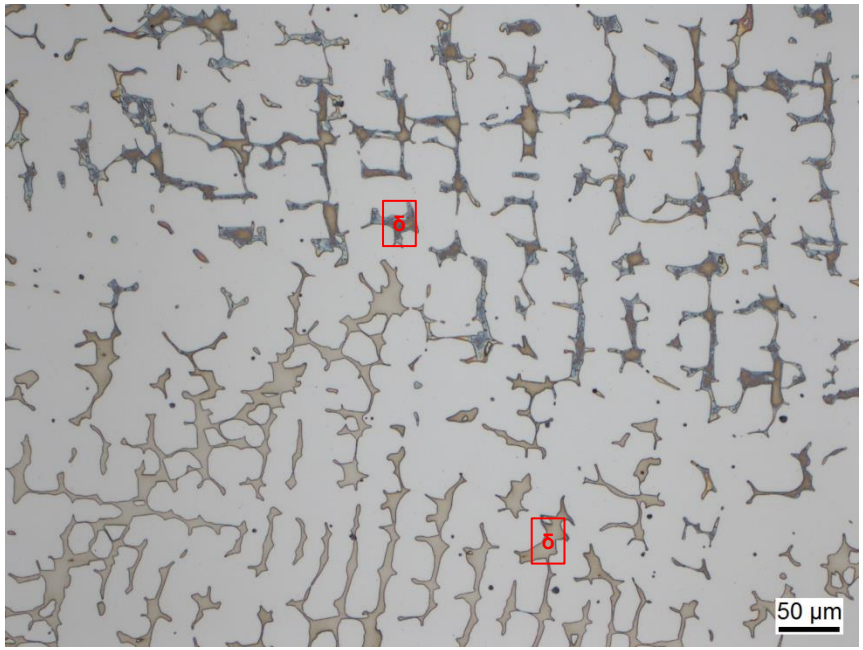
Ätzmittel für diese Legierung nicht geeignet (keine Ätzreaktion)

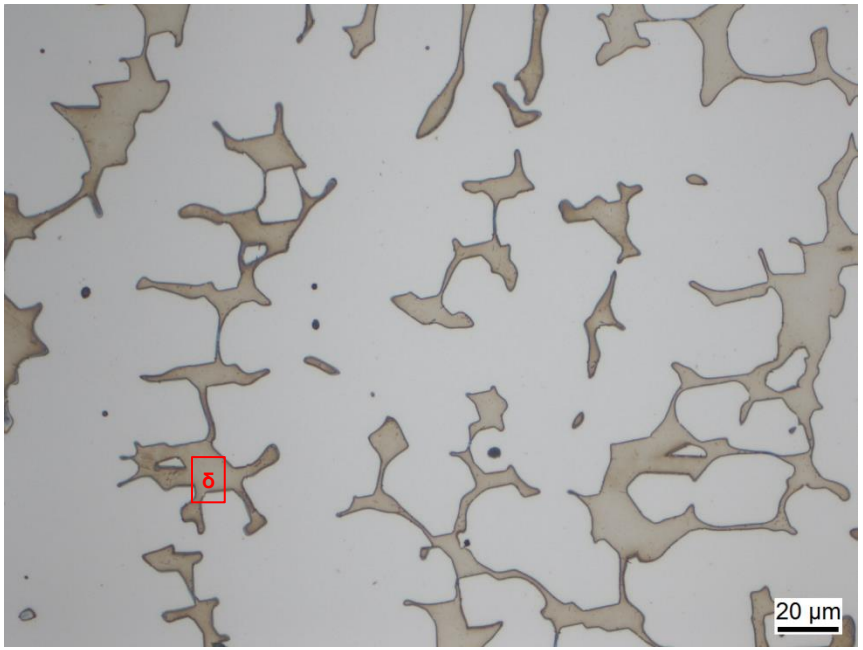
Groesbeck

Ätzbild:

- **Starke Ätzwirkung an der σ-Phase schon nach etwa 5 Minuten**
- **Deutlich schwächere Ätzwirkung des δ-Ferrits nach ca. 15 Minuten**
- **Der Austenit zeigt keine Ätzreaktion**

