Anwendbarkeit unterschiedlicher Wärmebehandlungsrouten beim Presshärten von Mittelmanganstahl

Von der Fakultät für Georessourcen und Materialtechnik der
Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule Aachen

zur Erlangung des akademischen Grades einer

Doktorin der Ingenieurwissenschaften

genehmigte Dissertation

vorgelegt von

Charline Blankart, M.Sc.

Berichtende: **Herr Univ.-Prof. Dr.-Ing. habil. Ulrich Krupp**
Herr Univ.-Prof. Dr. rer. nat. Robert Brandt

Tag der mündlichen Prüfung: 07.12.2023

Diese Dissertation ist auf den Internetseiten der Universitätsbibliothek online verfügbar

Danksagung

Diese Dissertation entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin am Institut für Eisenhüttenkunde und im Rahmen des Exzellenzclusters „Internet of Production“ der RWTH Aachen University, welches von der Deutschen Forschungsgemeinschaft (DFG) gefördert wurde.

Mein besonderer Dank gilt Professor Ulrich Krupp für die wissenschaftliche Betreuung dieser Arbeit sowie für die hilfreichen Anregungen und Diskussionen. Des Weiteren möchte ich mich auch sehr bei Professor Robert Brandt für die Übernahme des Koreferats bedanken.

Weiterhin danke ich meinen Projektpartnern vom Institut für Bildsame Formgebung und Institut für Werkstoffanwendungen im Maschinenbau für ihre tatkräftige Unterstützung und die erfolgreiche Zusammenarbeit.

Meinen herzlichen Dank möchte ich natürlich auch allen meinen Freunden und Kollegen am Institut für Eisenhüttenkunde für die angenehme und kooperative Arbeitsatmosphäre aussprechen. Besonders möchte ich mich hierbei bei Jana Pöpperlová, Alexander Gramlich, Christoph Dahlmann, Jing Wang, Marion Kreins, Lars Bähren, Michael Schillheim, Thomas Bugiel und Yuling Chang bedanken.

Schließlich möchte ich meinen Eltern Marita und Ralph, meinen Großeltern Gisela und Hanjo, meinem Bruder Maik und meinem Partner Robin für ihre anhaltende Unterstützung und Zuspruch danken, ohne welche die Fertigstellung dieser Arbeit nicht möglich gewesen wäre.

Zusammenfassung

Presshärten von Mangan-Bor-Stählen ist einer der effizientesten Produktionsprozesse für hochfeste Komponenten im Automobilbau. Die Restumformbarkeit dieser Blechkomponenten wird jedoch stark durch die Bildung einer vollständig martensitischen Mikrostruktur eingeschränkt. Um den Einsatz pressgehärteter Komponenten auch auf Bereiche des Fahrzeugs mit einer Anforderung an eine hohe Energieabsorption auszuweiten, gewinnt der Einsatz von Advanced High Strength Steels der dritten Generation, hier sind insbesondere Mittelmanganstähle zu nennen, zunehmend an Bedeutung. Das Legierungskonzept dieser Stähle ermöglicht es die kritische Abkühlrate und die A_{c3}-Temperatur im Vergleich zu Mangan-Bor-Stählen deutlich zu senken, während ein gewisser Anteil an Restaustenit die Duktilität des Materials verbessern soll. Daher wird in der vorliegenden Arbeit das Anwendungspotential des Mittelmanganstahls Fe-0,3C-5Mn-1,5Si im Presshärteprozess in Kombination mit einer interkritischen Wärmebehandlung oder einer Quenching & Partitioning-Behandlung untersucht. Diese Wärmebehandlungen führen im Allgemeinen zu ultrafeinkörnigen, mehrphasigen Mikrostrukturen, welche neben Restaustenit verschiedene kubisch-raumzentrierte Phasen, wie frischen und angelassenen Martensit sowie Ferrit mit unterschiedlichen Kohlenstoffgehalten aufweisen.

Da je nach Phasenanteil auch stark unterschiedliche mechanische Eigenschaften zu erwarten sind, ist die qualitative Unterscheidung aber auch die quantitative Bestimmung der kubisch-raumzentrierten Phasen von außerordentlicher Bedeutung, um die Korrelation zwischen Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften verstehen zu können. In der vorliegenden Studie wird gezeigt, dass der mittels Elektronenrückstreubeugung bestimmte Kornmittelwert des Band Slopes ein geeigneter Differenzierungsparameter ist, um sowohl frischen und angelassenen Martensit als auch Martensit und Ferrit quantitativ zu unterscheiden, was durch einen Vergleich der Kohlenstoffverteilung mittels Elektronenstrahlmikroanalyse validiert wurde.

Anschließend wurden Dilatometerversuche durchgeführt, um die Kinetik der Phasenumwandlung von Fe-0,3C-5Mn-1,5Si zu verstehen. Basierend auf den Ergebnissen der Dilatometerversuche und der Elektronenrückstreubeugung wurde die Koistinen-Marburger-Gleichung für den untersuchten Mittelmanganstahl angepasst.

Entsprechend den Erkenntnissen wurden geeignete Prozessfenster für die interkritische Wärmebehandlung und das Quenching & Partitioning bestimmt und sowohl im Dilatometer als auch in Salzbädern reproduziert.
In Bezug auf die Quenching & Partitioning-Bedingungen wurde ersichtlich, dass die Temperatur des ersten Abschreckschritts ein wichtiger Einflussfaktor ist, welcher die Phasenanteile bestimmt. Hierbei wurde gezeigt, dass eine außergewöhnliche Eigenschaftskombination aus hoher Festigkeit und Duktilität erreicht werden kann, wenn der Phasenanteil des frischen Martensits weniger als 20 % beträgt, was wiederum mit einer Abschrecktemperatur ≤ 150 °C erreicht wurde. Höhere Mengen an frischem Martensit führen aufgrund der Unterschiede in der Plastizität der verschiedenen Phasen zu erhöhten Spannungen an den Grenzflächen und sprödem, interkristallinem Bruch.
Im Gegensatz zu den Quenching & Partitioning-Zuständen zeigen die interkritisch geglühten Proben ein diskontinuierliches Fließverhalten mit Lüders-Plateau und anschließendem Sägeblatt-ähnlichem Verlauf. Das Lüders-Plateau konnte nur bei dem Zustand abgeschwächt werden, in welchem auch frischer Martensit aufgrund unzureichender thermischer Stabilität des Austenits vorhanden ist. Folglich sind mehr mobile Versetzungen in der Mikrostruktur vorhanden, die die plastische Verformung tragen.
Ausgewählte Wärmebehandlungen wurden in einem Presshärteversuchsstand im Labormaßstab mit einem temperierbaren Werkzeug reproduziert. Obwohl bei der Integration des Quenching & Partitionings der optimale Entnahmezeitpunkt noch nicht genau eingestellt werden konnte, zeigen die ersten Experimente, dass durch die Kombination von Presshärten mit Quenching & Partitioning eine mehrphasige Mikrostruktur mit einem Restaustenitgehalt von mehr als 10 % erreicht werden kann. Um den optimalen Zeitpunkt der Komponentenentnahme zu ermitteln und somit bessere mechanische Eigenschaften zu erzielen, ist die Integration verbesserter Sensortechnologie unvermeidbar. Die Auswertung von Sensordaten in Kombination mit Ansätzen des Integrated Computational Materials Engineering würde es dann zudem ermöglichen, Eigenschaften auf Basis der Prozessroute vorherzusagen und Produktionsausschuss zu identifizieren oder durch eine angepasste Wärmebehandlung sogar zu vermeiden.

Abstract

Press-hardening of manganese-boron steels is one of the most efficient production processes for high strength automotive components. However, the residual formability of these sheet components is greatly limited by the formation of a fully martensitic microstructure. To extend the application of press-hardened components also to impact energy-absorptive parts of the vehicle body, the use of third-generation advanced high strength steels, especially medium manganese steels, is gaining increasing attention. The alloying concept of these steels allows the critical cooling rate and the A_{c3}-temperature to be significantly lowered compared to manganese-boron steels, while introducing a certain amount of retained austenite improves the ductility of the material. Therefore, the present research analyzes the application potential of press-hardening of a medium manganese steel (Fe-0,3C-5Mn-1,5Si) in combination with an intercritical annealing or quenching & partitioning treatment. These heat treatments lead in general to ultrafine-grained multiphase microstructures containing retained austenite and different body-centered cubic phases, such as fresh martensite, tempered martensite, and ferrite, with different carbon content each. Since, depending on the phase fractions, strongly different mechanical properties are expected, the qualitative distinction but also the quantitative determination of the body-centered cubic phases are of extraordinary importance to be able to understand the correlation between microstructure and mechanical properties. In the present study, it is shown that using phase maps combined with grain average band slope of electron backscatter diffraction measurements is a suitable method to distinguish quantitatively fresh and tempered martensite as well as martensite and ferrite which was validated by electron probe micro analysis.

Thermodynamic simulation and dilatometer experiments were performed and analyzed to understand the phase transformation kinetics of Fe-0,3C-5Mn-1,5Si. Based on dilatation results and electron backscatter diffraction analysis, the Koistinen-Marburger equation was adapted to fit the investigated medium manganese steel. According to the findings, suitable heat treatment process windows for intercritical annealing and quenching & partitioning were determined and reproduced in both the dilatometer and salt baths.

Regarding the quenching & partitioning conditions, quenching temperature has turned out to be an important influencing parameter determining the phase fractions.

It was shown that an exceptional property combination of high strength and ductility could be achieved when the phase fraction of fresh martensite was less than 20%, which was reached with a quenching temperature ≤150 °C. Higher amounts of fresh martensite lead, due to the difference in the plasticity of the different phases, to increased stresses at the interfaces and brittle intergranular fracture.

Unlike the quenching & partitioning conditions, the intercritically annealed samples show discontinuous yielding behavior with Lüders-plateau and serrations. The Lüders-plateau could only be attenuated in the condition where also fresh martensite, due to insufficient thermal stability of the austenite, existed. Consequently, more mobile dislocations were present in the microstructure, which carry the plastic deformation.

Selected heat treatments which reached promising mechanical properties were reproduced in a laboratory-scale press-hardening system equipped with a heated hat-shaped tool. Even though the optimum temperature range of quenching temperature could not yet be precisely set in the press hardening tests carried out, initial experiments show that a multiphase microstructure with retained austenite fractions of more than 10% can be achieved by combining press hardening with quenching & partitioning. To match the optimum time for component removal and thus achieve better mechanical properties, the integration of improved sensor technology, is indispensable. The evaluation of sensor data in combination with approaches of integrated computational materials engineering would also allow to predict properties based on process control and to identify production scrap or to avoid it by an adapted heat treatment.

Inhaltsverzeichnis

Abkürzungsverzeichnis viii
Symbolverzeichnis x
1 Motivation und Zielsetzung 1
2 Stand der Technik 4
2.1 Presshärteprozess 4
2.1.1 Direktes Presshärten am Beispiel von 22MnB5 5
2.1.2 Aktuelle Herausforderungen im Presshärten 8
2.2 Prozessvarianten zur Erhöhung der Duktilität pressgehärteter Bauteile 9
2.2.1 Spezifische Austenitisierungsstrategien 9
2.2.2 Spezifische Abkühlstrategien 10
2.2.3 Spezifisches Anlassen 12
2.3 Werkstoffe zur Erhöhung der Duktilität pressgehärteter Bauteile 12
2.4 Mittelmanganstähle 13
2.4.1 Legierungskonzept 14
2.4.2 Wärmebehandlungsstrategien 15
2.4.3 Verformungsverhalten 22
2.4.4 Restaustenitstabilität 29
2.4.5 Presshärten von Mittelmanganstahl 30
3 Experimentelle Durchführung 32
3.1 Werkstoffe 32
3.2 Dilatometrie 34
3.3 Mikrostrukturuntersuchung 36
3.3.1 Lichtoptische Mikroskopie 36
3.3.2 Rasterelektronenmikroskopie 37
3.3.3 Elektronenrückstreubeugung 37
3.3.4 Elektronenstrahlmikroanalyse 42
3.3.5 Röntgenbeugung 42
3.4 Mechanische Prüfung 43
3.4.1 Zugversuche 43
3.4.2 Härteprüfung 44
3.5 Presshärteversuche 45
4 Ergebnisse 49
4.1 Charakterisierung der Ausgangs- und Vergleichszustände 49
4.1.1 Umwandlungsverhalten 49
4.1.2 Mikrostruktur und mechanische Eigenschaften 50
4.2 Charakterisierung ultrafeiner mehrphasiger Mikrostrukturen 52
4.2.1 Lichtoptische und rasterelektronenmikroskopische Untersuchung 52
4.2.2 Elektronenrückstreubeugung und Elektronenstrahlmikroanalyse 54

4.3 Quenching & Partitioning 59
4.3.1 Bestimmung geeigneter Quenching-Temperaturen 59
4.3.2 Einfluss der Quenching-Temperatur auf die Mikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften 60
4.3.3 Einfluss der Partitioningdauer auf die Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften. 65
4.4 Interkritisches Glühen 68
4.4.1 Einfluss der Glühtemperatur und -dauer auf die Mikrostruktur 68
4.4.2 Einfluss der Glühtemperatur und -dauer auf die mechanischen Eigenschaften 72
4.4.3 Untersuchung des inhomogenen Verformungsverhaltens 74
4.4.4 Einfluss einer zweistufigen interkritischen Glühbehandlung auf die Mikrostruktur 77
4.4.5 Einfluss einer zweistufigen interkritischen Glühbehandlung auf die mechanischen Eigenschaften 80
4.5 Übertragbarkeit auf den Presshärteprozess 81
4.5.1 Presshärten mit kombinierter Quenching & Partitioning-Behandlung 82
4.5.2 Presshärten mit vorherigem interkritischem Glühen 93
5 Diskussion 96
5.1 Mikrostrukturanalyse 96
5.1.1 Bewertung der Unterscheidung von frischem und angelassenem Martensit 96
5.1.2 Einfluss des Quenching & Partitionings auf die Mikrostruktur 99
5.1.3 Einfluss des interkritischen Glühens auf die Mikrostruktur 101
5.1.4 Einfluss lokal inhomogener chemischer Zusammensetzung auf die Mikrostruktur 103
5.2 Korrelation der Mikrostruktur mit den mechanischen Eigenschaften 105
5.2.1 Quenching & Partitioning 106
5.2.2 Interkritisches Glühen 108
5.3 Bewertung der Anwendbarkeit von Mittelmanganstahl im Presshärten 113
6 Schlussfolgerung und Ausblick 118
7 Literatur 120

Abkürzungsverzeichnis

AHSS	*Advanced High Strength Steel*
AR	*Längen zu Breiten - Verhältnis (engl. Aspect Ratio)*
BC	*Band Contrast*
BS	*Band Slope*
BSE	*Rückstreuelektron (engl. Backscatter Electron)*
CCE	*Constrained Carbon Equilibrium*
DIC	*Digitale Bildkorrelation (engl. Digital Image Correlation)*
DS	*Zweistufiges interkritisches Glühen (engl. Double Soaking)*
EBSD	*Elektronenrückstreubeugung (engl. Electron Backscatter Diffraction)*
EDX	*Energiedispersive Röntgenspektroskopie*
ESMA	*Elektronenstrahlmikroanalyse*
FEM	*Finite-Elemente-Methode*
FM	*Frischer Martensit*
FWHM	*Halbwertsbreite (engl. Full Width at Half Maximum)*
GND	*Geometrisch notwendige Versetzung (engl. Geometrically Necessary Dislocation)*
GOS	*Kornorientierungsstreuung* (*engl. Grain Orientation Spread*)
IA	*Interkritisches Glühen (engl. Intercritical Annealing)*
ICME	*Integrated Computational Materials Engineering*
IPF	*Inverse Polfigur*
IQ	*Bildqualität (engl. Image Quality)*
KAM	*Kernel Average Misorientation*
kfz	*Kubisch-flächenzentriert*
KG	*Korngröße*
KI	*Künstliche Intelligenz*
K-M	*Koistinen-Marburger*
krz	*Kubisch-raumzentriert*
LOM	*Lichtoptische Mikroskopie*
MMnS	*Mittelmanganstahl*
MnB	*Mangan-Bor Stahl*
OPS	*Oxid-Polier-Suspension*

PLC	*Portevin-Le Chatelier*
Q&P	*Quenching & Partitioning*
RA	*Restaustenit*
REM	*Rasterelektronenmikroskopie*
SE	*Sekundärelektron*
TM	*Angelassener Martensit (engl. Tempered Martensite)*
trz	*Tetragonal-raumzentriert*
TRIP	*Transformation Induced Plasticity*
TWIP	*Twinning Induced Plasticity*
UCI	*Ultrasonic Contact Impedance*
XRD	*Röntgenbeugung (engl. X-Ray Diffraction)*
YPE	*Lüdersdehnung (engl. Yield Point Elongation)*
ZTU	*Zeit-Temperatur-Umwandlung (Schaubild)*

Symbolverzeichnis

A_{c1} (°C)	*Temperatur, bei der die Umwandlung des Ferrits in Austenit beim Aufheizen beginnt*
A_{c3} (°C)	*Temperatur, bei der die Umwandlung des Ferrits in Austenit beim Aufheizen vollendet ist*
A_g (%)	*Gleichmaßdehnung*
A_{15}, A_{30} (%)	*Bruchdehnung*
α	*Ferrit*
α‘	*Martensit*
d_{hkl} (nm)	Netzebenenabstand mit den Indizes h, k und l
γ	*Austenit*
f_M	*Martensitanteil*
λ (nm)	Charakteristische Wellenlänge der Elektronen
M_f (°C)	*Temperatur, bei der beim Abschrecken die Umwandlung des Austenits in Martensit vollendet ist*
M_s (°C)	*Temperatur, bei der beim Abschrecken die Umwandlung des Austenits in Martensit beginnt*
R_{eH} (MPa)	*Obere Streckgrenze*
R_m (MPa)	*Zugfestigkeit*
$R_{p0,2}$ (MPa)	*Streckgrenze*
T_A (°C)	*Austenitisierungstemperatur*
T_{DS} (°C)	*Temperatur, bei der die zweiten interkritische Glühung durchgeführt wird*
T_{IA} (°C)	*Temperatur, bei der die einstufige bzw. erste interkritische Glühung durchgeführt wird*
T_Q (°C)	*Quenchingtemperatur*
T_P (°C)	*Partitioningtemperatur*
t_A (s)	*Austenitisierungsdauer*
t_{DS} (s)	*Dauer der zweiten interkritischen Glühung*
t_{IA} (s)	*Dauer der einstufigen bzw. ersten interkritischen Glühung*
t_P (s)	*Partitioningdauer*
Θ (°)	*Ein- und Ausfallwinkel*
w_i *(%)*	*Massenanteil des Elements i*

1 Motivation und Zielsetzung

Neben den steigenden Anforderungen an die Sicherheit der Fahrzeuginsassen wird die Reduzierung der CO_2-Emissionen aufgrund der verschärften gesetzlichen Regulierungen zum Umweltschutz für die Automobilindustrie immer wichtiger. Ein naheliegender Ansatz zur Senkung des CO_2-Ausstoßes von Fahrzeugen ist die Reduzierung des Kraftstoffverbrauchs durch Leichtbau der Karosserie, wobei eine Gewichtsreduzierung von 10 % zu einem um 6-8 % geringeren Kraftstoffverbrauch führen kann [1, 2]. Um beide oben genannten herausfordernden Ziele zu erreichen, kann die Gewichtsreduzierung nur durch die Konstruktion dünnwandigerer Bauteile aus hochfesten Werkstoffen erlangt werden. Da die Herstellung komplexer Geometrien mit zunehmender Materialfestigkeit und damit einhergehender reduzierter Umformbarkeit immer schwieriger wird, stoßen Kaltumformverfahren wie das Tiefziehen schnell an ihre Grenzen. Nachteilig sind insbesondere die hohen erforderlichen Presskräfte, hohe Verschleißraten und auftretende Rückfederungseffekte, die die erforderliche Maßhaltigkeit der kaltumgeformten Teile beeinträchtigen [3–5].

Mit dem Blechwarmumformverfahren Presshärten, bei welchem Umformung und Härten in einem Prozessschritt kombiniert werden, können die genannten Nachteile der Kaltumformung jedoch überwunden werden, was dieses Verfahren zu einem der effizientesten zur Herstellung von hochfesten crash-relevanten Bauteilen, wie der B-Säule, macht [6, 7]. Derzeit werden für das Presshärten hauptsächlich Mangan-Bor Stähle (MnB), wie 22MnB5, eingesetzt. Diese Stähle weisen im Ausgangszustand ein ferritisch-perlitisches Gefüge auf, welches durch Austenitisieren und anschließendem kombinierten Warmumformen und Abschrecken vollständig in Martensit umgewandelt wird. Legierungselemente wie Kohlenstoff, Mangan und Bor erhöhen dabei die Festigkeit und unterdrücken vor allem die diffusionsgesteuerte Ferrit-Perlit-Umwandlung [8, 9].

Allerdings wird die Restumformbarkeit durch die vollständige Martensitbildung stark reduziert, weshalb sich diese Bauteile nur bedingt für stoßenergieabsorbierende Komponenten der Karosserie eignen. Aus diesem Grund rücken Tailoring-Methoden [10–12], wie das Tailored Tempering mit teilbeheizbaren Werkzeugen oder speziellen Ofenmodulen mit unterschiedlichen Temperaturzonen zur präzisen lokalen Wärmebehandlung, sowie der Einsatz von Advanced High Strength Steels (AHSS) der drit-

ten Generation [13, 14], weiter in den Fokus der Forschungs- und Entwicklungsaktivitäten im Bereich des Presshärtens.

Mittelmanganstähle (MMnS) mit einem Mn-Massenanteil von 4-12 % gehören als Vertreter der dritten Generation von AHSS durch ihren guten Kompromiss aus Materialkosten und mechanischen Eigenschaften zu den vielversprechendsten zukünftigen Werkstoffkonzepten für das Presshärten. Im Vergleich zu 22MnB5 weisen MMnS aufgrund des angepassten Legierungskonzepts eine deutlich niedrigere kritische Abkühlrate sowie niedrigere Phasenumwandlungstemperaturen auf, was wiederum mit einem reduzierten Energieverbrauch bei Wärmebehandlungen verbunden ist [15]. Darüber hinaus führt die niedrigere Vorwärmtemperatur zu einem vergleichsweise feineren Gefüge, was sowohl die Festigkeit als auch die Duktilität des Werkstoffs positiv beeinflusst [16]. Je nach thermischer Behandlung, z.B. interkritisches Glühen (IA) [17, 18], Double Soaking (DS) [19, 20] oder Quenching & Partitioning (Q&P) [21, 22], kann MMnS ein ultrafeinkörniges, mehrphasiges Gefüge besitzen, das Ferrit, Martensit und Restaustenit (RA) enthalten kann. Dies kann besonders effektiv sein, um gleichzeitig hohe Festigkeit und Duktilität zu erreichen, weshalb es von besonderem Interesse ist das Potential der Integration dieser Wärmebehandlungsrouten der MMnS in den Presshärteprozess zu untersuchen.

Um diese außergewöhnliche Kombination mechanischer Eigenschaften zu erreichen, ist die Einstellung des Austenitgehalts und dessen Stabilität sowie das Verständnis des Einflusses der verschiedenen Phasen auf das plastische Verformungsverhalten von entscheidender Bedeutung. Daher ist eine qualitative und quantitative Phasenanalyse unabdingbar. Während die Unterscheidung zwischen kubisch-flächenzentriertem (kfz) Austenit und kubisch-raumzentriertem (krz) Ferrit bzw. Martensit anhand der Kristallstruktur, z.B. durch Röntgen- oder Elektronenrückstreubeugung, oder durch magnetische Messungen leicht möglich ist, ist die quantitative Bestimmung der auftretenden krz Phasen in einer Probe, insbesondere zwischen angelassenem Martensit (TM) und frischem Martensit (FM), schwieriger [23] und bedarf weiterer Forschung.

Da die Gefügeausbildung und somit die resultierenden Bauteileigenschaften bei MMnS sensitiv auf die Prozesshistorie des Materials reagieren, ist es wichtig die Produktionsschritte zu überwachen und die entsprechenden Werkstoff- und Prozessdaten als Eingangsinformationen für weiteres Werkstoff- und Prozessdesign bereitzustellen. Generell besteht die Herausforderung in der Entwicklung zuverlässiger und

schneller Entscheidungshilfen zur Bewertung und Vorhersage der Auswirkungen von Prozessschritten auf die Materialeigenschaften, sowie der resultierenden Bauteillebensdauer. Hierbei kann das Integrated Computational Materials Engineering (ICME) der rechnergestützten Auslegung, Steuerung und Optimierung sowohl des Fertigungsprozesses als auch der Werkstoffe für Bauteile mit maßgeschneiderten Eigenschaften dienen, indem zum einen die Gefüge- und resultierende Eigenschaftsentwicklung skalenübergreifend, von der atomistischen bis hin zur makroskopischen Ebene, entlang der Prozesskette simuliert werden und zum anderen anschließend auf Basis der Kopplung dieser Informationen mit der Belastung des Bauteils im Einsatz die Lebensdauer dieses abgeschätzt werden kann.

Ziel der Arbeit ist es zunächst für einen kostengünstigen MMnS geeignete Prozessfenster für die Wärmebehandlungsrouten IA und Q&P mittels Vorversuchen am Dilatometer zu identifizieren und den metallkundlichen Einfluss der Prozessparameter auf die Mikrostruktur zu verstehen. Hierzu soll zunächst eine passende Methodik zur Quantifizierung unterschiedlicher krz Phasen bestimmt werden. Zusätzlich steht die Korrelation von resultierenden mechanischen Eigenschaften mit der Mikrostruktur im Fokus. Durch die Übertragung ausgewählter Wärmebehandlungszustände auf das Presshärten im Labormaßstab sollen die Anwendbarkeit von MMnS im industriellen Presshärteprozess bewertet, sowie Herausforderungen und Optimierungspotentiale identifiziert werden. Die Kombination aus Mikrostrukturdaten, mechanischen Eigenschaften und aufgenommenen Prozessdaten für jeden Schritt der Prozesskette und jede Probe bzw. pressgehärtetes Bauteil sollen zudem als Datenbasis für zukünftiges ICME und Ansätze künstlicher Intelligenz (KI) dienen, um die Entwicklung von Zieleigenschaften entlang der Prozesskette echtzeitnah abschätzen zu können.

2 Stand der Technik

2.1 Presshärteprozess

Das Presshärten ist ein weit verbreitetes industrielles Produktionsverfahren zur Herstellung hochfester Blechbauteile, bei welchem Wärmebehandlung und Warmumformung kombiniert werden. Beim direkten Presshärten wird eine Blechplatine nach dem Zuschnitt zunächst austenitisiert und anschließend in ein gekühltes Umformwerkzeug überführt, in welchem Warmumformung und Abschrecken simultan stattfinden [8]. Abschließend können die umgeformten Bleche mittels mechanischen Schneidens oder Laserschneidens auf die finale Geometrie gebracht und nachbehandelt werden (**Abbildung 2.1**) [11].

Neben dem direkten Presshärten besteht die Möglichkeit des indirekten Presshärtens. Hierbei wird die Platine zunächst bis zu 95 % der finalen Geometrie kalt vorverformt, anschließend austenitisiert und in die Fertigform überführt, in welcher das vorgeformte Bauteil gezielt schnell abgekühlt und im Ofen entstandener Verzug ausgeglichen wird. Auch beim indirekten Presshärten können Beschnitt und Oberflächenbehandlungen folgen [7].

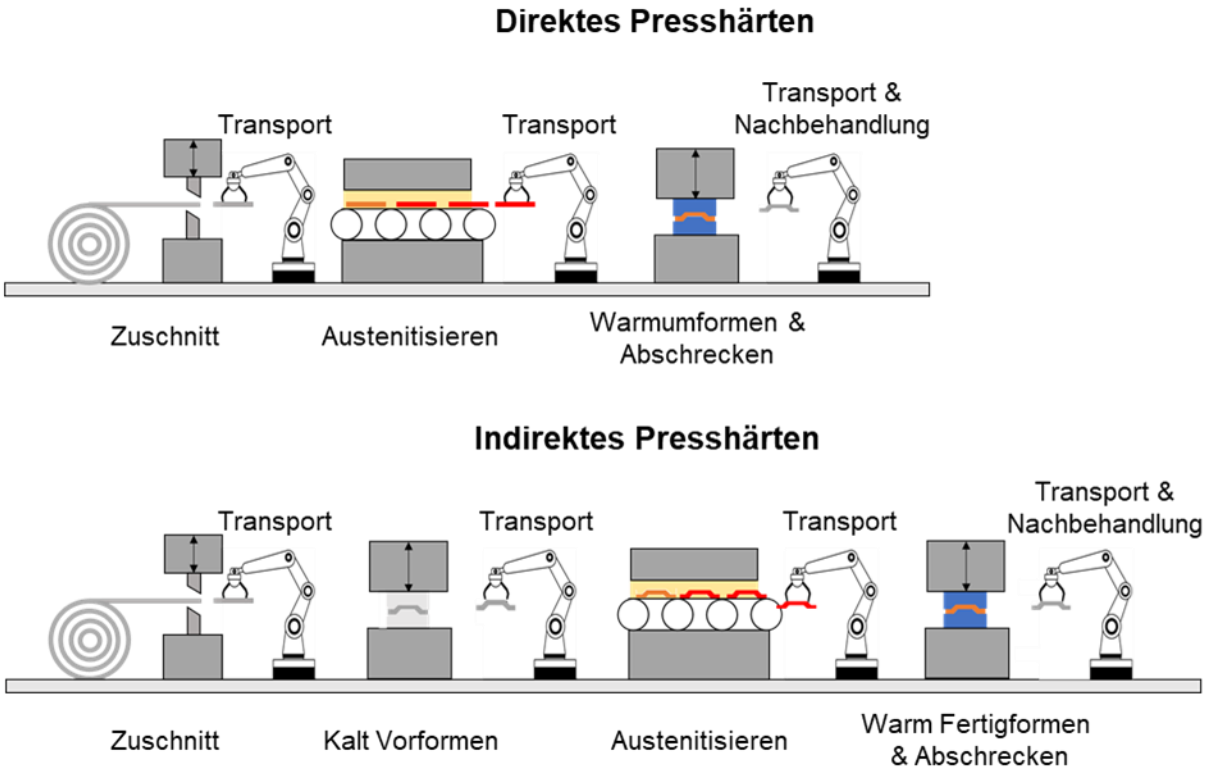


Abbildung 2.1: Schematische Darstellung der Prozessschritte des direkten und indirekten Presshärtens.

Üblicherweise werden derzeit vor allem MnB-Stähle für das Presshärten von Stahlbauteilen verwendet. Die meist eingesetzte Güte ist hierbei 22MnB5, welche nach dem Presshärten eine Zugfestigkeit im Bereich von 1500 MPa aufweist [24]. Ein zusätzlicher Festigkeitsgewinn kann durch den Einsatz von 28MnB5, 30MnB5 oder 34MnB5 erreicht werden, welche durch den erhöhten C-Gehalt eine höhere Härtbarkeit besitzen und im pressgehärteten Zustand Zugfestigkeiten bis zu 1900 MPa erreichen. Die Schweißbarkeit dieser Güten ist jedoch durch den erhöhten C-Gehalt eingeschränkt [24, 25]. Die Restumformbarkeit aller genannten Güten ist im pressgehärteten Zustand stark reduziert.

2.1.1 Direktes Presshärten am Beispiel von 22MnB5

Die chemische Zusammensetzung der im Presshärten meist verwendeten Stahlgüte 22MnB5 (1.5528) ist in **Tabelle 2.1** angegeben.

Tabelle 2.1: Chemische Zusammensetzung des 22MnB5 (Massenanteil in %).

Fe	C	Si	Mn	P	S	Al	Ti	B
bal.	0,21-0,25	max. 0,40	1,10-1,40	max. 0,025	max. 0,035	max. 0,080	0,015-0,045	0,0008-0,005

Im Anlieferungszustand (warm- oder kaltgewalzt) weist der Stahl ein ferritisch-perlitisches Gefüge auf [26, 27] und besitzt eine Streckgrenze und Zugfestigkeit von etwa 450 MPa bzw. 600 MPa [8, 24, 28, 29]. Des Weiteren liegen die für die Prozessauslegung wichtigen Umwandlungstemperaturen A_{c3}, Martensitstart (M_s) und Martensitfinish (M_f) für diesen Werkstoff, je nach exakter chemischer Zusammensetzung, zwischen 800-880 °C für A_{c3}, 410-450 °C für M_s und 260-280 °C für M_f [8, 30, 31].

Im Allgemeinen wird die Austenitisierung dieses Werkstoffs in einem Temperaturbereich zwischen 900-950 °C für 3-10 Minuten durchgeführt [29, 32]. Längere Haltezeiten oder höhere Austenitisierungstemperaturen führen zu steigenden Energiekosten und auch verstärktem Kornwachstum [28, 33, 34]. Eine kürzere Austenitisierungsdauer und niedrigere Austenitisierungstemperaturen können hingegen dazu führen, dass Legierungselemente inhomogen verteilt sind und nicht alle Karbide aufgelöst werden [26, 35]. Beide Abweichungen beeinflussen die Festigkeit des Materials negativ und können daher zu unerwünschtem Bauteilausschuss führen.

Neben einer geeigneten Austenitisierungstemperatur und -dauer sind zusätzlich Verzunderung und Entkohlung zu beachten. Im oben genannten Austenitisierungsfenster entsteht auf dem unbeschichteten Stahlsubstrat in sauerstoffhaltiger Atmosphäre

eine Zunderschicht, welche nach dem Presshärten durch einen zusätzlichen Prozessschritt entfernt werden muss [8, 32, 36]. Zudem führt die harte Zunderschicht zu erhöhtem Verschleiß am Presshärtewerkzeug und zu einer schlechteren Wärmeübertragung zwischen Bauteil und Werkzeug [7, 8, 32]. Um die Oxidation während des Prozesses zu reduzieren, wird daher derzeitig im direkten Presshärten vor allem AlSi-beschichtetes Bandmaterial eingesetzt [7, 8]. Nachteil dieser Beschichtung ist jedoch die mögliche Beschädigung von Ofenführungsrollen durch Anhaftungen [37], die Bildung intermetallischer Phasen mit schlechter Umformbarkeit [32, 38, 39] und der fehlende aktive Korrosionsschutz für den späteren Bauteileinsatz [8, 32, 36]. Dieser aktive Korrosionsschutz kann jedoch durch eine Verzinkung anstatt einer AlSi-Beschichtung gewährleistet werden [8]. Da Schmelz- und Siedepunkt des Zinks allerdings relativ niedrig sind, besteht die Gefahr der Flüssigmetallversprödung während der Warmumformung [40, 41], weshalb verzinktes 22MnB5 im direkten Presshärteprozess zurzeit nur in Kombination mit einem Zwischenkühlschritt vor der Umformung [42, 43] oder einer nur partiellen Austenitisierung unterhalb von 782 °C [44] anwendbar ist.

Nach der Austenitisierung wird die Platine innerhalb weniger Sekunden (<15 s) in das Presswerkzeug überführt [8]. Dies muss schnell geschehen, da sich beim Unterschreiten von 780 °C Bainit bzw. Ferrit bilden kann [30].

Durch den direkten Kontakt mit dem meist wassergekühlten Werkzeug können eine hohe Abkühlgeschwindigkeit erreicht und diffusive Phasenumwandlungen unterdrückt werden, wodurch MnB-Stähle im pressgehärteten Zustand bei fehlerfreiem Handling ein vollständig martensitisches Gefüge aufweisen. Da die Kohlenstofflöslichkeit im krz Gitter deutlich geringer ist, Diffusion jedoch unterdrückt wird, liegt der Kohlenstoff im abgeschreckten Zustand zwangsgelöst in den Oktaederlücken des raumzentrierten Eisengitters vor, was wiederum zu dessen tetraedrischen Verzerrung führen kann. Die kritische Abkühlgeschwindigkeit zur Bildung von Martensit liegt bei 22MnB5 hierbei bei technologisch umsetzbaren 25-30 K/s [8, 30]. Dies ist vor allem der Zugabe von Bor zuzuschreiben, da dieses im gelösten Zustand umwandlungsverzögernd wirkt, indem es an den Austenitkorngrenzen segregiert, die Korngrenzenenergie senkt und somit dort die Ferritkeimbildung verlangsamt [45–49]. Um Bor in der Matrix gelöst zu halten und die Bildung von Bornitriden zu unterdrücken, sind geringe Mengen an Aluminium und Titan dem 22MnB5 zulegiert (vgl. Tabelle 2.1). Sollte die kritische Abkühlgeschwindigkeit dennoch unterschritten werden, kommt es

zur Bildung von weicherem Bainit oder Ferrit-Perlit und daher wiederum zu Bauteilausschuss [7, 30, 50]. Die Gefügeentwicklung und die entsprechenden Eigenschaften (mit jeweiliger Nummerierung gekennzeichnete Bereiche) entlang der Prozesskette sind in **Abbildung 2.2** zusammengefasst.

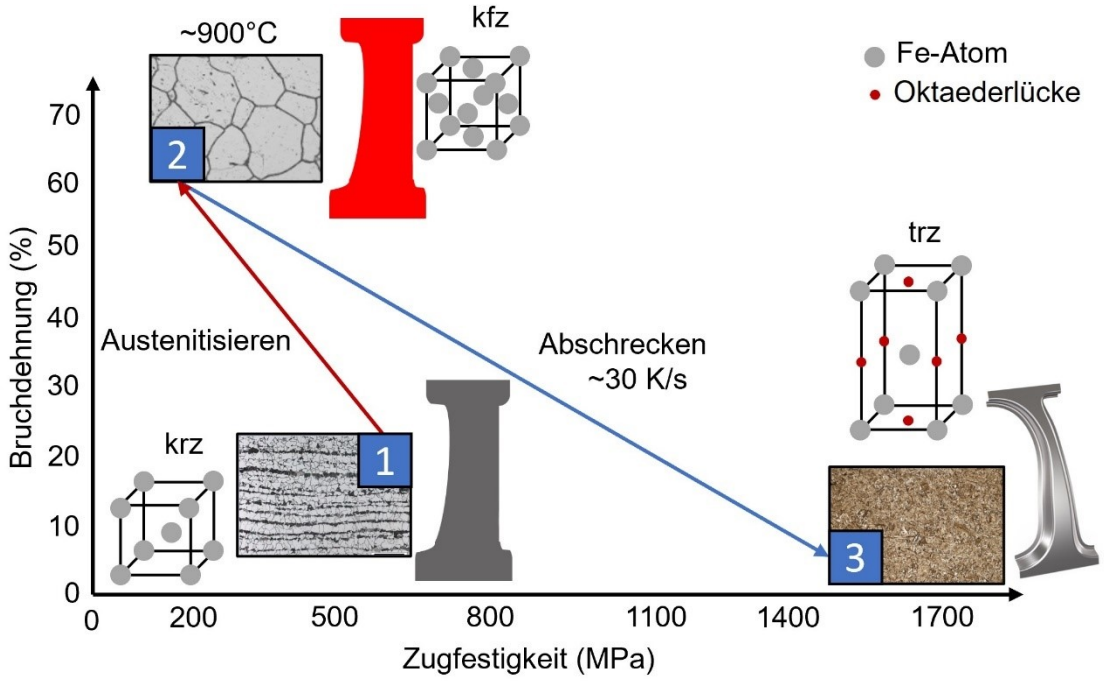


Abbildung 2.2: Schematische Darstellung der Gefüge- und Eigenschaftsentwicklung des 22MnB5 entlang der Prozessschritte des Presshärtens vom Ausgangszustand des Platinenzuschnitts „1“ über das Austenitisieren „2“ bis hin zur finalen B-Säule „3“ (in Anlehnung an [24]).

Da die Umformkräfte und somit der Verschleiß gering gehalten werden sollen, ist es zudem von außerordentlicher Wichtigkeit, dass der Umformprozess vor Beginn der Martensitumwandlung ($T>M_s$) abgeschlossen ist [8].

Die Umformtemperatur liegt daher zu Beginn, in Abhängigkeit von der Austenitisierungstemperatur, meist zwischen 800-850 °C, während das Bauteil am Ende der Umformung noch etwa 600-650 °C besitzt. Der Anpressdruck wird nach der Umformung weiter gehalten bis das Bauteil die M_f unterschritten hat [7].

Die so pressgehärteten Bauteile aus 22MnB5 erreichen eine sehr hohe Zugfestigkeit von bis zu 1500 MPa [8, 9], was es ermöglicht die Bauteildicke im Vergleich zu kaltgeformten Komponenten deutlich zu reduzieren [7, 51].

Zudem ermöglicht die höhere Umformtemperatur eine verbesserte Umformbarkeit und erleichtert somit die Erzeugung von Komponenten mit hoher Komplexität [7]. Die Maßhaltigkeit dieser Bauteile ist zudem durch die Reduzierung des Rückfederungseffekts durch die geringeren Eigenspannungen aufgrund der hohen Temperatur wäh-

rend der Umformung und der Volumenausdehnung bei der Phasenumwandlung während der Abkühlung im geschlossenen Werkzeug verbessert [52, 53].

2.1.2 Aktuelle Herausforderungen im Presshärten

Trotz der beschriebenen Vorteile des Presshärteprozesses gibt es weiterhin große Herausforderungen und Optimierungspotentiale. Ein Nachteil des Presshärtens im Vergleich zur Kaltumformung ist der hohe Energiebedarf [7, 15]. Heutzutage ist der verantwortungsvolle Umgang mit Energie aufgrund von Ressourcenknappheit und Klimawandel wichtiger denn je [15]. Um Ressourcen zu schonen und zusätzlich die Produktivität zu steigern, steht die Kürzung der Prozesszykluszeiten vor allem während der Austenitisierung aber auch während des Abkühlens im Werkzeug im Fokus der aktuellen Forschung [8, 9]. Besonders nachteilig ist der geringe Wirkungsgrad der mehrheitlich verwendeten Rollenherdöfen, sowie der benötigte Platz dieser. Eine Möglichkeit das Platzproblem zu lösen, besteht in der Verwendung von zweietagigen Rollenherdöfen oder von kompakten Infrarot-Öfen mit einer Vielzahl an Kammern. Im Vergleich zur klassischen konvektiven Erwärmung der Platinen im Rollenherdofen sind vor allem aber der Einsatz der direkten elektrischen Widerstandserwärmung der Platinen oder der induktiven Erwärmung vielversprechende Ansätze, die das Aufheizen stark beschleunigen und zusätzlich weniger Platz benötigen [54]. Die Beschleunigung des Aufheizens ist jedoch besonders bei AlSi-beschichteten Platinen nur eingeschränkt möglich, da diese zur Verhinderung des Aufschmelzens während des Prozesses eine notwendige Diffusionsschicht ausbilden müssen, welche wiederum einen definierten Zeit-Temperaturverlauf verlangt [7].

Ein weiterer Aspekt ist daher die Weiterentwicklung des Korrosionsschutzes. Wichtig ist hierbei neben dem Kosten- und Energiefaktor, dass die Platine während des Produktionsprozesses vor Verzunderung geschützt wird und zusätzlich ein aktiver Korrosionsschutz für den späteren Bauteileinsatz, zum Beispiel im Bereich des Unterbodenschutzes eines Fahrzeugs, besteht [9].

Im Fokus dieser Arbeit steht zudem vor allem, den Einsatzbereich pressgehärteter Bauteile, von derzeit meist nur Anti-Intrusion Komponenten, auch auf Strukturen, die zusätzlich zu einem hohen Widerstand gegen Intrusion eine hohe Energieabsorption aufweisen müssen, zu erweitern. Für das Beispiel einer optimierten B-Säule wird für ein gutes Anti-Intrusionsverhalten eine hohe Steifigkeit und Festigkeit im mittleren Bereich dieser verlangt, während die Umlenkung der Aufprallenergie in die Karosserie durch die Ausbildung eines plastischen Gelenks im Übergangsbereich zum

Schweller (und teils auch Dach) durch eine hohe Duktilität des Werkstoffs gewährleistet werden kann [7, 55, 56]. Durch die Ausbildung des plastischen Gelenkes kommt es zur Veränderung der Beanspruchung der B-Säule von zunächst einer Torsionsbelastung zu einer Belastung auf Normalkraft.
Mögliche Ansätze diese Eigenschaften einzustellen, betreffen unter anderem die Anpassung des Produktionsprozesses und/oder die Anwendung neuer Materialien und werden im Folgenden ausführlich diskutiert.

2.2 Prozessvarianten zur Erhöhung der Duktilität pressgehärteter Bauteile

Während klassisch pressgehärtete Bauteile sich besonders für Anti-Intrusions Bauteile der Karosserie, wie z.B. die klassische A- und B-Säule, hinterer Stoßfänger oder Türverstärkungen, eignen und eine verformungsresistente Sicherheitszelle bilden, ist die Anwendung auf stoßenergieabsorbierende Komponenten des Fahrzeugs aufgrund der geringen Restumformbarkeit (Bruchdehnung 5-7 %) begrenzt [7, 8]. Um den Anwendungsbereich des Presshärtens auch auf solche Bauteile auszudehnen, wurden Verfahrensvarianten zur lokalen Anpassung der Mikrostruktur und der damit einhergehenden mechanischen Eigenschaften (Tailored Properties) von pressgehärteten MnB-Stahlbauteilen umfassend erforscht [6, 9, 55, 12, 57]. Ziel ist es hierbei im Ausgangsmaterial mit homogener chemischer Zusammensetzung und Blechdicke Zonen unterschiedlicher Plastizität einzustellen, wobei die harten Zonen vollständig aus Martensit bestehen sollen, während die weichen Bereiche keinen oder nur einen geringen martensitischen Anteil besitzen. Ein Beispiel für ein Bauteil, bei welchem die gezielte Einstellung lokaler mechanischer Eigenschaften von Vorteil ist, ist die oben genannte optimierte B-Säule. Bei dieser ist es gewünscht, dass im Falle eines Seitenaufpralls der untere Bereich ein hohes Energieabsorptionsvermögen besitzt, während der mittlere Bereich weiterhin eine sehr hohe Festigkeit und Intrusionswiderstand besitzen muss, um die Insassen zu schützen [55, 58].
Die möglichen Ansätze, die Eigenschaften während des Produktionsprozesses gezielt lokal einzustellen, werden im Weiteren detaillierter beschrieben.

2.2.1 Spezifische Austenitisierungsstrategien

Ein Ansatz zur Erhöhung der Duktilität pressgehärteter Bauteile ist die Einstellung einer definierten lokal unterschiedlichen Austenitisierung, wobei sich bei der anschließenden Abkühlung im Werkzeug nur die austenitischen Bereiche in hochfesten

Martensit umwandeln, während die übrigen Bereiche ein ferritisch-perlitisches/ferritisch-bainitisches Gefüge aufweisen. Feuser [12] unterscheidet hierbei zwischen drei möglichen Erwärmungszyklen:

(1) Das Blech wird zunächst oberhalb A_{c3} erwärmt, um vollständig austenitisiert zu werden. Danach werden nur die gewünschten weicheren Bereiche auf eine Temperatur unter A_{c1} abgekühlt, bei welcher die Zersetzung des Austenits in Ferrit und Perlit stattfindet, bevor das Blech umgeformt und abgekühlt wird [59]. Eine Möglichkeit der Umsetzung besteht durch die Verwendung von Ofensystemen mit unterschiedlich temperierten Ofenkammern [60].

(2) Das Blech wird nur in den Bereichen, die beim Abkühlen aushärten sollen, austenitisiert, während die gewünschten weicheren Regionen unterhalb von A_{c1} gehalten werden, um eine Phasenumwandlung zu verhindern. Dies kann z.B. durch Verwendung von keramischen oder gekühlten Stahl Abdeckkörpern mit hoher Wärmekapazität in bereits installierter Ofentechnik [61, 62], mittels schneller lokaler elektrischer Bypass-Widerstandsheizung [63] oder durch Einspannung zwischen Heizplatten geschehen [54].

(3) Das Blech wird zunächst auf eine Temperatur nahe A_{c1} erwärmt; anschließend werden nur die Bereiche, die beim Abkühlen aushärten sollen, zur Austenitisierung kurz über A_{c3} erhitzt [64].

Die beschriebenen, differenziell erwärmten Varianten führen jedoch zu großen Wärmeübergangszonen, da die innere Wärmeleitung nicht begrenzt werden kann [57]. In diesen Übergangszonen nimmt die Härte allmählich vom martensitischen zum ferritisch-perlitischen Bereich ab [24, 64]. Zudem wird die Umformbarkeit durch die kälteren Zonen negativ beeinflusst.

2.2.2 Spezifische Abkühlstrategien

Eine weitere Möglichkeit der Eigenschaftsanpassung durch Prozessanpassungen besteht in der Einstellung spezifisch unterschiedlicher (werkzeuginterner) Abkühlraten für verschiedene Bereiche des Bauteils nach der vollständigen Austenitisierung.
Eine Möglichkeit hierfür ist das Tailored Tempering, bei welchem teilbeheizte Werkzeuge zum Einsatz kommen, die lokal geringere Temperaturgradienten und Abkühlraten aufweisen und somit eine martensitische Umwandlung verhindern [12, 65, 66].
Der Unterschied bezüglich des entstehenden Gefüges und der Festigkeiten beim klassischen direkten Presshärten und dem partiellen Presshärten mittels Tailored Tempering ist am Beispiel einer B-Säule aus 22MnB5 in **Abbildung 2.3** dargestellt.

Während durch die schnelle Abkühlrate im oberen Bereich der B-Säule Martensit und somit hohe Festigkeiten entstehen, welche eine starke Verformung der Fahrgastzelle bei einem Crash-Fall mit Überschlag oder Seitenaufprall verhindern soll, sorgt der langsamer abgekühlte Bereich mit einem Gefüge aus Ferrit, Perlit und Bainit für eine verbesserte Energieabsorption.

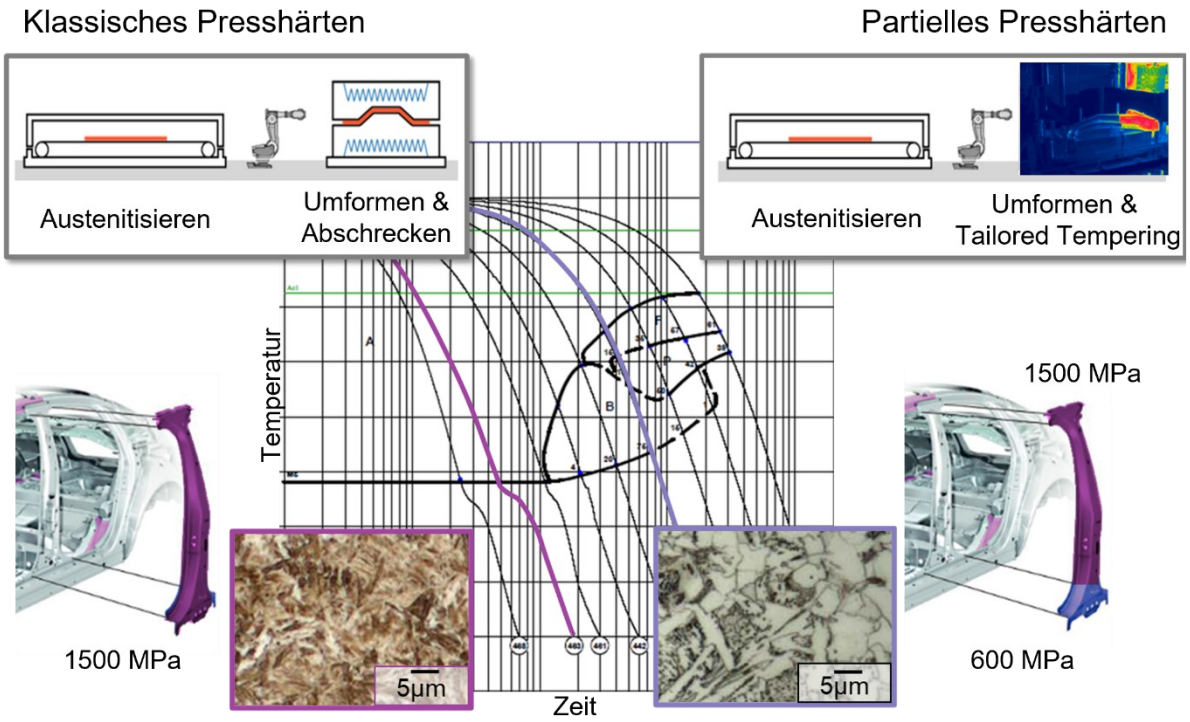


Abbildung 2.3: Schematische Darstellung der Temperaturführung und der resultierenden Mikrostrukturentwicklung des klassischen Presshärtens und des Presshärtens mit Tailored Tempering am Beispiel einer B-Säule aus 22MnB5 (in Anlehnung an [49, 67]).

Da durch die Option der lokalen Abkühlraten durch beheizte Werkzeuge weder kostenintensive Investitionen im Bereich der Heiztechnik getätigt werden müssen, kaum Einschränkungen bezüglich der Geometrie und Anordnung der weichen Phasen besteht und die Umformbarkeit nicht beeinträchtigt wird, wird diese Prozessvariante derzeit bevorzugt eingesetzt [7, 24].

Beheizte Werkzeuge führen jedoch zu einer längeren Presszeit und damit zu einer unerwünscht längeren Produktionszykluszeit. Um den Warmumformprozess mit beheizten Werkzeugen zu verkürzen, schlagen Behrens et al. [61] vor, das Bauteil nach der Umformung in einem externen Sprühfeld abzukühlen. Weitere Optionen für eine differenzierte Kühlung im Werkzeug sind teilweise thermisch isolierte Werkzeuge, wie von Nakagawa et al. [68] vorgeschlagen oder Werkzeuge mit Aussparungen, bei denen der direkte Kontakt zwischen Werkstück und Werkzeug auf Bereiche beschränkt ist, in denen eine hohe Festigkeit erwünscht ist [69–71]. Der Vorteil solcher Ausspa-

rung ist die unmittelbare Umsetzung in bereits vorhandenen Presshärtelinien ohne hohe Investitionen, allerdings ist der Wärmeübergang bei dieser Variante schwer kontrollierbar, was die gezielte Eigenschaftseinstellung erschwert [57].
Zudem führt die innere Wärmeleitung auch hier bei allen Varianten zur Bildung größerer Übergangszonen, deren Charakterisierung und Begrenzung es weiterhin Bedarf [57].

2.2.3 Spezifisches Anlassen

Eine dritte prozessseitige Möglichkeit zur Einstellung lokaler Eigenschaften ist ein Teilanlassprozess nach dem Umformen und Abkühlen. Dieser kann in Kammeröfen oder zur komplexeren Separierung von harten und weichen Bereichen durch induktive Erwärmung oder mittels Lasertechnologie durchgeführt werden [7, 12]. Besonders eingesetzt wird das gezielte lokale Anlassen für die bessere Nachbearbeitung, da durch die weicheren Bereiche das Schweißen und Beschneiden vereinfacht ist. Jedoch geht eine solche Anlassbehandlung mit längeren Produktionszeiten, höheren Kosten und möglichem Verzug beim Abkühlen einher [57, 58].

2.3 Werkstoffe zur Erhöhung der Duktilität pressgehärteter Bauteile

Die für das Presshärten derzeit verwendeten MnB-Stähle besitzen durch ihr martensitisches Gefüge zwar eine hohe Festigkeit, können aber im klassischen Presshärteprozess nicht für Bauteile verwendet werden, die zusätzlich ein hohes Energieabsorptionsvermögen aufweisen müssen.
Um die Anwendbarkeit des Presshärtens auszuweiten, werden daher weitere Werkstoffkonzepte auf ihr Presshärtepotential untersucht. Dazu gehören unter anderem Verbundwerkstoffe, Tailor-Welded Blanks, rostfreie Stähle und Mittelmanganstähle [24].
Zur Verbesserung der Duktilität wurde der Verbundwerkstoff „tribond“ von ThyssenKrupp entwickelt und industriell eingesetzt. Hierbei handelt es sich um einen Stahlverbundwerkstoff aus MnB-Stählen mit einer höchstfesten Mittelschicht aus 22MnB5 und einer duktilen Außenschicht („MBW500“), die aufgrund eines niedrigeren Kohlenstoff- (w_C= 0,1 %) und Mangangehalts (w_{Mn}= 1 %) im Presshärten nicht vollständig martensitisch umwandelt. Durch die Variation der Schichtdicken können zudem die Materialeigenschaften auf die Anwendungsansprüche angepasst werden [72, 73]. Das optimierte Herstellungsverfahren dieses Stahlverbundwerkstoffes ist jedoch patentiert [74].

Bei Tailor-Welded Blanks handelt es sich um ein vorgefertigtes Halbzeug, welches aus verschiedenen Werkstoffgüten oder Blechdicken mittels Laserschweißen gefügt wird. Unterschiedliche Bereiche eines Bauteils können daher optimal lokalen Belastungen angepasst werden. Nachteilig ist jedoch, dass die Schweißzone nicht unbedingt vollständig martensitisch wird und das Bauteil bei Belastung dort versagt. Besonders problematisch ist dies beim Einsatz AlSi-beschichteter Bleche, da durch eine relative Anreicherung der Schweißnaht an Al vermehrt Ferrit entsteht und daher der Überzug zunächst vor dem Schweißen entfernt werden muss [75, 76].
Rostfreie Stähle zeigen zwar eine gute Eigenschaftskombination aus Festigkeit und Restumformbarkeit nach dem Presshärten und müssen zudem nicht zusätzlich für den Korrosionsschutz beschichtet werden [77], sind aber aufgrund ihres hohen Chromgehalts (w_{Cr}>12 %) relativ kostspielig. Zusätzlich ist die A_{c3}-Temperatur dieser Stähle im Vergleich zu 22MnB5 deutlich erhöht, wodurch höhere Austenitisierungstemperaturen angewendet werden müssen.
Im Weiteren wird daher nur auf die Klasse der MMnS eingegangen, welche auch im Rahmen der vorliegenden Arbeit untersucht wurde.

2.4 Mittelmanganstähle

MMnS, als Vertreter der dritten Generation der AHSS, stehen aufgrund ihrer außerordentlich guten Eigenschaftskombination aus hoher Festigkeit und Duktilität (vgl. **Abbildung 2.4**) und gleichzeitig niedrigeren Produktionskosten als Hochmanganstähle der AHSS der zweiten Generation im Fokus aktueller Forschung. Im Folgenden wird daher ausführlicher auf die wichtigsten Charakteristika und Prozessanwendungen dieser Stahlgruppe eingegangen.

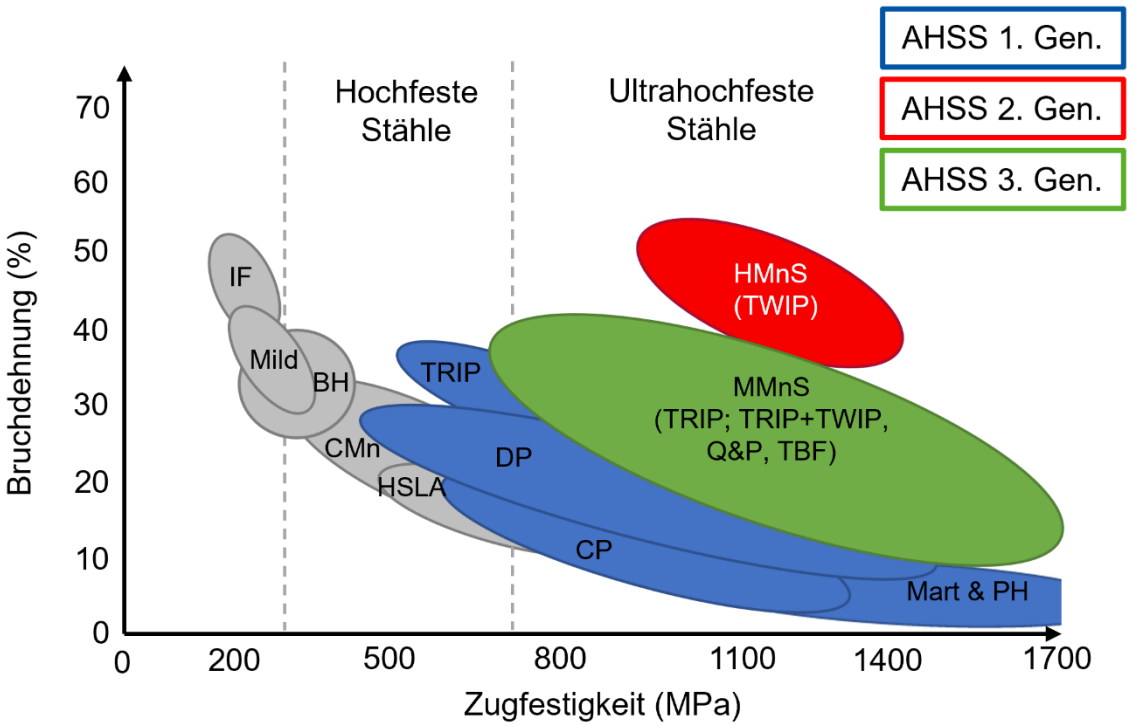


Abbildung 2.4: Übersicht der mechanischen Eigenschaften konventioneller Stahlgruppen (grau) sowie der AHSS erster bis dritter Generation.

2.4.1 Legierungskonzept

MMnS enthalten zusätzlich zu einem Massenanteil von 4-12 % Mangan [17, 78–80] hauptsächlich 0,01-0,45 % Kohlenstoff [17, 79, 81], 0-3 % Silizium [79, 81–83] und/oder 0-6 % Aluminium [82, 84, 85] als Legierungselemente. Es kann aber auch additional gezielt mit Vanadium [86, 87], Niob [88–90] und Titan [91, 92] mikrolegiert werden.

Mangan (Mn), als wichtigstes Legierungselement der Stahlgruppe, senkt die Phasenumwandlungstemperaturen A_{c1}, A_{c3} und M_s und gehört somit zu den Austenitstabilisierenden Legierungselementen [79, 93, 94]. Die Ferrit-Perlit- sowie Bainitbildung kann durch die Zugabe von Mn erfolgreich verzögert werden, wodurch eine geringere kritische Abkühlgeschwindigkeit zur Martensitbildung erzielt wird [95]. Mit zunehmendem Mn-Gehalt kann zudem M_f soweit abgesenkt werden, dass Austenit teilweise bis auf Raumtemperatur stabilisiert wird [79, 94]. Zusätzlich wirkt Mn Mischkristall verfestigend und hat einen starken Einfluss auf die Stapelfehlerenergie von Austenit [93, 96]. Diese nimmt mit zunehmendem Mn-Gehalt deutlich zu. Gemäß de Cooman [96] liegt diese für MMnS mit w_{Mn}=4-7 % unterhalb von 15 mJ/m², während sie durch eine Zugabe von bis zu einem Massenanteil von 12 % Mn 45 mJ/m² errei-

chen kann. Dementsprechend bestimmt der Mn-Gehalt die möglichen Verformungsmechanismen stark (s. Kapitel 2.4.3).