Groesbeck





Vermutung: Unterschiedliche Ätzreaktion auf Grund unterschiedlicher Kornorientierung → Der Werkstoff enthält keine σ-Phase

Electron Backscatter Diffraction

(Kristallgitterbeugung rückgestreuter Elektronen)

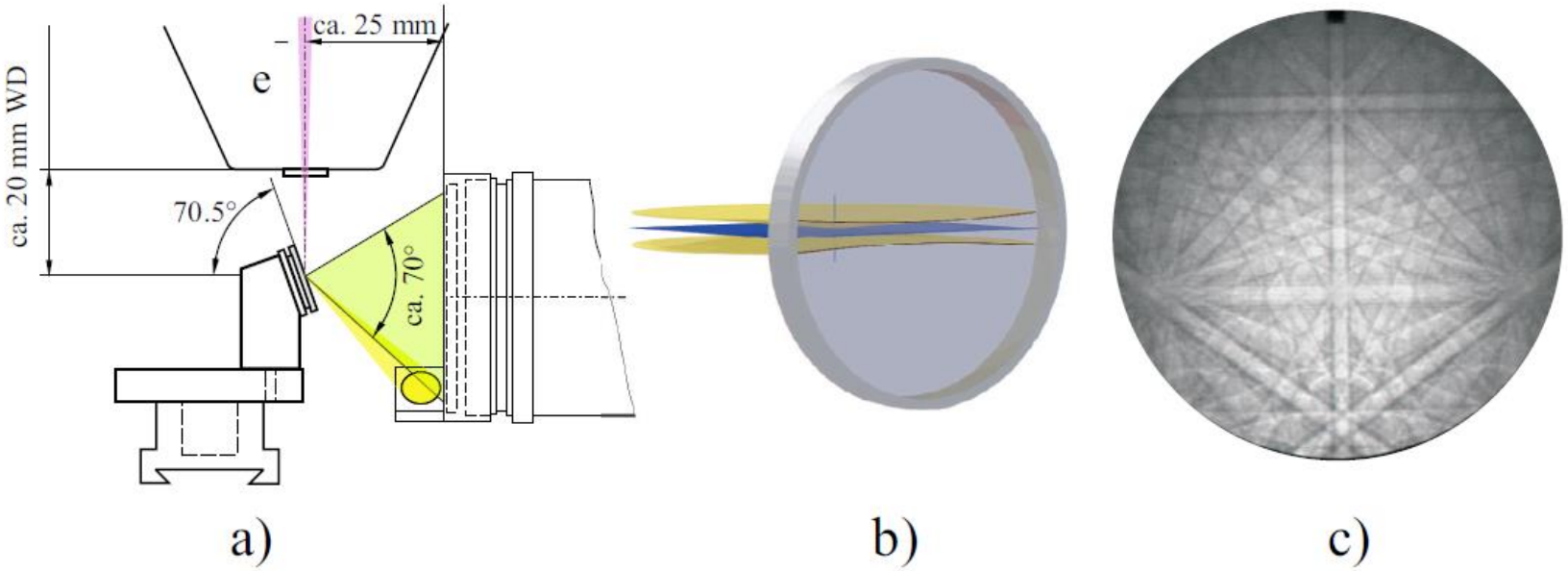
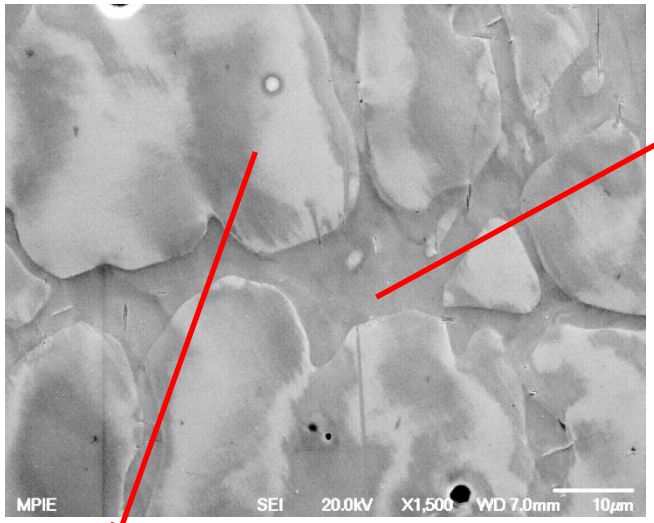


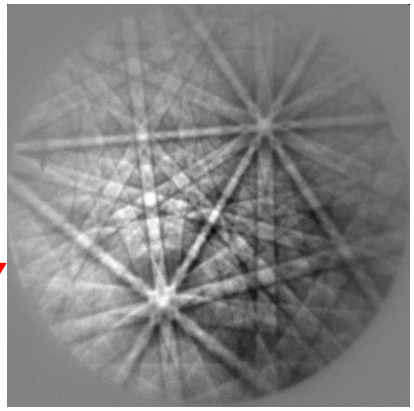
Bild 1: EBSD im REM (schematisch) — a). Der unter $\approx 70°$ einfallende Elektronenstrahl wechselwirkt mit der Probe. Durch die großen Öffnungswinkel der Doppelwinkel der Doppelkegel ergeben sich schmale Bänder (b). Die rückgestreuten Elektronen formieren ein Interferenzbild — das EBSP (c).

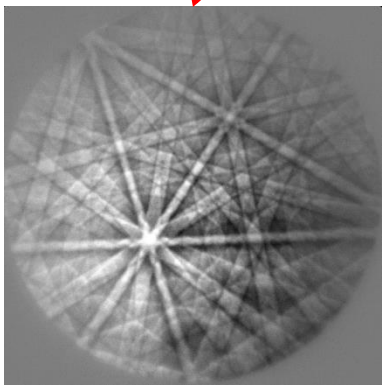
EBSD

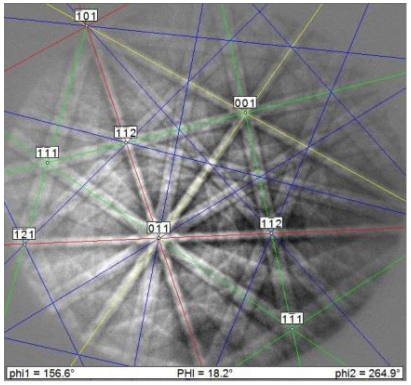
Phasenanalyse

Kikuchi-Pattern der beiden vorgefundenen Phasen