Auch Kohlenstoff (C) stabilisiert den Austenit und senkt A_{c1} und A_{c3} [9, 97–99]. Da die Löslichkeit des C in der kfz austenitischen Phase deutlich höher ist als im krz Ferrit, kann es jedoch bei erhöhtem C-Gehalt bei der Abkühlung auf Raumtemperatur zur Ausscheidung von Zementit kommen. Diese Karbidbildung kann durch die Einschränkung der Diffusionsmöglichkeit durch Abschrecken unterdrückt werden. Durch eine Unterkühlung kommt es zum diffusionslosen Umklappen von Austenit zu athermischem Martensit, in welchem der zwangsgelöste C zu einer tetragonalen Verzerrung und hoher Martensithärte führt [100–102]. Durch eine Erhöhung des C-Gehalts kann die Energiebarriere für den diffusionslosen Umklappvorgang erhöht werden, was eine Senkung der Martensitumwandlungstemperaturen M_s und M_f bewirkt. Nachteilig kann ein hoher C-Gehalt jedoch die Schweißbarkeit stark erschweren [93].

Um die Karbidausscheidung weitestgehend zu unterdrücken, was für die Stabilisierung des Restaustenits von großer Bedeutung ist [93, 103], werden zudem Silizium (Si) und/oder Aluminium (Al) zulegiert [9, 104–106]. Al und Si erhöhen jedoch A_{c3} und erweitern somit das α-γ Phasengebiet [83]. Zudem kann es sowohl bei der hohen Zugabe von Al als auch Si zur Ausbildung von grobkörnigem δ-Ferrit kommen [80, 83]. Da Al die Stapelfehlerenergie erhöht, kann es zudem vermehrt zum Auftreten einer verformungsinduzierten Zwillingsbildung [107–109] oder aber mit weiter zunehmendem Al-Gehalt zur Bildung von Versetzungszellstrukturen [110] in Al-legierten MMnS kommen.

Si hingegen besitzt einen leicht senkende Effekt auf die Stapelfehlerenergie [107, 111, 112], was das Auftreten verformungsinduzierter Martensitbildung begünstigt (s. Kapitel 2.4.3) [109]. Zudem wirkt Si wie C sowohl im Austenit als auch im Ferrit Mischkristall verfestigend [79]. Des Weiteren ist bei der Zugabe von Si der Einfluss auf die Verzinkbarkeit zu beachten [113, 114]. Liegt der Massenanteil von Si beispielsweise zwischen 0,04 und 0,14 % (Sandelin-Bereich) oder über 0,25 % kommt es bei der Schmelztauchbeschichtung mit einer Badtemperatur zwischen 440 und 460 °C zu einem starken linearen Schichtdickenaufwuchs, da sich keine kompakte δ_1-Phase ausbildet [114].

2.4.2 Wärmebehandlungsstrategien

Die Mikrostruktur von MMnS nach dem Warmwalzen besteht nahezu vollständig aus athermischem α`-Martensit, während sie nach dem Kaltwalzen aus verformtem

α`-Martensit mit hoher Versetzungsdichte und hoher Festigkeit besteht [78]. In Abhängigkeit von der chemischen Zusammensetzung (für w_{Mn}>6 %) kann die Mikrostruktur zudem eine bestimmte Menge an Austenit aufweisen [17, 78]. Durch eine geeignete thermische oder thermomechanische Behandlung kann zusätzlicher RA stabilisiert werden, sodass die mechanischen Eigenschaften an ein breites Spektrum von Anwendungsanforderungen angepasst werden können [17, 78, 115]. Zu diesem Zweck sind die am häufigsten diskutierten Wärmebehandlungen für MMnS das interkritische Glühen und das Quenching & Partitioning.

2.4.2.1 Einstufiges interkritisches Glühen

Beim interkritischen Glühen wird das kalt-, halbwarm- oder warmgewalzte Material auf einen Temperaturbereich zwischen A_{c1} und A_{c3} erwärmt und für eine bestimmte Zeit isotherm gehalten, bevor es auf Raumtemperatur abgekühlt wird. Während des isothermen Haltens keimt Austenit an Martensitlanzetten und -blöcken [17, 116–118] oder an den ehemaligen Austenitkorngrenzen [17, 116, 117] und wächst anschließend diffusionsbasiert. Wei et al. [118] teilen das Wachstum von Austenit hierbei in drei Abschnitte auf. Dieses beginnt mit dem schnellen Wachstum, welches zunächst durch die C-Diffusion im Ferrit und mit zunehmendem Voranschreiten durch die C-Diffusion im Austenit kontrolliert wird. Anschließend folgt das verlangsamte Wachstum, welches durch die Mn und/oder Si-Diffusion im Ferrit kontrolliert wird. Abgeschlossen wird die Austenitbildung durch den Abschnitt des sehr langsamen Wachstums, welches durch die Mn-Diffusion im Austenit zur Einstellung des finalen Gleichgewichts bestimmt wird. Durch das interkritische Glühen wird daher der Austenit an C und Mn angereichert, was M_s unter Raumtemperatur senken kann und somit zur thermischen Stabilisierung des Austenits führt [93]. Schematisch ist die Temperaturführung und die Mikrostrukturänderung während des interkritischen Glühens von kaltgewalztem MMnS in **Abbildung 2.5** dargestellt.

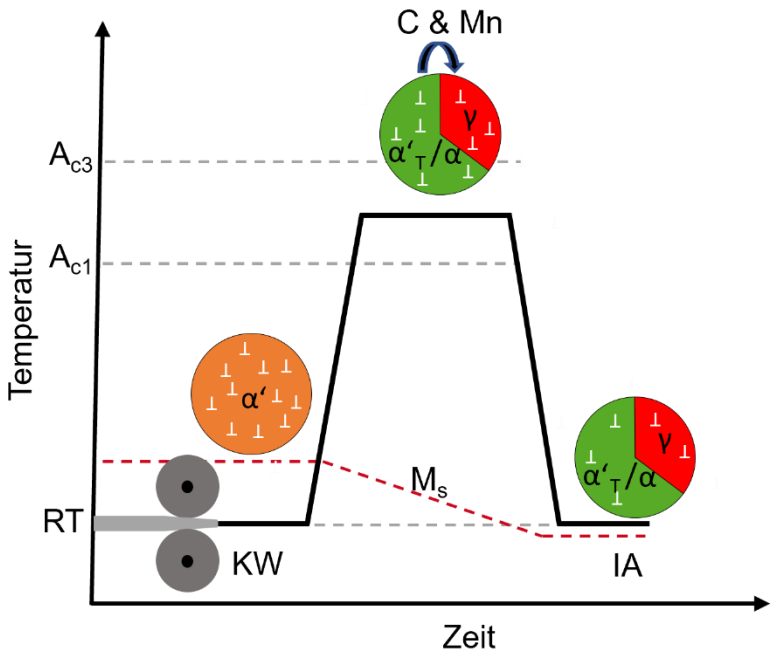


Abbildung 2.5: Schematische Darstellung des interkritischen Glühens und der einhergehende Mikrostrukturentwicklung ausgehend von kaltgewalztem MMnS (α‘: Martensit, α’$_T$: angelassener Martensit, α: Ferrit, γ: Austenit) (frei nach [119]).

Im Falle von kaltgewalztem Material führt die hohe Versetzungsdichte und die hohe gespeicherte Verformungsenergie zu einer beschleunigten Keimbildung von Austenit und einer schnelleren C- und Mn-Umverteilung während des interkritischen Glühens [93, 120–122]. Dies ermöglicht die Glühzeit für die Anwendung in industriellen Prozessen kurz zu halten.

Die Mikrostruktur von kaltgewalztem und interkritisch geglühtem MMnS weist in Abhängigkeit von der Glühtemperatur ultrafeine, globulare Austenit- (γ_g) und Ferritkörner (α_g) auf, was darauf hindeutet, dass das vorherige Kaltwalzen auch die Triebkraft für die Rekristallisation erhöht [123–127]. Wird das interkritische Glühen von kaltgewalztem MMnS jedoch unterhalb der Rekristallisationstemperatur durchgeführt oder wird warmgewalztes Material eingesetzt, so besteht das Gefüge nach dem interkritischen Glühen aus filmartigem Ferrit bzw. angelassenem Martensit (α_l) und Austenit (γ_l), da während des interktitischen Glühens keine Rekristallisation stattfindet und sich Austenit entlang der Martensitlanzetten bildet [124–126, 128]. Dahingegen führt ein Halbwarmwalzen vor der Glühbehandlung gemäß Hu et al. [80, 124] zu einem Gefüge aus filmartigem und globularem Austenit und Ferrit mit einer bimodalen Korngrößenverteilung, was durch eine partielle Rekristallisation beim Halbwarmwalzen und der Glühbehandlung zu erklären ist. Schematisch sind die durch das interkri-

tische Glühen resultierenden Gefüge in Abhängigkeit von der vorangegangenen Walzstrategie in **Abbildung 2.6** dargestellt.

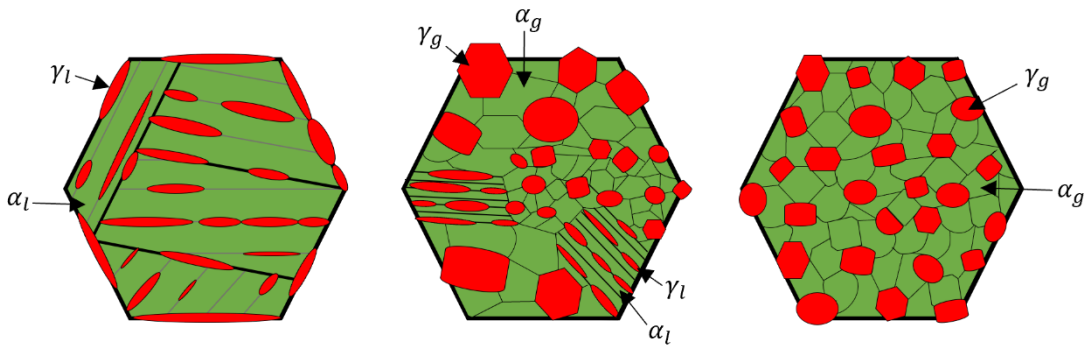


Abbildung 2.6: Schematische Darstellung der Gefügeausprägung von interkritisch geglühtem Mittelmanganstahl nach vorherigem (a) Warmwalzen, (b) Halbwarmwalzen und (c) Kaltwalzen.

Die Menge des gebildeten und stabilisierten Austenits des interkritisch geglühten MMnS ist zudem besonders von der interkritischen Glühtemperatur [116, 129–131] und -dauer [132, 133] abhängig. Je näher die Glühtemperatur an A_{c3} liegt, desto höher ist der Phasenanteil des gebildeten Austenits vor der Abkühlung. Da jedoch mit zunehmendem Austenitphasenanteil der mittlere C- und Mn-Gehalt im Austenit sinkt, nimmt auch die mögliche thermische Stabilisierung ab und M_s steigt. Dies führt dazu, dass ein Teil des Austenits während des Abschreckens in Martensit umwandelt, was eine Verringerung der Duktilität zur Folge hat [93, 132, 134, 135].

Empirisch kann der Anteil des so gebildeten Martensits (f_M) während des Abschreckens in Abhängigkeit von M_s und der Abschrecktemperatur (T) mittels der Koistinen-Marburger (K-M)-Gleichung [136] (Gleichung 1) ermittelt werden:

$$\boldsymbol{f_M = 1 - exp\left[-\alpha(M_s - T)^{\beta}\right]} \qquad \text{Gleichung 1}$$

Hierbei beschreiben α und β empirische Koeffizienten der Umwandlungskinetik, welche bei Koistinen und Marburger 0,011 für α und 1 für β entsprechen.

Um die optimale Glühtemperatur für den maximalen Austenitanteil bei Raumtemperatur zu bestimmen, schlagen Lee und de Cooman [116] zudem ein Vorhersagemodell vor, welches die Austenitzusammensetzung und -größe berücksichtigt. Temperaturen oberhalb der optimalen Glühtemperatur führen beim Abschrecken zur Bildung von Martensit, während Temperaturen knapp unterhalb dieser aufgrund der Umwandlung von metastabilem RA in Martensit während der mechanischen Prüfung gute Eigenschaften zeigen.

2.4.2.2 Zweistufiges interkritisches Glühen

Da kaltgewalzter und interkritisch geglühter MMnS bei Raumtemperatur jedoch oft ein inhomogenes Verformungsverhalten aufweist, wurde von de Moor et al. [137] eine zweistufige interkritische Glühbehandlung, das sogenannte Double Soaking, vorgeschlagen, welches zur Veranschaulichung in **Abbildung 2.7** dargestellt ist.

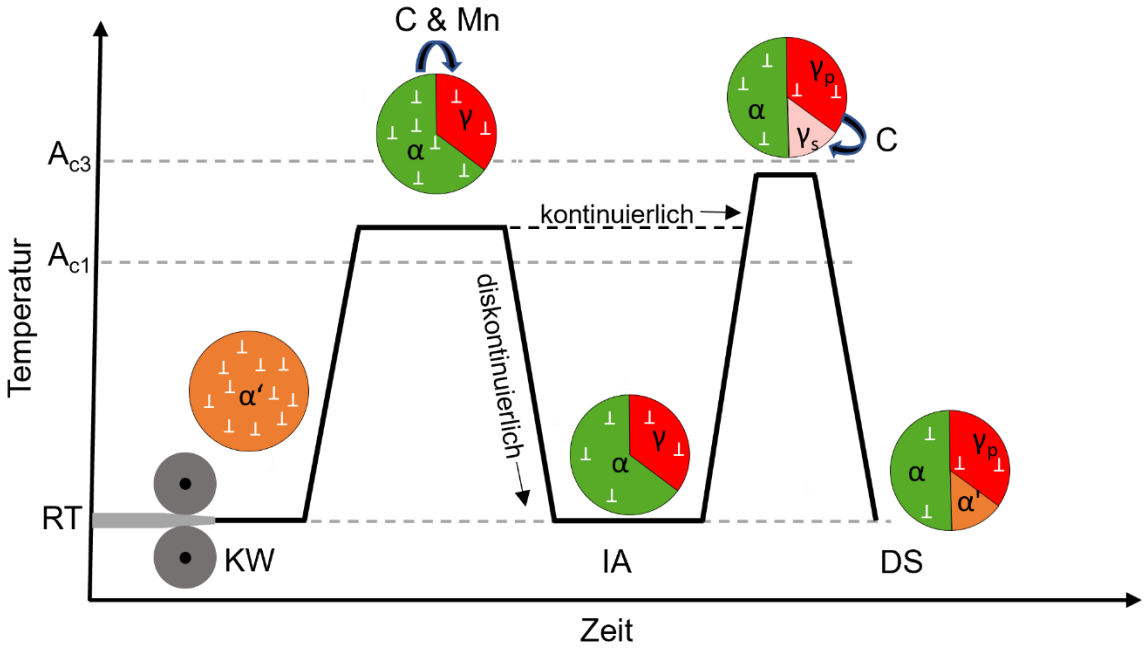
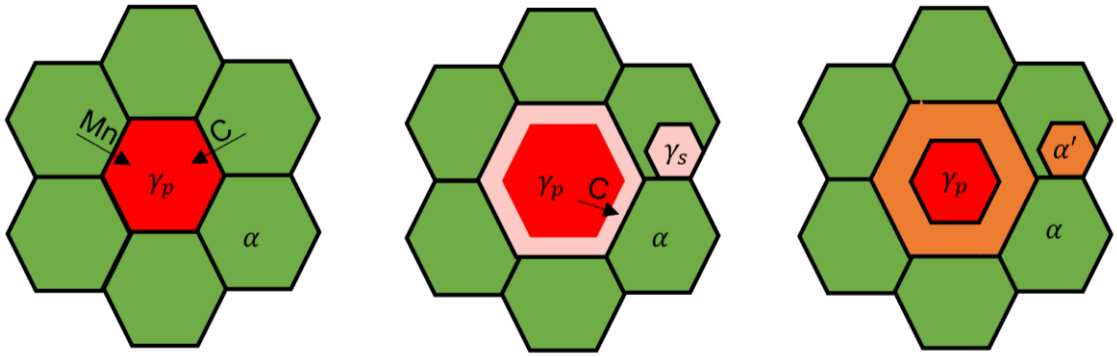


Abbildung 2.7: Schematische Darstellung der Temperaturführung des Double Soakings und der einhergehenden Mikrostrukturentwicklung ausgehend von kaltgewalztem MMnS.

Hierbei wird beim ersten Glühen zunächst primärer Austenit (γ_p) gebildet, wobei zusätzlich je nach Haltedauer und Temperatur eine C- und Mn-Diffusion von Ferrit bzw. angelassenem Martensit in γ_p stattfinden kann (**Abbildung 2.8** (a)). Die zweite Glühung folgt darauf entweder kontinuierlich oder diskontinuierlich nach vorheriger Zwischenabkühlung auf Raumtemperatur. Sie findet für kurze Haltezeiten bei höheren Temperaturen als die erste Glühung statt. Hierbei nimmt der Austenitanteil zum einen durch Grenzflächenmigration oder aber auch durch die Bildung von neuem sekundärem Austenit (γ_s) an Stellen günstiger Keimbildungsenergie zu (Abbildung 2.8 (b)). Während bei der zweiten Glühung durch die kurze Glühdauer und die geringe Diffusionsgeschwindigkeit eine Mn-Diffusion von γ_p in γ_s ausgeschlossen werden soll, ist eine C-Diffusion jedoch möglich. Durch die ausbleibende Mn-Diffusion besitzt der neugebildete Austenit jedoch eine geringere thermische Stabilität, welche genutzt wird, um beim anschließenden finalen Abschrecken auf Raumtemperatur frischen Martensit zu bilden. Gleichzeitig nimmt durch die C-Diffusion auch in Teilbereichen

des γ_p dessen thermische Stabilität ab, wodurch auch dieser teilweise beim Abschrecken in Martensit umwandelt (Abbildung 2.8 (c)). Die finale Mikrostruktur besteht dementsprechend aus Austenit, Martensit und interkritischem Ferrit [19, 22].



(a) (b) (c)

Abbildung 2.8: Schematische Darstellung der Gefügeentwicklung während des DS: (a) während des ersten interkritischen Glühschritts, (b) während des zweiten interkritischen Glühschritts und (c) nach finalem Abschrecken auf Raumtemperatur.

Die finalen Eigenschaften hängen beim DS stark von der Temperatur und Dauer der zweiten Glühung ab. Je höher hierbei die zweite Glühtemperatur bzw. -dauer eingestellt ist, desto mehr Martensit wird beim Abschrecken auf Raumtemperatur gebildet, was in einer erhöhten Zugfestigkeit und abnehmender Gleichmaßdehnung resultiert. [19, 22] Zudem konnte von Glover et al. [138] nachgewiesen werden, dass durch das Einbringen von frischem Martensit der Übergang von einer ausgeprägten zu einer kontinuierlichen Streckgrenze begünstigt wird, was auf das vorhanden sein einer erhöhten mobilen Versetzungsdichte zurückzuführen ist.

2.4.2.3 Quenching & Partitioning

Die Q&P-Behandlung wurde zunächst von Speer et al. [103] für niedriglegierte Stähle entwickelt, wird aber immer häufiger auch bei MMnS [139, 140] erfolgreich angewendet. Eine grafische Darstellung des Prozessablaufs ist **Abbildung 2.9** zu entnehmen. Beim Q&P-Verfahren wird das Material zunächst vollständig oder teilweise austenitisiert und anschließend auf eine Abschrecktemperatur T_Q, welche zwischen M_s und M_f liegt, abgekühlt [103, 141, 142]. Hierbei bildet sich in Abhängigkeit von der Abschrecktemperatur eine bestimmte Menge primären Martensits, welche mit Gleichung 1 abgeschätzt werden kann. Eine T_Q knapp oberhalb M_f bedeutet, dass ein großer Anteil des Austenits in Martensit umklappt, während eine T_Q knapp unterhalb von M_s zu einem hohen Austenitanteil nach dem ersten Abschrecken führt. Zur Stabi-

lisierung dieses Anteils könnte jedoch möglicherweise nicht genügend C zur Verfügung stehen [142].

Anschließend findet das Partitioning bei der Partitioningtemperatur statt. Entspricht die Partitioningtemperatur der T_Q, so wird von einem einstufigen Q&P-Prozess gesprochen. Liegt die Partitioningtemperatur hingegen oberhalb der T_Q, handelt es sich um eine zweistufige Q&P-Behandlung [143].

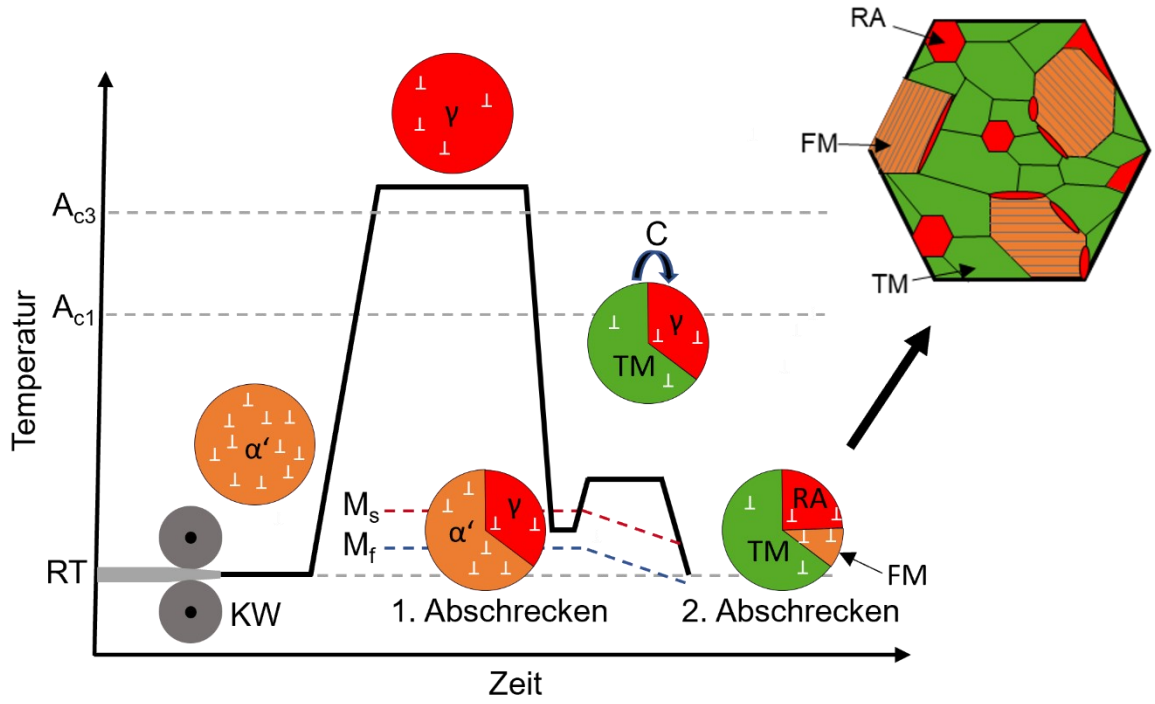


Abbildung 2.9: Schematische Darstellung der Temperaturführung des Quenching & Partitionings und der einhergehenden Mikrostrukturentwicklung ausgehend von kaltgewalztem MMnS.

Während des Partitionings diffundiert C aus dem übersättigten Primärmartensit in den verbleibenden Restaustenit und stabilisiert diesen durch die Absenkung der M_s. Je höher hierbei die Partitioningtemperatur gewählt wird, desto schneller kann die C-Umverteilung ablaufen. Allerdings können je nach Temperaturbereich konkurrierende Prozesse, wie die Karbidausscheidung oder Bainitbildung, auftreten [142–144]. Dies sollte vermieden werden, da hierdurch der gelöste C-Gehalt zur Stabilisierung des Austenits verringert wird. Bei unzureichender Stabilisierung wandelt der Restaustenit teilweise oder vollständig während der abschließenden Abkühlung auf Raumtemperatur in sekundären, frischen Martensit mit einem höheren C-Gehalt als der nun angelassene primäre Martensit um [103, 141].

Zur Vorhersage des Endpunkts der C-Umverteilung von Martensit in den Restaustenit während des Partitionings schlugen Speer et al. [21] das Konzept des *Constrai-*

ned Carbon Equilibrium (CCE) vor. Zur Vereinfachung des Konzepts nehmen sie hierbei stationäre Grenzflächen und das Fehlen von Kurzstreckendiffusion von Eisen und Substitutionselementen an. Da jedoch während des Partitionings konkurrierende Reaktionen wie Karbid- und Bainitbildung stattfinden können, ist der experimentell ermittelte C-Gehalt des Austenits meist niedriger als der mit dem CCE-Modell berechnete [145, 146]. Daher wurde von Toji et al. [146] eine Anpassung des CCE-Models vorgeschlagen, welche zusätzlich eine mögliche Karbidausscheidung im Martensit berücksichtigt.

In weiteren Untersuchungen wurde zudem mit erhöhter Partitioningdauer das Auftreten von Grenzflächenbewegungen während des Partitionings zwischen Austenit und Martensit nachgewiesen [147–149], was die Anwendbarkeit des CCE weiter einschränkt. Die Beweglichkeit der Grenzflächen wird durch die Diffusion von Fe und Mn erklärt [149, 146, 147], welche gemäß Zhong et al. [147] jedoch erst nach der Einstellung des CCE beginnt.

Santofimia et al. [150] untersuchen den Einfluss der Grenzflächenmobilität auf die Mikrostruktur während des Partitioning und nehmen hierbei jeweils bei der Modellierung kohärente (unbewegliche), semi-kohärente (begrenzt bewegliche) oder inkohärente (bewegliche) Grenzflächen an. Bei der Annahme einer unbeweglichen Grenzfläche (vergleichbar mit dem CCE-Konzept) wird mit zunehmender Partitioningdauer ein C-Gleichgewicht erreicht. Hierbei wird bis zu diesem Gleichgewicht ein zunehmender Austenitanteil mit einem sinkendem mittleren C-Gehalt stabilisiert. Bei einer begrenzt beweglichen Grenzfläche ähnelt die C-Konzentration bei einer kurzen Partitioningdauer der bei einer unbeweglichen Grenzfläche. Mit zunehmender Dauer kommt es jedoch zur Grenzflächenmigration von Martensit zu Austenit und zur Anreicherung von C an der Grenzfläche bis auch hier ein Gleichgewicht erreicht ist. Wohingegen es bei einer beweglichen Grenzfläche zunächst zur Bewegung von Austenit zu Martensit und anschließend von Martensit zu Austenit kommt, bevor sich ein Gleichgewicht einstellt.

2.4.3 Verformungsverhalten

In MMnS sind das Versetzungsgleiten, aber vor allem der Transformation Induced Plasticity (TRIP) - Effekt und der Twinning Induced Plasticity (TWIP) – Effekt auftretende Verformungsmechanismen [151, 152], welche einzeln oder in Kombination zu unterschiedlichen mechanischen Eigenschaften führen.

Hierbei werden MMnS in reine TRIP-Stähle oder TWIP/TRIP-Stähle unterteilt [17, 121]. Das Auftreten des Verformungsmechanismus hängt primär von der Stapelfehlerenergie des Austenits ab. Stapelfehler entstehen hierbei beispielsweise durch die Aufspaltung einer vollständigen Versetzung in zwei Shockley-Partialversetzungen und die Bewegung dieser [153]. Bei einer hohen Stapelfehlerenergie ist die Aufspaltung der Teilversetzungen energetisch ungünstig, sodass die Verformung durch reines Versetzungsgleiten getragen wird. Bei einer niedrigen Stapelfehlerenergie (<18 mJ/m²) tritt bevorzugt der TRIP-Effekt auf, wobei hier zwischen dem Entstehen von α'-Martensit (<12 mJ/m²) und ε-Martensit (12-18 mJ/m²) unterschieden wird, während bei einer Erhöhung der Stapelfehlerenergie die Kombination aus TWIP- & TRIP-Effekt bzw. bis zu einer Stapelfehlerengerie von ca. 30-40 mJ/m² reiner TWIP-Effekt beobachtet wird [79].

2.4.3.1 TRIP–Effekt

Der TRIP–Effekt tritt bei MMnS mit einem Massenanteil von 4-7 % Mn auf und bezeichnet die Erhöhung der plastischen Verformbarkeit durch die verformungsinduzierte Umwandlung von metastabilem Restaustenit in Martensit. Dieser frisch gebildete Martensit besitzt zumeist einen hohen C-Gehalt und daher eine hohe Festigkeit, was sich positiv auf die Verfestigung während der mechanischen Belastung auswirkt. Zusammen mit der Volumenausdehnung während der Phasenumwandlung, steigert der TRIP-Effekt den Widerstand gegenüber der plastischen Instabilität, wodurch die Gleichmaßdehnung zunimmt [79, 121].

Es wird zwischen spannungs- und dehnungsinduziertem TRIP-Effekt unterschieden. Für das Auftreten des spannungsinduzierten TRIP-Effekts gilt hierbei, dass die kritische Spannung für das Auftreten der Martensitumwandlung ($\sigma_{A\rightarrow M}$) unterhalb der Streckgrenze des Austenits liegen muss, während sie für den dehnungsinduzierten TRIP-Effekt höher als die Streckgrenze des Austenits sein muss. Dementsprechend geht dem dehnungsinduzierten TRIP-Effekt plastische Verformung durch Versetzungsgleiten voraus [113, 154].

Bei einer niedrigen Austenitstabilität tritt die spannungsinduzierte Martensitumwandlung im elastischen Bereich auf, welche zwar zu einer hohen Verfestigung und Zugfestigkeit führt, aber in einer vergleichsweise niedrigen Streckgrenze und Gleichmaßdehnung resultiert. Mit erhöhter Austenitstabilität tritt bevorzugt die dehnungsinduzierter Martensitumwandlung auf. Durch die konkurrierenden Mechanismen des Versetzungsgleitens und der diskontinuierlichen dehnungsinduzierten Martensitum-

wandlung kann es hierbei zum Auftreten eines Sägeblatt-förmigen Verlaufs in der Spannung-Dehnung-Kurve kommen. Bezüglich der mechanischen Eigenschaften führt die höhere Austenitstabilität zu einer erhöhten Streckgrenze und Gleichmaßdehnung, wohingegen die Zugfestigkeit und auch die Verfestigung abnehmen. [154]
Die mechanischen Eigenschaften von MMnS mit auftretendem TRIP-Effekt liegen hierbei bei Zugfestigkeiten zwischen 800 und 1600 MPa und entsprechenden Bruchdehnungen zwischen 15 und 35 % [93].

2.4.3.2 TWIP- + TRIP-Effekt

Bei höherem Mn-Gehalt (w_{Mn}=6-12 %) kann während der mechanischen Beanspruchung vor dem TRIP-Effekt der TWIP-Effekt auftreten [17]. Hierbei werden Verformungszwillinge gebildet, welche die mittlere freie Weglänge der Versetzungsbewegung stark begrenzen (dynamischer Hall-Petch-Effekt). Dies wiederum begünstigt die Bildung von neuen Versetzungen, was sich positiv auf die Verfestigung auswirkt [79]. Die Bildung von Verformungszwillingen kann jedoch eine Sättigung erreichen, wobei sich bei weiterer Dehnung des Materials an den Schnittpunkten der Verformungszwillinge dehnungsinduzierter Martensit bilden kann [155, 156]. Durch die Kombination dieser beiden Mechanismen kann bei hoher Zugfestigkeit (>1000 MPa) eine ausgesprochen hohe Bruchdehnung von über 50 % erreicht werden [157].

2.4.3.3 Ausgeprägte Streckgrenze und Lüdersdehnung

Neben den oben beschriebenen Mechanismen tritt bei kaltgewalztem und interkritisch geglühtem MMnS häufig eine ausgeprägte Streckgrenze mit lokaler Verformung gekennzeichnet durch ein deutliches Plateau, der Lüdersdehnung (*engl. Yield Point Elongation* YPE), auf [158–163]. Besonders für den Einsatz in der Kaltumformung wirkt sich dies negativ auf die Verformbarkeit und Oberflächenqualität aus, weshalb ein grundlegendes Verständnis dieses inhomogenen Verformungsverhaltens eine hohe Bedeutung besitzt [47].
Bei niedrig legierten ferritischen Stählen wird dieses Phänomen durch das Blockieren von beweglichen Versetzungen durch interstitielle Atome (vor allem C und N) in Form von Cottrell-Wolken erklärt. Zum Losreißen dieser unbeweglichen Versetzungen ist eine erhöhte Spannung (obere Streckgrenze) erforderlich, während für die anschließende Versetzungsbewegung eine niedrigere Spannung (untere Streckgrenze) ausreicht. [164]

Nach Varanasi et al. [158] ist diese Erklärung für mehrphasige mittelmanganhaltige Stähle jedoch nicht sinnvoll, da das Lüders-Band auch dann auftritt, wenn Austenit, in dem keine starke Wechselwirkung zwischen Versetzung und gelösten C-Atomen stattfindet, die weichere Phase ist und sich zuerst plastisch verformt. Darüber hinaus lässt die Tatsache, dass warmgewalzte und interkritisch geglühte Duplex-Mittelmanganstähle im Allgemeinen kein diskontinuierliches Fließen zeigen, den Cottrell-Mechanismus als Ursache für die ausgeprägte Streckgrenze in Mittelmanganstählen als unwahrscheinlich erscheinen [93].

Eine weitere mögliche Erläuterung für eine ausgeprägte Streckgrenze wurde von Johnston und Gilman [165] und Hahn [166] formuliert, welche eine schnelle Versetzungsmultiplikation nach der anfänglichen plastischen Verformung als den vorherrschenden Mechanismus der Bildung und Ausbreitung des Lüders-Bandes betrachteten. Wenn die Dichte der beweglichen Versetzungen zu Beginn des Zugversuchs niedrig ist, muss eine erhöhte Spannung aufgebracht werden, um die Dichte dieser zu erhöhen und somit die konstante Dehnrate, die während des Zugversuchs aufgebracht wird, auszugleichen. Sobald die Dichte der beweglichen Versetzungen jedoch ausreichend ist, sinkt die Spannung, da eine solche für die Bewegung der neu erzeugten Versetzungen genügt [166].

Da das Gefüge von interkritisch geglühtem MMnS aus ultrafeinem Ferrit/Martensit und Austenit besteht, wird der Grund für die ausgeprägte Streckgrenze und das Fortschreiten des Lüders-Bands jedoch als möglicherweise komplexer angesehen. Während Cai et al. [160] den Grund für das ausgedehnte Lüders-Plateau im Auftreten der konkurrierenden Mechanismen der Kaltverfestigung und Erweichung durch Spannungsrelaxation und -übertragung aufgrund des TRIP-Effekts identifizieren und auch Li et al. [159] die Entstehung und Ausbreitung des Lüders-Bands mit dem Zusammenwirken von TRIP-Effekt und Versetzungsgleiten in Verbindung bringen, führen Wang und Huang [163] Zugversuche an kaltgewalztem und interkritisch geglühtem MMnS bei verschiedenen Temperaturen durch und zeigen, dass trotz der Unterdrückung des TRIP-Effekts eine ausgeprägte Streckgrenze mit Lüders-Plateau auftritt.

Auch in weiteren Untersuchungen wird durch eine Kombination von digitaler Bildkorrelation (engl. *Digital Image Correlation* DIC) sowie Wärmefeld- und Röntgenbeugungs (XRD)- Messungen gezeigt, dass das Lüders-Band und der TRIP-Effekt zwei parallele Phänomene sind, welche sich jedoch nicht gegenseitig bedingen. Vermutet wird jedoch, dass die Umwandlung von Austenit in Martensit durch die Erzeugung

geometrisch notwendiger und mobiler Versetzungen die Dehnrate innerhalb des Lüders-Bandes erhöht. [161, 162]
Weitere Forschungen zur ausgeprägten Streckgrenze und Lüders-Plateau in MMnS stellten Zhang et al. [167] an. Anhand von in-situ Untersuchungen mittels hochenergetischer XRD konnten sie klar nachweisen, dass sich zunächst das Lüders-Band ausbildet, während die Umwandlung von Austenit zu Martensit dehnungsinduziert durch die lokal erhöhte Lüdersdehnung während der Fortbewegung des Bandes ausgelöst wird.

2.4.3.4 Portevin-Le Chatelier-Bänder

Zusätzlich oder anstelle des Lüders-Bands können auch Portevin-Le Chatelier (PLC)-Bänder während Zugversuchen in kaltgewalztem und interkritisch geglühtem MMnS auftreten. Diese sind gekennzeichnet durch einen Sägeblatt-förmigen Verlauf der Spannung-Dehnung-Kurve und werden im Allgemeinen mit einer dynamischen Interaktion zwischen beweglichen Versetzungen und Punktdefekten, wie z.B. diffundierenden, interstitiell gelösten C-Atomen erklärt (dynamische Reckalterung). Da durch die niedrige Temperatur C-Diffusion als Erklärung für das Auftreten von PLC-Bändern ausgeschlossen werden kann, die Mikrostruktur mehrphasig ist und TRIP- und TWIP-Effekt auftreten können, wird auch die Ausbildung der PLC-Bänder in MMnS als komplex angesehen.
Ein möglicher Erklärungsansatz besteht bei Hoch- und Mittelmanganstählen durch das Auftreten von Nahordnungs-Phänomenen im Austenit [19]. Vorgeschlagen wird hier, dass es durch die erhöhte Spannung während des Zugversuchs zu einer Umorientierung möglicher Komplexe aus interstitiellen Atomen und anderen Punktdefekten, wie C-Leerstelle-, C-C- und C-Mn-Komplexen im Nahordnungsbereich kommen kann [168].
Gemäß Owen und Grujicic [169] basiert die Nahordnung bei FeMnC-Legierungen auf den starken Anziehungskräften zwischen Mn und C, welche zur Bildung von Clustern aus substitutionellen Mn- und interstitiellen C-Atomen führen. Die Wahrscheinlichkeit hierbei ist hoch, dass ein C-Atom eine Oktaederlücke in einem Metallcluster mit sechs Nachbarn besetzt, bei der die Anzahl an Mn-Nachbarn höher ist als die Mn-Konzentration in der Legierung vermuten lässt. Dies beruht darauf, dass auf Grund der Anziehungskräfte die Zwischengitterplätze in nächster Nähe von Mn für C energetisch günstiger sind. Dies wurde auch von von Appen und Dronskowski [170] durch ab initio Berechnungen bestätigt. Sie zeigen, dass der energetisch günstigste Zu-

stand dann vorherrscht, wenn das C-Atom von einem Oktaeder aus sechs Mn-Atomen umgeben ist.

Das Auftreten der dynamischen Reckalterung wird in der Literatur häufig auf die Wechselwirkung zwischen genannten Komplexen und Versetzungen bzw. Stapelfehlern im Nahordnungsbereich zurückgeführt. So kommt es beim Durchlaufen einer Teilversetzung zur Verschiebung der C-Atome in energetisch ungünstigere Tetraederlücken, was zur Gitterverzerrung führt. Lee et al. [171] legen nahe, dass ein einfacher diffusiver Sprung des C-Atoms des Komplexes in die nächste benachbarte Oktaederlücke im Bereich des Stapelfehlers für die Behinderung der Bewegung der Teilversetzung sorgt und somit zu einer lokalen Spannungserhöhung führt. Durch eine Verringerung der C- und Mn-Konzentration im Austenit kann die PLC-Bandfrequenz reduziert werden, da dies zu weniger C-Mn-Komplexen führt [19].

Im Allgemeinen werden PLC-Bänder in drei Typen (A, B und C) unterschieden. Hierbei charakterisieren sich Bänder des Typs A dadurch, dass sie an einem Probenende entstehen und sich kontinuierlich über die Probenlänge ausbreiten. Bänder des Typs B hingegen, treten lokalisiert auf und springen, anstatt kontinuierlich fortzuschreiten, während Bänder des Typs C räumlich und zeitlich unkorreliert auftreten und meist statisch sind. [172]

Durch eine Kombination von DIC und magnetischer Messung des Austenitgehalts während des Zugversuchs bei Raumtemperatur konnten sowohl Callahan et al. [173] in interkritisch geglühtem Fe-5Mn-0,2C-2,5Al als auch Sun et al. [174] in interkritisch geglühtem Fe-11,6Mn-0,26C zeigen, dass es zu dehnungsinduzierter Umwandlung von Austenit zu Martensit innerhalb der auftretenden Typ A PLC-Bänder kommt.

Yang et al. [175] zeigen in ihren Untersuchungen an Fe-7Mn-0,3C-2Al, dass das Auftreten der PLC-Bänder mit zunehmender Temperatur und Dehnrate abnimmt. Zusätzlich identifizieren sie die Austenitkorngröße als Einflussfaktor. Je kleiner diese ist, desto niedriger ist die Versetzungsdichte, was die Bildung von PLC-Bändern verhindert. Sie können zudem zeigen, dass der Typ des auftretenden Bandes unter anderem von der Austenitstabilität abhängt. Kommt es während der Zugbelastung zur dehnungsinduzierten Umwandlung von Austenit zu Martensit, so wird ein kontinuierliches Fortschreiten des Bandes über die Probenlänge durch den neugebildeten Martensit behindert. Für die weitere Ausbreitung werden höhere Spannungen erforderlich, wodurch die Bildung eines neuen Bandes in einem energetisch günstigeren Probenbereich bevorzugt wird. Es entstehen zusätzlich zu Typ A springende Bänder

des Typs B. Bei einer hohen Austenitstabilität hingegen konnten nur PLC-Bänder des Typs A identifiziert werden. [175]

2.4.3.5 Inhomogene Spannungs- und Dehnungsverteilung

Aufgrund der mehrphasigen Mikrostrukturen und dem auftretenden TRIP- oder TRIP/TWIP-Effekt beeinflusst die lokale Spannungs- bzw. Dehnungsverteilung zwischen Austenit, Ferrit und/oder Martensit erheblichen die resultierenden mechanischen Eigenschaften von MMnS [83, 176–180].

So untersuchten Gibbs et al. [179] z.B. das Verformungsverhalten einzelner Phasen von bei unterschiedlichen Temperaturen geglühtem MMnS mit ultrafeiner Mikrostruktur bestehend aus (i) Ferrit, Austenit und Martensit und (ii) Ferrit und Austenit. Sie konnten zeigen, dass es bei (i) zunächst zur spannungsinduzierten Martensitumwandlung kommt während anschließend erst der Ferrit plastisch verformt. Dies resultiert in den durchgeführten Zugversuchen in einer anfänglich hohen Verfestigung und hohen Zugfestigkeit, aber einer geringen Bruchdehnung. Im untersuchten Duplex-Gefüge kommt es hingegen zunächst zur plastischen Verformung von rekristallisiertem Ferrit und anschließend gleichzeitig zur plastischen Verformung von Ferrit und Austenit zu Martensit-Umwandlung. Resultierende mechanische Eigenschaften sind eine hohe Festigkeit und Dehnung, aber eine relativ niedrige Verfestigung.

Latypov et al. [176] analysieren die lokale Dehnungsverteilung in Fe-0,15C-6Mn-1,5Si-3,0Al nach einer interkritischen Glühung mittels Simulation auf Basis der Finite-Elemente-Methode (FEM). Hier trägt zunächst der weichere Austenit die Verformung durch den TWIP- und TRIP-Effekt. Durch die steigende Verfestigung des Austenits und die Entstehung von Martensit kommt es jedoch zu einer lokalen Dehnungsumverteilung. Da die Festigkeit des Ferrits nun geringer ist, setzt sich die Verformung mit zunehmender Belastung im Ferrit fort.

Dutta et al. [180] vergleichen die Dehnungsverteilung in interkritisch geglühtem MMnS, welcher zuvor (i) warmgewalzt und austenitisiert bzw. (ii) kaltgewalzt wurde. Sie wählen für die Glühbehandlung eine niedrige interkritische Temperatur, um die Rekristallisation des Martensits zu verhindern und ein Ausgangsgefüge aus angelassenem Martensit und Austenit zu erhalten. Es tritt hier in beiden Zuständen bei Belastung vorwiegend Verformung im Austenit auf, während gleichzeitig im angelassenen Martensit weniger plastische Verformung stattfindet. Im warmgewalzten Material konnte zudem auch eine Lokalisierung der Dehnung in unterschiedlichen Bereichen des lamellaren Austenits beobachtet werden, welche sowohl auf die kristallografische

Orientierung als auch auf die lokale Ausrichtung der Lamellen in Bezug auf die Belastungsrichtung zurückzuführen ist.

Während sich die bereits genannten Studien hauptsächlich mit der Dehnungsverteilungen auf Grund unterschiedlicher Austenitstabilitäten und dem dementsprechend auftretenden TRIP- und TWIP-Effekt fokussieren, zeigen Sun et al. [83], dass besonders bei hoher Austenitstabilität auch Legierungselemente wie Si einen großen Einfluss auf die Dehnungsverteilung zwischen Austenit und Ferrit besitzen. Bei dem untersuchten MMnS mit einem Massenanteil von 1 % Si reichert sich dieses während der interkritischen Glühung im Ferrit an, was zu unterschiedlichen Si-Konzentration in Austenit und Ferrit führt. Die zudem deutlich höhere Mischkristall verfestigende Wirkung von Si in Ferrit führt zu einem deutlichen Festigkeitsunterschied zwischen Austenit und Ferrit und dementsprechend bei Zugbelastung zu lokal unterschiedlicher Dehnungsverteilung. Bei dem zusätzlich untersuchten MMnS mit einem höheren Massenanteil von 3 % Si kommt es jedoch zur Bildung von δ-Ferrit.

2.4.4 Restaustenitstabilität

Die Verformungsmechanismen und die resultierenden mechanischen Eigenschaften hängen insbesondere von der Menge und der Stabilität des eingestellten Restaustenits ab. Die mechanische Stabilität des Restaustenits ist dabei als ein komplexes Zusammenspiel verschiedener Faktoren anzusehen. So wirkt ein höherer Gehalt an gelöstem C und Mn im Austenit vorteilhaft für eine Stabilisierung [78, 94, 181–183], da mit steigendem C- und Mn-Gehalt die Stapelfehlerenergie erhöht wird, was die Umwandlung von Austenit zu Martensit durch den TRIP-Effekt einschränkt. Zudem sind kleine Austenitkörner stabiler [184–187].

Ein weiterer Aspekt ist die geometrische Form des Austenits. Hier konnte gezeigt werden, dass filmartiger Austenit sich später verformt als globularer Austenit [188, 189]. Xiong et al. [189] untersuchten hierzu Fe–0,22C–1,8Mn–1,4Si, welcher zunächst austenitisiert, anschließend langsam ins zwei Phasengengebiet abgekühlt und dann einer Q&P-Behandlung unterzogen wurde. Die erzeugte Mikrostruktur besteht aus globularem Austenit mit hohem C-Gehalt umgeben von proeutektoidem Ferrit sowie filmartigem Austenit mit geringerem C-Gehalt entlang der Martensitlanzetten. Bei anschließenden unterbrochenen Zugversuchen konnte gezeigt werden, dass der filmartige Austenit trotz niedrigerem C-Gehalts eine höhere Stabilität gegenüber der mechanischen Belastung aufweist.

Dennoch ist zu beachten, dass sich filmartiger Austenit meist zwischen Martensitlanzetten oder Bainit ausbildet, weshalb auch die Umgebung des Austenits als weiterer Einflussfaktor auf die mechanische Stabilität des Restaustenits betrachtet werden muss. Gemäß Bao et al. [190] führt eine festere Matrix zu einer geringeren mittleren Spannung in der weicheren Phase, wodurch Martensit und Bainit in der Umgebung von Austenit somit das Umklappen zu Martensit verzögern würden.
Jacques et al. [191] zeigen zudem an Stählen mit unterschiedlichem Si-Gehalt, dass auch die Mischkristall verfestigende Wirkung von Si in der ferritischen Matrix die Austenitstabilität erhöht. De Knijf et al. [178] demonstrieren hingegen, dass kaum plastisch verformbarer Martensit die Dehnungsverteilung stark behindert und die Restaustenitstabilität durch lokale Spannungserhöhungen negativ beeinflusst.
Ein weitere Einflussfaktor ist die kristallografische Orientierung des Austenits in Bezug auf die Belastungsrichtung [192–194]. Hierbei konnte zudem festgestellt werden, dass Austenitkörner teilweise zunächst rotieren um die Belastung aufzunehmen bevor sie zu Martensit umklappen [194].

2.4.5 Presshärten von Mittelmanganstahl

Aufgrund der außerordentlichen Eigenschaftskombination aus hoher Festigkeit und Duktilität, welche bei MMnS durch die in Kapitel 2.4.2 beschriebenen thermischen Behandlungen eingestellt werden kann, wird derzeit die Anwendbarkeit dieser Stahlgruppe im Presshärteprozess untersucht. Neben der verbesserten Restumformbarkeit durch den möglichen TRIP- und TWIP-Effekt, stehen hierbei des Weiteren die Energie- und Kosteneinsparung im Fokus.
Durch den erhöhten Mn-Gehalt werden A_{c1}, A_{c3} und M_s abgesenkt, was wiederum die notwendige Austenitisierungs- und Umformtemperatur im Vergleich zu MnB Stählen um 100-200 °C vermindert [9, 195, 196]. Eine solche Absenkung bewirkt nicht nur ein hohes Energieeinsparpotential [195], sondern ermöglicht es auch die Oxidation und Entkohlung einzuschränken, was Li et al. [95] an MMnS nach einer 5 minütigen Austenitisierung bei 800 °C nachwiesen. Je nach Austenitisierungstemperatur des MMnS können somit die Kosten für die Entfernung der Oxidationsschicht bzw. die Kosten für eine Beschichtung vermieden werden [95]. Ein weiterer positiver Effekt der abgesenkten Austenitisierungstemperatur ist die kürzere Aufheiz- und Abkühldauer und somit der verkürzte Produktionszyklus [9, 197]. Auch die ehemalige Austenitkorngröße wird durch eine reduzierte Austenitisierungstemperatur klein gehalten, was in ei-

nem feineren Gefüge mit besseren Festigkeits- und Zähigkeitseigenschaften resultiert [16].

Da durch den höheren Mn-Gehalt (w_{Mn}=4-7 %) Luftabkühlung bereits zur Bildung eines vollständig martensitischen Gefüges führt, wird das Prozessfenster beim Presshärten durch die Anwendung von MMnS deutlich erweitert, was die Anforderungen an die Komplexität wassergekühlter Werkzeuge und möglichen Ausschuss verringert [95, 16]. Zudem ist mit einer geringeren Verschleißrate der Werkzeuge bei niedrigeren Umformtemperaturen zu rechnen [198, 199]. Trotz leicht höherer Rohstoffkosten durch den erhöhten Mn-Gehalt des MMnS im Vergleich zum 22MnB5 kann der Einsatz von MMnS so insgesamt zu einer Kosteneinsparung führen [9].

Dennoch erfordert die mögliche breite industrielle Anwendung von MMnS im Presshärten weitere Forschung. Hierbei beginnen die Herausforderungen bereits bei der Stahlerzeugung, da vor allem die Zugabe von Al die Gießbarkeit verschlechtert [200–202]. Weiterhin ist die Kaltwalzbarkeit durch die hohe Härte des Martensits eingeschränkt, was eine Zwischenglühung nach dem Warmwalzen und vor dem Kaltwalzen nahezu unabdingbar macht. Eine Alternative zu dieser Route bildet das interkritische Halbwarmwalzen, bei welchem Produktionskosten durch die Verkürzung der Prozesskette eingespart werden können [127, 203]. Weitere zu untersuchende Aspekte sind die Integration unterschiedlicher Wärmebehandlungsrouten (vgl. Kapitel 2.4.2) in bereits vorhandene Presshärteketten, sowie die Analyse der Mikrostrukturentwicklung während des späteren Bauteileinsatzes [200]. Besonders ersterer Aspekt ist Forschungsschwerpunkt der vorliegenden Arbeit und wird daher in den folgenden Kapiteln ausführlich untersucht.

3 Experimentelle Durchführung

3.1 Werkstoffe

Beim untersuchten Werkstoff handelt es sich um den Mittelmanganstahl Fe-0,3C-5Mn-1,5Si, dessen mittels Thermocalc (Datenbank: TCFE9) berechnete Gleichgewichtsphasenzusammensetzung in **Abbildung 3.1** dargestellt ist.

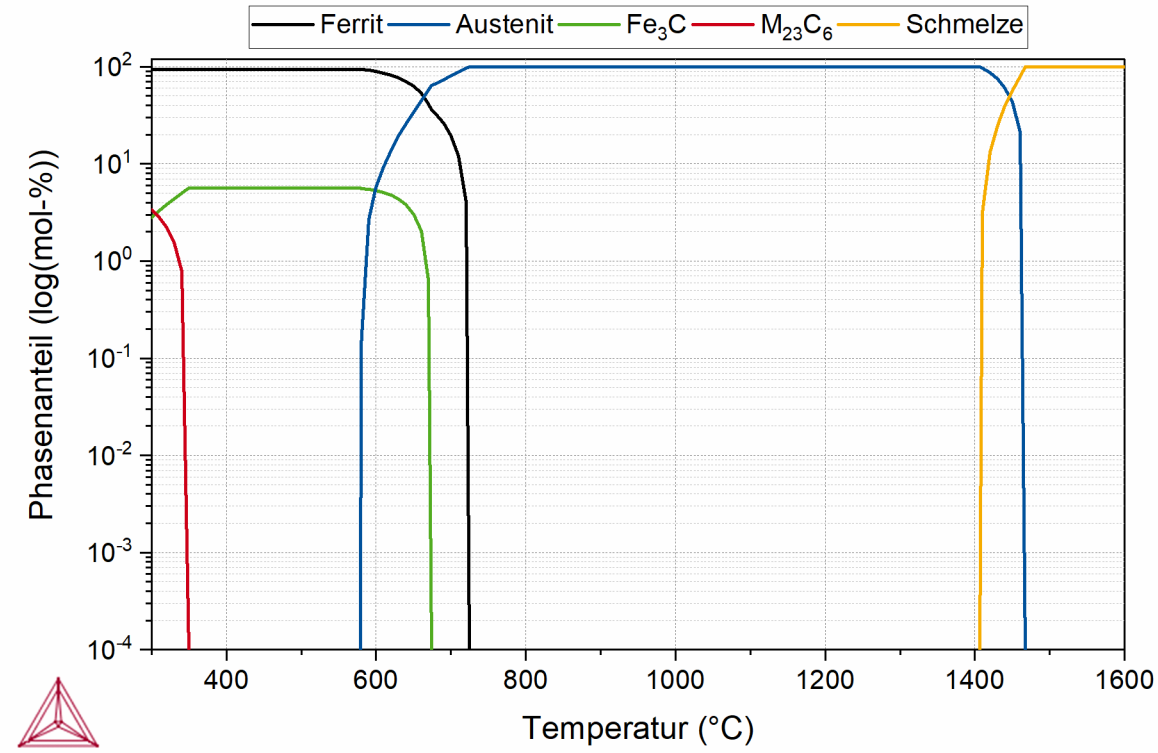


Abbildung 3.1: Gleichgewichtsphasenzusammensetzung des Fe-0,3C-5Mn-1,5Si berechnet mittels Thermocalc.

Der Werkstoff wurde im Labormaßstab in einem Vakuuminduktionsofen erschmolzen und zu Vierkantblöcken mit je 80 kg abgegossen. Der Blockquerschnitt betrug im abgegossenen Zustand 140 mm x 140 mm. Im Anschluss an den Abguss wurden die Blöcke zunächst zwei Stunden bei 1150 °C homogenisiert, bevor sie in einem Temperaturbereich zwischen 1150 und 850 °C auf einen Querschnitt von 120 mm x 120 mm geschmiedet wurden. Auf die Schmiedung folgt eine weitere Homogenisierung für fünf Stunden bei 1150 °C mit anschließender Abkühlung im Ofen. Vor dem Warmwalzen wurde der geschmiedete Block in Rohlinge einer Länge von 200 mm getrennt, welche wiederum eine Stunde bei 1200 °C erwärmt wurden und anschließend auf eine Dicke von 3 mm in mehreren Stichen warmgewalzt wurden. Die Walzendtemperatur lag bei den Versuchen jeweils zwischen 950 und 850 °C. Zur Verbesserung der Kaltwalzbarkeit wurde das Warmband dann zunächst zwei Stun-

den bei 650 °C spannungsarm geglüht und erst anschließend auf eine finale Dicke von 1,5 mm kaltgewalzt. Zur einfachen Übersicht ist die Herstellungsroute grafisch in **Abbildung 3.2** dargestellt.

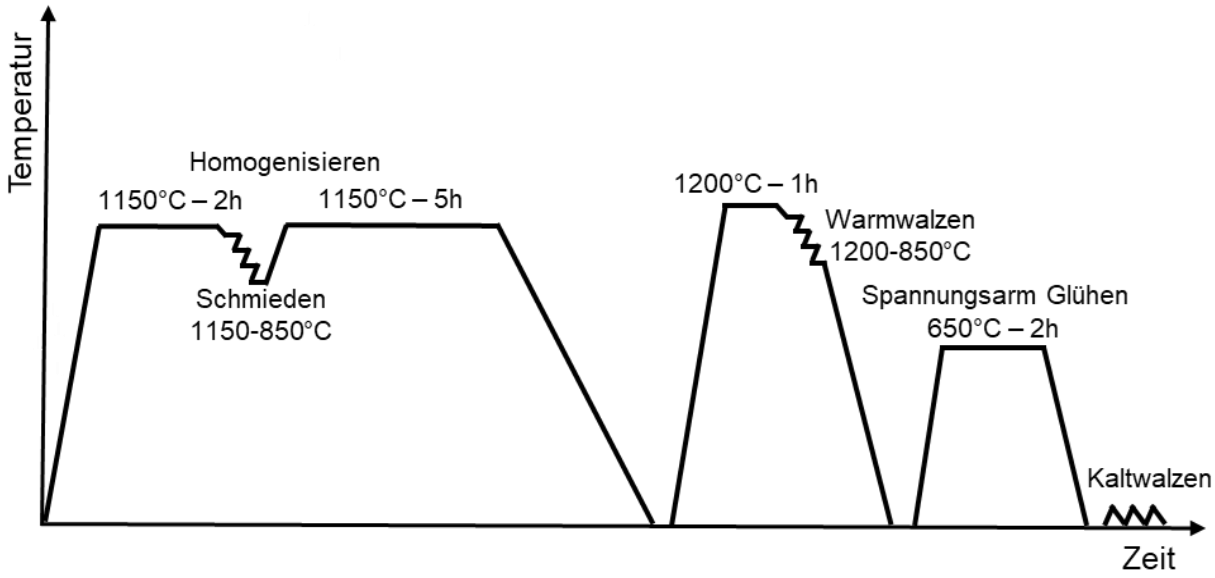


Abbildung 3.2: Schematische Darstellung der Herstellungsroute von Kaltband aus Fe-0,3C-5Mn-1,5Si.

Die exakten chemischen Zusammensetzungen des MMnS sowie des Vergleichsmaterials der industriell hergestellten Güte 22MnB5 sind **Tabelle 3.1** zu entnehmen. Die Laborversuche wurden hierbei mit der ersten Schmelze „MMnS_L“ durchgeführt, während für das spätere Presshärten eine zweite Schmelze „MMnS_PH“ benötigt wurde, welche sich nur leicht in der chemischen Zusammensetzung unterscheidet. Im Weiteren wird jedoch nicht weiter explizit unterschieden, sondern die Bezeichnung Fe-0,3C-5Mn-1,5Si oder MMnS verwendet.

Tabelle 3.1: Chemische Zusammensetzung der untersuchten Stähle (Massenanteil in %) bestimmt mittels Funkenspektralanalyse (C und S mittels Verbrennungsanalyse).

Stahl	C	Si	Mn	P	S	Cr	Al	Ti	B
MMnS_L	0,30	1,55	4,99	0,005	0,003	0,04	0,004	<0,003	-
MMnS_PH	0,31	1,60	5,00	0,003	0,003	0,04	0,007	<0,003	-
22MnB5	0,22	0,19	1,24	0,009	0,001	0,22	0,050	0,040	0,002

Zur Untersuchung des Einflusses der in Kapitel 2.4.2 beschriebenen Wärmebehandlungsrouten auf den Fe-0,3C-5Mn-1,5Si wurden zunächst entsprechende Wärmebehandlungen im Dilatometer durchgeführt, die Phasenumwandlungskinetik ausgewertet und nachfolgend die Proben mikrostrukturell untersucht. Zur Prüfung mechanischer Kennwerte wurden zudem Zugproben in Salzbädern wärmebehandelt und anschließend getestet. Vielversprechende Zustände wurden zuletzt in einem Presshär-

teprüfstand reproduziert und auch mittels Mikrostrukturanalyse und mechanischer Prüfung bewertet. Die verwendeten Untersuchungsmethoden sind im Folgenden detaillierter beschrieben.

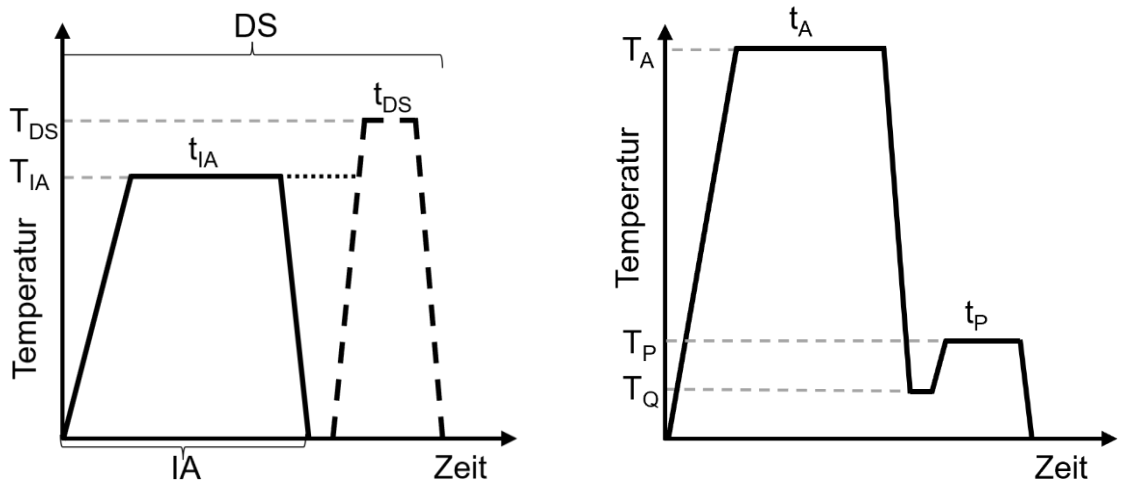
3.2 Dilatometrie

Die Wärmebehandlungen und Analyse der auftretenden Phasenumwandlungen wurden mit einem Dilatometer des Typs Dil805 A/D der Firma Bähr an quaderförmigen Proben mit einer Geometrie von 7 mm x 4 mm x 1,5 mm unter Vakuum durchgeführt. Das Aufheizen der Probe geschieht induktiv über eine doppeltgewickelte, wassergekühlte Kupferspule, während mittels Argons bzw. Heliums gekühlt wird. Die Temperaturführung wird über ein an die Probe angeschweißtes PtRh-Pt-Thermoelementpaar geregelt.

Ausgewertet wird jeweils die Langenänderung, welche über Schubstangen ermittelt wird, als Funktion der Temperatur bzw. Zeit. Eine Phasenumwandlung kann durch die Abweichung des linearen Verlaufs der Dilatationskurve während des Aufheizens oder Abkühlens identifiziert werden, da die unterschiedlichen Phasen Austenit und Ferrit bzw. Martensit unterschiedliche Kristallstrukturen und Ausdehnungskoeffizienten besitzen.