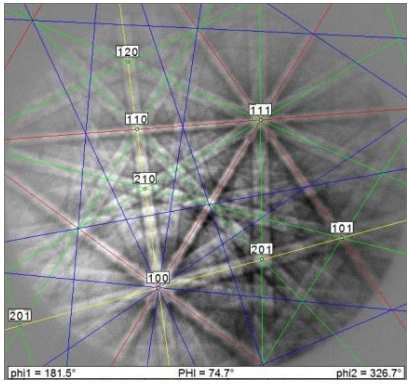




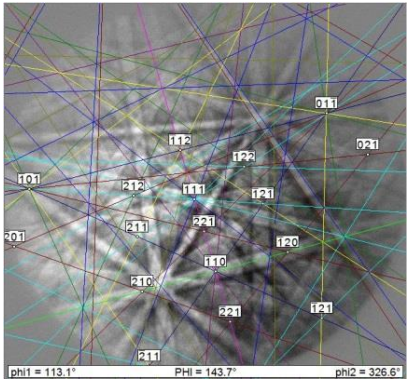




Die Matrix wird eindeutig als Gamma-Phase also handelt es sich um Austenit



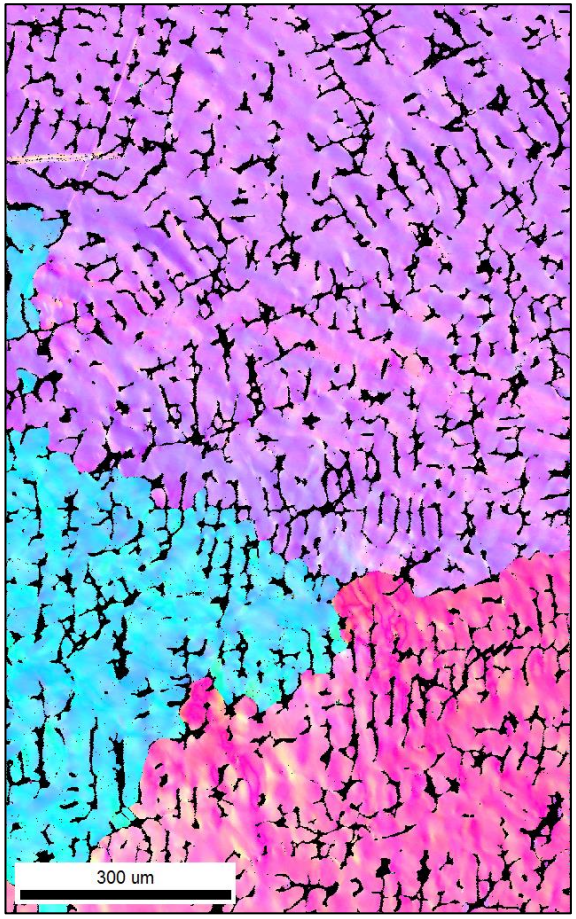
Die chromreiche Phase in den Restfeldern wird sehr gut als Delta-Ferrit indiziert.



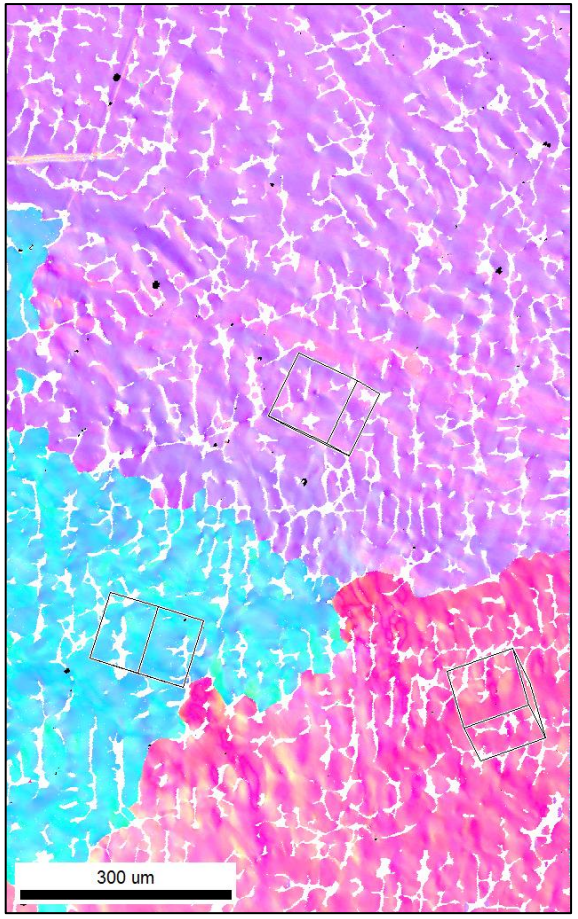
Bei dem Versuch dieses Pattern als Sigma-Phase zu indizieren zeigt sich eine sehr schlechte Übereinstimmung

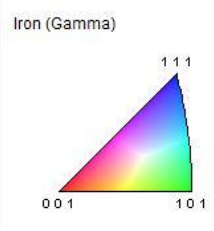
Kornorientierung

Austenit Orientierungsmapping
mit schwarzem Hintergrund



Austenit Orientierungsmapping
mit Elementarzellen



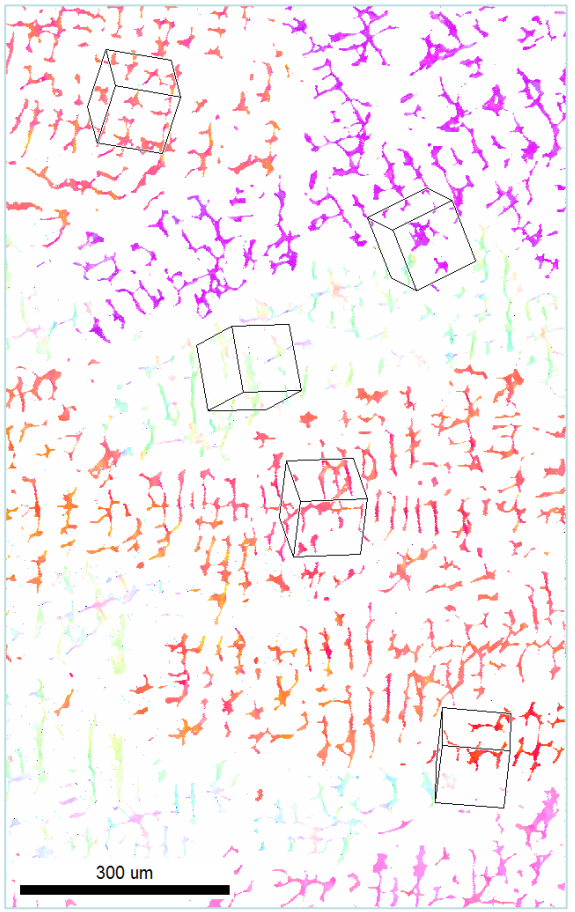


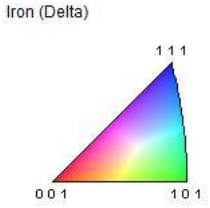
EBSD

Kornorientierung

δ-Ferrit Orientierungsmapping mit schwarzem Hintergrund

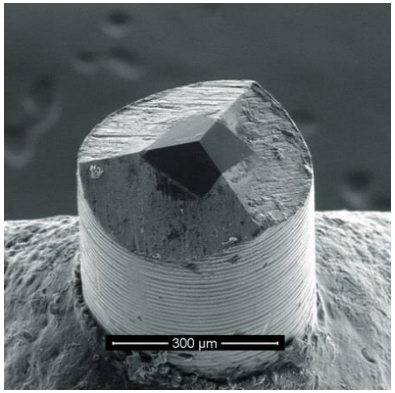
δ-Ferrit Orientierungsmapping mit Elementarzellen





Nanoindentierung

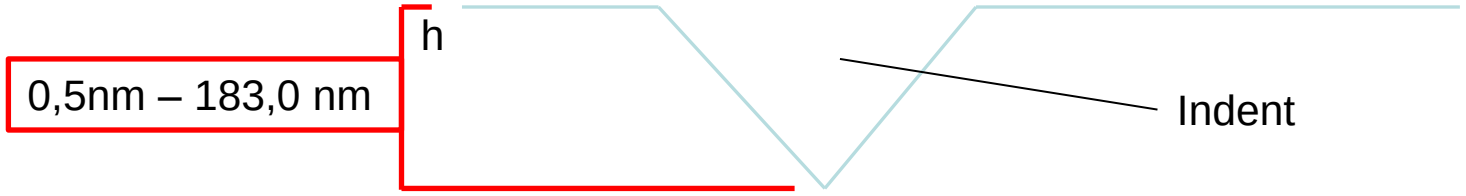
Die Nanoindentierung hilft bei der Charakterisierung der mechanischen Eigenschaften, wie Nanohärte und E-Modul dünnster Schichten und einzelner Phasen