In den durchgeführten Dilatometeruntersuchungen wurden zunächst sowohl für den MMnS als auch den 22MnB5 die A_{c1}- und A_{c3}-Temperatur bei einer kontinuierlichen Aufheizrate von 0,05 K/s bestimmt, sowie kontinuierliche Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubilder (ZTU) gemäß SEP 1680 erzeugt. Für eine Austenitisierung entsprechend des Presshärteprozesses wurde hierbei für 300 s eine Temperatur von A_{c3}+60 °C gewählt.

Auf Basis der ermittelten Umwandlungstemperaturen wurden dann die in **Abbildung 3.3** und **Tabelle 3.2** bis **Tabelle 3.4** dargestellten zu untersuchenden Wärmebehandlungsrouten für das Quenching & Partitioning sowie das einstufige und zweistufige interkritische Glühen festgelegt. Die Aufheizrate betrug jeweils 3 K/s, abgeschreckt wurde mit einer Geschwindigkeit von 30 K/s mittels Argons. Beim Q&P wurde zudem die Austenitisierungstemperatur T_A (840 °C) und Austenitisierungsdauer t_A (300 s) sowie die Partitioningtemperatur T_P (400 °C) konstant gehalten.



(a) (b)

Abbildung 3.3: Schematische Darstellung der Wärmebehandlungsrouten einschließlich der Definition der Wärmebehandlungsparameter (quantitativ sind diese Tabelle 3.2, Tabelle 3.3 und Tabelle 3.4 zu entnehmen): (a) Interkritsches Glühen und Double Soaking und (b) Quenching & Partitioning.

Tabelle 3.2: Untersuchte Variationen der interkritischen Glühtemperaturen (T_{IA}) und Glühdauern (t_{IA}) für IA.

Zustandsbezeichnung	T_{IA} (°C)	t_{IA} (s)
IA650_60	650	60
IA650_300		300
IA675_120	675	120
IA675_300		300
IA675_600		600
IA685_60	685	60
IA685_120		120
IA685_180		180
IA685_300		300
IA685_600		600
IA700_300	700	300
IA750_300	750	300

Tabelle 3.3: Untersuchte Variationen der interkritischen Glühtemperaturen (T_{IA}: Temperatur der 1. Stufe, T_{DS}: Temperatur der 2. Stufe) und Glühdauern (t_{IA}: Dauer der 1. Stufe, t_{DS}: Dauer der 2. Stufe) für das DS.

Zustandsbezeichnung	T_{IA} (°C)	t_{IA} (s)	T_{DS} (°C)	t_{DS} (s)
DS685_60-700_30	685	60	700	30
DS685_60-700_60				60
DS685_60-700_120				120
DS685_180-700_30	685	180	700	30
DS685_180-700_60				60
DS685_180-700_120				120
DS685_300-700_30	685	300	700	30
DS685_300-700_60				60
DS685_300-700_120				120
DS685_300-720_30	685	300	720	30
DS700_300-750_30	700	300	750	30

Tabelle 3.4: Untersuchte Variationen der Quenchingtemperatur (T_Q) und der Partitioningdauer (t_P) für das Q&P.

Zustandsbezeichnung	T_Q (°C)	t_P (s)
QP130_60	130	60
QP150_60	150	60
QP150_120		120
QP150_180		180
QP150_300		300
QP170_60	170	60
QP170_180		180
QP170_300		300
QP190_60	190	60
QP210_60	210	60

3.3 Mikrostrukturuntersuchung

3.3.1 Lichtoptische Mikroskopie

Für die lichtoptische Mikroskopie (LOM) wurden die Proben zunächst mechanisch geschliffen und auf 6, 3 und letztlich 1 µm poliert. Zur Darstellung des Gefüges wurden die Proben anschließend für 3-5 s mit 3 %-iger Nitallösung (bestehend aus 3 cm³ Salpetersäure und 97 cm³ Ethanol) geätzt. Die entsprechenden Aufnahmen wurden mit einem digitalen Lichtmikroskop Keyence VHX6800 durchgeführt.

3.3.2 Rasterelektronenmikroskopie

Für die Rasterelektronenmikroskopie (REM) wurden die zu untersuchenden Proben leitend in Duroplast der Firma QATM eingebettet und analog zu Kapitel 3.3.1 präpariert. Die Aufnahmen wurden anschließend mit Hilfe eines Zeiss Sigma Rasterelektronenmikroskop mit Feldemissionskathode als Elektronenquelle in Kombination mit einem Sekundärelektronendetektor durchgeführt. Die Sekundärelektronen werden hierbei durch inelastische Wechselwirkungen der Primärelektronen und den Atomen des Probenmaterials aus dem Probenmaterial freigesetzt. Die emittierten Sekundärelektronen werden hierbei im Detektor nachgewiesen.
Bei den in dieser Arbeit durchgeführten Aufnahmen wurde eine Beschleunigungsspannung von 20 kV und ein Arbeitsabstand von 8-10 mm verwendet.

3.3.3 Elektronenrückstreubeugung

Für eine detaillierte quantitative Analyse der Mikrostruktur wurde vor allem auf die Methode der Elektronenrückstreubeugung (engl. *Electron Backscatter diffraction* EBSD) zurückgegriffen. Die zu untersuchenden Proben werden auch hier zunächst leitend eingebettet und bis auf 1 µm poliert. Zusätzlich wird jedoch noch eine Endpolitur mit der Siliziumoxidpoliersuspension „OP-S“ der Firma Struers mit einer Korngröße von 0,25 µm durchgeführt, um die durch das Schleifen eingebrachte plastische Verformungsschicht zu entfernen. Die Messungen wurden anschließend mit einem Zeiss Sigma Rasterelektronenmikroskop in Kombination mit einem Oxford EBSD-Detektor durchgeführt. Für die Messungen wurden die Proben um 70° gekippt. Der auf die Probe treffende Primärelektronenstrahl wird in nahezu alle Richtungen elastisch innerhalb der Probe gestreut. Elektronen können hierbei in alle Richtungen auf Kristallebenen treffen. Die Rückstreuelektronen werden auf einem Phosphorschirm detektiert und erzeugen charakteristische Beugungsmuster (Kikuchi-Pattern). Diese Muster entstehen bei der Beugung der im Material elastisch gestreuten Elektronen an den Netzebenen (hkl) der Kristalle. Die Rückstreuelektronen, welche jeweils die Bragg-Gleichung (Gleichung 2)

$$n \cdot \lambda = 2d_{hkl} \cdot \sin(\theta) \qquad \text{Gleichung 2}$$

mit *n* als natürliche Zahl, λ als charakteristische Wellenlänge der Elektronen und *d* als Abstand paralleler Netzebenen mit den Indizes *h*, *k* und *l* unter dem Winkel θ erfüllen, bilden hierbei einen Beugungskegel (Kossel-Kegel) auf beiden Seiten der

Netzebenen, wobei die Schnittstellen dieser Kegel mit dem Detektor (Phosphorschirm) als parallele Linien dargestellt werden (vgl. **Abbildung 3.4**).

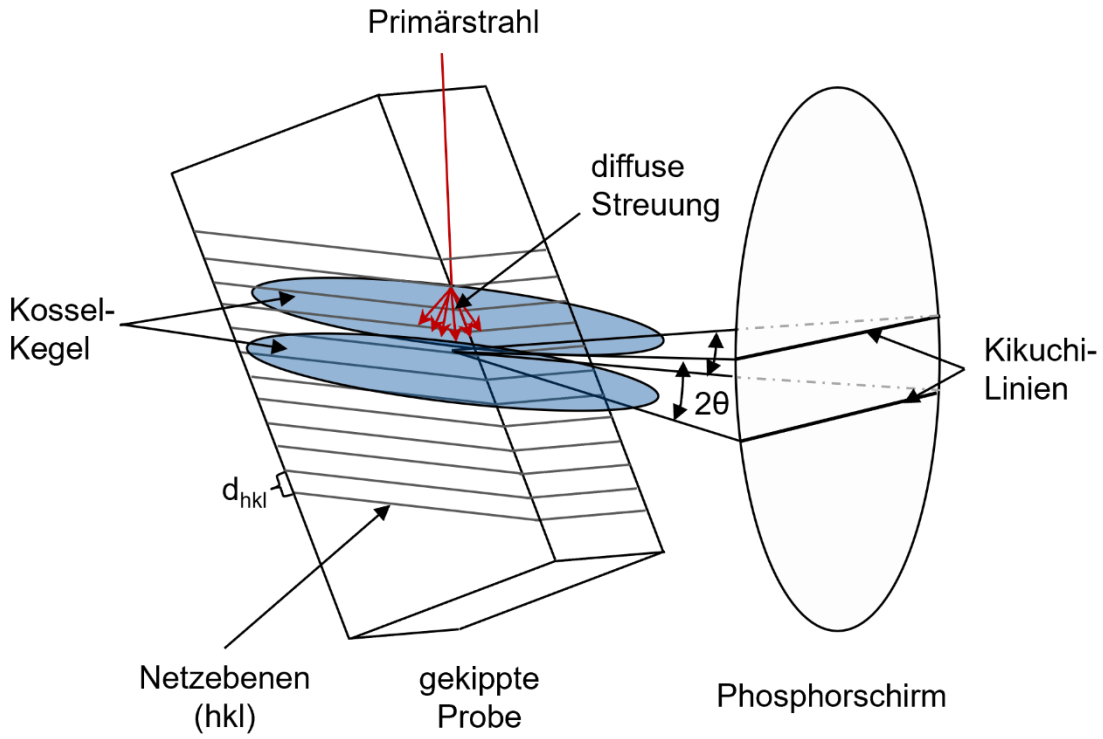


Abbildung 3.4: Schematische Darstellung der Erzeugung von Kikuchi-Bändern bei der Elektronenrückstreubeugung (nach [153]).

Die so entstehenden Kikuchi-Bänder entsprechen durch ihre unterschiedliche Breite einer bestimmten kristallografischen Ebene und geben Information über die Kristallstruktur und -orientierung [204]. Die Beugungsmuster werden in der vorliegenden Untersuchung automatisiert mit der Software AZtechHKL über eine Hough-Transformation (Gleichung 3) ausgewertet. Hierbei wird eine gerade Linie im Bildraum (x,y) durch den senkrechten Abstand der Linie zum Ursprung ρ und dem Winkel zwischen diesem Lot und der x-Achse θ beschrieben, was die Ermittlung der Position und des Winkels der Kikuchi-Bänder im Hough-Raum ermöglicht.

$$\rho = x\,cos(\theta) + y\,sin(\theta) \qquad \text{Gleichung 3}$$

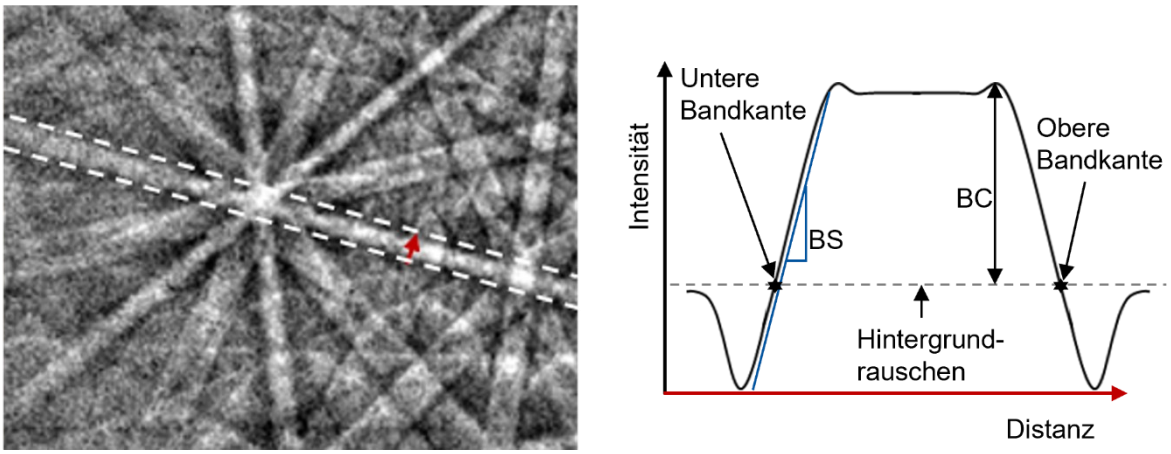
Durch die Abrasterung der Probe wird so jedem Messpunkt eine kristallographische Gitterstruktur und Orientierung zugeordnet. Zudem können durch Orientierungsänderungen auch Klein- und Großwinkelkorngrenzen abgebildet werden.

Durch den Vergleich der gemessenen Kikuchi-Muster mit den theoretischen Mustern kann die lokale Missorientierung der Gitterstruktur bestimmt werden. Ein wichtiger Kennwert hierfür ist die Kernel Average Misorientation (KAM). Diese bestimmt die durchschnittliche Missorientierung eines Messpunkts in Abhängigkeit von der vorde-

finierten Anzahl nächster Nachbarn. Eine erhöhte Versetzungsdichte und somit Verzerrung des Kristallgitters führen daher zu einem steigenden KAM-Wert. Weiterhin kann für die Bewertung von Rekristallisation die Kornorientierungsstreuung (engl. *Grain Orientation Spread* GOS) angewendet werden. GOS gibt den Mittelwert des Grades der Missorientierung zwischen jedem Pixel im Korn und der durchschnittlichen Orientierung des Korns an. Hier wird angenommen, dass innerhalb rekristallisierter Körner keine starke Missorientierung vorliegt.

Des Weiteren kann die Qualität der Beugungsmuster (engl. *Image Quality* IQ) genutzt werden, um einen Werkstoff näher zu analysieren. Diese wird durch die Beeinträchtigung der Perfektion des Kristallgitters beeinflusst. Wird eine Atomebene durch eine elastische Verformung verbogen, so ist die Bragg-Gleichung (Gleichung 2) nicht mehr exakt erfüllt, was zu einem diffuseren Kikuchi-Band führt. Bei einer gleichmäßigen Dehnung der Atomebene hingegen wird das Band nur verbreitert. Auch Versetzungen, Korngrenzen und Trippelpunkte sind Defekte und stören das Kristallgitter. Sofern Korngrenzen im Beugungsvolumen vorhanden sind, kommt es hierbei zu Überlagerung der einzelnen Kristallgitter, was auch insgesamt zu einem diffuseren Beugungsmuster führt [205].

Mittels EBSD können dementsprechend die Bereiche unterschiedlicher kristallografischer Struktur quantitativ bestimmt werden, wodurch sich der kfz Austenit leicht vom krz Ferrit, sowie angelassenem primären Martensit und frischem sekundärem Martensit unterscheiden lässt. Zur Unterscheidung der krz Phasen muss hingegen auf Zusatzinformation wie die IQ zurückgegriffen werden. Eine Möglichkeit ist hierbei die Verwendung des Band Contrasts (BC), welcher die Qualität der Beugung der Kikuchi-Pattern durch den Vergleich der Intensität des Bandes mit der des Hintergrunds beschreibt oder des Band Slopes (BS), welcher die Steigung der Intensitätsänderung an der Kante des Kikuchi-Bandes, also die Schärfe der Bandkante beschreibt [206, 207]. Beide Parameter sind zum besseren Verständnis in **Abbildung 3.5** dargestellt.



(a) (b)

Abbildung 3.5: (a) Beispiel von Kikuchi-Pattern (b) Definition der EBSD-Bildqualitätsparameter BC und BS am Beispiel der Intensitätsmessung (roter Pfeil in (a)) über das dargestellten Kikuchi-Band (nach [207]).

Aufgrund der hohen Defektdichte besitzt Martensit im Allgemeinen einen niedrigen BC bzw. BS, während Ferrit durch die geringe Versetzungsdichte einen höheren BC bzw. BS aufweist, wodurch beide Parameter bei Dualphasen-Stählen bereits zur quantitativen Bestimmung der Phasenanteile erfolgreich angewendet werden konnten [206–208].

Für Stähle, welche mittels Q&P wärmebehandelt wurden, wurden zudem erste Versuche unternommen zumindest qualitativ eine Unterscheidung von angelassenem und frischem Martensit mittels BC durchzuführen. Jedoch werden Korngrenzen und die Probenpräparation als Hindernis für eine quantitative Bestimmung der Phasenanteile gesehen, da diese die lokale IQ herabsetzen [23, 209].

Um diesen negativen Einfluss von Korngrenzen auf die Bildqualität benachbarter Pixel auszuschließen und den frischen Martensit nicht zu überschätzen, kann die Zuordnung zu Phasen nicht für jedes Pixel, sondern für jedes Korn vorgenommen werden [208]. Hierzu wird in der vorliegenden Arbeit daher zunächst jeweils der Mittelwert des BC bzw. BS der einzelnen krz Körner bestimmt und grafisch in einer grau-Skala abgebildet, wobei Körner mit einer hohen Bildqualität heller dargestellt werden. Mittels der Otsu-Methode [210], bei welcher das Graustufenhistogramm eines Bildes in zwei Klassen mit maximaler Varianz zwischen einander eingeteilt wird, kann automatisiert ein Schwellwert bestimmt werden, gemäß welchem zwischen Ferrit (hohe Bildqualität) und Martensit (niedrigere Bildqualität) unterschieden werden kann [211]. Die Vorgehensweise ist in **Abbildung 3.6** exemplarisch dargestellt.

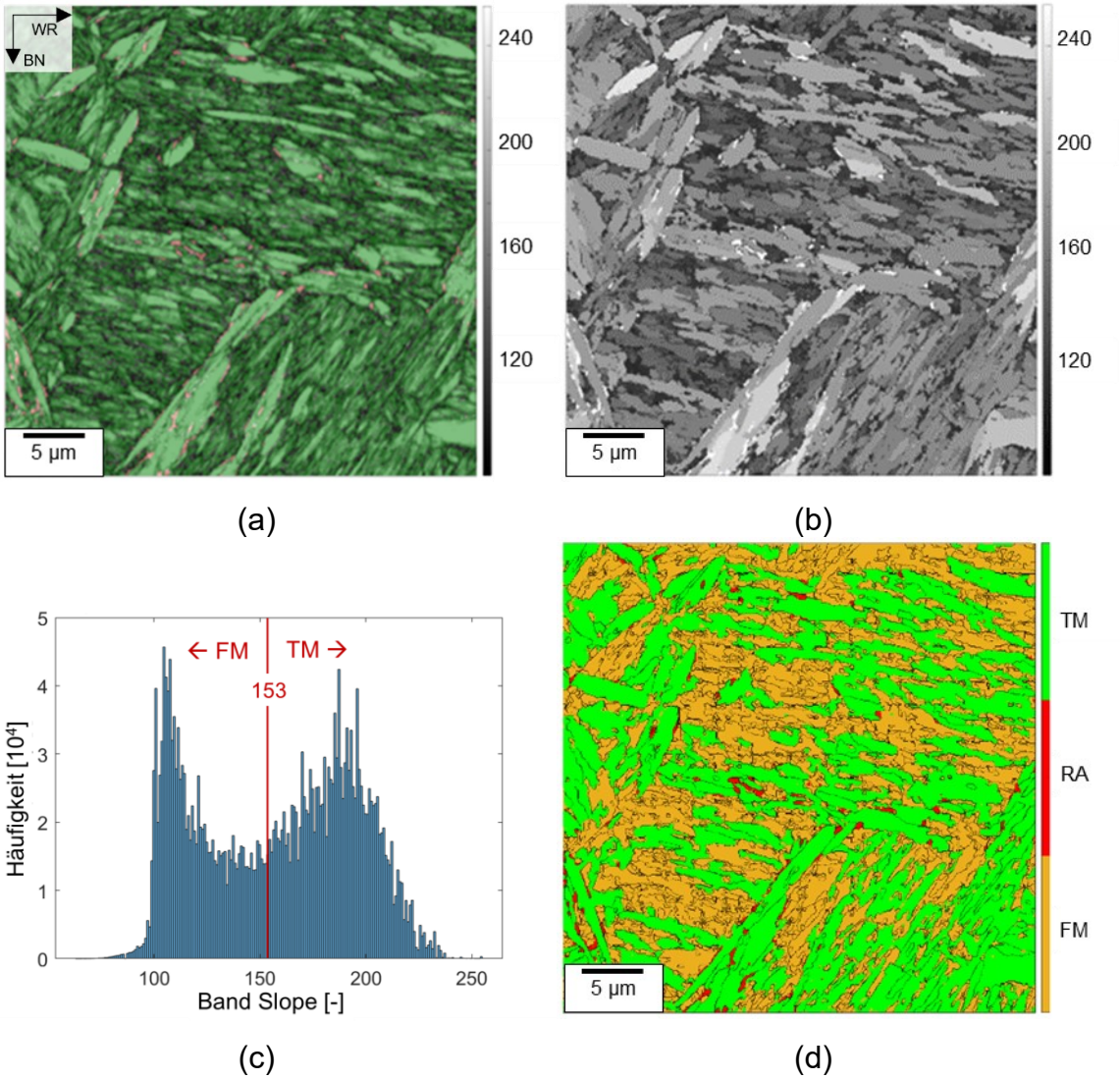


Abbildung 3.6: Grafische Beschreibung der Differenzierung zwischen FM und TM mittels EBSD: (a) EBSD-Phasenverteilung (rot: kfz, grün: krz) überlagert mit BS, (b) Darstellung der Kornmittelwerte des BS (c) Histogramm der Kornmittelwerte des BS mit bi-modaler Verteilung und bestimmtem Schwellwert zur Unterscheidung von TM und FM und (d) auf Basis des BS-Schwellwerts neu generierte detaillierte Phasenverteilung.

Bei den Untersuchungen dieser Arbeit wurde mit einer Beschleunigungsspannung von 20 kV und einem Arbeitsabstand von 17-18 mm gearbeitet. Als Binning-Modus für die Messungen wurde 8x8 gewählt, wobei das Signal der 8x8 Pixel kombiniert wird, was die Auflösung zwar reduziert, aber die Geschwindigkeit deutlich erhöht, wodurch ein größerer Probenbereich analysiert werden kann. Zudem wird durch das Binning das Signal-Rausch-Verhältnis deutlich verbessert, da das Ausleserauschen nicht für jedes einzelne Pixel auftritt. Aufgrund des feinen Gefüges wurde eine Schrittweite von 60 nm eingestellt. Die weitere Auswertung der Daten wurde mit der open-source Matlab toolbox „MTEX“ vorgenommen, wobei für die Kornrekonstruktion eine Missorientierung von 5° als Schwellwert gewählt wurde. Für die Berechnungen der KAM-Werte werden die 2-nächsten Nachbarn berücksichtigt und ein Schwellwert

von 2° angewendet. Bezüglich der Auswertung des rekristallisierten Anteils wird ein GOS-Wert von 1° als Schwellwert gesetzt. Zur Abschätzung der Dichte geometrisch notwendiger Versetzungen (*engl. Geometrically Necessary Dislocations GND*) wird die von Pantleon [212] vorgeschlagene Methode angewendet, welche auf Krümmungs- und Versetzungsdichte-Tensoren mit reduzierter Anzahl von Komponenten basiert, und in MTEX implementiert ist.

3.3.4 Elektronenstrahlmikroanalyse

Die Elektronenstrahlmikroanalyse (ESMA) wurde mit einer Elektronenstrahl-Mikrosonde mit Feldemission-Elektronenquelle vom Typ JEOL JXA-8530F am Gemeinschaftslabor für Elektronenmikroskopie (GfE) der RWTH Aachen University durchgeführt. Die Probenpräparation entsprach hierbei derjenigen der EBSD-Messungen. Zusätzlich wurde in die Proben ein Raster von Mikrohärteeindrücken eingebracht, um die mittels Elektronenstrahl-Mikrosonde analysierten Bereiche für anschließende zu überlagernde EBSD-Messungen einfacher wiederzufinden. Es wurden sowohl qualitative C-, Mn- und Si-Mappings sowie jeweils drei quantitative Linienscans dieser Elemente pro untersuchten Zustand mit einer Schrittweite von 80 nm durchgeführt. Die angewendete Beschleunigungsspannung betrug bei den Versuchen 15 V bei einem Strahlenstrom von 100 nA.

3.3.5 Röntgenbeugung

Zusätzlich zu den EBSD-Messungen wurden zur Überprüfung des Austenitgehalts Röntgenbeugungs (XRD)-Versuche an ausgewählten Zuständen durchgeführt. Vorteil der XRD-Untersuchungen ist, dass durch die Verwendung von Röntgenstrahlung eine höhere Eindringtiefe vorherrscht und somit ein größeres Probenvolumen geprüft wird.

In der vorliegenden Arbeit wurde hierfür ein Röntgendiffraktometer des Typs 3000PTS der Firma Seifert mit einer Röntgenstrahlung der charakteristischen Wellenlänge $\lambda_{CrK\alpha} = 0{,}2289726$ nm verwendet. Die Beugungsintensitäten wurden jeweils in einem 2θ-Winkel zwischen 60° und 165° gemessen. Die Rotation des Detektors während der Bestrahlung der Probe mit dem parallel-gerichteten Röntgenstrahl verursacht, wenn das Bragg´sche Gesetz (Gleichung 2) erfüllt ist, konstruktive Interferenzen, welche mittels des Detektors als Intensitätspeaks gemessen werden. Die Auswertung der gemessenen Intensitäten in Abhängigkeit vom 2θ-Winkel erfolgte über die Rietveld-Methode [213] mittels der open-source Software „MAUD“. Als An-

fangsmodelle der zu erwartenden Phasen, wurden zunächst kfz- und krz-Fe sowie Fe_3C aus der Crstystallography Open Database [214] verwendet. Zusätzlich wurde geprüft, ob das Verwenden einer tetragonal-raumzentrierten (trz) Fe-Kristallstruktur (angenommen für Martensit) als Anfangsbedingung Unterschiede im Austenitphasenanteil ergibt. Die gewählten Anfangsmodelle werden mittels MAUD iterativ nach der Methode der kleinsten Quadrate optimiert.

3.4 Mechanische Prüfung

3.4.1 Zugversuche

Die mechanischen Eigenschaften wurden mittels uniaxialem quasi-statischem Zugversuchs mit einer konstanten Dehngeschwindigkeit von 0,00025 s^{-1} gemäß DIN EN ISO 6892-1 bei Raumtemperatur bestimmt. Zur Prüfung wurde hierzu eine Zugprüfmaschine des Typs Z100 der Firma Zwick/Roell verwendet, wobei die Dehnungsmessung optisch mittels Videoextensometer durchgeführt wurde. Bei den untersuchten Proben handelt es sich um Flachzugproben der Geometrie A30 (**Abbildung 3.7**, **Tabelle 3.5**), welche mittels Wasserstrahlschneidens parallel zur Walzrichtung aus dem Kaltband getrennt und anschließend in Salzbädern gemäß Tabelle 3.2, Tabelle 3.3 und Tabelle 3.4 wärmebehandelt wurden. Vor der Prüfung wurden zudem deren Schnittkanten parallel abgeschliffen.

Zusätzlich zu den kontinuierlich bis zum Bruch durchgeführten Zugversuchen, wurden am Zustand IA685_300 diskontinuierliche Zugversuche an Untermaß-Flachzugproben (Abbildung 3.7, Tabelle 3.5) durchgeführt. Die Versuche wurden hierbei nach 5,2 %, 7,5 %, 9,5 % und 11,5 % gestoppt. Vor Beginn des Versuchs und nach jeder Unterbrechung wurden an der Probe jeweils an der identischen Stelle EBSD-Messungen, wie in Kapitel 3.3.3 beschrieben, durchgeführt, um die Entwicklung des Austenitgehalts und der Versetzungsdichte während des Zugversuchs zu untersuchen.

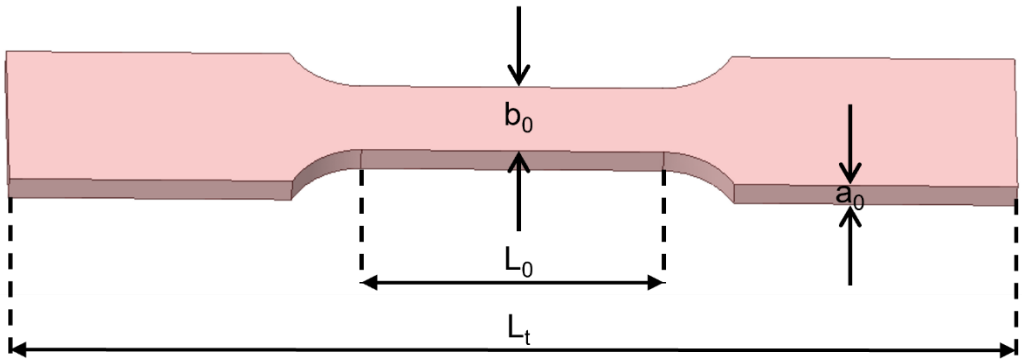


Abbildung 3.7: Schematische Zeichnung der verwendeten Flachzugprobengeometrien (Dimensionen sind Tabelle 3.5 zu entnehmen).

Tabelle 3.5: Dimensionen der für die Zugprüfung verwendeten Flachzugproben.

	A30-Probe	Untermaß-Flachzugprobe
Anfangsprüflänge L_0	30 mm	15 mm
Probenlänge L_t	123,5 mm	50 mm
Min. Probendicke a_0	1,5 mm	1,5 mm
Min. Probenbreite b_0	5 mm	4 mm

Neben den Zugversuchen mit Videoextensometer wurden des Weiteren an den interkritisch geglühten Zuständen IA685_60, IA685_300, IA685_600 und IA700_300 Zugversuche an A30-Proben in Kombination mit digitaler Bildkorrelation (DIC) durchgeführt. Verwendet wurde hier das optische Messsystem GOM Aramis mit einer Toshiba Teli CleverDragon 12 MP Kamera für eine 2D-Messung. Um Dehnungsänderungen zu verfolgen, werden die Zugproben mit einem stochastischen Punktmuster aus schwarzem und weißem Lack besprüht. Mittels Punktverfolgungsfunktion können an flachen Proben somit lokale Änderungen in X- und Y-Richtung bestimmt werden. Die Auswertung wurde mit der GOM Software Version 6.3 durchgeführt.

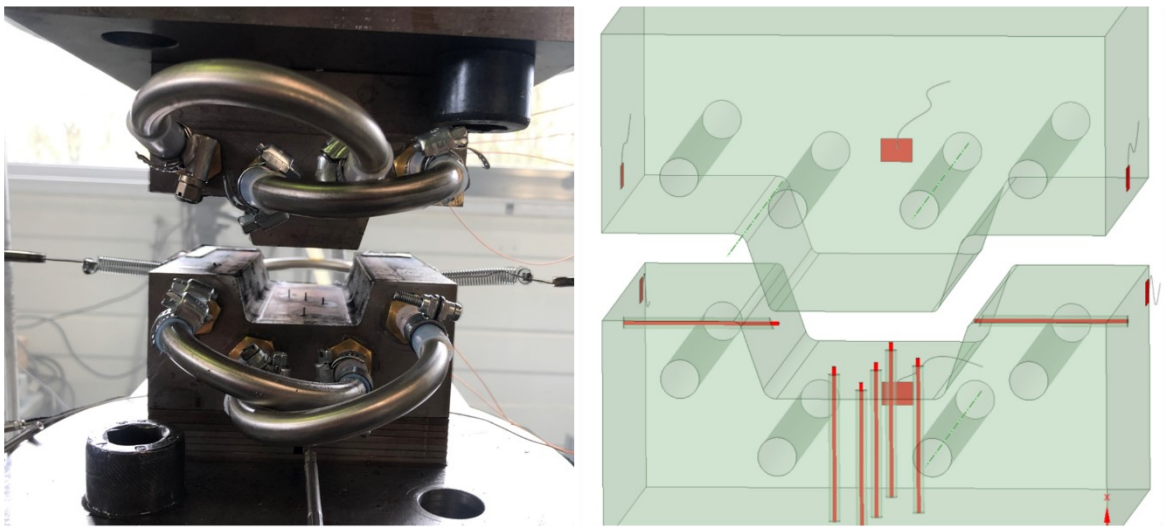
3.4.2 Härteprüfung

Neben den Zugversuchen wurden in der vorliegenden Arbeit Härtemappings mittels Ultrasonic Contact Impedance (UCI)- Verfahrens erstellt. Hierbei ist eine Vickers-Pyramide an einem Schwingstab befestigt, wodurch diese angeregt wird in Eigenfrequenz zu schwingen. Beim Eindringen der Pyramide mit einer definierten Prüfkraft von 9,81 N (HV1) in die Probe wird die Schwingung gedämpft und es kommt zu einer Frequenzänderung, über welche die lokale Härte ohne Vermessung der Eindringtiefe

ermittelt werden kann. Der zu untersuchende Bereich wurde zur Erstellung der Härteverläufe jeweils in einem Abstand von 0,3 mm in X- und Y-Richtung abgerastert.

3.5 Presshärteversuche

Für die Presshärteversuche wurde ein Presshärtewerkzeug in Form eines Hut-Profils mit einer Grundfläche von 130 mm x 130 mm und einem Tiefungsweg von 20 mm verwendet, welches sowohl in Stempel als auch Matrize mit jeweils 4 Kanälen zur Temperierung versehen ist. Die unteren Rundungen der Matrize sind hierbei mit R3,60 und die oberen mit R2,10 bemaßt. Zusätzlich wurden 7 federgelagerte Thermoelemente des Typs K in die Matrize integriert, um die Temperatur der eingelegten Platine im geschlossenen Werkzeug zu überwachen. Weitere Thermoelemente messen die Temperatur der Werkzeugoberfläche an unterschiedlichen Bereichen, sowie die Eingangs- und Ausgangstemperatur der Kühl- bzw. Heizflüssigkeit. Aufgenommen werden die Temperaturdaten mit einer Frequenz von 10 Datenpunkten/s durch zwei Datenlogger des Typs TC-08 von Pico Technology. Das Presshärtewerkzeug ist in **Abbildung 3.8** dargestellt.



(a) (b)

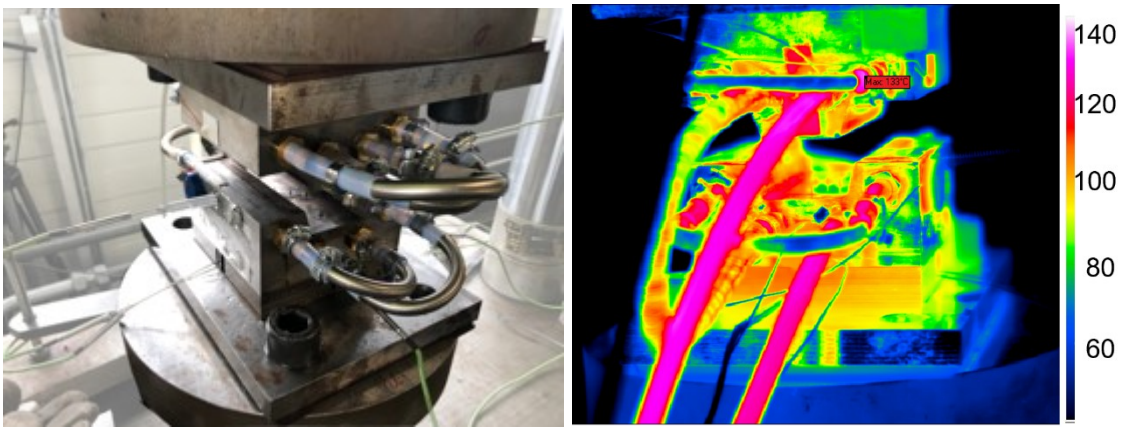
Abbildung 3.8: (a) In die servohydraulische Prüfmaschine eingebautes Presshärtewerkzeug, (b) schematische Darstellung des Werkzeugs mit Lage der Temperierkanäle und Thermoelemente.

Im Falle der Verwendung eines vollständig gekühlten Werkzeugs für das klassische Presshärten, sowie das Presshärten mit vorherigem IA wurde das Werkzeug wassergekühlt. Für das Presshärten in Kombination mit Q&P wurde das Werkzeug mittels Silikonöl auf T_Q geheizt. Hierfür wurde ein Bad-Umwälzthermostat des Typs

SAHARA S7 der Firma Thermo Fisher Scientific mit einer eingestellten Fließgeschwindigkeit von 6 l/min verwendet.

Für die Versuche wurde das Werkzeug in eine servohydraulische Prüfmaschine mit einer Prüfkraft von 160 kN der Firma Schenk eingebaut. Die vorgelagerte Wärmebehandlung sowie das Partitioning wurden in einem Ofen konvektiv durchgeführt. Eine zusätzliche Überwachung des Prozesses wurde mittels Thermokamera des Typs VarioCam hr mit einer Bildrate von 10 fps durchgeführt (**Abbildung 3.9**). Die Kalibrierung der Thermokamera wurde im Vorfeld mit an Dummy-Proben aufgeschweißten Thermoelementen durchgeführt. Die Proben wurden hierzu auf 840 °C erhitzt und in das offene Werkzeug gelegt.

Für das Presshärten wurden Bleche mit einer Geometrie von 110 mm x 110 mm eingesetzt. Die Anpresskraft wurde auf 150 kN festgelegt, was einer Flächenpressung von 12,4 MPa entspricht.



(a) (b)

Abbildung 3.9: Exemplarische Darstellung (a) des experimentellen Aufbaus und (b) zugehörige Thermografieaufnahme mit Skala in °C.

Zusätzlich wurde eine erste FEM-Simulation der Temperaturverteilung während des Umformens mittels Ansys Student 2022 R2 durchgeführt. Hierfür wurde zunächst mittels Computer-Aided Design die Werkzeuggeometrie mit Kühlkanälen nachgebildet und dessen Vernetzung mittels Tetraeder und Quader vorgenommen. Das Blech wurde nur mittels Quader vernetzt. An markanten Stellen, wie den Übergängen zu den Kühlkanälen, wurde die Knotendichte erhöht, um den Wärmeübergang besser nachzubilden. Im ersten Schritt wurde die Abkühlung des Bleches während der Entnahme aus dem Ofen bis hin zum Einlegen in das Werkzeug als eine Abkühlung an bewegter Luft für 3 s simuliert. Im Weiteren wurde dann die Temperaturentwicklung des Bleches und des Werkzeugs bei Aufliegen des Bleches auf der unteren Werkzeughälfte vor Beginn der Umformung für wiederum 3 s simuliert. Der letzte Schritt

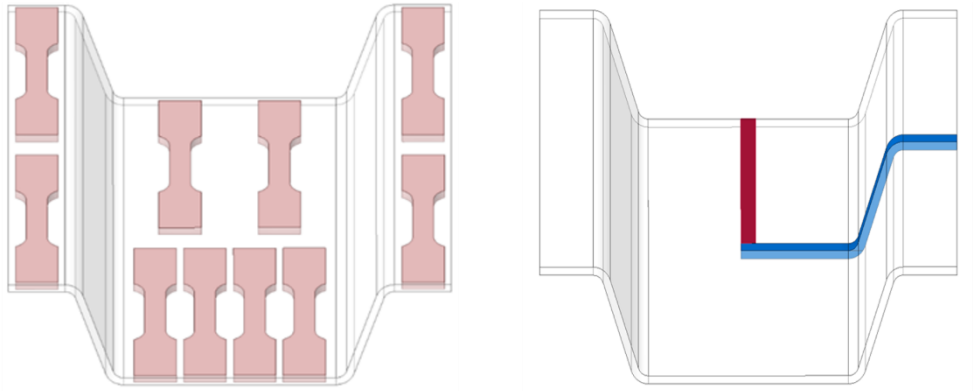
beinhaltet das Schließen (0,3 s), Halten (59,2 s) und wieder Öffnen (0,3 s) des Werkzeugs. Als Eingangsgrößen wurden für die Wärmeleitfähigkeit des Werkzeugs die des Warmarbeitsstahls X38CrMoV5-1 angenommen, welche in der Datenbank vorlag, und des MMnS, welche mittels JMatPro über die chemische Zusammensetzung abgeschätzt wurde, verwendet. Zudem wurde eine homogene Blechtemperatur von 840 °C sowie eine Werkzeugtemperatur von 130 °C als Anfangsbedingungen angenommen.

In **Tabelle 3.6** sind die durchgeführten Presshärteversuche in Kombination mit unterschiedlichen Wärmebehandlungen (IA+PH und PH+QP) des MMnS aufgelistet. Zusätzlich wurden klassische Presshärteversuche mit vollständig wassergekühltem Werkzeug sowohl für den MMnS als auch für den 22MnB5 als Vergleichszustände durchgeführt. Hierbei wurde der 22MnB5 bei 950°C und der MMnS bei 840°C für 300 s austenitisiert. Für die PH+QP-Zustände wurde die gleiche Austenitisierungsbedingung beibehalten sowie das Partitioning für alle PH+QP-Versuche bei 400 °C 300 s durchgeführt. Final wurden die PH+QP-Bauteile dann in Wasser abgeschreckt.

Tabelle 3.6: Auflistung der durchgeführten Presshärteversuche mit MMnS.

Zustandsbezeichnung	T_{IA} (°C)	t_{IA} (s)	T_Q (°C)
IA+PH685_180	685	180	RT
IA+PH685_300		300	RT
IA+PH685_600		600	RT
IA+PH700_300	700	300	RT
PH+QP_130	-	-	130
PH+QP_140	-	-	140
PH+QP_150	-	-	150
PH+QP_160	-	-	160

Anschließend an die Presshärteversuche wurden die Bauteile bezüglich der Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften charakterisiert. Neben kontinuierlich durchgeführten quasistatischen Zugversuchen an Untermaßproben, wurden zudem UCI-Härtemappings erstellt. Die Probenentnahme für die Prüfung der mechanischen Eigenschaften ist in **Abbildung 3.10** dargestellt.



(a) (b)

Abbildung 3.10: Schematische Darstellung der Probenentnahme aus pressgehärteten Bauteilen für (a) Zugversuche und (b) Härtemappings.

Des Weiteren wurden die Stege (Abbildung 3.10 (b)) mittels LOM auf größere mikrostrukturelle Inhomogenitäten überprüft und anschließend zudem ausgewählte Zustände mittels EBSD und XRD untersucht.

4 Ergebnisse

4.1 Charakterisierung der Ausgangs- und Vergleichszustände

4.1.1 Umwandlungsverhalten

Zur Bestimmung geeigneter Prozessparameter ist ein weites Verständnis über die Phasenumwandlungstemperaturen und Umwandlungskinetik der untersuchten Materialen von höchster Wichtigkeit. Hierzu wurden zunächst A_{c1}, A_{c3}, M_s und M_f von Fe-0,3C-5Mn-1,5Si und 22MnB5 mittels Dilatometrie bestimmt. Die jeweiligen Aufheizkurven sind in **Abbildung 4.1** dargestellt. Die Austenitbildung beginnt für Fe-0,3C-5Mn-1,5Si bei 663 °C und ist bei Erreichen der A_{c3}-Temperatur von 783 °C vollständig abgeschlossen. Zusätzlich zeigt sich beim Aufheizen eine Karbidauflösung, welche bei 735 °C beendet ist.

Die experimentell bestimmten Werte der Umwandlungstemperaturen liegen im Vergleich jedoch deutlich oberhalb der mittels Thermocalc berechneten Gleichgewichtswerte (vgl. Abbildung 3.1). Dennoch sind die Umwandlungstemperaturen niedriger als die des Vergleichswerkstoffs 22MnB5, welcher eine A_{c1}- bzw. A_{c3}-Temperatur von 734 °C und 846 °C besitzt.

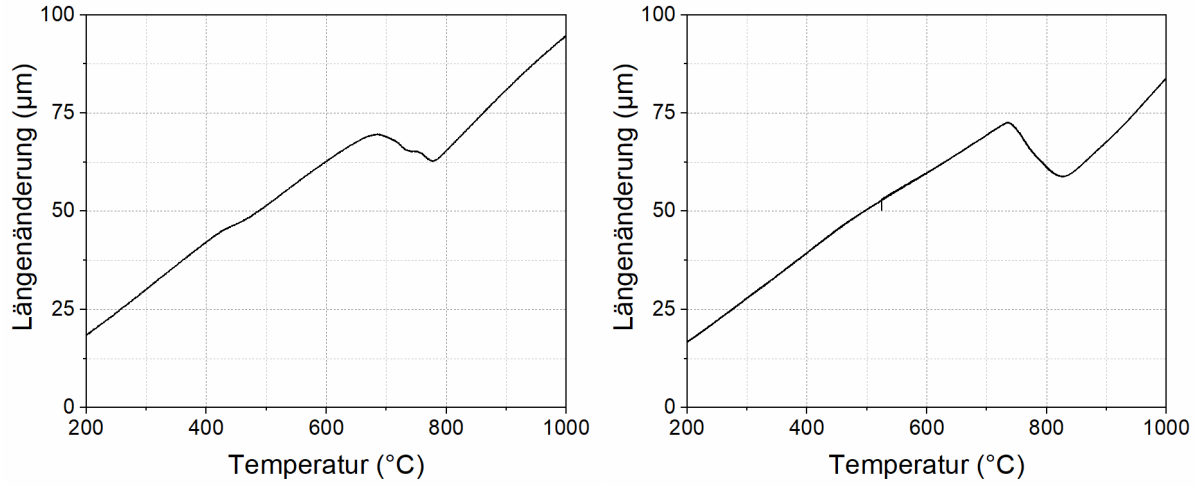
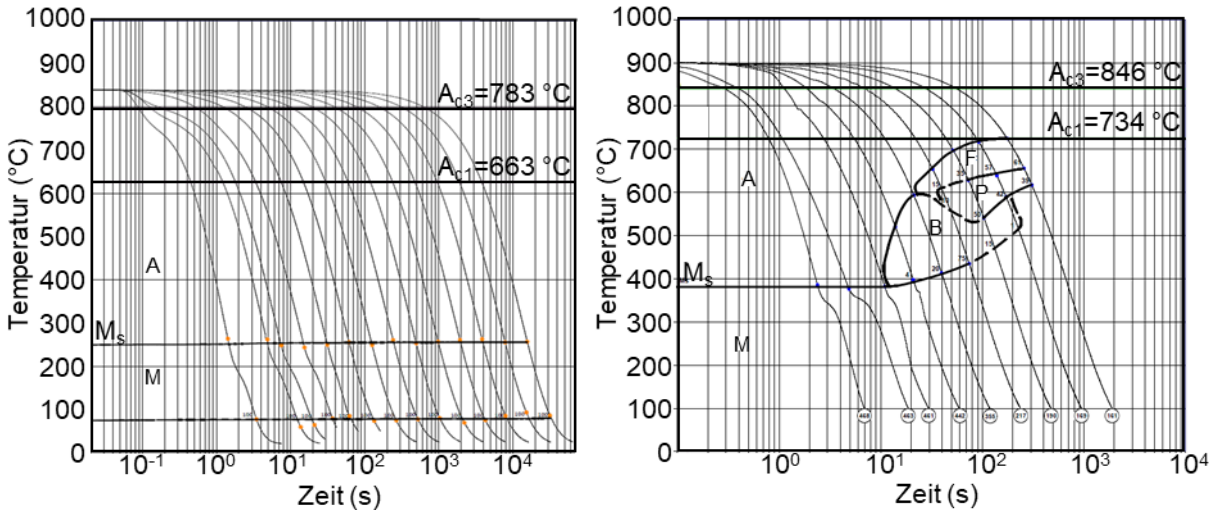


Abbildung 4.1: Dilatationskurven zur Bestimmung der Ac-Temperaturen von (a) Fe-0,3C-5Mn-1,5Si und (b) 22MnB5.

Abbildung 4.2 zeigt die erstellten kontinuierlichen ZTU-Schaubilder beider Werkstoffe. Selbst bei langsamer Abkühlung mit $t_{8/5}$-Zeiten von über einer Stunde treten beim Fe-0,3C-5Mn-1,5Si keine diffusiven Phasenumwandlungen, sondern nur die Martensitumwandlung auf. Die gemessene Härte beträgt im abgeschreckten Zustand

654 HV30 und nimmt mit zunehmender Abkühldauer bis auf 544 HV30 ab. M_s (244 °C) und M_f (85 °C) erweisen sich als konstant und zeigen keinen Trend oder starke Schwankungen in Abhängigkeit von der Abkühlgeschwindigkeit.
22MnB5 zeigt beim Abschrecken mittels Heliums ein rein martensitisches Gefüge mit einer maximalen Härte von 468 HV30. Bei langsamerer Abkühlung kommt es jedoch zur Bildung von Bainit und auch Ferrit und Perlit, was zu einem Absenken der Härte bis auf 161 HV30 führt.



(a) (b)

Abbildung 4.2: Kontinuierliche ZTU-Diagramme von (a) Fe-0,3C-5Mn-1,5Si und (b) 22MnB5.

4.1.2 Mikrostruktur und mechanische Eigenschaften

Im kaltgewalzten Zustand besitzt Fe-0,3C-5Mn-1,5Si eine martensitische Mikrostruktur mit einer ausgeprägten Walztextur, erkenntlich an den platt gedrückten ehemaligen Austenitkörnern, aus denen sich beim Abkühlen Martensit gebildet hat (**Abbildung 4.3** (b)). In REM-Aufnahmen (Abbildung 4.3 (a)) sind zudem helle runde Partikel zu sehen, die im Vergleich zur Matrix einen erhöhten C-Gehalt aufweisen, welcher mittels EDX gemessen wurde. Unter zusätzlicher Berücksichtigung der thermodynamischen Simulation (Abbildung 3.1) und der Dilatometeruntersuchungen (Abbildung 4.1 (a)) handelt es sich hierbei um Eisenkarbide. Im kaltgewalzten Ausgangszustand weist das Material eine Streckgrenze von 1279 MPa, eine Zugfestigkeit von 1340 MPa und eine Bruchdehnung von 1,5 % auf (vgl. **Abbildung 4.4** (a)).

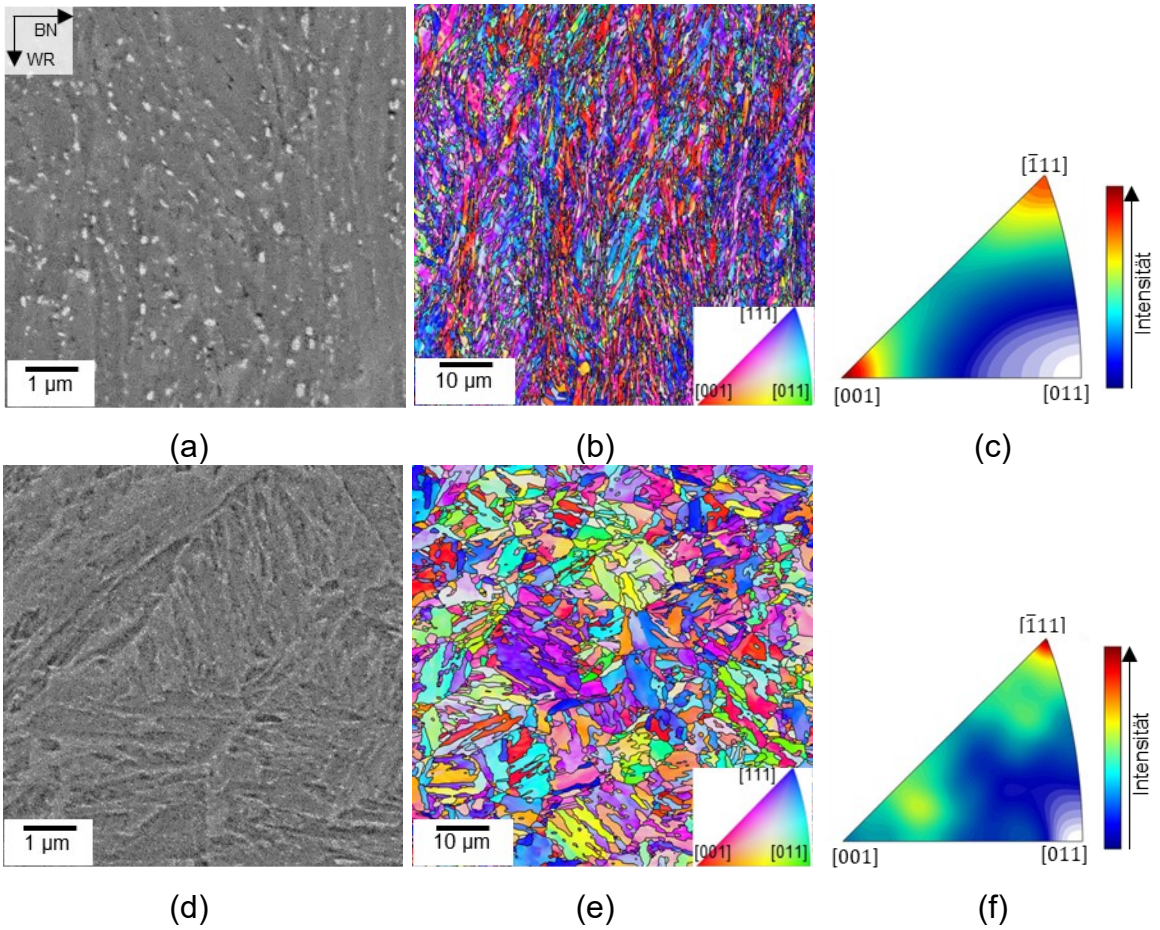


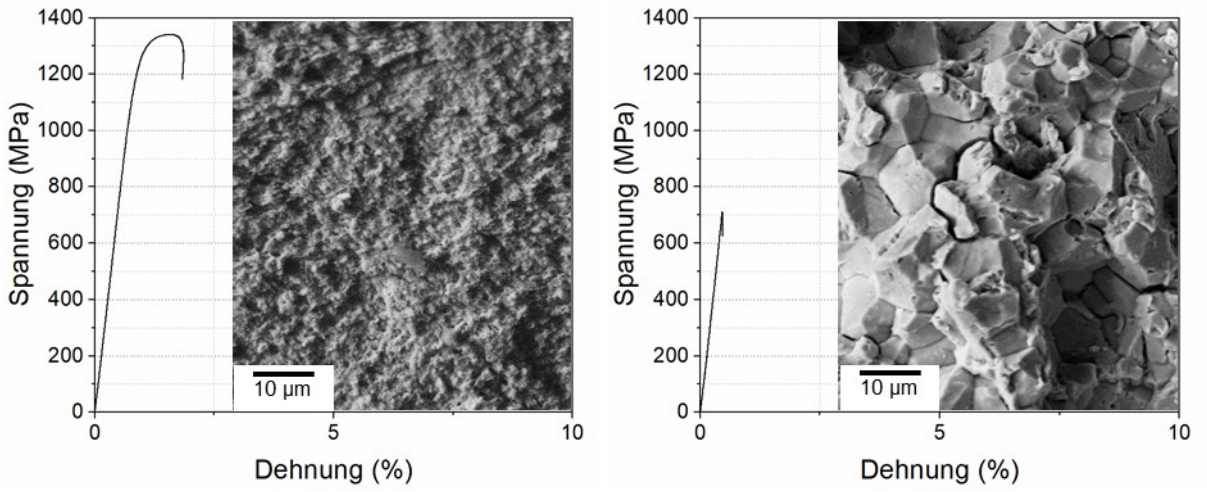
Abbildung 4.3: Mikrostrukturanalyse des kaltgewalzten Ausgangszustands (a) SE-Aufnahme, (b) EBSD IPF-Map mit ausgeprägter Walzstruktur und (c) IPF in Richtung der Blechnormalen; sowie des gehärteten Vergleichszustands (d) SE-Aufnahme, (e) EBSD IPF-Map und (f) IPF in Richtung der Blechnormalen.

In Anlehnung an das Presshärten wurde als Vergleichszustand das Material zudem austenitisiert und in Wasser abgeschreckt. Während der Homogenisierung bei 840 °C für 300 s lösen sich die Karbide vollständig auf und am Ende der isothermen Haltedauer ist das Gefüge rein austenitisch mit einer mittleren Korngröße von 8,7 µm (ehemalige Austenitkorngröße des abgeschreckten Zustandes). Das anschließende Abschrecken auf Raumtemperatur unterdrückt weitere Diffusionsprozesse und führt zu einem martensitischen Gefüge (Abbildung 4.3 (c)) mit einem höheren Gehalt an gelöstem C als im kaltgewalzten Zustand. Proben dieser Wärmebehandlung versagen im Zugversuch sehr spröde bereits im elastischen Bereich, wodurch die Bestimmung mechanischer Kennwerte nicht möglich ist. Die Analyse der Bruchflächen in Abbildung 4.4 zeigt, anders als beim kaltgewalzten Zustand, deutlich das Auftreten eines interkristallinen Bruchs. Ein kurzes 300-sekündiges Anlassen nach dem Abschrecken mittels Wasser auf der Temperatur des Partitioningschritts des Q&P-Prozesses (400 °C) führt zu einer deutlichen Verbesserung der Duktilität. Die me-

chanischen Kennwerte der voll martensitischen Vergleichszustände des Mittelmanganstahls sowie des gehärteten 22MnB5 sind in **Tabelle 4.1** zusammengefasst.

Tabelle 4.1: Mechanische Kennwerte der Ausgangs- bzw. Vergleichszustände des 22MnB5 und des MMnS (-: Kennwertbestimmung nicht möglich, da Versagen im elastischen Bereich).

Zustandsbezeichnung	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A_g (%)	A_{30} (%)
22MnB5	1151	1512	3,8	10,1
MMnS_kaltgewalzt	1279	1341	0,7	1,5
MMnS_gehärtet	-	-	-	-
MMnS_vergütet	1363	1473	4,4	8,4



(a) (b)

Abbildung 4.4: Spannung-Dehnung-Diagramm und SE-Bild der Bruchfläche (a) des kaltgewalzten Ausgangszustands und (b) des gehärteten Vergleichszustands.

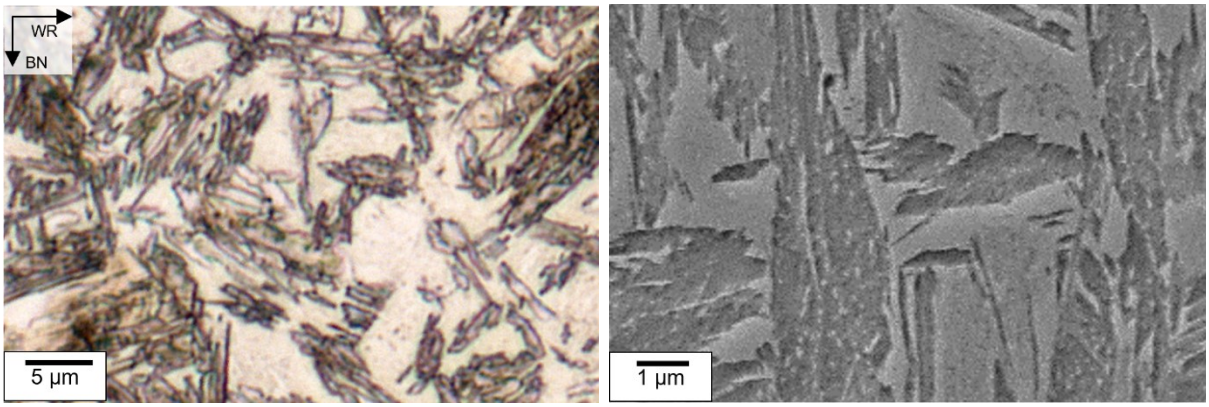
4.2 Charakterisierung ultrafeiner mehrphasiger Mikrostrukturen

Da nach allen zu untersuchenden Wärmebehandlungsrouten feine mehrphasige Gefüge zu erwarten sind, ist zunächst eine geeignete Strategie zur Charakterisierung dieser zu erarbeiten.

4.2.1 Lichtoptische und rasterelektronenmikroskopische Untersuchung

Exemplarisch sind in **Abbildung 4.5** lichtoptische und elektronenmikroskopische Aufnahmen von Q&P-behandeltem und mit Nital geätztem Fe-0,3C-5Mn-1,5Si gezeigt. Deutlich erkennbar ist der unterschiedlich starke Ätzangriff in verschiedenen Bereichen der Proben. TM lässt sich hier durch den geringeren C-Gehalt schneller ätzen, während dies durch den höheren C-Gehalt des FM erschwert ist. Auch RA besitzt einen hohen C-Gehalt und lässt sich daher schwerer ätzen und in den mikro-

skopischen Aufnahmen nicht klar identifizieren bzw. von FM unterscheiden [215, 216].



(a) (b)

Abbildung 4.5: (a) Beispielhafte LOM- und (b) REM-Aufnahme einer Nital geätzten Probe des Fe-0,3C-5Mn-1,5Si nach einer Q&P-Behandlung.

Eine erste Abschätzung der Phasenanteile von TM und der Kombination aus FM und RA kann mittels Bildkontrastierung durchgeführt werden. In **Abbildung 4.6** ist exemplarisch die lichtoptische Originalaufnahme des Gefüges, sowie das erzeugte Binärbild nach angewendeter Schwellwert Segmentierung dargestellt. Hierbei zeigen die weißen Bereiche FM und RA, während die schwarzen Bereiche TM darstellen. Eine quantitative Auswertung der dargestellten Zustände ergibt für (a) 24 %, (b) 46 % und (c) 63 % TM.

Da durch diese Methodik der separierte Austenitanteil nicht bestimmt werden kann und des Weiteren auch die Unterscheidung der Bereiche stark von der manuellen Präparation, vor allem Ätzung, der Proben abhängt, wurde von einer weiteren detaillierten Analyse lichtoptischer Aufnahmen im Rahmen der vorliegenden Arbeit abgesehen.

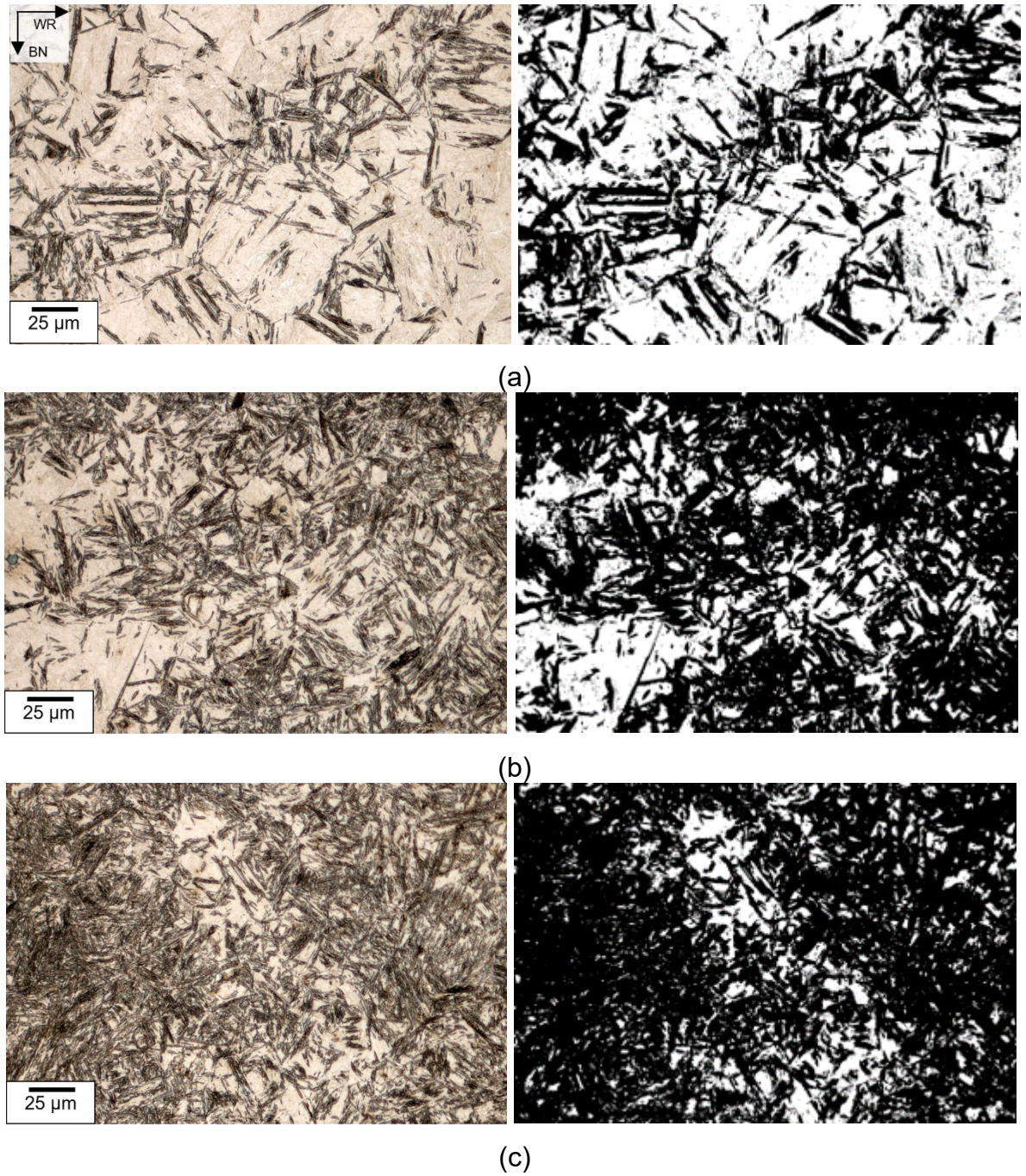


Abbildung 4.6: LOM-Aufnahmen und entsprechende Binärbilder Nital geätzter Proben des Fe-0,3C-5Mn-1,5Si nach Q&P-Behandlungen mit unterschiedlicher Quenching-Temperatur (a) 210 °C, (b) 190 °C und (c) 170 °C.