<u>Eindringkörper:</u>

- Berkovich- Eindringkörper
- Spitzenwinkel 142,3°

<u>Area function:</u> 0,5 nm – 183 nm against Quarz



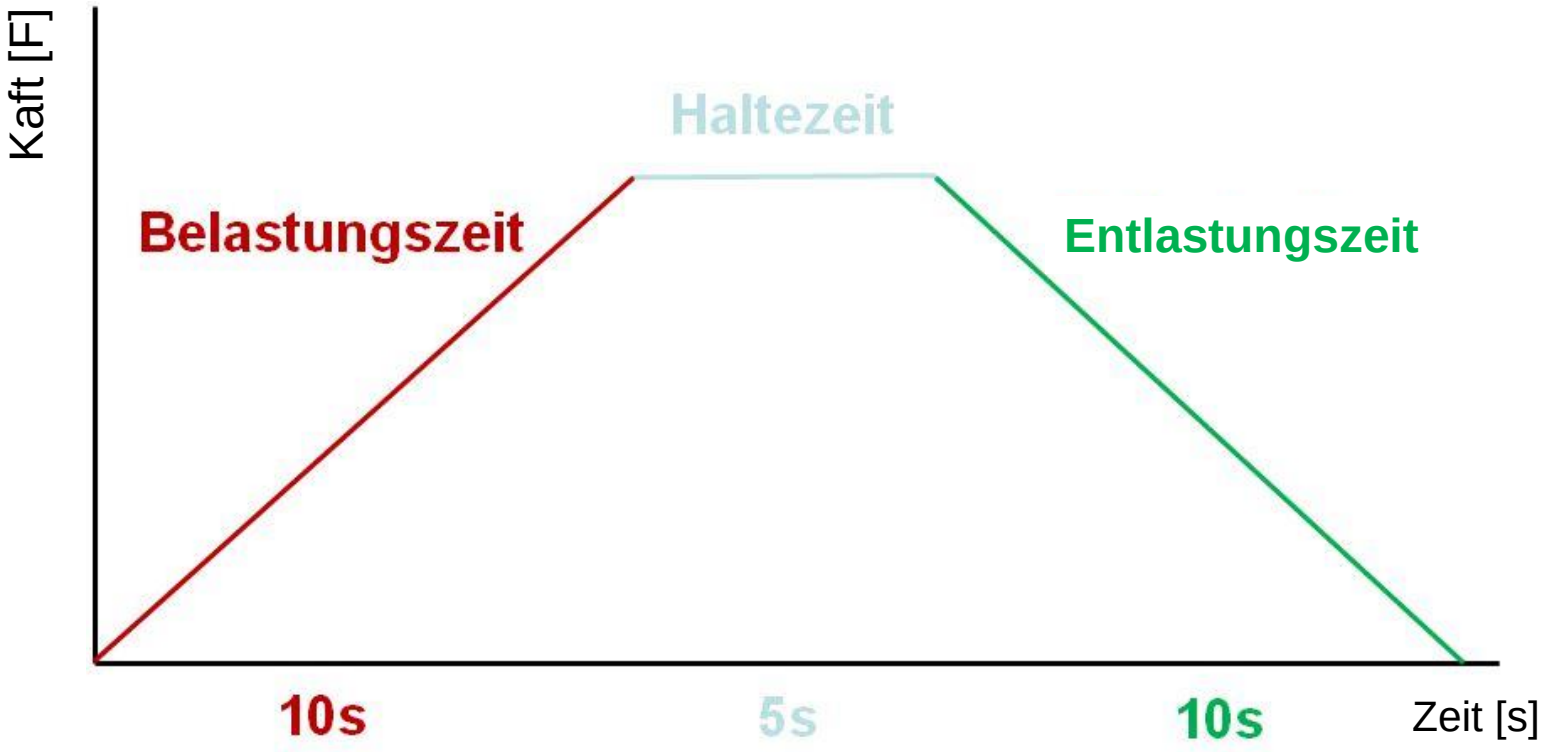
Gibt den Gültigkeitsbereich für die bleibende Eindringtiefe eines Härte-eindrucks an. Die Referenzmessung wird an Quartz durchgeführt (ähnlich Kalibrierkörper)

Nanoindentierung

Steuerungsart: LC (Load Control)

- *Lastaufbringung bis definierte Kraft [F] erreicht ist*

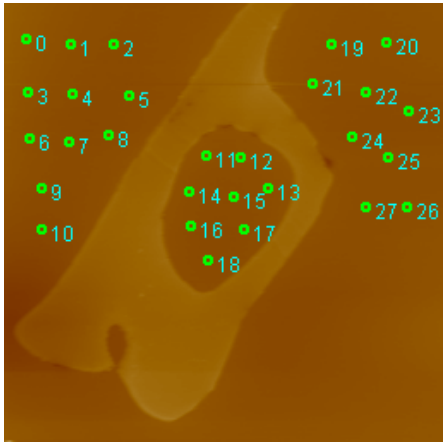
LC: 10s -5s-10s



Nanoindentierung

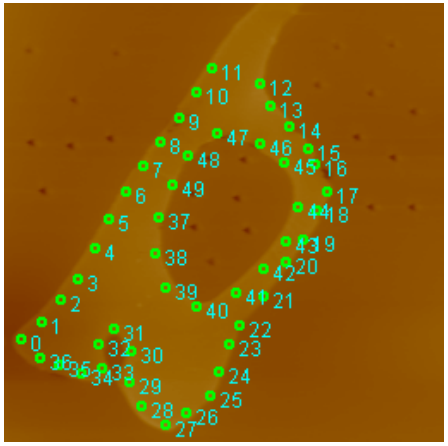
Versuchsdurchführung:

Austenit



Scan size 30 µm x 30 µm (Topografie)

Ferritrand



Scan size 30 µm x 30 µm (Topografie)

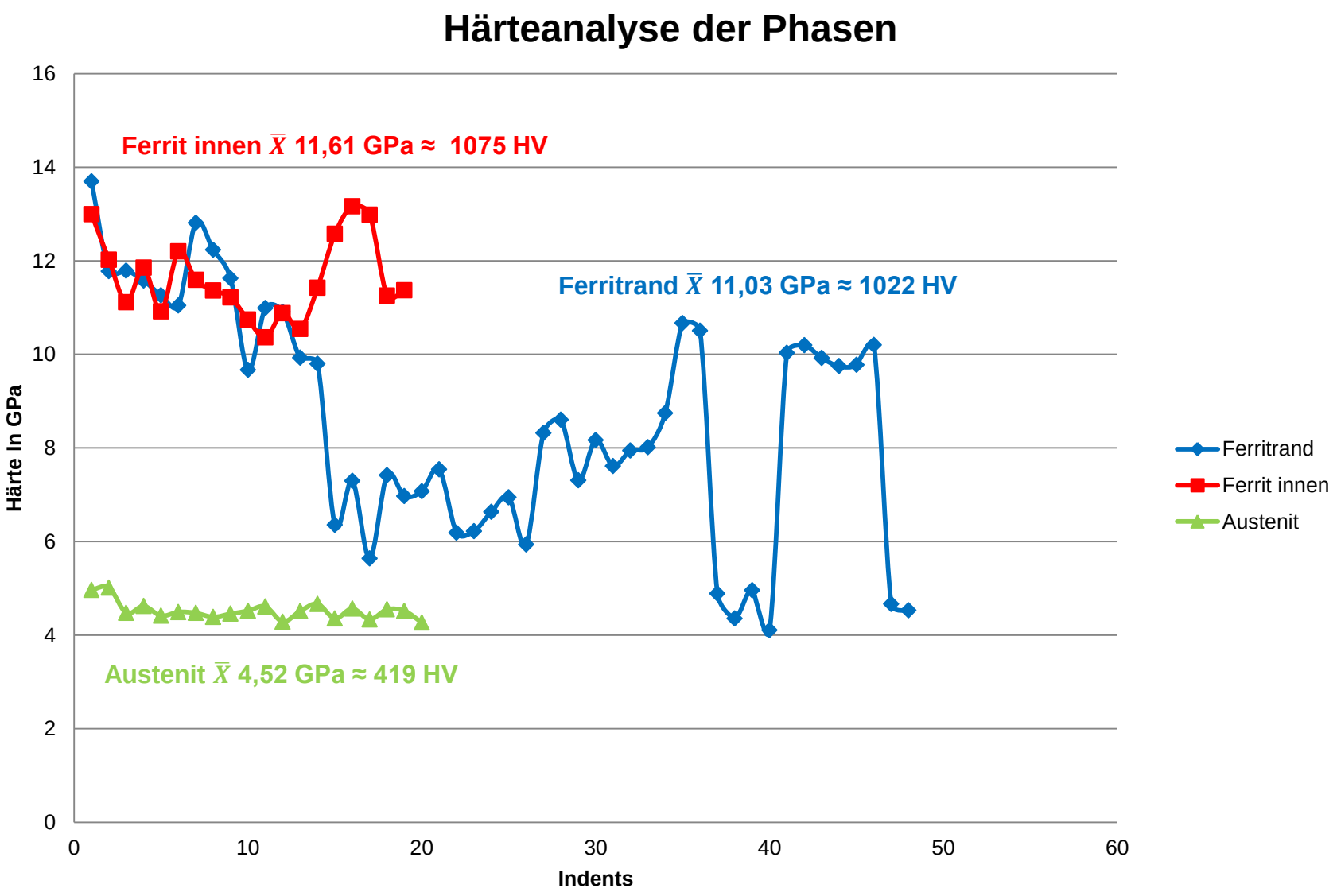
Ferrit mittig

Scan size 30 µm x 30 µm (Gradient)