4.2.2 Elektronenrückstreubeugung und Elektronenstrahlmikroanalyse

Da die feinen mehrphasigen Gefüge, wie in Kapitel 4.2.1 dargestellt, nicht ausreichend durch die konventionelle Metallographie beschrieben werden können, sind höher auflösende Methoden notwendig. Für die fortschreitende mikrostrukturelle Untersuchung innerhalb dieser Arbeit ist zunächst zu überprüfen, ob das in Kapitel 3.3.3 beschriebene Vorgehen nicht nur eine Unterscheidung von Ferrit und Martensit, sondern auch eine quantitative Unterscheidung von TM und FM ermöglicht.

Hierzu wurden zunächst Proben des MMnS einer Q&P-Wärmebehandlung im Dilatometer unterzogen und anschließend an der jeweils gleichen Stelle ESMA- und anschließend EBSD-Mappings durchgeführt.

Die Quantifizierung von TM und FM ergibt mit der beschriebenen EBSD-Auswertemethode leichte Abweichungen je nach Wahl des Unterscheidungsparameters. Bei Verwendung des über dem Korn gemittelten BS resultiert bei der Auswertung der hier untersuchten Proben jeweils ein höherer Anteil an FM als bei Verwendung des BC. Zur Validierung der Auswertungsmethode werden daher qualitativen ESMA-Mappings herangezogen (**Abbildung 4.7**).

In allen untersuchten Q&P-Proben befindet sich Mn in abwechselnd Mn verarmten und ca. 5-10 µm breiten Mn angereicherten Bändern parallel zur Walzrichtung. Auch Si zeigt eine leicht inhomogene, analog zu Mn lokalisierte Verteilung. Beide Elemente weisen allerdings keine eindeutige Korrelation mit den Gefügemerkmalen, die auf dem aufgenommenen REM-Bild zu sehen sind, auf. Die C-Anreicherungen hingegen implizieren einen deutlichen Zusammenhang mit der Mikrostruktur (vgl. Abbildung 4.7 (a) und (b)).

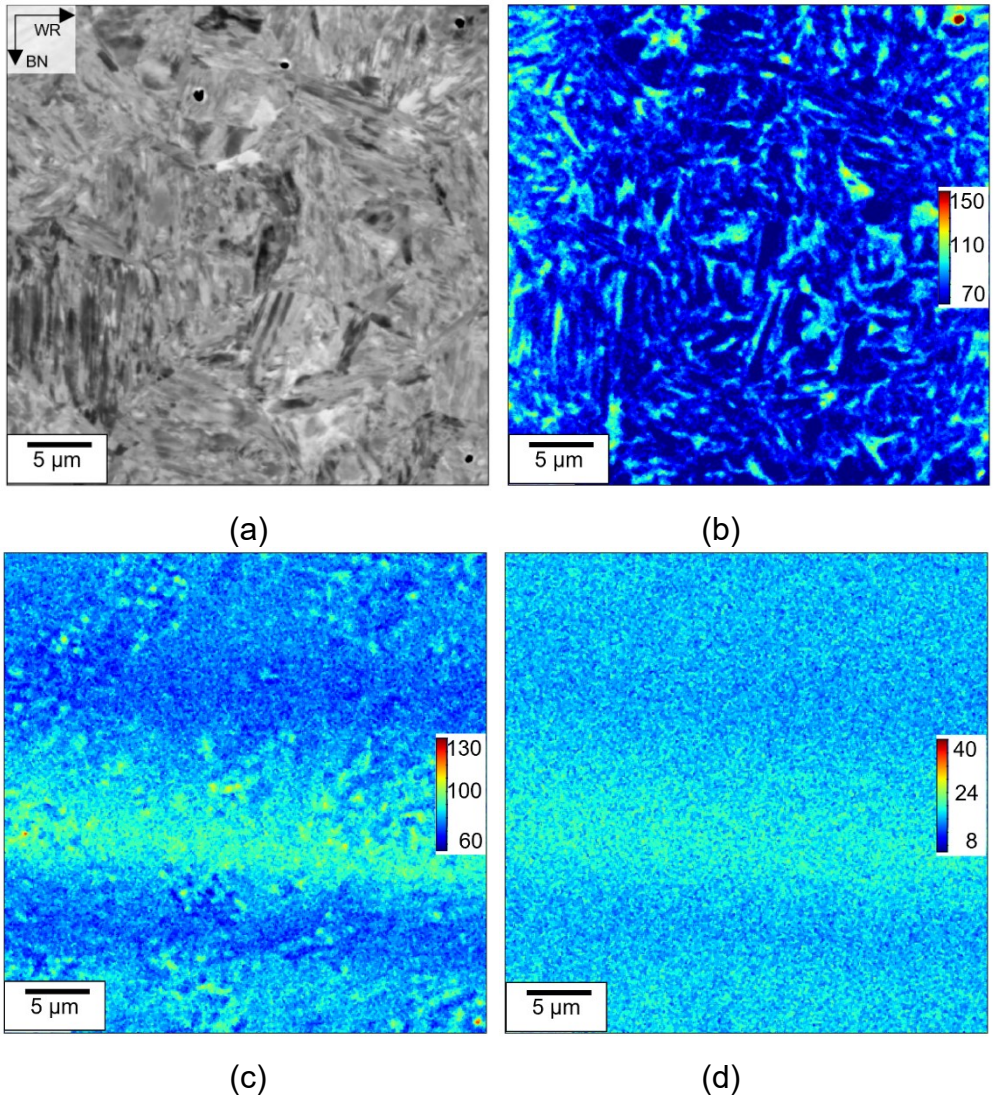


Abbildung 4.7: (a) SE-BSE Aufnahme einer Q&P-behandelten Probe (QP130_180) und entsprechende ESMA-Intensitätsmappings (b) C-Mapping, (c) Mn-Mapping und (d) Si-Mapping.

Beim Vergleich der ESMA C-Mappings mit dem respektiven EBSD-Messergebnis, exemplarisch dargestellt in **Abbildung 4.8**, zeigt sich, dass nach dem Partitioning nicht nur der Austenit mit C angereichert ist, sondern auch die Bereiche, welche mittels beschriebener EBSD-Analysemethode FM zugeordnet werden. Hierbei repräsentiert Abbildung 4.8 (e) das C-Mapping überlagert mit dunkelrot markierten Bereichen, welche dem mittels EBSD bestimmten Austenit zugeordnet sind. Die verbleibenden hellblauen Bereiche stimmen lokal sowie anteilsmäßig gut mit dem mittels EBSD zugeordnetem FM (in Abbildung 4.8 (f) orange dargestellt) überein.

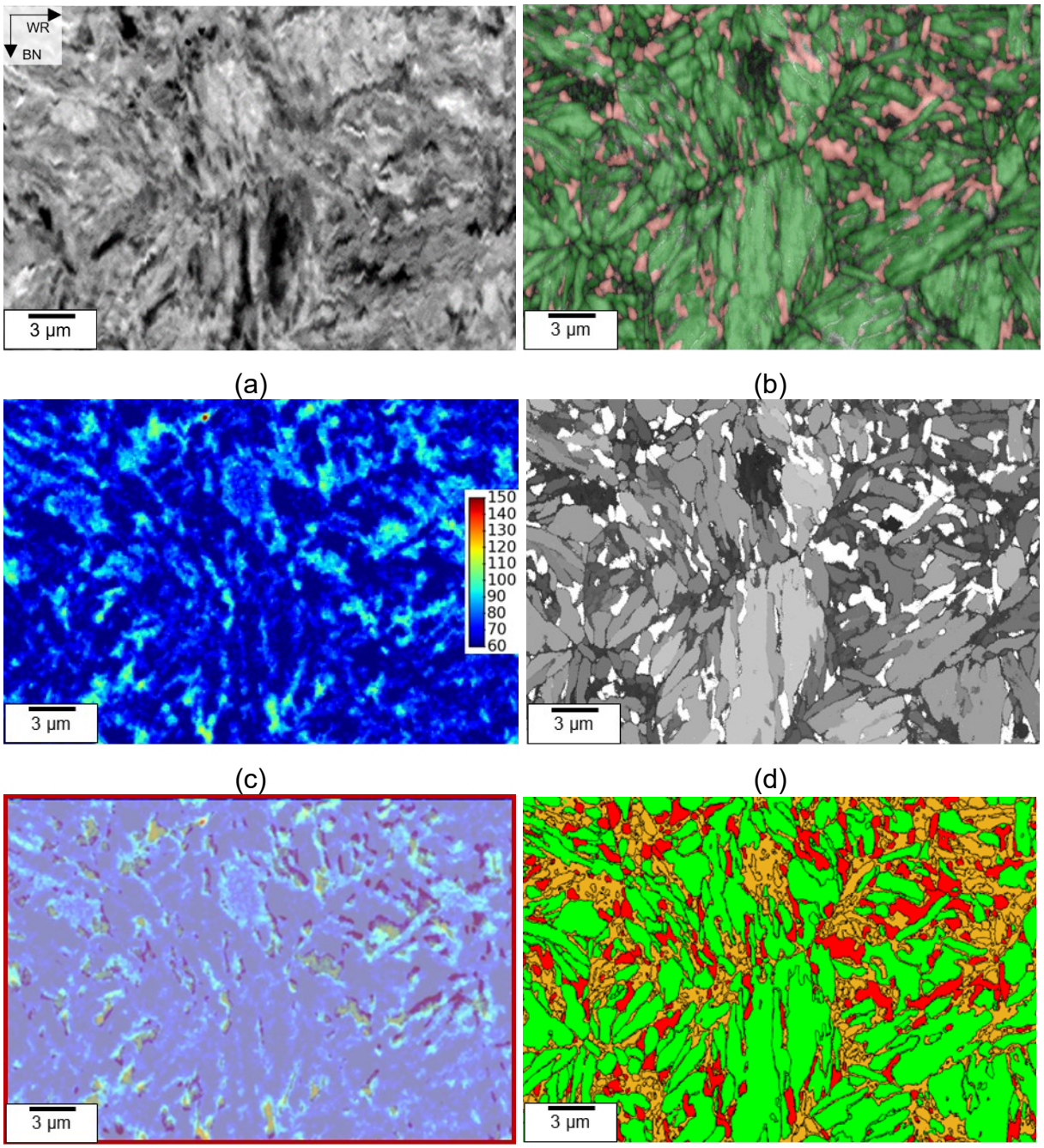


Abbildung 4.8: Vergleich der mittels ESMA bestimmten C-Verteilung mit der in Kapitel 3.3.3 beschriebenen Phasenzuordnung mittels EBSD auf Basis des BS für QP130_180: (a) SE-BSE Aufnahme, (b) Mittels EBSD bestimmte Phasenverteilung (rot: kfz, grün: krz) überlagert mit BS, (c) ESMA C-Mapping, (d) Darstellung der Kornmittelwerte des BS, (e) ESMA C-Mapping überlagert mit mittels EBSD bestimmten Restaustenit (rot) und (f) auf Basis des BS-Schwellwerts neu generierte detaillierte Phasenverteilung (rot: RA, grün: TM und orange: FM).

Die Phasenverteilungen, generiert auf Basis des BS, zeigen hierbei eine höhere Übereinstimmung mit der C-Verteilung als die mittels BC erzeugte Phasenverteilung, was exemplarisch in **Abbildung 4.9** gezeigt ist. Auch beim Vergleich der Phasenanteilbestimmung anhand der ESMA C-Mappings mittels Schwellwertmethode über

ImageJ und den ermittelten Phasenanteilen über die EBSD-Auswertungsmethoden zeigt sich eine bessere Übereinstimmung bei Verwendung des BS. Besonders bei höheren T_Q, bei welchen auch im Dilatometer nachweislich mehr FM gebildet wird (**Abbildung 4.12**), wird bei Anwendung des BC der FM-Anteil stark unterschätzt.

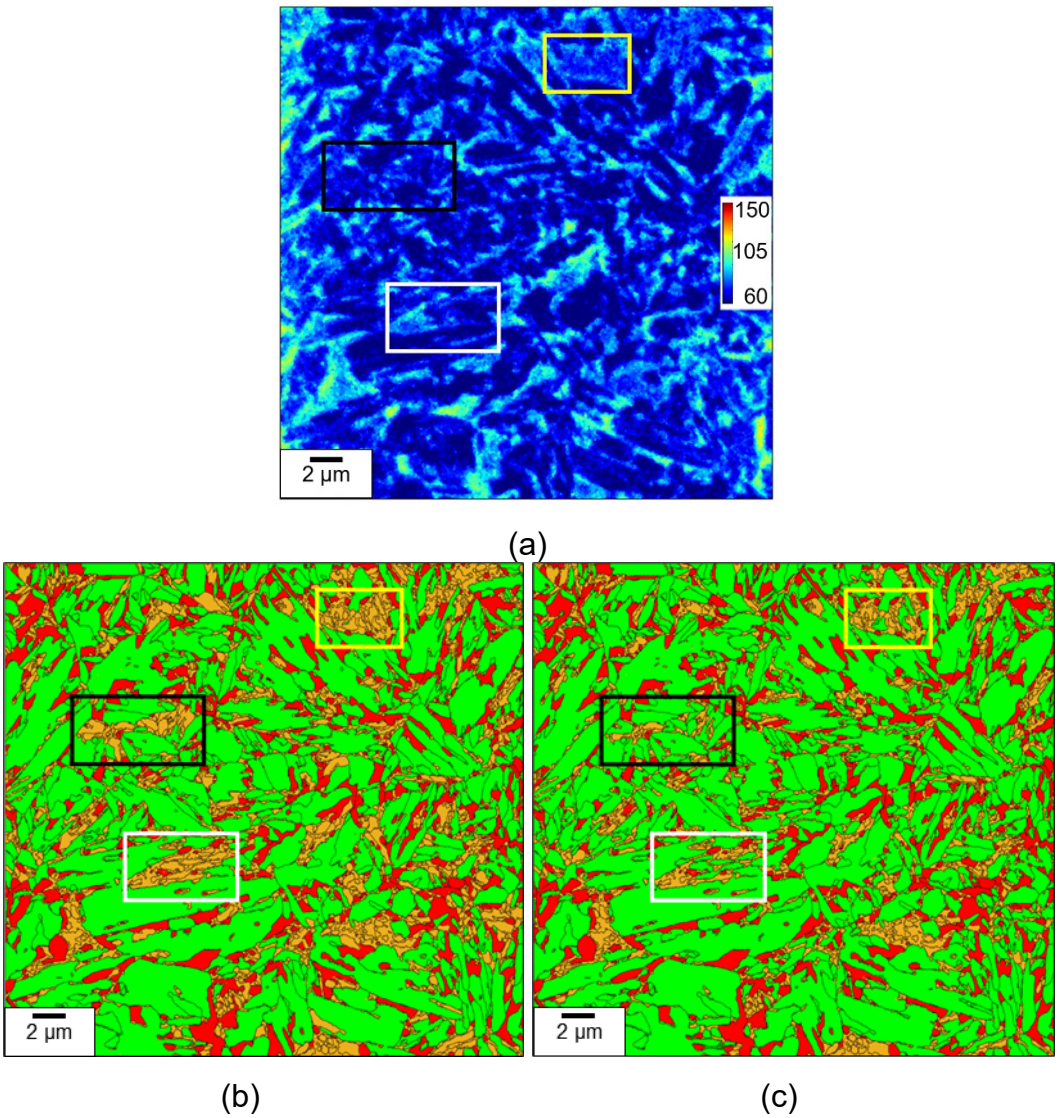
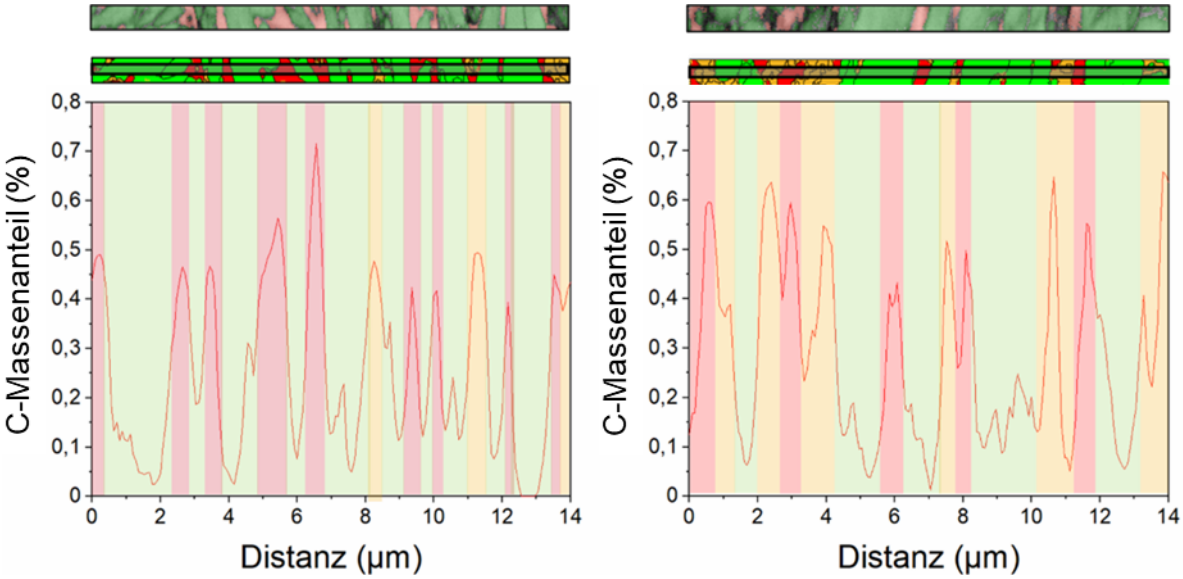


Abbildung 4.9: Vergleich der (a) mittels ESMA bestimmten C-Verteilung mit der in Kapitel 3.3.3 beschriebenen Phasenzuordnung auf Basis des (b) BS und (c) BC am Beispiel von QP150_180 (rot: RA, grün: TM und orange: FM).

Zusätzlich wurden quantitative ESMA-Linienscans analysiert, um die Qualität der Phasendifferenzierung von TM und FM mittels BS genauer zu prüfen. Auch hier wurden nach den ESMA-Messungen, EBSD-Messungen durchgeführt und die Änderung des C-Gehalts mit den mittels EBSD zugeordneten Phasen verglichen. Während die Bereiche, die mittels BS TM zugeordnet wurden, einen signifikant niedrigeren C-Gehalt aufweisen, liegen die C-Gehalte von RA und FM meist auf einem höheren Niveau (**Abbildung 4.10**). Da FM hauptsächlich durch diffusionslose Umwandlung von C-angereichertem Austenit beim abschließenden Abschrecken auf Raumtempe-

ratur gebildet wird, stimmen gemessener C-Gehalt und Martensit Phasenzuordnung gut überein. Dieser liegt im Mittel der untersuchten Zustände für TM bei w_C=0,14 %, während FM und RA einen mittleren Massenanteil von 0,41 % und 0,52 % erreichen.



(a) (b)

Abbildung 4.10: Quantitativer ESMA C-Linienscan im Vergleich mit zugehöriger Mittels EBSD bestimmter Phasenverteilung überlagert mit dem BS und resultierende detaillierte Phasenverteilung am Beispiel von (a) QP150_180 und (b) QP170_180.

Die Übereinstimmung zwischen zugeordneter Phase und C-Verteilung stützt die Anwendbarkeit des innerhalb eines Korns gemittelten BS zur Identifizierung und quantitativen Bestimmung von Ferrit, angelassenem und frischem Martensit für die weiteren Untersuchungen in dieser Arbeit.

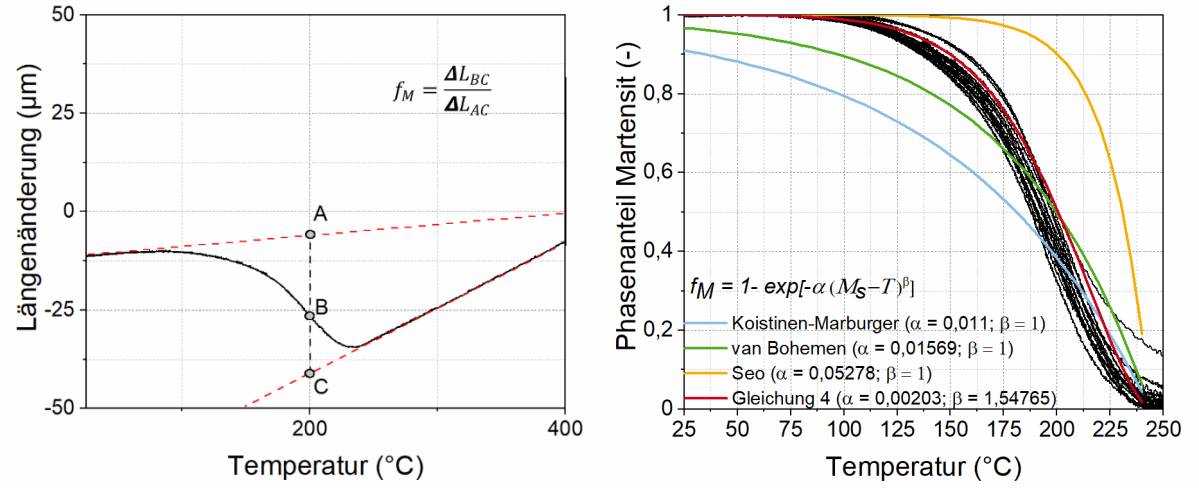
4.3 Quenching & Partitioning

4.3.1 Bestimmung geeigneter Quenching-Temperaturen

Empirisch kann durch die Anwendung der K-M-Gleichung (Gleichung 1) der Martensit-anteil in Abhängigkeit von der T_Q bestimmt werden. Da diese Gleichung jedoch für Kohlenstoffstähle entwickelt wurde und auch vor allem Mn die Umwandlungskinetik beeinflusst, ist die direkte Übertragbarkeit auf den hier untersuchten MMnS nicht gegeben. Durch die in der ASTM Norm A1033 [217] beschriebene Anwendung des Hebelgesetztes (**Abbildung 4.11** (a)) auf den Abkühlbereich der Dilatationskurven des kontinuierlichen ZTU kann jedoch der martensitische Phasenanteil abhängig von T_Q abgeschätzt werden, was in Abbildung 4.11 (b) für alle Kurven des kontinuierlichen ZTU grafisch dargestellt ist. Ein Vergleich der experimentellen Daten und der Anwendungen angepasster K-M-Gleichungen von van Bohemen und Sietsma [218],

welche den Einfluss unterschiedlicher C-Gehalte berücksichtigen, und Seo et al. [219], welche die Gleichung an mit Mn (w_{Mn}=1,3-2,3 %), Si (w_{Si}=0,2-1,6 %), Cr (w_{Cr}=0-2 %) und B (w_B=0-0,002 %) legierte Stähle anpassen, zeigt, dass auch diese das Umwandlungsverhalten nur unzureichend abbilden. Auf Grundlage der experimentellen Daten wurde daher die K-M-Gleichung (Gleichung 1) für den untersuchten Mittelmanganstahl mathematisch angepasst, in dem die empirischen Konstanten α und β variiert und somit die empirische Abschätzung an die experimentellen Daten angenähert wurde (Gleichung 4).

$$f_M = 1 - exp\left[-0{,}00203(M_s - T)^{1{,}54765}\right] \qquad \text{Gleichung 4}$$



(a) (b)

Abbildung 4.11: (a) Grafische Darstellung des Hebelgesetztes zur Abschätzung von Phasenanteilen während diffusionsloser Phasenumwandlungen und (b) Abschätzung des Martensit-anteils in Abhängigkeit von der T_Q (i) bestimmt mittels Hebelgesetztes an experimentell ermittelten Dilatationskurven unterschiedlicher Abkühlgeschwindigkeiten des Fe-0,3C-5Mn-1,5Si (schwarz) sowie (ii) abgeschätzt mittels unterschiedlicher empirischer Gleichungen.

4.3.2 Einfluss der Quenching-Temperatur auf die Mikrostruktur und die mechanischen Eigenschaften

Zur Untersuchung des Einflusses der T_Q wurde diese zwischen 130 und 210 °C variiert, während die Austenitisierungs- und Partitioningbedingungen konstant gehalten wurden. Das erste Abschrecken auf T_Q = 170-210 °C führt zu einem Gefüge aus etwa 50 % Martensit und 50 % Austenit. Beim anschließenden Partitioning bei 400 °C diffundiert C aus dem übersättigten Martensit in den Austenit und stabilisiert diesen dadurch. Aufgrund des hohen Anteils an Austenit nach dem ersten Abschrecken ist jedoch nicht genug C vorhanden, um den Austenit vollständig thermisch zu stabilisieren. Daher bildet sich beim abschließenden Abschrecken auf Raumtemperatur eine große Menge an FM.

In Abbildung 4.12 (a) ist zu sehen, dass während des Aufheizens die Längenänderung zunächst aufgrund der thermischen Ausdehnung linear zunimmt. Sobald A_{c1} überschritten wird und sich Austenit mit einer Kristallstruktur mit höheren Raumfüllung als Ferrit/Martensit bildet, kommt es zu einer Abweichung des linearen Verlaufs und Abnahme der Längenänderung. Die Austenitbildung ist vollständig abgeschlossen, wenn die Dilatationskurve wieder linear verläuft. Beim ersten Abschrecken auf T_Q wird das Einsetzen der Martensitbildung wiederum durch die Änderung der Kristallstruktur und der daraus resultierenden Abweichung der Dilatationskurve vom linearen Verlauf identifiziert. Da die Dilatationskurve bei allen untersuchten Zuständen vor dem Partitioning nicht wieder linear verläuft, ist ersichtlich, dass die Martensitumwandlung beim ersten Abschrecken, wie vorgesehen, nicht vollständig abgeschlossen ist. Das anschließende Aufheizen auf 400 °C führt zu keiner Phasenumwandlung, sondern nur zu Längenänderungen aufgrund der thermischen Ausdehnung. Da mittels Dilatometrie keine signifikante Längenänderung während des 60-sekündigen Partitioning auftritt, kann eine Bainitbildung ausgeschlossen werden (Abbildung 4.12 (b)).

Es ist ersichtlich, dass durch das Partitioning besonders bei hohen $T_Q \geq 170$ °C der eingestellte Austenitgehalt nicht vollständig stabilisiert werden kann, sondern dass nach dem Partitioningschritt beim finalen Abschrecken auf Raumtemperatur eine nahezu vollständige Martensitumwandlung stattfindet, was auch durch dilatometrische Daten bestätigt wird. Eine leichte Abweichung der Längenänderung vom linearen Verlauf während des finalen Abschreckens ist auch noch bei einer T_Q von 150 °C zu identifizieren, wobei hingegen bei 130 °C keine Bildung von neuem Martensit während des finalen Abschreckens auftritt. Die Bildung von FM während des finalen Abschreckens ist jedoch auch bei der Zeit-Längenänderung-Auftragung (Abbildung 4.12 (b)) durch die Zunahme der Längenänderung beim Abschrecken für die Proben mit $T_Q \geq 170$ °C deutlich zu erkennen.

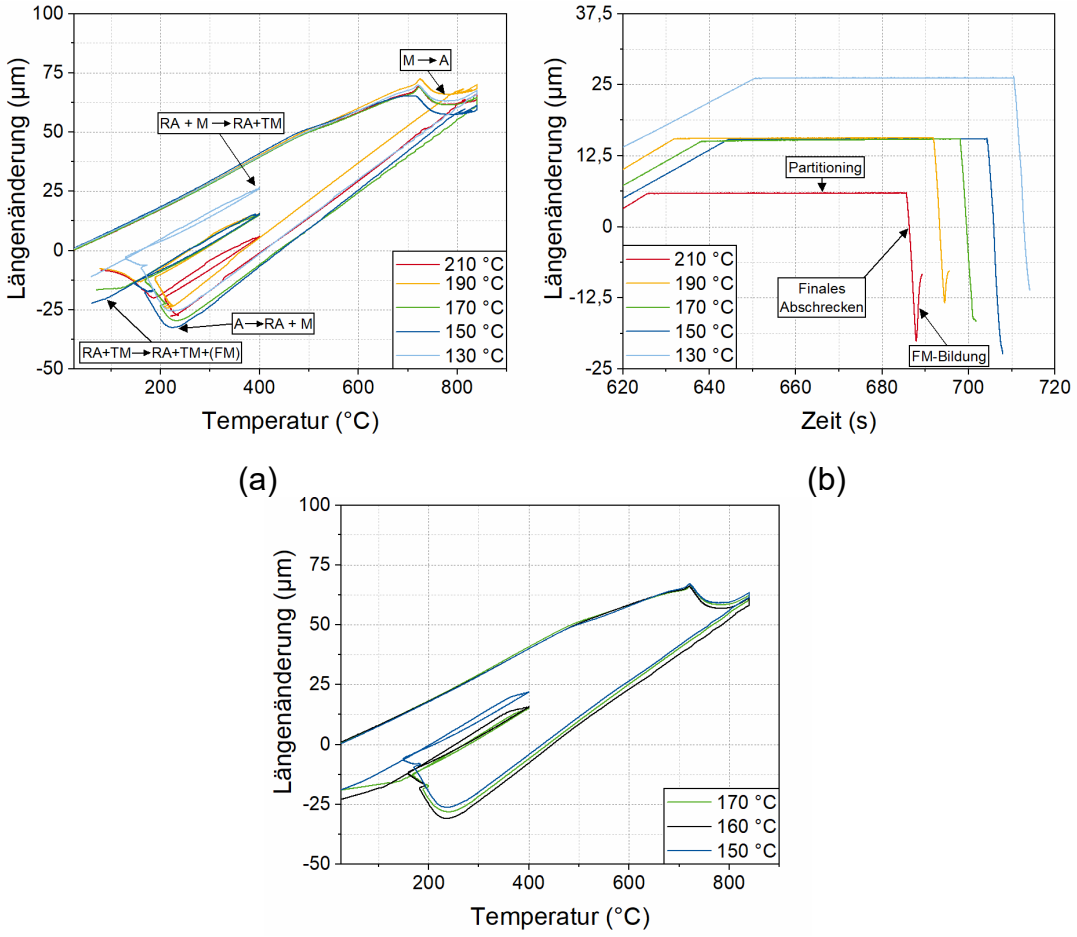
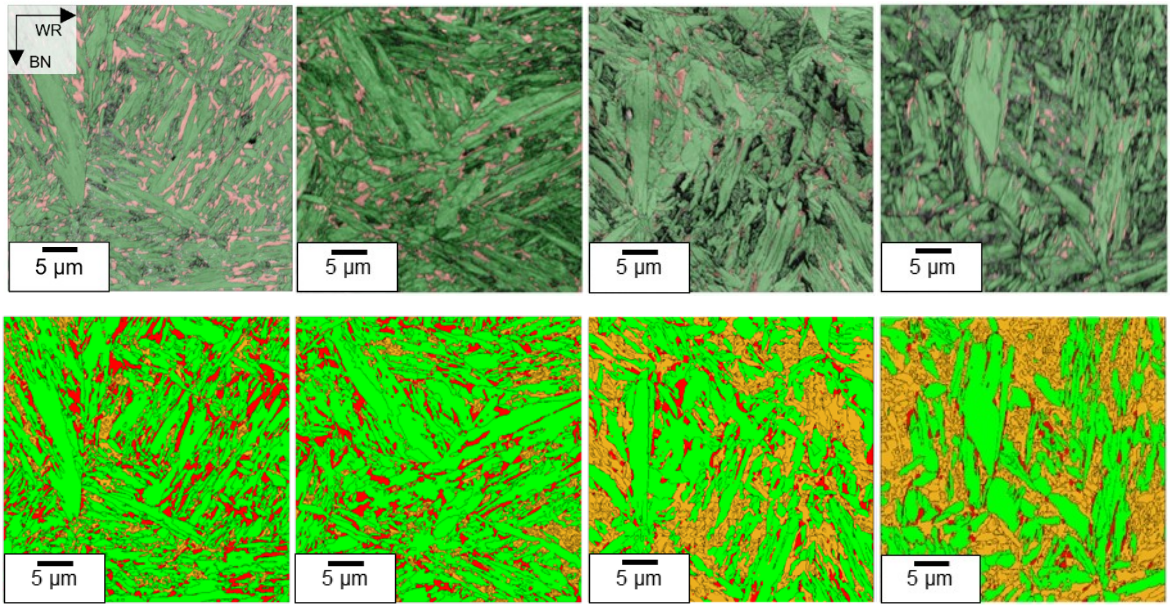


Abbildung 4.12: (a) Dilatationskurven Q&P-behandelter Proben mit unterschiedlicher T_Q und einer Partitioningdauer von 60 s, (b) Längenänderung während des 60-sekündigen Partitionings und finalen Abschreckens und (c) Dilatationskurven Q&P-behandelter Proben mit unterschiedlicher T_Q und einer Partitioningdauer von 180 s.

Die finale Mikrostruktur der unterschiedlichen Zustände besteht aus RA, TM und FM und ist in **Abbildung 4.13** für ein konstant gehaltenes Partitioning für 60 s bei 400 °C gezeigt. Überlagert sind die dargestellte Phasenverteilung jeweils mit dem in Grauskala dargestellten BS, welcher mit steigendem Wert heller dargestellt ist. Der RA ist bei allen Q&P-Zuständen zum größten Teil filmartig, lokal finden sich aber auch größere blockartige Austenitstrukturen. TM besitzt eine gröbere Struktur, während FM eine feinere Struktur mit klarer Substruktur (Lanzetten) aufweist.

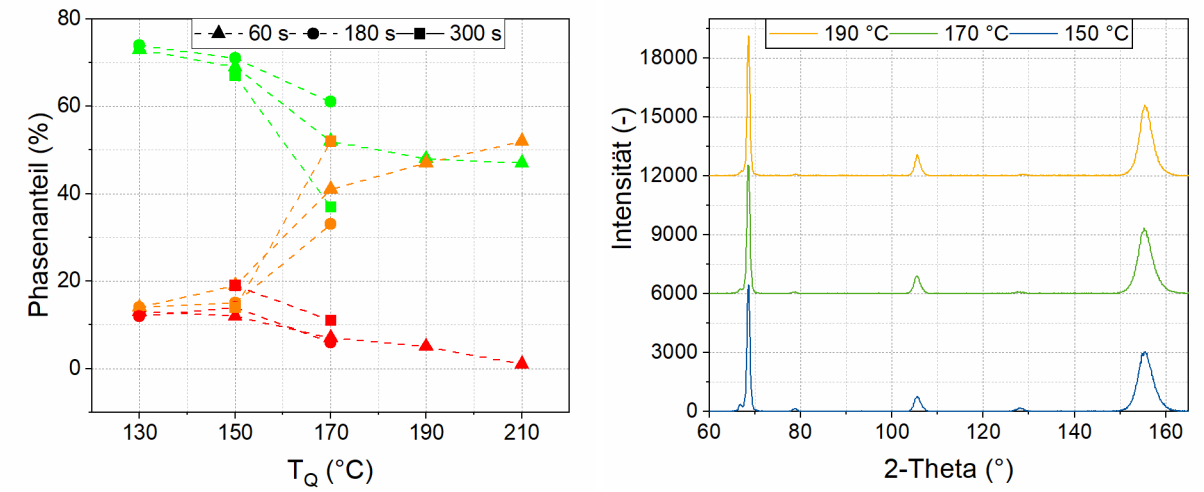


(a) (b) (c) (d)

Abbildung 4.13: Mittels EBSD bestimmte Phasenverteilung (rot: kfz, grün: krz) überlagert mit BS (oben) und die entsprechenden auf Basis des BS-Schwellwerts neu generierten, detaillierten Phasenverteilungen (rot: RA, grün: TM und orange: FM) (unten) für (a) QP130_60, (b) QP150_60, (c) QP170_60 und (d) QP190_60.

Quantitativ nimmt der RA- und TM-Anteil mit zunehmender T_Q ab, während der Phasenanteil des FM zunimmt. Die jeweiligen Phasenanteile, bestimmt mittels EBSD, sind in Abhängigkeit von der T_Q für eine Partitioningdauer von 60 und 180 s in **Abbildung 4.14** (a) dargestellt. Zusätzlich zeigt Abbildung 4.14 (b) die zum Vergleich gemessenen XRD-Spektren für Proben, welche zunächst auf 150-190 °C abgeschreckt und anschließend einem Partitioning für 60 s unterzogen wurden. Während auch mittels XRD für QP150_60 ein Austenitanteil von 10 % ermittelt wurde, lag dieser bei den Proben QP170_60 und QP190_60 nur noch bei 5 bzw. 3,5 %.

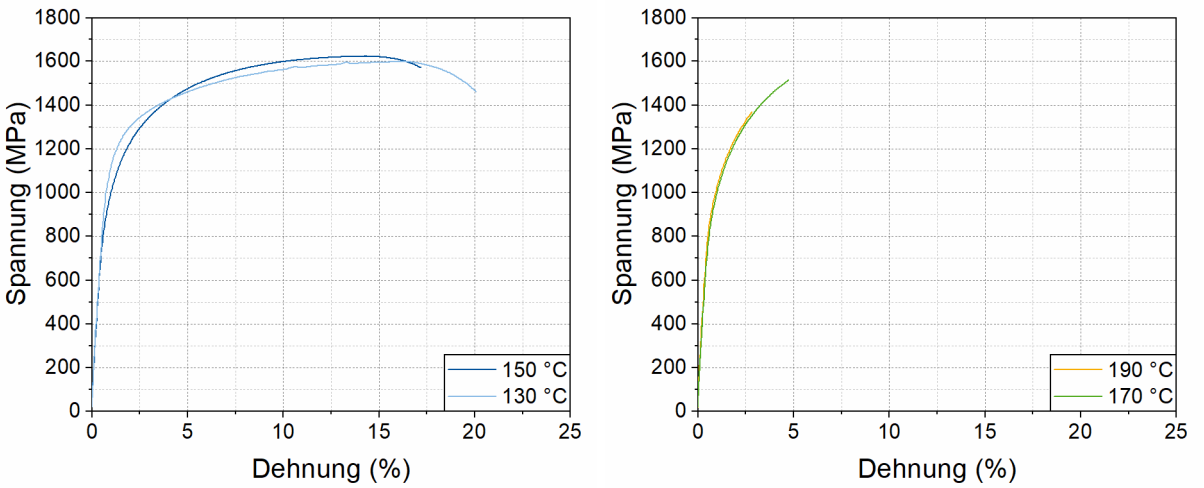
Zusätzlich wurde die mittlere Restaustenitkorngröße mittels EBSD unter Verwendung des Equivalent Circular Diameter bestimmt. Sie liegt bei 0,5-0,6 µm, zeigt aber keine eindeutige Abhängigkeit von der T_Q.



(a) (b)

Abbildung 4.14: (a) Mittels EBSD bestimmte Phasenanteile in Abhängigkeit von der T_Q für eine Partitioningdauer von 60 und 180 s (rot: RA, grün: TM und orange: FM) und (b) XRD-Spektren zur Bestimmung des RA-Anteils in Abhängigkeit von der T_Q und einem anschließenden Partitioning von 60 s.

Die in **Abbildung 4.15** dargestellten Ergebnisse von Zugversuchen ergeben eine sehr gute Kombination aus hoher Festigkeit und Duktilität für Proben mit einem Gefüge aus TM, RA und maximal 20 % FM. Durch ein erstes Abschrecken auf 150 °C und eine anschließendes Partitioning für 60 s kann eine Streckgrenze von 923 MPa und eine Zugfestigkeit von 1634 MPa erreicht werden, während zusätzlich auch die Gleichmaß- und Bruchdehnung mit 13 bzw. 16,4 % relativ hoch sind. Durch die Reduzierung der T_Q auf 130 °C sinkt zwar die Festigkeit leicht (R_m = 1598 MPa), die Bruchdehnung kann aber weiter auf 19 % erhöht werden.

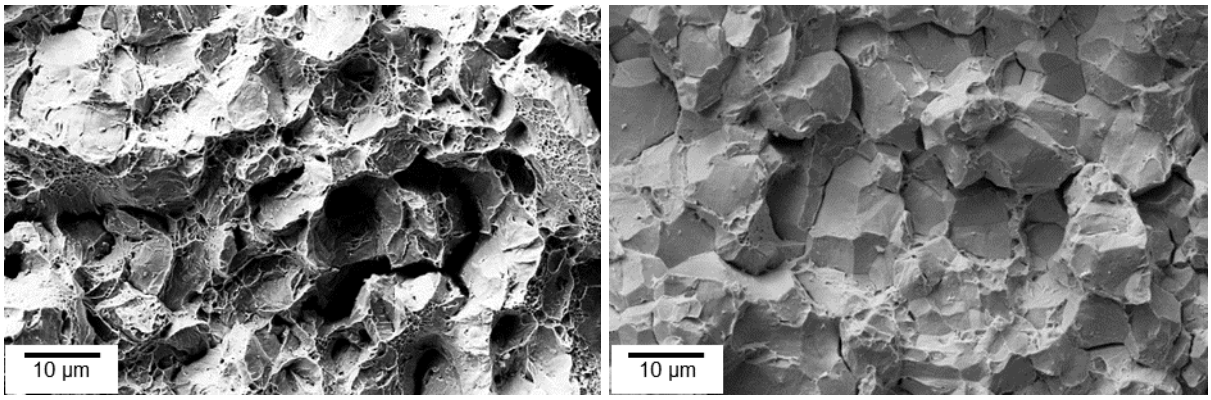


(a) (b)

Abbildung 4.15: Darstellung des unterschiedlichen plastischen Verhaltens in Abhängigkeit von der T_Q in Form von Spannung-Dehnung-Kurven für (a) 130 und 150°C und (b) 170 und 190°C.

Im Gegensatz dazu führt T_Q≥170 °C mit maximal 7 % RA-Anteil und mehr als 40 % FM zu keiner signifikanten Erhöhung der Duktilität im Vergleich zum abgeschreckten Vergleichszustand (Abbildung 4.4 (b)). Die Proben versagen spröde direkt nach dem Erreichen der Zugfestigkeit, welche zwischen 1365 und 1515 MPa liegt.

Die Bruchflächen der Zustände mit T_Q ≥ 170 °C zeigen einen interkristallinen Bruch, während bei der Einstellung einer niedrigeren T_Q auch größere, wabenförmige Bereiche identifiziert werden können (**Abbildung 4.16**).

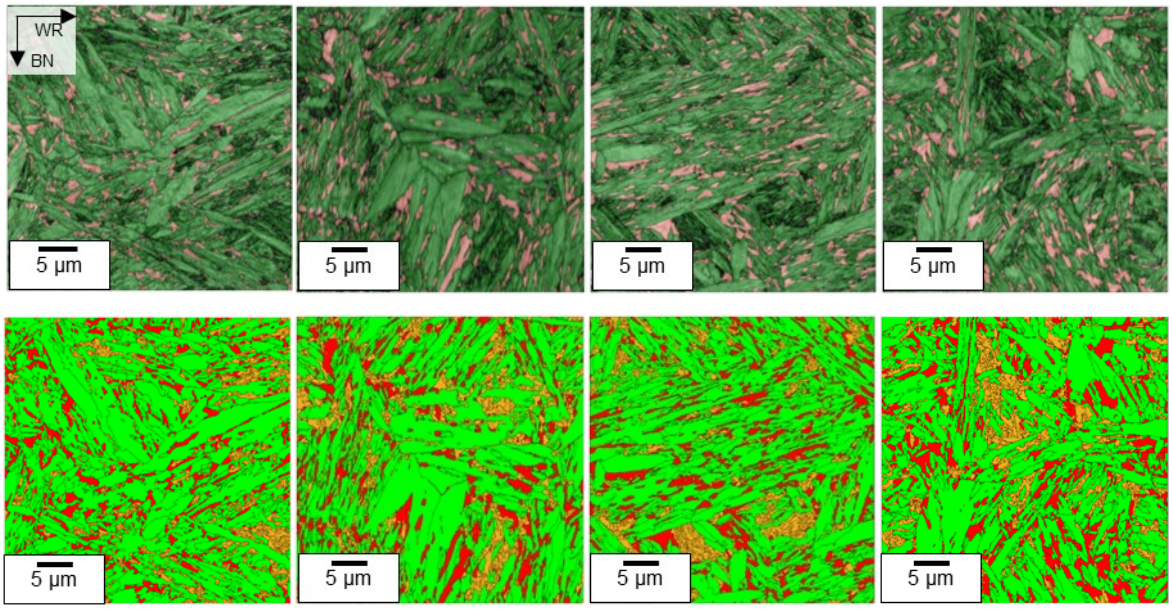


(a) (b)

Abbildung 4.16: Mittels REM aufgenommene Bruchflächen von Zugproben von (a) QP150_60 und (b) QP170_60.

4.3.3 Einfluss der Partitioningdauer auf die Mikrostruktur und mechanischen Eigenschaften

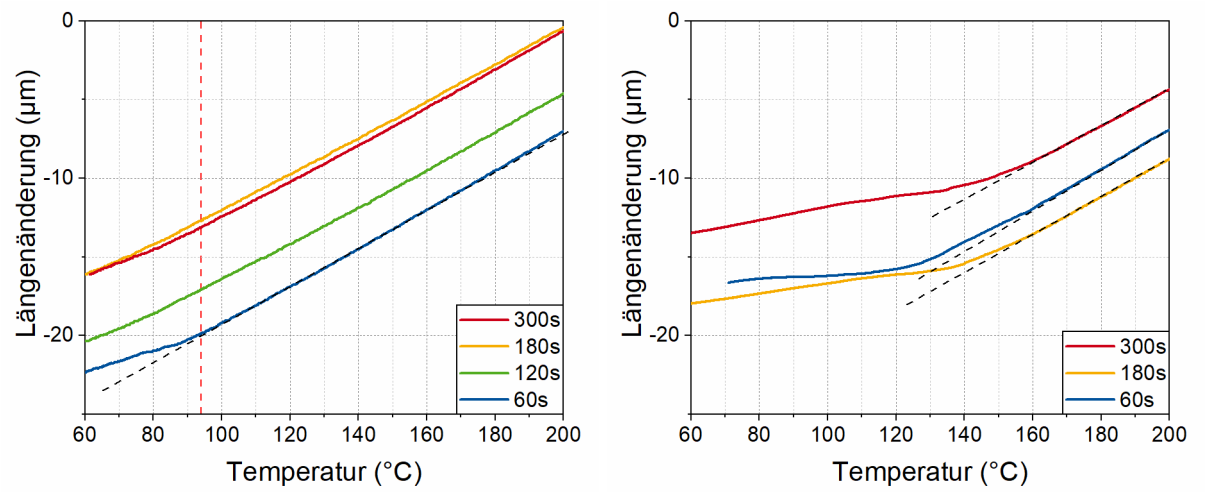
Entsprechend der Ergebnisse aus Kapitel 4.3.2 wurden die Grenzwerte von T_Q, 150 und 170 °C, gewählt, um den Einfluss einer längeren Partitioningzeit auf die Austenitstabilität und die mechanischen Eigenschaften zu untersuchen. EBSD-Messungen für T_Q = 150 °C zeigen, dass eine Verlängerung der Partitioningzeit von 60 auf 300 s zu einer leichten Erhöhung des RA-Anteils führt (**Abbildung 4.17**).



(a) (b) (c) (d)

Abbildung 4.17: Mittels EBSD bestimmte Phasenverteilung (rot: kfz, grün: krz) überlagert mit BS sowie die entsprechenden auf Basis des BS-Schwellwerts neu generierten, detaillierten Phasenverteilung (rot: RA, grün: TM und orange: FM) für (a) QP150_60, (b) QP150_120, (c) QP150_180 und (d) QP150_300.

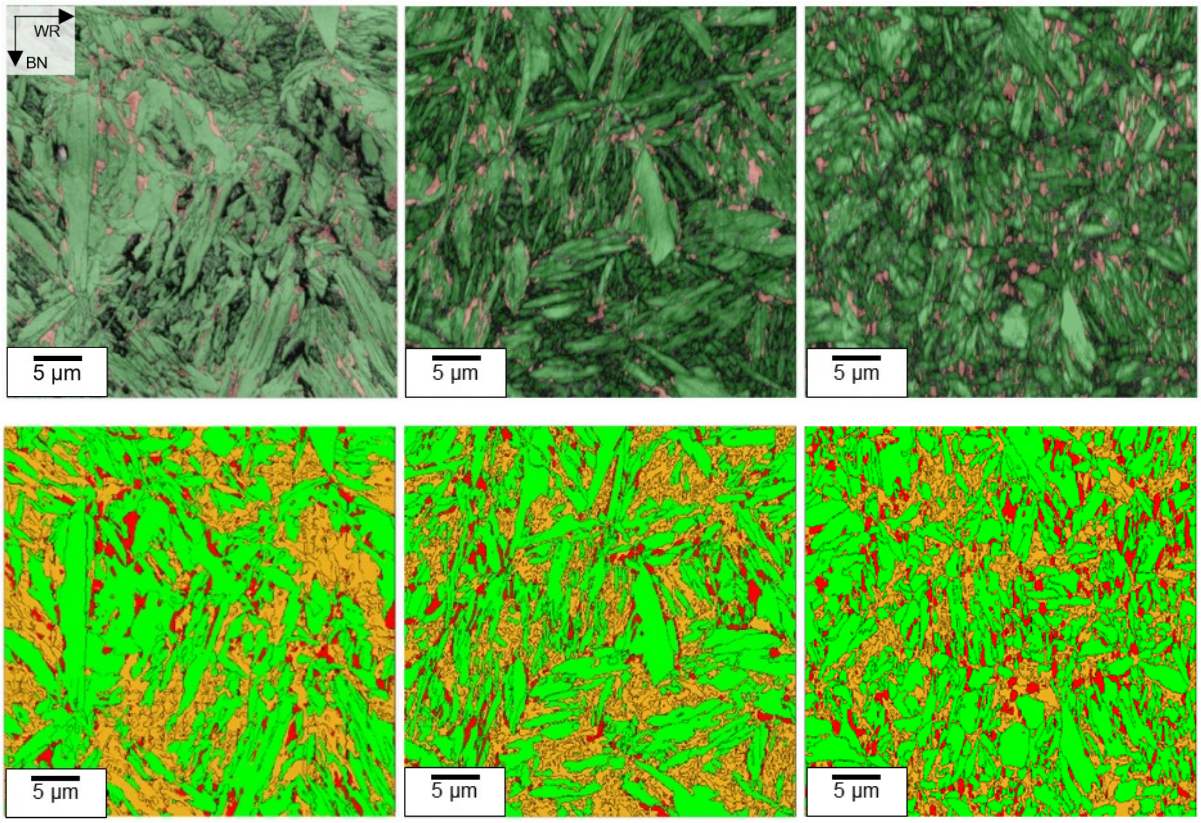
Ein Vergleich der Dilatationskurven in **Abbildung 4.18** (a) bestätigt, dass eine erhöhte Partitioningzeit einen höheren RA-Anteil stabilisiert, der sich nach dem ersten Abschrecken auf 150 °C einstellt und somit weniger FM entsteht. Während sich nach einer Partitioningdauer von 60 s beim Abschrecken auf Raumtemperatur bereits bei 94 °C beginnt FM zu bilden, wurde diese Temperatur bei Proben mit vorheriger Partitioningdauer von 300 s auf unter 60 °C gesenkt.



(a) (b)

Abbildung 4.18: Ausschnitt der Dilatationskurven für den Bereich des finalen Abschreckens nach unterschiedlichen Partitioningdauern und vorherigem Abschrecken auf (a) 150 °C und (b) 170 °C.

Im Falle des ersten Abschreckens auf 170 °C ist durch die Verlängerung der Partitioningdauer kein starker Einfluss auf den RA-Gehalt zu identifizieren. Die Dilatationskurven in Abbildung 4.18 (b) zeigen, dass selbst nach 300 s Partitioning M_S noch zwischen 150 und 160 °C liegt, so dass sich beim finalen Abschrecken noch über 30 % FM bildet. Die Phasenverteilungen der zugehörigen Proben sind in **Abbildung 4.19** dargestellt. Zudem sind die mittels EBSD bestimmten Phasenanteile in Abhängigkeit von der Partitioningdauer für eine T_Q von 150 und 170 °C in **Abbildung 4.20** zusammengefasst.



(a) (b) (c)

Abbildung 4.19: Mittels EBSD bestimmte Phasenverteilung (rot: kfz, grün: krz) überlagert mit BS sowie die entsprechenden auf Basis des BS-Schwellwerts neu generierten, detaillierten Phasenverteilung (rot: RA, grün: TM und orange: FM) für (a) QP170_60, (b) QP170_180 und (c) QP170_300.

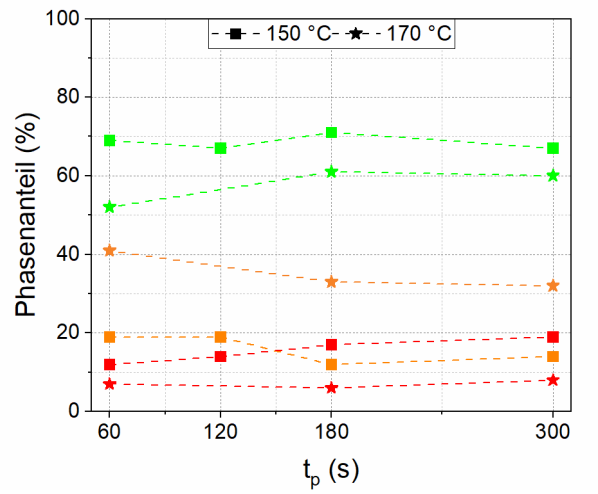


Abbildung 4.20: Mittels EBSD bestimmte Phasenanteile in Abhängigkeit von der Partitioningdauer und einem vorherigen ersten Abschrecken auf 150 °C und 170 °C (rot: RA, grün: TM und orange: FM).

Hinsichtlich der mechanischen Eigenschaften führt die erhöhte Partitioningdauer bei vergleichbarer Festigkeit unabhängig von der T_Q nur zu einer leicht höheren Gleichmaß- und Bruchdehnung. Im Vergleich zu den auf 150 °C abgeschreckten Proben zeigen die Proben mit einer T_Q von 170 °C zwar ebenfalls ein hohes Festigkeitsniveau, aber kaum plastische Verformung. Die zugehörigen Kennwerte der untersuchten Zustände sind in **Tabelle 4.2** zusammengestellt.

Tabelle 4.2: Mechanische Kennwerte in Abhängigkeit von der Partitioningdauer.

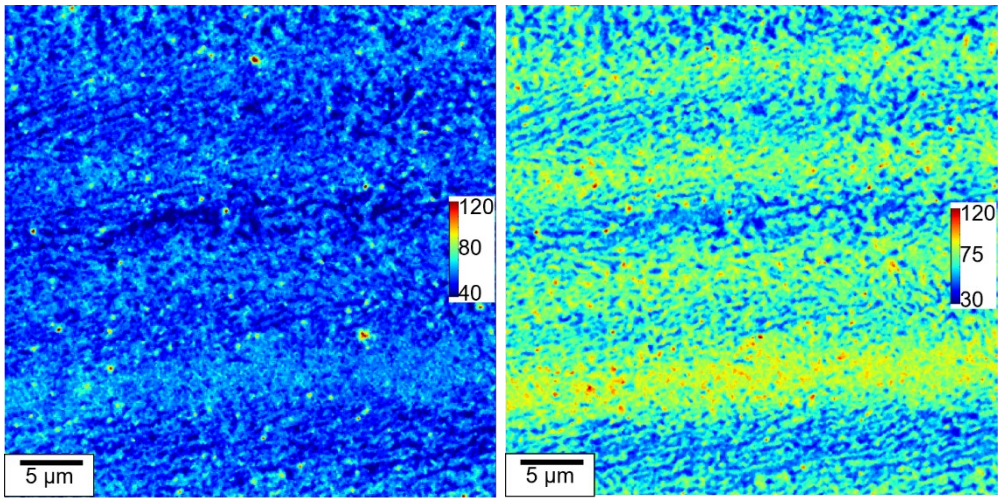
T_Q (°C)	t_P (s)	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A_g (%)	A_{30} (%)
150	60	923	1634	13,0	16,3
	180	950	1648	15,3	18,8
	300	946	1640	15,0	18,8
170	60	912	1515	3,8	3,8
	180	892	1508	5,0	5,0
	300	808	1601	5,7	5,7

4.4 Interkritisches Glühen

4.4.1 Einfluss der Glühtemperatur und -dauer auf die Mikrostruktur

Der Einfluss der interkritischen Glühung auf das Gefüge des MMnS wurde durch die Variation der Glühdauer (60-600 s) und -temperatur (650-750 °C) untersucht. Mittels ESMA konnte, wie bei den Q&P-Proben (vgl. Abbildung 4.7), eine starke Mn-

Zeiligkeit in den interkritisch geglühten Zuständen nachgewiesen werden, wobei auch C leicht vermehrt in diesen Zeilen gefunden wird (**Abbildung 4.21**).



(a) (b)

Abbildung 4.21: Qualitative ESMA-Elementverteilung (a) C- und (b) Mn-Mapping von IA700_300.

Die Mikrostruktur nach der Wärmebehandlung besteht aus rekristallisiertem, feinkörnigem, globularem Ferrit, teilweise Martensit und einer gewissen Menge feinkörnigem, meist globularem Austenit, der vor allem bei den kürzeren Glühdauern hauptsächlich in Bändern entlang der Walzrichtung angeordnet ist.

Wie in **Abbildung 4.22** zu sehen ist, zeigt das Histogramm der für die einzelnen Körner gemittelten BS-Werte der krz Phasen zwei klar getrennte Peaks für die bei 700 °C geglühten Proben. Der über die Otsu-Methode ermittelte BS-Schwellwert liegt bei 127,4, was in 25,9 % FM und 44,6 % TM/Ferrit resultiert. Für die bei 675 und 685 °C für 300 s geglühten Proben ist die Trennung von Peaks im BS-Histogramm weniger deutlich. Bei längerer Glühdauer (600 s) hingegen ist im BS-Histogramm nur ein einziger Peak vorhanden, welcher eine insgesamt hohe und homogene Bildqualität zeigt, weshalb hier die krz Phase vollständig Ferrit bzw. angelassenem Martensit zugeordnet werden kann.

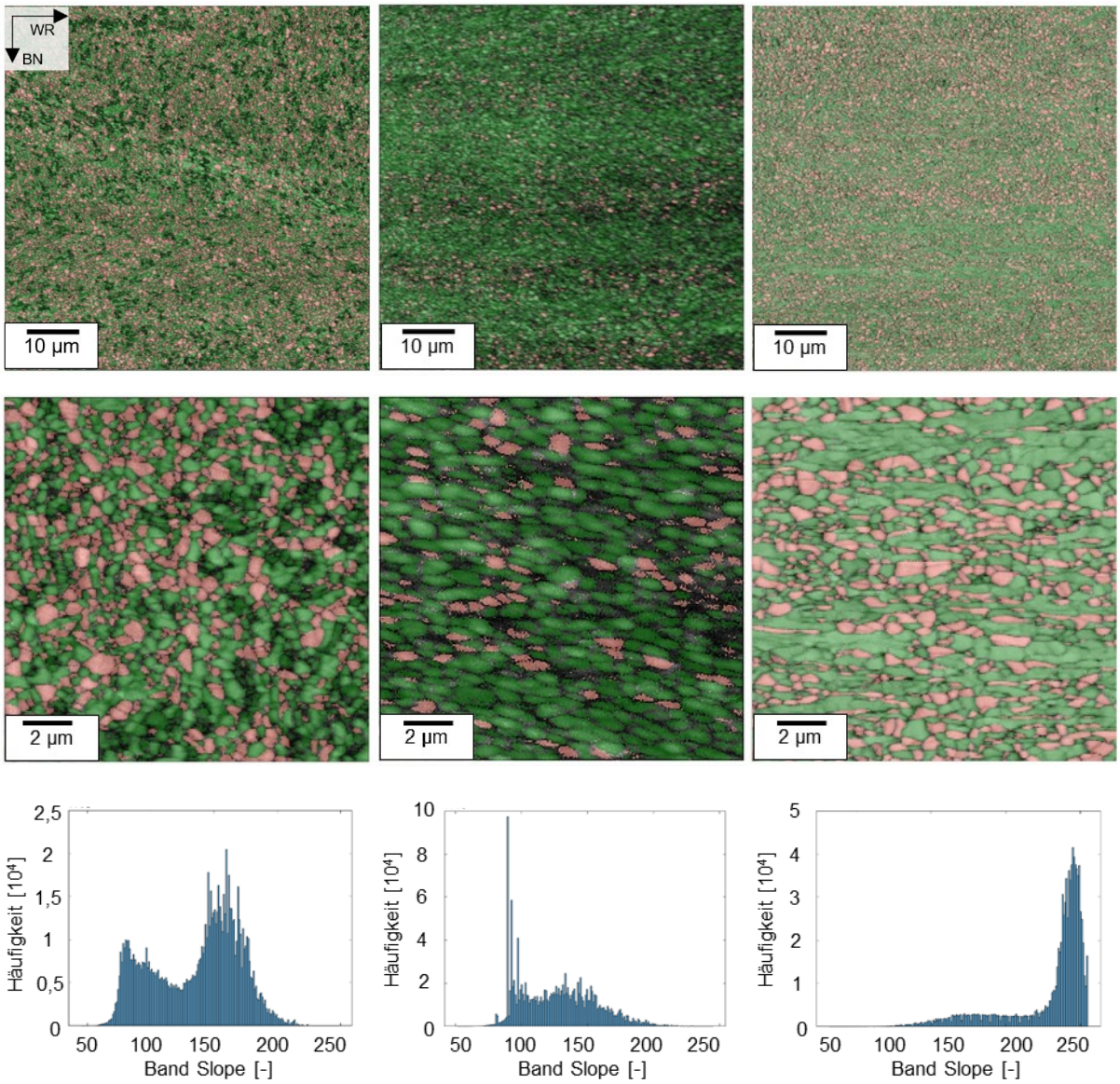
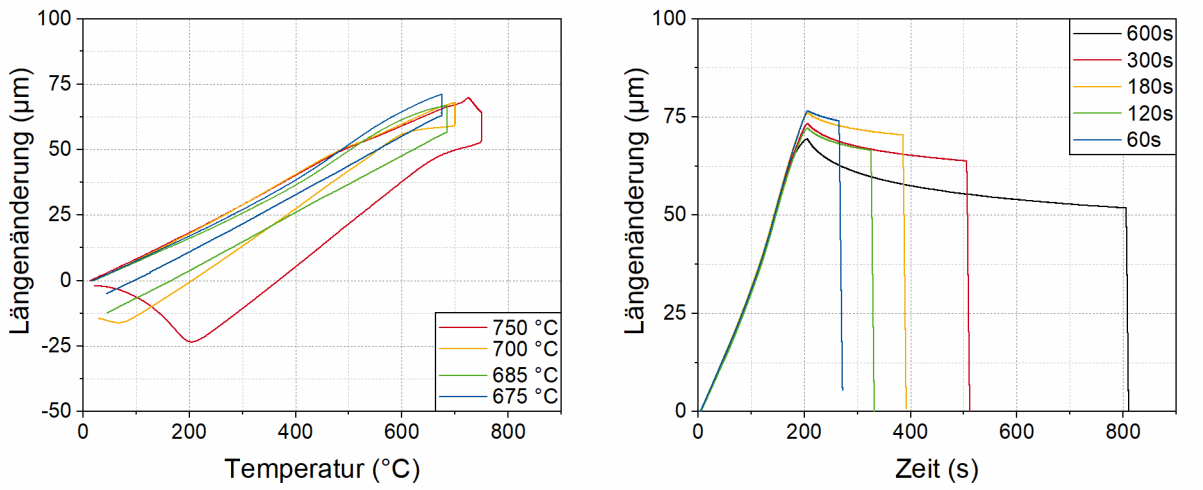


Abbildung 4.22: Mittels EBSD bestimmte Phasenverteilung (rot: kfz, grün: krz) überlagert mit BS (Ausschnittgröße: 70x70 µm bzw. 15x15 µm) und das jeweilige Histogramm der Kornmittelwerte des BS der krz Phasen für (a) IA700_300, (b) IA685_300 und (c) IA685_600.

Zusätzliche Dilatometeruntersuchungen, deren Ergebnisse in **Abbildung 4.23** dargestellt sind, zeigen eine fast vollständige martensitische Phasenumwandlung während der Abkühlung für Proben, die zuvor bei 750 °C geglüht wurden, und eine teilweise martensitische Phasenumwandlung für Proben, die bei 700 °C geglüht wurden, während Proben, die bei 675 und 685 °C geglüht wurden, keine Anzeichen für eine martensitische Umwandlung während der Abkühlung zeigen. Die Unterschiede in der Bildqualität der für 300 s geglühten Proben bei 675 und 685 °C ist daher auf unterschiedlich stark erholte bzw. rekristallisierte Bereiche zurückzuführen.



(a) (b)

Abbildung 4.23: (a) Dilatationskurven von auf unterschiedlichen Temperaturen für 300 s interkritisch geglühter Proben und (b) im Dilatometer gemessene Längenänderung von auf 685 °C für unterschiedliche Zeiten interkritisch geglühter Proben.

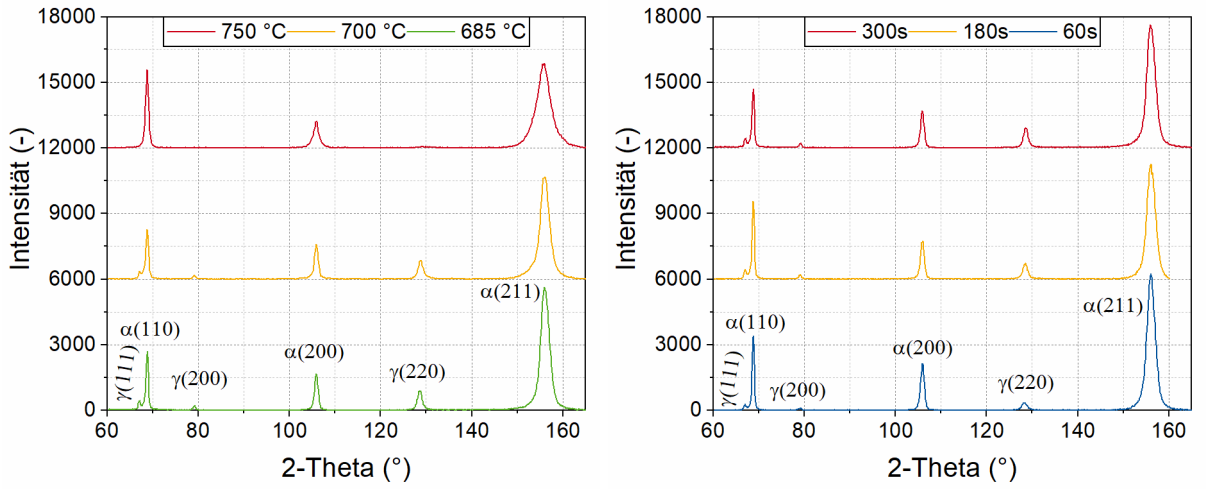
Tabelle 4.3 zeigt deutlich, dass Glühtemperatur und -zeit den Austenitphasenanteil beeinflussen. Während eine Verlängerung der Glühdauer von 60 auf 600 s zu einem höheren Austenit-Phasenanteil führt, führt eine Erhöhung der Glühtemperatur zunächst zu einer Zunahme, bei einer Glühtemperatur nahe A_{c3} jedoch wieder zu einer Abnahme des Austenitanteils. Die in Abbildung 4.23 dargestellten Dilatometeruntersuchungen zeigen, dass sich zwar bei einer Erhöhung der Glühtemperatur zunächst mehr Austenit bildet, dieser aber nicht genügend thermisch stabilisiert werden kann und somit beim Abschrecken auf Raumtemperatur (teilweise) in Martensit umwandelt.

Tabelle 4.3: Ergebnisse der quantitativen Mikrostrukturanalyse in Abhängigkeit von der interkritischen Glühbehandlung (KG: Korngröße; AR: Aspect Ratio; -: keine Messung durchgeführt).

Temperatur	Zeit	RA-Anteil		RA-KG	RA-AR	krz-KG	krz-AR
		XRD	EBSD	EBSD	EBSD	EBSD	EBSD
(°C)	(s)	(%)	(%)	(µm)	(-)	(µm)	(-)
650	300	-	<0,5	-	-	0,79	2,88
675	300	-	12	0,4	2,43	0,62	2,62
685	60	6,1±0,4	1,6	0,28	2,13	0,73	3,03
	180	12,4±0,6	11,2	0,4	2,50	0,67	2,78
	300	15,2±0,8	15	0,37	2,10	0,59	2,13
	600	-	30,5	0,36	2,17	0,47	2,22
700	300	22,3±1,0	29,5	0,39	2,11	0,53	2,19
750	300	0,6±0,1	-	-	-	-	-

In **Abbildung 4.24** sind die Intensitätsspektren von XRD-Messungen an Proben unterschiedlicher (a) Glühtemperatur bzw. (b) Glühdauer dargestellt. Der α(211)-Peak

ist hierbei durch die noch ausgeprägte Walztextur höher als der α(110)-Peak. IA750_300 ist der einzige Zustand, bei dem keine Walztextur sowie keine Austenit-Peaks zu identifizieren sind. Zudem zeigt sich im Vergleich zu IA700_300 und IA685_300, dass der α(200)- und α(211)-Peak deutlich höhere Halbwertsbreiten (*engl. Full Width at Half Maximum FWHM*) besitzen, was wiederum auf eine höhere Verzerrung und somit Martensit hinweist. Die über die Rietveld-Methode bestimmten Austenitanteile sind jeweils an senkrecht und im 45°-Winkel eingebauten Proben gemessen worden und gemittelt in Tabelle 4.3 festgehalten.



(a) (b)

Abbildung 4.24: XRD-Spektren (a) bei unterschiedlichen Temperaturen für 300 s interkritisch geglühter Proben und (b) bei 685 °C für unterschiedliche Zeiten interkritisch geglühter Proben.

4.4.2 Einfluss der Glühtemperatur und -dauer auf die mechanischen Eigenschaften

Die Ergebnisse der quasistatischen Zugversuche interkritisch geglühter Proben mit unterschiedlichen Glühtemperaturen und -zeiten sind in **Abbildung 4.25** dargestellt. Darüber hinaus enthält **Tabelle 4.4** eine Zusammenfassung der mechanischen Kennwerte. Es ist klar ersichtlich, dass sowohl die Glühtemperatur als auch die Glühdauer einen großen Einfluss auf die mechanischen Eigenschaften besitzen.

So versagen bei 750 °C geglühte Proben spröde ohne jegliche plastische Verformung, während bei 700 °C geglühte Proben sich bereits bei 546 MPa plastisch zu verformen beginnen und nach 1,8 % plastischer Dehnung einen starken Anstieg der Verfestigung zeigen, was zu einer Zugfestigkeit von 1364 MPa führt. Im Gegensatz zu den Proben aus dem kaltgewalzten Ausgangszustand zeigen die bei 675 und 685 °C für 300 s interkritisch geglühten Proben ein diskontinuierliches Fließverhalten mit einer ausgeprägten Streckgrenze mit ausgebildetem Lüders-Plateau, gefolgt von

deutlichen Spannungsstufen (Spannungserhöhungen) und Spannungsschwankungen innerhalb dieser Stufen. Die Spannungsstufen sind bei 685 °C größer als bei 675 °C, was zu einer höheren Kaltverfestigung und einer Zugfestigkeit von 1288 MPa führt. Dagegen erstrecken sich die Spannungsstufen für die bei 675 °C geglühten Proben über einen größeren Dehnungsbereich. Die Proben, geglüht bei 650 °C, zeigen ein ähnlich langes Lüders-Plateau, jedoch im Anschluss an das Plateau ein kontinuierliches Fließverhalten.

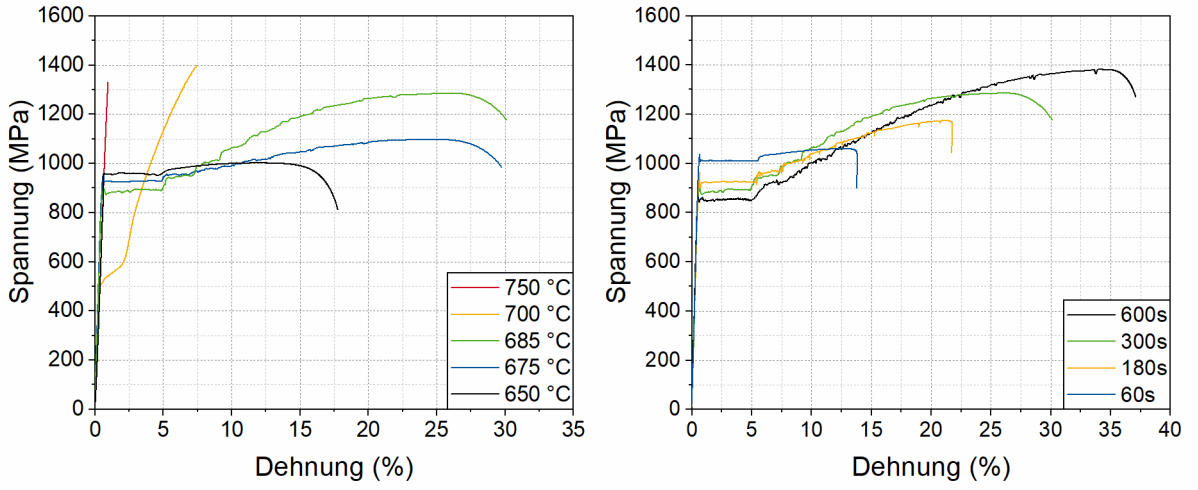


Abbildung 4.25: Spannung-Dehnung-Kurven (a) auf unterschiedlichen Temperaturen für 300 s interkritisch geglühter Proben und (b) auf 685 °C für unterschiedliche Zeiten interkritisch geglühter Proben.

Beim Vergleich verschiedener Glühzeiten für die bei 685 °C geglühten Proben lässt sich feststellen, dass mit zunehmender Glühzeit die Streckgrenze deutlich abnimmt, während Zugfestigkeit und Bruchdehnung zunehmen. Außerdem weisen alle Proben eine ausgeprägte Streckgrenze mit YPE auf. Während die Proben nach 60 s Glühung mit 4,9 % die höchste YPE aufweisen, zeigen Proben, die 180-600 s geglüht wurden, eine geringere YPE. Die für 60 s geglühten Proben zeigen einen abrupten Spannungsanstieg von 19,1 MPa nach der YPE und eine anschließende homogene Verformung bis zum Erreichen der Zugfestigkeit. Der Spannungsanstieg nach der YPE nimmt mit zunehmender Glühdauer zu und erreicht 40,9 MPa bei Proben, die 180 s geglüht wurden, 53,6 MPa bei 300 s und 65 MPa bei 600 s.

Anders als bei den Proben, die 60 s geglüht wurden, zeigen die Proben mit einer Glühdauer von 180-600 s eine weitere inhomogene Verformung direkt nach der YPE. So weisen 180 s geglühte Proben nach der YPE sechs klar definierte Spannungsstufen auf, deren Anzahl mit verlängerter Glühdauer auf drei (für 300 s) bzw. eine (für 600 s) abnimmt. Nach den definierten Spannungsstufen zeigen die Spannung-

Dehnung-Kurven immer noch einen gezackten Verlauf, welcher bei den 600 s geglühten Proben am stärksten ausgeprägt ist.

Tabelle 4.4: Mechanische Eigenschaften interkritisch geglühter Proben in Abhängigkeit von der Glühtemperatur und -dauer.

Temperatur (°C)	Dauer (s)	$R_{p0,2}$ bzw. R_{eH} (MPa)	YPE (%)	R_m (MPa)	A_{30} (%)
650	300	959	4,0	1002	17,2
675	300	966	4,7	1143	26,9
685	60	1038	4,9	1059	13,2
	180	966	4,5	1204	21,6
	300	898	4,3	1285	29,5
	600	892	4,4	1383	36,5
700	300	547	-	1438	8,5
750	300	1332	-	1332	-

4.4.3 Untersuchung des inhomogenen Verformungsverhaltens

Um einen detaillierteren Einblick in das lokale Verformungsverhalten zu erhalten, wurden Zugversuche in Kombination mit DIC reproduziert. Hierbei sollen die Unterschiede in den technischen Spannung-Dehnung-Kurven von IA685_60, IA685_300, IA685_600 und IA700_300 untersucht werden.

Alle untersuchten IA685-Zustände zeigen während der YPE ein sich ausbreitendes Lüders-Band, das sich am unteren Ende der Probe bildet und sich zum oberen Ende in einem Winkel von 68° (IA685_60), 57° (IA685_300) und 68° (IA685_600) zur Lastrichtung ausbreitet. Die Ausbreitungsgeschwindigkeiten des Lüders-Bandes wurden für IA685_60, IA685_300 und IA685_600 auf 0,305, 0,159 bzw. 0,163 mm/s bestimmt. Bei IA685_300 ändert die Lüders-Front ihren Ausbreitungswinkel während der YPE, sobald sie die Mitte der Probenmesslänge erreicht (**Abbildung 4.26** (b)). Im Gegensatz dazu zeigt IA685_600 während der YPE ein über die Probenlänge fortschreitendes Ausbreitungsband und verschiedene nicht fortschreitende Bänder am unteren Ende der Messlänge.

Nach der YPE zeigt IA685_60 eine homogene Verformung über die gesamte Probenlänge bis zur Einschnürung, während bei IA685_300 und IA685_600 unmittelbar nach dem Lüders-Plateau eine Reihe weiterer Dehnungsbänder (PLC-Bänder der Typen A und B) zu erkennen sind. Typ A Bänder sind hierbei durch periodische Spannungserhöhungen, gefolgt von Spannungsabfällen und einer kontinuierlichen Bewegung der Dehnungsbänder gekennzeichnet, die einige unregelmäßige Span-

nungsschwankungen aufweisen. Die Ausbreitungsbreite der hier auftretenden Typ A Bänder ist begrenzt und die Bänder durchlaufen nicht die gesamte Messlänge der Probe. Neben den sich ausbreitenden Bändern werden mit zunehmender Dehnung auch nicht (kontinuierlich) ausbreitende bzw. springende Bänder (Typ B) festgestellt. Die Anzahl und Häufigkeit dieser Bänder ist bei IA685_600 höher ausgefallen. Die Bänder erscheinen und verschwinden nach dem Zufallsprinzip ohne klare räumlich-zeitliche Abhängigkeit.

Anders als die IA685-Zustände, zeigt IA700 dagegen kein klar definiertes Lüders-Band, welches zu Beginn der plastischen Verformung über die Probenlänge propagiert, sondern nur vereinzelt lokale springende PLC-Bänder.

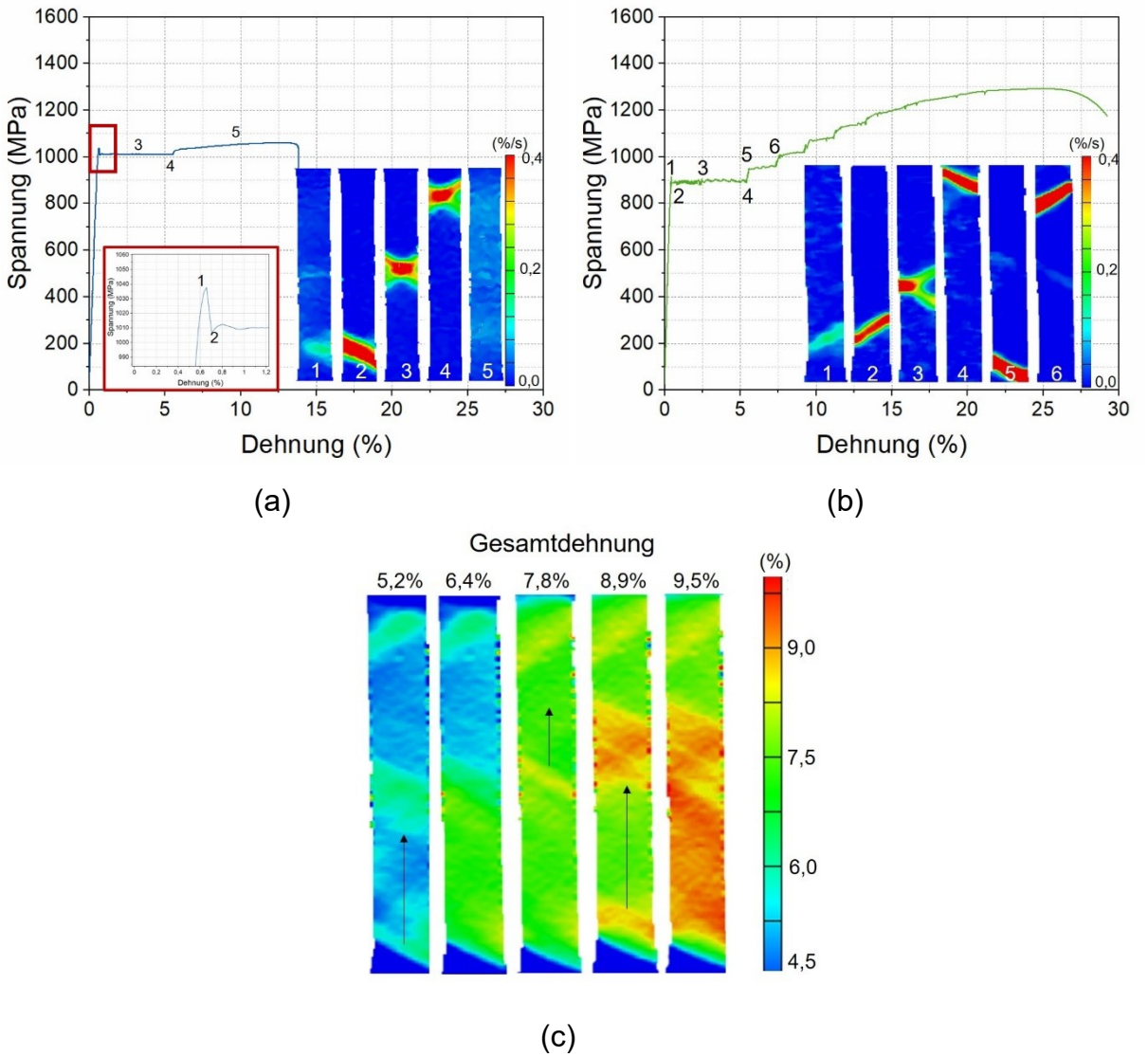


Abbildung 4.26: Spannung-Dehnung-Kurve sowie lokale Dehnungsänderungen entlang der Messlänge zu unterschiedlichen Zeitpunkten von (a) IA685_60 und (b) IA685_300, sowie (c) lokale Dehnung entlang der Messlänge bei unterschiedlicher Gesamtdehnung von IA685_300.

Zusätzlich wurden unterbrochene Zugversuche an IA685_300 Untermaß-Zugproben durchgeführt, welche nach der jeweiligen Unterbrechung mittels EBSD analysiert wurden. Die Spannung-Dehnung-Kurven der jeweiligen Versuchsstufen, sowie einer kontinuierlich geprüften Vergleichsprobe sind in **Abbildung 4.27** (a) gezeigt. Mit zunehmender Vordehnung nimmt die Streckgrenze der Probe zu, ohne die ausgeprägte Streckgrenze zu verlieren. Die Rekonstruktion der Spannung-Dehnung-Kurven der unterbrochenen Zugversuche besitzt bis zu einer Dehnung von fast 15 % eine gute Übereinstimmung mit den Spannung-Dehnung-Kurven der Vergleichsproben, versagt dann aber mit einer Bruchdehnung von 19,5 %, während diese bei der Vergleichsprobe 26,1 % erreicht.

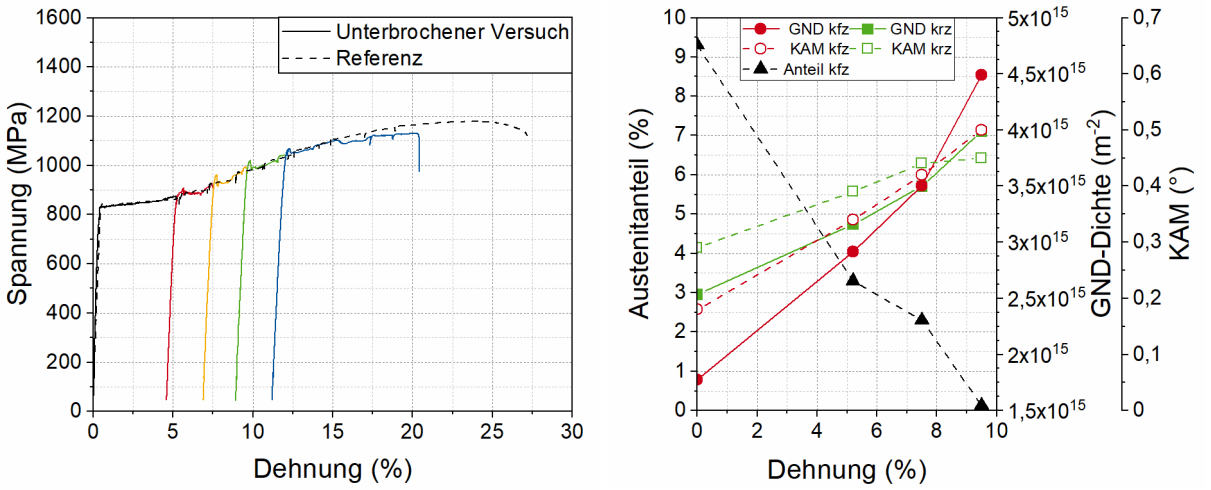


Abbildung 4.27: (a) Spannung-Dehnung-Kurven der Zugversuche von IA685_300 nach jeweiliger Unterbrechung und (b) mittels EBSD bestimmter RA-Anteil, KAM-Wert sowie GND-Dichte.

Wie in Abbildung 4.27 (b) und **Abbildung 4.28** dargestellt, wandeln sich bereits während der YPE zwei Drittel des Restaustenits in Martensit um, wobei die Umwandlungsrate von Austenit in Martensit mit zunehmender Dehnung abnimmt. Hierbei ist nach 9,5 % Dehnung mittels EBSD-Analyse kaum mehr Austenit indiziert. Die Analyse der Austenitkorngröße während der Dehnung zeigt, dass vor allem die größeren Körner während der Dehnung bis zu YPE in Martensit umklappen, wobei die mittlere Korngröße von 0,43 auf 0,38 µm sinkt. Weitere Dehnung zeigt keinen Einfluss auf die mittlere Austenitkorngröße.

Da mit erhöhter Vorverformung und dementsprechend erhöhter Versetzungsdichte und zusätzlich durch die Martensitumwandlung (erhöhte Versetzungsdichte und erhöhte Verzerrung) die Bildqualität der EBSD-Messung stark abnimmt, wurden die EBSD-Messungen nur bis zu einer Vorverformung von 9,5 % Dehnung durchgeführt.

Im Ausgangszustand ist die mittels EBSD bestimmte Dichte der GND und auch der KAM-Wert in der krz Phase höher als in der kfz Phase. Beides nimmt aber mit zunehmender Dehnung stärker im Austenit als im Ferrit/Martensit zu, was am Ende des Zugversuchs zu einer höheren GND-Dichte und KAM-Wert im Austenit führt (Abbildung 4.27 (b)).

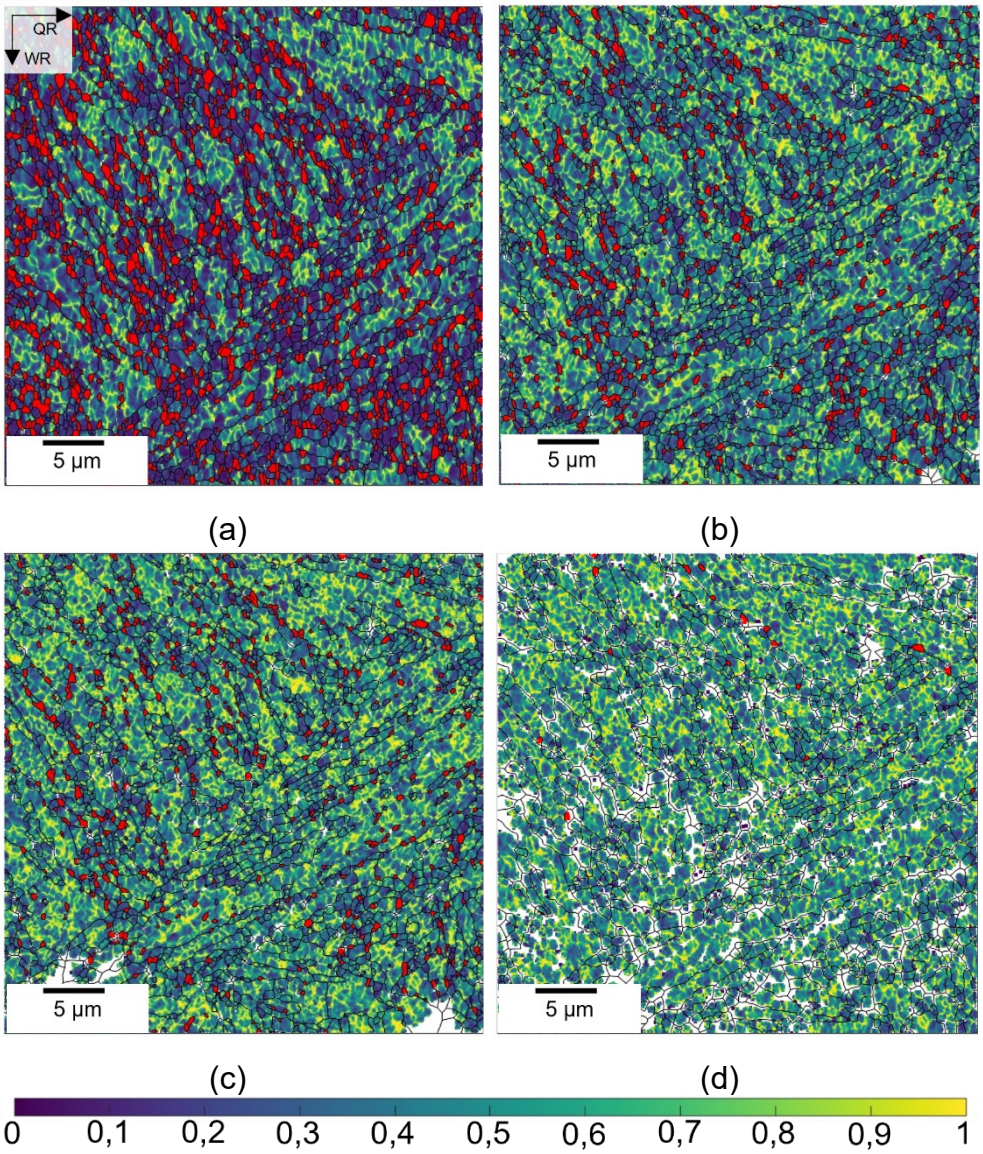


Abbildung 4.28: Mittels EBSD bestimmte Phasenverteilung (kfz: rot) überlagert mit den KAM-Werten der krz Phase (Farbskala in °) der unterbrochenen Zugversuche aufgenommen nach einer Gesamtdehnung von (a) 0 %, (b) 5,2 %, (c) 7,5 % und (d) 9,5 %.

4.4.4 Einfluss einer zweistufigen interkritischen Glühbehandlung auf die Mikrostruktur

Zusätzlich wurde an Proben einer interkritischen Wärmebehandlung bei 685 °C eine kurze zweite interkritische Glühung (30-120 s) bei höheren Temperaturen angeschlossen, also ein Double Soaking durchgeführt. Dilatometerversuche zeigen, dass

weder nach der ersten Glühung auf 685 °C noch bei einer kurzen zweiten Glühung von 30-120 s bei Temperaturen bis zu 720 °C eine detektierbare martensitische Umwandlung beim Abschrecken auf 60 °C stattfindet (**Abbildung 4.29** (a)). Nach einer 30 s langen zweiten Glühung bei 750 °C hingegen ist der Start einer Martensitumwandlung bei M_s=150 °C identifizierbar unabhängig davon, ob das Double Soaking kontinuierlich oder diskontinuierlich durchgeführt wurde (Abbildung 4.29 (b)).

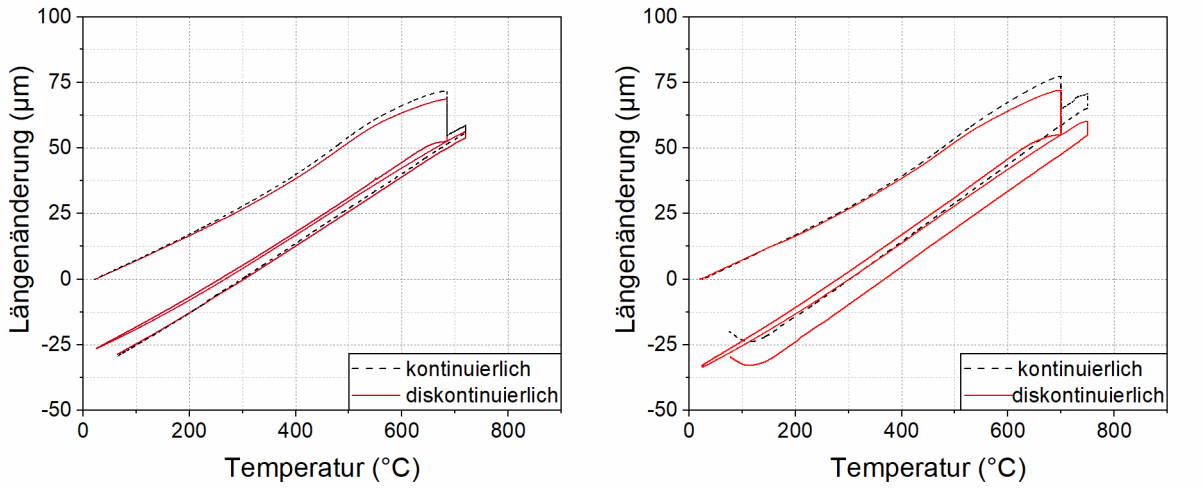


Abbildung 4.29: Dilatationskurven einer zweistufigen interkritischen Glühung (a) mit einer 1. Glühung bei 685 °C und einer 2. Glühung bei 720 °C und (b) mit einer 1. Glühung bei 685 °C und einer 2. Glühung bei 750 °C.

Bei der Auswertung der Phasenanteile mittels EBSD zeigt sich, dass der Phasenanteil des Ferrits/TM mit zunehmender Dauer der zweiten Glühung abnimmt. Für Proben die zunächst im ersten Schritt 180 s bei 685 °C geglüht wurden, führt eine Verlängerung der zweiten Glühung bei 700 °C von 30 auf 60 s zu einer deutlichen Erhöhung des Austenitanteils von 4 auf 14,8 %, während eine weitere Verlängerung auf 120 s zu keiner weiteren Zunahme des Austenitanteils führt. Im Histogramm des übers Korn gemittelten BS der krz Phasen dieses Zustands zeigt sich jedoch, anders als bei den kürzeren Glühdauern, eine bimodale Verteilung (**Abbildung 4.30**). Dies legt nahe, dass ein Teil des Austenits von DS685_180-700_120 unterhalb von 60 °C in Martensit umgewandelt ist.

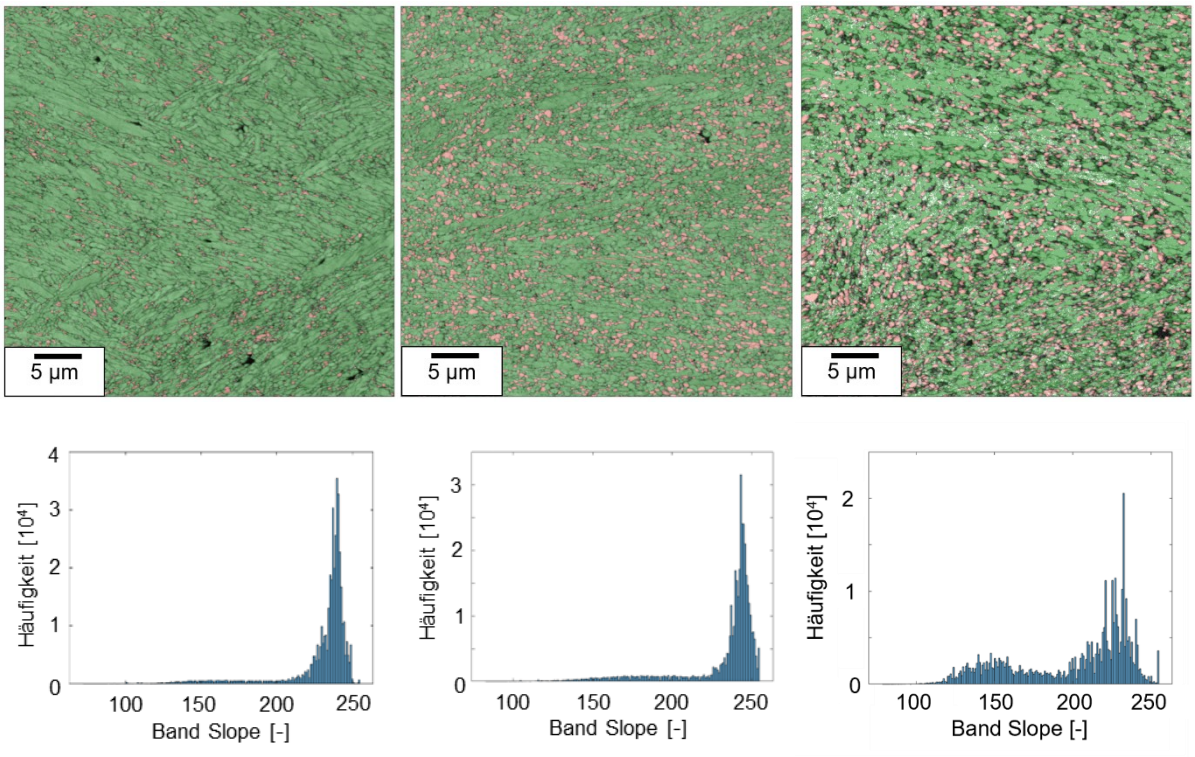


Abbildung 4.30: Mittels EBSD bestimmte Phasenverteilung (rot: kfz, grün: krz) überlagert mit BS und das jeweilige Histogramm der Kornmittelwerte des BS der krz Phasen für (a) DS685_180-700_30, (b) DS685_180-700_60 und (c) DS685_180-700_120.

In **Abbildung 4.31** ist die qualitative C-Verteilung nach (a) einfacher interkritischer Glühung IA685_300 und (b) einer zusätzlichen zweiten Glühung DS685_300-700_60 dargestellt. Die Bereiche, die eine C-Anreicherung zeigen, sind bei der DS685_300-700_60 hierbei deutlich größer. Zudem zeigt sich ein deutlich gradierter Übergang (breite hellblaue Bereiche) der C-Verteilung zwischen dem krz Grundgefüge und dem Austenit. Die Unterschiede in der Mn-Verteilung sind weniger stark ausgebildet.

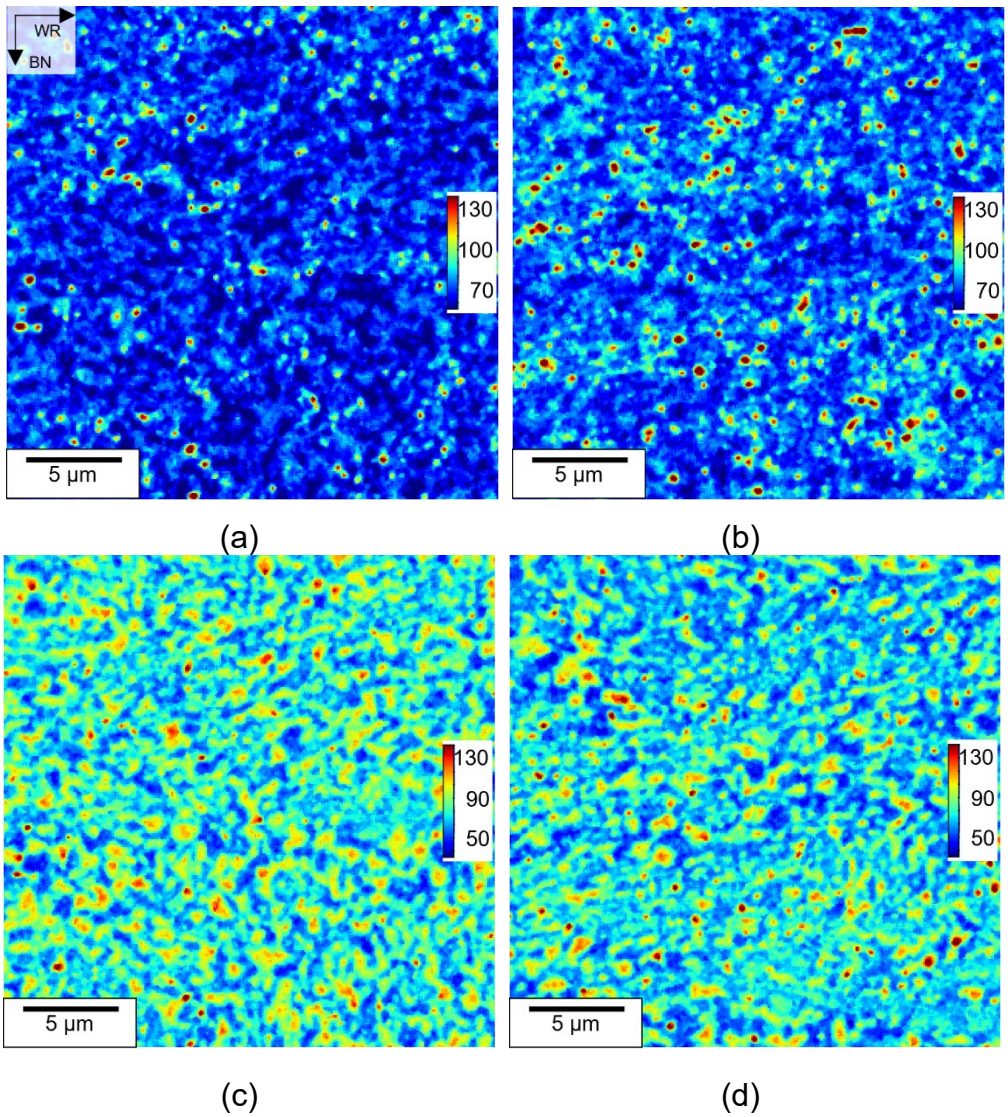


Abbildung 4.31: Vergleich der qualitativen ESMA-Elementverteilung (a) C-Mapping von IA685_300, (b) C-Mapping von DS685_300-700_60, (c) Mn-Mapping von IA685_300 und (d) Mn-Mapping von DS685_300-700_60.

4.4.5 Einfluss einer zweistufigen interkritischen Glühbehandlung auf die mechanischen Eigenschaften

Die Ergebnisse der entsprechenden Zugversuche sind in **Abbildung 4.32** zusammengefasst. Hierbei zeigt sich, dass unabhängig von der Dauer der ersten Glühung, sowohl die Streckgrenze als auch die YPE mit zunehmender Dauer der zweiten Glühung bei 700 °C abnehmen. Während bei den Proben, die zunächst für 60 und 180 s bei 685 °C geglüht wurden, die Verfestigung nach der YPE mit zunehmender Dauer der zweiten Glühung zunimmt, zeigen alle Proben, welche zunächst 300 s geglüht wurden, nach der zweiten Glühung eine ähnliche Verfestigung. Die stark ausgeprägten Spannungsstufen, welche im Ausgangszustand IA685_300 vorhanden sind, werden durch die zweite Glühung weniger und nehmen auch in der Form der Ausprä-

gung ab. Eine Erhöhung der Temperatur der zweiten Glühung auf 750 °C führt bereits bei einer kurzen Dauer von 30 s zwar zu hohen Festigkeiten von 1218-1431 MPa, aber auch zu sprödem Versagen direkt auf der elastischen Geraden. Gleiche Eigenschaften zeigen auch Proben mit erstem Glühen bei 700 °C und anschließender 30 s Glühung bei 750 °C.

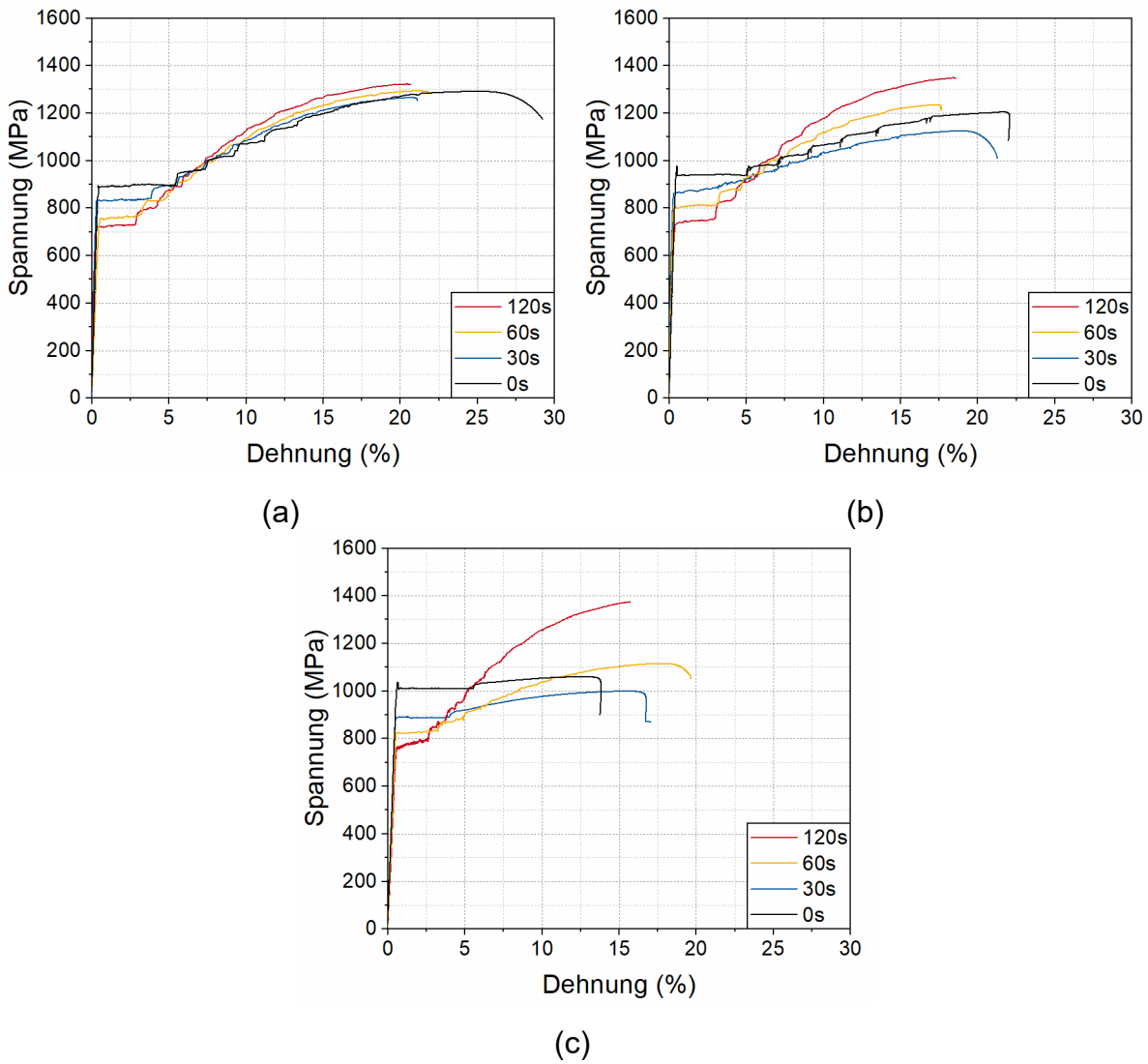


Abbildung 4.32: Spannung-Dehnung-Kurven zweistufig interkritisch geglühter Proben: (a) 1. Glühung 685 °C für 300 s, 2. Glühung 700 °C für unterschiedliche Glühdauern (b) 1. Glühung 685 °C für 180 s, 2. Glühung 700 °C für unterschiedliche Glühdauern und (c) 1. Glühung 685 °C für 60 s, 2. Glühung 700 °C für unterschiedliche Glühdauern.

4.5 Übertragbarkeit auf den Presshärteprozess

In diesem Kapitel werden die Wärmebehandlungsstrategien aus den Kapiteln 4.3 und 4.4 für den untersuchten MMnS in den Presshärteprozess integriert und überprüft, ob die aus den Vorversuchen resultierten mechanischen Eigenschaften reproduziert werden können. Verglichen wird die jeweilige Kombination aus PH+Q&P und IA+PH mit klassisch pressgehärteten Bauteilen aus MMnS und 22MnB5. Zur Bestimmung

der mechanischen Kennwerte wurden aus den pressgehärteten Bauteilen jeweils 10 Untermaß-Zugproben entnommen und getestet. Die gemittelten Ergebnisse der Vergleichsproben sind in **Tabelle 4.5** zusammengefasst. Die direkt pressgehärteten Bauteile aus MMnS versagen hierbei spröde bereits auf der elastischen Geraden.

Tabelle 4.5: Mechanische Kennwerte mittels direkten Presshärtens hergestellter Bauteile.

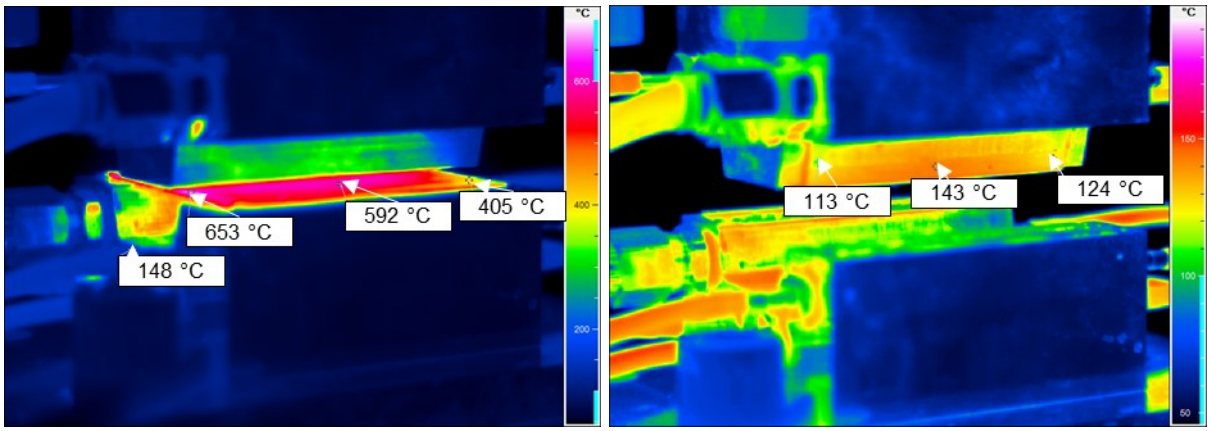
Stahl	$R_{p0,2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A_g (%)	A_{15} (%)
22MnB5	1064	1457	3,8	8,9
MMnS	-	1048	-	-

4.5.1 Presshärten mit kombinierter Quenching & Partitioning-Behandlung

Basierend auf den Ergebnissen aus Kapitel 4.3 wurden Presshärteversuche mit homogen beheiztem Werkzeug und einer angestrebten T_Q von 130, 140, 150 und 160 °C durchgeführt. Für die Versuche wurden zunächst die Platinen in einem Ofen für 300 s bei 840 °C konvektiv vollständig austenitisiert und anschließend in das Presshärtewerkzeug überführt, in welchem sie im geschlossenen Zustand bis auf T_Q abgekühlt werden. Die Werkzeugtemperatur wurde hierbei in einer Versuchsreihe auf Raumtemperatur gehalten, wobei das Erreichen der T_Q mittels im Werkzeug integrierter Thermoelemente überwacht wird. In einer zweiten Versuchsreihe wurde das Werkzeug zuvor jeweils auf die gezielte T_Q-10 °C geheizt.

Die Umformung beginnt bei allen PH+Q&P-Versuchen in einem Temperaturbereich zwischen 400-650 °C (**Abbildung 4.33** (a)). Sie wurde innerhalb von 0,3 s, vor Erreichen von M_s, beendet und daher in einem Bereich von vollständig austenitischem Gefüge durchgeführt.

Im Blech werden kurz vor der Umformung Temperaturinhomogenitäten festgestellt. Insbesondere die Blechkanten, die zuerst mit dem Werkzeug in Berührung kommen, weisen zu Beginn der Umformung niedrigere Temperaturen auf. Am Ende der Umformung zeigen die in das Werkzeug integrierten Thermoelemente jedoch nur einen Temperaturunterschied von maximal 10 °C an (**Abbildung 4.34**), während die Thermokamera nach dem Öffnen des Werkzeugs einen Temperaturunterschied des Blechs von bis zu 30 °C identifiziert (Abbildung 4.33 (b)).



(a) (b)

Abbildung 4.33: Thermografie-Aufnahmen während des Presshärtens mit einer Werkzeugtemperatur von 150 °C (a) vor der Umformung und (b) nach der Umformung.

Abbildung 4.34 zeigt die mittels Thermoelemente aufgenommenen Temperaturverläufe für eine angestrebte T_Q von (a) 130 °C und (b) 150 °C. In Bereich I nehmen die Thermoelemente hierbei jeweils die entsprechende Werkzeugtemperatur vor Einlegen des Bleches auf, während in Bereich II die Temperatur durch das Auflegen des Bleches auf die Matrize und den Kontakt zwischen Werkzeug und heißer Platine anfängt zu steigen. Der logarithmische Abfall der Temperatur in Bereich II bildet dann die Kontaktkühlung des Bleches ab. Bei Erreichen der T_Q wird das Werkzeug geöffnet und die Thermoelemente verlieren den Kontakt mit dem umgeformten Blech, was den weiteren starken Abfall der Temperatur in Bereich III erklärt.

Zusätzlich sind in Abbildung 4.34 (c) Kraft und Kolbenweg in Abhängigkeit von der Zeit für den Presshärteversuch mit einer T_Q von 130 °C und 150 °C gezeigt, sowie in Abbildung 4.34 (d) die Kraft in Abhängigkeit vom Kolbenweg dargestellt.

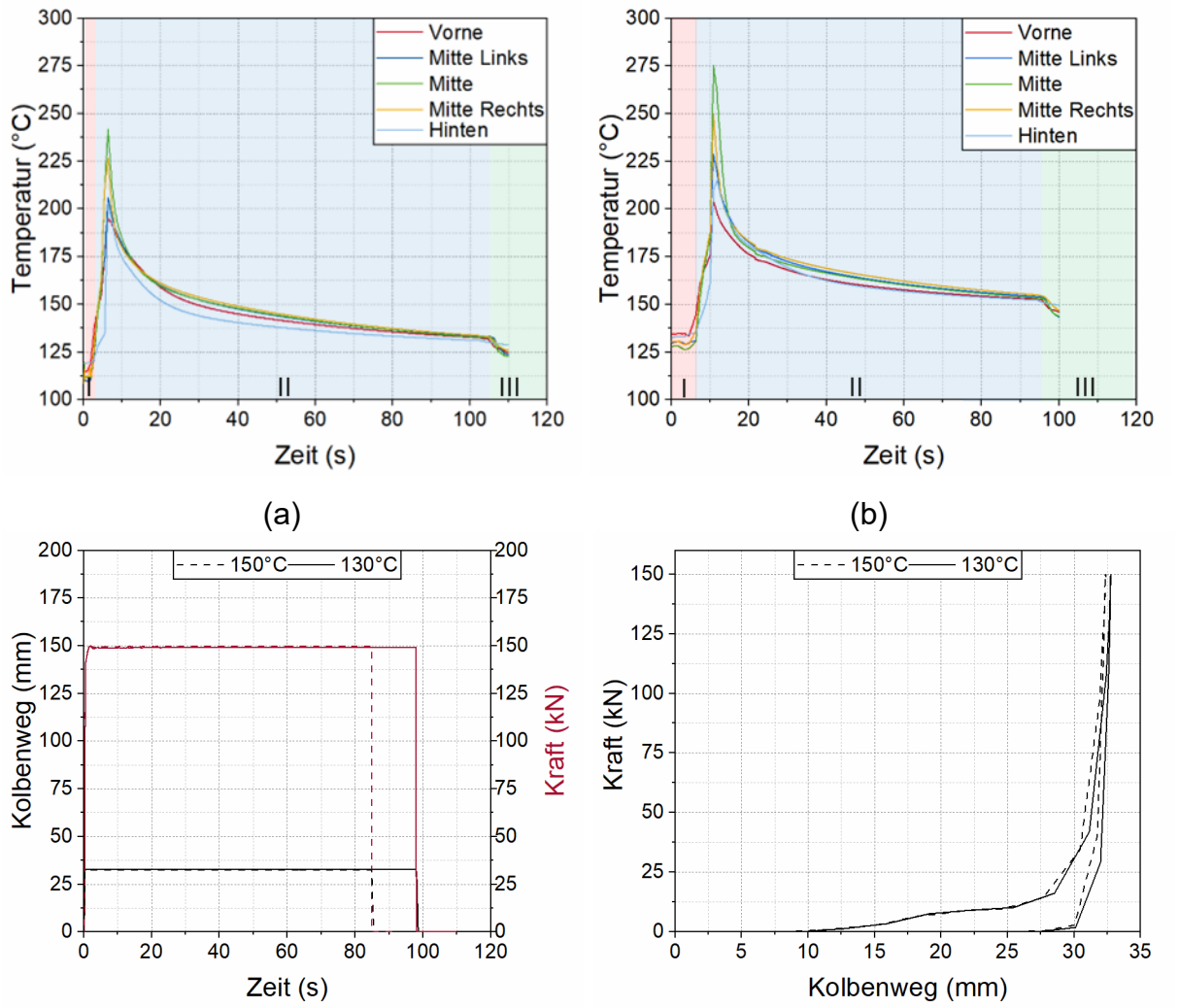


Abbildung 4.34: Datenaufnahme während der Presshärteversuche: (a) Temperatur-Zeit-Verlauf mittels im Werkzeug integrierter Thermoelemente für PH+QP130 bzw. (b) für PH+QP150, (c) Kraft und Kolbenweg der Presse in Abhängigkeit von der Zeit für PH+QP130 und PH+QP150 und (d) Kraft in Abhängigkeit vom Kolbenweg für PH+QP130 und PH+QP150.

Bei homogener Beheizung des Werkzeugs beträgt die Abkühldauer auf T_Q 84 s für T_Q =150 °C und 98 s für T_Q =130 °C. Durch den Einsatz von Wasserkühlung anstelle der Erwärmung des Werkzeugs konnte die Zeit bis zum Erreichen von 150 °C (11 s) bzw. 130 °C (13 s) deutlich reduziert werden.

Da die Bauteile beim Transport vom Werkzeug zum Ofen weiter an Temperatur verlieren, entsprechen die mittels der im Werkzeug integrierten Thermoelemente gemessenen Temperaturen nicht exakt der finalen T_Q. Zur Bestimmung der Temperatur der Bauteile beim Einlegen in den auf 400 °C beheizten Ofen, wurde an einer Referenzprobe ein Thermoelement aufgeschweißt und die Abkühlung dieser an Luft von 200 °C bis Raumtemperatur gemessen. Der für T_Q relevante Bereich wurde mit Hilfe einer logarithmischen Anpassung als Funktion aus den gemessenen Daten be-

schrieben, welche weiter zur Abschätzung der tatsächlichen T_Q genutzt wird. Die ermittelte Abhängigkeit der Temperatur von der Zeit während des Handlings nach der Umformung ist in **Abbildung 4.35** dargestellt. Die Dauer für die manuelle Entnahme des Bauteils aus dem Werkzeug und die Transferzeit in den Ofen konnte mittels Thermokamera für jeden Versuch bestimmt werden. Die gemittelte Dauer betrug hierbei nur 5,4±1,4 s.

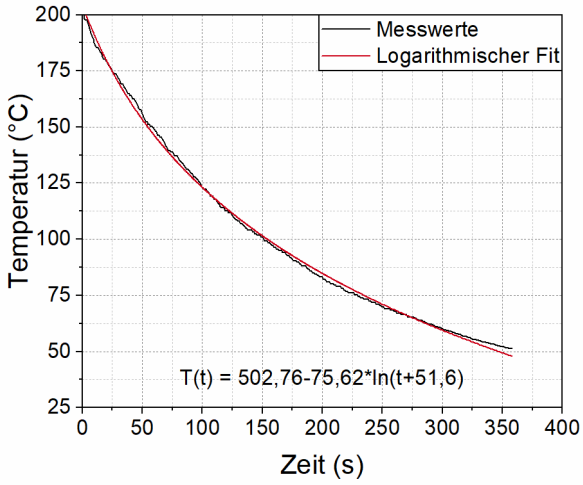


Abbildung 4.35: Temperatur-Zeit-Verlauf während der Abkühlung an Luft nach Entnahme aus dem Werkzeug zur Abschätzung der realen T_Q vor Beginn des Partitionings.

Neben den experimentell ermittelten Temperaturverläufen wurde eine erste Simulation des Presshärteprozesses mittels FEM im Hinblick auf die lokale Temperaturverteilung durchgeführt. In **Abbildung 4.36** ist exemplarisch die thermische Simulation des PH+QP-Prozesses mit einer Werkzeugtemperatur von 130 °C dargestellt. Hierbei wurde angenommen, dass für den Transport des Bleches aus dem Ofen in das Werkzeug 3 s benötigt werden und dieses dann anschließend 3 s auf der Matrize auflag. Der Zeitpunkt t=0 s markiert den Beginn der Umformung. Da das nicht umgeformte Blech vor Beginn der Umformung auf dem Werkzeug auflag, ist die Temperatur an den Auflagebereichen zu Beginn der Umformung niedriger als in der Mitte der Platine. Nach 60 s im geschlossenen Werkzeug ist die angestrebte T_Q von 150 °C an den Rändern der umgeformten Probe erreicht. Im mittleren Bereich der Probe weist das Bauteil zu diesem Zeitpunkt gemäß der Simulation noch eine Temperatur von ca. 200 °C auf. Dieser Temperaturunterschied ist deutlich höher als der bei den Versuchen gemessene.

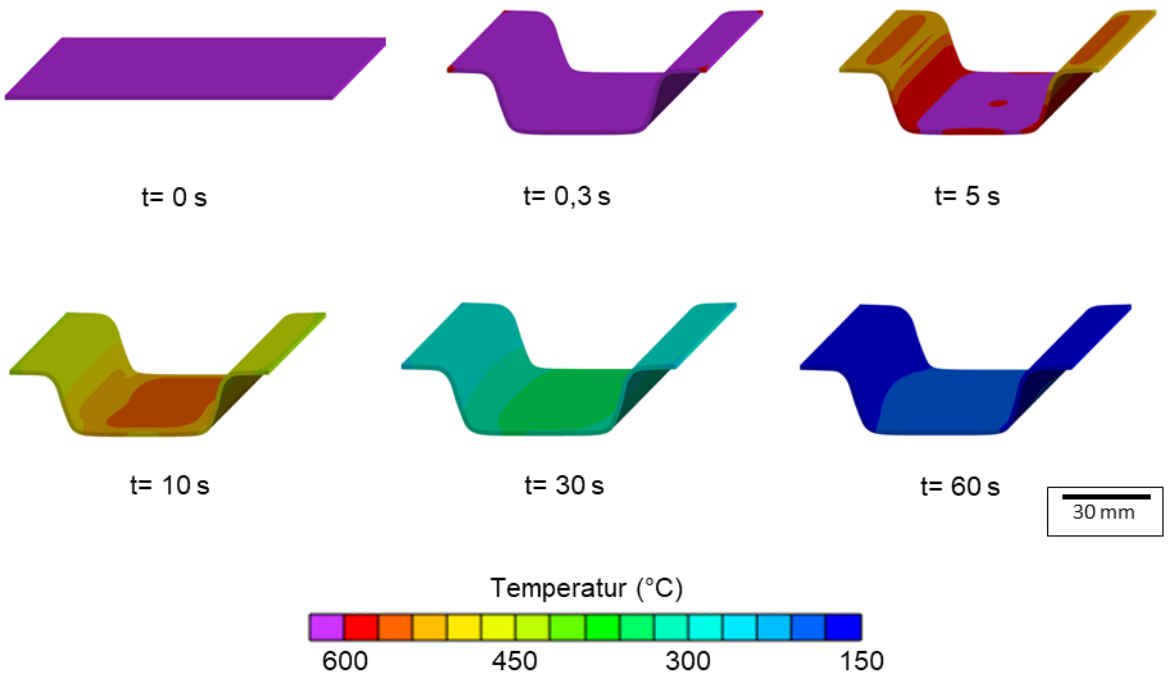
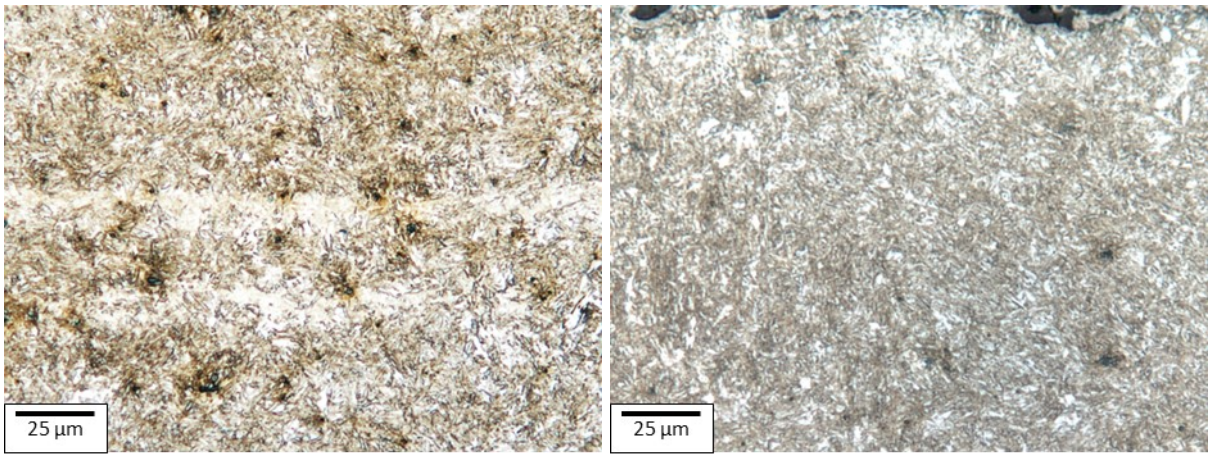


Abbildung 4.36: Simulierte Temperatur des Bleches während und nach der Umformung im geschlossenen Werkzeug mit einer Temperatur von 130 °C.

4.5.1.1 Einfluss der Quenching & Partitioning-Behandlung auf die Mikrostruktur pressgehärteter Bauteile

Die zunächst zur Übersicht durchgeführte lichtmikroskopische Untersuchung des Querschnitts zeigt in allen Bereichen der PH+QP-Proben ein martensitisches Grundgefüge. Zusätzlich sind jedoch hellere Seigerungszeilen in der Blechmitte sowie ca. 200 µm breite, aufgehellte Randbereiche deutlich in **Abbildung 4.37** zu sehen.



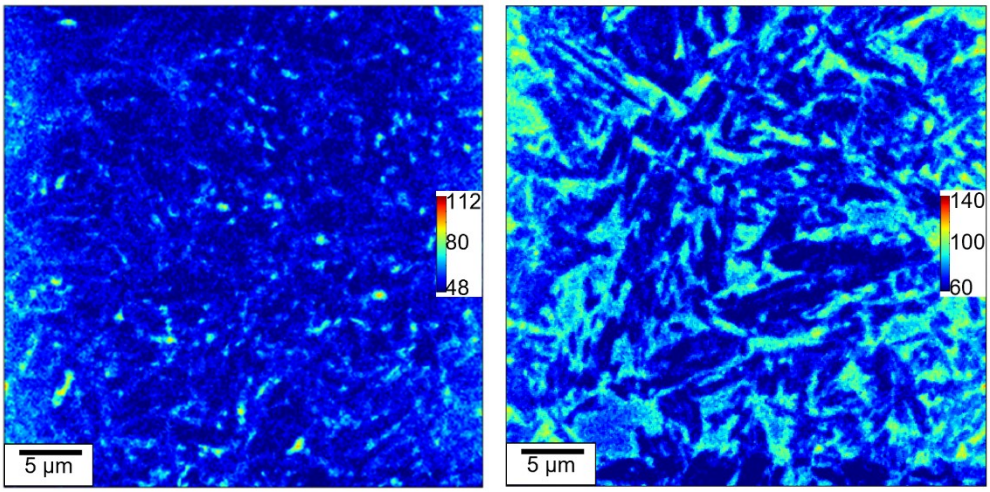
(a) (b)

Abbildung 4.37: LOM-Aufnahmen von (a) Seigerungszeilen und (b) Randentkohlung der Nital geätzten Probe des Zustands PH+QP_130.

Mikrostruktur entlang der Blechnormalen

Eine nähere Untersuchung des Randbereichs mittels ESMA zeigt eine deutliche Randentkohlung. So konnte mit Hilfe von Linienscans im Abstand von 30 µm zum

Rand ein mittlerer Massenanteil an C von 0,1 % ermittelt werden, während im Kern der Probe ein mittlerer Massenanteil von 0,3 %, was der Gesamtzusammensetzung entspricht, vorliegt. In **Abbildung 4.38** sind zudem ESMA C-Mappings vom (a) Randbereich und (b) Kern der Probe gezeigt. Während im Kern, wie auch in den Q&P-behandelten Dilatometerproben (vgl. Abbildung 4.7), deutlich ein C-Partitioning zu identifizieren ist, ist die C-Anreicherung im Randbereich sehr lokal und globular und entspricht in Größenordnung und Form dem Austenit aus einer EBSD-Messung des Randbereichs, welche in **Abbildung 4.39** dargestellt ist.



(a) (b)

Abbildung 4.38: Qualitative ESMA C-Mappings von PH+QP_130: (a) Randbereich und (b) Probenmitte.

Bei der Betrachtung des randnahen Bereichs ist zudem eine Abhängigkeit der Gefügezusammensetzung vom Abstand zur Oberfläche erkennbar. Während in einem Abstand von 10 µm zur Oberfläche 85 % TM gemessen werden, sinkt dieser Wert auf 59 % bei einem Abstand von 130 µm (rechte Seite der Abbildung 4.39) und weiter auf 49 % in der Mitte der Blechdicke. Im Gegensatz dazu nimmt der prozentuale Anteil sowohl von FM als auch von RA mit zunehmender Tiefe zu.

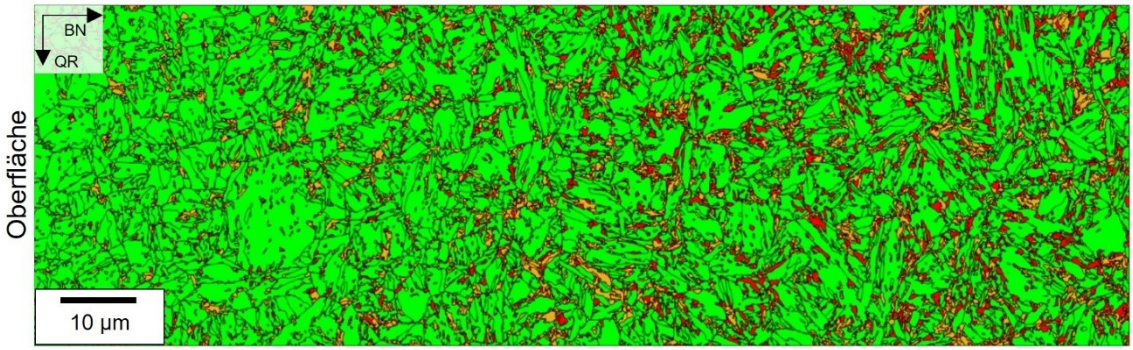


Abbildung 4.39: Mittels EBSD bestimmte detaillierte Phasenverteilung von PH+QP_130 in Richtung der Blechnormalen (rot: RA, grün: TM und orange: FM).

Mikrostruktur entlang des umgeformten Querschnitts

Neben der Mikrostrukturuntersuchung entlang der Blechnormalen wurde zusätzlich überprüft, ob unterschiedliche Umformbereiche der PH+QP-Bauteile einen Einfluss auf die lokale Phasenverteilung besitzen. Ausgewählt wurden hier der Bauteilboden (a), der obere Bereich parallel zum Boden (d), welcher zuerst in Kontakt mit dem Werkzeug kommt und dementsprechend zu Beginn schneller abkühlt, sowie der untere (b) und obere Radius (c) (**Abbildung 4.40**). Der untersuchte Querschnitt wurde hierbei aus der Mitte des Bauteils entnommen.

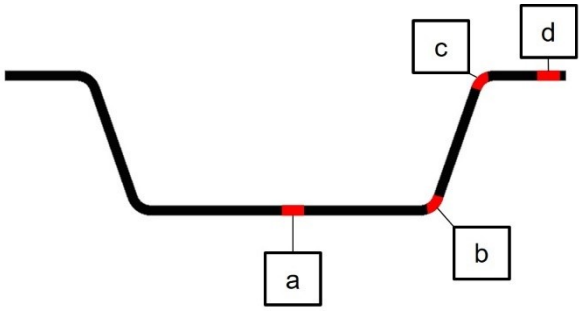


Abbildung 4.40: Querschnitt der pressgehärteten Bauteile zur Einordnung der Probenpositionen der Mikrostrukturuntersuchung.

Die EBSD-Messungen zeigen keinen signifikanten Unterschied in den Phasenanteilen der Proben. Sie enthalten 34-37 % FM, 50-54 %TM und 12-13 % RA (**Abbildung 4.41**). Anders als bei den untersuchten Dilatometerproben in Kapitel 4.3 werden jedoch in allen EBSD-Messungen an PH+QP-Proben auch 1-1,5 % sehr feiner Fe_3C indiziert. Im Vergleich des Austenits, zeigen sich im Randbereich d einige größere Austenitinseln, während in den übrigen Bereichen die Verteilung der Austenitkorngröße homogener ist.

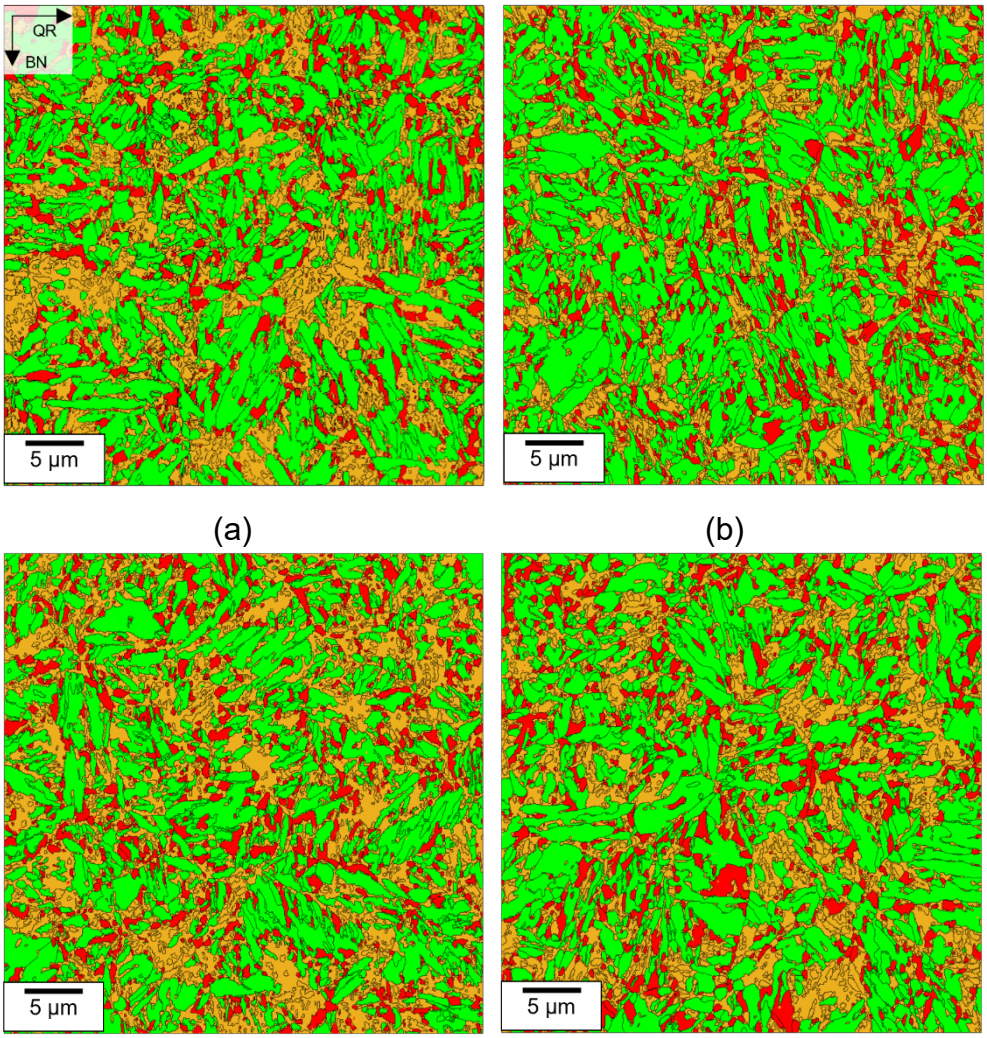


Abbildung 4.41: Mittels EBSD bestimmte detaillierte Phasenverteilung in Abhängigkeit von den in Abbildung 4.40 markierten Entnahmeorten (rot: RA, grün: TM und orange: FM).

Mikrostruktur in Abhängigkeit von der T_Q

Auch beim Vergleich des Einflusses unterschiedlicher Werkzeugtemperaturen und dementsprechend unterschiedlicher T_Q werden kaum abweichende Phasenanteile bestimmt. PH+QP_130, PH+QP_140 und PH+QP_160 bestehen hierbei aus 37 ±1,5 % FM, 14 ±1,5 % RA und 49 ±1,5 % TM. Einzig PH+QP_150 zeigt mit 48 % TM und nur 8 % RA einen signifikanten Unterschied (**Abbildung 4.42**).

Auffällig ist zudem, dass mit steigender T_Q die Bereiche des FM deutlich gröber werden. Zudem zeigt sich bei großflächigeren Aufnahmen von PH+QP_160, dass sich FM in dieser Probe in Zeilen anordnet, während die Verteilung von FM in den übrigen 3 PH+QP-Zuständen, wie beispielshalber für PH+QP_130 dargestellt, homogen ist (**Abbildung 4.43**).

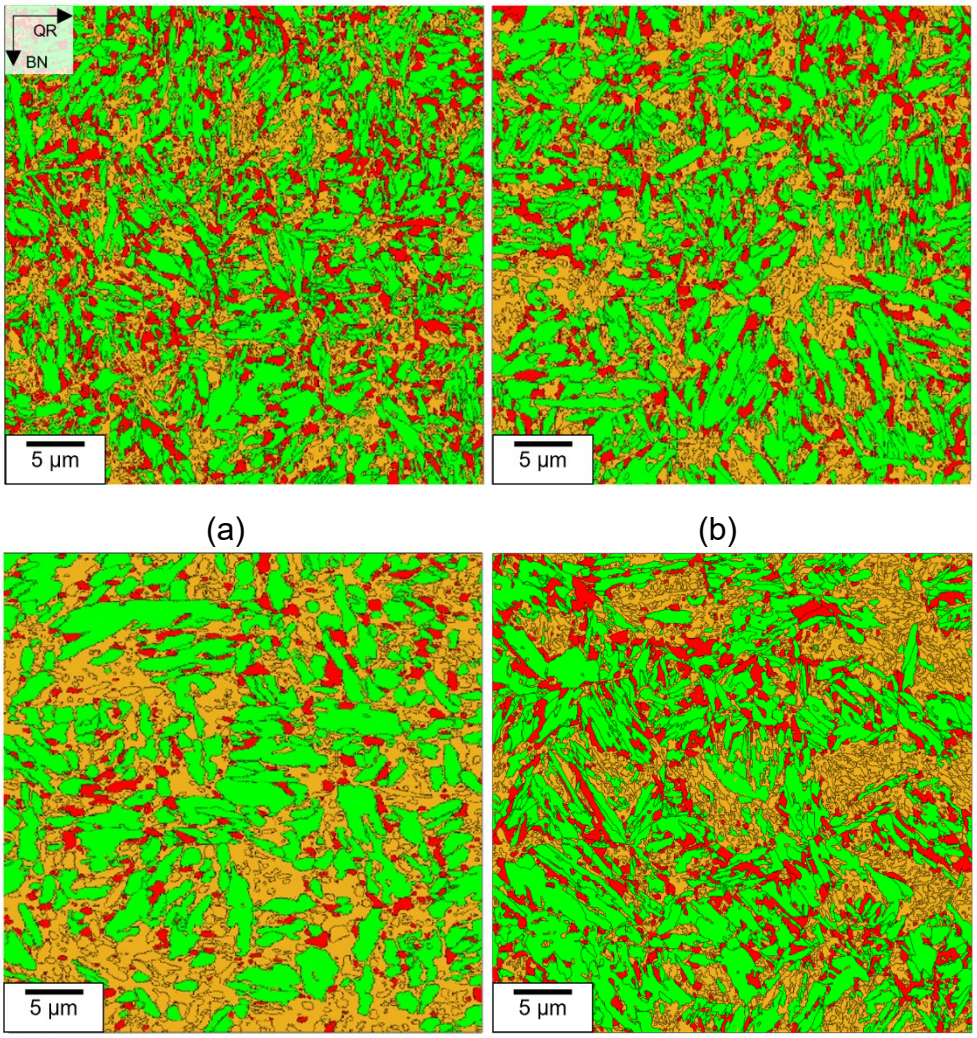


Abbildung 4.42: Mittels EBSD bestimmte detaillierte Phasenverteilung in Abhängigkeit von der durch die Werkzeugtemperatur eingestellten T_Q (rot: RA, grün: TM und orange: FM): (a) 130 °C, (b) 140 °C, (c) 150 °C und (d) 160 °C.

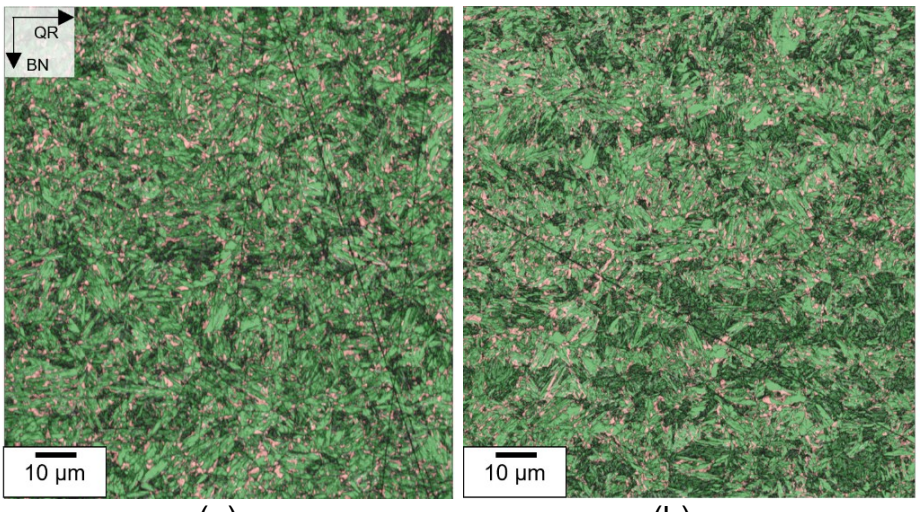
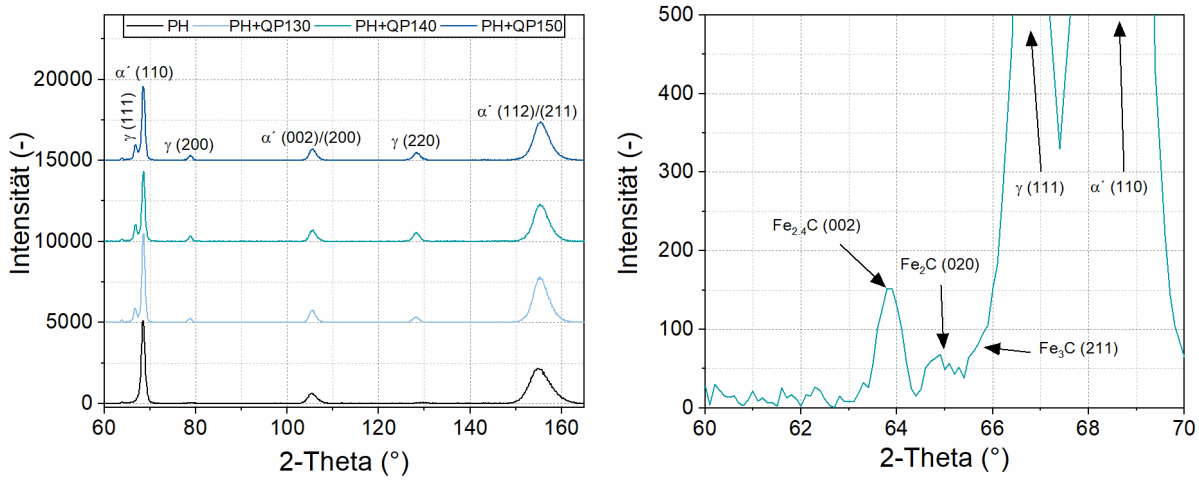


Abbildung 4.43: Übersicht über die lokale Anordnung von FM (dunkelgrün): (a) homogen verteilt für PH+QP_130 und (b) überwiegend zeilig angeordnet für PH+QP_160.

Zusätzlich zu den EBSD-Messungen wurden zum Vergleich an den Zuständen PH, PH+QP_130, PH+QP_140 und PH+QP_150 XRD-Messungen durchgeführt. **Abbildung 4.44** (a) zeigt die gemessene Intensität als Funktion des 2-Theta Winkels und die entsprechende Zuordnung der Peaks der PH- und PH+QP-Proben. Der PH-Zustand zeigt ein martensitisches Gefüge, während die PH+QP-Zustände zusätzlich Austenit enthalten. Neben Austenit und Martensit wurden auch Karbide nachgewiesen.

Insgesamt sind die α'(200)-Peaks der verschiedenen PH+QP-Proben höher, weisen aber eine geringere FWHM auf als der entsprechende Peak der PH-Probe. Die größere FWHM der PH-Komponente lässt sich durch die starke Verzerrung aufgrund der Anwesenheit von 100 % FM erklären, da eine höhere innere Spannung zu einer Peakaufweitung führt.



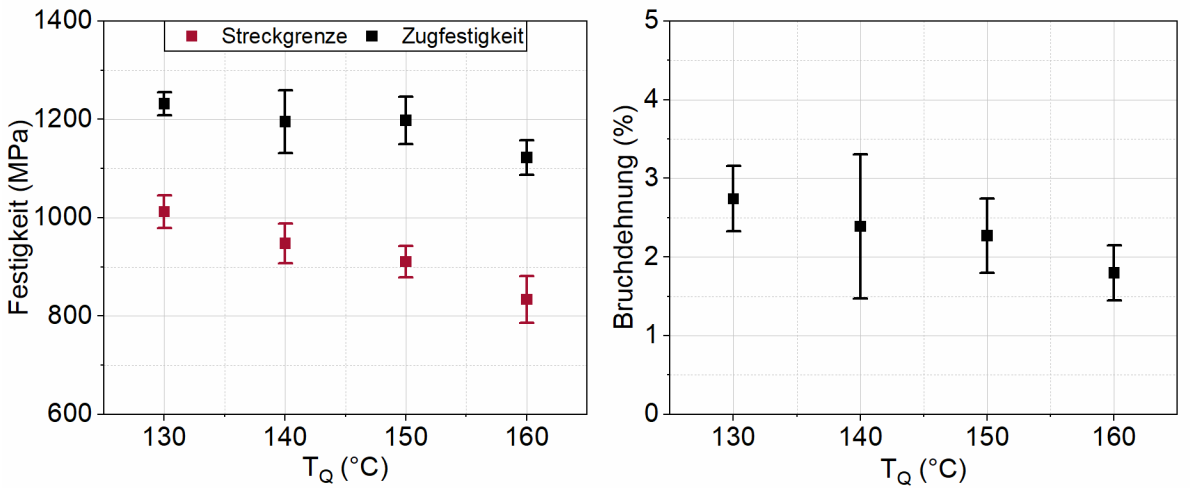
(a) (b)

Abbildung 4.44: (a) XRD-Spektren des PH- und der PH+QP-Zustände und (b) vergrößerter Ausschnitt des XRD-Spektrums (PH+QP140) zum Nachweis von Karbiden.

4.5.1.2 Einfluss der Quenching & Partitioning-Behandlung auf die mechanischen Eigenschaften pressgehärteter Bauteile

Nach der Q&P-Behandlung wurden jeweils 10 Untermaß-Zugproben aus dem pressgehärteten Bauteil entnommen und geprüft. Alle untersuchten PH+QP-Zustände zeigen hierbei eine kontinuierliche Streckgrenze und versagen ohne einzuschnüren. Wie in **Abbildung 4.45** dargestellt, nehmen sowohl Streckgrenze und Zugfestigkeit als auch die Bruchdehnung mit sinkender T_Q zu. Im Gegensatz zum direkt pressgehärteten Fe-0,3C-5Mn-1,5Si versagen die PH+QP-Zugproben zwar nicht auf der elastischen Geraden, jedoch wird durch keinen der Zustände die Bruchdehnung im

Vergleich zum 22MnB5 verbessert. Eine Abhängigkeit des Orts der Probenentnahme auf die mechanischen Eigenschaften wurde nicht identifiziert.



(a) (b)

Abbildung 4.45: Mittels Zugversuchs bestimmte mechanische Eigenschaften in Abhängigkeit von T_Q: (a) Streckgrenze und Zugfestigkeit und (b) Bruchdehnung.

Zusätzlich zu den Zugversuchen wurden UCI-Härtemappings jeweils entlang des umgeformten Querschnitts und am Boden des Bauteils parallel zur umgeformten Kante durchgeführt, um mögliche Inhomogenitäten zu identifizieren. Hierbei ist in den Härteverläufen der Bodenfläche in den Außenbereichen jeweils eine niedrigere Härte als im Zentrum der Messlänge bestimmt worden. Gegensätzlich zu der Festigkeit nimmt zudem die mittlere Härte mit zunehmender T_Q zu (**Abbildung 4.46** (a)). Im Vergleich zum direkt pressgehärteten 22MnB5 (527 HV) zeigen vor allem die PH+QP_160 Proben mit 522 HV eine ähnlich hohe Härte. Die Härte des rein pressgehärteten Fe-0,3C-5Mn-1,5Si hingegen ist mit 718 HV deutlich höher als die der PH+QP-Zustände und auch die des 22MnB5 (Abbildung 4.46 (b)). Die in Abbildung 4.46 (c) und (d) dargestellten umgeformten Querschnitte weisen eine durchschnittlich höhere Härte auf als der Bauteilboden. Die Härtemessungen entlang des umgeformten Querschnitts zeigen zudem leichte Inhomogenitäten. Eine erhöhte Härte ist bei den PH+QP-Proben vor allem an den Seitenwänden, unter dem oberen Radius sowie an zwei Bereichen im unteren Teil der Bauteile bestimmt worden. Bei den direkt pressgehärteten Proben hingegen ist eine erhöhte Härte im Bereich des unteren Radius gemessen worden. Im Allgemeinen zeigt vor allem die Probe aus 22MnB5 mit einer Standardabweichung der Messwerte von 105 HV erhöhte Schwankungen in der Härte.

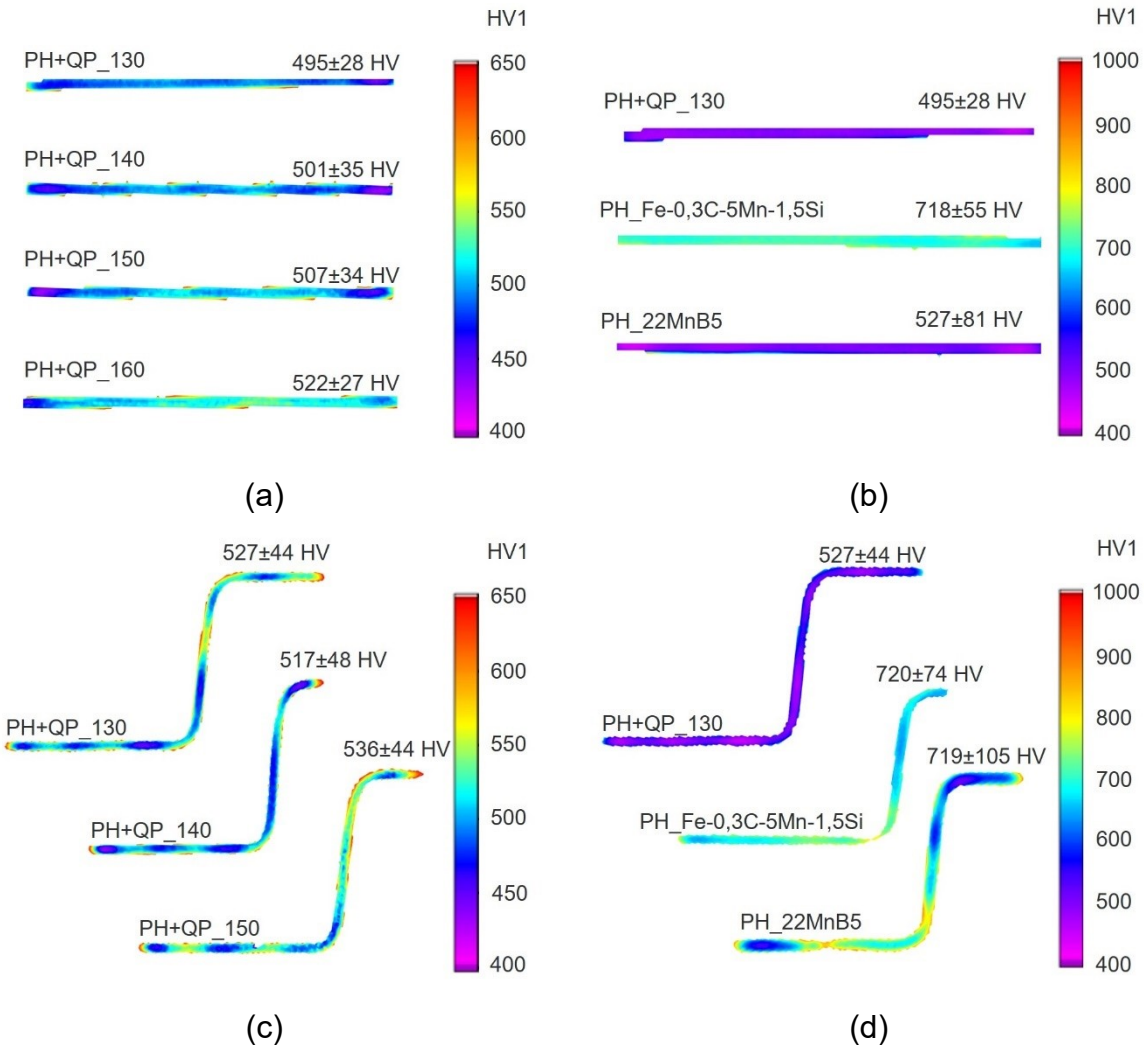


Abbildung 4.46: Härteverläufe entlang des Bodens bzw. im verformten Querschnitt: (a & c) Vergleich unterschiedlicher T_Q und (b & d) Vergleich PH+QP_130 mit direkt pressgehärtetem Fe-0,3C-5Mn-1,5Si und 22MnB5.

4.5.2 Presshärten mit vorherigem interkritischem Glühen

Für die Versuche wurden zunächst die Platinen im Ofen konvektiv interkritisch geglüht und anschließend in das wassergekühlte Presshärtewerkzeug überführt, in welchem sie umgeformt und im geschlossenen Zustand bis auf Raumtemperatur abgeschreckt wurden, was die Einhaltung der Temperaturführung im Vergleich zum PH+QP deutlich vereinfacht.

Da die interkritische Glühung im Temperaturbereich zwischen 685-700 °C durchgeführt wurde, liegt auch die Umformtemperatur niedriger als bei den PH+QP-Versuchen und betrug maximal 480 °C bei den Proben zuvor geglüht bei 685 °C, wodurch die Umformung mit einem Gefüge aus interkritischem Ferrit/angelassenem Martensit und Restaustenit durchgeführt wurde. Auch bei der Umformung in diesem

niedrigeren Temperaturbereich konnte ein maßhaltiges Hutprofil ohne Risse produziert werden.

4.5.2.1 Einfluss einer vorangegangenen interkritischen Glühung auf die Mikrostruktur pressgehärteter Bauteile

In **Abbildung 4.47** ist ersichtlich, dass die Proben, welche zunächst interkritisch geglüht und anschließend pressgehärtet wurden, im Vergleich zu den Vorversuchen (Tabelle 4.3) nur sehr wenig Austenit aufweisen. Dieser mittlere Austenitanteil wurde für IA+PH685_600 hierbei auf nur 2 % bestimmt, während bei den kürzeren Versuchen bei gleicher Temperatur nahezu kein Austenit gefunden wurde. Eine Erhöhung der Temperatur auf 700 °C führte zu einer Zunahme des mittleren Austenitanteils auf 4 %. Dieser ist sehr fein und globular, jedoch nicht homogen im untersuchten Bereich verteilt, sondern zeigt bevorzugte Keimstellen in Zeilen parallel zur Walzrichtung. In diesen Zeilen kann ein lokaler Austenitgehalt von bis zu 16 % ermittelt werden.
Neben globular neu gebildetem Ferrit, welcher auch überwiegend in den gleichen Bereichen, wie der Austenit zu finden ist, sind vor allem auch noch längliche martensitische Bereiche zu identifizieren.

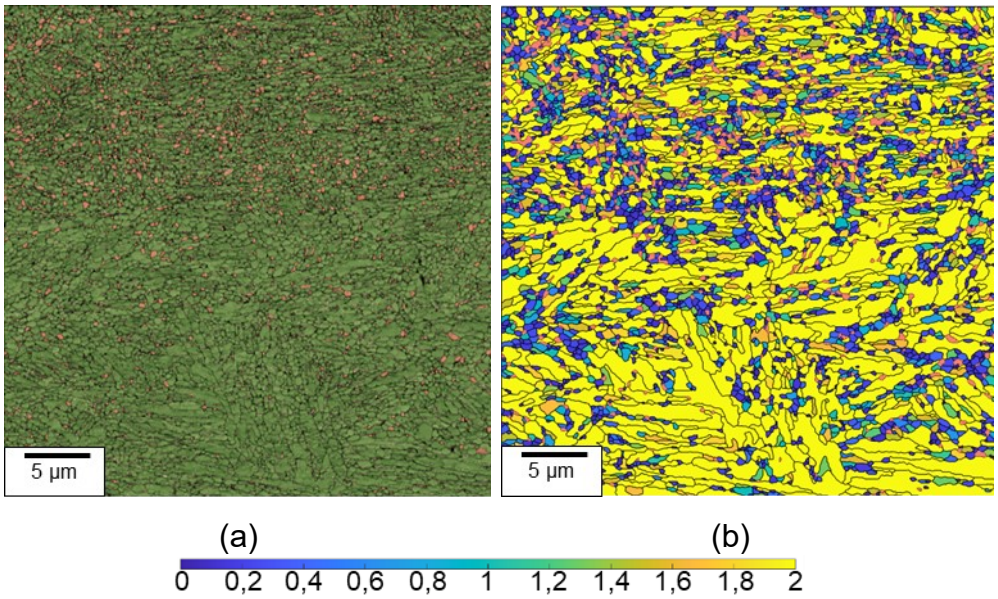


Abbildung 4.47: (a) Mittels EBSD bestimmte Phasenverteilung (rot: kfz, grün: krz) überlagert mit BS und (b) gemittelte Kornorientierungsstreuung (GOS-Wert) der krz Körner (Farbskala in °) zur besseren Unterscheidung von angelassenem Martensit (gelb) und neugebildetem Ferrit (blau).

4.5.2.2 Einfluss einer vorangegangenen interkritischen Glühung auf die mechanischen Eigenschaften pressgehärteter Bauteile

In **Abbildung 4.48** sind die Ergebnisse von Zugversuchen an Untermaß-Zugproben entnommen aus den interkritisch geglühten und anschließend umgeformten und abgeschreckten Bauteilen dargestellt. Hierbei ist bei den Versuchen in (a) die Dauer der interkritischen Glühung bei 685 °C variiert worden. Es zeigt sich die gleiche Abhängigkeit der Streckgrenze von der Glühdauer wie in den Vorversuchen ohne Presshärten (vgl. Abbildung 4.25 (b)), wobei diese mit zunehmender Glühdauer abnimmt. Unterschiedlich zeigt sich jedoch das Verfestigungsverhalten. Hier ist zwar auch die Verfestigung bei den 600 s geglühten und umgeformten Proben am höchsten, im Vergleich mit den Proben ohne Presshärten zeigen alle Glühdauern nach einer ausgeprägten Streckgrenze und YPE jedoch eine deutlich geringere Verfestigung, wodurch die Zugfestigkeiten jeweils nur knapp unterhalb von 1000 MPa liegen.

Da in Abbildung 4.22 gezeigt ist, dass in den interkritisch geglühten Proben der Austenit teilweise in Zeilen entlang der Walzrichtung angeordnet ist, wurden zusätzlich Proben nach einer interkritischen Glühung für 300 s bei 700 °C und anschließendem Umformen sowohl in Walzrichtung (WR) als auch Querrichtung (QR) entnommen und verglichen (Abbildung 4.48 (b)). Die Proben entnommen entlang der Walzrichtung weisen dabei eine 50 MPa höhere Streckgrenze auf, während die Proben der Querrichtung stärker verfestigen und eine Zugfestigkeit von 989 MPa (in WR 959 MPa) erreichen.

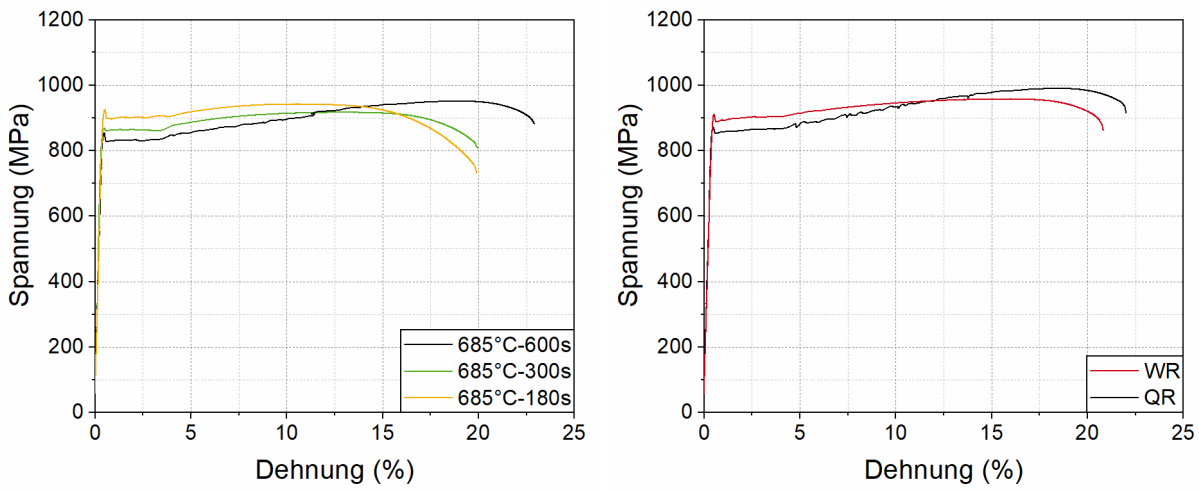


Abbildung 4.48: Spannung-Dehnung-Kurven von Untermaß-Zugproben entnommen aus interkritisch geglühten und anschließend pressgehärteten Bauteilen: (a) Einfluss unterschiedlicher Glühdauern und (b) Einfluss der Entnahmerichtung am Beispiel IA700_300.

5 Diskussion

5.1 Mikrostrukturanalyse

5.1.1 Bewertung der Unterscheidung von frischem und angelassenem Martensit

In Kapitel 4.2.2 wurde gezeigt, dass mittels EBSD nicht nur eine Unterscheidung von Phasen unterschiedlicher kristallografischer Struktur, sondern durch die geeignete Wahl des Differenzierungsparameters auch eine qualitative Identifizierung unterschiedlicher krz Phasen möglich ist. Während der BC als Parameter zur Unterscheidung von Ferrit und Martensit bereits Anwendung findet [206–208], konnte gezeigt werden, dass sich besonders der BS gut zur Unterscheidung von FM und TM Q&P-behandelter Proben erweist. FM besitzt durch die hohe Versetzungsdichte und die feine Lanzettenstruktur eine niedrige IQ, während durch das Anlassen bei 400 °C ein Großteil der Versetzungen des TM abgebaut werden und somit die geringere Defektdichte zu einer besseren IQ führt [23].

Da mittels Dilatometer bei QP130_60 keine Martensitumwandlung beim Abschrecken auf Raumtemperatur identifiziert wurde, aber dennoch bei der EBSD-Messung ein geringer Anteil FM indiziert wird (vgl. Abbildung 4.13 (a)), ist zu bemerken, dass mit der EBSD-Auswertung über den BS nicht nur während der finalen Abschreckung frisch erzeugter Martensit, sondern auch nicht ausreichend angelassener Martensit aus dem ersten Abschreckschritt FM zugeordnet wird.

Zudem ist zu berücksichtigen, dass es im Bereich von Korngrenzen und Trippelpunkten zur Überlagerung von Pattern einzelner Körner kommt, was auch die IQ senkt [205] und somit schnell korngrenznahe Bereiche fälschlicherweise zu FM zugeordnet werden können. Um diesen Korngrenzeneinfluss auf die Phasenanteile einzugrenzen, wurde in dieser Arbeit der Mittelwert des BS für jedes Korn bestimmt und die Phasenzuordnung der krz Körner mittels dieses Werts durchgeführt. Zu beachten sei hierbei dennoch, dass der negative Einfluss der Korngrenzen auf die IQ bei kleineren Körnern stärker bewertet wird.

Ein weiterer zu berücksichtigender Einflussfaktor auf die quantitative Bestimmung der Phasen ist die Probenpräparation. Zum einen werden mögliche Kratzer meist vollständig FM zugeordnet, zum anderen muss darauf geachtet werden, dass die durch das Schleifen und Polieren eingebrachte Verformungsschicht durch eine sorgfältige

Endbearbeitung, wie OPS- oder Elektropolieren, entfernt wird. Dies ist zudem wichtig, da metastabiler Restaustenit während des Schleifens in Martensit umwandeln kann, welcher nicht von thermisch induziertem FM zu unterscheiden ist. Während beim OPS-Polieren die Deformationsschicht weiterhin mechanisch abgetragen wird, geschieht dieser Abtrag beim Elektropolieren rein elektrochemisch, wodurch die Möglichkeit des weiteren mechanischen Umklappens von Austenit verhindert wird. Auf Grund der starken chemischen Inhomogenität des untersuchten Materials hat sich das Elektropolieren hier jedoch als schwer anwendbar erwiesen.

Weiterhin ist bei der automatisierten Bestimmung des Schwellwerts mittels Otsu-Methode darauf zu achten, dass diese nur verlässlich anwendbar ist, wenn das Histogramm der gemittelten BS-Werte eine klar bi-modale Verteilung zeigt [220].

Unter Beachtung der genannten Aspekte zeigt die untersuchte EBSD-Auswertemethode jedoch eine sehr gute Übereinstimmung mit der aus dem Q&P-Prozess zu erwartenden C-Verteilung, welche durch ESMA ermittelt wurde.

Da die Probenpräparation aufwendig und die Messdauer für die EBSD-Messungen relativ hoch ist, wird es als sinnvoll erachtet, zu überprüfen, ob eine Unterscheidung von TM und FM auch mittels XRD auf Basis unterschiedlich starker Gitterverzerrungen auf Grund der Unterschiede im C-Gehalt möglich ist. Da FM von Q&P behandeltem Fe-0,3%C-5%Mn-1,5%Si einen Massenanteil von ca. 0,4 % C aufweist, könnte seine Gitterstruktur leicht tetragonal verzerrt sein [221, 222], anders als die von TM mit einem Massenanteil von ca. 0,1 % C (vgl. Kapitel 4.2.2) [223–225].

Bei einem erhöhten C-Gehalt im Martensit (w_C> 0,6 %) ist in den XRD-Daten eine deutliche Peakaufspaltung des {200}-Martensit-Peaks in (200) und (002) zu beobachten [226], während bei sinkendem C-Gehalt die (200)- und (002)-Peaks überlappen [225], was auch in den Untersuchungen dieser Arbeit der Fall ist (vgl. Abbildung 4.24 und Abbildung 4.44).

Um Platten- und Lanzettenmartensit mit unterschiedlichen C-Gehalt zu unterscheiden, wendet Luo [223] eine mehrfache Gauß-Peak-Anpassung an, bei der zwei trz Phasen mit unterschiedlichem c/a-Verhältnis angenommen werden. Den gemessenen {200} Martensit-Peak teilt er dementsprechend in vier einzelne Unterpeaks, den (200)- und (002)-Peaks von Latten- und Plattenmartensit, auf.

Um zu prüfen, ob die von Luo [223] vorgeschlagene Gauß-Peak-Anpassung zur Unterscheidung von TM und FM geeignet ist, wurde für FM eine trz Gitterstruktur mit (200)- und (002)-Subpeaks angenommen, während TM eine krz Struktur mit einem

(200)-Beugungspeak zugeordnet wurde. Die Aufteilung der Gesamtintensität des {200}-Martensit-Peaks ist am Beispiel des Zustands PH+QP140 in **Abbildung 5.1** dargestellt. Neben 13 % RA ergibt sich gemäß dieser Separation ein Phasenanteil von 47,7 % TM und 39,3 % FM, was in guter Übereinstimmung mit der EBSD-Auswertung ist (vgl. Kapitel 4.5.1.1, Abbildung 4.42 (b)). Der durch die XRD-Messung bestimmte höhere RA-Anteil lässt sich durch den stärkeren Einfluss der Probenpräparation bei der EBSD-Methode erklären. Da die Eindringtiefe des Messvolumens bei XRD (~7,5 µm) größer ist als bei EBSD (~150 nm), ist der Einfluss der durch das Schleifen und Polieren eingebrachten Verformungsschicht, welche nicht immer vollständig und einheitlich durch manuelles Polieren abgetragen wird, bei der EBSD-Messung höher. Da es bei der Probenpräparation in diesem Bereich zum Umklappen von nicht ausreichend mechanisch stabilisiertem Austenit in Martensit kommen kann, wird bei der EBSD-Messung oftmals weniger RA bestimmt [227].

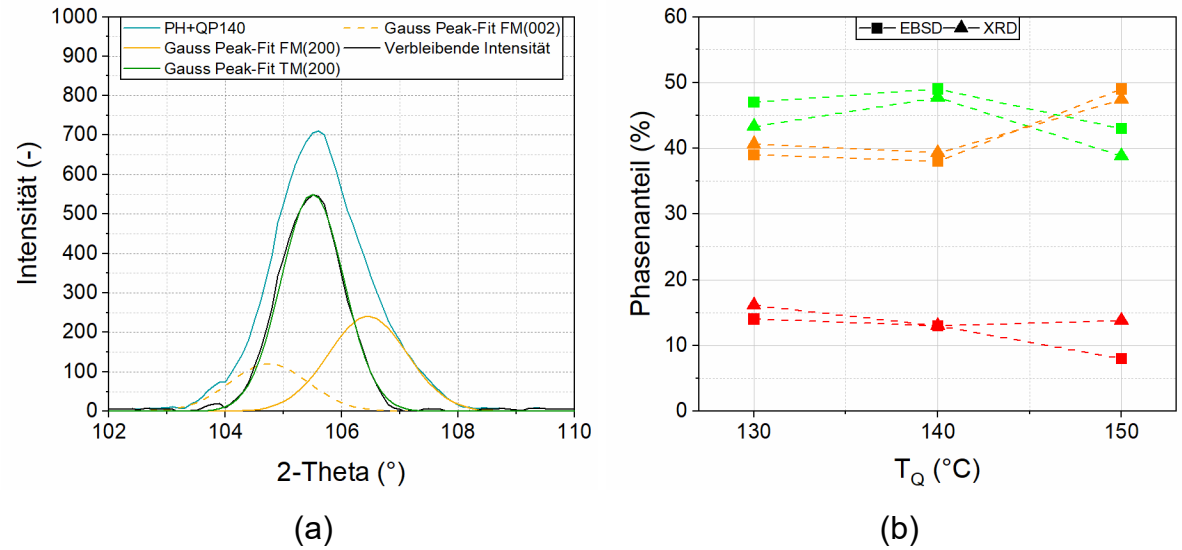


Abbildung 5.1: (a) {200}-Martensit Peak Separierung mittels mehrfachem Gauß-Peak-Fittings und (b) Vergleich der mittels EBSD und XRD bestimmten Phasenanteile (rot: RA, grün: TM und orange: FM).

Auch wenn die XRD-Auswertung in den hier untersuchten Zuständen gute Ergebnisse bezüglich der martensitischen Phasenanteile liefert, ist jedoch zu beachten, dass mit abnehmendem FM-Anteil die Peak-Anpassung zunehmend schwieriger wird und eine genaue Bestimmung der relativen Martensitanteile höchstwahrscheinlich nicht möglich ist. Die Kombination von XRD-Messung und Nanoindentationsmapping könnte jedoch eine Bestimmung des RA-Anteils sowie eine bessere Unterscheidung und Quantifizierung von FM und TM ermöglichen. Jedoch fehlt hierbei die Informationen über Phasengrenzflächen, weshalb bei einer Korrelation zwischen Mikrostruktur

und mechanischen Eigenschaften auf die entwickelte EBSD-Analyse zurückgegriffen werden muss.

5.1.2 Einfluss des Quenching & Partitionings auf die Mikrostruktur

Die Mikrostruktur der Q&P-behandelten Proben besteht aus TM (niedriger C-Gehalt), FM mit feiner Lanzettensubstruktur (hoher C-Gehalt) und vorwiegend blockförmigem RA. Der Phasenanteil des TM wird hauptsächlich beim ersten Abschrecken eingestellt und nimmt mit abnehmender T_Q zu. Die dilatometrischen Untersuchungen zeigen, dass die Menge an TM hierbei, insbesondere im Bereich zwischen 225 und 150 °C aufgrund der schnellen Martensitumwandlungskinetik sehr empfindlich auf T_Q reagiert, was auch in Abbildung 4.11 (b) dargestellt ist.

Beim anschließenden Partitioning nehmen Speer et al. [21] vereinfacht an, dass C aus dem primär gebildeten Martensit in den verbleibenden Austenit diffundiert und keine konkurrierenden Reaktionen wie Bainit- oder Karbidbildung stattfinden. Dementsprechend stabilisiert der höhere C-Gehalt den Austenit durch das Absenken von M_s. In den Proben aus der Schmelze MMnS_L wurden nur im Ausgangszustand Karbide identifiziert, die sich aber während der Austenitisierung im Dilatometer bzw. Salzbad vollständig auflösen und auch nicht während des Partitioning neu ausgeschieden werden. Bei den PH_QP-Zuständen hingegen werden sowohl in EBSD- als auch XRD-Messungen 1 % Fe_3C vor und nach der Wärmebehandlung identifiziert. Die Unterschiede könnten sich hierbei durch die unterschiedliche Aufheiztechnik und -rate erklären lassen. Eine mögliche Bainitbildung während des Partitionings konnte ausgeschlossen werden, da mittels Dilatometrie keine signifikante Längenänderung über der Haltezeit bei 400 °C festgestellt wurde (vgl. Abbildung 4.12 (b)), weshalb C zur Stabilisierung des Austenits zur Verfügung steht.

Abbildung 4.12 (a) und (c) zeigt jedoch, dass für $T_Q \geq 150$ °C der Austenit nicht vollständig während des Partitionings stabilisiert und dementsprechend M_s nicht unter Raumtemperatur abgesenkt werden konnte. Beim finalen Abschrecken bildet sich dementsprechend aus dem mit C angereicherten Austenit teilweise FM. So sinkt beispielsweise der Restaustenitgehalt bei QP170_60 während des Abschreckens auf Raumtemperatur von fast 50 auf 7 %, was dementsprechend zu 43 % FM führt. Da diese beobachtete Phasenumwandlung jedoch nicht vollständig abgeschlossen ist, wurde die M_f durch das Partitioning unter die Raumtemperatur abgesenkt.

Je geringer der Austenitanteil nach dem ersten Abschrecken, desto mehr primärer Martensit hat sich gebildet und somit steht mehr C für die Diffusion in den verblei-

benden Austenit und dessen Stabilisierung (Absenkung der M_s) zur Verfügung [215]. Für QP130_60 führt dies zu einer vollständigen Stabilisierung des Austenitanteils (vgl. Abbildung 4.12 (a)). Diese Abhängigkeit der M_s von der T_Q ist in **Abbildung 5.2** dargestellt.

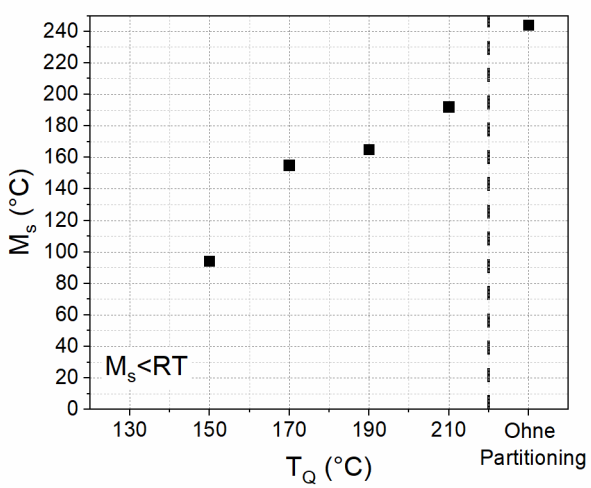
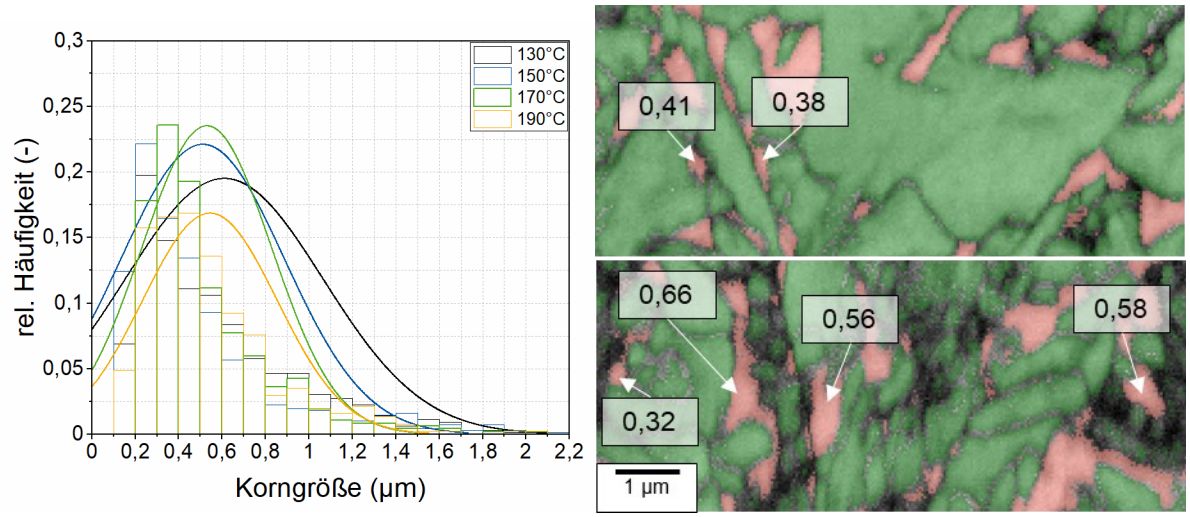


Abbildung 5.2: Abhängigkeit der M_s zur Bildung von FM beim finalen Abschrecken von der eingestellten T_Q nach einem 60-sekündigen Partitioning bei 400 °C.

Wie in Abbildung 4.10 gezeigt, ist C jedoch nicht homogen zwischen den austenitischen Bereichen verteilt. Es existieren thermisch stabile Austenitbereiche mit stark unterschiedlichem C-Gehalt (w_C=0,19-0,93 %), weshalb weitere Einflussfaktoren auf die Austenitstabilität Berücksichtigung finden müssen. Da es sich bei der Gefügeentwicklung während des Q&P-Prozesses zunächst um die thermische Stabilität des Austenits handelt, sollte vor allem die Korngröße beachtet werden. Je kleiner die Körner, desto weniger Grenzfläche bieten sie als Keimbildungsstellen für die Martensitumwandlung und desto stabiler sind diese [184–187].

Die RA-Korngröße liegt, wie in **Abbildung 5.3** (a) dargestellt, bei den untersuchten Q&P-Zuständen mit einer T_Q=150-210 °C im Mittel bei 0,5 µm. Die einheitliche Korngößenverteilung dieser Zustände lässt auf einen hohen Einfluss der Korngröße auf die thermische Restaustenitstabilität schließen. Dies bestätigen auch die Untersuchungen von Lee et al. [187]. Sie untersuchen die Austenitstabilität von Fe–0,05C–6,15Mn–1,4Si–0,04Al und kommen zu dem Schluss, dass eine Korngröße ≤ 0,5 µm zur Stabilisierung des Austenits sorgt, auch wenn dessen C-Massenanteil mit 0,08-0,09 % sehr gering ist.

Die Austenitkorngrößenverteilung von QP130_60 zeigt eine größere FWHM. 15 % dieser Körner besitzt eine Korngröße ≥1 µm. Diese werden durch einen höheren C-Anteil stabilisiert (vgl. Abbildung 5.3 (b)).



(a) (b)

Abbildung 5.3: (a) Restaustenitkorngrößenverteilung in Abhängigkeit von der T_Q und (b) C-Gehalt in Massenprozent unterschiedlich großer Austenitkörner.

5.1.3 Einfluss des interkritischen Glühens auf die Mikrostruktur

Die Ergebnisse aus Kapitel 4.4 zeigen, dass die Glühtemperatur und -dauer die Gefügezusammensetzung und -morphologie des untersuchten MMnS stark beeinflussen. Die niedrigste untersuchte Glühtemperatur lag mit 650 °C knapp unter A_{c1} (663 °C), weshalb keine Austenitbildung stattgefunden hat.

Während im Kaltband vorwiegend längliche Körner vorliegen (AR=3,5), finden sich bei IA650_300 neben größeren länglichen Körnern auch feine globulare Körner (vgl. **Abbildung 5.4** (b) & (c)). Im Vergleich zum kaltgewalzten Ausgangszustand (verformter Martensit) konnte daher eine beginnende statische Rekristallisation identifiziert werden. Die Temperatur T_{NR}, unterhalb der keine vollständige Rekristallisation auftritt, kann mittels empirischer Gleichungen in Abhängigkeit von der chemischen Zusammensetzung abgeschätzt werden. Gemäß Boratto et al. [228] (Gleichung 5)

$$T_{NR} = 887 + 464C + 890Ti + \left(6445Nb - 644\sqrt{Nb}\right) + \left(732V - 230\sqrt{V}\right) + 363Al - 357Si \qquad \text{Gleichung 5}$$

ergibt sich für den hier untersuchten MMnS eine T_{NR} von 490,7 °C, die bei den durchgeführten Glühungen deutlich überschritten wird. Zudem erhöht die durch das Kaltwalzen eingebrachte plastische Verformung die Triebkraft zur Rekristallisation, was die T_{NR} weiter absenkt [229], aber nicht in [228] berücksichtigt wird. Eine Erhöhung der Glühtemperatur auf 675 bzw. 685 °C führt neben der Rekristallisation der krz Phase zusätzlich zu einer einsetzenden Austenitbildung (Abbildung 5.4 (d)). Obwohl es naheliegend wäre, dass die Austenitbildung aufgrund der hohen Defektdichte und damit einer hohen Anzahl von Keimstellen vor allem in den nicht-rekristallisierten

Bereichen stattfindet [230], zeigen die vorliegenden Ergebnisse, dass sowohl Rekristallisation als auch die Austenitbildung lokal an den gleichen Stellen stattfindet. Durch die Rekristallisation des mit C übersättigten Martensits und der daraus resultierenden Bildung globularem Ferrits mit einer geringeren C-Löslichkeit (max. w_C=0,02 %) kommt es zu einer Abstoßung des überschüssigen C und dessen Diffusion an die Korngrenzen, um die Ferritstabilität zu gewährleisten. Dieser Kohlenstoffüberschuss an den Korngrenzen rekristallisierter Ferritkörner kann dann der Austenitkeimbildung dienen.

Vor allem bei kurzen Glühzeiten treten Rekristallisation und Austenitbildung nicht homogen im Gefüge auf, sondern sind ersichtlich in Zeilen parallel zur Walzrichtung angeordnet, die der Breite der Mn-Seigerungen entsprechen. Die bevorzugte Austenitkeimbildung in Mn-reichen Bändern wird auch in weiteren Studien [231–233] beobachtet und in Kapitel 5.1.4 weiter diskutiert.

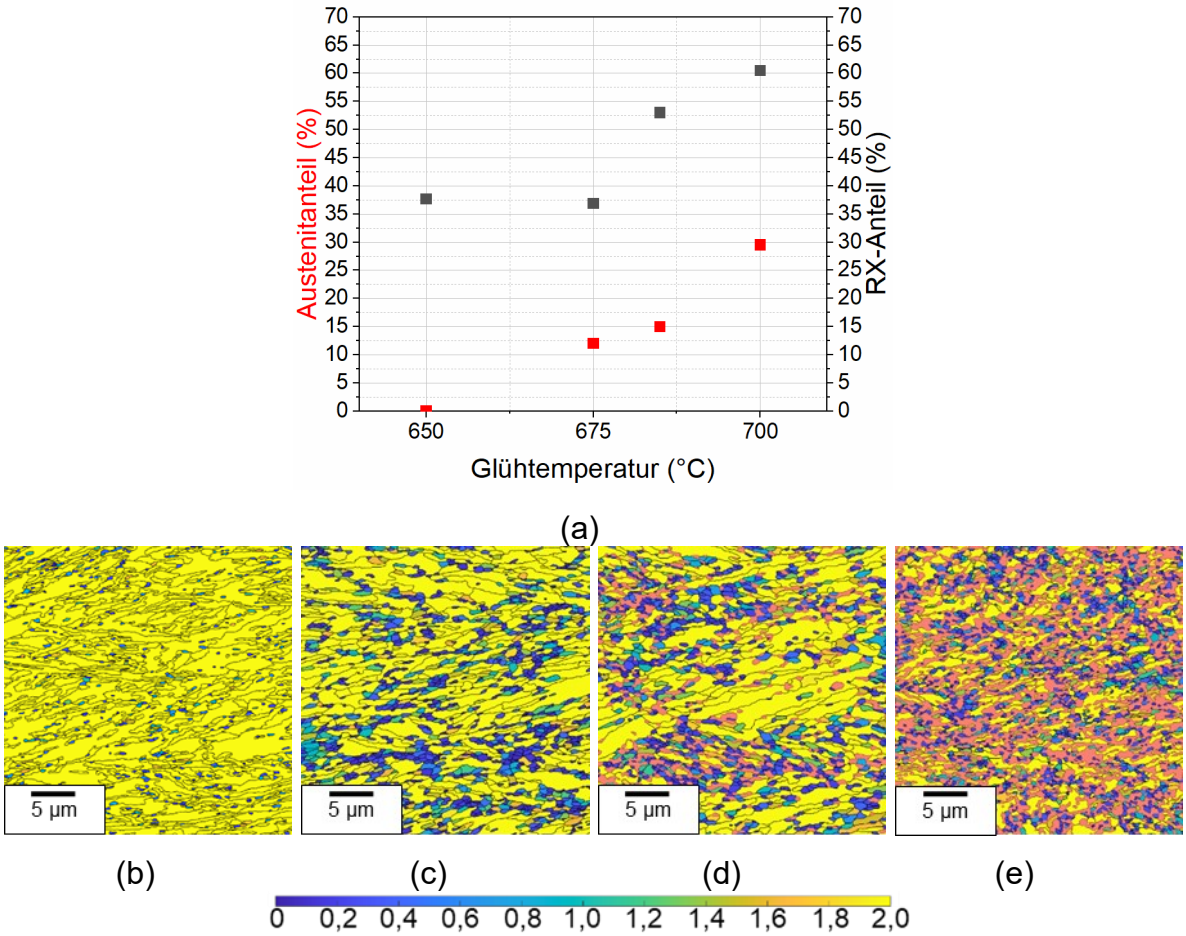


Abbildung 5.4: (a) Austenitanteil und rekristallisierter (RX)-Anteil in Abhängigkeit von der Glühtemperatur und mittels EBSD bestimmte Phasenverteilung (kfz: rot) überlagert mit den GOS-Werten der krz Phase (Farbskala in °) der Zustände (b) kaltgewalzt, (c) IA650_300, (d) IA675_300 und (e) IA700_300.

Weiterhin konnte von Barbier et al. [231] gezeigt werden, dass die Bildung von Austenit eine stark verzögernde Wirkung auf die Rekristallisation und das Wachstum rekristallisierter Ferritkörner besitzt, was auch in der vorliegenden Untersuchung bestätigt werden kann, da sich zunächst der rekristallisierte Anteil bei einsetzender Austenitbildung nicht weiter erhöht (vgl. Abbildung 5.4 (c) & (d)). Besonders bei einem hohen Austenitphasenanteil ≥ 30 % kommt es wegen des eingeschränkten Ferritwachstums zu einem sehr feinen und relativ homogenen Gefüge, was auch den Ergebnissen der vorliegenden Untersuchungen entspricht (Abbildung 4.22 (e)).
Solch hohe Austenitanteile können durch eine erhöhte Glühtemperatur und -dauer erreicht werden. Jedoch nimmt der durchschnittliche Mn- und C-Gehalt im Austenit dadurch ab, was dessen Stabilität verringert. Bei Glühtemperaturen ≥700 °C kommt es daher beim hier untersuchten Material beim Abschrecken auf Raumtemperatur teilweise (700 °C) bzw. vollständig (750 °C) zur Bildung von frischem Martensit aus dem zuvor eingestellten Austenit.

5.1.4 Einfluss lokal inhomogener chemischer Zusammensetzung auf die Mikrostruktur

Nicht allein die Wärmebehandlungsrouten beeinflussen die Mikrostruktur des untersuchten Fe-0,3C-5Mn-1,5Si, sondern auch chemische Inhomogenitäten können zu lokalen Unterschieden in der Mikrostruktur führen [211]. Besonders zu nennen sind in den hier durchgeführten Untersuchungen der Bereich der Randentkohlung (vgl. Abbildung 4.38 und Abbildung 4.39) als metallurgischer Gradient 1. Art und die identifizierten 5-10 µm breiten Mn angereicherten Bänder (vgl. Abbildung 4.7) als metallurgische Gradienten 2. Art. Die Mn-Seigerungen entstehen während der dendritischen Erstarrung [234] und werden beim Walzen in die beobachtete längliche Form gebracht. Auf Grund der trägen Diffusion von Mn kommt es auch während der folgenden Produktionsschritte nicht zu einer Homogenisierung [235].
Sowohl Mn als auch C beeinflussen stark die Phasenumwandlungstemperaturen, wodurch je nach Wärmebehandlung lokal unterschiedliche Phasen entstehen können. Gemäß Mahieu et al. [181] kann M_s in Abhängigkeit von der chemischen Zusammensetzung (Massenanteil in %) mittels Gleichung 6 abgeschätzt werden.

$$M_s = 539 - 423\,C - 30{,}4\,Mn - 7{,}5\,Si + 30\,Al \qquad \text{Gleichung 6}$$

Diese Abhängigkeit ist zur Untersuchung der Auswirkung der Mn-Seigerungen unter der stark vereinfachten Annahme homogen verteiltem C in **Abbildung 5.5** (a) darge-

stellt. Für die chemischen Zusammensetzung des Ausgangsmaterials (Tabelle 3.1) wird eine M_s von 248,9 °C empirisch abgeschätzt, was in guter Übereinstimmung mit der experimentell bestimmten Temperatur (244 °C) liegt. Mittels ESMA-Linienscans konnten jedoch lokale Mn-Massenanteile von 2,7 bis 10,3 % nachgewiesen werden, wobei im Mittel der durchgeführten Messungen in den Mn angereicherten Zeilen ein Massenanteil von 8,2 % Mn und in den benachbarten Mn verarmten Zeilen ein Massenanteil von 3,3 % Mn vorliegt. Bei der Berücksichtigung dieser Mittelwerte bei der Abschätzung der M_s ergibt sich für die Mn angereicherten Bereiche eine M_s von 151,6 °C bzw. 300,5 °C für die Mn verarmten Bereiche.

Im Hinblick auf das Q&P bedeutet dies, dass nach dem Abschreckschritt auf T_Q (in Abbildung 5.5 dargestellt für die PH_QP-Zustände) in den Mn verarmten Bereichen bereits nahezu der komplette Austenit in Martensit umgewandelt ist, während die M_s in den Mn-reichen Zeilen so weit abgesenkt ist, dass beim Abschrecken auf 150 und 160 °C noch vollständig Austenit vorliegt, der erst beim finalen Abschrecken zu FM umklappen kann. Durch den höheren Legierungsgehalt sind diese Zeilen resistenter gegenüber der Nitallösung [216]. Da die hellen Zeilen in Abbildung 4.37 keine klare Kornstruktur im LOM nach der Nitalätzung aufweisen und von der Größenordnung den Mn-Seigerungen aus den ESMA-Untersuchungen entsprechen, ist es naheliegend, dass es sich hierbei um an Mn angereicherten FM handelt. Dies lässt sich auch durch die in Abbildung 4.43 (b) dargestellte EBSD-Messungen stützen, in welcher eine zeilige Anordnung von FM identifiziert wurde. Dieser befindet sich lokal vor allem zentral in der Mitte der Blechdicke.

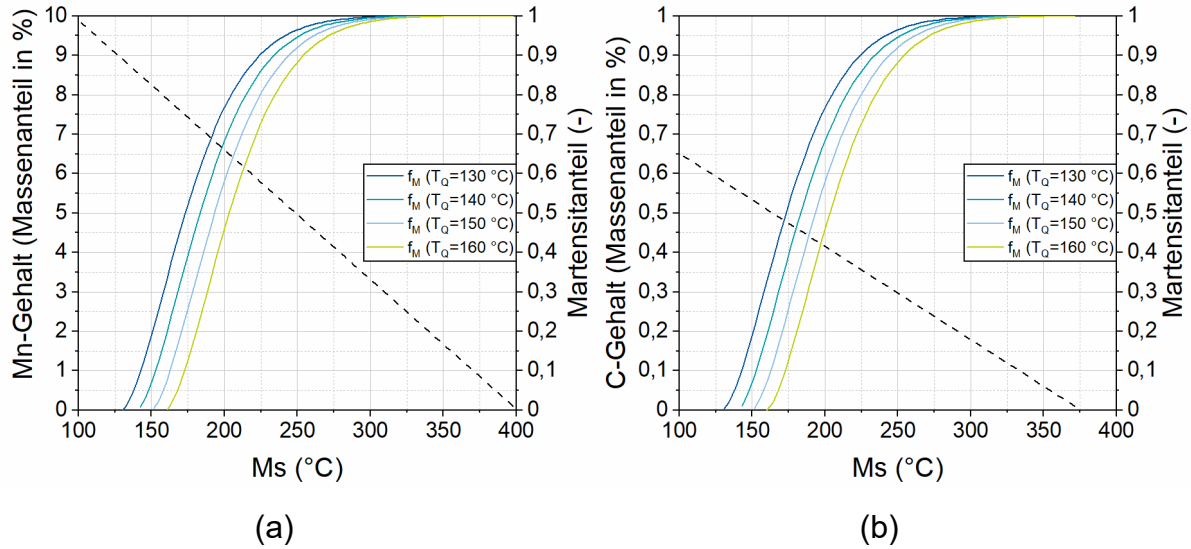
Bezüglich der interkritischen Glühung ist vor allem der Einfluss der Mn-Inhomogenitäten auf A_{c1} und A_{c3} zu beachten. Mit steigendem Mn-Gehalt nehmen A_{c1} und A_{c3} ab, weshalb sich Austenit bei der interkritischen Glühung zunächst in Mn-reichen Zeilen bildet, was auch von Klubakov et al. [232] und Poyraz und Ögel [233] nahegelegt wird. Zudem kommt es durch die höhere C-Löslichkeit im kfz Gitter und eine relativ hohe C-Diffusionsfähigkeit durch die erhöhte Temperatur zur C-Diffusion in die Mn-reichen Bereiche.

Mit zunehmender Glühtemperatur bzw. -dauer bildet sich auch, wie in Abbildung 4.22 zu sehen, in den Mn-ärmeren Bereichen Austenit, was dazu führt, dass das Gefüge am Ende der Behandlung im Hinblick auf die Phasenverteilung homogen erscheint. Durch die vorangegangene C-Diffusion weist der Austenit in den Mn angereicherten

Zeilen jedoch einen höheren C-Gehalt als der später gebildete auf (vgl. Abbildung 4.21).

Auch die bei den PH_QP-Zuständen beobachtete Randentkohlung führt zu einer starken Inhomogenität der Mikrostruktur. Der im Randbereich auf einen Massenanteil von 0,1 % verringerte C-Gehalt führt zu einer lokalen Erhöhung der M_s auf 333,5 °C (Abbildung 5.5 (b)) und somit vollständig martensitischem Gefüge nach Abschrecken auf die hier untersuchten T_Q. Dementsprechend besteht der Randbereich der Q&P-Proben nahezu vollständig aus TM.

Gemäß Wang et al. [13] kann die Randentkohlung bereits durch Herabsetzen der Austenitisierungstemperatur auf 800 °C verhindert werden. Bei dem hier untersuchten Material würde diese Herabsetzung jedoch eine vollständige Austenitisierung besonders im Hinblick auf die Mn-armen Bereiche unmöglich machen.



(a) (b)

Abbildung 5.5: (a) Abhängigkeit der M_s (gestrichelt) vom Mn-Gehalt für einen konstanten C-Gehalt (w_C=0,3 %) und (b) Abhängigkeit der M_s vom C-Gehalt für einen konstanten Mn-Gehalt (w_{Mn}=5 %), sowie jeweils der f_M in Abhängigkeit von der M_s für unterschiedliche T_Q abgeschätzt mittels Gleichung 4**.**

5.2 Korrelation der Mikrostruktur mit den mechanischen Eigenschaften

Wie in den Ergebnissen gezeigt und in den Kapiteln 5.1.2 und 5.1.3 diskutiert, reagiert die Mikrostruktur von MMnS sehr sensitiv auf die Wärmebehandlungsparameter, was auch zu einem breiten Spektrum an unterschiedlichen mechanischen Eigenschaften führt. Im Folgenden wird daher der Einfluss der verschiedenen Mikrostrukturkomponenten auf die mechanischen Eigenschaften erörtert.

5.2.1 Quenching & Partitioning

Die Spannung-Dehnung-Kurven der Q&P-behandelten Zustände weisen allesamt einen kontinuierlichen Verlauf und eine hohe Festigkeit auf, wobei die Dehnung stark von T_Q und den damit einhergehenden Phasenanteilen beeinflusst wird. Während der Fokus zur Verbesserung der Duktilität durch das Q&P in vielen Untersuchungen auf der Einstellung eines ausreichend hohen Austenitanteils liegt, ist gemäß den vorliegenden Ergebnissen davon auszugehen, dass auch besonders die Begrenzung des FM eine wichtige Rolle spielt. Dies lässt sich besonders gut zeigen, wenn die Zustände QP150_60 und QP170_300 verglichen werden, welche einen vergleichbaren RA-Anteil von 11-13 % aufweisen, aber deutliche Unterschiede in der plastischen Verformbarkeit besitzen (**Abbildung 5.6**).

Bei QP170_300 können vorwiegend interkristalliner Bruch und nur sehr wenige duktile (wabenförmigen) Bereiche identifizieren werden, während bei QP150_60 ein höherer duktiler Anteil gefunden werden kann. Bei den beim QP150_60 auftretenden Sprödbruchanteilen handelt es sich um (transkristallinen) Spaltbruch, der sich entlang der Spaltbruchebene (für krz: {100}) ausbreitet, was zu flachen Bruchbereichen führt.

Das unterschiedliche plastische Verhalten von FM und TM kann bereits an den Vergleichszuständen, welche in Kapitel 4.1.2 dargestellt sind, abgeleitet werden. Hier zeigte der gehärtete Martensit ein sprödes Verhalten ohne jegliche plastische Verformung. Durch ein Anlassen bei 400 °C für 300 s kann dieses Verhalten bereits deutlich verbessert werden (vgl. Tabelle 4.1). Da bei beiden Vergleichszuständen das Gefüge voll martensitisch ist und somit die Martensite den gleichen C-Gehalt aufweisen, ist der Unterschied hier allein auf die Erholung beim Anlassen zurückzuführen. Im Gegensatz dazu dürfte die für die Q&P-Proben während des Partitionings nachgewiesene Reduzierung des C-Gehalts des TM auf einen Massenanteil von 0,1 % C eine weitere Verbesserung dessen Duktilität bewirken. Die Erhöhung des C-Gehalts des FM verstärkt hingegen weiter dessen Versprödung. Der erhöhte C-Anteil bewirkt zum einen eine höhere Mischkristallverfestigung aber auch eine Zunahme der anfänglichen Versetzungsdichte und somit eine stärkere Verfestigung des Lanzettenmartensits [236, 237]. Das Auftreten von interkristallinem Bruch bei hohem FM-Anteil lässt sich daher vermutlich auf das stark unterschiedliche Verformungsverhalten zurückführen. In diesem Zusammenhang stellten de Knijf et al. [178] nach einer Q&P-Behandlung und anschließenden Zugversuchen ausschließlich plastische Ver-

formung in TM fest, während FM unverformt bleibt. Dies führt zu hohen Spannungskonzentrationen an den Phasengrenzflächen bis hin zur Bildung von Hohlräumen, was auch in der vorliegenden Arbeit in der Bruchflächenanalyse zu sehen ist. Wang et al. [238] stellen in ihren Untersuchungen an Fe-0,3C-2,5Mn-1,5Si-0,8Cr (Massenanteile in %) ebenfalls Mikrorisse fest, die sich aufgrund von Spannungslokalisierung in der Nähe von groben Martensitlamellen und FM bilden.

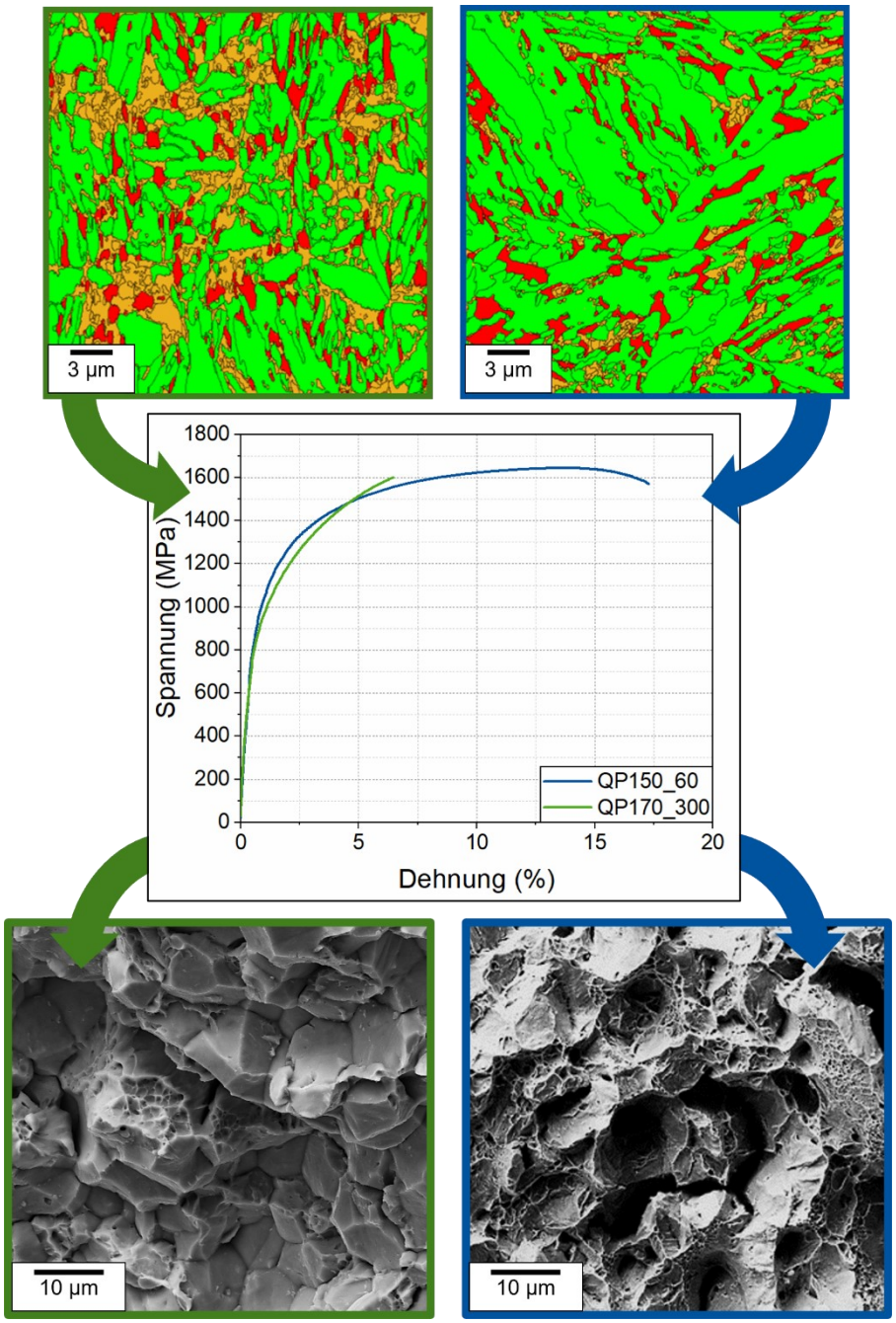


Abbildung 5.6: Einfluss der Q&P-Mikrostruktur mit unterschiedlicher Martensitphasenverteilung auf die mechanischen Eigenschaften (rot: RA, grün: TM und orange: FM).

Hidalgo et al. [239] zeigen zudem, dass der interkristalline Bruch vor allem in Mn-reichen Regionen stattfindet, welche in den hier vorliegenden Q&P-Untersuchungen vorwiegend aus FM bestehen und dementsprechend FM als Ursächlichkeit für das spröde Versagen bekräftigt. Zudem könnten zusätzlich in diesen Bereichen auch die Korngrenzen durch den erhöhten Mn-Gehalt [240] und dem im untersuchten Material vorhandenen Phosphor (P)-Gehalt von 30-50 ppm (hohe Mn-P Affinität) geschwächt werden [241]. Da aber im Vergleich von QP150_60 und QP170_60 die Austenitisierung sowie das Partitioning bei gleichen Temperaturen und Zeiten durchgeführt wird, ist kein stark unterschiedliches Segregationsverhalten von Mn und P zu erwarten, welches den Unterschied im Bruchverhalten erklären könnte.
In Mn-armen Bereichen hingegen, in welchen vorwiegend die weicheren Phasen RA und TM existieren, wird überwiegend duktiler und spröder transkristalliner Bruch identifiziert. Die Grenze zwischen diesen unterschiedlichen Mn-haltigen Bereichen wird aufgrund des hohen Unterschieds in der plastischen Verformung auch hier als Initiatorbereich für eine Hohlraumbildung identifiziert [239].
Mit zunehmendem FM-Anteil von 20 (QP150_60) auf 50 % (QP170_300) nimmt auch die Grenzfläche zwischen FM und RA/TM zu, wodurch es schneller zu lokalen Spannungserhöhungen und Rissinitiierung entlang von Phasengrenzen kommen kann.

5.2.2 Interkritisches Glühen

Anders als bei den Spannung-Dehnung-Kurven der Q&P-Zustände, tritt bei den zwischen 650 und 685 °C interkritisch geglühten Proben eine ausgeprägte Streckgrenze mit einer deutlichen Lüdersdehnung auf.
Während bei kohlenstoffarmen ferritischen Stählen dieses Phänomen, wie in Kapitel 2.4.3.3 beschrieben, durch statische Reckalterung erklärt wird [164], kann bei den hier untersuchten mehrphasigen MMnS dies jedoch nicht als alleinige mögliche Erklärung herangezogen werden. Grund hierfür ist unter anderem, dass das Lüders-Band auch dann auftritt, wenn Austenit, in dem keine starke Wechselwirkung zwischen Versetzung und gelösten Zwischengitteratomen stattfindet, die weichere Phase ist und sich zuerst plastisch verformt [158, 242].
Die Vermutung, dass der TRIP-Effekt das Auftreten der Lüdersdehnung verursachen könnte [160], wird von Wang und Huang [163] widerlegt, die bei erhöhten Temperaturen trotz Unterdrückung des TRIP-Effekts eine ausgeprägte Streckgrenze und starke Lüdersdehnung finden. Gleiche Schlussfolgerung ziehen auch Wang et al. [161, 162], die durch eine Kombination von DIC-, Wärmefeld- und XRD-Messungen zei-

gen, dass das Lüders-Band und der TRIP-Effekt zwei parallele Phänomene sind, die jedoch nicht kausal füreinander sind.

Wie die hier durchgeführten unterbrochenen Zugversuche zeigen, wandelt sich bei IA685_300 während der Lüdersdehnung ein großer Teil des Austenits in Martensit um (Abbildung 4.27). Da jedoch auch der reine krz Zustand IA685_60 eine gleich hohe Lüdersdehnung aufweist (Abbildung 4.25 (b)), kann auch hier der TRIP-Effekt nicht als Ursache für die Bildung des Lüders-Bandes gesehen werden. Dennoch kann die Umwandlung von Austenit in Martensit die Geschwindigkeit der Lüders-Bänder beeinflussen. Durch die hohe Festigkeit des neu gebildeten Martensits bildet dieser eine Behinderung des Lüders-Bandes und die mittlere Ausbreitungsgeschwindigkeit wird im Vergleich zwischen IA685_60 und IA685_300 halbiert. Zudem zeigt sich bei IA685_300 eine Änderung des Ausbreitungswinkels, wodurch die Behinderung durch die Martensitumwandlung überwunden werden könnte. Zwar ändert sich bei den einfach interkritisch geglühten Zuständen, anders als bei den zweifach geglühten Zuständen, die Länge der Lüdersdehnung nicht ersichtlich mit dem in der Mikrostruktur enthaltenen Austenitanteil, jedoch kommt es zu vermehrten Spannungsschwankungen innerhalb der Lüdersdehnung, die durch die geringere Austenitstabilität und vermehrte Martensitumwandlung innerhalb dieser Bänder durch die erhöhte lokale Dehnung erklärt werden könnten. Die reinen krz Zustände zeigen innerhalb des Bereichs der Lüdersdehnung kaum Spannungsänderungen, weshalb zu vermuten ist, dass hier keine starke Behinderung der Versetzungsbewegung stattfindet.

Eine mögliche Erklärung für das Auftreten der ausgeprägten Streckgrenze und Lüdersdehnung unabhängig vom TRIP-Effekt liegt in der ultrafeinen mittleren Korngröße. Diese führt dazu, dass die Versetzungsbewegung blockiert wird und die Versetzungen so, wie durch das Pinnen von Versetzungen durch C, unbeweglich werden. Auf der anderen Seite kann es jedoch auch unterhalb einer kritischen Korngröße zu einer Absorption von Versetzungen an den Korngrenzen kommen [243], was die Dichte der mobilen Versetzungen reduziert. In der vorliegenden Untersuchung ist die mittlere Korngröße der unterschiedlichen Zustände sehr ähnlich und liegt im Bereich von 0,36-0,40 µm für Austenit und 0,47-0,62 µm für die krz Phasen. Während das kaltgewalzte Ausgangsmaterial mit vergleichbarer Korngröße aufgrund der Kaltverformung eine hohe Dichte mobiler Versetzungen und eine kontinuierliche Streckgrenze aufweist, findet während des interkritischen Glühens Erholung und Rekristalli-

sation statt (vgl. Abbildung 5.4), was zu globularen Ferrit- und Austenitkörnern mit geringerer Versetzungsdichte führt. Die geringe Versetzungsdichte erschwert wiederum einen kontinuierlichen Übergang zwischen elastischer und plastischer Verformung.

Während des Zugversuchs können Grenzflächen jedoch als Versetzungsquellen wirken [242], die insbesondere durch Kohlenstoffseigerungen an den Korngrenzen stabilisiert werden können [244]. Aufgrund der hohen Anzahl an Phasengrenzen und der hohen Menge an gelöstem C im hier untersuchten Material kann es bei Zugversuchen nach Erreichen einer kritischen Spannung (obere Streckgrenze) zu einem starken Anstieg der Dichte mobiler Versetzungen kommen, was Wang et al. [161] für interkritisch geglühten Fe-0,12C-7Mn-0,3Si mittels Transmissionselektronenmikroskopie nachweisen konnten. Anschließend kann die Versetzungsbewegung bei niedriger Spannung fortlaufen [166], was bedeutet, dass für die Bildung von Versetzungen eine Energiebarriere überwunden werden muss, welche höher ist als die erforderliche Spannung für das Versetzungsgleiten [47].

Zudem sei zu bemerken, dass IA700_300 nur ein Pseudo-Plateau (vgl. Abbildung 4.25 (a)) zeigt, bei dem die Spannung weiter ansteigt und dass trotz der rekristallisierten ultrafeinen mehrphasigen Mikrostruktur kein Lüders-Band bei der DIC identifiziert werden konnte. Ein ähnliches Dehnungsverhalten wurde auch für bestimmte interkritisch geglühte Zustände in MMnS von Callahan et al. [173] beobachtet.

Die Analyse der Dilatationskurve des Zustandes IA700_300 (Abbildung 4.23 (a)) zeigt eine teilweise Umwandlung von Austenit in Martensit (25,9 %) während des Abschreckens nach dem interkritischen Glühen. Da die Umwandlung von Austenit in Martensit mit einer Volumenausdehnung einhergeht, bilden sich neue mobile Versetzungen, die eine kontinuierliche plastische Verformung ermöglichen. Aus selbigem Grund weisen auch die Q&P-Zustände, welche eine vergleichbar feine Korngröße wie die IA-Zustände besitzen, unabhängig vom RA-Anteil alle einen kontinuierlichen Übergang vom elastischen in den plastischen Bereich auf.

Neben dem Einbringen mobiler Versetzungen durch die Bildung frischen Martensits [245], entweder wie in der vorliegenden Untersuchung durch die fehlende thermische Stabilität des Austenits beim Abschrecken oder aber durch eine frühe spannungsinduzierte Martensitumwandlung von mechanisch instabilem Austenit vor Erreichen der Streckgrenze, kann gemäß Li et al. [159] auch eine ausreichende Vordehnung, welche auch mit der Erhöhung der Versetzungsdichte einhergeht, zur Abschwächung

oder sogar Beseitigung der ausgeprägten Streckgrenze von kaltgewalztem und interkritisch geglühtem Fe-0,2C-6,1Mn-1,6Al führen. In den hier durchgeführten unterbrochenen Zugversuchen kann durch die Vordehnung bis zu 9,5 % zwar die Lüdersdehnung deutlich reduziert werden, die Versetzungsdichte ist jedoch nicht ausreichend hoch, um die ausgeprägte Streckgrenze vollständig zu beseitigen (Abbildung 4.27 (a)).

Neben der Bildung des Lüders-Bandes zeigen die hier analysierten interkritisch geglühten Proben, die Austenit enthalten, auch einen Sägeblatt-förmigen bzw. teilweise stufenförmigen Verlauf der Spannung-Dehnung-Kurve, welcher direkt nach der Lüdersdehnung startet. Mittels DIC konnte hier das Auftreten von PLC-Bändern nachgewiesen werden. Bei der Bildung dieser Bänder kommt es lokal zu einem starken Anstieg der Dehnung, während diese bei der weiteren Ausbreitung des Bandes zwar weiterhin erhöht, aber geringer als die Dehnung während der Bildung ist.

Da das Auftreten des inhomogenen Verformungsverhaltens nach der Lüdersdehnung und die Entstehung der PLC-Bänder nur in den Proben, welche Austenit enthalten, nachgewiesen werden konnte, ist es naheliegend, dass der Austenit ursächlich für diese ist. In diesem Zusammenhang konnten Callahan et al. [173] nachweisen, dass die Bildung von PLC-Bändern simultan mit dem TRIP-Effekt auftritt.

Die Spannungsstufen in der Spannung-Dehnung-Kurve erklären Cai et al. [84] durch die diskontinuierlich auftretende spannungsinduzierte Austenit zu Martensit-Umwandlung. Wenn eine kritische Spannung erreicht wird, beginnt der Austenit mit der geringsten Stabilität, in Martensit umzuklappen, was von einer Spannungsrelaxation und einer Übertragung dieser auf die Umgebung begleitet wird, wodurch der Spannungsabfall zu Beginn der ausgeprägten Spannungsstufen in den Zugkurven erklärt werden kann. Bei weiterer Dehnung konkurriert die Spannungsrelaxation mit der zunehmenden von außen aufgebrachten Zugspannung, was zu einem Spannungsplateau in der Spannung-Dehnung-Kurve führt. Sobald der Austenit mit der geringsten Stabilität umgewandelt ist, beginnt ein Spannungsanstieg, der zu einer weiteren Umwandlung von Austenit in Martensit und zu weiteren Stufen führt.

Die Umwandlung von Austenit in Martensit während der mechanischen Beanspruchung wurde auch durch die unterbrochenen Zugversuche nachgewiesen (Abbildung 4.27 (b)). Sobald der Austenit fast vollständig in Martensit umgewandelt ist, verschwinden die klaren Spannungsstufen in der Spannung-Dehnung-Kurve, jedoch treten weiterhin Spannungsschwankungen auf (blaue Kurve in Abbildung 4.27 (a)).

Gemäß Yang et al. [175] bilden frischer Martensit, Versetzungen und C-Mn-Komplexe Hindernisse für die PLC-Bandausbreitung. Sie können zudem zeigen, dass die dehnungsinduzierte Umwandlung von Austenit in Martensit im PLC-Band selbst stattfindet, was dazu führt, dass höhere Spannungen für die weitere Ausbreitung erforderlich sind. Die Bildung eines neuen Bandes in anderen Bereichen der Probe könnte jedoch energetisch günstiger sein, was das Vorhandensein von springenden Typ B PLC-Bändern und Spannungsabfällen in den Spannung-Dehnung-Kurven erklären könnte. Diese Bildung neuer Bänder ist in den vorliegenden DIC-Untersuchungen in Regionen mit der geringsten lokalen Dehnung festgestellt worden. Trifft dieses Band während der Ausbreitung auf einen Bereich mit bereits lokal höherer Dehnung, verschwindet das Band und es bildet sich wiederum ein Neues in Bereichen mit geringerer lokaler Dehnung, in welchen die Kaltverfestigung niedriger und somit eine plastische Verformung einfacher ist (Abbildung 4.26 (c)). Da der lokal auftretende TRIP-Effekt in PLC-Bändern eine inhomogene lokale Dehnungsverteilung hinterlässt, können weitere lokale Verformung und Typ B PLC-Bänder auch dann auftreten, wenn bereits der komplette Austenit in Martensit umgewandelt ist. Die Tatsache, dass die durch DIC identifizierten Bänder des Typs B bei IA685_600 mit seinem höheren und weniger stabilen Austenitanteil häufiger sind als bei IA685_300, unterstützt den Erklärungsansatz von frischem Martensit als Hindernis. Da der TRIP-Effekt durch die erhöhte Dehnung in den PLC-Bändern des Typs A auftritt, kann er nicht der Ursprung dieser sein, kann aber, wie gezeigt, die Bildung von springenden Bändern des Typs B fördern.

Der mögliche Ursprung der ersten Typ A PLC-Bänder könnte, wie in Kapitel 2.4.3.4 beschrieben, in der Wechselwirkung zwischen Versetzungen und Mn-C-Komplexen im Nahordnungsbereich liegen. Da sowohl der C- als auch Mn-Gehalt im Austenit höher ist als im Ferrit, ist die Wahrscheinlichkeit des Auftretens von solchen Clustern aus substitutionellen Mn- und interstitiellen C-Atomen im Austenit deutlich höher. Je geringer der C- und Mn-Gehalt im Austenit, desto niedriger ist die Frequenz von auftretenden PLC-Bändern des Typs A, weshalb durch den geringeren C- und Mn-Gehalt im rein ferritischen Zustand das Auftreten von PLC-Bändern vollständig unterdrückt wird. Die Nahordnungsphänomene als Erklärung der Entstehung von PLC-Bändern in Mittel- und Hochmanganstahl ist zwar eine weitverbreitete Theorie, ist jedoch noch zu beweisen.

5.3 Bewertung der Anwendbarkeit von Mittelmanganstahl im Presshärten

Die durchgeführten Presshärteversuche konnten zeigen, dass mit dem untersuchten Mittelmanganstahl, genau wie mit dem Vergleichsmaterial 22MnB5, passhaltige Hutprofile ohne Risse mittels Presshärten erzeugt werden können. Diese zeigen im klassischen direkten Presshärten ein vollständig martensitisches Gefüge und erreichen eine hohe Härte von über 700 HV1. Durch den hohen C-, Mn- und Si-Gehalt sind die gehärteten martensitischen Bauteile jedoch sehr spröde und eignen sich daher nicht für stoßenergieabsorbierende Komponenten. Aus diesem Grund wurde untersucht, ob eine Integration der klassischen Wärmebehandlungsrouten von MMnS in den Presshärteprozess möglich ist, um die Restumformbarkeit der erzeugten Komponenten zu erhöhen.

Die technische Umsetzbarkeit ist hierbei besonders beim interkritischen Glühen ohne eine zusätzliche Investition oder einen Umbau bestehender Anlagen möglich. Hier gilt es rein die Ofentemperatur zu reduzieren, was wiederum den Vorteil von Energieeinsparungen mit sich bringt. Tong et al. [9] benennen für eine Reduktion der Temperatur eines Rollenherdofens um 100 °C eine Einsparung pro Stunde von 200 kWh. Zudem könnte durch ein zweifaches interkritisches Glühen weiterhin Energie eingespart werden, da der erste Glühschritt in einem Durchlaufglühprozess durchgeführt werden kann und die Platine dann vor dem Presshärten nur noch kurz aufgeheizt werden müsste, was besonders bei neuen Presshärtereihen im Hinblick auf die Ofentechnik zusätzlich ein Platzsparpotential birgt.

Im Vergleich hierzu ist zu beachten, dass die Integration des Q&P in den Presshärteprozess deutlich komplizierter ist. In den Kapiteln 5.1.2 und 5.2.1 konnte gezeigt werden, dass das Gefüge und dementsprechend die resultierenden Eigenschaften sehr stark durch die Einstellung der T_Q beeinflusst werden. Ist diese bei Entnahme des Bauteils zu hoch, entsteht beim finalen Abschrecken ein großer Anteil FM, der ein sprödes Versagen bewirkt. Eine Temperierung des Werkzeugs auf T_Q führt zu deutlich längeren Verweilzeiten der Komponente im Werkzeug, was im Hinblick auf die Produktivität zu vermeiden ist. Im Falle eines unbeheizten Werkzeugs ist jedoch eine reaktionsschnelle Sensortechnologie erforderlich, um den richtigen Entnahmezeitpunkt zu identifizieren und sicherzustellen, dass die Temperatur nicht unterhalb der optimalen T_Q fällt. Eine mögliche Lösung zur Kontrolle der Temperatur innerhalb des geschlossenen Werkzeugs könnte die lokale Aufbringung einer PVD-

Hartstoffbeschichtung mit Temperatursensorfunktion, wie sie von Bobzin et al. [246, 247] entwickelt wird, sein. Eine weitere Möglichkeit wäre die Bestimmung des optimalen Entnahmezeitpunkts in Abhängigkeit vom Austenitgehalt durch die Integration mikromagnetischer Sensoren in das Werkzeug, welche auch eine In-situ-Messung ermöglichen [248]. Der optimale Bereich von T_Q kann, wie in den Vorversuchen gezeigt und durch Sparrer [56] bestätigt, durch ein verlängertes Partitioning zwar leicht aufgeweitet werden, jedoch gilt es hierfür ein weiteres Glühsystem in den Prozess zu installieren.

Neben der technischen Umsetzung der Kombination aus geeigneter Wärmebehandlung und Presshärten, gilt es auch die Materialeigenschaften im Hinblick auf die Anwendung weiter zu beachten.

Im Vergleich der Mikrostruktur der Vorversuche und der IA+PH-Versuche sind deutliche Unterschiede ersichtlich, da in den Vorversuchen bei gleichen Temperaturen und Zeiten mehr Austenit gebildet wird. Dies kann vor allem an der unterschiedlichen Aufheizgeschwindigkeit liegen, welche im Salzbad deutlich höher als in dem für das Presshärten verwendeten Ofen ist. Eine höhere Aufheizrate kann hierbei zu deutlich höheren Austenitgehalt führen [230]. Han und Lee [249] konnten bei langsamen Aufheizraten Zementitausscheidungen identifizieren, an welchen sich anschließend der Austenit bildet. Auch in den Untersuchungen dieser Arbeit konnte 1 % Fe_3C in den pressgehärteten Proben gefunden werden, während dies nicht in den schnell aufgeheizten Salzbadproben der Fall war. Durch die Ausscheidung von Zementit nimmt zudem der C-Gehalt der Matrix ab, was wiederum A_{c1} erhöht und die Austenitbildung verzögert. Das Gefüge der hier untersuchten IA+PH-Zustände besteht daher vor allem aus rekristallisiertem Ferrit und angelassenem Martensit, was zwar in einer deutlichen Verbesserung der Duktilität im einachsigen Zugversuch resultiert, aber im Hinblick auf die Zugfestigkeit im Vergleich zum 22MnB5 zu einer Verringerung führt, da das interkritisch geglühte und pressgehärtete Material kaum Verfestigung zeigt. Bei einer möglichen Kombination aus interkritischem Glühen und Presshärten ist bei der Prozessauslegung daher nicht nur auf Glühtemperatur und -dauer, sondern auch auf die Aufheiztechnik zu achten. Durch induktives Heizen oder direkte elektrische Widerstandsbeheizung können deutlich schnellere Aufheizraten als im konvektiv heizenden Rollenherdofen erreicht werden, was zum einen eine Verkürzung der Prozesskette [9] und in Bezug auf das interkritische Glühen zusätzlich einen höheren Austenitanteil bedingen kann.

Die auftretende Lüdersdehnung wird zwar in Kaltumformprozessen durch die oftmals auftretenden Oberflächendefekte als negativ angesehen, da die ausgeprägte Streckgrenze bei dem hier vorgeschlagenen Prozess jedoch erst durch die finale Mikrostrukturzusammensetzung entsteht, stellt sie kein Problem bei der Herstellung pressgehärteter Bauteile dar.

Die PH+QP-Zustände zeigen im Zugversuch kaum plastische Dehnung, obwohl für T_Q ein Bereich zwischen 130-160 °C angestrebt wurde, welcher sich in den Vorversuchen als sehr gut erwiesen hatte. Es ist daher naheliegend, dass die tatsächliche T_Q höher lag als die angestrebte und sich deshalb ein unerwünscht hoher Anteil an FM bildete. Grund für die Abweichungen in der Temperaturmessung ist wahrscheinlich der äußere Einfluss der Umgebungstemperatur auf die federgelagerten Thermoelemente. Eine optimierte Sensortechnik wie oben beschrieben ist daher unabdinglich für die Integration des Q&P in den Presshärteprozess.

Auf Basis von Simulationen eines quasi-statischen Seitenaufpralls bis zur maximal zulässigen Verformung einer B-Säule (gemäß des Crashtests des Insurance Institute for Highway Safety), was zum Auftreten von einer maximalen Vergleichsdehnung von 0,78 führte, leitet Sparrer [56] aus dem entsprechendem mehrachsigen Spannungszustand als Festigkeitsanforderungen an den Werkstoff eine Streckgrenze von maximal 1100 MPa und ein Streckgrenzenverhältnis von mindestens 0,67 ab. Diese Anforderungen können sowohl von den hier mittels IA+PH als auch von den mittels PH+QP produzierten Komponenten erfüllt werden. Jedoch ist in dieser Simulation von einer Blechdicke von 1,7 mm und einer vereinfachten B-Säulengeometrie für einen Kleinwagen ausgegangen worden. Bei einer komplexeren verbesserten Geometrie sinken die Anforderungen jedoch [250].

Im direkten Vergleich mit dem pressgehärteten 22MnB5 weisen besonders die Vorversuche der Q&P-Zustände mit $T_Q \leq 150$ °C ein hohes Einsatzpotential auf. Bei optimierter Temperaturführung und verbesserter Bestimmung des Entnahmezeitpunkts können mit einer Streckgrenze im Bereich von 920-1000 MPa und einem Streckgrenzenverhältnis von 0,56-0,63 sehr gute Festigkeitseigenschaften erreicht werden, wobei auch die Bruchdehnung die von pressgehärtetem 22MnB5 übersteigt (**Abbildung 5.7**).

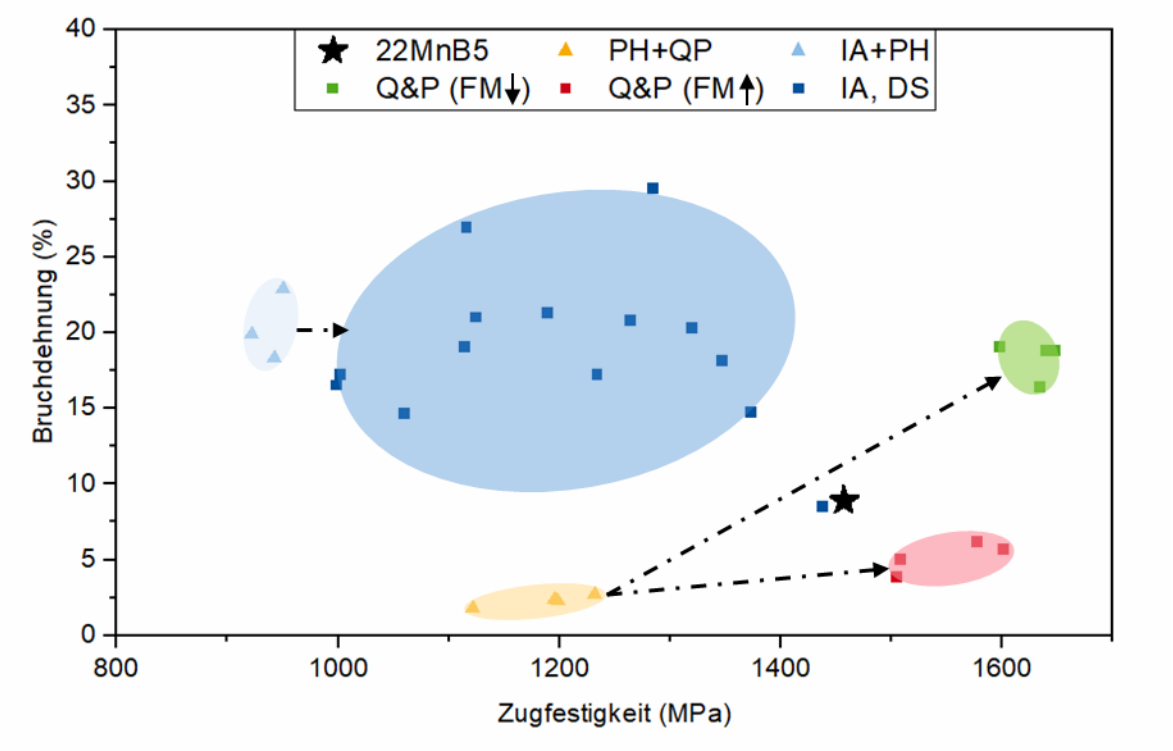


Abbildung 5.7: Eigenschaftskombination aus Zugfestigkeit und Bruchdehnung der Vorversuche sowie der pressgehärteten Bauteile mit Andeutung des Potentials zur Eigenschaftsoptimierung dieser.

Neben den ermittelten mechanischen Eigenschaften im Zugversuch sollten in zukünftigen Untersuchungen zusätzlich die Duktilitätsanforderungen mittels Biegetest (mehrachsiger Spannungszustand) überprüft werden, wie von Choi und de Cooman [251] vorgeschlagen, da dieser die Belastungen während eines Seitenaufpralls besser nachbildet. Im Allgemeinen wirkt sich eine inhomogene Mikrostruktur negativ auf den erreichbaren Biegewinkel aus [252, 253]. Hier kann es zu Dehnungslokalisierung und Rissbildung an den Grenzflächen von Mikrostrukturkomponenten stark unterschiedlicher Fließspannungen kommen [253], weshalb besonders die Mn-Seigerungszeilen, welche im Q&P-Prozess zu einem Großteil aus FM bestehen, als negativ für den Biegeversuch zu bewerten sind. Es ist jedoch zu beachten, dass gemäß Chang [211] nicht direkt die chemischen Inhomogenitäten die negative Auswirkung hervorrufen, sondern die durch die Inhomogenitäten bewirkte lokale Bildung von FM. So könnten sowohl für die Q&P-Zustände mit einer T_Q von 130-150 °C als auch für interkritische Zustände mit stabilem Restaustenit ausreichende Biegewinkel erreicht werden.

Zudem verspricht auch die hier beobachtete Entkohlung der Randbereiche eine Verbesserung der Biegeeigenschaften, ohne dass sich dieser Trend in den erreichbaren Dehnwerten des Zugversuch widerspiegeln muss [251]. Dass durch Entkohlung ein-

gestellte gradierte Mikrostrukturen eine gute Kombination aus Duktilität und Festigkeit erreichen können bestätigen auch Chéhab et al. [254]. Zudem könnte die Absenkung des Massenanteils von C im Randbereich gemäß des Kohlenstoffäquivalent zu einer Verbesserung der Schweißbarkeit führen. Das Entkohlungs- und Oxidationsverhalten des MMnS bei den abgesenkten Prozesstemperaturen gilt es jedoch noch näher zu untersuchen, um die Notwendigkeit einer Beschichtung vor dem Einsatz im Presshärten zu erörtern.

6 Schlussfolgerung und Ausblick

In der vorliegenden Arbeit sollte untersucht werden, ob sich Mittelmanganstähle (MMnS) zum Einsatz im Presshärteprozess eignen. Zunächst galt es die ultrafeinen, mehrphasigen Mikrostrukturen, welche durch gezielte Wärmebehandlungen eingestellt werden, zu charakterisieren, da diese die guten Eigenschaften der MMnS bestimmen.

Im ersten Schritt wurde daher erfolgreich eine Methode entwickelt, die es erlaubt die im Material vorliegenden kubisch-raumzentrierten (krz) Phasen zu unterscheiden. Der Fokus lag hierbei vor allem auf den martensitischen Bestandteilen, frischer Martensit (FM) und angelassener Martensit (TM), welche durch eine Quenching & Partitioning (Q&P)-Behandlung entstehen. Während diese bis dato meist nur qualitativ in Gefügeaufnahmen zugeordnet oder deren Phasenanteile über Dilatometerversuche abgeschätzt werden, ermöglicht die hier vorgeschlagene Verwendung von Kornmittelwerten des Band Slopes von EBSD-Messungen als Differenzierungsparameter auch eine quantitative Bestimmung der unterschiedlichen krz Phasenanteile. Durch die Verwendung von Kornmittelwerten kann zudem der verzerrende Einfluss der Korngrenzen auf die ermittelten Phasenanteile verringert werden.

Die Quantifizierung der verschiedenen Phasen nach der Q&P-Behandlung ist von besonderer Bedeutung, da sich die mechanischen Eigenschaften von FM und TM stark unterscheiden und ein erhöhter FM-Anteil zu einem Mangel an plastischer Verformbarkeit und dementsprechend zu sprödem Versagen führt. In der vorliegenden Arbeit konnte ein Grenzwert von maximal 20 % FM identifiziert werden, um sprödes Versagen zu vermeiden. Durch die Unterscheidung der Martensite kann die Ursache für die Rissentstehung und -ausbreitung in Abhängigkeit vom Gefüge und vor allem von den Phasengrenzen in zukünftigen Studien nun verstärkt untersucht werden.

Die untersuchten Wärmebehandlungsrouten zeigen ein breites Spektrum an Eigenschaftskombinationen, welche auch den Ansprüchen an pressgehärtete Bauteile entsprechen können, wodurch sie ein hohes Einsatzpotential aufweisen. Vor allem die resultierenden Eigenschaften aus dem Q&P können im Vergleich zum 22MnB5 sowohl eine bessere Festigkeit als auch Duktilität erreichen. Grundlegend für diese außerordentliche Eigenschaftskombination ist jedoch das Einhalten einer engen vorher bestimmten Temperaturführung, wobei das Hauptaugenmerk auf der Quenching-Temperatur (T_Q) liegt, welche die Einstellung der Phasenanteile am stärksten beein-

flusst. Abweichungen von 20 °C nach oben und damit Überschreiten des Grenzwertes von FM können hier zu einem Wechsel von guten Eigenschaftskombinationen zu zwar weiterhin hohen Festigkeiten aber geringem Energieabsorptionsvermögen führen.

Auch wenn in den durchgeführten Presshärteversuchen der optimale Temperaturbereich von T_Q noch nicht genau eingestellt werden konnte, zeigen erste Versuche, dass durch die Kombination aus Presshärten und Q&P ein mehrphasiges Gefüge mit Restaustenitanteilen von mehr als 10 % erreicht werden kann. Zudem können trotz lokal unterschiedlicher Blechtemperaturen zu Beginn der Umformung homogene Bauteileigenschaften durch ein Presswerkzeug mit homogener Temperaturverteilung erreicht werden. Durch die aktive Einstellung eines Temperaturgradienten im Werkzeug könnten zudem auch lokal unterschiedliche Bauteileigenschaftsanforderungen bedient werden.

Das in dieser Arbeit verwendete Temperaturmesssystem innerhalb des Presshärtewerkzeugs konnte derzeit noch nicht die notwendige Genauigkeit aufbringen, um Umgebungseinflüsse auszuschließen und die Blechtemperatur im geschlossenen Werkzeug sicher zu bestimmen. Um den optimalen Zeitpunkt für die Bauteilentnahme abzustimmen und damit bessere mechanische Werkstoffeigenschaften zu erzielen, ist die Installation verbesserter Sensorik, z.B. durch eine Kombination von Temperatur- und mikromagnetischer Sensoren, unabdingbar für die erfolgreiche Integration des Q&P in das industrielle Presshärten. Die Auswertung der Sensordaten und Integration dieser als Eingangsdaten für das Integrated Computational Materials Engineering (ICME) würde es zudem ermöglichen Eigenschaften auf Basis der Prozessführung vorherzusagen und Ausschuss zu identifizieren bzw. durch eine angepasste Wärmebehandlung zu vermeiden. Eine solche Anpassung der Prozessparameter könnte bei ausreichend großer Datenlage über Ansätze künstlicher Intelligenz (KI) angestrebt werden. In dieser Arbeit wurden daher alle mechanischen Eigenschaften und Mikrostrukturdaten für jeden Prozessschritt aufgenommen und als jeweiliger digitaler Zwilling zusammen mit den zugehörigen Prozessdaten gespeichert, um als Eingangs- bzw. Validierungsdaten für zukünftiges ICME und KI-Ansätze zu dienen. Durch die Anwendung von Korrelationsmodellen zwischen intrinsischen Materialeigenschaften aus dem digitalen Zwilling und aufgenommenen Sensordaten ist es denkbar eine Zielgröße (z.B. Zugfestigkeit) entlang der Prozesskette in Echtzeit zu überwachen und zu prognostizieren.

7 Literatur

[1] CZERWINSKI, F. Current Trends in Automotive Lightweighting Strategies and Materials. *Materials (Basel, Switzerland).* 2021, **14**(21). DOI: 10.3390/ma14216631

[2] HARDWICK, A.P.; OUTTERIDGE, T. Vehicle lightweighting through the use of molybdenum-bearing advanced high-strength steels (AHSS). *The International Journal of Life Cycle Assessment.* 2016, **21**(11), S. 1616-1623. DOI: 10.1007/s11367-015-0967-7

[3] JESWIET, J.; GEIGER, M.; ENGEL, U.; KLEINER, M.; SCHIKORRA, M.; DUFLOU, J.; NEUGEBAUER, R.; BARIANI, P.; BRUSCHI, S. Metal forming progress since 2000. *CIRP Journal of Manufacturing Science and Technology.* 2008, **1**(1), S. 2-17. DOI: 10.1016/j.cirpj.2008.06.005

[4] ATUL S, T.; BABU, M.C.L. A review on effect of thinning, wrinkling and spring-back on deep drawing process. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture.* 2019, **233**(4), S. 1011-1036. DOI: 10.1177/0954405417752509

[5] GROCHE, P.; CHRISTIANY, M. Evaluation of the potential of tool materials for the cold forming of advanced high strength steels. *Wear.* 2013, **302**(1-2), S. 1279-1285. DOI: 10.1016/j.wear.2013.01.001

[6] BAO, L.; NIE, Q.; WANG, B.; YOU, X. Development of Hot Stamping Technology for High Strength Steel Parts with Tailored Properties. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering.* 2019, **538**(1), S. 12016. DOI: 10.1088/1757-899X/538/1/012016

[7] TAYLOR, T.; CLOUGH, A. Critical review of automotive hot-stamped sheet steel from an industrial perspective. *Materials Science and Technology.* 2018, **34**(7), S. 809-861. DOI: 10.1080/02670836.2018.1425239

[8] KARBASIAN, H.; TEKKAYA, A.E. A review on hot stamping. *Journal of Materials Processing Technology.* 2010, **210**(15), S. 2103-2118. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2010.07.019

[9] TONG, C.; RONG, Q.; YARDLEY, V.A.; LI, X.; LUO, J.; ZHU, G.; SHI, Z. New Developments and Future Trends in Low-Temperature Hot Stamping Technologies: A Review. *Metals.* 2020, **10**(12), S. 1652. DOI: 10.3390/met10121652

[10] WANG, Z.; LIU, P.; XU, Y.; WANG, Y.; ZHANG, Y. Hot Stamping of High Strength Steel with Tailored Properties by Two Methods. *Procedia Engineering.* 2014, **81,** S. 1725-1730. DOI: 10.1016/j.proeng.2014.10.221

[11] NEUGEBAUER, R.; SCHIECK, F.; POLSTER, S.; MOSEL, A.; RAUTENSTRAUCH, A.; SCHÖNHERR, J.; PIERSCHEL, N. Press hardening — An innovative and challenging technology. *Archives of Civil and Mechanical Engineering.* 2012, **12**(2), S. 113-118. DOI: 10.1016/j.acme.2012.04.013

[12] FEUSER, P.S. *Ein Ansatz zur Herstellung von pressgehärteten Karosseriekomponenten mit maßgeschneiderten mechanischen Eigenschaften: Temperierte Umformwerkzeuge, Prozessfenster, Prozesssimulation und funktionale Untersuchung.* Dissertation. Erlangen-Nürnberg: Meisenbach. 2012. Bericht aus dem Lehrstuhl für Fertigungstechnologie. 226. ISBN 978-3-87525-328-3.

[13] WANG, C.; LI, X.; HAN, S.; ZHANG, L.; CHANG, Y.; CAO, W.; DONG, H. Warm Stamping Technology of the Medium Manganese Steel. *steel research international.* 2018, **89**(9), S. 1700360. DOI: 10.1002/srin.201700360

[14] WANG, Z.; ZHANG, Y.; ZHU, B.; WANG, Y.; DING, H.; CAI, M. Hot stamped parts with desirable properties in medium Mn TRIP steels. *Procedia Engineering.* 2017, **207,** S. 699-704. DOI: 10.1016/j.proeng.2017.10.1044

[15] MEZA-GARCÍA, E.; RAUTENSTRAUCH, A.; BRÄUNIG, M.; KRÄUSEL, V.; LANDGREBE, D. Energetic evaluation of press hardening processes. *Procedia Manufacturing.* 2019, **33,** S. 367-374. DOI: 10.1016/j.promfg.2019.04.045

[16] CHANG, Y.; WANG, C.Y.; ZHAO, K.M.; DONG, H.; YAN, J.W. An introduction to medium-Mn steel: Metallurgy, mechanical properties and warm stamping process. *Materials & Design.* 2016, **94,** S. 424-432. DOI: 10.1016/j.matdes.2016.01.048

[17] MA, Y. Medium-manganese steels processed by austenite-reverted-transformation annealing for automotive applications. *Materials Science and Technology.* 2017, **33**(15), S. 1713-1727. DOI: 10.1080/02670836.2017.1312208
[18] MILLER, R.L. Ultrafine-grained microstructures and mechanical properties of alloy steels. *Metallurgical and Materials Transactions B.* 1972, **3**(4), S. 905-912. DOI: 10.1007/BF02647665
[19] GLOVER, A. *Double Soaking of Medium Manganese Steels.* Dissertation. Golden, Colorado, USA. 2020.
[20] ARLAZAROV, A.; GOUNÉ, M.; BOUAZIZ, O.; HAZOTTE, A.; PETITGAND, G.; BARGES, P. Evolution of microstructure and mechanical properties of medium Mn steels during double annealing. *Materials Science and Engineering: A.* 2012, **542,** S. 31-39. DOI: 10.1016/j.msea.2012.02.024
[21] SPEER, J.; MATLOCK, D.K.; COOMAN, B.C. de; SCHROTH, J.G. Carbon partitioning into austenite after martensite transformation. *Acta Materialia.* 2003, **51**(9), S. 2611-2622. DOI: 10.1016/S1359-6454(03)00059-4
[22] SPEER, J.; RANA, R.; MATLOCK, D.; GLOVER, A.; THOMAS, G.; MOOR, E. de. Processing Variants in Medium-Mn Steels. *Metals.* 2019, **9**(7), S. 771. DOI: 10.3390/met9070771
[23] SANTOFIMIA, M.J.; PETROV, R.H.; ZHAO, L.; SIETSMA, J. Microstructural analysis of martensite constituents in quenching and partitioning steels. *Materials Characterization.* 2014, **92,** S. 91-95. DOI: 10.1016/j.matchar.2014.03.003
[24] BILLUR, E. *Hot Stamping of Ultra High-Strength Steels.* Cham: Springer International Publishing. 2019. ISBN 978-3-319-98868-9.
[25] WRÓBEL, I.; SKOWRONEK, A.; GRAJCAR, A. A Review on Hot Stamping of Advanced High-Strength Steels: Technological-Metallurgical Aspects and Numerical Simulation. *Symmetry.* 2022, **14**(5), S. 969. DOI: 10.3390/sym14050969
[26] GEIGER, M.; MERKLEIN, M.; HOFF, C. Basic Investigations on the Hot Stamping Steel 22MnB5. *Advanced Materials Research.* 2005, **6-8,** S. 795-804. DOI: 10.4028/www.scientific.net/AMR.6-8.795
[27] JÄRVINEN, H.; ISAKOV, M.; NYYSSÖNEN, T.; JÄRVENPÄÄ, M.; PEURA, P. The effect of initial microstructure on the final properties of press hardened 22MnB5 steels. *Materials Science and Engineering: A.* 2016, **676,** S. 109-120. DOI: 10.1016/j.msea.2016.08.096
[28] ZHOU, J.; WANG, B.-y.; HUANG, M.-d.; CUI, D. Effect of hot stamping parameters on the mechanical properties and microstructure of cold-rolled 22MnB5 steel strips. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials.* 2014, **21**(6), S. 544-555. DOI: 10.1007/s12613-014-0940-7
[29] MERKLEIN, M.; LECHLER, J. Investigation of the thermo-mechanical properties of hot stamping steels. *Journal of Materials Processing Technology.* 2006, **177**(1-3), S. 452-455. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2006.03.233
[30] NADERI, M. *Hot stamping of ultra high strength steels.* Dissertation. Aachen. 2007.
[31] FAN, D.W.; KIM, H.S.; COOMAN, B.C. de. A Review of the Physical Metallurgy related to the Hot Press Forming of Advanced High Strength Steel. *steel research int.* 2009, (80), S. 241-248. DOI: 10.2374/SRI08SP131
[32] FAN, D.W.; COOMAN, B.C. de. State-of-the-Knowledge on Coating Systems for Hot Stamped Parts. *steel research international.* 2012, **83**(5), S. 412-433. DOI: 10.1002/srin.201100292
[33] TENIÉ, A. *Nanopartikelbasierte Schutzschichten für die Warmblechumformung.* Dissertation. Aachen. 2019. Berichte aus dem Institut für Eisenhüttenkunde. 2019, Band 1. ISBN 978-3-8440-6429-2.
[34] HE, L.-f.; ZHAO, G.-q.; LI, H.-p.; XIANG, N. Research on mechanical properties of 22MnB5 steel quenched in a steel die. *Journal of Shanghai Jiaotong University (Science).* 2011, **16**(2), S. 129-132. DOI: 10.1007/s12204-011-1106-7
[35] REITZ, A.; GRYDIN, O.; SCHAPER, M. Characterization of Phase Transformations During Graded Thermo-Mechanical Processing of Press-Hardening Sheet Steel

22MnB5. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2020, **51**(11), S. 5628-5638. DOI: 10.1007/s11661-020-05976-x

[36] ALLÉLY, C.; DOSDAT, L.; CLAUZEAU, O.; OGLE, K.; VOLOVITCH, P. Anticorrosion mechanisms of aluminized steel for hot stamping. *Surface and Coatings Technology.* 2014, **238,** S. 188-196. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2013.10.072

[37] BOHER, C.; LE ROUX, S.; PENAZZI, L.; DESSAIN, C. Experimental investigation of the tribological behavior and wear mechanisms of tool steel grades in hot stamping of a high-strength boron steel. *Wear.* 2012, **294-295,** S. 286-295. DOI: 10.1016/j.wear.2012.07.001

[38] FAN, D.W.; KIM, H.S.; OH, J.-K.; CHIN, K.-G.; COOMAN, B.C. de. Coating Degradation in Hot Press Forming. *ISIJ International.* 2010, **50**(4), S. 561-568. DOI: 10.2355/isijinternational.50.561

[39] WANG, K.; GUI, Z.; LIU, P.; WANG, Y.; ZHANG, Y. Cracking Behavior of Al-Si Coating on Hot Stamping Boron Steel Sheet. *Procedia Engineering.* 2014, **81,** S. 1713-1718. DOI: 10.1016/j.proeng.2014.10.218

[40] CHO, L.; KANG, H.; LEE, C.; COOMAN, B.C. de. Microstructure of liquid metal embrittlement cracks on Zn-coated 22MnB5 press-hardened steel. *Scripta Materialia.* 2014, **90-91,** S. 25-28. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2014.07.008

[41] LING, Z.; WANG, M.; KONG, L. Liquid Metal Embrittlement of Galvanized Steels During Industrial Processing: A Review. In: S. CHEN, Y. ZHANG und Z. FENG, Hg. *Transactions on Intelligent Welding Manufacturing.* Singapore: Springer Singapore. 2018, S. 25-42. ISBN 978-981-10-8329-7.

[42] KURZ, T.; LAROUR, P.; LACKNER, J.; STECK, T.; JESNER, G. Press-hardening of zinc coated steel - characterization of a new material for a new process. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering.* 2016, **159,** S. 12025. DOI: 10.1088/1757-899X/159/1/012025

[43] KURZ, T.; LUCKENEDER, G.; MANZENREITER, T.; SCHWINGHAMMER, H.; SOMMER, A. Zinc Coated Press-Hardening Steel - Challenges and Solutions. In: *SAE Technical Paper Series:* SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States. 2015.

[44] Verfahren zum Presshärten einer galvanisierten Stahllegierung. Erfinder: A. K. SACHDEV UND T.W. BROWN. DE102015119417 B4.

[45] YOSHIDA, S.; USHIODA, K.; ÅGREN, J. Kinetic Model of the γ to α Phase Transformation at Grain Boundaries in Boron-bearing Low-alloy Steel. *ISIJ International.* 2014, **54**(3), S. 685-692. DOI: 10.2355/isijinternational.54.685

[46] JANDESKA, W.F.; MORRAL, J.E. The distribution of boron in austenite. *Metallurgical and Materials Transactions B.* 1972, **3**(11), S. 2933-2937. DOI: 10.1007/BF02652863

[47] RAABE, D.; SUN, B.; DA KWIATKOWSKI SILVA, A.; GAULT, B.; YEN, H.-W.; SEDIGHIANI, K.; THOUDDEN SUKUMAR, P.; SOUZA FILHO, I.R.; KATNAGALLU, S.; JÄGLE, E.; KÜRNSTEINER, P.; KUSAMPUDI, N.; STEPHENSON, L.; HERBIG, M.; LIEBSCHER, C.H.; SPRINGER, H.; ZAEFFERER, S.; SHAH, V.; WONG, S.-L.; BARON, C.; DIEHL, M.; ROTERS, F.; PONGE, D. Current Challenges and Opportunities in Microstructure-Related Properties of Advanced High-Strength Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2020, **51**(11), S. 5517-5586. DOI: 10.1007/s11661-020-05947-2

[48] MAITREPIERRE, P.; THIVELLIER, D.; TRICOT, R. Influence of boron on the decomposition of austenite in low carbon alloyed steels. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 1975, **6**(2), S. 287-301. DOI: 10.1007/BF02667283

[49] LLEWELLYN, D.T.; COOK, W.T. Metallurgy of boron-treated low-alloy steels. *Metals Technology.* 1974, **1**(1), S. 517-529. DOI: 10.1179/030716974803287924

[50] VENTURATO, G.; NOVELLA, M.; BRUSCHI, S.; GHIOTTI, A.; SHIVPURI, R. Effects of Phase Transformation in Hot Stamping of 22MnB5 High Strength Steel. *Procedia Engineering.* 2017, **183,** S. 316-321. DOI: 10.1016/j.proeng.2017.04.045

[51] TOMASCH, M.; ECKER, W.; KAISER, R.; ANTRETTER, T. Deep drawing of press hardening steels. *Journal of Physics: Conference Series.* 2018, **1063,** S. 12038. DOI: 10.1088/1742-6596/1063/1/012038

[52] NAKAGAWA, Y.; MORI, K.-i.; MAENO, T. Springback-free mechanism in hot stamping of ultra-high-strength steel parts and deformation behaviour and quenchability for thin sheet. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology.* 2018, **95**(1-4), S. 459-467. DOI: 10.1007/s00170-017-1203-3

[53] LEE, M.-G.; KIM, S.-J.; HAN, H.N. Finite element investigations for the role of transformation plasticity on springback in hot press forming process. *Computational Materials Science.* 2009, **47**(2), S. 556-567. DOI: 10.1016/j.commatsci.2009.09.024

[54] MORI, K.; BARIANI, P.F.; BEHRENS, B.-A.; BROSIUS, A.; BRUSCHI, S.; MAENO, T.; MERKLEIN, M.; YANAGIMOTO, J. Hot stamping of ultra-high strength steel parts. *CIRP Annals.* 2017, **66**(2), S. 755-777. DOI: 10.1016/j.cirp.2017.05.007

[55] MERKLEIN, M.; WIELAND, M.; LECHNER, M.; BRUSCHI, S.; GHIOTTI, A. Hot stamping of boron steel sheets with tailored properties: A review. *Journal of Materials Processing Technology.* 2016, **228,** S. 11-24. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2015.09.023

[56] SPARRER, Y. *Anforderungsgerechtes Werkstoffdesign am Beispiel von Quenching und Partitioning Stählen für den Einsatz in sicherheitsrelevanten Karosseriebauteilen.* Dissertation. 2022.

[57] MERKLEIN, M.; STÖHR, T.; SVEC, T.; WIELAND, M. Funktionsoptimierte Strukturbauteile im Presshärtprozess. *Lightweight Design.* 2010, **3**(5), S. 52-58. DOI: 10.1007/BF03223625

[58] WANG, Y.L.; ZHU, B.; ZHANG, Y.S. New Research Progresses on Hot Stamping Technology of High-Performance Sheet Metal. In: Y. ZHANG und M. MA, Hg. *Advanced High Strength Steel and Press Hardening:* WORLD SCIENTIFIC. 2017, S. 322-336. ISBN 978-981-320-729-5.

[59] Production of a hardened metallic component used as vehicle component comprises heating a plate or a pre-molded component to an austenitizing temperature, and feeding via a transport path while quenching parts of plate or component. Erfinder: J. Krogmeier und J. Boeke. DE10208216 C1.

[60] FORD GLOBAL TECHNOLOGIES LLC. Hot-Stamping Furnace and Method of Hot Stamping. Erfinder: R. SOHMSHETTY, C. CHIRIAC, S.G. LUCKEY, N.R. HARRISON UND P.A. FRIEDMAN. US10335845B2.

[61] BEHRENS, B.-A.; BOUGUECHA, A.; GAEBEL, C.M.; MORITZ, J.; SCHRÖDTER, J. Hot Stamping of Load Adjusted Structural Parts. *Procedia Engineering.* 2014, **81,** S. 1756-1761. DOI: 10.1016/j.proeng.2014.10.227

[62] Method and device for partial hardening of sheet metal components. Erfinder: D. HARTMANN, R. ZIEGLER UND T. HÄGELE. DE102011056444 C5.

[63] MORI, K.; MAENO, T.; MONGKOLKAJI, K. Tailored die quenching of steel parts having strength distribution using bypass resistance heating in hot stamping. *Journal of Materials Processing Technology.* 2013, **213**(3), S. 508-514. DOI: 10.1016/j.jmatprotec.2012.10.005

[64] MAIKRANZ-VALENTIN, M.; WEIDIG, U.; SCHOOF, U.; BECKER, H.-H.; STEINHOFF, K. Components with Optimised Properties due to Advanced Thermo-mechanical Process Strategies in Hot Sheet Metal Forming. *steel research international.* 2008, **79**(2), S. 92-97. DOI: 10.1002/srin.200806322

[65] Device and method for the forming of blanks from high and very high strength steels. Erfinder: Lenze F.-J. und Sikora S. US9068239 B2.

[66] Device for forming and press hardening metal sheet, with integrated heating elements. Erfinder: F. BOHNER, A. SCHIWEK, W. BÖHMER UND M. KOYRO. EP1715066 B1.

[67] WILDE, H.-D.; SCHROMM, M. Intelligente Leichtbaukarosserie. *ATZ extra - Edition "Audi A6".* 2011, S. 166-177.

[68] NAKAGAWA, Y.; MORI, K.-i.; SUZUKI, Y.; SHIMIZU, Y. Tailored tempering without die heating in hot stamping of ultra-high strength steel parts. *Materials & Design.* 2020, **192,** S. 108704. DOI: 10.1016/j.matdes.2020.108704

[69] MORI, K.; OKUDA, Y. Tailor die quenching in hot stamping for producing ultra-high strength steel formed parts having strength distribution. *CIRP Annals.* 2010, **59**(1), S. 291-294. DOI: 10.1016/j.cirp.2010.03.107

[70] Verfahren und Vorrichtung zum Erzeugen partiell gehärteter Stahlblechbauteile. Erfinder: D. HARTMANN UND T. HÄGELE. DE102008063985 B4.
[71] GESTAMP HARDTECH AB. A method of hot stamping and hardening a metal sheet. Erfinder: H. BODIN. WO 2006/038868 A1.
[72] ANDREIEV, A. *Kurzzeitaustenitisierung höchstfester Stähle – eine zeiteffiziente Methode zur Fertigung sicherheitsrelevanter Bauteile mit verbesserten Eigenschaften.* Dissertation. Paderborn. 2020.
[73] ROSENSTOCK, D.; BANIK, J.; GERBER, T.; MYSLOWICKI, S. Hot stamping steel grades with increased tensile strength and ductility - MBW-K 1900, tribond 1200 and tribond 1400. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering.* 2019, **651**(1), S. 12040. DOI: 10.1088/1757-899X/651/1/012040
[74] Verfahren zum Herstellen eines Werkstoffverbundes in einer Walzanlage und Verwendung der Walzanlage. Erfinder: J.-U. BECKER, S. MYSLOWICKI UND R. WUNDERLICH. DE102015110361 B4.
[75] EHLING, W.; CRETTEUR, L.; PIC, A.; VIERSTRAETE, R.; YIN, Q. Development of a laser decoating process for fully functional Al-Si coated press hardened steel laser welded blank solutions. *Proceedings of 5th International WLT-conference on Lasers in Manufacturing.* 2009, S. 409-413.
[76] KHAN, M.S.; RAZMPOOSH, M.H.; BIRO, E.; ZHOU, Y. A review on the laser welding of coated 22MnB5 press-hardened steel and its impact on the production of tailor-welded blanks. *Science and Technology of Welding and Joining.* 2020, **25**(6), S. 447-467. DOI: 10.1080/13621718.2020.1742472
[77] SANTACREU, P.-O.; BADINIER, G.; MOREAU, J.-B.; HERBELIN, J.-M. Fatigue Properties of a New Martensitic Stainless Steel for Hot Stamped Chassis Parts. In: *SAE Technical Paper Series:* SAE International400 Commonwealth Drive, Warrendale, PA, United States. 2015.
[78] LEE, Y.-K.; HAN, J. Current opinion in medium manganese steel. *Materials Science and Technology*. 2015, **31**(7), S. 843-856. DOI: 10.1179/1743284714Y.0000000722
[79] SUN, B. *Processing, Microstructure and Mechanical Behavior of Medium Manganese Steels.* Dissertation. Montreal, Kanada. 2018.
[80] HU, B.; LUO, H.; YANG, F.; DONG, H. Recent progress in medium-Mn steels made with new designing strategies, a review. *Journal of Materials Science & Technology.* 2017, **33**(12), S. 1457-1464. DOI: 10.1016/j.jmst.2017.06.017
[81] BLECK, W.; BRÜHL, F.; MA, Y.; SASSE, C. Materials and Processes for the Third-generation Advanced High-strength Steels. *BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte.* 2019, **164**(11), S. 466-474. DOI: 10.1007/s00501-019-00904-y
[82] SUN, B.; AYDIN, H.; FAZELI, F.; YUE, S. Microstructure Evolution of a Medium Manganese Steel During Thermomechanical Processing. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2016, **47**(4), S. 1782-1791. DOI: 10.1007/s11661-016-3338-5
[83] SUN, B.; FAZELI, F.; SCOTT, C.; BRODUSCH, N.; GAUVIN, R.; YUE, S. The influence of silicon additions on the deformation behavior of austenite-ferrite duplex medium manganese steels. *Acta Materialia.* 2018, **148,** S. 249-262. DOI: 10.1016/j.actamat.2018.02.005
[84] CAI, Z.H.; CAI, B.; DING, H.; CHEN, Y.; MISRA, R.D.K. Microstructure and deformation behavior of the hot-rolled medium manganese steels with varying aluminum-content. *Materials Science and Engineering: A.* 2016, **676,** S. 263-270. DOI: 10.1016/j.msea.2016.08.119
[85] XU, H.; CAO, W.; DONG, H.; LI, J. Effects of Aluminium on the Microstructure and Mechanical Properties in 0.2C–5Mn Steels under Different Heat Treatment Conditions. *ISIJ International.* 2015, **55**(3), S. 662-669. DOI: 10.2355/isijinternational.55.662
[86] GRAMLICH, A.; MIDDLETON, A.; SCHMIDT, R.; KRUPP, U. On the Influence of Vanadium on Air-Hardening Medium Manganese Steels for Sustainable Forging Products. *steel research international.* 2021, **92**(6), S. 2000592. DOI: 10.1002/srin.202000592
[87] LEE, S.; ESTRIN, Y.; COOMAN, B.C. de. Constitutive Modeling of the Mechanical Properties of V-added Medium Manganese TRIP Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2013, **44**(7), S. 3136-3146. DOI: 10.1007/s11661-013-1648-4

[88] VARANASI, R.S.; GAULT, B.; PONGE, D. Effect of Nb micro-alloying on austenite nucleation and growth in a medium manganese steel during intercritical annealing. *Acta Materialia.* 2022, **229,** S. 117786. DOI: 10.1016/j.actamat.2022.117786
[89] ZHANG, D.; LIU, G.; ZHANG, K.; SUN, X.; LIANG, X.; YONG, Q. Effect of Nb microalloying on microstructure evolution and mechanical properties in low carbon medium manganese steel. *Materials Science and Engineering: A.* 2021, **824,** S. 141813. DOI: 10.1016/j.msea.2021.141813
[90] LIU, C.; XIONG, F.; WANG, Y.; CAO, Y.; LIU, X.; XUE, Z.; PENG, Q.; PENG, L. Strengthening Mechanism and Carbide Precipitation Behavior of Nb-Mo Microalloy Medium Mn Steel. *Materials (Basel, Switzerland).* 2021, **14**(23). DOI: 10.3390/ma14237461
[91] GRAMLICH, A.; SCHÄFERS, H.; KRUPP, U. Influence of Alloying Elements on the Dynamic Recrystallization of 4 wt.-% Medium Manganese Steels. *Materials (Basel, Switzerland).* 2020, **13**(22). DOI: 10.3390/ma13225178
[92] HAN, Y.; SHI, J.; XU, L.; CAO, W.Q.; DONG, H. Effects of Ti addition and reheating quenching on grain refinement and mechanical properties in low carbon medium manganese martensitic steel. *Materials & Design.* 2012, **34,** S. 427-434. DOI: 10.1016/j.matdes.2011.08.015
[93] MA, Y. *Processes, microstructure, and mechanical properties of cold-rolled medium-Mn steel.* Dissertation. Aachen: Verlag Mainz. 2020. ISBN 978-3-95886-328-6.
[94] GRAMLICH, A.; VAN DER LINDE, C.; ACKERMANN, M.; BLECK, W. Effect of molybdenum, aluminium and boron on the phase transformation in 4 wt.–% manganese steels. *Results in Materials.* 2020, **8,** S. 100147. DOI: 10.1016/j.rinma.2020.100147
[95] LI, X.; CHANG, Y.; WANG, C.; HU, P.; DONG, H. Comparison of the hot-stamped boron-alloyed steel and the warm-stamped medium-Mn steel on microstructure and mechanical properties. *Materials Science and Engineering: A.* 2017, **679,** S. 240-248. DOI: 10.1016/j.msea.2016.10.045
[96] COOMAN, B.C. de. High Mn TWIP steel and medium Mn steel. In: *Automotive Steels:* Elsevier. 2017, S. 317-385. ISBN 9780081006382.
[97] KUZIAK, R.; KAWALLA, R.; WAENGLER, S. Advanced high strength steels for automotive industry. *Archives of Civil and Mechanical Engineering.* 2008, **8**(2), S. 103-117. DOI: 10.1016/S1644-9665(12)60197-6
[98] MOOR, E. de; MATLOCK, D.K.; SPEER, J.G.; MERWIN, M.J. Austenite stabilization through manganese enrichment. *Scripta Materialia.* 2011, **64**(2), S. 185-188. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2010.09.040
[99] AYDIN, H.; ESSADIQI, E.; JUNG, I.-H.; YUE, S. Development of 3rd generation AHSS with medium Mn content alloying compositions. *Materials Science and Engineering: A.* 2013, **564,** S. 501-508. DOI: 10.1016/j.msea.2012.11.113
[100] ENTWISLE, A.R. The kinetics of martensite formation in steel. *Metallurgical and Materials Transactions B.* 1971, **2**(9), S. 2395-2407. DOI: 10.1007/BF02814877
[101] HUTCHINSON, B.; HAGSTRÖM, J.; KARLSSON, O.; LINDELL, D.; TORNBERG, M.; LINDBERG, F.; THUVANDER, M. Microstructures and hardness of as-quenched martensites (0.1–0.5%C). *Acta Materialia.* 2011, **59**(14), S. 5845-5858. DOI: 10.1016/j.actamat.2011.05.061
[102] KRAUSS, G. Martensite in steel: strength and structure. *Materials Science and Engineering: A.* 1999, **273-275,** S. 40-57. DOI: 10.1016/S0921-5093(99)00288-9
[103] SPEER, J.G.; ASSUNÇÃO, F.C.R.; MATLOCK, D.K.; EDMONDS, D.V. The "quenching and partitioning" process: background and recent progress. *Materials Research.* 2005, **8**(4), S. 417-423. DOI: 10.1590/S1516-14392005000400010
[104] GIRAULT, E.; MERTENS, A.; JACQUES, P.; HOUBAERT, Y.; VERLINDEN, B.; VAN HUMBEECK, J. Comparison of the effects of silicon and aluminium on the tensile behaviour of multiphase TRIP-assisted steels. *Scripta Materialia.* 2001, **44**(6), S. 885-892. DOI: 10.1016/S1359-6462(00)00697-7
[105] MIETTUNEN, I.; GHOSH, S.; SOMANI, M.C.; PALLASPURO, S.; KÖMI, J. Competitive mechanisms occurring during quenching and partitioning of three silicon variants of 0.4

wt.% carbon steels. *Journal of Materials Research and Technology.* 2021, **11,** S. 1045-1060. DOI: 10.1016/j.jmrt.2021.01.085

[106] TOBATA, J.; NGO-HUYNH, K.-L.; NAKADA, N.; TSUCHIYAMA, T.; TAKAKI, S. Role of Silicon in Quenching and Partitioning Treatment of Low-carbon Martensitic Stainless Steel. *ISIJ International.* 2012, **52**(7), S. 1377-1382. DOI: 10.2355/isijinternational.52.1377

[107] LEHNHOFF, G.R.; FINDLEY, K.O.; COOMAN, B.C. de. The influence of silicon and aluminum alloying on the lattice parameter and stacking fault energy of austenitic steel. *Scripta Materialia.* 2014, **92,** S. 19-22. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2014.07.019

[108] KIM, J.; LEE, S.-J.; COOMAN, B.C. de. Effect of Al on the stacking fault energy of Fe–18Mn–0.6C twinning-induced plasticity. *Scripta Materialia.* 2011, **65**(4), S. 363-366. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2011.05.014

[109] GRÄSSEL, O.; KRÜGER, L.; FROMMEYER, G.; MEYER, L.W. High strength Fe–Mn–(Al, Si) TRIP/TWIP steels development — properties — application. *International Journal of Plasticity.* 2000, **16**(10-11), S. 1391-1409. DOI: 10.1016/S0749-6419(00)00015-2

[110] KALSAR, R.; KHANDAL, P.; SUWAS, S. Effects of Stacking Fault Energy on Deformation Mechanisms in Al-Added Medium Mn TWIP Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2019, **50**(8), S. 3683-3696. DOI: 10.1007/s11661-019-05274-1

[111] JEONG, K.; JIN, J.-E.; JUNG, Y.-S.; KANG, S.; LEE, Y.-K. The effects of Si on the mechanical twinning and strain hardening of Fe–18Mn–0.6C twinning-induced plasticity steel. *Acta Materialia.* 2013, **61**(9), S. 3399-3410. DOI: 10.1016/j.actamat.2013.02.031

[112] TIAN, X.; ZHANG, Y. Effect of Si content on the stacking fault energy in γ-Fe–Mn–Si–C alloys: Part I. X-ray diffraction line profile analysis. *Materials Science and Engineering: A.* 2009, **516**(1-2), S. 73-77. DOI: 10.1016/j.msea.2009.02.031

[113] COOMAN, B.C. de. Structure–properties relationship in TRIP steels containing carbide-free bainite. *Current Opinion in Solid State and Materials Science.* 2004, **8**(3-4), S. 285-303. DOI: 10.1016/j.cossms.2004.10.002

[114] SCHULZ, W.-D., THIELE, M. *Feuerverzinken von Stückgut. Werkstoffe, Technologien, Schichtbildung, Eigenschaften, Fehler ; 25 Tabellen.* **2. Aufl.** Bad Saulgau: Leuze. 2012. ISBN 978-3-87480-320-5.

[115] DA KWIATKOWSKI SILVA, A.; INDEN, G.; KUMAR, A.; PONGE, D.; GAULT, B.; RAABE, D. Competition between formation of carbides and reversed austenite during tempering of a medium-manganese steel studied by thermodynamic-kinetic simulations and atom probe tomography. *Acta Materialia.* 2018, **147,** S. 165-175. DOI: 10.1016/j.actamat.2018.01.022

[116] LEE, S.; COOMAN, B.C. de. On the Selection of the Optimal Intercritical Annealing Temperature for Medium Mn TRIP Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2013, **44**(11), S. 5018-5024. DOI: 10.1007/s11661-013-1860-2

[117] NAKADA, N.; TSUCHIYAMA, T.; TAKAKI, S.; MIYANO, N. Temperature Dependence of Austenite Nucleation Behavior from Lath Martensite. *ISIJ International.* 2011, **51**(2), S. 299-304. DOI: 10.2355/isijinternational.51.299

[118] WEI, R.; ENOMOTO, M.; HADIAN, R.; ZUROB, H.S.; PURDY, G.R. Growth of austenite from as-quenched martensite during intercritical annealing in an Fe–0.1C–3Mn–1.5Si alloy. *Acta Materialia.* 2013, **61**(2), S. 697-707. DOI: 10.1016/j.actamat.2012.10.019

[119] BLECK, W.; GUO, X.; MA, Y. The TRIP Effect and Its Application in Cold Formable Sheet Steels. *steel research international.* 2017, **88**(10), S. 1700218. DOI: 10.1002/srin.201700218

[120] DONG, H.; CAO, W.Q.; SHI, J. Formation of an Ultrafine-Grained Austenite-Containing Microstructure from a Cold-Rolled Medium-Manganese Steel Processed Using Intercritical Annealing. *Materials Science Forum.* 2013, **762,** S. 31-37. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.762.31

[121] LEE, S.; COOMAN, B.C. de. Tensile Behavior of Intercritically Annealed Ultra-Fine Grained 8% Mn Multi-Phase Steel. *steel research international.* 2015, **86**(10), S. 1170-1178. DOI: 10.1002/srin.201500038

[122] CAO, W.Q.; WANG, C.; SHI, J.; WANG, M.Q.; HUI, W.J.; DONG, H. Microstructure and mechanical properties of Fe–0.2C–5Mn steel processed by ART-annealing. *Materials Science and Engineering: A.* 2011, **528**(22-23), S. 6661-6666. DOI: 10.1016/j.msea.2011.05.039
[123] HAUPT, M.; DUTTA, A.; PONGE, D.; SANDLÖBES, S.; NELLESSEN, M.; HIRT, G. Influence of Intercritical Annealing on Microstructure and Mechanical Properties of a Medium Manganese Steel. *Procedia Engineering.* 2017, **207,** S. 1803-1808. DOI: 10.1016/j.proeng.2017.10.942
[124] HU, B.; LUO, H. Microstructures and Mechanical Properties of 7Mn Steel Manufactured by Different Rolling Processes. *Metals.* 2017, **7**(11), S. 464. DOI: 10.3390/met7110464
[125] SUN, R.; XU, W.; WANG, C.; SHI, J.; DONG, H.; CAO, W. Work Hardening Behavior of Ultrafine Grained Duplex Medium-Mn Steels Processed by ART-Annealing. *steel research international.* 2012, **83**(4), S. 316-321. DOI: 10.1002/srin.201100317
[126] HAN, J.; DA SILVA, A.K.; PONGE, D.; RAABE, D.; LEE, S.-M.; LEE, Y.-K.; LEE, S.-I.; HWANG, B. The effects of prior austenite grain boundaries and microstructural morphology on the impact toughness of intercritically annealed medium Mn steel. *Acta Materialia.* 2017, **122,** S. 199-206. DOI: 10.1016/j.actamat.2016.09.048
[127] MAGALHÃES, A.S.; DOS SANTOS, C.E.; FERREIRA, A.O.V.; ALVES, D.S.; SANTOS, D.B. Analysis of medium manganese steel through cold-rolling and intercritical annealing or warm-rolling. *Materials Science and Technology.* 2019, **35**(17), S. 2120-2133. DOI: 10.1080/02670836.2018.1463613
[128] MA, Y.; SONG, W.; ZHOU, S.; SCHWEDT, A.; BLECK, W. Influence of Intercritical Annealing Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of a Cold-Rolled Medium-Mn Steel. *Metals.* 2018, **8**(5), S. 357. DOI: 10.3390/met8050357
[129] LEE, S.; LEE, S.-J.; SANTHOSH KUMAR, S.; LEE, K.; COOMAN, B.C. de. Localized Deformation in Multiphase, Ultra-Fine-Grained 6 Pct Mn Transformation-Induced Plasticity Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2011, **42**(12), S. 3638-3651. DOI: 10.1007/s11661-011-0636-9
[130] LI, T.; YAN, S.; LIU, X. Microstructure and tensile behaviors for a medium Mn steel with δ-ferrite phase under different annealing temperatures. *Journal of Materials Research and Technology.* 2021, **15,** S. 708-718. DOI: 10.1016/j.jmrt.2021.08.067
[131] KANG, S.; HOFER, R.W.; SPEER, J.G.; KRIZAN, D.; MATLOCK, D.K.; MOOR, E. de. Intercritical Annealing Response of Medium Manganese Steels Having Different Carbon Concentrations. *steel research international.* 2018, **89**(9), S. 1800069. DOI: 10.1002/srin.201800069
[132] WANG, F.; YE, X.; REN, S.; ZHANG, K.; LIANG, X.; LIU, G. Effect of Intercritical Annealing Time on Microstructure Evolution and Mechanical Properties of Low Carbon Medium Manganese Steel Subjected to Multi-Step Heat Treatment Process. *Materials (Basel, Switzerland).* 2022, **15**(7). DOI: 10.3390/ma15072425
[133] LUO, H.; SHI, J.; WANG, C.; CAO, W.; SUN, X.; DONG, H. Experimental and numerical analysis on formation of stable austenite during the intercritical annealing of 5Mn steel. *Acta Materialia.* 2011, **59**(10), S. 4002-4014. DOI: 10.1016/j.actamat.2011.03.025
[134] ZHAO, X.; SHEN, Y.; QIU, L.; LIU, Y.; SUN, X.; ZUO, L. Effects of Intercritical Annealing Temperature on Mechanical Properties of Fe-7.9Mn-0.14Si-0.05Al-0.07C Steel. *Materials (Basel, Switzerland).* 2014, **7**(12), S. 7891-7906. DOI: 10.3390/ma7127891.
[135] LI, Z.; LIU, Y.; JIA, P.; LUO, C.; ZHANG, R.; QI, H.; YANG, W. Effect of austenite reverted transformation-annealing heat treatment on microstructure and mechanical properties of Fe–0.14C–5Mn–1Al–Ce steel. *Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part E: Journal of Process Mechanical Engineering.* 2021, **235**(6), S. 2221-2229. DOI: 10.1177/09544089211036225
[136] KOISTINEN, D.P.; MARBURGER, R.E. A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels. *Acta Metallurgica.* 1959, **7**(1), S. 59-60. DOI: 10.1016/0001-6160(59)90170-1
[137] MOOR, E. de; SPEER, J.G.; MATLOCK, D.K. Heat Treating Opportunities for Medium Manganese Steels. *Proceedings of the First International Conference on Automobile*

Steel and the 3rd International Conference on High Manganese Steels, Chengdu, China. 2016, S. 182-185.
[138] GLOVER, A.; GIBBS, P.J.; LIU, C.; BROWN, D.W.; CLAUSEN, B.; SPEER, J.G.; MOOR, E. de. Deformation Behavior of a Double Soaked Medium Manganese Steel with Varied Martensite Strength. *Metals.* 2019, **9**(7), S. 761. DOI: 10.3390/met9070761
[139] SEO, E.J.; CHO, L.; COOMAN, B.C. de. Application of Quenching and Partitioning Processing to Medium Mn Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2015, **46**(1), S. 27-31. DOI: 10.1007/s11661-014-2657-7
[140] MOOR, E. de; SPEER, J.G.; MATLOCK, D.K.; KWAK, J.-H.; LEE, S.-B. Quenching and Partitioning of CMnSi Steels Containing Elevated Manganese Levels. *steel research international.* 2012, **83**(4), S. 322-327. DOI: 10.1002/srin.201100318
[141] EDMONDS, D.V.; HE, K.; RIZZO, F.C.; COOMAN, B.C. de; MATLOCK, D.K.; SPEER, J.G. Quenching and partitioning martensite—A novel steel heat treatment. *Materials Science and Engineering: A.* 2006, **438-440,** S. 25-34. DOI: 10.1016/j.msea.2006.02.133
[142] SANTOFIMIA, M.J.; ZHAO, L.; SIETSMA, J. Overview of Mechanisms Involved During the Quenching and Partitioning Process in Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2011, **42**(12), S. 3620-3626. DOI: 10.1007/s11661-011-0706-z
[143] SPEER, J.G.; MOOR, E. de; FINDLEY, K.O.; MATLOCK, D.K.; COOMAN, B.C. de; EDMONDS, D.V. Analysis of Microstructure Evolution in Quenching and Partitioning Automotive Sheet Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2011, **42**(12), S. 3591-3601. DOI: 10.1007/s11661-011-0869-7
[144] HAJYAKBARY, F.; SIETSMA, J.; MIYAMOTO, G.; FURUHARA, T.; SANTOFIMIA, M.J. Interaction of carbon partitioning, carbide precipitation and bainite formation during the Q&P process in a low C steel. *Acta Materialia.* 2016, **104,** S. 72-83. DOI: 10.1016/j.actamat.2015.11.032
[145] KUMAR, S. Quenching and partitioning (Q&P) process: a critical review of the competing reactions. *Materials Science and Technology.* 2022, **38**(11), S. 663-675. DOI: 10.1080/02670836.2022.2062646
[146] TOJI, Y.; MIYAMOTO, G.; RAABE, D. Carbon partitioning during quenching and partitioning heat treatment accompanied by carbide precipitation. *Acta Materialia.* 2015, **86,** S. 137-147. DOI: 10.1016/j.actamat.2014.11.049
[147] ZHONG, N.; WANG, X.; RONG, Y.; WANG, L. Interface Migration between Martensite and Austenite during Quenching and Partitioning (Q&P) Process. *J. Mater. Sci. Technol.* 2006, **22**(6).
[148] THOMAS, G.A.; SPEER, J.G. Interface migration during partitioning of Q&P steel. *Materials Science and Technology.* 2014, **30**(9), S. 998-1007. DOI: 10.1179/1743284714Y.0000000546
[149] SPEER, J.G.; HACKENBERG, R.E.; DECOOMAN, B.C.; MATLOCK, D.K. Influence of interface migration during annealing of martensite/austenite mixtures. *Philosophical Magazine Letters.* 2007, **87**(6), S. 379-382. DOI: 10.1080/09500830701194173
[150] SANTOFIMIA, M.J.; SPEER, J.G.; CLARKE, A.J.; ZHAO, L.; SIETSMA, J. Influence of interface mobility on the evolution of austenite–martensite grain assemblies during annealing. *Acta Materialia.* 2009, **57**(15), S. 4548-4557. DOI: 10.1016/j.actamat.2009.06.024
[151] MISHRA, G.; CHANDAN, A.K.; KUNDU, S. Hot rolled and cold rolled medium manganese steel: Mechanical properties and microstructure. *Materials Science and Engineering: A.* 2017, **701,** S. 319-327. DOI: 10.1016/j.msea.2017.06.088
[152] GIBBS, P.J.; MOOR, E. de; MERWIN, M.J.; CLAUSEN, B.; SPEER, J.G.; MATLOCK, D.K. Austenite Stability Effects on Tensile Behavior of Manganese-Enriched-Austenite Transformation-Induced Plasticity Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2011, **42**(12), S. 3691-3702. DOI: 10.1007/s11661-011-0687-y
[153] GOTTSTEIN, G. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik. Physikalische Grundlagen.* **4. Aufl. 2014.** Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg. 2014. Springer-Lehrbuch. ISBN 978-3-642-36602-4.

[154] FAHR, D. Stress- and strain-induced formation of martensite and its effects on strength and ductility of metastable austenitic stainless steels. *Metallurgical Transactions.* 1971, **2**(7), S. 1883-1892. DOI: 10.1007/BF02913420
[155] LEE, S.; COOMAN, B.C. de. Effect of the Intercritical Annealing Temperature on the Mechanical Properties of 10 Pct Mn Multi-phase Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2014, **45**(11), S. 5009-5016. DOI: 10.1007/s11661-014-2449-0
[156] LEE, S.; WOO, W.; COOMAN, B.C. de. Analysis of the Tensile Behavior of 12 pct Mn Multi-phase (α + γ) TWIP + TRIP Steel by Neutron Diffraction. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2016, **47**(5), S. 2125-2140. DOI: 10.1007/s11661-016-3407-9
[157] LEE, S.; LEE, K.; COOMAN, B.C. de. Observation of the TWIP + TRIP Plasticity-Enhancement Mechanism in Al-Added 6 Wt Pct Medium Mn Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2015, **46**(6), S. 2356-2363. DOI: 10.1007/s11661-015-2854-z
[158] VARANASI, R.S.; ZAEFFERER, S.; SUN, B.; PONGE, D. Localized deformation inside the Lüders front of a medium manganese steel. *Materials Science and Engineering: A.* 2021, **824,** S. 141816. DOI: 10.1016/j.msea.2021.141816
[159] LI, Z.C.; DING, H.; MISRA, R.D.K.; CAI, Z.H. Deformation behavior in cold-rolled medium-manganese TRIP steel and effect of pre-strain on the Lüders bands. *Materials Science and Engineering: A.* 2017, **679,** S. 230-239. DOI: 10.1016/j.msea.2016.10.042
[160] CAI, Z.H.; JING, S.Y.; LI, H.Y.; ZHANG, K.M.; MISRA, R.D.K.; DING, H.; TANG, Z.Y. The influence of microstructural characteristics on yield point elongation phenomenon in Fe-0.2C-11Mn-2Al steel. *Materials Science and Engineering: A.* 2019, **739,** S. 17-25. DOI: 10.1016/j.msea.2018.09.114
[161] WANG, X.G.; HE, B.B.; LIU, C.H.; JIANG, C.; HUANG, M.X. Extraordinary Lüders-strain-rate in medium Mn steels. *Materialia.* 2019, **6,** S. 100288. DOI: 10.1016/j.mtla.2019.100288
[162] WANG, X.G.; WANG, L.; HUANG, M.X. Kinematic and thermal characteristics of Lüders and Portevin-Le Châtelier bands in a medium Mn transformation-induced plasticity steel. *Acta Materialia.* 2017, **124,** S. 17-29. DOI: 10.1016/j.actamat.2016.10.069
[163] WANG, X.-g.; HUANG, M.-x. Temperature dependence of Lüders strain and its correlation with martensitic transformation in a medium Mn transformation-induced plasticity steel. *Journal of Iron and Steel Research International.* 2017, **24**(11), S. 1073-1077. DOI: 10.1016/S1006-706X(17)30156-5
[164] COTTRELL, A.H.; BILBY, B.A. Dislocation Theory of Yielding and Strain Ageing of Iron. *Proceedings of the Physical Society. Section A.* 1949, (62), S. 49-62.
[165] JOHNSTON, W.G.; GILMAN, J.J. Dislocation Velocities, Dislocation Densities, and Plastic Flow in Lithium Fluoride Crystals. *Journal of Applied Physics.* 1959, **30**(2), S. 129-144. DOI: 10.1063/1.1735121
[166] HAHN, G.T. A model for yielding with special reference to the yield-point phenomena of iron and related bcc metals. *Acta Metallurgica.* 1962, **10**(8), S. 727-738. DOI: 10.1016/0001-6160(62)90041-X
[167] ZHANG, M.; LI, R.; DING, J.; CHEN, H.; PARK, J.-S.; ALMER, J.; WANG, Y.-D. In situ high-energy X-ray diffraction mapping of Lüders band propagation in medium-Mn transformation-induced plasticity steels. *Materials Research Letters.* 2018, **6**(12), S. 662-667. DOI: 10.1080/21663831.2018.1530698
[168] COOMAN, B.C. de; KWON, O.; CHIN, K.-G. State-of-the-knowledge on TWIP steel. *Materials Science and Technology.* 2012, **28**(5), S. 513-527. DOI: 10.1179/1743284711Y.0000000095
[169] OWEN, W.S.; GRUJICIC, M. Strain aging of austenitic Hadfield manganese steel. *Acta Materialia.* 1998, **47**(1), S. 111-126. DOI: 10.1016/S1359-6454(98)00347-4
[170] APPEN, J. von; DRONSKOWSKI, R. Carbon-Induced Ordering in Manganese-Rich Austenite - A Density-Functional Total-Energy and Chemical-Bonding Study. *steel research international.* 2011, **82**(2), S. 101-107. DOI: 10.1002/srin.201000260
[171] LEE, S.-J.; KIM, J.; KANE, S.N.; COOMAN, B.C. de. On the origin of dynamic strain aging in twinning-induced plasticity steels. *Acta Materialia.* 2011, **59**(17), S. 6809-6819. DOI: 10.1016/j.actamat.2011.07.040

[172] YILMAZ, A. The Portevin-Le Chatelier effect: a review of experimental findings. *Science and technology of advanced materials.* 2011, **12**(6), S. 63001. DOI: 10.1088/1468-6996/12/6/063001
[173] CALLAHAN, M.; HUBERT, O.; HILD, F.; PERLADE, A.; SCHMITT, J.-H. Coincidence of strain-induced TRIP and propagative PLC bands in Medium Mn steels. *Materials Science and Engineering: A.* 2017, **704,** S. 391-400. DOI: 10.1016/j.msea.2017.08.042
[174] SUN, B.; VANDERESSE, N.; FAZELI, F.; SCOTT, C.; CHEN, J.; BOCHER, P.; JAHAZI, M.; YUE, S. Discontinuous strain-induced martensite transformation related to the Portevin-Le Chatelier effect in a medium manganese steel. *Scripta Materialia.* 2017, **133,** S. 9-13. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2017.01.022
[175] YANG, F.; LUO, H.; PU, E.; ZHANG, S.; DONG, H. On the characteristics of Portevin–Le Chatelier bands in cold-rolled 7Mn steel showing transformation-induced plasticity. *International Journal of Plasticity.* 2018, **103,** S. 188-202. DOI: 10.1016/j.ijplas.2018.01.010
[176] LATYPOV, M.I.; SHIN, S.; COOMAN, B.C. de; KIM, H.S. Micromechanical finite element analysis of strain partitioning in multiphase medium manganese TWIP+TRIP steel. *Acta Materialia.* 2016, **108,** S. 219-228. DOI: 10.1016/j.actamat.2016.02.001
[177] SUN, B.; FAZELI, F.; SCOTT, C.; YAN, X.; LIU, Z.; QIN, X.; YUE, S. Critical role of strain partitioning and deformation twinning on cracking phenomenon occurring during cold rolling of two duplex medium manganese steels. *Scripta Materialia.* 2017, **130,** S. 49-53. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2016.11.009
[178] KNIJF, D. de; PETROV, R.; FÖJER, C.; KESTENS, L.A.I. Effect of fresh martensite on the stability of retained austenite in quenching and partitioning steel. *Materials Science and Engineering: A.* 2014, **615,** S. 107-115. DOI: 10.1016/j.msea.2014.07.054
[179] GIBBS, P.J.; COOMAN, B.C. de; BROWN, D.W.; CLAUSEN, B.; SCHROTH, J.G.; MERWIN, M.J.; MATLOCK, D.K. Strain partitioning in ultra-fine grained medium-manganese transformation induced plasticity steel. *Materials Science and Engineering: A.* 2014, **609,** S. 323-333. DOI: 10.1016/j.msea.2014.03.120
[180] DUTTA, A.; PONGE, D.; SANDLÖBES, S.; RAABE, D. Strain partitioning and strain localization in medium manganese steels measured by in situ microscopic digital image correlation. *Materialia.* 2019, **5,** S. 100252. DOI: 10.1016/j.mtla.2019.100252
[181] MAHIEU, J.; COOMAN, B.C. de; MAKI, J. Phase transformation and mechanical properties of si-free CMnAl transformation-induced plasticity-aided steel. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2002, **33**(8), S. 2573-2580. DOI: 10.1007/s11661-002-0378-9
[182] CAPDEVILA, C.; CABALLERO, F.G.; ANDRÉS, C.G. de. Determination of Ms Temperature in Steels: A Bayesian Neural Network Model. *ISIJ International.* 2002, **42**(8), S. 894-902. DOI: 10.2355/isijinternational.42.894
[183] LIU, C.; XIONG, F.; LIU, G.; WANG, Y.; CAO, Y.; XUE, Z.; PENG, Q. Austenite Stability and Deformation Behavior in Medium Mn Steel Processed by Cyclic Quenching ART Heat Treatment. *Materials (Basel, Switzerland).* 2021, **14**(23). DOI: 10.3390/ma14237132
[184] LEE, S.J.; LEE, Y.K. Effect of Austenite Grain Size on Martensitic Transformation of a Low Alloy Steel. *Materials Science Forum.* 2005, **475-479,** S. 3169-3172. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.475-479.3169
[185] VAN BOHEMEN, S.M.C.; MORSDORF, L. Predicting the Ms temperature of steels with a thermodynamic based model including the effect of the prior austenite grain size. *Acta Materialia.* 2017, **125,** S. 401-415. DOI: 10.1016/j.actamat.2016.12.029
[186] GUIMARÃES, J.R.C.; RIOS, P.R. Martensite start temperature and the austenite grain-size. *Journal of Materials Science.* 2010, **45**(4), S. 1074-1077. DOI: 10.1007/s10853-009-4044-0
[187] LEE, S.; LEE, S.-J.; COOMAN, B.C. de. Austenite stability of ultrafine-grained transformation-induced plasticity steel with Mn partitioning. *Scripta Materialia.* 2011, **65**(3), S. 225-228. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2011.04.010

[188] CHIANG, J.; LAWRENCE, B.; BOYD, J.D.; PILKEY, A.K. Effect of microstructure on retained austenite stability and work hardening of TRIP steels. *Materials Science and Engineering: A.* 2011, **528**(13-14), S. 4516-4521. DOI: 10.1016/j.msea.2011.02.032
[189] XIONG, X.C.; CHEN, B.; HUANG, M.X.; WANG, J.F.; WANG, L. The effect of morphology on the stability of retained austenite in a quenched and partitioned steel. *Scripta Materialia.* 2013, **68**(5), S. 321-324. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2012.11.003
[190] BAO, G.; HUTCHINSON, J.W.; MCMEEKING, R.M. The flow stress of dual-phase, non-hardening solids. *Mechanics of Materials.* 1991, **12**(2), S. 85-94. DOI: 10.1016/0167-6636(91)90056-6
[191] JACQUES, P.J.; DELANNAY, F.; LADRIÈRE, J. On the influence of interactions between phases on the mechanical stability of retained austenite in transformation-induced plasticity multiphase steels. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2001, **32**(11), S. 2759-2768. DOI: 10.1007/s11661-001-1027-4
[192] HILKHUIJSEN, P.; GEIJSELAERS, H.J.M.; BOR, T.C.; PERDAHCIOĞLU, E.S.; VD BOOGAARD, A.H.; AKKERMAN, R. Strain direction dependency of martensitic transformation in austenitic stainless steels: The effect of. *Materials Science and Engineering: A.* 2013, **573,** S. 100-105. DOI: 10.1016/j.msea.2013.02.036
[193] KRUIJVER, S.O.; ZHAO, L.; SIETSMA, J.; OFFERMAN, S.E.; VAN DIJK, N.H.; LAURIDSEN, E.M.; MARGULIES, L.; GRIGULL, S.; POULSEN, H.F.; VAN DER ZWAAG, S. In situ observations on the mechanical stability of austenite in TRIP-steel. *Journal de Physique IV (Proceedings).* 2003, **104,** S. 499-502. DOI: 10.1051/jp4:20030131
[194] KNIJF, D. de; FÖJER, C.; KESTENS, L.A.I.; PETROV, R. Factors influencing the austenite stability during tensile testing of Quenching and Partitioning steel determined via in-situ Electron Backscatter Diffraction. *Materials Science and Engineering: A.* 2015, **638,** S. 219-227. DOI: 10.1016/j.msea.2015.04.075
[195] EUROPEAN COMMISSION. DIRECTORATE GENERAL FOR RESEARCH AND INNOVATION. *Green press hardening steel grades (GPHS): final report:* Publications Office. 2015. ISBN 9789279485404.
[196] LI, S.-s.; LUO, H.-w. Medium-Mn steels for hot forming application in the automotive industry. *International Journal of Minerals, Metallurgy and Materials.* 2021, **28**(5), S. 741-753. DOI: 10.1007/s12613-020-2179-9
[197] LIM, W.-S.; CHOI, H.-S.; AHN, S.-y.; KIM, B.-M. Cooling channel design of hot stamping tools for uniform high-strength components in hot stamping process. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology.* 2014, **70**(5-8), S. 1189-1203. DOI: 10.1007/s00170-013-5331-0
[198] TIAN, X.; ZHANG, Y.; LI, J. Investigation on Tribological Behavior of Advanced High Strength Steels: Influence of Hot Stamping Process Parameters. *Tribology Letters.* 2012, **45**(3), S. 489-495. DOI: 10.1007/s11249-011-9908-1
[199] SCHRENK, M.; KRENN, S.; RODRÍGUEZ RIPOLL, M.; NEVOSAD, A.; PAAR, S.; GRUNDTNER, R.; ROHM, G.; FRANEK, F. Statistical analysis on the impact of process parameters on tool damage during press hardening. *Journal of Manufacturing Processes.* 2016, **23,** S. 222-230. DOI: 10.1016/j.jmapro.2016.05.008
[200] SUH, D.-W.; KIM, S.-J. Medium Mn transformation-induced plasticity steels: Recent progress and challenges. *Scripta Materialia.* 2017, **126,** S. 63-67. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2016.07.013
[201] LINO, R.E.; MARINS, Â.M.F.; MARCHI, L.A.; MENDES, J.A.; PENNA, L.V.; NETO, J.G.C.; CALDEIRA, J.H.P.; DA COSTA E SILVA, A.L.V. Influence of the chemical composition on steel casting performance. *Journal of Materials Research and Technology.* 2017, **6**(1), S. 50-56. DOI: 10.1016/j.jmrt.2016.05.002
[202] ALLAM, T.; BLECK, W.; KLINKENBERG, C.; KINTSCHER, B.; KRUPP, U.; RUDNIZKI, J. The continuous casting behavior of medium manganese steels. *Journal of Materials Research and Technology.* 2021, **15,** S. 292-305. DOI: 10.1016/j.jmrt.2021.08.019
[203] MAGALHÃES, A.S.; MOUTINHO, I.D.; OLIVEIRA, I.R.; FERREIRA, A.O.V.; ALVES, D.S.; SANTOS, D.B. Ultrafinegrained Microstructure in a Medium Manganese Steel af-

ter Warm Rolling without Intercritical Annealing. *ISIJ International.* 2017, **57**(6), S. 1121-1128. DOI: 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2016-733

[204] DINGLEY, D.J.; RANDLE, V. Microtexture determination by electron back-scatter diffraction. *Journal of Materials Science.* 1992, **27**(17), S. 4545-4566. DOI: 10.1007/BF01165988

[205] WRIGHT, S.I.; NOWELL, M.M. EBSD image quality mapping. *Microscopy and microanalysis : the official journal of Microscopy Society of America, Microbeam Analysis Society, Microscopical Society of Canada.* 2006, **12**(1), S. 72-84. DOI: 10.1017/S1431927606060090

[206] RYDE, L. Application of EBSD to analysis of microstructures in commercial steels. *Materials Science and Technology.* 2006, **22**(11), S. 1297-1306. DOI: 10.1179/174328406X130948

[207] KANG, J.-Y.; PARK, S.-J.; MOON, M.-B. Phase analysis on dual-phase steel using band slope of electron backscatter diffraction pattern. *Microscopy and microanalysis : the official journal of Microscopy Society of America, Microbeam Analysis Society, Microscopical Society of Canada.* 2013, **19 Suppl 5,** S. 13-16. DOI: 10.1017/S1431927613012233

[208] KANG, J.-Y.; KIM, D.H.; BAIK, S.-I.; AHN, T.-H.; KIM, Y.-W.; HAN, H.N.; OH, K.H.; LEE, H.-C.; HAN, S.H. Phase Analysis of Steels by Grain-averaged EBSD Functions. *ISIJ International.* 2011, **51**(1), S. 130-136. DOI: 10.2355/isijinternational.51.130

[209] THOMAS, G.; SPEER, J.; MATLOCK, D.; MICHAEL, J. Application of electron backscatter diffraction techniques to quenched and partitioned steels. *Microscopy and microanalysis : the official journal of Microscopy Society of America, Microbeam Analysis Society, Microscopical Society of Canada.* 2011, **17**(3), S. 368-373. DOI: 10.1017/S1431927610094432

[210] OTSU, N. A Threshold Selection Method from Gray-Level Histograms. *IEEE TRANSACTIONS ON SYSTREMS, MAN, AND CYBERNETICS.* 1979, **9**(1), S. 62-66.

[211] CHANG, Y. *Evidence and effects of heterogeneities in complex phase and dual phase steels.* Dissertation. Aachen. 2021.

[212] PANTLEON, W. Resolving the geometrically necessary dislocation content by conventional electron backscattering diffraction. *Scripta Materialia.* 2008, **58**(11), S. 994-997. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2008.01.050

[213] RIETVELD, H.M. The Rietveld method. *Physica Scripta.* 2014, **89**(9), S. 98002. DOI: 10.1088/0031-8949/89/9/098002

[214] GRAŽULIS, S.; DAŠKEVIČ, A.; MERKYS, A.; CHATEIGNER, D.; LUTTEROTTI, L.; QUIRÓS, M.; SEREBRYANAYA, N.R.; MOECK, P.; DOWNS, R.T.; LE BAIL, A. Crystallography Open Database (COD): an open-access collection of crystal structures and platform for world-wide collaboration. *Nucleic acids research.* 2012, **40**(Database issue), D420-7. DOI: 10.1093/nar/gkr900

[215] SANTOFIMIA, M.J.; ZHAO, L.; PETROV, R.; KWAKERNAAK, C.; SLOOF, W.G.; SIETSMA, J. Microstructural development during the quenching and partitioning process in a newly designed low-carbon steel. *Acta Materialia.* 2011, **59**(15), S. 6059-6068. DOI: 10.1016/j.actamat.2011.06.014

[216] ANGELI, J.; FÜREDER, E.; PANHOLZER, M.; KNEISSL, A.C. Ätztechniken für die Phasencharakterisierung von niedriglegierten Dual-Phasen- und TRIP-Stählen. *Practical Metallography.* 2006, **43**(10), S. 489-504. DOI: 10.3139/147.100315

[217] ASTM International. A1033-10, *Standard Practice for Quantitative Measurement and Reporting of Hypoeutectoid Carbon and Low-Alloy Steel Phase Transformations*.

[218] VAN BOHEMEN, S.M.C.; SIETSMA, J. Martensite Formation in Partially and Fully Austenitic Plain Carbon Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2009, **40**(5), S. 1059-1068. DOI: 10.1007/s11661-009-9796-2

[219] SEO, E.J.; CHO, L.; COOMAN, B.C. de. Modified Methodology for the Quench Temperature Selection in Quenching and Partitioning (Q&P) Processing of Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2016, **47**(8), S. 3797-3802. DOI: 10.1007/s11661-016-3579-3

[220] KUMAR, A.; TIWARI, A. A Comparative Study of Otsu Thresholding and K-means Algorithm of Image Segmentation. *International Journal of Engineering and Technical Research (IJETR).* 2019, **9**(5). DOI: 10.31873/IJETR.9.5.2019.62
[221] NOLZE, G.; WINKELMANN, A.; CIOS, G.; TOKARSKI, T. Tetragonality mapping of martensite in a high-carbon steel by EBSD. *Materials Characterization.* 2021, **175,** S. 111040. DOI: 10.1016/j.matchar.2021.111040
[222] KURDJUMOV, G.V.; KHACHATURYAN, A.G. Nature of axial ratio anomalies of the martensite lattice and mechanism of diffusionless γ → α transformation. *Acta Metallurgica.* 1975, **23**(9), S. 1077-1088. DOI: 10.1016/0001-6160(75)90112-1
[223] LUO, Q. A New XRD Method to Quantify Plate and Lath Martensites of Hardened Medium-Carbon Steel. *Journal of Materials Engineering and Performance.* 2016, **25**(6), S. 2170-2179. DOI: 10.1007/s11665-016-2053-0
[224] XIAO; FAN; JINXIU; MINGXING; MOKUANG; ZHENQI. Lattice-parameter variation with carbon content of martensite. I. X-ray-diffraction experimental study. *Physical review. B, Condensed matter.* 1995, **52**(14), S. 9970-9978. DOI: 10.1103/PhysRevB.52.9970
[225] TANAKA, T.; MARUYAMA, N.; NAKAMURA, N.; WILKINSON, A.J. Tetragonality of Fe-C martensite – a pattern matching electron backscatter diffraction analysis compared to X-ray diffraction. *Acta Materialia.* 2020, **195,** S. 728-738. DOI: 10.1016/j.actamat.2020.06.017
[226] LOBODYUK, V.A.; MESHKOV, Y.Y.; PERELOMA, E.V. On Tetragonality of the Martensite Crystal Lattice in Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 2019, **50**(1), S. 97-103. DOI: 10.1007/s11661-018-4999-z
[227] PINTO, L.A.; PÉREZ ESCOBAR, D.; SANTOS, O.S.H.; LOPES, N.I.A.; CARNEIRO, J.R.G.; RIBEIRO-ANDRADE, R. Influence of surface preparation method on retained austenite quantification. *Materials Today Communications.* 2020, **24,** S. 101226. DOI: 10.1016/j.mtcomm.2020.101226
[228] BORATTO, F.; BARBOSA, R.; YUE, S.; JONAS, J.J. Effect of chemical composition on the critical temperatures of microalloyed steels. *International Conference on Physical Metallurgy of Thermomechanical Processing of Steels and Other Metals.* 1988, S. 383-390.
[229] BAI, D.Q.; YUE, S.; SUN, W.P.; JONAS, J.J. Effect of Deformation Parameters on the No-Recrystallization Temperature in Nb-Bearing Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A.* 1993, **24**(10), S. 2151-2159. DOI: 10.1007/BF02648589
[230] BELLAVOINE, M.; DUMONT, M.; DEHMAS, M.; STARK, A.; SCHELL, N.; DRILLET, J.; HÉBERT, V.; MAUGIS, P. Ferrite recrystallization and austenite formation during annealing of cold-rolled advanced high-strength steels: In situ synchrotron X-ray diffraction and modeling. *Materials Characterization.* 2019, **154,** S. 20-30. DOI: 10.1016/j.matchar.2019.05.020
[231] BARBIER, D.; GERMAIN, L.; HAZOTTE, A.; GOUNÉ, M.; CHBIHI, A. Microstructures resulting from the interaction between ferrite recrystallization and austenite formation in dual-phase steels. *Journal of Materials Science.* 2015, **50**(1), S. 374-381. DOI: 10.1007/s10853-014-8596-2
[232] KLUBAKOV, A.; HAASE, C.; ALLAM, T.; SPARRER, Y.; PÜTZ, R.D.; KRUPP, U.; MÜNSTERMANN, S.; ZANDER, D.; SPRINGER, H. Metallurgical Gradients in Structural Materials: Potential and Challenges in Creating Artificial Segregations in Medium Manganese Steel via Roll-Bonding. *steel research international.* 2021, **92**(12), S. 2100429. DOI: 10.1002/srin.202100429
[233] POYRAZ, O.; ÖGEL, B. Recrystallization, grain growth and austenite formation in cold rolled steels during intercritical annealing. *Journal of Materials Research and Technology.* 2020, **9**(5), S. 11263-11277. DOI: 10.1016/j.jmrt.2020.08.015
[234] CABALLERO, F.G.; GARC&IACUTE; A-JUNCEDA, A.; CAPDEVILA, C.; ANDR&EACUTE, a.d.; S, C. Evolution of Microstructural Banding during the Manufacturing Process of Dual Phase Steels. *MATERIALS TRANSACTIONS.* 2006, **47**(9), S. 2269-2276. DOI: 10.2320/matertrans.47.2269

[235] JO, M.C.; CHOI, J.H.; LEE, H.; ZARGARAN, A.; RYU, J.H.; SOHN, S.S.; KIM, N.J.; LEE, S. Effects of solute segregation on tensile properties and serration behavior in ultra-high-strength high-Mn TRIP steels. *Materials Science and Engineering: A.* 2019, **740-741,** S. 16-27. DOI: 10.1016/j.msea.2018.10.065
[236] MORITO, S.; NISHIKAWA, J.; MAKI, T. Dislocation Density within Lath Martensite in Fe-C and Fe-Ni Alloys. *ISIJ International.* 2003, **43**(9), S. 1475-1477. DOI: 10.2355/isijinternational.43.1475
[237] NIINO, T.; INOUE, J.; OJIMA, M.; NAMBU, S.; KOSEKI, T. Effects of Solute Carbon on the Work Hardening Behavior of Lath Martensite in Low-Carbon Steel. *ISIJ International.* 2017, **57**(1), S. 181-188. DOI: 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2016-430
[238] WANG, M.-M.; HELL, J.-C.; TASAN, C.C. Martensite size effects on damage in quenching and partitioning steels. *Scripta Materialia.* 2017, **138,** S. 1-5. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2017.05.021
[239] HIDALGO, J.; CELADA-CASERO, C.; SANTOFIMIA, M.J. Fracture mechanisms and microstructure in a medium Mn quenching and partitioning steel exhibiting macrosegregation. *Materials Science and Engineering: A.* 2019, **754,** S. 766-777. DOI: 10.1016/j.msea.2019.03.055
[240] KUZMINA, M.; PONGE, D.; RAABE, D. Grain boundary segregation engineering and austenite reversion turn embrittlement into toughness: Example of a 9 wt.% medium Mn steel. *Acta Materialia.* 2015, **86,** S. 182-192. DOI: 10.1016/j.actamat.2014.12.021
[241] DUCHATEAU, D.; GUTTMANN, M. Relationships between microstructure and mechanical properties of microduplex α + (γ + ε) 6 and 9%Mn steels for cryogenic applications. *Metal Science.* 1983, **17**(5), S. 229-240. DOI: 10.1179/030634583790420862
[242] SUN, B.; MA, Y.; VANDERESSE, N.; VARANASI, R.S.; SONG, W.; BOCHER, P.; PONGE, D.; RAABE, D. Macroscopic to nanoscopic in situ investigation on yielding mechanisms in ultrafine grained medium Mn steels: Role of the austenite-ferrite interface. *Acta Materialia.* 2019, **178,** S. 10-25. DOI: 10.1016/j.actamat.2019.07.043
[243] CARLTON, C.E.; FERREIRA, P.J. What is behind the inverse Hall–Petch effect in nanocrystalline materials? *Acta Materialia.* 2007, **55**(11), S. 3749-3756. DOI: 10.1016/j.actamat.2007.02.021
[244] TAKAKI, S.; AKAMA, D.; NAKADA, N.; TSUCHIYAMA, T. Effect of Grain Boundary Segregation of Interstitial Elements on Hall–Petch Coefficient in Steels. *MATERIALS TRANSACTIONS.* 2014, **55**(1), S. 28-34. DOI: 10.2320/matertrans.MA201314
[245] STEINEDER, K.; KRIZAN, D.; SCHNEIDER, R.; BÉAL, C.; SOMMITSCH, C. On the microstructural characteristics influencing the yielding behavior of ultra-fine grained medium-Mn steels. *Acta Materialia.* 2017, **139,** S. 39-50. DOI: 10.1016/j.actamat.2017.07.056
[246] BOBZIN, K.; BRÖGELMANN, T.; KRUPPE, N.C.; JANOWITZ, J. Smart PVD hard coatings with temperature sensor function. *Surface and Coatings Technology.* 2021, **423,** S. 127631. DOI: 10.1016/j.surfcoat.2021.127631
[247] BOBZIN, K.; BRÖGELMANN, T.; KRUPPE, N.C.; STALPERS, L.; JANOWITZ, J. Dünne PVD-Hartstoffschichten zur Online-Temperaturmessung. *Vakuum in Forschung und Praxis.* 2018, **30**(6), S. 28-33. DOI: 10.1002/vipr.201800699
[248] BAAK, N.; HAJAVIFARD, R.; LÜCKER, L.; ROZO VASQUEZ, J.; STRODICK, S.; TESCHKE, M.; WALTHER, F. Micromagnetic approaches for microstructure analysis and capability assessment. *Materials Characterization.* 2021, **178,** S. 111189. DOI: 10.1016/j.matchar.2021.111189
[249] HAN, J.; LEE, Y.-K. The effects of the heating rate on the reverse transformation mechanism and the phase stability of reverted austenite in medium Mn steels. *Acta Materialia.* 2014, **67,** S. 354-361. DOI: 10.1016/j.actamat.2013.12.038
[250] IKPE, A.E.; OWUNNA, I.B.; SATOPE, P. Design optimization of a B-pillar for crashworthiness of vehicle side impact. *JOURNAL OF MECHANICAL ENGINEERING AND SCIENCES.* 2017, **11**(2), S. 2693-2710. DOI: 10.15282/jmes.11.2.2017.11.0245
[251] CHOI, W.S.; COOMAN, B.C. de. Characterization of the Bendability of Press-Hardened 22MnB5 Steel. *steel research international.* 2014, **85**(5), S. 824-835. DOI: 10.1002/srin.201300276

[252] YAMAZAKI, K. Current situation and properties of ultra-high strength steel for automotive use in Japan. *Revue de Métallurgie.* 2003, **100**(7-8), S. 779-786. DOI: 10.1051/metal:2003160

[253] KAIJALAINEN, A.; HAUTAMÄKI, I.; KESTI, V.; PIKKARAINEN, T.; TERVO, H.; MEHTONEN, S.; PORTER, D.; KÖMI, J. The Influence of Microstructure on the Bendability of Direct Quenched Wear Resistant Steel. *steel research international.* 2019, **90**(8), S. 1900059. DOI: 10.1002/srin.201900059

[254] CHÉHAB, B.; ZUROB, H.; EMBURY, D.; BOUAZIZ, O.; BRECHET, Y. Compositionally Graded Steels: A Strategy for Materials Development. *Advanced Engineering Materials.* 2009, **11**(12), S. 992-999. DOI: 10.1002/adem.200900180