Mögliche Resultate:

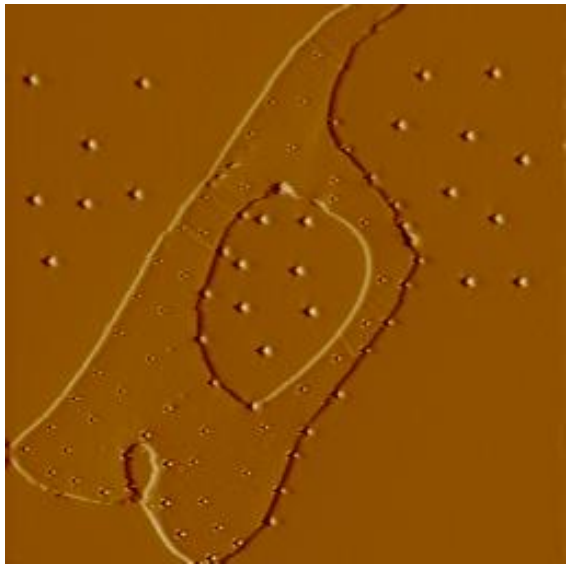
- Drei unterschiedliche Härtewerte
  - ➢ Drei Phasen: Austenit, Delta-Ferrit und Sigma-Phase
- Zwei unterschiedliche Härtewerte
  - ➢ Zwei Phasen: Austenit und Delta-Ferrit

Nanoindentation

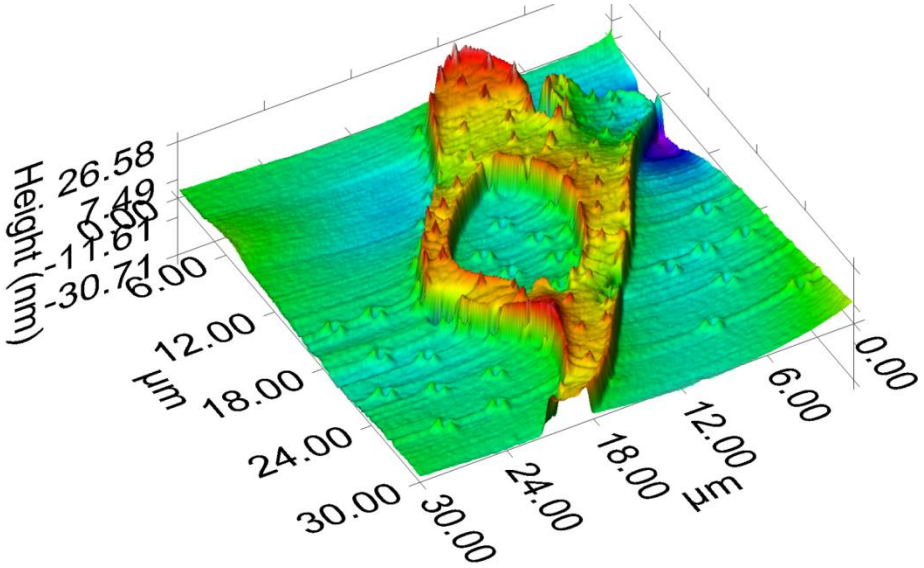


Nanoindentierung

Bilddarstellung der Indentierung:



Gradient mittels SPM
Scan size 30 µm x 30 µm



3D-Darstellung

Fazit

- **Die metallografische Untersuchung, sowie EBSD-Analyse und Nanoidentation ergeben, dass der Werkstoff keine Sigma Phase enthält**
- **Nachweis der unterschiedlichen Kornorientierung durch Ätzverfahren und EBSD**
- **Aufschluss über die spezielle Härte des δ-Ferrits und des Austenits mittels Nanoindentierug**

Quellen

- http://practicalmaintenance.net/
- http://www.metallograf.de/
- http://maschinenbau-student.de/home.php
- http://bm3.unl.edu/

Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit