

Untersuchungen zur zeitaufgelösten Spannungsentwicklung und
Eigenspannungsentstehung beim Laserstrahlstandhärten am Beispiel
des Stahls 42CrMo4

Zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der Ingenieurwissenschaften
der Fakultät für Maschinenbau
Karlsruher Institut für Technologie (KIT)

genehmigte

Dissertation

von

Dipl.-Ing. Vladimir Kostov

Tag der mündlichen Prüfung: 27.05.2014

Hauptreferent: Prof. Dr. rer. nat. Dipl.-Ing. Alexander Wanner

Korreferent: Prof. Dr.-Ing. habil. Berthold Scholtes

Vorwort

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Angewandte Materialien - Werkstoffkunde (IAM-WK) des Karlsruher Instituts für Technologie (KIT). Sie wurde dankenswerterweise durch das Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) finanziell unterstützt. Zum Gelingen dieser Arbeit hat eine Vielzahl von Personen beigetragen, bei denen ich mich herzlich bedanken möchte.

Mein Dank gilt an erster Stelle Herrn Prof. Dr. rer. nat. Alexander Wanner für die Möglichkeit zur Durchführung dieser Arbeit, die engagierten fachlichen Diskussionen sowie für die zügige Durchsicht des Manuskripts und die Übernahme des Hauptreferats.

Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Berthold Scholtes danke ich für die Durchsicht des Manuskripts und die Übernahme des Koreferats.

Mein besonderer Dank gilt Herrn Dr.-Ing. Jens Gibmeier, bei dem ich mich für das mir entgegengebrachte Vertrauen sowie für die vielen anregenden Diskussionen und wertvollen Hinweise bedanke. Er hat mich in allen Phasen meiner Arbeit bereitwillig mit seinem Fachwissen und Erfahrung unterstützt.

Den Kollegen Dr. P. Staron und Dr. F. Wilde vom Helmholtz-Zentrum Geesthacht (HZG) sowie Dr. S. Doyle vom ANKA danke ich herzlich für die ausgezeichnete technische und wissenschaftliche Unterstützung an den Beamlines P05@PETRA III und PDIFF@ANKA. Frau Dr. S. Bauer vom ANKA möchte ich für die Nutzung des fasergekoppelten Diodenlasersystems danken.

Weiterhin gilt mein Dank allen Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern des Instituts für Angewandte Materialien - Werkstoffkunde. Besonders möchte ich mich bei Herrn R. Rößler bedanken, der eine große Hilfe beim Aufbau und der Durchführung der Ex-situ- und In-situ-Laserhärteexperimente war. Frau E. Stahl sowie den Herren S. Bäuerle, R. Hofsäb und I. Mugrauer möchte ich für die technische Unterstützung und die kollegiale Arbeitsatmosphäre in der Röntgenographie danken, stellvertretend für die mechanische Werkstatt den Herren W. Schäfer und T. Unger, Herrn D. Mügge für die Wärmebehandlung und schließlich allen Mitarbeitern der Metallographie. Ein besonderer Dank geht an Frau Dipl.-Ing. Anna-Lena Zefferer, die mich bei der Durchführung der Simulationsrechnungen unterstützt hat.

Weiterhin danke ich all jenen Studierenden, die sowohl als wissenschaftliche Hilfskräfte als auch durch Studien- Bachelor- und Diplomarbeiten einen entscheidenden Anteil am Gelingen der Arbeit hatten. Insbesondere sind zu erwähnen: T. Filatova, K. Lichtenberg, H. Mann, A. L. Zefferer, B. Brox, S. Hager, P. Herig, H. Hinners, I. Ivanov, J. Marker und Ph. Messer.

Schließlich gebührt mein Dank meiner Familie, für den Rückhalt und die Förderung, durch die diese Arbeit erst möglich wurde. Meiner Freundin Dessi danke ich für die Geduld und die Liebe.

Inhaltsverzeichnis

1	EINLEITUNG	1
2	KENNTNISSTAND	3
2.1	Eigen- und Lastspannungen in kristallinen Werkstoffen	3
2.1.1	Definitionen und Entstehungsursachen	3
2.1.2	Ermittlung.....	5
2.2	Laserrandschichthärten	15
2.2.1	Werkstoffkundliche Grundlagen	16
2.2.2	Eigenspannungsausbildung	19
2.2.3	Einflussgrößen des Prozessergebnisses	22
2.2.4	Simulation des Laserrandschichthärtens	27
2.2.5	Fazit zum aktuellen Erkenntnisstand.....	27
3	UNTERSUCHUNGEN IM ENDZUSTAND	31
3.1	Versuchswerkstoff, -aufbau und -durchführung	31
3.1.1	Versuchswerkstoff und Probengeometrie	31
3.1.2	Laserrandschichthärteexperimente	32
3.1.3	Mikrostrukturelle Untersuchungen.....	37
3.1.4	Röntgenographische Untersuchungen.....	38
3.2	Aufbau und Ablauf der Prozesssimulation	41
3.3	Ergebnisse zum Ausgangszustand des Versuchswerkstoffs	44
3.3.1	Mikrostruktur.....	44
3.3.2	Eigenspannungen.....	45
3.4	Ergebnisse der Laserhärteexperimente	47
3.4.1	Typischer Randschichtzustand infolge des Laserstrahlhärtens	47
3.4.2	Einfluss der Erwärmungs- und Abkühlrate	53
3.4.3	Einfluss der Prozessoptik	57
3.4.4	Einfluss der Prozesstemperatur	60
3.4.5	Vergleich mit der Prozesssimulation.....	65
3.4.6	Zusammenfassende Befunde	67

4	PROZESSINTEGRIERTE UNTERSUCHUNGEN	69
4.1	Bereitstellung eines Verfahrens für röntgenographische Echtzeitspannungsanalysen	69
4.1.1	Voraussetzungen für zeitlich aufgelöste röntgenographische Spannungsanalysen..	69
4.1.2	Messtechnische Realisierung	71
4.1.3	Auswertestrategie.....	73
4.1.4	Validierung der Mess- und Auswertestrategie.....	82
4.2	Adaption und Anwendung der In-situ-Methodik auf den Laserhärteprozess	88
4.2.1	Instrumenteller Aufbau	88
4.2.2	Versuchsdurchführung.....	91
4.2.3	Versuchsauswertung	95
4.3	Ergebnis der zeitaufgelösten Analysen während des Laserhärtens	96
4.3.1	Variation der Messposition (In-situ-Versuchsvariante A).....	96
4.3.2	Variation der Bearbeitungsoptik (In-situ-Versuchsvariante B).....	110
4.3.3	Variation der maximalen Prozesstemperatur (In-situ-Versuchsvariante C)	115
4.4	Vergleich der Spannungen mit dem Simulationsergebnis	122
5	DISKUSSION	125
5.1	Bewertung der Mess- und Auswertestrategie	125
5.2	Verbesserung des Prozessverständnisses des Laserrandschichthärtens	136
5.2.1	Mikrostruktur und Verfestigungszustand	136
5.2.2	Spannungsentwicklung und Eigenspannungsausbildung	139
5.3	Bewertung der Validierung des Simulationsmodells	149
6	ZUSAMMENFASSUNG UND AUSBLICK	151
6.1	Zusammenfassung	151
6.2	Ausblick	154
A	ANHANG	157
B	LITERATURVERZEICHNIS	161

Symbol- und Abkürzungsverzeichnis

Symbole

a	Gitterkonstante
A_{C1}	Untere Austenit-Umwandlungstemperatur
A_{C3}	Obere Austenit-Umwandlungstemperatur
c_{α}	Kohlenstoffkonzentration im Ferrit
c_{γ}	Kohlenstoffkonzentration im Austenit
D^*	Dehnungsunabhängiger Netzebenenabstand
$D^{\{hkl\}}$	Netzebenenabstand einer Netzebene von Typ $\{hkl\}$
$D_0^{\{hkl\}}$	Netzebenenabstand des unverspannten Gitters
E	Elastizitätsmodul
$E^{\{hkl\}}$	Elastizitätsmodul einer Netzebene von Typ $\{hkl\}$
$H^{\{hkl\}}$	Flächenhäufigkeit einer Netzebene vom Typ $\{hkl\}$
HM	Martenshärte
HV	Vickershärte
M_F	Martensitfinisch-Temperatur
M_S	Martensitstart-Temperatur
$\vec{N}^{\{hkl\}}$	Streuvektor einer Netzebene vom Typ $\{hkl\}$
q_{Laser}	Wärmestrom der Laserquelle
$s_1^{\{hkl\}}, \frac{1}{2}s_2^{\{hkl\}}$	Röntgenographische Elastizitätskonstanten
$\sin^2\psi^*$	Dehnungsfreie Richtung
t	Zeit

$T_{A, \max}$	Maximale Prozesstemperatur/ Austenitisierungstemperatur
$v_{\text{Abkühl.}}$	Abkühlrate
$v_{\text{Erw.}}$	Erwärmungsrate
α -, γ - und α' -Fe	Festphasen des Eisens
ε	Dehnung
ε^{ch}	Chemischbedingte Dehnung
ε^{el}	Elastische Dehnung
ε^{G}	Gitterdehnung
$\varepsilon^{\text{G}}_{\varphi\psi}$	Gitterdehnung in den Richtungen φ , ψ
ε^{pl}	Plastische Dehnung
ε^{th}	Thermische Dehnung
ε^{umw}	Umwandlungsdehnung
η	Öffnungswinkel des Beugungskegels
θ	Bragg-Winkel
$\overline{2\theta}_{\varphi\psi}$	Mittlere Interferenzlinienlage in den Richtungen φ , ψ
2θ	Doppelter Bragg-Winkel in den Richtungen φ , ψ
$2\theta^*$	Dehnungsunabhängiger doppelter Bragg-Winkel
$\nu^{\{\text{hkl}\}}$	Querkontraktionszahl einer Netzebene von Typ $\{\text{hkl}\}$
σ	Spannung
σ^{D}	Deviatorische Spannung
σ^{ES}	Eigenspannung
σ^{H}	Hydrostatische Spannung

σ^{LS}	Lastspannung
σ^{rad}	Spannungskomponente in Radialrichtung
σ^{tan}	Spannungskomponente in Tangentialrichtung
σ^V	Vergleichsspannung
σ_φ	Normalspannungskomponente in Richtung φ
τ	Mittlere Informationstiefe der Röntgenstrahlung
$\tau_{0,3}$	Informationstiefe der Röntgenstrahlung bei $\sin^2\psi = 0,3$
φ	Azimutwinkel
ψ	Distanzwinkel

Abkürzungen

ANKA	Angströmquelle Karlsruhe
BMBF	Bundesministerium für Bildung und Forschung
CNC	Computergestützte numerische Steuerung
DESY	Deutsches Elektronen-Synchrotron
DIN	Deutsches Institut für Normung
GG	Grundgefüge
FV	Feldvariable
HLDL	Hochleistungsdiodenlaser
HZ	Härtezone
ISO	Internationale Organisation für Normung

PZ	Prozesszone
REK	Röntgenographische Elastizitätskonstanten
REM	Rasterelektronenmikroskopie
RPA	Röntgenographische Phasenanalyse
RSA	Röntgenographische Spannungsanalyse
SPS	Speicherprogrammierbare Steuerung
ÜZ	Übergangszone
VE	Volumenelement

1 Einleitung

Der Zustand der äußersten Randschichten ist von größter Bedeutung für die Funktionalität und die Lebensdauer hochbeanspruchter Struktur- und Funktionsbauteile. Viele Degradationsprozesse, wie z. B. Korrosion oder Nukleation von Ermüdungsrissen, haben ihren Ausgang in den oberflächennahen Randbereichen. Die Randschichtverbesserung ist deshalb ein wichtiger Prozessschritt in der Fertigungskette vieler Bauteile. Daher haben thermische Randschichtverbesserungsverfahren, die auf dem Prinzip des martensitischen Unwandlungshärtens beruhen, u. a. Induktions-, Flamm- oder Laserstrahlhärten, eine enorme technologische Bedeutung. Ein sehr großes Entwicklungs- und Anwendungspotenzial besitzt dabei die Laserstrahlhärte-technologie.

Das Laserrandschichthärten zeichnet sich im Vergleich zu den o.a. Randschichthärteverfahren durch eine zeitlich bis zu 1 ms und örtlich bis zu 0,001 mm präzise kontrollierte Energieeinbringung aus. Der lokale Wärmeeintrag im Zusammenspiel mit den charakteristischen kurzen Bearbeitungszeiten trägt entscheidend zur Minimierung des Bauteilverzugs bei. Zugleich lässt sich die Technologie dank der flexiblen Strahlführung für lokale Randschichtmodifikationen an Stahlbauteilen oder -werkzeugen beliebiger Form und Größe anwenden. Als Folge dieser Anwendung wurden in einer Vielzahl wissenschaftlicher Arbeiten verbesserte Verschleiß- und Verschleiß-igenschaften (vgl. z.B. [1,2,3,4]) sowie optimiertes Schwingfestigkeitsverhalten (vgl. z. B. [5, 6, 7, 8, 9, 10]) nachgewiesen. Entscheidend für den Prozess-erfolg sind neben der modifizierten Randschichtmikrostruktur die prozessinduzierten Eigenspannungen. Während des Bauteilbetriebs überlagern sie sich diese mit den von außen angebrachten Lastspannungen und können somit das Bauteilverhalten beeinflussen. „Günstig“ induzierte Eigenspannungen tragen zur Verbesserung der statischen und/oder dynamischen Festigkeitseigenschaften bei. Unkontrolliert eingebrachte Eigenspannungen können sich negativ auf das Bauteilverhalten auswirken und zum frühzeitigen Versagen führen.

Hemmend für die Entwicklung und den optimalen Einsatz der Laserhärte-technologie ist die hohe Prozesskomplexität. Eine Vielzahl von Prozessparametern muss variiert werden, um je nach Problemstellung die bestmöglichen Randschichteigenschaften zu erzielen. Die Prozessoptimierung erfolgt bisher weitgehend empirisch, nicht zuletzt wegen eines fehlenden grundsätzlichen Prozessverständnisses in Bezug auf die Eigenspannungsbildung. Die zum Laserrandschicht- härten veröffentlichten Arbeiten beschäftigen sich überwiegend mit der Charakterisierung der Mikrostruktur, dem Verschleiß und den Festigkeitseigenschaften. Vereinzelt sind wissenschaftliche Studien über die Eigenspannungszustände lasergehärteter Randschichten bekannt, die allerdings ausschließlich auf Materialanalysen im Endzustand basieren. Wesentliche wissenschaftliche und technologische Fortschritte sind zu erwarten, falls zur Eigenspannungsbildung rele-

vante Vorgänge „on-line“, während des Prozesses, beobachtet und quantifiziert werden können. So eine Möglichkeit bietet zurzeit die Simulation. Ihre Ergebnisse weichen jedoch zum Teil stark von den experimentellen Befunden für den Endzustand ab. Das Experiment, u. a. die röntgenographische Eigenspannungsanalyse (RSA), ist dagegen ein erprobtes und weithin anerkanntes Verfahren zur zerstörungsfreien Eigenspannungsbestimmung. Ein direkter Einblick in den Spannungsentstehungsprozess schnell ablaufender Vorgänge ist bisher experimentell nicht gelungen.

Um das Verständnis zur prozessbedingten Eigenspannungsbildung voranzutreiben, wird in der vorliegenden Arbeit eine Mess- und Auswertestrategie zur Durchführung prozessintegrierter, zeitlich hoch aufgelöster Beugungsanalysen auf der Basis des $\sin^2\psi$ -Verfahrens der RSA formuliert und validiert. Durch die Konzipierung und Entwicklung eines innovativen experimentellen Aufbaus wird sie an die Besonderheiten des Laserrandschichthärtprozesses adaptiert. Relevante Prozessinformationen, die für die Konstruktion des experimentellen Aufbaus benötigt werden, werden anhand von Materialanalysen im Endzustand gewonnen. Der vorgeschlagene methodische Ansatz wird zur Beschreibung der Spannungsentwicklung innerhalb und außerhalb der Prozesszone während des Laserrandschichthärtens am Beispiel des Stahls 42CrMo4 eingesetzt. Durch gezielte Parametervariation werden dabei Informationen über den Einfluss entscheidender Prozessparameter, u. a. die Erwärmungs- und Abkühlraten, die maximalen Prozesstemperatur und die Form und Größe des Laserspots, in Echtzeit gewonnen. Daraus wird der örtliche, zeitliche und temperaturabhängige Spannungszustand charakterisiert und diskutiert. Diese Diskussion wird durch Untersuchungen der Prozessmikrostruktur unterstützt. Zugleich wird die Möglichkeit geprüft, den methodischen Aufbau als Werkzeug zur Validierung der Prozesssimulation zu verwenden und dadurch eine wesentliche Grundlage zu ihrer Optimierung zu schaffen.

Die entwickelten Methoden und die erzielten Ergebnisse dieser Arbeit sind im Rahmen des Teilprojektes 1 „PinCh – Prozessintegrierte Charakterisierung mit Röntgenmethoden im Nanolab@ANKA“ des durch das Bundesministerium für Bildung und Forschung (BMBF) finanzierten Verbundvorhabens „Innovatives Instrumentieren zur Erweiterung der ANKA-Nutzung“ entstanden.

2 Kenntnisstand

2.1 Eigen- und Lastspannungen in kristallinen Werkstoffen

2.1.1 Definitionen und Entstehungsursachen

Als **Eigenstressungen** werden „innere“ mechanische Spannungen bezeichnet, die in temperaturgradientenfreien Werkstoffen oder Bauteilen ohne Einwirkung äußerer Kräfte und Momente vorkommen. Definitionsgemäß sollen sich alle mit den vorliegenden Eigenstressungen verbundenen inneren Kräfte und Momente ausgleichen. Alle nicht mechanischen Zustandsgrößen, wie z. B. die Temperatur, die eine mechanische Wirkung in Form von lokal inhomogenen Dilatationen hervorrufen können, befinden sich ebenfalls im Gleichgewicht [11, 12].

Die Eigenstressungen sind in Bezug auf ihre Definition und Klassifizierung durch eine Begriffsvielfalt in der Fachliteratur gekennzeichnet. Sie werden u. a. nach ihrem physikalischen Entstehungsursprung in thermische Eigenstressungen (Wärmeeigenstressungen), umwandlungsbedingte Eigenstressungen, Belastungseigenstressungen und Eigenstressungen durch Kristallgitterbaufehler unterteilt [13, 14, 15]. Nach dem technologischen Verfahren, das zu ihrer Ausbildung beigetragen hat, werden sie als Umform-, Deckschicht-, Bearbeitungs-, Wärmebehandlungs- oder Fügeigenstressungen klassifiziert [16]. Als zweckmäßig, besonders im Hinblick auf ihre Bestimmung durch Beugungsmethoden, hat sich die in [17] vorgeschlagene Unterteilung hinsichtlich der Werkstoffbereiche, in denen die Eigenstressungen homogen wirken und sich im Gleichgewicht befinden, erwiesen. Demnach sind Eigenstressungen I. Art ($\sigma^{\text{ES, I}}$) über größere Werkstoffbereiche (mehrere Körner) nahezu konstant. Eigenstressungen II. Art ($\sigma^{\text{ES, II}}$) sind innerhalb kleiner Werkstoffbereiche (z. B. ein Korn) nahezu konstant. Eigenstressungen III. Art ($\sigma^{\text{ES, III}}$) sind über kleinste Werkstoffbereiche (mehrere Atomabstände) in Bezug auf ihren Betrag und ihre Richtung stets inhomogen.

Die an dem Ort (x, y, z) vorliegende Eigenstressung $\sigma^{\text{ES}}_{(x, y, z)}$ ergibt sich aus der Addition der lokalen Eigenstressungen I., II. und III. Art (vgl. Abb. 2.1) [18].

Eigenstressungen I. Art entstehen nach mechanischen, thermischen, thermo-mechanischen und/oder chemischen technologischen Prozessen, falls keine Formänderungen stattfinden [19]. Vereinfachten Modellen nach, die sich zur Beschreibung der Eigenstressungsentstehung infolge mechanischer Oberflächenbehandlung [20, 21], Umwandlungsdurch- und -schalenhärtung [14, 17, 22] sowie Schweißen [23] bewährt haben, verursachen inhomogene plastische Verformungen sowie umwandlungsbedingte Volumenänderungen Dehnungsbehinderungen zwischen den einzelnen Bereichen des Bauteils. Diese Dehnungsbehinderungen führen zur Ausbildung von Eigenstressungen I. Art. Da die Dehnungsbehinderungen auf der makroskopischen Ebene ablaufen,

werden die Eigenspannungen I. Art von vielen Autoren auch als Makroeigenspannungen bezeichnet.

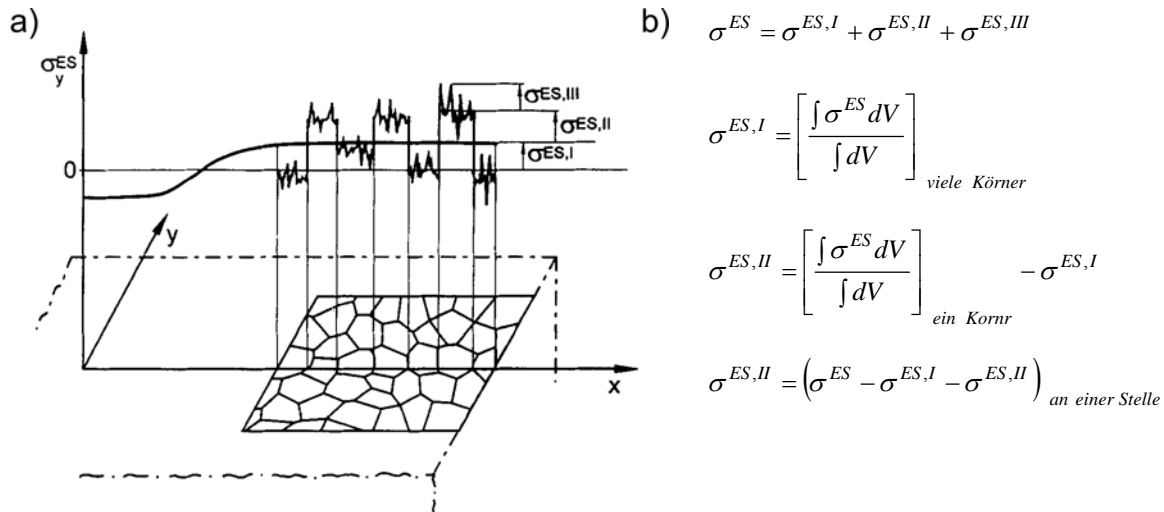


Abb. 2.1: Eigenspannungen I., II., und III. Art in einem homogenen Polykristall: schematische Darstellung ihrer Wirkungsbereiche (a) und ihre formale Definition (b) [25]

Die Eigenspannungen II. Art haben einen thermischen und/oder belastungsbedingten elasto-plastischen Ursprung und sind in der Regel über mehrere Körner inhomogen. In einphasigen Werkstoffen/Bauteilen können sie infolge richtungsabhängiger thermischer Ausdehnungskoeffizienten und/oder Streckgrenzenanisotropie entstehen. Sie sind als orientierungsunabhängige inhomogene Eigenspannungen II. Art zu bezeichnen und innerhalb eines Kornes in Bezug auf ihren Betrag und ihre Richtung homogen [13]. Homogene orientierungsunabhängige Eigenspannungen II. Art können sich in mehrphasigen Werkstoffen aufgrund phasenspezifischer (voneinander unterschiedlicher) thermischer Ausdehnungskoeffizienten und/oder Streckgrenzen ausbilden. Gemittelt über die jeweilige Phase sind sie nahezu konstant [18].

Die Eigenspannungen III. Art werden üblicherweise durch die im Kristallgitter gelösten Fremdatome, eindimensionalen Gitterstörungen (Versetzungen), Korngrenzen oder Ausscheidungen verursacht [15, 17, 24]. Sie werden zusammen mit den Eigenspannungen II. Art den sogenannten Mikro-eigenspannungen zugeordnet.

Als **Lastspannungen** werden „äußere“ Spannungen bezeichnet, die sich in Werkstoffen oder Bauteilen als Folge äußerer mechanischer und/oder nichtmechanischer Einwirkungen (z. B. Temperaturgradienten) aufbauen [16]. Im Laufe des Bauteileinsatzes oder der Materialbearbeitung

überlagern sie die Eigenspannungen additiv. Folglich wird die Spannung I. Art σ_{ij}^I , die an einem Ort (x, y, z) entlang einer Richtung ij ($i, j = 1, 2, 3$) wirkt, durch die Beziehung

$$\sigma_{ij}^I(x, y, z) = \sigma_{ij}^{ES,I}(x, y, z) + \sigma_{ij}^{LS,I}(x, y, z) \quad (2.1)$$

bestimmt. Sie wird als Totalspannung I. Art $\sigma^I(x, y, z)$ [25] oder mechanische Spannung bezeichnet [19]. Die Gesamtheit aller Spannungskomponenten σ_{ij} beschreibt den lokal vorliegenden Spannungszustand durch einen Tensor zweiter Stufe. Der Spannungstensor kann in richtungsunabhängige, betragsmäßig gleiche hydrostatische Spannungen σ_{ij}^H und in deviatorische Spannungen σ_{ij}^D folgendermaßen aufgespalten werden [26]:

$$\underbrace{\begin{bmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} \end{bmatrix}}_{\sigma_{ij}} = \underbrace{\begin{bmatrix} \sigma_{11} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{22} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{33} \end{bmatrix}}_{\sigma_{ij}^H} + \underbrace{\begin{bmatrix} \sigma_{11} - \sigma^H & \sigma_{12} & \sigma_{13} \\ \sigma_{21} & \sigma_{22} - \sigma^H & \sigma_{23} \\ \sigma_{31} & \sigma_{32} & \sigma_{33} - \sigma^H \end{bmatrix}}_{\sigma_{ij}^D} \quad (2.2)$$

mit

$$\sigma_{ij}^H = \frac{1}{3}(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33}). \quad (2.3)$$

Nach Gleichung (2.2) lässt sich die deviatorische Spannung σ_{ij}^D als ein vom hydrostatischen Spannungszustand abweichender Anteil interpretieren. Eine Änderung der hydrostatischen Spannung ist ausschließlich mit einer Volumenänderung verbunden. Demzufolge tragen vorliegende hydrostatische Spannungen nur indirekt zur Ausbildung von (Eigen-)Spannungszuständen bei. Dies wäre der Fall, wenn sie in unterschiedlichen Bauteilbereichen inhomogen untereinander wirken und eine Änderung im Spannungsdeviator bewirken. Zeitliche und räumliche Abweichungen vom deviatorischen Spannungszustand sind dagegen auf eine Gestaltänderung zurückzuführen [27]. Sie sind den mechanischen Spannungen gleichzusetzen (vgl. Gleichung (2.1)).

2.1.2 Ermittlung

Die mechanischen Spannungen werden nach dem heutigen Stand der Erkenntnisse unter Anwendung von Röntgen-, Neutronen- und Elektronenbeugungsmethoden, von mechanischen Messverfahren, sowie magnetischen und akustischen Analysetechniken experimentell bestimmt [28]. Die Ergebnisse der magnetischen und akustischen Methoden werden stark durch die vorliegende Mikrostruktur und die Temperaturgradienten beeinflusst [29, 30]. Daher spielen diese Methoden nur eine untergeordnete Rolle, wenn sie Randschichten mit inhomogener Mikrostruktur charakterisieren sollen. Die mechanischen Methoden sind aufgrund ihrer einfachen Instrumenta-

lisierung und Robustheit in der Praxis weit verbreitet. Allerdings sind sie wegen ihres zerstörenden bzw. teilzerstörenden Charakters ausschließlich für einmalige Untersuchungen geeignet. Außerdem ermöglichen sie in der Regel lediglich die Erfassung von Totalspannungen I. Art nur im Endzustand und sind daher für In-situ-Analysen ungeeignet.

Die größte Praxisrelevanz wird der Gruppe der Beugungsmethoden zugeschrieben. Sie können zerstörungsfrei und unabhängig von der Mikrostruktur und der Temperatur eines Bauteils sowohl die Totalspannungen I. Art als auch die mittleren homogenen Eigenspannungen II. und III. Art quantitativ bestimmen und qualitativ die inhomogenen Eigenspannungen II. und III. Art bewerten. Ihr Messprinzip beruht auf der Ermittlung von Gitterdehnungen ε^G , den über die lineare Elastizitätstheorie Spannungen zugeordnet werden [31]. Für Gitterdeformationsmessungen werden am häufigsten die Röntgenbeugungsmethoden angewendet. Auf ihre physikalischen und methodischen Grundlagen wird im Folgenden eingegangen. Anschließend werden Röntgenbeugungsmesskonzepte zur Durchführung von Eigenspannungsanalysen (Ex-situ-Analysen im Endzustand) sowie von zeitlich aufgelösten Spannungsanalysen (In-situ- bzw. prozessintegrierte Analysen) gezeigt.

2.1.2.1 Grundlagen der röntgenographischen Spannungsanalyse (RSA)

Fällt Röntgenstrahlung der Intensität I_0 und Wellenlänge λ auf einen Polykristall mit regellos orientierten und hinreichend feinen Körnern, wird sie an den Elektronenhüllen der Gitteratome mehrerer benachbarter $\{hkl\}$ -Netzebenen mit einer Intensität I gebeugt. Infolge der periodisch angeordneten Kristallstruktur tritt dabei eine Überlagerung der gebeugten Photonen auf. Diese Überlagerung führt zur Verstärkung der Intensität I (Interferenzerscheinung). Sie lässt sich nur unter einem für das jeweilige Material bzw. eine Phase charakteristischen Winkel 2θ in Form von Interferenzlinien registrieren (vgl. Abb. 2.1 a). Die formale Bedingung dafür wird durch die Bragg'sche Gleichung gestellt [32]:

$$n\lambda = 2D^{\{hkl\}} \sin \theta \quad , \quad (2.4)$$

wobei θ der Bragg-Winkel (beim symmetrischen Strahlengang die Hälfte des 2θ -Winkels), $D^{\{hkl\}}$ der Netzebenenabstand und n ($n=1, 2, 3, \dots$) die Ordnung der Interferenzerscheinung sind (vgl. [25]). Gitterbaufehler können die Gitteratome von ihren regulären Plätzen verschieben und dadurch die periodisch angeordnete Kristallstruktur verletzen. Dies führt dazu, dass die Photonen an Netzebenen mit untereinander vertauschten $\{hkl\}$ -Indizes nicht mehr unter demselben Bragg-Winkel θ gebeugt werden. Eine Intensitätsabnahme und eine Verbreiterung der Interferenzlinie sind die Folge [33, 34]. Anhand der Interferenzlinienbreite lassen sich qualitative Aussagen über die inhomogenen Mikrospannungen treffen.

In einem hinreichend feinkörnigen Polykristall mit regelloser Strukturorientierung sind innerhalb des durch den Primärstrahl erfassten Probenvolumens immer hinreichend viele günstig orientierte Körner vorhanden, deren $\{hkl\}$ -Netzebenen die Interferenzbedingung aus Gleichung (2.4) erfüllen. Die Intensitäten der Interferenzlinien sind dabei als über die Eindringtiefe und Breite des Primärstrahls gemittelte Informationen zu interpretieren. Sie bilden um den Primärstrahl I_0 einen Kegelmantel – den sogenannten Beugungskegel $I^{\{hkl\}}$ (vgl. Abb. 2.2 b). Die Normalen der einzelnen $\{hkl\}$ -Netzebenen, die zur Interferenzerscheinung beitragen, werden als Streuvektoren $\vec{N}^{\{hkl\}}$ bezeichnet und definieren die Messrichtung [35]. Die Gesamtheit aller Messrichtungen bildet einen zweiten Kegel mit dem Öffnungswinkel $\eta = (180^\circ - 2\theta)$ – den Normalenkegel $N^{\{hkl\}}$ (vgl. Abb. 2.2 b).

Die totale Differentiation der Gleichung (2.4) beschreibt den Zusammenhang zwischen der Gitterdehnung $\varepsilon_{\varphi\psi}^G$ und dem doppelten Beugungswinkel $2\theta^{\{hkl\}}$ bzw. dem Netzebenenabstand $D^{\{hkl\}}$:

$$\frac{D^{\{hkl\}} - D_0^{\{hkl\}}}{D_0^{\{hkl\}}} = \varepsilon_{\varphi\psi}^G = -\frac{1}{2} \cot \theta_0 (2\theta_{\varphi\psi} - 2\theta_0), \quad (2.5)$$

wobei ψ und φ Richtungen im sphärischen Raum des Beugungsvektors sind. Sie werden als Distanz- und Azimutwinkel bezeichnet und definieren die Streuvektorebene (vgl. Abb. 2.3).

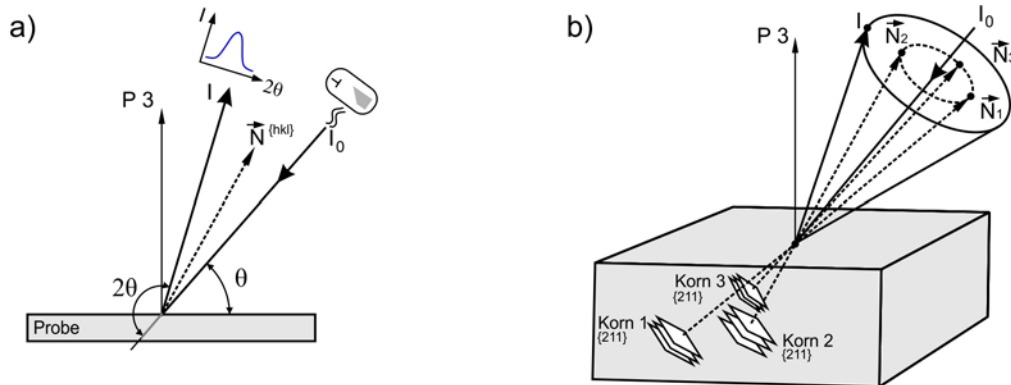


Abb. 2.2: Interferenzerscheinung unter symmetrischem Strahlengang der einfallenden (I_0) und der gebeugten (I) Röntgenstrahlung (a). Skizze des Beugungs- und Normalenkegels $I^{\{211\}}$ und $N^{\{211\}}$ (b)

Nach Gleichung (2.5) lassen sich durch die Messung des doppelten Beugungswinkels des verspannten Kristallgitters $2\theta_{\varphi\psi}$ die Gitterdehnungen $\varepsilon_{\varphi\psi}^G$ ermitteln. Die Messung erfolgt in der Regel an einem Röntgendiffraktometer [44]. Dabei werden Verteilungen der gemittelten Interferenzlinienintensität über den 2θ -Winkel aufgenommen und daraus die mittleren Linienlagen

$\overline{2\theta_{\varphi\psi}}$ berechnet. Der doppelte Beugungswinkel des unverspannten Gitters $2\theta_0$ soll ebenso mit hinreichender Genauigkeit bekannt sein bzw. gemessen werden.

Zur Spannungsbestimmung werden die Dehnungskomponenten des sphärischen Laborkoordinatensystems $\varepsilon_{\varphi\psi}$ durch Transformationsmatrizen in Dehnungskomponenten mit kartesischen Probenkoordinaten ε_{ij} umgerechnet (vgl. Abb. 2.3). Letzteren werden über das verallgemeinerte Hooke'sche Gesetz Spannungen σ_{ij} zugeordnet, sodass die Beziehung zwischen Gitterdehnungen $\varepsilon_{\varphi\psi}^G$ und Spannungen σ_{ij} mit der folgenden Gleichung angegeben wird:

$$\begin{aligned} \varepsilon_{\varphi\psi}^G = & -\frac{1}{2} \cot \theta_0 (2\theta_{\varphi\psi} - 2\theta_0) = \frac{1}{2} s_2^{\{hkl\}} [\sigma_{11} \cos^2 \varphi + \sigma_{12} \sin 2\varphi + \sigma_{22} \sin^2 \varphi - \sigma_{33}] \sin^2 \psi \\ & + \frac{1}{2} s_2^{\{hkl\}} [\sigma_{13} \cos \varphi + \sigma_{23} \sin \varphi] \sin 2\psi + \left(\frac{1}{2} s_2^{\{hkl\}} + s_1^{\{hkl\}} \right) \sigma_{33} + s_1^{\{hkl\}} [\sigma_{11} + \sigma_{22}]. \end{aligned} \quad (2.6)$$

Gemäß Gleichung (2.6) kann der Spannungstensor σ_{ij} aus hinreichend vielen unter unabhängigen Messrichtungen erfassten Interferenzlinien bestimmt werden (vgl. [36]).

Zur Berücksichtigung der elastischen Anisotropie des Kristallgitters werden die netzebenen-spezifischen röntgenographischen Elastizitätskonstanten (REK) $s_1^{\{hkl\}}$ und $\frac{1}{2} s_2^{\{hkl\}}$ anstatt der makroskopischen Elastizitätskonstanten in Gleichung (2.6) berücksichtigt. Die REK können mit Hilfe der Strukturmodelle nach Reuß, Voigt oder Kröner unter Verwendung bekannter Einkristall-Elastizitätskonstanten berechnet, wie z.B. in [37, 38], oder experimentell (röntgenographisch) bestimmt werden [39, 40]. Eine Gegenüberstellung experimentell gewonnener und berechneter REK wird in Bezug auf ihre Temperaturabhängigkeit in [41, 42] gezeigt. Berechnete REK technologisch relevanter Materialien sind beispielsweise in [43, 44] tabellarisch aufgelistet.

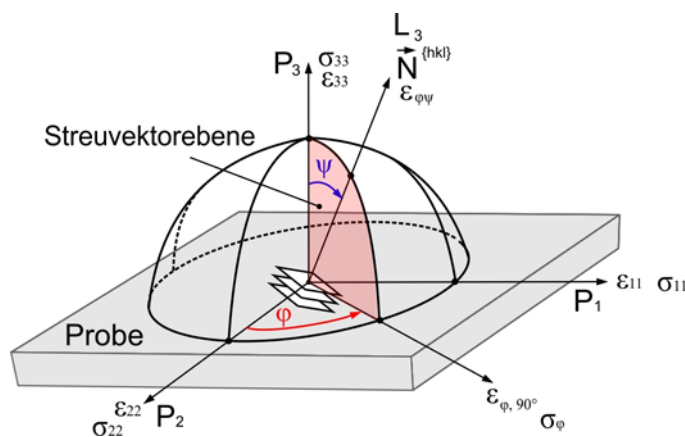


Abb. 2.3: Transformation des Probenkoordinatensystems P in sphärische Laborkoordinaten φ, ψ mit angegebenem Streuvektor N, Azimut- und Distanzwinkeln φ und ψ sowie der Beugungsebene

Eine Übersicht von Beugungsmethoden zur Spannungsbestimmung ist u. a. in [18] und [45] dargestellt. Dabei beruhen viele der vorgeschlagenen Methoden auf dem in [46] formulierten $\sin^2\psi$ -Verfahren der röntgenographischen Spannungsanalyse.

2.1.2.2 Das $\sin^2\psi$ -Verfahren der röntgenographischen Spannungsanalyse

Das $\sin^2\psi$ -Verfahren der röntgenographischen Spannungsanalyse ermöglicht in relativ einfacher Weise und mit geringem mathematischem Aufwand die experimentelle Bestimmung einzelner Normalspannungskomponenten σ_φ in jedem beliebigen Azimutwinkel φ . Zur Anwendung der Methode sollen allerdings sowohl die o.a. Voraussetzungen zur Registrierung von Interferenzlinien (vgl. Abschnitt 2.1.2.1) erfüllt als auch das Vorliegen eines oberflächenparallelen, zweiachsigen Spannungszustands gegeben sein.

Für die Bestimmung der Spannungen werden in einer ausgewählten Richtung φ unter Verkippung des Streuvektors \vec{N} mehrere Interferenzlinien aufgenommen und deren Linienlagen $\overline{2\theta_{\varphi\psi}}$ bestimmt (vgl. Abb. 2.4). Mit $\sigma_{i3}=0$ ($i = 1, 2, 3$) folgt aus der Grundgleichung der RSA (2.6):

$$\varepsilon_{\varphi\psi}^G = -\frac{1}{2} \cot \theta_0 (2\theta_{\varphi\psi} - 2\theta_0) = \frac{1}{2} s_2^{\{hkl\}} \sigma_\varphi \sin^2 \psi + s_1^{\{hkl\}} [\sigma_{11} + \sigma_{22}] \quad (2.7)$$

mit

$$\sigma_\varphi = \sigma_{11} \cos^2 \varphi + \sigma_{12} \sin 2\varphi + \sigma_{22} \sin^2 \varphi. \quad (2.8)$$

Nach Gleichung (2.7) existiert ein linearer Zusammenhang zwischen den Interferenzlinienlagen $2\theta_{\varphi\psi}$ und $\sin^2\psi$. Werden die gemessenen $\overline{2\theta_{\varphi\psi}}$ über $\sin^2\psi$ aufgetragen, gibt die Steigung der durch die Messwerte gelegten Ausgleichsgerade die Normalspannungskomponente σ_φ an.

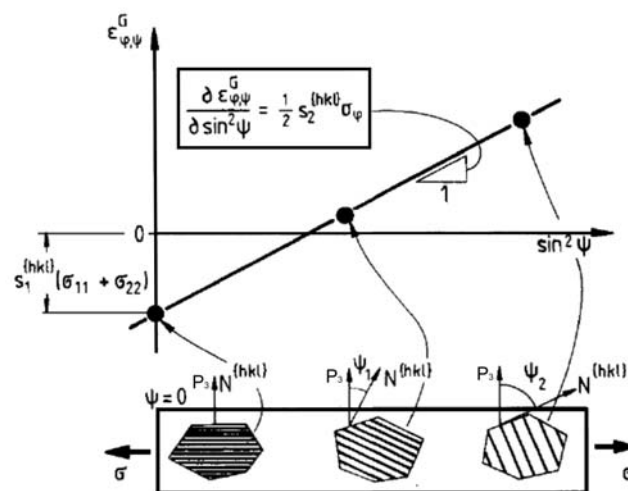


Abb. 2.4: Spannungsermittlung nach dem $\sin^2\psi$ -Verfahren der RSA (schematisch) [25]

Da der Netzebenenabstand des unverspannten Gitters θ_0 infolge des Kotangens von θ_0 einen geringen Einfluss auf die Spannung σ_φ hat, wird für den $2\theta_0$ -Wert keine exakte Kenntnis gefordert. Dieser Wert wird für die praktische Anwendung des Verfahrens aus Tabellen, wie z. B. aus [44, 47], entnommen. Somit werden die Makrospannungen sowie die gemittelten homogenen Mikrospannungen nur anhand der erfassten Verschiebungen der Interferenzlinienlagen $\Delta\theta_{\varphi\psi}$ bestimmt.

Der Anwendungsbereich der Methode ist allerdings durch das Vorliegen eines oberflächenparallelen, zweiachsigen Spannungszustands beschränkt. Diese Voraussetzung ist praktisch an jeder freiliegenden Bauteiloberfläche erfüllt. Für die meisten technologisch relevanten Werkstoffe kann sie aufgrund der geringeren Eindringtiefe der niederenergetischen Röntgenstrahlung, definiert meistens mit $E_{\max} < 30$ keV (vgl. z. B. [48]), auch als in guter Näherung gültig angenommen werden [25]. Bauen sich jedoch innerhalb des durch den Röntgenstrahl erfassten Probenvolumens Spannungen auf, die entlang der Probenoberflächennormale P_3 wirken (z.B. bei einigen heterogenen Werkstoffen chemisch bzw. mikrostrukturell bedingt), bestimmt die Methode nur die Differenzen ($\sigma_\varphi - \sigma_{33}$). Die Normalspannungsdifferenzen ($\sigma_\varphi - \sigma_{33}$) werden auch dann ermittelt, wenn das $\sin^2\psi$ -Verfahren zum Auswerten von Beugungsdaten größerer Randschichttiefen (z. B. beim Einsatz hochenergetischer Röntgenstrahlung), bei denen die Annahme $\sigma_{33} = 0$ nicht mehr gelten würde, angewendet wird [49]. Weisen die $\overline{2\theta_{\varphi\psi}}$ über $\sin^2\psi$ Nichtlinearitäten auf, die durch keine statistisch bedingten Einflüsse, sondern durch steile oberflächennahe Gradienten, Schubspannungen oder durch eine Textur hervorgerufen sind (vgl. z. B. [25, 50]), muss für die Ermittlung des lokal vorliegenden Spannungszustands auf andere Methoden, wie z.B. auf [51, 52], [36, 53] oder [54, 55], zurückgegriffen werden.

2.1.2.3 Beugungstechniken zu zeitaufgelösten Struktur- und Spannungsanalysen

Bei materialwissenschaftlichen Fragestellungen, die durch die konventionelle Röntgentechnik und deren Standardmethoden nicht bzw. nicht vollständig beantwortet werden können, werden immer öfter Struktur- und Spannungsanalysen an Großforschungsgeräten unter Einsatz der Synchrotron-Röntgen- oder Neutronenbeugung durchgeführt. Ein typisches Beispiel dafür sind zeitaufgelöste Beugungsuntersuchungen.

Aus der Sicht der Werkstoffwissenschaft wurden bis zum aktuellen Erkenntnisstand hauptsächlich messtechnische Ansätze zur Durchführung zeitaufgelöster Phasenanalysen entwickelt. Die Mehrzahl dieser Ansätze beruht auf Synchrotron-Röntgenbeugung. Die Brillanz der Synchrotron-Röntgenstrahlung aus Speicherringen der dritten Generationen ist um etwa 5 Größenordnungen höher als die Photonenflussdichte der Strahlung aus der konventionellen Röntgenröhre (vgl. [56]) und lässt somit sehr kurze Belichtungszeiten zu. Dies wurde ausgenutzt, um beispielsweise das Phasenumwandlungsgeschehen während der thermischen Beanspruchung von

Pulvern [60], während Beschichtungsvorgängen [57, 58, 59] oder Wärmebehandlungs- oder Fertigungsprozessen [63 bis 70] in Echtzeit zu beobachten. Vereinzelt wurden jedoch Methoden und Instrumente/Aufbauten vorgeschlagen, wie z. B. in [78, 80], die die zeitliche Entwicklung der elastischen Dehnungen bzw. der mechanischen Spannungen abbilden können.

Zeitaufgelöste Phasenanalysen

Einige der ersten zeitaufgelösten Röntgenbeugungsexperimente waren auf Linienprofil- und Phasenanalysen während stationärer oder quasi stationärer Hochtemperaturbeanspruchung von Pulversubstraten oder Dünnschichten beschränkt. Dabei kam entweder Synchrotron-Röntgenstrahlung in Kombination mit einem Punktdetektor [60] oder konventionelle Cr-K α -Strahlung in Verbindung mit ortsempfindlichen eindimensionalen Proportionalzählern [61, 62] zum Einsatz. Mit dieser Instrumentalisierung wurde in [62] bei den Untersuchungen zur Ausbildung von Fe-Oxiden während der Erwärmung von ARMCO-Eisen eine zeitliche Auflösung von etwa 10 s erreicht.

Die Entwicklung schnell auslesbarer 1D- und 2D-Halbleiterdetektoren sowie der Aufbau von Synchrotronspeicherringen dritter Generation haben zum Fortschritt der In-situ-Messtechniken in Bezug auf die erzielte zeitliche Auflösung entscheidend beigetragen. Unter Einsatz von Flachendetektoren und hochenergetischer Synchrotron-Röntgenstrahlung ($E > 30$ keV) konnten ortsfeste Versuchsaufbauten realisiert werden. Dadurch war es zum Beispiel möglich, die Festphasenumwandlungen während langsam aufgeprägter Temperaturzyklen austenitischer [63] oder ferritischer Stähle [64] in Echtzeit mit einer Auflösung von bis zu 2 s qualitativ zu beobachten. Messraten von bis zu 20 Hz (50 ms) wurden während deutlich schneller ablaufender Prozesse, wie z.B. des Wolfram-Schutzgas-Schweißens [65, 66, 67, 68] oder des martensitischen Härtens legierter [69] und unlegierter Stähle [70], erreicht. Bei diesen Aufbauten wurde allerdings niederenergetische Synchrotron-Röntgenstrahlung von Wiggler-Quellen am Stanford Synchrotron Radiation Laboratory (SSRL) mit $E \approx 12$ keV (vgl. [65 bis 68]) oder von Undulator-Quellen am Japan Synchrotron Research Institute (JSRRI) mit $E \approx 18$ keV (vgl. [69, 70]) verwendet, so dass die Umwandlungskinetik der oberflächennahen Randschichten während nahezu realer Wärmebehandlungs- und Schweißprozesse abgebildet werden konnte.

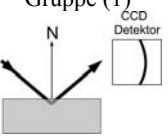
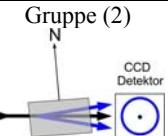
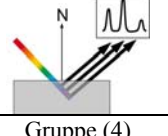
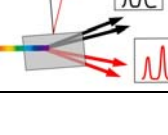
Zeitaufgelöste Bestimmung des Netzebenenabstands $D^{\{hkl\}}$ bzw. der Spannungen

Zur Bestimmung der zeitlichen Entwicklung des Netzebenenabstands $D^{\{hkl\}}$ sind in der Fachliteratur einige methodische Vorschläge, wie z. B. [71 bis 78, 80], bekannt. In Tab. 2.1 sind einige davon exemplarisch zusammengefasst, und nach dem Beugungsmodus sowie nach dem Primärstrahlspektrum (monochromatisch/polychromatisch) in vier Hauptgruppen klassifiziert. Hinsichtlich des Beugungsmodus wird unterschieden, ob der Röntgenstrahl randschichtsensitiv zurück

gebeugt wird (Reflexionsmodus) oder der gebeugte Strahl das Probenvolumen durchdringt (Transmission).

Die Mehrzahl der Methoden (**Gruppe 1**) geht von einer Reflexionsgeometrie aus. Es wird mit Hilfe monochromatischer Strahlung oberflächensensitiv gemessen. Die gebeugten Intensitäten werden als Teile eines/mehrerer Debye-Scherrer-Rings/e meist durch einen 2D-Detektor aufgenommen. Der Detektor wird dabei im Vorderstrahlbereich ($2\theta < 90^\circ$) ortsfest positioniert und registriert Interferenzlinien unter einer einzigen Messrichtung. Anhand der 2θ -Linienlagen der in Echtzeit erfassten Interferenzlinien wird der absolute Netzebenenabstand $D^{\{hkl\}}$ – darunter wird die thermisch- chemisch- und dehnungsinkompatibilitätsbedingte Entwicklung von D verstanden – zeitaufgelöst bestimmt. Diese Ermittlung erfolgt über das Bragg'sche Gesetz (vgl. Abschnitt 2.1.2.1). Auf dieser Methodenbasis wurden beispielsweise Echtzeitanalysen des absoluten D -Wertes während rapider, jedoch fertigungstechnisch entfernter Erwärmung und Abkühlung von Ti-Legierungen (vgl. z. B. [71]) und Stählen (vgl. z. B. [72, 73]) angewendet. Darüber hinaus widmete sich unter anderem die o. a. Forschungsgruppe am SSRL der Echtzeitanalyse der Gitterkonstanten a während nahezu realer WIG-Schweißprozesse. Einige Ergebnisse dieser Analysen werden z. B. in [74] diskutiert. Die Änderungen des Netzebenenabstands D während eines realen Lichtbogen-Schweißprozesses wurde ebenfalls am JSRRI, wie z. B. in [75, 76], untersucht und prozessbezogen bewertet. In allen diesen Beugungsanalysen wurden vergleichbare Messfrequenzen im Bereich von 3,3 Hz bis zu 10 Hz bei einer Temperaturlösung von ca. 10 K erreicht.

Tab. 2.1: Methoden und Instrumente zu zeitaufgelösten Röntgenbeugungsanalysen

Messanordnung	Strahlquelle	Energie	Anzahl der Messrichtungen	Messgröße/berechnet über	Quelle
Gruppe (1) 	Speicherring mit Wiggler oder Undulator	monochromatisch von 7 keV bis 30 keV	eine	$D^{\{hkl\}}$ bzw. a / Bragg'sche Gleichung	[71-76]
	Röntgenröhre mit Drehanode	5,5 keV (CrK α)	4, jedoch an vier unterschiedliche Proben	Normalspannung/ $\sin^2\psi$ -Verfahren	[80]
Gruppe (2) 	Speicherring mit Undulator	monochromatisch > 30 keV	eine	$D^{\{hkl\}}$ /Bragg'sche Gleichung	[63, 77]
Gruppe (3) 	Speicherring mit Dipol-Magnet	polychromatisch bis zu 60 keV	eine	$D^{\{hkl\}}$ bzw. a / Bragg'sche Gleichung	[58]
Gruppe (4) 	Speicherring mit Undulator	polychromatisch > 80 keV	zwei, jedoch nicht unter einem Azimut	Gitterdehnung ϵ bzw. ϵ^{el} / nach Gleichung (2.6) und $\epsilon^{el} = \epsilon - \epsilon^{th}$	[78]

Unter Transmissionsgeometrie und Einsatz hochenergetischer monochromatischer Synchrotron-Röntgenstrahlung (**Gruppe 2**) werden Informationen aus der Probentiefe gewonnen. Es wird dabei ausschließlich im Vorderstrahlbereich, in der Regel unter Beugungswinkeln $\theta < 20^\circ$, gemessen. Ein solcher Ansatz wurde beispielsweise in [77] zur Echtzeitanalyse der thermischen Stabilität des Cu/Nb-Nanoverbunds verwendet. Mittels energiedispersiver Röntgenbeugung im Reflexionsmodus (**Gruppe 3**) wurden die Änderungen der Gitterkonstanten a während des ZnO- und In_2O_3 -Schichtwachstums verfolgt [58]. Die letzten zwei Ansätze gehen bei der Ermittlung des Netzebenenabstandes $D^{\{hkl\}}$ bzw. der Gitterkonstante a vom gleichen Berechnungsprinzip wie die Methoden der Gruppe 1 aus. Sie registrieren Interferenzliniensequenzen mit hoher zeitlicher Auflösung, jedoch unter gleicher Orientierung des Streuvektors. Somit können nur die zeitlichen Verteilungen des absoluten $D^{\{hkl\}}$ - bzw. des a -Wertes ermittelt werden.

Mittels energiedispersiver Röntgenbeugung in der Transmissionsgeometrie wurde die Evolution der elastischen Dehnungen $\varepsilon_{11}^{\text{el}}$ und $\varepsilon_{22}^{\text{el}}$ in der Schweißnahttiefe z ($\varepsilon_{33}^{\text{el}} \neq 0$) während des WIG-Schweißens von LTT-Legierungen in [78] bestimmt (**Gruppe 4**). Zwei schnell auslesbare energiesensitive Detektoren waren so positioniert, dass der Netzebenenabstand $D^{\{hkl\}}$ entlang der beiden Messrichtungen mit einer Messfrequenz von 4 Hz gleichzeitig ermittelt wurde. Die Ermittlung der absoluten Dehnung ε_{11} bzw. ε_{22} erfolgte nach Gleichung (2.6). Für die Bestimmung des $2\theta_0$ -Wertes des unverspannten Gitters wurden spannungsarme Proben aus der Ausgangsstruktur (vor dem Schweißen) und dem Endzustand des Versuchswerkstoffes nach der Empfehlung in [79] präpariert. Der $2\theta_0$ -Wert wurde schließlich röntgenographisch bestimmt. Die elastische Dehnung ε^{el} wurde durch die Differenzbildung zwischen der so ermittelten absoluten Dehnung ε und dem thermischen Dehnungsanteil ε^{th} berechnet. Für diese Separation wurde die Temperatur der lokalen Messstelle anhand von Thermoelementen erfasst. Die thermische Dehnung wurde dann über den phasenspezifischen thermischen Ausdehnungskoeffizienten ausgewertet. Eine Bewertung der Spannungsentwicklung war allerdings unter der eingesetzten messtechnischen Anordnung nicht möglich, denn die für die Spannungsberechnung notwendige Dehnungskomponente $\varepsilon_{33}^{\text{el}}$ war aufgrund der gewählten Messanordnung und der Besonderheiten des Schweißprozesses nicht bestimmbar.

Eine Möglichkeit zur Bestimmung der zeitlichen Spannungsentwicklung bietet dagegen das in [80] vorgeschlagene Verfahren. Das Messkonzept ist allerdings auf oberflächennahe Analysen begrenzt, weist die gleiche Messanordnung wie die Methoden der **Gruppe 1** auf, verwendet jedoch konventionelle Röntgenstrahlung. Das Verfahren wurde zur Spannungsermittlung während des martensitischen Härtens des Stahls 100Cr6 exemplarisch angewendet. Die Wärmebehandlung wurde an jeweils vier Proben nacheinander wiederholt. Bei jeder Wiederholung wurde die neu eingebaute Probe unter einem neuen Distanzwinkel ψ verkippt. Pro Probe wurde somit die zeitliche Entwicklung der Linienlagen unter einer einzigen Orientierung aufgenommen. Anhand der

Beugungsdaten aller vier Proben konnte eine Sequenz von $2\theta\text{-sin}^2\psi$ -Verteilungen mit jeweils vier Messpunkten konstruiert werden. Die Spannungen wurden schließlich nach dem $\text{sin}^2\psi$ -Verfahren ausgewertet. Allerdings wird u. a. angenommen, dass alle vier Versuche identisch sind.

Eine gleichzeitige Registrierung von Beugungsdaten mit unterschiedlich orientierten Streuvektoren erfolgt dagegen bei der Anwendung des Filmtechnikverfahrens der röntgenographischen Spannungsanalyse. Bei diesem Verfahren wird das Werkstück durch konventionelle Röntgenstrahlung unter einem festen Winkel ψ_0 im Reflexionsmodus belichtet. Teile des Beugungskegels werden in zwei verschiedene Richtungen des Streuvektors ψ_1 und ψ_2 in Form von zwei zum Primärstrahl symmetrischen Ausschnitten aus einem Debye-Scherrer-Ring mit Hilfe einer Debye-Scherrer-Kamera und eines Röntgenfilms aufgenommen (vgl. [46] und Abb. 2.5). Kamera und Röntgenfilm sind dabei im Rückstrahlbereich angeordnet. Die Spannungen werden schließlich anhand der Verschiebung der beiden Ausschnitte nach der $\text{sin}^2\psi$ -Methode ermittelt. Die Methode ist im englischen Sprachraum auch als „single exposure“-Technik bekannt (vgl. [45]). Sie ist jedoch wegen ihrer Instrumentalisierung nicht in der Lage, zeitaufgelöst Sequenzen von Interferenzerscheinungen aufzunehmen.

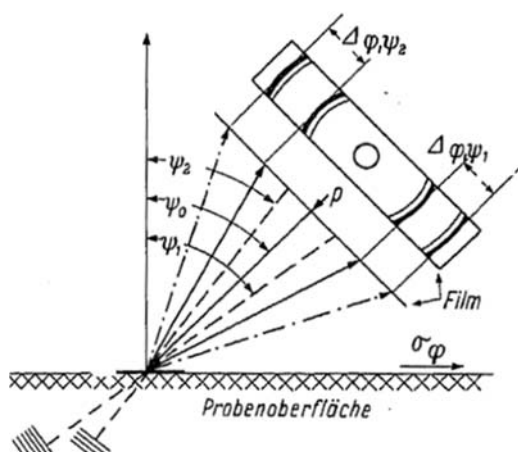


Abb. 2.5: Schematischer Strahlengang bei einer Rückstrahlaufnahme nach dem Filmtechnikverfahren der röntgenographischen Spannungsanalyse [46]

Nachweise über die Verwendung der Neutronenbeugung zur Durchführung zeitlich aufgelöster Phasen- bzw. Spannungsanalysen während Wärmebehandlungs- oder Fertigungsprozessen finden sich in der Fachliteratur nur vereinzelt. Einerseits ermöglicht die Neutronenbeugung eine zerstörungsfreie Ermittlung von Spannungszuständen in Bauteiltiefen von bis zu einigen Zentimetern, andererseits erfolgt dies – rein physikalisch bedingt – unter deutlich längeren Messzeiten im Vergleich zu den Röntgenbeugungsmethoden [81]. Die Bragg'sche Gleichung (vgl. Gl. 2.4) ist hingegen auch im Falle von Interferenzerscheinungen infolge der Neutronenbeugung gültig. Somit wurden beispielsweise in [82] zeitaufgelöste Gitterdehnungsmessungen während sehr langsam ablaufenden Rührreibschweißens von Al-6061-T6 in Probentiefen von bis etwa 3 mm

durchgeführt. Der Messansatz und die Auswertestrategie ähneln dem 2-Detektor-Messansatz der Synchrotron-Messmethoden der Gruppe 3 (vgl. Tab. 2.1). Die zeitliche Auflösung betrug allerdings 2 min. (vgl. [82]). Weitere exemplarische Anwendungen der Neutronenbeugung zur Phasen- bzw. Dehnungsanalyse in quasi Echtzeit sind in [83] oder [84] vorgeschlagen.

Aus den o. a. Literaturüberblick lässt sich zusammenfassen feststellen, dass bislang keine Messkonzepte etabliert sind, die die Spannungen während eines realen Fertigungsprozesses mit hinreichender Genauigkeit röntgenographisch bestimmen können.

2.2 Laserrandschichthärten

Das Laserstrahlhärten ist ein Wärmebehandlungsverfahren, das nach DIN 7022-5 [85] den sogenannten Randschichthärtetechnologien zugeordnet wird. Der o. a. Klassifizierung entsprechend beruht das Verfahren auf dem Prinzip des lokalen martensitischen Umwandlungshärtens (vgl. [86]). Ein für den Prozess typischer Temperatur-Zeit-Verlauf ist exemplarisch in Abb. 2.6 wiedergegeben.

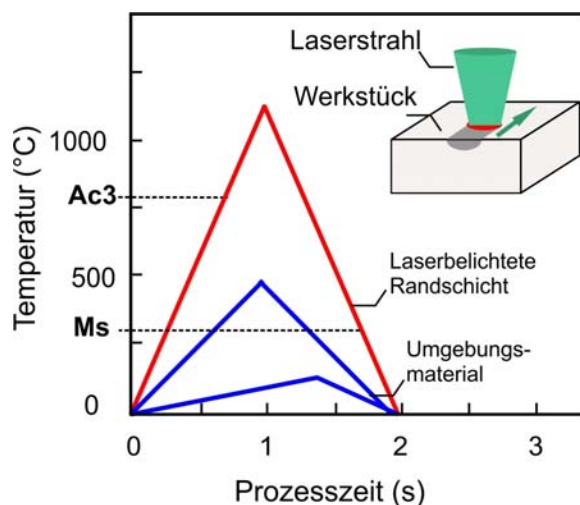


Abb. 2.6: Exemplarische Temperatur-Zeit-Verteilung beim Laserrandschichthärten [87] (schematisch)

Das zu behandelnde Werkstück wird durch einen Laserstrahl hoher Leistungsdichte lokal be-lichtet. Ein Teil des Laserlichts wird durch die Werkstückoberfläche absorbiert und in Wärme umgewandelt. Unter der Wirkung der Wärmeleitung werden sowohl die direkt belichtete Oberfläche als auch die in unmittelbarer Nähe liegenden Randschichten sehr schnell auf Temperaturen oberhalb der oberen Austenit-Umwandlungstemperatur (A_{C3}) erhitzt. Infolge der sehr kurzen Erwärmungsdauer bleibt das Umgebungsmaterial von dieser thermischen Beanspruchung im Wesentlichen unbeeinflusst (vgl. Abb. 2.6). Bei der anschließenden Selbstabschreckung, die durch Wärmeleitung in das kalt gebliebene Material getrieben wird, findet unterhalb der Marten-

sitstarttemperatur (M_s) eine lokale martensitische Umwandlung der zuvor austenitisierten Randschichten statt. Als Prozessergebnis stellen sich ein martensitisches Gefüge, verbesserte Härte- und Verfestigungszustände sowie Druckeigenstressungen innerhalb der gehärteten Randschichten ein. Das Umgebungsmaterial behält dagegen das Gefüge und die Festigkeitseigenschaften des Ausgangszustands bei. Als unerwünschte Prozessfolgerung ist allerdings das Auftreten von Zugspannungen außerhalb des durch den Laser belichteten Bereiches zu erwähnen [88].

Das Verfahren wird zur Verbesserung des Verschleißwiderstands und der Ermüdungsfestigkeit hoch beanspruchter Funktionsrandschichten aus Eisenbasiswerkstoffen angewendet (vgl. z. B. [1 bis 7]). Dies kann an Bauteilen bzw. Werkzeugen mit nahezu beliebiger und insbesondere komplexer Geometrie erfolgen. Die Entwicklung kompakter fasergekoppelter Diodenlasersysteme gestattet weiterhin eine präzise und flexible Führung des Laserstrahls unter Einsatz von Industrierobotern, so dass lokal schwer zugängliche Bauteilbereiche [89] oder Großwerkzeuge [90] ebenfalls gehärtet werden können.

Je nach Prozessregelung (leistungs-/temperaturgeregelt), Strahlmodus (kontinuierlich/gepulst), Translation der Laserquelle bzw. der Bearbeitungsoptik (Stand-/Linienhärten) und Anzahl der aufgetragenen Temperatur-Zeit-Zyklen (einmalig/mehrmalig, mit und ohne Überlappung der Härtespur) lässt sich der Laserhärteprozess in verschiedene Verfahrenstypen untergliedern (vgl. z. B. [91]). In Abhängigkeit von der Problemstellung können unter dem Einsatz einer der o. a. Verfahrenstypen Randschichten in einer Tiefe von bis zu einigen Millimetern martensitisch gehärtet werden. Dies erfolgt entweder durch Festphasenumwandlungen, wie z. B. bei den Stählen [92], oder durch Phasenumwandlung mit Auftreten einer flüssigen Phase, wie z. B. bei Grauguss [86]. Im Folgenden soll nur temperaturkontrolliertes, kontinuierliches einmaliges Laserhärten anhand von Festphasenumwandlungen der Stähle betrachtet werden. Dies ist zugleich der in der Industrie am meisten angewendete Verfahrenstyp.

2.2.1 Werkstoffkundliche Grundlagen

Die sogenannte Kurzzeitaustenitisierung stellt den ersten Prozessschritt des Laserhärteprozesses dar. Beim Erwärmen eines Stahls über der unteren Austenit-Umwandlungstemperatur (A_{C1}) beginnt die diffusionsgesteuerte Umwandlung des krz-Fe-Mischkristalls (Ferrit) in seine kfz-Modifikation (Austenit). Erste Austenitkeime bilden sich an den Tripelpunkten der Ferritkörner [93]. Der Kohlenstoff, der nach der abgeschlossenen Keimbildung für die weitere Umwandlung benötigt wird, wird durch das Auflösen von Fe_3C bereitgestellt. Getrieben durch die Konzentrationsunterschiede $c_{V, \max} - c_{V, \min}$ wird der Kohlenstoff von der Karbidgrenzfläche über den bereits gebildeten Austenitkeim zur Wachstumsfront Austenit-Ferrit hin transportiert (vgl. Abb. 2.7.a). Er diffundiert somit in die Austenit-Matrix – es findet ein Austenitkeimwachstum statt (vgl. [94]). Aufgrund der sehr kurzen Erwärmungsdauer des Laserhärteprozesses reicht beim Erreichen

der Gleichgewichtstemperaturen A_{C1}/A_{C3} die Zeit nicht aus, die für die Diffusion des Kohlenstoffs notwendig ist. Mit zunehmender Überhitzung nimmt die Diffusionsfähigkeit des Kohlenstoffs zu [95]. Die Folge ist, dass die Kurzzeitaustenitisierung zu höheren Umwandlungstemperaturen verschoben wird [96]. Experimentelle Untersuchungen, die an niedrig und hoch legierten Stählen innerhalb des für das Laserhärten typischen Erwärmungsratenbereichs zwischen 300 K/s und 6000 K/s unter Einsatz von Kurzzeitumwandlungsprüfständen durchgeführt wurden, belegen, dass mit zunehmender Erwärmungsrate die A_{C3} -Temperatur um bis zu 150 °C gegenüber der Gleichgewichtsumwandlungstemperatur zunimmt [97, 98].

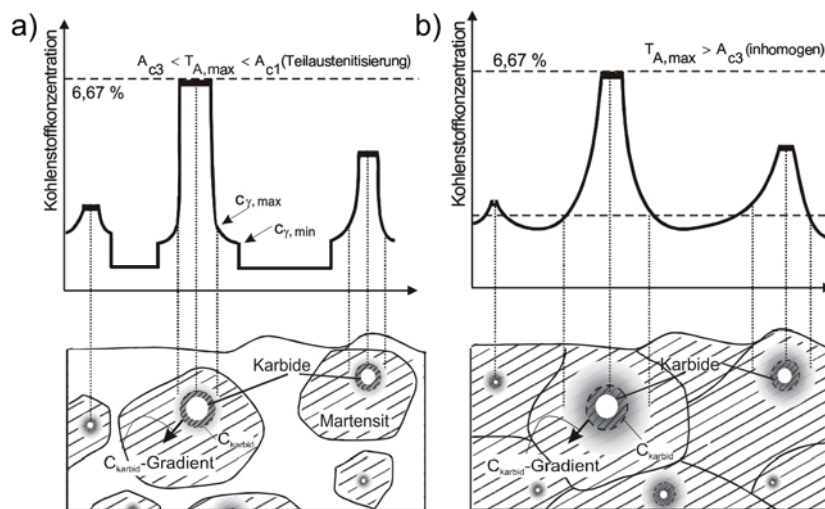


Abb. 2.7: Schematische Darstellung der örtlichen Kohlenstoffverteilung vor dem Ende der Austenitumwandlung (a) und vor dem Homogenisieren des Austenits (b) [97]

Bei Erreichen der A_{C3} -Temperatur ist die Austenitbildung abgeschlossen. Der Kohlenstoff im bereits gebildeten Austenit ist allerdings nicht gleichmäßig verteilt, was den Verbleib von lokalen Orten hoher Kohlenstoffkonzentration bewirkt (vgl. Abb. 2.7.b). Mit fortschreitendem Umwandlungsgeschehen (zunehmende Temperatur oder zunehmende Zeit) setzt sich die Auflösung der Karbide fort, so dass oberhalb $A_{C, hom.}$ (Homogenisierungstemperatur) eine nahezu gleichmäßige Kohlenstoffverteilung im Austenit vorliegt. Gefügeanalysen am Rasterelektronenmikroskop (REM) zeigen, dass eine maximale Austenitisierungstemperatur ($T_{A, max}$) beispielsweise von 1150 °C bei einer Erwärmungsrate von 1000 K/s ausreichend ist, um alle Eisenkarbide in den oberflächennahen Randschichten des Stahls 42CrMo4 vollständig aufzulösen [99]. Mit zunehmender Überhitzung wird weiterhin eine zunehmende Gefügehomoogenität, jedoch unter zunehmender Kornvergrößerung an mehreren lasergehärteten untereutektoiden Stählen, festgestellt (vgl. z. B. [100]).

Neben den geschilderten Diffusionsvorgängen findet bei der α - γ -Umwandlung eine relative Volumenabnahme der austenitisierten Randschichten statt. Wie in Abb. 2.8 gezeigt, weist der Austenit ein geringeres spezifisches Volumen gegenüber Ferrit auf. Dies resultiert in einer negativen Volumenänderung während/nach der Ferrit-Austenit-Umwandlung.

Die Selbstabschreckung und die Martensitbildung stellen den zweiten entscheidenden Wärmebehandlungsschritt des betrachteten Prozesses dar. Beim Selbstabschrecken laserstrahlerhitzter austenitisch umgewandelter Randschichten liegt in der Regel immer eine überkritische Abkühlgeschwindigkeit vor, so dass die diffusionsgesteuerten Umwandlungsvorgänge unterdrückt werden. Unterhalb M_s erfolgt die Transformation der kfz-Kristallstruktur des Austenits in die tetragonal-raumzentrierte Struktur des Martensits. Die Umwandlung läuft dabei nach den gleichen thermodynamischen und kristallographischen Gesetzmäßigkeiten wie die martensitische Umwandlung der konventionell gehärteten Stähle ab (vgl. dazu z. B. [101, 102]). Sobald die Martensitfinishtemperatur (M_f) unterschritten wird, ist die Umwandlung abgeschlossen. Infolge des höheren spezifischen Volumens des Martensits findet während/nach der Phasenumwandlung eine Volumenzunahme der bereits martensitisch umgewandelten Bereiche statt (vgl. Abb. 2.8).

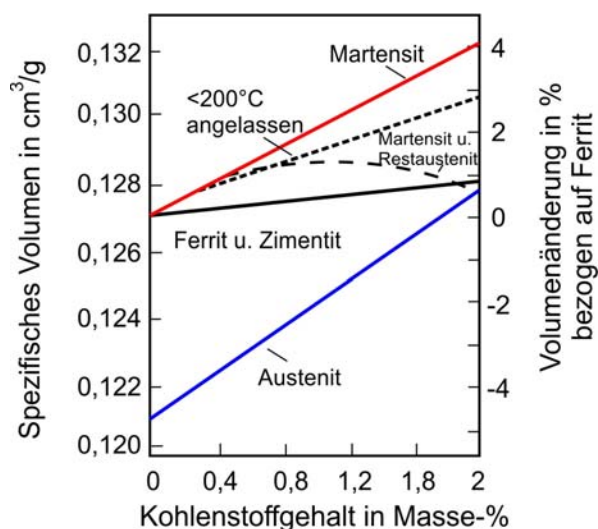


Abb. 2.8: Spezifisches Volumen verschiedener Gefügearten, sowie deren auf das Ferritvolumen bezogene, umwandlungsbedingte Volumenänderung in Abhängigkeit vom Kohlenstoffgehalt (Angaben bei Raumtemperatur) [103]

Im Gegensatz zur Austenitisierung haben die erhöhten Erwärmungs- und Abkühlraten des Laserstrahlhärtens keinen wesentlichen Einfluss auf die Martensitumwandlungstemperaturen. Erst bei Erwärmungsraten oberhalb 6000 K/s wurde am Beispiel des Stahls 42CrMo4 eine geringfügige Zunahme von M_s von etwa 340 °C auf ca. 355 °C festgestellt. Dies gilt allerdings für maximale Prozesstemperaturen $T_{A, \max.} \leq 1000$ °C [99].

Zwei weitere mikrostrukturelle Prozesse, die während der Abkühlung stattfinden können, beeinflussen das Prozessergebnis – der Restaustenitverbleib und das Selbstanlassen des bereits ge-

bildeten Martensits. Das hohe Maß an gelöstem Kohlenstoff führt nach dem Laserhärten über-eutektoider Stähle zur unvollständigen Martensitumwandlung und zum Verbleib von Restaustenit [98, 104, 105]. Legierungselemente, wie z. B. Cr, Mo oder V, können ebenfalls zur Absenkung von M_s - und M_f -Temperatur beitragen, sodass beim Abkühlen auf Raumtemperatur nicht umgewandelter Austenit in der lasergehärteten Randschicht zurückbleibt [100, 105, 106]. Darüber hinaus bewirken die o. a. Kohlenstoffhöfe (vgl. Abb. 2.7 b) eine Restaustenitbildung auch in niedrig legierten lasergehärteten Stählen mit C-Gehalt $< 0,6$ Ma. %. Je nach Prozessführung kann dabei der Restaustenitgehalt bis zu 12 % vom Gesamtvolumen des Härtingsgefüges betragen [87, 99]. Dieses Mischgefüge aus Martensit und Restaustenit weist sowohl ein geringeres spezifisches Volumen im Vergleich zum martensitisch vollständig umgewandelten Gefüge (vgl. Abb. 2.8) als auch geringere Werkstoffhärte und geringere Festigkeit auf. Eine Anlassbehandlung verändert ebenfalls das spezifische Volumen martensitisch gehärteter Randschichten. Beim Anlassen gehärteter Stähle kommt es zunächst zur Kohlenstoffclusterbildung, zum Ausscheiden der sogenannten ϵ -Karbide und zu Transformation des Martensits zu Sekundärmartensit [107]. Mit zunehmender Anlassstemperatur ($T_{\text{Anlass}} > 200$ °C) werden Fe-Karbide ausscheiden und, sofern martensitisch nicht vollständig umgewandeltes Gefüge vorhanden ist, findet ein Restaustenitzerfall statt [95, 108]. Das Ausscheiden von Karbiden ist mit einer Kohlenstoffverarmung der Martensit-Matrix verbunden, die mit zunehmenden Anlasstemperaturen (> 300 °C) in das Gleichgewichtsgefüge Ferrit und Zementit übergeht. Bei Stählen mit höherem M_s kann es schon während der Abkühlung zum Anlassen kommen [107]. Beim Laserstrahlhärten niedrig legierter Stähle mit einem Kohlenstoffgehalt zwischen 0,3 % und 0,5 % wurden ebenfalls Selbstanlasseffekte anhand von Gefügeanalysen am REM nachgewiesen (vgl. z. B. [109, 110]). Die Bildung von Sekundärmartensit ist neben der Abnahme des spezifischen Volumens (vgl. Abb. 2.8) auch mit dem Abbau von Mikrospannungen verbunden, deren Abnahme anhand der abnehmenden Breite der Röntgeninterferenzlinien qualitativ nachweisbar ist, wie exemplarisch in [107, 111, 112, 113] gezeigt.

2.2.2 Eigenspannungsbildung

Die prozessbedingten Änderungen der Mikrostruktur während des Laserstrahlrandschichthärtens tragen entscheidend zur Ausbildung von Eigenspannungen bei. Dies erfolgt durch ein komplexes Zusammenwirken zwischen den im behandelten Werkstück vorliegenden Temperaturgradienten und den lokalen Phasenumwandlungen mit den o. a. einhergehenden lokalen Volumenänderungen. Aufgrund der eingeschränkten zeitlichen Auflösung experimenteller Analyseverfahren lassen sich die Vorgänge zur Eigenspannungsbildung vorwiegend mit Hilfe abstrahierter Elementarmodelle beschreiben. Für Randschichthärtewärmebehandlungen kann die Eigenspannungsbildung anhand des in [22] entwickelten Rand-Kern-Modells qualitativ betrachtet werden. Das Modell gibt allerdings einen auf die Abkühlphase begrenzten Einblick in die

Spannungsentwicklung und verdeutlicht die Rolle der plastischen Deformationen zur Eigenspannungsentstehung nur eingeschränkt. Zur Deutung des Einflusses der plastischen Verformungen auf die Eigenspannungsentstehung wird zunächst auf die in [17] und [22] vorgeschlagenen Rand-Kern-Modelle verwiesen. Dabei wird die umwandlungsfreie Abschreckung gleichmäßig erwärmter Stahlbauteile betrachtet.

(Eigen-)Spannungsentstehung bei Abschreckung ohne Phasenumwandlungen

Beim umwandlungsfreien und hinreichend schnellen Abkühlen eines gleichmäßig erwärmten Werkstücks stellt sich mit zunehmender Abkühlzeit t ($t < t_3$, vgl. Abb. 2.9 oben rechts) eine zunehmende Temperaturdifferenz zwischen dem Rand und dem Kern ein. Dies resultiert in einer zunehmend stärkeren Schrumpfung des Randes. Dieser Schrumpfung wirkt der wärmere, langsam schrumpfende Kern entgegen. Infolge dieser Schrumpfungshinderung wird der Rand gestreckt und unter Zug beansprucht (vgl. Kurve a in Abb. 2.9). Nach Überschreiten der maximalen Temperaturdifferenz beim Zeitpunkt t_3 schrumpft der Kern im Laufe weiterer Abkühlung schneller als der Rand. Die Schrumpfungshinderung ist diesmal entgegengesetzt gerichtet. Der zuvor gestreckte Rand wird relativ gestaucht. Dies bewirkt eine Abnahme der Zugspannungen des Randes.

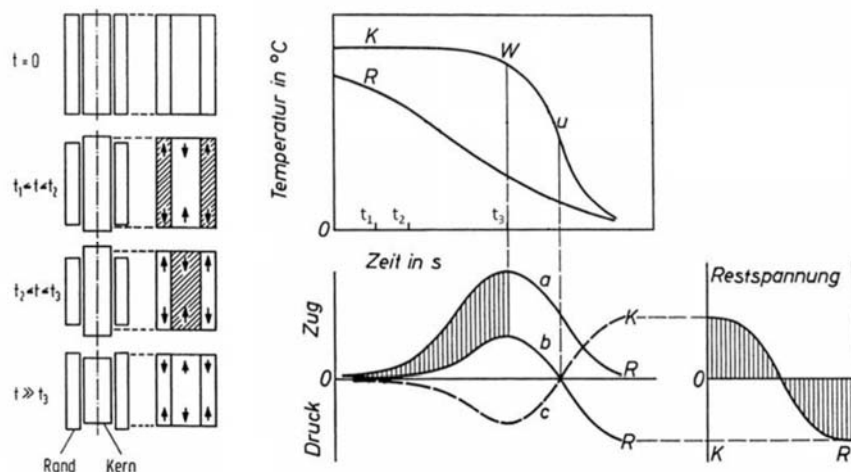


Abb. 2.9: Entstehung von Abschreckeigenspannungen eines durchgewärmten Werkstücks während des homogenen Abschreckens des Werkstückrandes [22]

Für den Fall einer rein elastischen Beanspruchung bleibt das Werkstück nach vollständiger Abkühlung spannungsfrei (vgl. Verlauf a in Abb. 2.9). Falls allerdings die Vergleichsspannung des Randes die lokal vorliegende Fließgrenze des Werkstoffs überschreitet (vgl. Verlauf b in

Abb. 2.9), setzt eine lokale plastische Verformung ein. Die Zugspannung der Randschichten wird auf den Betrag der Fließgrenze abgebaut. Nach der vollständigen Abkühlung bleibt der Rand plastisch gestreckt, was eine Verletzung des Kompatibilitätskriteriums mit sich bringt und zur Ausbildung von Druckeigenstressungen führt. Diese Eigenstressungen werden **Abschreckeigenstressungen** genannt. Im nicht verformten Kern liegen ausgleichsbedingt Zugeigenstressungen vor (vgl. Verlauf c in Abb. 2.9) [17, 22].

Randschichtabschreckung ohne Phasenumwandlungen

Im Unterschied zu dem o. a. Elementarmodell wird im Folgenden die Eigenstressentstehung bei einer lokalen Randschichtwärmebehandlung und Abschreckung ohne Phasenumwandlungen betrachtet. Diese Prozesse entsprechen den Prozessen, die während des Randschichthärtens außerhalb der martensitisch umgewandelten Prozesszone erfolgen. Ausgangspunkt der Betrachtungen sind eine unterhalb A_{C3} erwärmte und plastisch gestauchte Randschicht O und ein Werkstoffkern K bzw. eine Übergangsschicht T, die auf eine geringere Temperatur gegenüber der Werkstückoberfläche aufgeheizt und rein elastisch unter Druck beansprucht sind (vgl. Abb. 2.10 a, oben). Mit beginnender Abschreckung entstehen aufgrund der oben beschriebenen Dehnungsbehinderungen zwischen dem Rand und dem Umgebungsmaterial Zugspannungen. Eine Überschreitung der Fließgrenze seitens der lokal vorliegenden Vergleichsspannung führt ebenso wie der o.a. Abkühlfall zur plastischen Streckung des Randes. Die später einsetzende Abkühlung der Übergangsschicht T kann die Zugspannungen des Randes aufgrund der wesentlich geringeren Temperaturdifferenzen zwischen Rand und Kern nicht umkehren sondern nur verkleinern (vgl. Abb. 2.10 a, unten, Verlauf O).

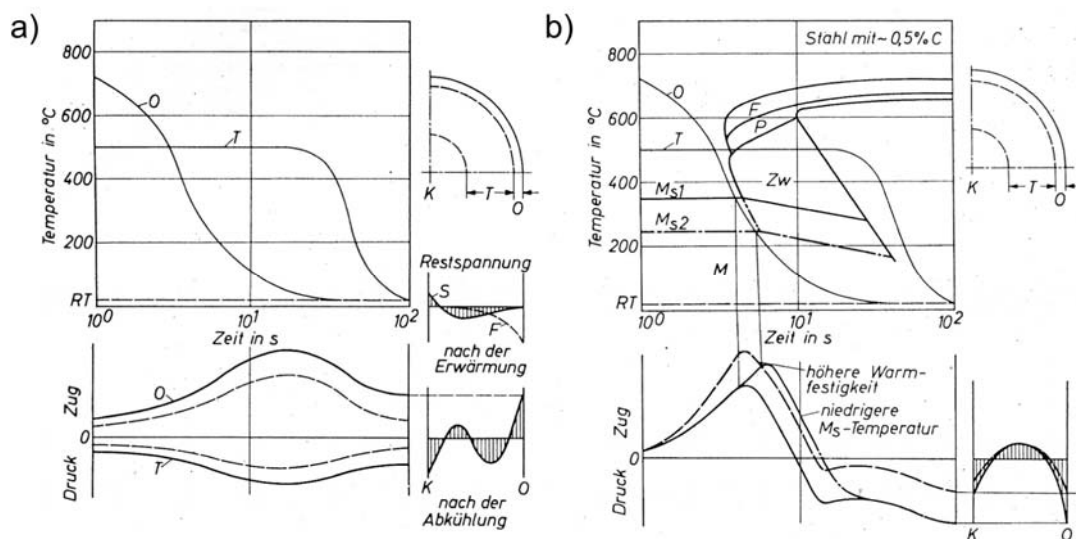


Abb. 2.10: Entstehung von Eigenstressungen bei der Randschichtwärmebehandlung eines Stahlwerkstücks: ohne Phasenumwandlung (a), mit Phasenumwandlung (b) [22]

Nach vollständiger Abkühlung verbleiben in den oberflächennahen Randbereichen Zugeigenspannungen, die auch als **Schrumpfeigenspannungen** bezeichnet werden. Sie werden durch Druckeigenspannungen in der Übergangsschicht T kompensiert (vgl. Abb. 2.10 a, unten, Verlauf T). Eine Abnahme der Fließgrenze führt zur Zunahme der plastischen Streckung des Randes und folglich zur Abnahme der Zugeigenspannungen (vgl. Abb. 2.10 a, unten, gestrichelter Verlauf).

Randschichtabschreckung mit Phasenumwandlungen

Beim Abschrecken des austenitisierten Randes O (vgl. Abb. 2.10 b) erfolgt die mit der Volumenzunahme verbundene Umwandlung von Austenit in Martensit, sodass eine komplexe Überlagerung o. a. Schrumpfspannungen mit den so genannten **Umwandlungsspannungen** stattfindet. Die Spannung der Randschichten weist bis zum Erreichen des Umwandlungszeitpunktes M eine qualitativ gleiche Verteilung wie die thermisch bedingten Schrumpfspannungen des Randes aus Abb. 2.10 a auf (vgl. Abb. 2.10 b, unten). Da während der martensitischen Umwandlung des Randes der ferritische Kern umwandlungsfrei bleibt, entstehen Dehnungsbehinderungen zwischen dem Rand und dem Umgebungsmaterial T bzw. K. Der Rand wird folglich bei seiner phasenbedingten Ausdehnung behindert und gestaucht. Dies bewirkt anfangs eine Abnahme und mit fortschreitender Umwandlung eine Umkehrung der Zugspannungen in Druckspannungen. Diese Druckspannungen können mit der einsetzenden Abkühlung der Übergangsschicht T weiter zunehmen. Nach vollständiger Abkühlung bleiben Druckeigenspannungen im Rand O und Zugeigenspannungen im Kern T zurück. Zunehmende plastische Deformationen infolge einer herabgesetzten Fließgrenze während der Abkühlung des Randes führen zu einer betragsmäßigen Zunahme der Druckeigenspannungen. Eine Änderung der Druckeigenspannungen lässt sich ebenfalls mit dem Ausmaß der umwandlungsbedingten Volumenvergrößerung verbinden, jedoch nicht, sofern keine plastische Deformationen vorhanden, mit einer Änderung von M_s [22].

Die o. a. Elementarmodellvorstellungen definieren die Art und Weise der Entstehung von Abschreck-, Umwandlungs- und Schrumpfeigenspannungen, können allerdings aufgrund ihres idealisierten Charakters nicht als Mittel zum Prozessverständnis des Laserrandschicht härten verwendet werden.

2.2.3 Einflussgrößen des Prozessergebnisses

Sowohl die eingestellten Eigenspannungen als auch die Verfestigungs- und Härtezustände der Randschichten hängen von einer Reihe von Einflussgrößen und Prozessparametern ab. Abb. 2.11 fasst die wichtigsten Einflussfaktoren in drei Gruppen zusammen – die an der Härteanlage direkt einzustellenden **Prozessparameter**, die **Härteanlage** selbst sowie der Werkstoff, die Geometrie und die mechanischen Eigenschaften des zu behandelnden **Werkstücks**.

2.2.3.1 Prozessparameter

Einige der in Abb. 2.11 aufgelisteten Prozessparameter beeinflussen nicht nur das Prozessergebnis sondern sich auch gegenseitig und wirken sich daher sehr komplex aus. Ein eindeutiges Ranking der einzelnen Parameter ist daher nicht einfach. Parameter wie z. B. Vorschub, Belichtungs- oder Haltezeit, Pulsfrequenz und -dauer, sowie Arbeitsabstand und Laserleistung tragen zur Änderung **der Erwärmungs- und Abkühlraten** und/oder **der Prozesstemperatur** bei. Diese beiden Prozessparameter werden im Weiteren getrennt behandelt, wobei ihre Wirkung auf das Prozessergebnis anhand der Literatur verdeutlicht wird.

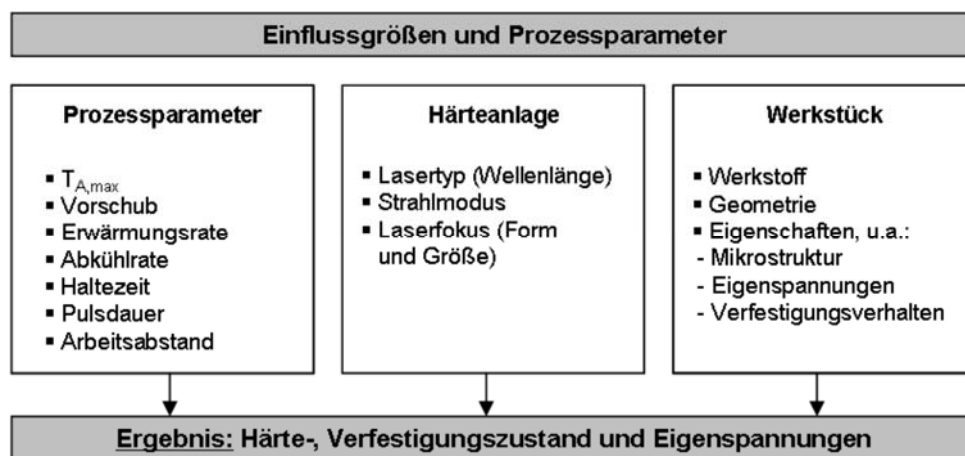


Abb. 2.11: Einflussgrößen und Prozessparameter des Laserrandschichthärtens (nach [86] und [91])

Einfluss der Erwärmungs- und Abkühlrate

Der Einfluss der Erwärmungs- und Abkühlraten auf die Eigenschaften lasergehärteter Randschichten ist Thema einer Vielzahl experimenteller Untersuchungen. Die direkte Wirkung der Erwärmungs- und/oder Abkühlrate auf das Prozessergebnis wird allerdings nur vereinzelt untersucht (vgl. z. B. [99, 100, 114, 123]). Die meisten Studien beschäftigen sich mit der Charakterisierung der Härte- und Gefügeverteilungen unter Variation entweder der Vorschubgeschwindigkeit der Laserquelle (vgl. [105, 115, 116, 117, 118, 119, 120, 121, 122, 123]) oder der Belichtungszeit [100, 104].

Eine Verringerung des Vorschubs bewirkt eine Zunahme der Wechselwirkungszeit zwischen dem Laserstrahl und der Werkstückoberfläche. Bei gleich bleibender Kontrolltemperatur bedeutet dies eine Zunahme der Wärmezufuhr ins Bauteil und daher eine Abnahme der Erwärmungs- und Abkühlraten infolge des abnehmenden Temperaturgefälles. Langsam ablaufende Prozessschritte gewähren insgesamt mehr Zeit zum Wärmetransport sowie zur Austenitbildung und -homogenisierung. Dadurch werden mit abnehmendem Vorschub eine Erhöhung der Einhärtetiefe

[105, 115 bis 121] sowie eine Verbreiterung des martensitisch umgewandelten Bereichs [116] festgestellt. Die Oberflächenhärte bleibt im Vorschubbereich zwischen 0,3 m/min und 1 m/min grundsätzlich unbeeinflusst, sobald ein homogenes (einphasiges) martensitisches Gefüge am Ende des Prozesses vorliegt. In [115-117] wird allerdings eine geringfügige Zunahme des Oberflächenhärtewertes mit der Erhöhung des Vorschubs am Beispiel untereutektoider Stähle gezeigt. Weiterhin bewirkt eine Verringerung des Vorschubs, vor allem bei den hoch legierten und/oder übereutektoiden Stählen, eine Zunahme des Restaustenitgehalts und daher eine merkliche Abnahme der Werkstoffhärte [105]. Tendenziell gleiche Einflüsse auf die Einhärtetiefe lassen sich bei direkter Änderung der Erwärmungs- und/oder Abkühlraten beobachten. Der Betrag der Werkstoffhärte wird dabei nur geringfügig beeinflusst [99, 114]. Eine deutliche Erhöhung der Laserbelichtungszeit bei konstant bleibendem Werkstückvolumen bewirkt dagegen infolge der unterhalb der kritischen Abkühlgeschwindigkeit abgenommenen Abkühlrate einen steigenden Anteil an Zwischenstufengefüge (vgl. z. B. [104]). Dies bedeutet eine Abnahme der Werkstoffhärte.

Röntgenographische Untersuchungen, die an unter variierenden (i) Erwärmungsraten [123], (ii) Belichtungszeiten [100, 104] und (iii) Vorschubgeschwindigkeiten [104, 119, 122, 123] gehärteten Proben durchgeführt wurden, zeigen mit abnehmendem Wärmeeintrag in das zu behandelnde Bauteil die gleiche Abhängigkeit der Eigenspannungen, wobei sich im Folgenden ausschließlich um phasenspezifischen Eigenspannungen handelt. Bei konstant bleibender Kontrolltemperatur führt eine Erhöhung der Erwärmungsrate bzw. des Vorschubs oder eine Abnahme der Laserbelichtungszeit zur geringfügigen betragsmäßigen Zunahme der Druckeigenspannungen, die sich innerhalb des laserbelichteten Bereichs ausbilden. Die unerwünschten Zugeigenspannungen des Umgebungsmaterials nehmen ebenfalls zu. Für diese Erkenntnis gibt die Literatur an der Stelle keine eindeutige Ursachenaufklärung aufgrund der stark werkstoffabhängigen Eigenspannungsbeeinflussung. In [100 und 104] wird beispielsweise behauptet, dass die mit abnehmender Belichtungszeit zwischen dem Rand und dem Kern resultierenden zunehmenden Temperaturgradienten eine Zunahme in den abkühlbedingten Schrumpfeigenspannungen hervorrufen und daher eine Erhöhung der Zugeigenspannungen bewirken (vgl. Abschnitt 2.2.2). Der erhöhte Restaustenitgehalt des Stahls X39CrMo17 1 wird z. B. in [123] als eine Ursache für die betragsmäßig abnehmenden Druckeigenspannungen mit erniedrigten Erwärmungsraten bezeichnet, da der Volumensprung und daher der Anteil der Umwandlungseigenspannungen mit zunehmendem Restaustenitanteil abnimmt (vgl. Abb. 2.8). In [106] wird die gleiche Tatsache festgestellt. Hier wird allerdings gezeigt, dass beim Laserhärten untereutektoider Stähle die Restaustenitbildung mit einer absorptionsfördernden Graphitbeschichtung der Bauteiloberfläche verbunden sein kann. Aufgrund der höheren Wellenlänge der CO₂-Laser werden durch Stahloberflächen nur etwa 5 % bis 10 % der Laserstrahlung absorbiert. Zur Absorptionsförderung werden die zu behandelnden

Werkstückoberflächen mit graphithaltigen Sprays manipuliert [89, 124]. Folglich können die niedrig legierten untereutektoiden Stähle je nach Prozessparametern einen Restaustenitanteil von bis zu 40 % direkt an der beschichteten und gehärteten Oberfläche aufweisen (vgl. z.B. [104]). Vor den röntgenographischen Analysen wird diese Beschichtung in der Regel elektrochemisch oder mechanisch entfernt (vgl. z. B. [104, 110]), was mit einer Rückwirkung auf den Eigenspannungszustand verbunden sein kann. Systematische Untersuchungen in diesem Gebiet sind allerdings nicht bekannt.

Einfluss der maximalen Austenitisierungstemperatur

Eine Verbesserung der Randschichteigenschaften kann bei konstantem Vorschub/konstanter Belichtungszeit erreicht werden, indem die maximale Prozesstemperatur variiert wird. Temperaturkontrollierte Laserhärteexperimente ermöglichen eine gezielte Untersuchung des Temperatureinflusses auf die Härte- und Gefügeverteilung verschiedener Stähle, wie z. B. in [88, 99, 100, 105, 116, 123] gezeigt. Es lässt sich dabei feststellen, dass die Temperaturabhängigkeit der Ergebnisgrößen stärker ausgeprägt ist als der Einfluss der Erwärmungs- und Abkühlraten [105]. Eine Erhöhung der maximalen Kontrolltemperatur führt zur Vergrößerung der martensitisch umgewandelten Zone. Demzufolge nimmt die Härtetiefe zu (vgl. z. B. [100, 105, 109, 115, 116]). Der Betrag der Werkstoffhärte selbst ist ebenso temperaturabhängig. Es gilt grundsätzlich, dass eine Zunahme der Kontrolltemperatur zur Zunahme der Werkstoffhärte führt [100, 115]. Bei stärker Überhitzung und Kornvergrößerung fallen allerdings die Härtewerte ab [100, 109].

Zu hohe Prozesstemperaturen ($T_{A, \max} > 1300 \text{ °C}$) können bei hoch legierten Stählen infolge des Verbleibs des weicheren Restaustenits ebenfalls zu einem Rückgang der Werkstoffhärte führen [105, 116]. Leichte Härteabfälle in der oberflächennahen Randschichten werden weiterhin aufgrund von Selbstanlasseffekten beobachtet. In [110] ist ein Härterückgang in den ersten 50 μm zur Probenoberfläche beim Linienhärten von niedrig legierter Stählen mit Kohlenstoffgehalt von bis zu 0,4 % festgestellt worden. Dieser Abfall kann durch einen erhöhten Selbstanlasseffekt oder durch leichte Randentkohlung hervorgerufen werden [110].

Die Änderung der Prozesstemperatur hat einen deutlichen Einfluss auf die Eigenspannungsbildung. Sobald die $T_{A, \max}$ oberhalb der A_{c3} -Temperatur liegt, bilden sich in den durch den Laser belichteten Bereichen unwandlungsbedingte Druckeigenspannungen aus, die durch Zugeigenspannungen außerhalb der Prozesszone ausgeglichen werden [104, 123]. Ihr Wirkungsbereich erweitert sich mit zunehmender Prozesstemperatur [100, 104]. Die Zug- und Druckeigenspannungen nehmen dabei betragsmäßig ab [100, 104, 123]. In [100] wird behauptet, dass zu hohe Temperaturen ($T_{A, \max} > 1200 \text{ °C}$) zu einer Überhitzung der oberflächennahen Randschichten führen, die je nach Probengröße, Selbstanlasseffekte bewirkt und eine Abnahme der Druckeigenspannungen zur Folge haben könnte. Diese Erkenntnis ist allerdings durch keine mikrostrukturel-

le Untersuchungen bestätigt. [123] zeigt weiter, dass das bis etwa 1100 °C kontinuierlich zunehmende c/a-Verhältnis mit weiter zunehmender Prozesstemperatur abnimmt. Dieser Verlauf deutet infolge der abnehmenden Tetragonalität des Martensits infolge Ausscheidungen von C-Atomen auf Anlasseffekte hin und korreliert mit der Abnahme der Druckeigenspannung. Partielle Oberflächenanschmelzungen, die oberhalb 1300 °C infolge zögernder Pyrometerregelung festgestellt worden sind [104], sowie eine Restaustenitbildung [104, 123] sind weitere nennenswerte Ursachen, die eine Verringerung der lokalen phasenspezifischen Druckeigenspannungen der Prozesszone mit zunehmender Prozesstemperatur bewirken können.

2.2.3.2 Härteanlage

Die Härteanlage hat einen Einfluss auf die Wellenlänge und somit auf den Anteil der durch die Bauteiloberfläche absorbierten Laserstrahlung. Die Laserstrahlung der modernen Diodenlaser-Systeme lässt sich bis zu fünfmal besser absorbieren als die Laserstrahlung konventioneller CO₂-Laser. Dadurch wird auf die graphithaltige absorptions erhöhende Beschichtung der Probenoberfläche verzichtet (vgl. [1, 2, 89, 124]). Nach dem aktuellen Stand der Erkenntnisse ist nur eine beschränkte Anzahl von Forschungsarbeiten zum Laserrandschicht härten an Hochleistungsdiodenlaser-Systemen durchgeführt worden (vgl. z. B. [1, 2, 125]). Keine dieser Arbeiten befasst sich systematisch mit der Analyse der Eigenspannungen.

Mit der Entwicklung der modernen fasergekoppelten Hochleistungsdiodenlaser ist es zudem möglich, je nach Anwendungsfall den Strahlmodus und die Bearbeitungsoptik gezielt an die vorliegende Fragestellung anzupassen. Der Strahlmodus (kontinuierlich/gepulst) sowie die Form und Größe des Laserfokusses sind ausschlaggebend für die Wärme- und Temperaturverteilung innerhalb und außerhalb der laserbelichteten Oberfläche. Sie können somit maßgeblich den Prozess-erfolg beeinflussen. Im Gegensatz zum Strahlmodus, dessen Auswirkungen in einigen Studien (vgl. z. B. [104, 110, 126]) untersucht wurden, liegen für die Einflüsse der Bearbeitungsoptik auf die Eigenspannungsbildung keine Untersuchungsergebnisse vor.

2.2.3.3 Das Werkstück

Der Einfluss des Gefüges des Versuchswerkstoffes auf die Mikrostruktur bzw. auf die Eigenspannung nach dem Laserhärten ist beispielsweise in [100, 110, 116] bzw. [100, 104, 117] untersucht. Ergebnisse zur Eigenspannungsabhängigkeit von der Probengeometrie sind z. B. in [100, 104] zu finden. **Das Werkstück** als Einflussgröße ist allerdings kein Thema der vorliegenden Arbeit. Daher wird auf die Untersuchungsergebnisse der o. a. Arbeiten nicht näher eingegangen.

2.2.4 Simulation des Laserrandschichthärtens

Anhand experimenteller Analyseverfahren sind die Gefügeausbildung, die Härte- und Eigenspannungsverteilungen sowie der Bauteilverzug ausschließlich im Endzustand charakterisierbar. Die numerische Simulation ermöglicht es, den zeitlichen und temperaturabhängigen Ablauf von Phasenumwandlungen, Spannungen und Fließverhalten zu berechnen. Durch eine gezielte Parametervariation lässt sich der Einfluss einzelner Werkstoff- und Prozessparameter auf das Prozessergebnis kostengünstig, sobald die Simulation- und Materialmodelle vorliegen, und unter geringerem zeitlichem Aufwand vorhersagen. Zum Beispiel sind in [127, 128, 129] Prozessvorhersagen bezüglich der Härtetiefenverteilung bei der Laserstand- und Linienhärtung gemacht worden. Dabei ist eine akzeptable Übereinstimmung mit den experimentellen Befunden, mit Ausnahme der Härteverteilung in der heterogenen (mehrphasigen) Übergangszone, numerisch erreicht worden. Im Gegensatz dazu werden die Eigenspannungen in der Regel überschätzt (vgl. z. B. [130, 131]). Die damit verbundenen Bauteilverzüge weichen von den experimentellen Befunden ebenfalls ab (vgl. z. B. [132]). Diese Abweichungen sind nach [132] vorwiegend mit dem modellhaft getroffenen Annahmen zum Fließverhalten oder mit den Eingabedaten zu Materialeigenschaften, die stark von den Prozessbedingungen wie Temperatur oder Geschwindigkeit abhängig sind, verbunden. Eine Modelloptimierung hinsichtlich des temperatur- und geschwindigkeitsabhängigen Spannungs- und Fließverhaltens ist infolge der beschränkten Validierungsmöglichkeiten dieser Größen kaum realisierbar. Aus diesem Grund befassten sich die Mehrzahl der Arbeiten mit der Vorhersage des Phasenumwandlungsgeschehnisses, das durch Dilatometrie validierbar ist.

2.2.5 Fazit zum aktuellen Erkenntnisstand

Aus dem dargestellten Stand der aktuellen Erkenntnisse können zusammenfassend folgende abschließenden Bemerkungen abgeleitet werden:

- Die Mehrzahl der zum Laserrandschichthärten veröffentlichten Arbeiten diskutiert hauptsächlich die Einflüsse des Laserrandschichthärteprozesses auf die Mikrostruktur und die Werkstoffverfestigung. Systematische Untersuchungen des Eigenspannungszustandes lasergehärteter Bauteile sind überschaubar. Zugleich wurden nur vereinzelt Erkenntnisse hinsichtlich des Prozessverständnisses zur Eigenspannungsentstehung abgeleitet und diskutiert.
- Dabei beruhen diese Erkenntnisse ausschließlich auf Ergebnisse, die im Endzustand des Prozesses gewonnen wurden. Sie basieren auf Effekten und Vorgängen, wie. z. B. der Bildung von Restaustenit, dem Selbstanlassen infolge Überhitzung, steilen Temperaturgradienten zwischen der Prozesszone und dem Umgebungsmaterial etc., die im Laufe des Härteprozesses vorkommen und somit die zeitliche und temperaturabhängige Spannungsentwicklung beein-

flussen könnten. Nach den gegenwärtigen Erkenntnissen ist bislang experimentell nicht gelungen, einen direkten Einblick in diese Vorgänge zu erhalten. Daher ist ein Abgleich zwischen dem (Eigen-)Spannungszustand und den o. a. Einflussvorgängen erst am Ende des Prozesses möglich. Die Hypothesen sind demzufolge nur bedingt nachweisbar.

- Dies wird durch die hohe Prozesskomplexität zusätzlich gehemmt. Der Erfolg der Laserhärte-wärmebehandlung ist von einer Reihe werkstoff- und prozessbezogener Parameter abhängig. Die Variation der Prozessparameter führt grundsätzlich entweder zur Änderung der lokalen Prozesstemperatur oder zur Variation der Erwärmungs- und Abkühlraten. Die meisten experimentellen Untersuchungen, die die Eigenspannungsbildung in Abhängigkeit von der Temperatur ($T_{A, \max}$) oder der Erwärmungs- und Abkühlrate ($v_{\text{Erw./Abkühl}}$) erforscht haben, sind unter Einsatz von CO_2 -Lasern auf graphitbeschichteten Probenoberflächen durchgeführt worden. Die Konsequenzen einer Anätzung/Entfernung dieser Graphitschichten sind nicht bzw. nur beschränkt diskutiert worden. Weiterhin sind nach dem aktuellen Erkenntnisstand keine Forschungsarbeiten bekannt, die unter Verwendung eines Diodenlasers die Eigenspannungsbildung an nicht beschichteten Oberflächen durch die Eingrenzung der Prozessparameter ausschließlich auf $T_{A, \max}$ und $v_{\text{Erw./Abkühl}}$ untersucht haben.
- Weitgehend unbekannt bleibt der Einfluss entscheidender Prozessgrößen der Härteprozess-anlagen, wie z. B. die Form und Größe des Laserspots. Erkenntnisse auf diesem Gebiet können zum Einen den Anwendungsbereich der Laserhärte-technologie erweitern, zum Anderen das Prozessergebnis optimieren.
- Es sind in der Literatur Ansätze bekannt, die eine Prozessoptimierung anhand von Simulationsmodellen anstreben. Die Simulation kann in Echtzeit die prozessbedingte Spannungsentwicklung abbilden und wichtige Zusammenhänge zwischen Phasentransformationen, Fließverhalten und Spannungsentstehung ableiten. Allerdings benötigen diese Erkenntnisse eine Validierung durch experimentelle, prozessintegriert gewonnene Befunde. Dies ist bislang für den Laserrandschichtprozess nicht gelungen.
- Experimentell lassen sich anhand von Verschiebungen der Röntgeninterferenzlinien die mittleren phasenspezifischen Eigenspannungen, die sich aus Eigenspannungen I. Art und homogenen orientierungsunabhängigen Eigenspannungen II. Art zusammensetzen, ermittelt. Die Ermittlung erfolgt in der Regel mit dem $\sin^2\psi$ -Verfahren der RSA, unter geringerem Messaufwand und höchster Präzision. Aufgrund der notwendigen Verkippung des Streuvektors ist die Methode in der bisher bekannten Formulierung für zeitaufgelöste Spannungsanalysen jedoch nicht geeignet. Die zeitaufgelösten Spannungsanalysen sind jedoch für die o. a. Validierung der Simulation erforderlich.

- Experimentelle Ansätze zur Erfassung der Phasen- und Spannungen während des Prozesses des Laserrandschichthärtens sind nach dem aktuellen Stand der Erkenntnisse nicht bekannt. Sie wären hinsichtlich der Verbesserung des Prozessverständnisses von entscheidender Bedeutung und somit auch ein wichtiges Werkzeug zur Prozessoptimierung. Die wenigen bisher aus der Literatur bekannten In-situ-Messkonzepte basieren auf der Verwendung von Synchrotronstrahlung und Beugungsmethoden. Methodenbezogen erfassen fast alle davon absolute Interferenzlinienlagen. Unterschiede zwischen den einzelnen Ansätzen ergeben sich im Wesentlichen durch die Wahl der Detektortechnik, der Wellenlänge der Röntgenstrahlung und durch die vorliegende Photonenflussdichte des Primär-Röntgenstrahls. Keines dieser messtechnischen Konzepte hat sich zur Ermittlung der Spannungen während eines schnell ablaufenden realen Wärmebehandlungsprozesses etabliert.

Ausgehend aus dieser zusammenfassenden Bewertung des aktuellen Stands der Erkenntnisse wird in den nächsten Kapiteln der vorliegenden Arbeit eine Verbesserung des Prozessverständnisses des absorptionsschichtfreien Laserrandschichthärtens angestrebt, indem sowohl ex-situ (nach dem Prozess) als auch in-situ (während des Prozesses) experimentelle Einblicke in die Prozessentwicklung und Prozessergebnisse verschafft werden.

3 Untersuchungen im Endzustand

Gegenstand des folgenden Kapitels ist die Beschreibung der Versuchseinrichtungen sowie die Darlegung der Ergebnisse experimenteller Ex-situ-Untersuchungen, die nach dem Ende der Laserhärtewärmebehandlung durchgeführt wurden. Es werden unter anderem der Versuchswerkstoff, der experimentelle Aufbau zum Laserstrahlhärten sowie die angewandten Prüfverfahren und deren Messparameter betrachtet. Die Ergebnisse dieser (Vor-)Studien sollen zur Klärung des (Prozessparameter-)Einflusses des absorptionsschichtfreien Laserstrahlhärtens auf die Eigenschaften des zu behandelnden Experimentierwerkstoffs beitragen. Für eine ausgewählte Prozessvariante wird zuletzt ein Abgleich zwischen dem Experiment und der Prozesssimulation gemacht, um die Möglichkeiten der gegenwärtigen Prozessvorhersagen aufzuzeigen.

3.1 Versuchswerkstoff, -aufbau und -durchführung

3.1.1 Versuchswerkstoff und Probengeometrie

Als Versuchswerkstoff für die experimentellen Untersuchungen wurde der niedrig legierte Vergütungsstahl 42CrMo4 verwendet. Die durch Emissionsspektrometrie [133] ermittelte chemische Zusammensetzung des Experimentierwerkstoffs ist in Tab. 3.1 aufgeführt.

Tab. 3.1: Chemische Zusammensetzung des Versuchswerkstoffs in Ma-%.

42CrMo4, Stangenmaterial mit Querschnitt \varnothing 25 mm											
C	Si	Mn	Cr	Mo	Ni	Cu	Al	S	P	V	Fe
0,431	0,301	0,707	1,003	0,197	0,098	0,143	0,021	0,013	0,019	0,003	Rest

Der Werkstoff wurde in einem vergüteten Zustand bezogen. Als Wärmebehandlungsparameter wurden vom Lieferanten die Anlasstemperatur von 580 °C und eine Glühzeit von 2 Stunden angegeben. Für den bereits vergüteten Stahl wurde eine Mikrohärtigkeit von 349 ± 25 HV 0,1 nach dem Vickershärteprüfverfahren [134] gemessen. Aus dem angelieferten Stangenmaterial wurden Proben mit einem Durchmesser \varnothing von 25 mm und einer Höhe h von 10 mm gefertigt. In Abb. 3.1 ist die Zeichnung der Versuchsprobe dargestellt. Für die Laserhärteexperimente wurden die Stirnflächen der gefertigten Proben mechanisch geschliffen, um näherungsweise die gleiche Rauheit aller Proben zu gewährleisten. Der Schleifvorgang erfolgte auf einer Flachsleifmaschine des Herstellers Blohm Jung GmbH unter Einsatz einer Edelkorund-Schleifscheibe mit einer Korngröße von ca. 80 μ m.

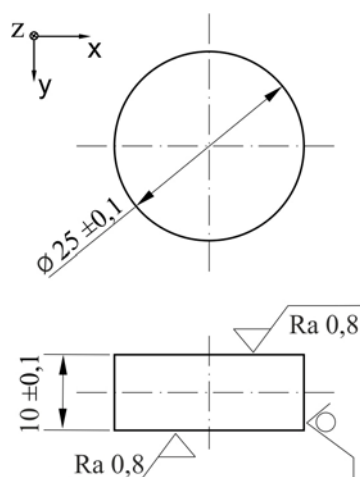


Abb. 3.1: Geometrie der Proben für die Laserstrahlhärteexperimente

Eine zweite Wärmebehandlung wurde im Anschluss an die mechanische Oberflächenbearbeitung durchgeführt, um die durch die Probenfertigung induzierten Eigenspannungen zu minimieren. Um eine Oxidation während des Spannungsarmglühens zu vermeiden, erfolgte die Wärmebehandlung unter Vakuumatmosphäre in einem Vakuumabschreckofen vom Typ „VZKO“ des Herstellers ALD Vacuum Technologies GmbH. Die Wärmebehandlungsschritte sind in Tab. 3.2 zusammengefasst. Die Parameter wurden so gewählt, dass die Proben möglichst minimale Eigenspannungen aufweisen und gleichzeitig keine wesentliche Kornvergrößerung des Vergütungsgefüges resultiert. Die Charakterisierung des eingestellten Probenausgangszustands erfolgt in Kapitel 3.3.

Tab. 3.2: Wärmebehandlungsparameter für das Spannungsarmglühen des Versuchswerkstoffes 42CrMo4

	Glühtemperatur [°C]	Glühzeit [min.]	Abkühlung	Atmosphäre
Spannungsarmglühen	510	90	im Ofen	Vakuum

3.1.2 Laserrandschichthärteexperimente

Experimenteller Aufbau

Zum Laserstrahlhärten wurde ein Hochleistungsdiodenlasersystem (HLDL) „LDF 6000-60 VG-Power“ der Firma Laserline GmbH verwendet. Das Lasersystem besteht aus einer Strahlquelle (Diodenlaserkopf), einer Versorgungs- und Steuereinheit, einem Lichtleitkabel, einer Bearbeitungsoptik und einem Pyrometerness und -regelsystem. Der Diodenlaserkopf sowie die

Versorgungsaggregate und die speicherprogrammierbare Steuerung (SPS) des Systems sind in der so genannten „VG4L“-Einheit montiert. Ein Foto der „VG4L“-Einheit zeigt Abb. 3.2 a.

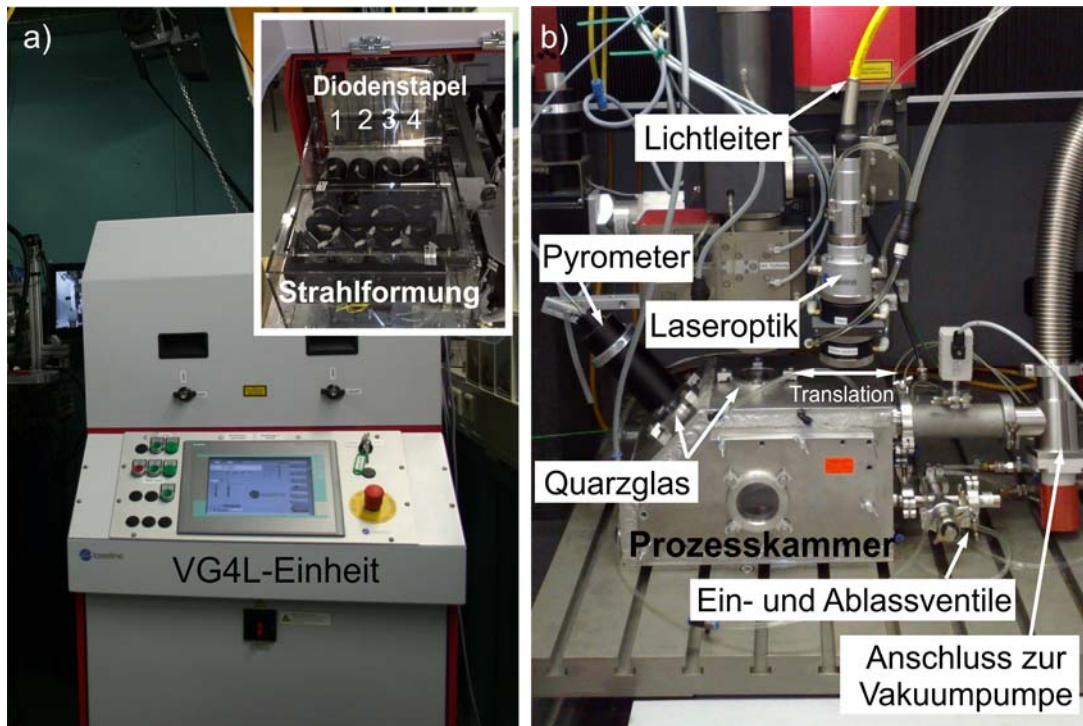


Abb. 3.2: Experimenteller Aufbau zum Laserrandschichtstandhärten unter sauerstofffreier Prozessatmosphäre: VG4L-Einheit (a) mit Ansicht des Diodenlaserkopfes (oben rechts) sowie Lichtleiter, Bearbeitungsoptik und Prozesskammer zum Einstellen einer reproduzierbaren Prozessatmosphäre (b)

Die Laserstrahlquelle verfügt über vier Diodenstapel, die eine kontinuierliche oder gepulste Laserstrahlung mit einer Wellenlänge von jeweils 910 nm, 940 nm, 980 nm und 1030 nm emittieren und eine maximale Nennleistung von insgesamt 6000 W aufbringen können [135]. Die emittierte Rohstrahlung wird durch die Strahlformungsoptik gebündelt (vgl. Abb. 3.2 a oben rechts). Der gebündelte Strahl wird durch einen flexiblen, fünf Meter langen Lichtleiter zur fasergekoppelten Bearbeitungsoptik geführt (vgl. Abb. 3.2 b). Zwei auswechselbare Bearbeitungsoptiken standen für die experimentellen Untersuchungen dieser Arbeit zur Verfügung, eine Homogenisierungsoptik mit einem rechteckigen Fokus mit Abmessungen von ca. $8 \times 8 \text{ mm}^2$ und eine Spot-Optik mit einem Fokusdurchmesser von 3 mm. Die charakteristische Intensitätsverteilung der Strahlung wurde mit Hilfe eines Fokus-Monitors unter Einsatz der Software „LaserDiagnose“ der Firma Primes GmbH gemessen. Die Form und die Abmessungen des fokussierten Strahls für die beiden Optiken sind in Abb. 3.3 dargestellt.

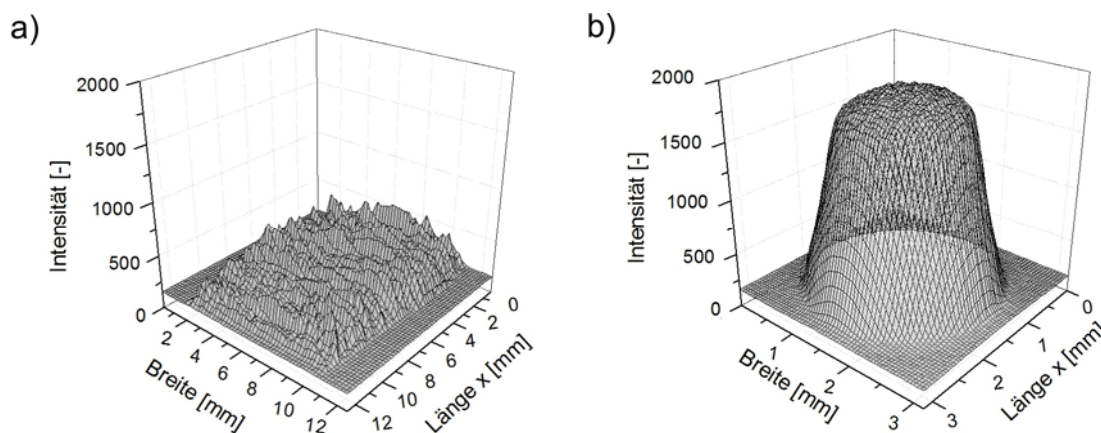


Abb. 3.3: Gemessene Verteilung der Laserstrahlintensität im fokussierten Strahlquerschnitt der Homogenisierungsoptik (a) und der Spot-Optik (b). Messungen durchgeführt an einem Fokus-Monitor mit einem Lasersystemnennleistung von 400 W (Homogenisierungsoptik) und 150 W (Spot-Optik)

Für eine temperaturgeregelte Prozesssteuerung des Härstens kam ein System vom Typ „LASCON“ des Herstellers Dr. Mergenthaler GmbH & Co. KG zum Einsatz. Ein Infrarot-Pyrometer ermittelte die Temperatur der lokal belichteten Probenoberfläche und übermittelte die Ist-Größe an den „LASCON“-Regelkern, der seinerseits einen Sollwertabgleich ausführte und eine Steuergröße an die SPS des Lasers schickte. Bei dem Infrarot-Pyrometer handelte es sich um ein Einfarbepyrometer, das einen fokussierten Spot mit einem Durchmesser von ca. 2 mm aufwies und Wärmestrahlung der Wellenlänge 1650 nm im Temperaturbereich von 180 °C bis zu ca. 1500 °C registrierte.

Für die Durchführung der Laserexperimente wurden sowohl die Bearbeitungsoptik als auch das Pyrometer an einer 6-Achsen-CNC-Maschine montiert, sodass eine Justage entlang der optischen Achse zum Einstellen des korrekten Fokusabstands sowie eine Translation zum Zentrieren der jeweiligen optischen Achse auf den entsprechenden „Messpunkt“ der Werkstückoberfläche ermöglicht wurde. Das Werkstück selbst wurde in einer selbst konstruierten Prozesskammer positioniert (vgl. Abb. 3.2.b).

Der Einsatz der Prozesskammer war zur Sicherstellung einer reproduzierbaren, sauerstofffreien Prozessatmosphäre erforderlich. In Voruntersuchungen zum Laserrandschichthärtens, die unter Verwendung handelsüblicher Schutzgasdüsenysteme stattfanden, wurde die Ausbildung von bis zu 15 µm dicken Fe_3O_4 -Schichten an der Werkstückoberfläche festgestellt [136]. Die sich unkontrolliert ausbreitende Oxidschicht bewirkt einerseits eine inhomogene Wärmeeinkopplung zwischen dem Laserstrahl und der Probenoberfläche (vgl. dazu z. B. [91]) und andererseits kann die Oxidschicht die pyrometrische Temperaturerfassung beeinträchtigen. Dadurch wurde die Temperaturverteilung im Werkstück beeinflusst und folglich auch der (Eigen-)Spannungszustand [136].

Um dies zu vermeiden, wurde die Prozesskammer in einer Vakuumausführung konstruiert. An dem Kammergehäuse wurden Ein- und Ablassgasventile berücksichtigt (vgl. Abb. 3.2.b), sodass ein Härteprozess unter Inertgasatmosphäre, wie in der industriellen Fertigung üblich, betrieben werden kann. Hierdurch können die prozessbedingten Einflussgrößen ausschließlich auf die Prozessparameter wie z. B. $T_{A, \max}$ oder $v_{\text{Erw./Abkühl}}$ (vgl. Abb. 2.11), eingegrenzt werden. Die Einkopplung der Laserstrahlung in die Kammer und der Austritt der Wärmestrahlung zum Pyrometer erfolgt durch doppelseitig beschichtete Quarzglasfenster, die für die entsprechenden Wellenlängenbereiche eine Transparenz von bis zu 99,6 % aufweisen. Die Spezialgläser wurden direkt an das Kammergehäuse montiert (vgl. Abb. 3.2 b).

Versuchsdurchführung

Die zu behandelnden Versuchsproben wurden in die Prozesskammer gelegt. Die optischen Achsen des Lasers und des Pyrometers wurden unter Einsatz der CNC-Maschine ausgerichtet und fokussiert. Anschließend wurde die verschlossene Prozesskammer bis zu einem Druck von 1×10^{-2} mbar evakuiert. Sobald der o.a. Druck erreicht wurde, wurde das Kammervolumen mit He-Gas gefüllt und bei einem Druck von max. 1,25 bar während der Laserbehandlung mit dem Inertgas gespült. Es wurde ein temperaturkontrolliertes Standhärten, d. h. ohne relative Verschiebung zwischen dem Werkstück und der Bearbeitungsoptik, unter Verwendung kontinuierlicher fokussierter Laserstrahlung betrieben. Der Standhärteprozess wurde anstelle des in der industriellen Fertigung mehr verbreiteten Linienhärtens wegen des geringeren technischen Aufwandes hinsichtlich seiner Realisierung bevorzugt. Beide Laserhärteverfahren bewirken allerdings qualitativ gleiche Eigenschaftsmodifikationen (vgl. Abschnitt 2.2.3.1), sodass im Hinblick auf die gestellte Zielsetzung, nämlich das Erlangen eines besseren grundsätzlichen Prozessverständnisses, die Härteverfahren zunächst eine untergeordnete Rolle spielte. Die Temperaturmessung und -kontrolle erfolgte stets in der Mitte des Laserspots. Die Mess- und die Regelungsrate des Pyrometersystems betragen 100 Hz. Drei Laserprozessapplikationen wurden erzeugt, die im Folgenden beschrieben werden. Tab. 3.3 gibt einen zusammenfassenden Überblick über die vorgenommenen Parametervariationen.

Tab. 3.3: Versuchsmatrix für die Laserrandschichthärteexperimente

Einflussgröße	Versuchsart (A)	Versuchsart (B)	Versuchsart (C)
Erwärmungsrate $v_{\text{Erw.}}$ [K/s]	320, 1000, 1600	1000	1000
Abkühlrate $v_{\text{Abkühl}}$ [K/s]	320, 1000, 1600	1000	1000
Bearbeitungsoptik	Homogenisierungsoptik 8 x 8 mm ²	Homogenisierungsoptik und Spot-Optik	Spot-Optik Ø 3 mm
Max. Prozesstemperatur $T_{A, \max}$ [°C]	1150	1150	850, 1000, 1150, 1300

a) *Versuchsvariante (A): Variation der Erwärmungs- und Abkühlrate*

Um den direkten Einfluss der Erwärmungs- und Abkühlrate auf die Eigenschaften laserstrahlgehärteter Randschichten zu untersuchen, wurde die Oberfläche der Versuchsproben lokal auf die Prozesstemperatur $T_{A, \max}$ von 1150 °C mit den Erwärmungsraten $v_{\text{Erw.}}$ von 320 K/s, 1000 K/s und 1600 K/s erhitzt. Sobald die maximale Temperatur erreicht wurde, erfolgte eine auf die Abkühlraten $v_{\text{Abkühl.}}$ von 320 K/s, 1000 K/s und 1600 K/s kontrollierte Selbstabschreckung. Die Abkühlgeschwindigkeit wurde der Erwärmungsgeschwindigkeit betragsmäßig gleichgesetzt, was für den Standhärteprozess sowie für die resultierenden Prozessraten des Linienhärteprozesses charakteristisch ist. Abb. 3.4 a gibt die drei vorgegebenen Temperatur-Zeit-Verteilungen dieser Versuchsvariante wieder. Als Bearbeitungsoptik kam die Homogenisierungsoptik zum Einsatz, die in [109] als eine typische Bearbeitungsoptik fürs Randschichthärten bezeichnet wird.

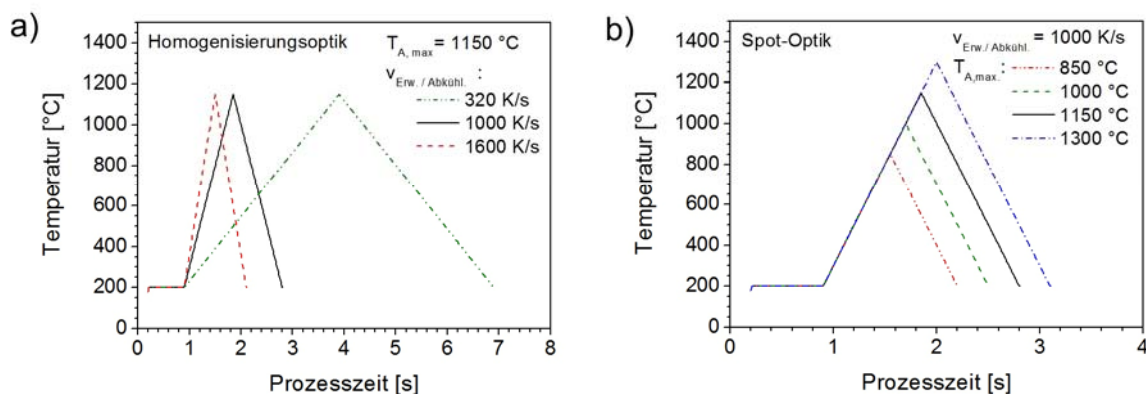


Abb. 3.4: Temperatur-Zeit-Vorgabe der Versuchsvariante A (a) sowie der Versuchsvariante C (b) zur Durchführung temperaturkontrollierter Standhärteexperimente mittels kontinuierlicher fokussierter Laserstrahlung

b) *Versuchsvariante (B): Variation der Bearbeitungsoptik*

Für die Untersuchung des Einflusses der Bearbeitungsoptik, u. a. die Form und die Größe des Laserspots, auf das Ergebnis des Härteprozesses (vgl. Abschnitt 2.2.3.2) wurden die Versuchsproben unter gleichen Prozessparametern und der Verwendung der Homogenisierungs- und der Spot-Optik nacheinander gehärtet (vgl. Tab. 3.3). Der Einsatz der Spot-Optik, die in der Regel als typische Optik zum Laserschweißen Anwendung findet, war damit begründet, dass bestimmte Härteproblemstellungen in der industriellen Fertigung auch die Verwendung kleinflächiger Laserbrennflecken erfordern. Die maximale Prozesstemperatur wurde für alle Proben der Versuchsvariante auf 1150 °C und die Erwärmungs- und Abkühlraten auf 1000 K/s eingestellt.

c) *Versuchsvariante (C): Variation der maximalen Austenitisierungstemperatur*

Die Stirnfläche der Versuchsproben wurde mit einer Erwärmungsgeschwindigkeit von 1000 K/s auf die maximale Kontrolltemperatur $T_{A, \max}$ im Bereich von 850 °C bis 1300 °C lokal erwärmt und austenitisiert. Die Abkühlung, die unmittelbar nach dem Erreichen der Temperaturvorgabe begann, wurde ebenso auf 1000 K/s kontrolliert. In Abb. 3.4 b ist der Soll-Temperaturverlauf als Funktion der Prozesszeit für die Versuchsart C aufgeführt.

Die Wellenlänge und die Leistung des o. a. Lasersystems waren hinreichend, so dass die definierte Temperatur-Zeit-Vorgabe aller drei Prozessapplikationen ohne eine absorptionsfördernde Oberflächenbeschichtung der Versuchsproben erfüllt werden konnte.

3.1.3 Mikrostrukturelle Untersuchungen

Die Mikrostruktur der gehärteten Randschichten wurde im Anschluss an das Laserhärteexperiment charakterisiert. Im Folgenden werden die dabei angewandten Analyseverfahren erläutert.

Gefügeanalyse

Die Gefügeuntersuchungen wurden an einem Lichtmikroskop vom Typ „Axiovert 200 MAT“ der Firma Carl Zeiss GmbH durchgeführt. Die Proben wurden entlang der X-Symmetrieachse (vgl. Abb. 3.1) getrennt und eingebettet. Die Trennfläche wurde mechanisch geschliffen und mit einer Diamantsuspension mit einer Korngröße von 1 µm poliert. Die so präparierten metallographischen Schlitze wurden mit dem Standardätzmittel für niedrig legierte Stähle „Nital“ [137] angeätzt.

Die Bestimmung der Abmessungen der martensitisch gehärteten Prozesszone in lateraler Richtung erfolgte anhand von 12-fach bzw. 50-fach vergrößerten Lichtmikroskopbildern. Für die Gefügeanalyse wurden lichtmikroskopische Aufnahmen mit einer 500-fachen bis 1000-fachen Vergrößerung entlang eines oberflächenparallelen Pfades in einer Tiefe von ca. 50 µm aufgenommen. Für die Bearbeitung und Auswertung des Bildmaterials kam die Software „Stream Enterprise“ der Firma Olympus zum Einsatz.

Mikrohärtemessungen

Zur Ermittlung der Mikrohärtigkeit wurde ein instrumentiertes Mikrohärteprüfsystem vom Typ „Fischerscope H100“ der Firma Helmut Fischer GmbH verwendet, das mit einem Vickers-Indentor als Eindringkörper ausgestattet war. Unter der maximalen Prüfkraft von 300 mN wurden Kraft-Eindringtiefenverläufe nach EN ISO 14755-1 [138] an den bereits präparierten Schlitzen kraftgesteuert registriert. Die Steuerung der Härteprüfung und die Auswertung der Martenshärte HM erfolgte durch die Software „Win HCU“ der Firma Helmut Fischer GmbH. Zur Bestimmung

der Mikrohärteverteilung in lateraler Richtung wurden in einem Bereich von ± 6 mm um den Mittelpunkt der gehärteten Zone insgesamt 60 Messstellen entlang eines Pfades parallel zur Oberfläche berücksichtigt. Der Abstand zur Oberfläche betrug dabei etwa $55 \mu\text{m}$, was deutlich tiefer als die mittlere Eindringtiefe der Röntgenstrahlung war. Der Abstand sowohl zwischen den einzelnen Eindrücken als auch zur Oberfläche wurde allerdings nach der Empfehlung in [138] so gewählt, dass der Oberflächenrand und die bereits eingesetzten Eindrücke die Kraft-Eindringtiefe-Verteilung nachkommender Messstellen nicht beeinflussen.

Die Härteanalyse in der Tiefe erfolgte vom Mittelpunkt der Prozesszone ausgehend mit einer Schrittweite von ca. $75 \mu\text{m}$ bis zur Probentiefe von ca. $1,7$ mm. Pro Messstelle wurden nebeneinander jeweils drei Härteeindrücke eingesetzt, deren arithmetischer Härtemittelwert als Martenshärte angenommen wurde. Abb. 3.5 zeigt eine Skizze der Messpfade sowie eine Detaildarstellung der Einzeleindrücke pro Messstelle.

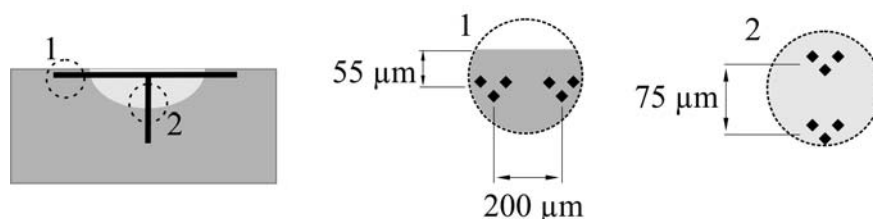


Abb. 3.5: Verlauf der Messpfade (links im Bild) und Messstellen für die Mikrohärteanalyse in lateraler Richtung (1) und in der Tiefe (2)

3.1.4 Röntgenographische Untersuchungen

Die Röntgenbeugungsanalysen im Endzustand wurden im Röntgenlabor des IAM-WK durchgeführt. Für alle Ex-situ-Studien kamen Röntgendiffraktometer eigener Bauart [43] zum Einsatz, die mit einer konventionellen Röntgenröhre (Glaskolbenröhre) als Strahlquelle und mit einem Szintillationszähler als Punkt-Detektor ausgestattet waren. Unter der Bragg-Brentano-Geometrie wurde die gebeugte Strahlintensität während der Drehung der Probe bzw. des Punktdetektors um die θ - bzw. 2θ -Diffraktometerachse in Schritten von $\Delta\theta$ bzw. $\Delta 2\theta$ registriert und Interferenzlinien aufgenommen.

Quantitative röntgenographische Phasenanalyse (RPA)

Die Ermittlung des Restaustenitvolumenanteils innerhalb der gehärteten Randschichten wurde mit dem 6-Linien-Verfahren [139] der quantitativen röntgenographischen Phasenanalyse durchgeführt. Die durch den Röntgenstrahl beleuchtete Fläche, über die der Restaustenitgehalt gemittelt wurde, betrug für die Prozessvarianten der Homogenisierungsoptik etwa $5 \times 2 \text{ mm}^2$. Unter

Einsatz Zr-gefilterter charakteristischer Mo-K α -Strahlung ($\lambda=0,071$ nm) wurde dabei die Verteilung der gebeugten Strahlintensität I über 2θ für jeweils drei Ferrit/Martensit- und drei Austenitinterferenzen registriert. Daraus wurde der Restaustenitgehalt mit Hilfe der Flächenhäufigkeit $H^{\{hkl\}}$ der gewählten Netzebenen unter der Verwendung der R-Faktoren der Interferenzlinien berechnet:

$$V_{\gamma} = \frac{100 \%}{1 + \frac{\left(\sum_i H_{\alpha,i} I_{\alpha,i} / R_{\alpha,i} \right) / \sum_i H_{\alpha,i}}{\left(\sum_i H_{\gamma,i} I_{\gamma,i} / R_{\gamma,i} \right) / \sum_i H_{\gamma,i}}} \quad (3.1)$$

Tab. 3.4 gibt die Mess- und Auswerteparameter der durchgeführten Phasenanalyse wieder.

Tab. 3.4: Gewählte Interferenzlinien, ihre $2\theta_0$ -Linienlagen, Flächenhäufigkeiten H und R-Faktoren nach [140] für die Berechnung des Volumenanteils der Restaustenitphase

Interferenzlinie i	$2\theta_0$ [°]	R-Faktor [10^{-48} cm]	Flächenhäufigkeit H
γ -Fe {200}	22,7	624	6
α' -Fe {200}	29,7	290	6
γ -Fe {220}	32,5	388	12
α' -Fe {211}	35,3	588	24
γ -Fe {311}	38,2	428	24
α' -Fe {321}	55,3	192	48

Aufgrund des kleineren Laserspots der Spot-Bearbeitungsoptik (Laserspotsgröße \varnothing 3 mm) wurde für die Restaustenitbestimmung der entsprechenden Prozessvariante der nominelle Strahldurchmesser etwas kleiner gewählt und auf ca. \varnothing 0,4 mm eingestellt. Dies ergab eine Projektion auf der Probenoberfläche von ca. \varnothing 0,6 mm, da die Phasenanalyse im Rückstrahlbereich durchgeführt wurde. Dabei wurde V-gefilterter charakteristischer Cr-K α -Strahlung verwendet. Die Auswertung erfolgte nach dem 4-Linien-Verfahren der RPA.

Röntgenographische Eigenspannungsanalyse (RSA)

Die Bestimmung der Eigenspannungen erfolgte nach dem $\sin^2\psi$ -Verfahren (vgl. Abschnitt 2.1.2.2 und [39]) der röntgenographischen Spannungsanalyse an einem Röntgendiffraktometer mit ψ -Anordnung [141]. Unter Verwendung von Cr-K α -Strahlung ($\lambda=0,229$ nm) wurden Interferenzlinien der {211}-Netzebenenschar der α - und α' -Phase des Eisenmischkristalls gemessen ($2\theta_0 = 156,3^\circ$). Bei allen Messungen kamen eine primäre Apertur mit einem Öffnungsdurchmes-

ser von etwa 0,5 mm und sekundärseitig eine spezielle Symmetrisierungsblende [142] zum Einsatz. Der K β -Strahlungsanteil wurde durch einen vor dem Detektor montierten V-Filter unterdrückt.

Die Analyse der lokalen Gitterdehnungen der Ferrit- und Martensitphase erfolgte durch die Bestimmung der Linienlagenverschiebung der unter 13 Distanzwinkeln ψ registrierten Interferenzlinien. Der Distanzwinkel wurde im Bereich $-60^\circ \leq \psi \leq 60^\circ$ mit einer konstanten Schrittweite von $\Delta \sin^2 \psi = 0,125$ variiert. Das 2θ -Messfenster bzw. die Schrittweite $\Delta 2\theta$ aller Messungen wurden nach den Empfehlungen in [143] linienbreitenspezifisch auf 20° bzw. $0,3^\circ$ (für Halbwertsbreiten der Interferenzlinien $\text{HWB} > 6^\circ$) oder auf 16° bzw. $0,15^\circ$ (für $6^\circ < \text{HWB} < 3^\circ$) eingestellt.

Die aufgenommenen Interferenzlinien wurden nach Untergrundabzug und Lorenz-Polarisation-Korrektur, die ausschließlich für die breiteren Interferenzlinien der martensitischen Phase angewendet wurde [45], mit Hilfe einer Pearson VII-Funktion angepasst. Die Berechnung der Eigenspannungskomponenten erfolgte unter der Annahme eines ebenen, oberflächenparallelen Spannungszustands und eines isotropen Materialverhaltens. Dabei wurden die in [43] tabellarisch aufgelisteten REK $s_1^{\{211\}-\alpha\text{-Fe}} = -1,27 \times 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{N}$ und $\frac{1}{2}s_2^{\{211\}-\alpha\text{-Fe}} = 5,81 \times 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{N}$ verwendet.

Zur Aufnahme der Verteilung der Eigenspannungen auf der Oberfläche wurden Beugungsdaten mehrerer Messstellen entlang der X-Symmetrieachse der Probe aufgenommen. Die Schrittweite betrug maximal 0,25 mm. Die Normalspannungskomponenten, radial $\sigma_{\text{rad}}^{\text{ES}}$ bzw. tangential $\sigma_{\text{tan}}^{\text{ES}}$ zum Laserspot, wurden die Probengeometrie/das Probenkoordinatensystem bezogen und unter den Azimutwinkeln $\varphi = 90^\circ$ bzw. $\varphi = 0^\circ$ bestimmt. Abb. 3.6 skizziert der Messposition mit den Angaben der Proben- und Diffraktometerachsen.

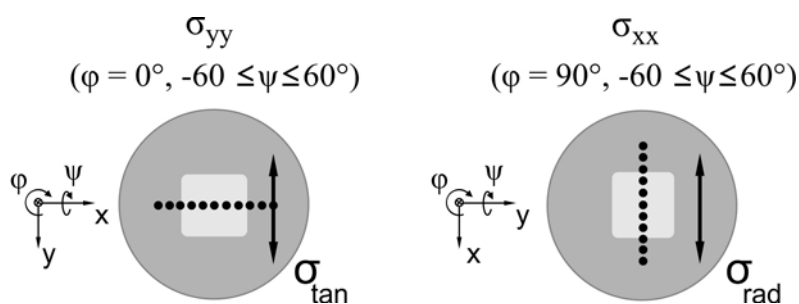


Abb. 3.6: Messpfad und gemessene Eigenspannungskomponenten für die RSA an der Oberfläche

Aufgrund der begrenzten Eindringtiefe der Röntgenstrahlung, die für den o. a. experimentellen Aufbau auf $\tau_{0,3} = 3,9 \mu\text{m}$ nach [18] berechnet wurde, erfolgte die Bestimmung der Eigenspannungsverteilung in die Probentiefe durch sukzessives, elektrochemisches Abtragen der Proben-

oberfläche und anschließende röntgenographische Messung an der frei gelegten Oberfläche. Die Auswertung erfolgte nach den o. a. Auswertestrategie für die Eigenspannungsanalysen an der Probenoberfläche. Infolge des lokalen elektrochemischen Abtrags wurden allerdings nicht korrigiert, da für die vorliegende Problemstellung keine geeignete Korrekturansätze in der Literatur vorgeschlagen sind.

Analyse der Integralbreite der Interferenzlinie

Zur qualitativen Auswertung der gemittelten ungerichteten Eigenspannungen II. und III. Art wurde die gemittelte Integralbreite herangezogen. Sie wurde durch Bildung des arithmetischen Mittelwertes aus den Integralbreiten der stets unter den Distanzwinkeln ψ von $-20,7^\circ$, 0° und $20,7^\circ$ und den Azimutwinkeln $\varphi = 90^\circ$ und $\varphi = 0^\circ$ aufgenommenen Interferenzlinien berechnet.

3.2 Aufbau und Ablauf der Prozesssimulation

Zur Vorhersage der prozessbedingten Eigenspannungsbildung wurde ein Simulationsmodell benutzt, das bereits am IAM-WK entwickelt wurde und zunächst ausschließlich zur numerischen Phasen- und Härteanalyse beim Laserrandschichthärten zur Verfügung stand [99]. Dieses Modell berücksichtigte die Umwandlungskinetik desselben Werkstoffs, der im Rahmen dieser Arbeit verwendet wurde. Allerdings war es nicht für temperaturkontrollierte Laserexperimente geeignet. Im Rahmen einer am IAM-WK bereits abgeschlossenen Diplomarbeit (vgl. [144]) wurde zunächst eine Wärmequelle in das o. a. Modell implementiert, die die Intensitätsverteilung der beiden Bearbeitungsoptiken (vgl. Abb. 3.3) abbildete. Zusätzlich wurde ein Regelungssystem entwickelt, das eine Temperaturregelung der Simulation ermöglichte.

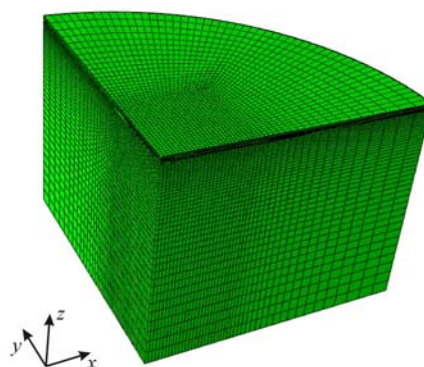


Abb. 3.7: Das verwendete Probenmodell zur FEM-Simulation des temperaturkontrollierten Laserstrahlstandhärtens mittels des kommerziellen Softwarepakets „ABAQUS“ [144]

Für die Simulationsrechnungen wurde das kommerzielle Finite-Elemente-Programm „ABAQUS“ verwendet. Die numerischen Untersuchungen erfolgten an dem mit den o.a. Experimentierproben (vgl. Abb. 3.1) identischen Probenmodell. Abb. 3.7 zeigt das vernetzte Probenmodell. Zur Verkürzung der Rechenzeit wurde nur ein Viertel der Probengeometrie berechnet. Den Volumenelementen innerhalb der Prozesszone wurde eine Kantenlänge bzw. -breite von 154 μm und eine Höhe von 33 μm zugewiesen. Mit zunehmendem Abstand zur Prozesszone, sowohl in lateraler Richtung als auch in der Tiefe, wurde das Modell grobmaschiger vernetzt.

Die Prozesssimulation wurde anhand einzelner Subroutinen aufgebaut. Abb. 3.8 zeigt schematisch, wie die Subroutinen miteinander in Beziehung stehen. Die Subroutine USDFLD übergibt die sogenannten Feldvariablen (FV), die den vier Phasenanteilen Ferrit/Perlit, Bainit, Martensit und Austenit entsprechen, an jedes finite Volumenelement. Durch diese Feldvariablen können Werkstoffkenndaten in Abhängigkeit von der jeweiligen Phase für ein einzelnes finites Volumenelement vorgegeben werden.

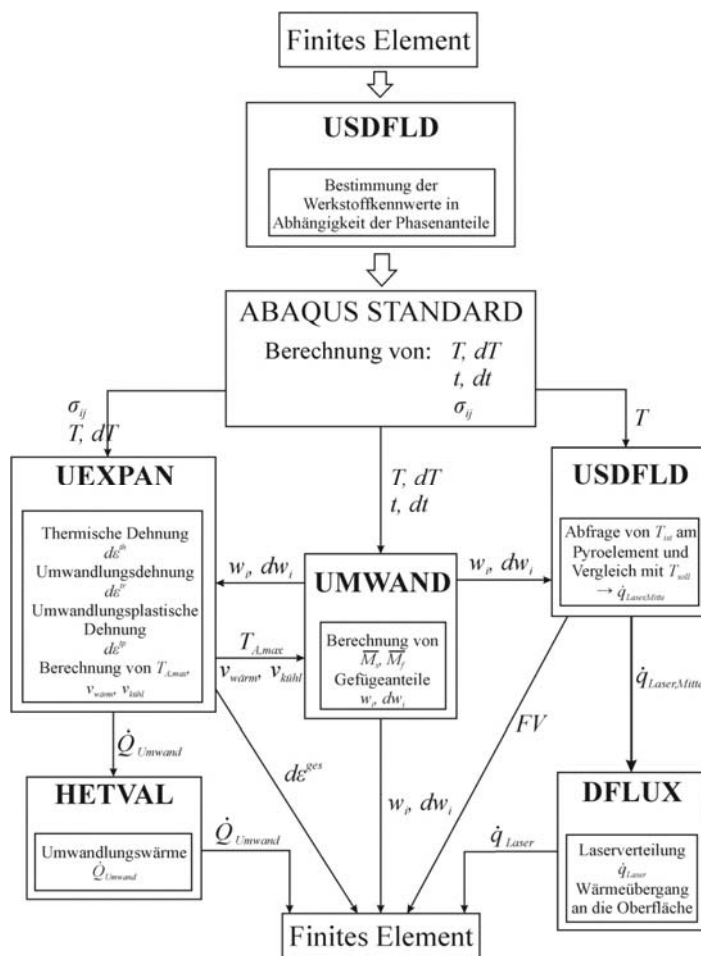


Abb. 3.8: Schematische Darstellung der verwendeten Subroutinen zur FEM-Simulation des temperaturkontrollierten Laserstrahlstandhärtens mittels des kommerziellen Softwarepakets „ABAQUS“ [144]

Die Eingabe der Werkstoffkenndaten erfolgt phasen- und temperaturabhängig. Für die Steuerung der Laserleistung $q_{\text{Laser}}(x, y)$ wurde ein Regler in der Subroutine USDFLD implementiert. Der Wärmestrom des Lasers $q_{\text{Laser}}(x, y)$ wurde an die modellierte Probenoberfläche mit Hilfe der Subroutine DFLUX als Wärmefluss übergeben. Aus dem Wärmefluss ermittelt ABAQUS die Temperatur T und die inkrementelle Temperaturänderung dT . Aus diesen Größen werden in der Subroutine UEXPAN die inkrementellen Änderungen der thermischen Dehnung $d\varepsilon^{\text{th}}$, der umwandlungsbedingten Dehnung $d\varepsilon^{\text{tr}}$ und der umwandlungsplastischen Dehnung $d\varepsilon^{\text{tp}}$ bestimmt. Außerdem wird die während der Phasenumwandlungen entstehende Umwandlungswärme Q_{Umwand} berechnet und an die Subroutine HETVAL übergeben. In der Subroutine UEXPAN wird weiterhin die maximale Kontrolltemperatur $T_{A, \text{max}}$, die Aufheizgeschwindigkeit $v_{\text{Erw.}}$ und die Abkühlgeschwindigkeit $v_{\text{Abkühl.}}$ für jedes Volumenelement ermittelt und an die Subroutine UMWAND übergeben. Aus diesen drei Parametern wird dabei die mittlere Martensitstarttemperatur M_s und die mittlere Martensitfinishtemperatur M_f für jedes Volumenelement berechnet. In der Subroutine UMWAND ist außerdem die Umwandlungskinetik der Phasenumwandlungen implementiert. Die Kurzzeitaustenitisierung wird dabei mit Hilfe des Avrami-Modells beschrieben. Die Martensitbildung ist anhand des Koisinen-Marburger-Ansatzes modelliert, der den umgewandelten Phasenanteil berechnet. Eine Einbeziehung in die Simulationsrechnung von Restaustenitphase sowie möglicher ε -Karbidausscheidungen beim Abkühlen und der Bildung des kubischen Sekundärmartensits erfolgt dagegen nicht. Die berechneten Phasenanteile w_i und dw_i werden schließlich an die Subroutine UEXPAN übergeben, sodass die phasenspezifischen Umwandlungsdehnungen bestimmt werden können.

3.3 Ergebnisse zum Ausgangszustand des Versuchswerkstoffs

Der vor der Durchführung der Laserhärteexperimente vorliegende Werkstoffzustand wurde hinsichtlich der Mikrostruktur und der Eigenspannungen charakterisiert. Einerseits sollen dadurch die Ausgangsbedingungen für die nachfolgende Kurzzeitaustenitisierung und das martensitische Umwandlungshärten kenntlich gemacht werden, andererseits ist die Kenntnis des Werkstoffausgangszustands erforderlich, um die Wirkung des Laserstrahlhärtens bezüglich der gezielten Induzierung von Eigenspannungszuständen eindeutig bewerten zu können. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen sind in den folgenden beiden Abschnitten dargestellt.

3.3.1 Mikrostruktur

Im Hinblick auf die nachfolgende Kurzzeithärtung sollte zunächst sichergestellt werden, dass die feine Karbidverteilung im Vergütungsgefüge des Anlieferungswerkstoffzustands durch mögliche Kohlenstoffverarmung der Ferrit-Matrix infolge des Spannungsarmglühens nicht vergrößert wird. Ein gröberes Ausgangsgefüge kann längere Kohlenstoffdiffusionswege während der Kurzzeitaustenitisierung, lokale Kohlenstoffkonzentrationsunterschiede im Austenit und schließlich lokal die Ausbildung von Restaustenit zur Folge haben (vgl. Abschnitt 2.2.1 bzw. [104]). Zu diesem Zweck wird zunächst die Mikrostruktur nach dem Spannungsarmglühen mit dem Vergütungsgefüge und der Werkstoffhärte des Anlieferungszustands verglichen.

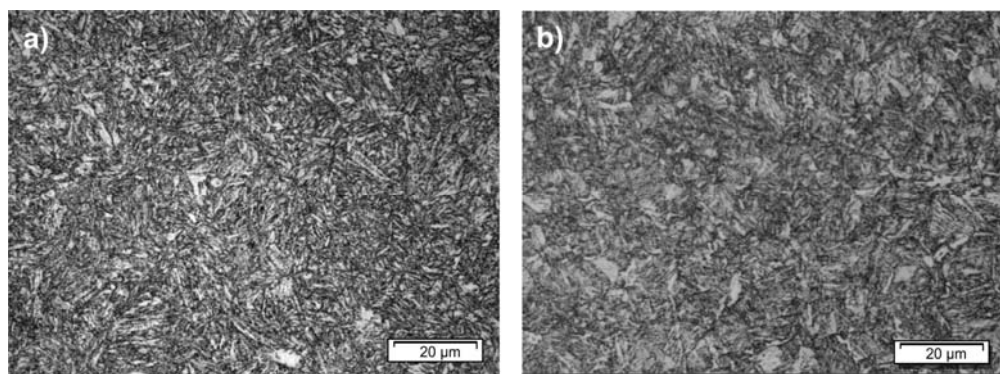


Abb. 3.9: Das Gefüge der Versuchsproben im Anlieferungszustand (a) und nach dem 90-minütigen Spannungsarmglühen bei 510 °C (b). Lichtmikroskopische Aufnahmen bei einer 1000-fachen Vergrößerung an einem mit „Nital“ angeätzten metallographischen Querschliff

In Abb. 3.9 ist das Gefüge des Versuchswerkstoffs im Anlieferungszustand sowie das Gefügebild der spannungsarm geglühten Proben exemplarisch dargestellt. In beiden Fällen lässt sich eine nahezu homogene Mikrostruktur beobachten. Das feine ferritisch-karbidische Vergütungsge-

füge des Anlieferungszustands ist durch den Glühvorgang nahezu unverändert geblieben. Die Werkstoffhärte ist von ca. $349 \pm 25 \text{ HV } 0,1$ im Ausgangszustand auf $333 \pm 10 \text{ HV } 0,1$ nach dem Spannungsarmglühen geringfügig abgefallen.

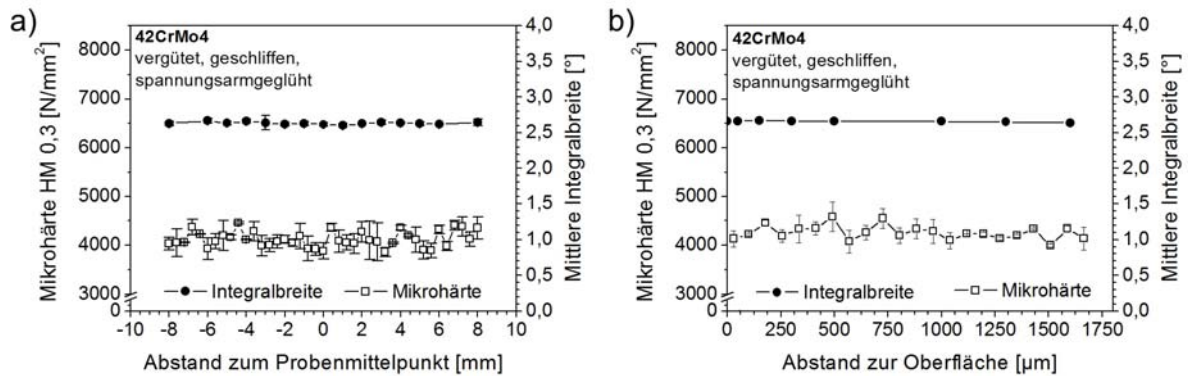


Abb. 3.10: Verlauf der Martenshärte und der Integralbreite der Interferenzlinien auf der Probenoberfläche (a) und in der Tiefe (b) der Versuchsproben nach dem 90-minütigen Spannungsarmglühen bei 510 °C

Abb. 3.10 zeigt den Verlauf der Martenshärte und der mittleren Integralbreite der Interferenzlinien auf der Oberfläche sowie in der Tiefe des spannungsarm geglühten Werkstoffzustands. Es lässt sich eine gleichmäßige Verteilung der Werte beider Werkstoffgrößen sowohl auf der Probenoberfläche als auch in der Tiefe feststellen. Der Mittelwert der Martenshärte $\text{HM } 0,3$ liegt bei ca. $4135 \pm 196 \text{ N/mm}^2$, der Mittelwert der Integralbreite bei etwa $2,63^\circ \pm 0,1^\circ$.

3.3.2 Eigenspannungen

Der Oberflächen- und Tiefenverlauf der Eigenspannungen des Ausgangszustands ist als Funktion des Abstands zum Probenmittelpunkt bzw. zur Oberfläche in Abb. 3.11 aufgeführt.

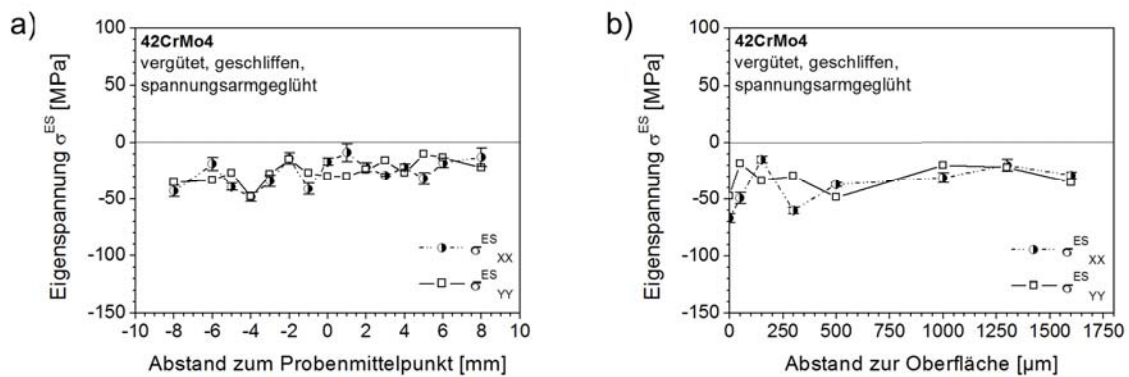


Abb. 3.11: Röntgenographisch ermittelte Verteilung der Eigenspannungen auf der Oberfläche (a) und in der Tiefe (b) der Versuchsproben nach dem 90-minütigen Spannungsarmglühen bei 510 °C

Beide oberflächenparallelen Eigenspannungskomponenten σ_{xx} und σ_{yy} weisen geringe Druckeigenspannungen auf, die homogen entlang der Oberfläche und in die Tiefe verteilt und im Mittel kleiner als ca. -40 MPa sind.

Kosequenzen für die nachfolgende Laserrandschichtwärmebehandlung

Mittels Gefügeanalyse am Lichtmikroskop kann keine Vergrößerung der Mikrostruktur nachweisen werden. Der geringfügige Abfall der Werkstoffhärte deutet darauf hin, dass eine nur unwesentliche Kohlenstoffverarmung/ Entfestigung in der Ferritmatrix stattgefunden hat. Daraus lässt sich schließen, dass keine Karbidvergrößerung erfolgt ist. Diese Tatsache hat eine positive Auswirkung auf die nachfolgende Laserhärtewärmebehandlung im Hinblick auf die Kurzzeitaustenitisierung, die Austenithomogenisierung und die Bildung eines möglichst homogenen martensitischen Gefüges, d. h. ohne Anteile unerwünschten Restaustenits, das das Prozessergebnis bezüglich Härte und Eigenspannungen negativ beeinflussen kann (vgl. Kap. 2.2.3.1). Weiterhin kann anhand der Ergebnisse der RSA von einem annähernd homogenen und eigenspannungsfreien Ausgangszustand ausgegangen werden. Die Bearbeitungs- und Wärmebehandlungseigenspannungen sind auf Werte abgebaut, dass ein möglicher Einfluss des vorliegenden Eigenspannungsausgangszustands auf die Eigenspannungsbildung durch die nachfolgende Laserrandschichtwärmebehandlung als nicht signifikant bezeichnet werden kann.

3.4 Ergebnisse der Laserhärteexperimente

Zur quantitativen Darstellung der Einflüsse der in Kap. 2.2 eingegrenzten Prozessgrößen werden im Folgenden die Ergebnisse der o. a. Ex-situ-Analyseverfahren aufgeführt. Dabei wird eine Aufteilung in Einflüsse der variierenden Erwärmungs- und Abkühlraten (Versuchsart A), der unterschiedlichen Bearbeitungsoptiken (Versuchsart B) sowie der variierenden maximalen Prozesstemperatur (Versuchsart C) vorgenommen. Um einen allgemeinen Überblick über den Einfluss des Laserstrahlhärtens auf die Randschichteigenschaften geben zu können, wird zunächst exemplarisch an einer ausgewählten Prozessvariante der Versuchsart A der typische Randschichtzustand nach dem Standhärten niedrig legierter untereutektoider Stähle aufgezeigt.

3.4.1 Typischer Randschichtzustand infolge des Laserstrahlhärtens

Das Gefüge, die quantitative Restaustenitverteilung sowie die Mikrohärte-, Verfestigungs- und Eigenspannungszustände der Versuchsproben, die mit $T_{A, \max.} = 1150 \text{ °C}$ und $v_{\text{Erw./Abkühl.}} = 1000 \text{ K/s}$ unter Verwendung der Homogenisierungsoptik mit einer Spotgröße von $8 \times 8 \text{ mm}^2$ gehärtet wurden, werden orts aufgelöst, sowohl auf der Oberfläche als auch in der Probentiefe, im Folgenden dargestellt.

Gefüge

Exemplarisch für die Gefügestruktur nach dem Laserrandschichthärten des Stahls 42CrMo4 sind Lichtmikroskopaufnahmen der Härtelinse (Prozesszone), sowie Gefügebilder bei 1000-facher Vergrößerung der oberflächennahen Randschichten in Abb. 3.12 aufgeführt. Ausgehend vom Härtelinsemittelpunkt lassen sich in Richtung des Probenrandes Bereiche unterschiedlicher Mikrostruktur erkennen. Zur Beschreibung dieser Gefügegradienten erfolgt eine Unterteilung in charakteristische Gefügezonen in Anlehnung an [110, 145].

Die durch die Wärmewirkung der Laserstrahlung austenitisierten und schließlich martensitisch umgewandelten Randschichten erscheinen nach dem Anätzen des metallographischen Schliffs als eine helle Linse, die eine Breite von ca. 7 mm und eine Tiefe von ca. 625 μm aufweist (vgl. Abb. 3.12, oben). Dieser Bereich wird im Weiteren als Prozesszone bzw. Härtezone (PZ)/(HZ) bezeichnet. Das Gefüge dieser Zone zeigt Mischmartensit mit überwiegenden Anteilen an sehr feinen, für Massivmartensit charakteristischen Lattenstrukturen (vgl. Abb. 3.12 a und Abb. 3.12 b). Mit zunehmendem Abstand zum Mittelpunkt der Härtelinse wird das Gefüge feiner und die Martensitlatten werden undeutlicher (vgl. Abb. 3.12 b). Der Rand der Härtelinse ist durch eine etwa 50 μm bis 75 μm schmale Übergangzone (ÜZ) gekennzeichnet, die ein Mischgefüge aus martensitisch umgewandelter Mikrostruktur und nicht umgewandeltem ferritisch-

karbidischem Gefüge zeigt (vgl. Abb. 3.12 c). Schließlich folgt ein Gefügebereich, der durch die Wärmewirkung der Laserstrahlung nicht beeinflusst ist und dem Vergütungsgefüge des Ausgangszustandes entspricht. Dieser Bereich wird demzufolge als Grundgefüge (GG) bezeichnet (vgl. Abb. 3.12.d).

Weiterhin lassen sich am Oberflächenrand der Härtelinse keine Oxidschichten beobachten. Da innerhalb der Prozesskammer in einer sauerstoffarmen Prozessatmosphäre gehärtet wird, ist die Oxidschichtbildung erfolgreich vermieden worden.

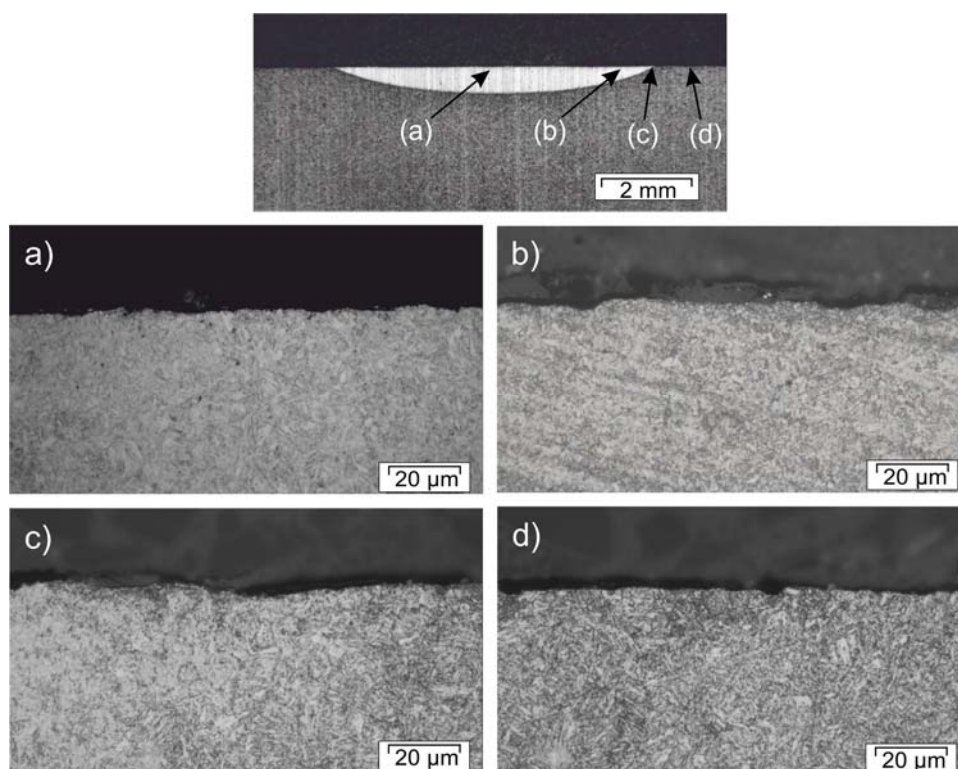


Abb. 3.12: Lichtmikroskopaufnahmen der Härtelinse nach Laserstandhärten von Stahl 42CrMo4 mit $v_{\text{Erw./Abkühl.}} = 1000 \text{ K/s}$ und $T_{\text{A, max.}} = 1150 \text{ °C}$ unter Verwendung der Homogenisierungsoptik mit der Spotgröße $8 \times 8 \text{ mm}^2$ (oben) sowie Gefügebilder der oberflächennahen Schichten, mittig zur Prozesszone (a) und in einem Abstand von 3 mm (b), 4 mm (c) und 5 mm (d) zum Mittelpunkt der Härtelinse

Restaustenit

Der nach dem Laserstandhärten verbliebene Restaustenit wurde auf der Probenoberfläche röntgenographisch bestimmt und als Funktion des Abstands zum Laserspotmittlepunkt in Abb. 3.13 a dargestellt. Abb. 3.13 b zeigt die Verteilung des Restaustenitgehalts in die Probentiefe. Die im letzten Abschnitt festgelegten Gefübezonen sind ebenso in den beiden Diagrammen eingezeichnet. Auf der Probenoberfläche wird insgesamt ein geringfügiger Anteil von Restaustenit

festgestellt (vgl. Abb. 3.13 a). Restaustenit wird innerhalb eines Bereich von $\pm 3,5$ mm zum Mittelpunkt des Laserspots nachgewiesen, d. h. nur innerhalb der Prozesszone. Seine Verteilung über den Abstand zum Laserspotmittenpunkt lässt sich als M-Profil bezeichnen. Im Mittelpunkt der Prozesszone beträgt sein Volumenteil etwa 2 % (vgl. Abb. 3.13 a). Mit zunehmendem Abstand zum Laserspotmittenpunkt erfolgt eine kontinuierliche Zunahme des Restaustenits von ca. 2 % bis auf ca. 4 %. Im Bereich des Grundgefüges fällt der Restaustenitgehalt auf Werte unterhalb 0,5 % ab. Die Verteilung des Restaustenits über die Probentiefe zeigt die gleichen Tendenzen wie auf der Oberfläche (vgl. Abb. 3.13 b). Restaustenitgefüge lässt sich nur innerhalb der Härtezone detektieren. Mit zunehmendem Abstand zur Oberfläche nimmt der Anteil an Restaustenit kontinuierlich zu, wobei ein maximaler Wert von ca. 4 % am Rand der Prozesszone erreicht wird.

Mikrohärte

Abb. 3.14 a ist repräsentativ für die Verteilung der Mikrohärte in lateraler Richtung der laserstrahlgehärteten Randschichten. Entsprechend dem in Abb. 3.5 gezeigten Messpfad wurde die Martenshärte in einem Abstand von ca. 55 μm zur Oberfläche gemessen und als Funktion des Abstands zum Mittelpunkt des Laserspots aufgetragen. Die Gefügezonenaufteilung ist in der Darstellung auch kenntlich gemacht. Der Härteverlauf zeigt ein ausgeprägtes Plateau, dessen Breite in etwa mit der Härtelinse übereinstimmt. Im Durchschnitt liegt der Wert des Härteplateaus bei etwa $6612 \pm 400 \text{ N/mm}^2$. Im Bereich der Übergangszone tritt ein steiler Härtegradient auf. In der Grundgefügezone fällt die Härte auf den Härtewert des Ausgangswerkstoffs ab, wobei direkt an der Grenze zur Übergangszone eine geringfügige Härteabsenkung gegenüber dem Härtewert des Grundgefüges beobachtet wird. Das in Abb. 3.14 b aufgeführte Härtetiefenprofil wurde mittig zur Härtelinse von der Oberfläche ausgehend in die Probentiefe hin aufgenommen. Unmittelbar unterhalb der Stirnfläche wird durch das Laserhärten eine Werkstoffhärte in Höhe von ca. 6480 N/mm^2 erreicht. Unter Berücksichtigung der statistisch bedingten Streubreite dieses Härtewertes, die bei etwa $\pm 250 \text{ N/mm}^2$ liegt, lässt sich feststellen, dass der Härteverlauf in der Prozesszone mit zunehmender Tiefe annähernd konstant bleibt. In der Übergangszone erfolgt wieder ein steiler Härteabfall und in der Grundgefügezone erreicht die Härte den Härtewert des Ausgangswerkstoffs. Eine geringfügige Absenkung des Härtewertes an dem Übergang zwischen der Übergangs- und Grundgefügezone wird ebenfalls wie in lateraler Richtung beobachtet.

Integralbreiteverteilung

Der lokale Verfestigungszustand nach dem Laserstrahlhärten ist exemplarisch für die Probenoberfläche sowie für die Probentiefe anhand der Verteilung der mittleren Integralbreite der Röntgeninterferenzlinien in Abb. 3.15 gezeigt.

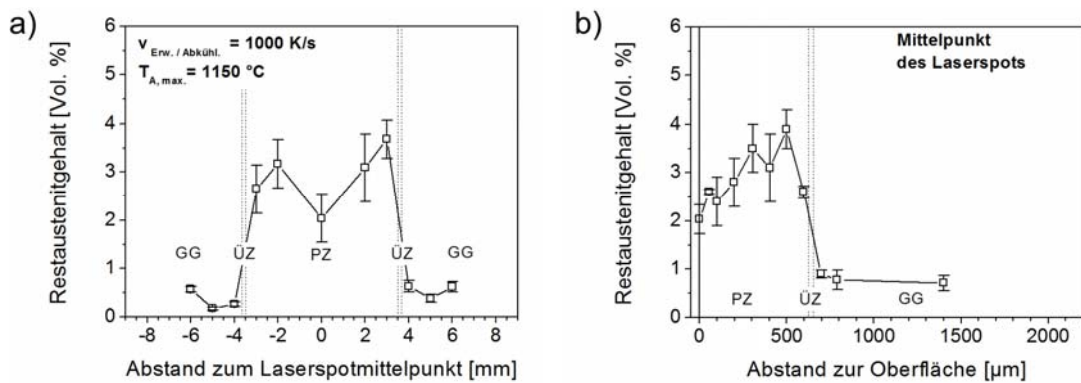


Abb. 3.13: Röntgenographisch bestimmte Verteilung des Gehalts von Restaustenit auf der Oberfläche (a) und in der Probentiefe (b) nach Laserstandhärten des Stahls 42CrMo4 mit $v_{\text{Erw./Abkühl.}} = 1000 \text{ K/s}$ und $T_{\text{A,max.}} = 1150 \text{ °C}$ unter Verwendung der Homogenisierungsoptik (Spotgröße $8 \times 8 \text{ mm}^2$)

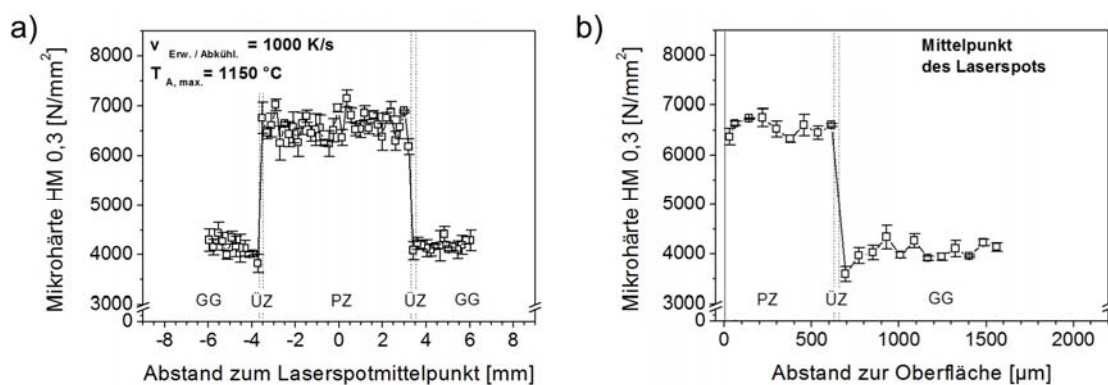


Abb. 3.14: Verteilung der Martenshärte in lateraler Richtung (a) und in der Probentiefe (b) nach Laserstandhärten des Stahls 42CrMo4 mit $v_{\text{Erw./Abkühl.}} = 1000 \text{ K/s}$ und $T_{\text{A,max.}} = 1150 \text{ °C}$ unter der Verwendung der Homogenisierungsoptik mit einer Spotgröße von $8 \times 8 \text{ mm}^2$

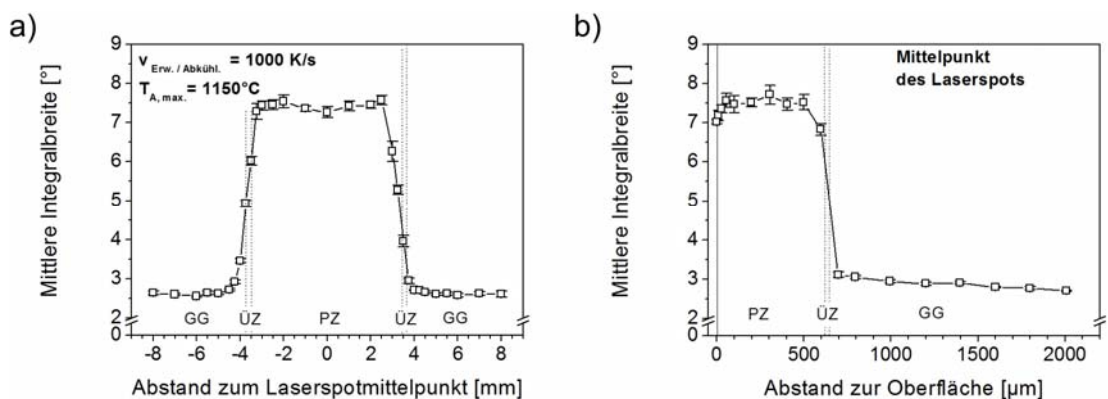


Abb. 3.15: Verteilung der mittleren Integralbreiten auf der Probenoberfläche (a) und in der Tiefe (b) nach Laserstandhärten des Stahls 42CrMo4 mit $v_{\text{Erw./Abkühl.}} = 1000 \text{ K/s}$ und $T_{\text{A,max.}} = 1150 \text{ °C}$ unter Verwendung der Homogenisierungsoptik mit einer Spotgröße von $8 \times 8 \text{ mm}^2$

Auf der Oberfläche weist die Integralbreite eine ähnliche qualitative Verteilung wie der in Abb. 3.14 a gezeigte Verlauf der Werkstoffhärte (vgl. Abb. 3.15 a). Innerhalb der martensitisch umgewandelten Zone lässt sich ein charakteristisches Plateau beobachten. Allerdings steigt hier die Integralbreite mit zunehmendem Abstand zum Laserspotmittelpunkt von etwa $7,2^\circ$ auf ca. $7,6^\circ$ geringfügig an. Weiterhin wird an der Grenze der Übergangszone zum Grundgefüge keine merkliche Absenkung unterhalb den Wert des Ausgangszustands festgestellt wie dies bei der Verteilung der Mikrohärtigkeit zu sehen war (vgl. Abb. 3.14 a).

Abb. 3.15 b stellt den Integralbreiteverlauf in der Tiefe dar. Im Unterschied zur experimentellen Erfassung der Mikrohärtigkeit konnten hier auch Messwerte für die Oberfläche aufgenommen werden. Somit kann die Tendenz gezeigt werden, dass von der Stirnfläche ausgehend bis zu einer Tiefe von ca. $75 \mu\text{m}$ hin die Integralbreite von ca. 7° auf ca. $7,5^\circ$ zunimmt. Zu größeren Tiefen weist sie anschließend einen annähernd homogenen Verlauf auf, dessen Mittelwert um etwa 5° gegenüber der Integralbreite der Grundgefügezone höher liegt. In der Übergangszone nimmt sie wiederum ab. Im Gegensatz zum Tiefenprofil der Mikrohärtigkeit lässt sich zwischen der Übergangszone und dem Grundgefüge keine Abnahme des Betrags der Integralbreite feststellen.

Eigenspannungen

Abb. 3.16 a und b zeigen die Verteilung der in zwei ausgewählten Positionen, innerhalb und außerhalb der Prozesszone, gemessenen 2θ -Linienlagen über $\sin^2\psi$. Erkennbar ist, dass beide Verteilungen einen annähernd linearen Verlauf aufweisen. Eine aufgespaltete Verteilung der Linienlagen, wie z. B. in [53] gezeigt, die auf das Vorliegen von Schubspannungen hindeutet, ist über den kompletten Messpfad nicht festzustellen. Demzufolge wurden alle röntgenographisch aufgenommenen 2θ - $\sin^2\psi$ -Verteilungen jeweils durch eine Ausgleichsgerade gefittet. Es wurden damit Hauptnormalspannungen nach dem $\sin^2\psi$ -Verfahren berechnet. Die auf der Oberfläche vorliegenden Eigenspannungskomponenten in Tangential- und Radialrichtung wurden schließlich als Funktion des Abstands zum Laserspotmittelpunkt in Abb. 3.17 a aufgetragen. In Abb. 3.17 b sind die Tiefenverteilungen (vgl. Abschnitt 3.1.4) der Eigenspannungen in Tangential- und Radialrichtung für den Mittelpunkt der Prozesszone dargestellt.

Innerhalb der martensitisch umgewandelten Prozesszone bilden sich nach dem Laserstrahlhärten unter den o. a. Prozessbedingungen Druckeigenspannungen aus (vgl. Abb. 3.17 a). Ausgehend von etwa -215 MPa im Mittelpunkt der Härtezone nehmen sie mit zunehmendem Abstand zum Laserspotmittelpunkt kontinuierlich zu. Am Rand der Härtezone erreichen sie einen Wert von etwa -400 MPa . Erkennbar für die Prozesszone ist, dass eine annähernd gleiche quantitative Verteilung für die radiale und für die tangentielle Eigenspannungskomponente beobachtet werden kann.

Außerhalb der Prozesszone werden die Druckeigenspannungen durch Zugeigenspannungen kompensiert. Die beiden Eigenspannungskomponenten verlaufen über den Messpfad diesmal qualitativ und quantitativ unterschiedlich. Tangential zum Laserspot bauen sich Zugeigenspannungsspitzen mit einem Maximum von ca. 600 MPa auf, das im Abstand von ca. 4 mm zum Laserspotmittelpunkt auftritt. In etwa 4,75 mm Abstand zur Prozesszone findet ein zweiter Spannungsvorzeichenwechsel statt. Es bilden sich Druckeigenspannungen von bis zu -70 MPa aus, die mit zunehmender Entfernung zur Prozesszonenmitte kontinuierlich gegen null tendieren.

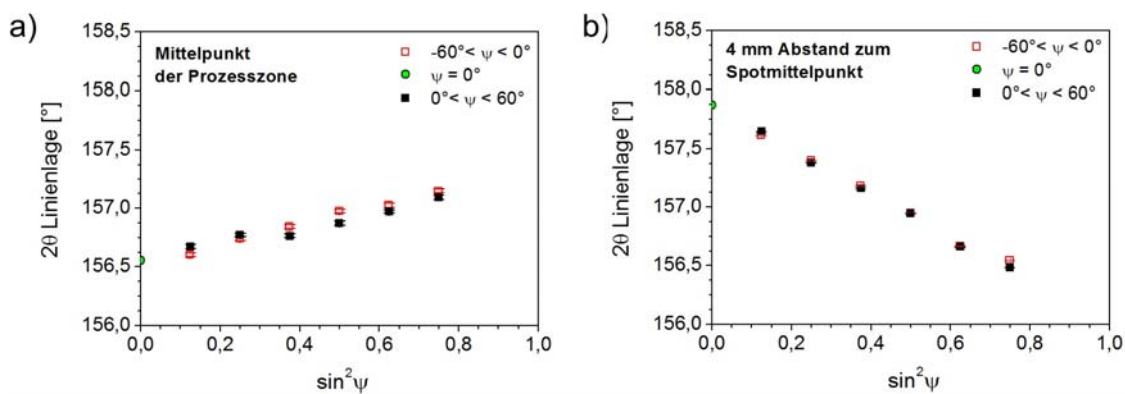


Abb. 3.16: Exemplarische Verteilung der 2θ-Linienlagen über $\sin^2\psi$ innerhalb (a) und außerhalb (b) der Prozesszone der mit $v_{\text{Erw./Abkühl.}} = 1000 \text{ K/s}$ und $T_{\text{A, max.}} = 1150 \text{ °C}$ laserstrahlgehärteten Proben des Stahls 42CrMo4

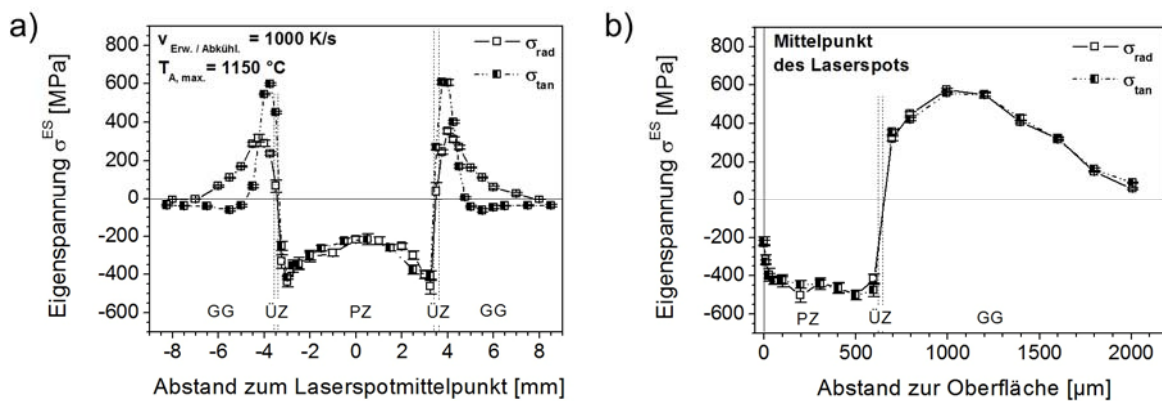


Abb. 3.17: Oberflächenverteilung (a) und Tiefenprofil (b) der Eigenspannungen in Tangential- und Radialrichtung nach dem Laserstandhärten des Stahls 42CrMo4 mit $v_{\text{Erw./Abkühl.}} = 1000 \text{ K/s}$ und $T_{\text{A, max.}} = 1150 \text{ °C}$ unter Einsatz der Homogenisierungsoptik mit einer Spotgröße von $8 \times 8 \text{ mm}^2$

Radial zum Laserspot wirken dagegen außerhalb der Prozesszone ausschließlich Zugeigenspannungen, deren Maximum mit dem Maximum der Eigenspannungskomponente in Tangential-

richtung lokal übereinstimmt, jedoch betragsmäßig um etwa 300 MPa geringer ausfällt. Vom Maximum ausgehend zum Rand der Probe hin nehmen die Eigenspannungen in Radialrichtung kontinuierlich ab, bis sich ein näherungsweise spannungsfreier Zustand einstellt.

Über den untersuchten Tiefenbereich im Mittelpunkt der Prozesszone bildet sich einen Eigenspannungszustand mit $\sigma_{\text{rad.}} \approx \sigma_{\text{tan}}$ aus (vgl. Abb. 3.17 b). Druckeigenspannungen entstehen innerhalb der martensitisch umgewandelten Gefügezone. Ausgehend von der Oberfläche nehmen sie bis zu einer Tiefe von ca. 100 μm von etwa -215 MPa auf ca. -400 MPa zu. Anschließend weisen sie ein Plateau bei ca. -450 ± 50 MPa auf. In einer Tiefe von ca. 640 μm wechseln sie das Vorzeichen. Es bauen sich Zugeigenspannungen mit einem Maximum von ca. 600 MPa in einer Tiefe von ca. 1000 μm auf, die schließlich kontinuierlich auf ein annähernd spannungsfreies Niveau in ca. 2000 μm zur Oberfläche abnehmen.

3.4.2 Einfluss der Erwärmungs- und Abkühlrate

Im vorigen Abschnitt wurden Randschichten, die mit jeweils identischen Laser- und Prozessparametern gehärtet wurden, untersucht. In den folgenden drei Unterkapiteln soll nun das Augenmerk auf den Einfluss verschiedener Laser- und Prozessparameter gelegt werden. Zur Beurteilung des Einflusses der Erwärmungs- und Abkühlraten werden Probenzustände herangezogen, die bei gleichen maximalen Prozesstemperaturen $T_{A, \text{max}}$ von 1150 °C unter Verwendung der Homogenisierungsoptik gehärtet wurden. Die Erwärmungs- und Abkühlrate wurde dabei jeweils auf 320 K/s, 1000 K/s und 1600 K/s eingestellt (vgl. Prozessvariante A in Kap. 3.1.2).

Gefüge

Abb. 3.18 stellt lichtmikroskopische Bilder der Härtelinien (vgl. Abb. 3.18 a und b) sowie des Gefüges im Mittelpunkt der Prozesszone der oberflächennahen Randschichten (Abb. 3.18.c und d) für die Prozessgeschwindigkeiten 1000 K/s und 320 K/s exemplarisch im Vergleich dar. Jede der beiden ausgewählten Prozessvarianten weist die charakteristische Härtelinie mit dem im Abschnitt 3.4.1 beschriebenen Gefügegradienten auf. Deutlich erkennbar ist, dass eine Abnahme der Erwärmungs- und Abkühlraten eine Zunahme sowohl der Breite als auch der Tiefe der Härtelinie bewirkt (vgl. Abb. 3.18 a und b). Weiterhin resultiert eine Abnahme der Prozessgeschwindigkeit in einer Vergrößerung des martensitischen Gefüges (vgl. Abb. 3.18 c und d). Die o. a. Tendenzen gelten ebenfalls, wenn in die Betrachtung die Prozessvariante, die mit $v_{\text{Erw./Abkühl.}} = 1600$ K/s gehärtet wurde, einbezogen wird. Ihre Gefügebilder sind aus Platzgründen nicht in Abb. 3.18 dargestellt. Außerdem wurden der Restaustenitgehalt, die Mikrohärtigkeit und die gemittelte Integralbreite für die drei o. a. Erwärmungs- und Abkühlraten bestimmt und als Funktion des Abstandes zum Laserspotmittlepunkt in Abb. 3.19.a bis c aufgetragen. Rechts neben jedem Diagramm sind die entsprechenden Messpfade für die jeweilige Messgröße als Skizze dargestellt.

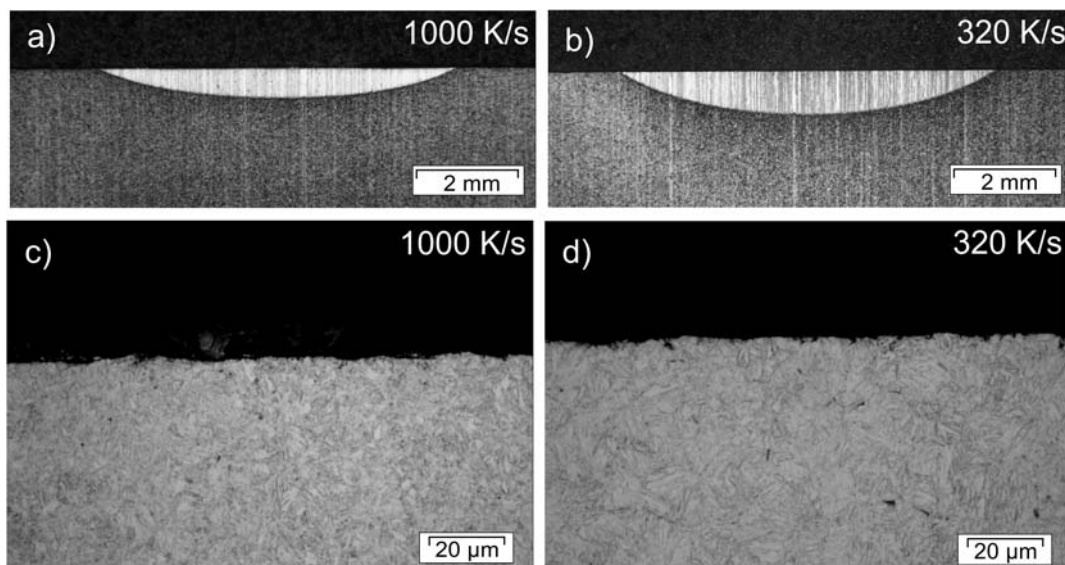


Abb. 3.18: Lichtmikroskopaufnahmen der Härtelinse und des Gefüges nach dem Laserstandhärten mit $T_{A, \max.} = 1150 \text{ °C}$ und variierenden Erwärmungs- und Abkühlraten von 1000 K/s (a und c) und 320 K/s (b und d), Experimente unter Einsatz der Homogenisierungsoptik mit einer Spotgröße von $8 \times 8 \text{ mm}^2$

Restaustenit

Der röntgenographisch ermittelte Restaustenitgehalt (vgl. Abb. 3.19 a) weist für alle Prozessgeschwindigkeiten eine ähnliche Verteilung auf. Es lässt sich das in Abschnitt 3.4.1 gezeigte charakteristische M-Profil wiedererkennen. Der Restaustenitgehalt im Mittelpunkt des Laserspots beträgt zwischen ca. 2 % und 3 %, sein Maximum am Rand der Prozesszone liegt bei ca. 4 %. Die Abnahme der Erwärmungs- und Abkühlrate bewirkt eine geringfügige Zunahme der Breite der Gefügezone, die Restaustenit enthält. In Bezug auf den Volumenanteil des Restaustenits lassen sich allerdings keine Tendenzen erkennen. Die geringfügigen Unterschiede in den drei Verteilungen fallen weitgehend geringer als die gemessenen Standardabweichungen aus, die im Durchschnitt bei ca. 1 % liegen.

Mikrohärte (Martenshärte)

Innerhalb der Prozesszone weisen die drei aufgenommenen Härteprofile das typische Härteplateau auf (vgl. Abb. 3.19 b), dessen Breite mit abnehmender Erwärmungs- und Abkühlrate marginal zunimmt und daher mit den lateralen Abmessungen der Härtelinse korreliert. Darüber hinaus haben die gewählten Erwärmungs- und Abkühlraten keinen merklichen Einfluss auf den Härtewert des Plateaus. Ihr Mittelwert beträgt bei $v_{\text{Erw./Abkühl.}} = 320 \text{ K/s}$ etwa $6560 \pm 220 \text{ N/mm}^2$. Für die Erwärmungs- und Abkühlgeschwindigkeit von 1000 K/s bzw. 1600 K/s wird eine mittlere Martenshärte des Plateaus in Höhe von etwa 6612 ± 400 bzw. $6771 \pm 230 \text{ N/mm}^2$ gemessen.

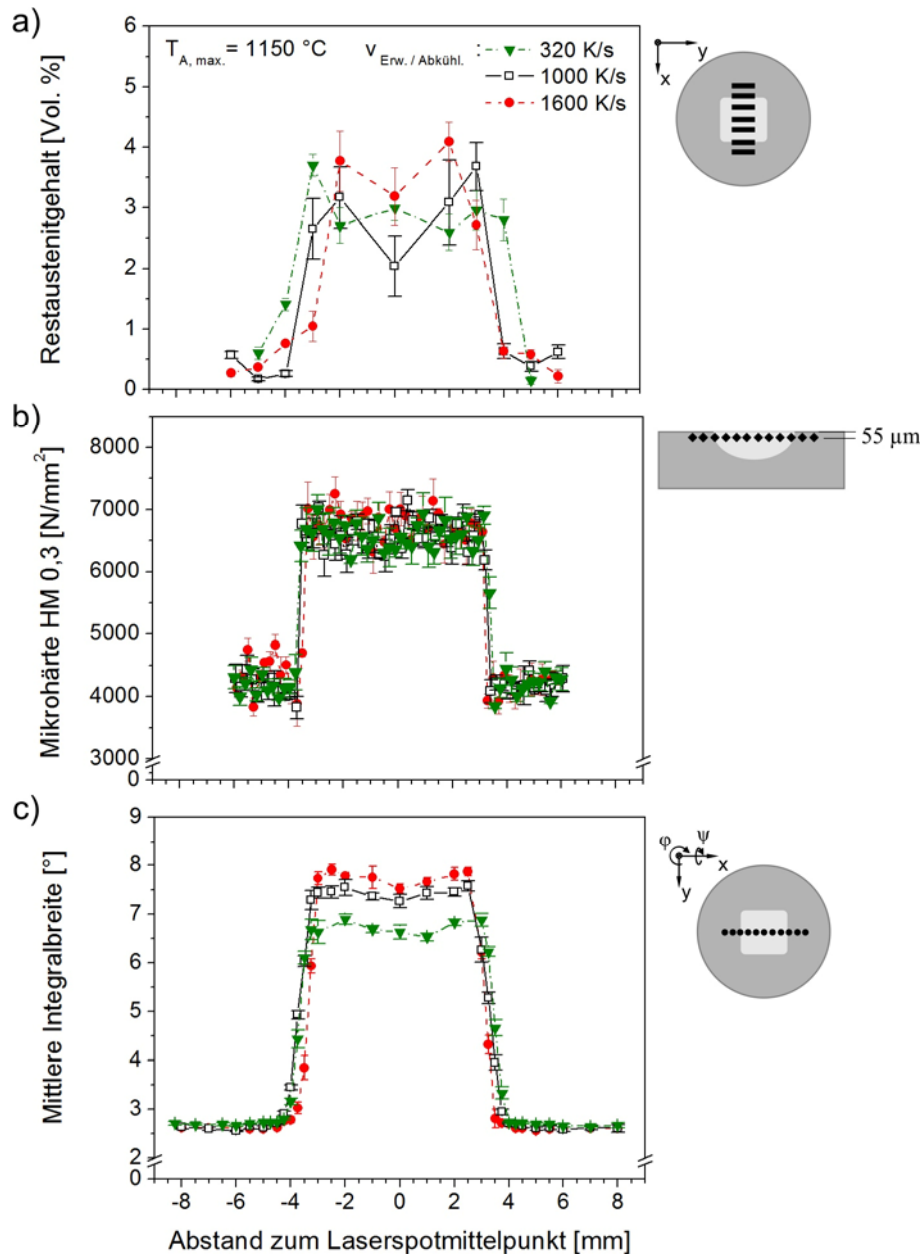


Abb. 3.19: Oberflächenverteilung des Restaustenitgehalts (a), der im Abstand von 55 μm zur Stirnfläche gemessenen Mikrohärte (b) und der mittleren Integralbreite auf der Oberfläche (c) nach dem Laserstandhärten unter variierenden Erwärmungs- und Abkühlraten bei $T_{A, \text{max}}$ von 1150 $^{\circ}\text{C}$ und Verwendung der Homogenisierungsoptik mit einer Spotgröße von $8 \times 8 \text{ mm}^2$

Integralbreite

Die direkt auf der gehärteten Stirnfläche ermittelten Integralbreiten zeigen die aus Abb. 3.15 a bekannte charakteristische Verteilung mit einem ausgeprägten Plateau hoher Verfestigung innerhalb des Laserspots. In diesem Bereich ist auch die Abhängigkeit der dargestellten Ergebnisse von der Erwärmungs- und Abkühlgeschwindigkeit ersichtlich. Der Plateauwert der mit 320 K/s

erwärmten und abgeschreckten Versuchsprobe liegt im Schnitt etwa $0,7^\circ$ unterhalb der Verteilung der mit 1000 K/s behandelten Versuchsprobe. Die gleiche Tendenz lässt sich bei einer Erhöhung der Prozessgeschwindigkeit auf 1600 K/s feststellen, wobei die Unterschiede zum mit 1000 K/s erwärmten und abgeschreckten Zustand nur noch etwa $0,2^\circ$ betragen. Mit abnehmender Prozessgeschwindigkeit nimmt allerdings die Plateaubreite geringfügig zu.

Eigenspannungen

Der Einfluss der Erwärmungs- und Abkühlgeschwindigkeit auf die Eigenspannungsausbildung ist graphisch in Abb. 3.20 veranschaulicht. Dabei ist der Verlauf der Oberflächeneigenspannungen als Funktion des Abstands zum Mittelpunkt der Prozesszone für jede der beiden oberflächenparallelen Eigenspannungskomponenten aufgetragen.

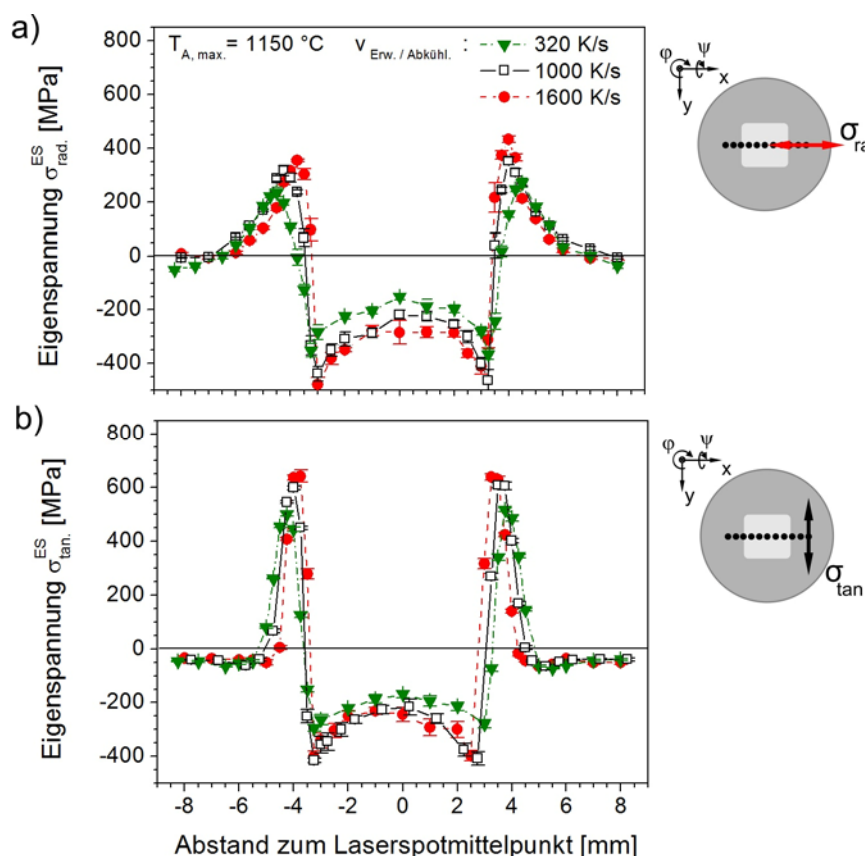


Abb. 3.20: Verteilung der tangentialen (a) und radialen (b) Komponenten der Eigenspannungen auf der Oberfläche nach Laserstrahlhärten unter variierenden Erwärmungs- und Abkühlraten bei $T_{A, max}$ von 1150°C und Verwendung der Homogenisierungsoptik mit einer Spotgröße von $8 \times 8 \text{ mm}^2$

Sowohl die radialen als auch die tangentialen Eigenspannungskomponenten der drei Parametervariationen weisen qualitativ ähnliche W-förmige Eigenspannungsprofile entlang des definier-

ten Messpfads auf. Übereinstimmend mit den größeren Abmessungen der Härtelinse, erfolgt jedoch bei niedrigeren Erwärmungs- und Abkühlraten eine geringere Verbreiterung der Reichweite der Druckeigenstressungen in lateraler Richtung. Darüber hinaus bewirkt die Abnahme der Erwärmungs- und Abkühlrate eine betragsmäßige Abnahme der Druckeigenstressungen und der maximalen Zugeigenstressungen. Die Verringerung der Druckeigenstressungen beträgt etwa 80 MPa, wenn die Prozessgeschwindigkeiten 320 K/s und 1000 K/s verglichen werden. Die maximalen Zugeigenstressungen nehmen dabei um etwa 120 MPa ab. Die Unterschiede in den Eigenstressungsbeträgen bei einer Variation der Erwärmungs- und Abkühlrate oberhalb von 1000 K/s sind dagegen wesentlich geringer.

3.4.3 Einfluss der Prozessoptik

Neben den Erwärmungs- und Abkühlraten, die außer der Prozessgeschwindigkeit auch den Wärmeeintrag in das Werkstück beeinflussen, bewirkt eine Änderung der Form und Größe des Laserspots eine Änderung im integralen Wärmefeld des Umgebungsmaterials. Um die daraus folgenden Konsequenzen für die Eigenschaften der wärmebehandelten Randschichten aufzuzeigen, wurden Laserhärteexperimente mit gleichen Prozessparametern, $T_{A, \max}$ von 1150 °C und $v_{\text{Erw./Abkühl.}}$ von 1000 K/s, jedoch unter Variation der Bearbeitungsoptik, durchgeführt (vgl. Versuchsart B in Kap. 3.1.2). Im Folgenden werden die nach dem Laserstandhärten mit der typischen Härteoptik (Spotgröße $8 \times 8 \text{ mm}^2$) erzielten Ergebnisse mit dem Prozessergebnis infolge des Härrens unter Verwendung der Spot-Optik (Spotgröße $\varnothing 3 \text{ mm}$) miteinander verglichen.

Gefüge

Exemplarisch für die Mikrostruktur der beiden Prozessvarianten sind lichtmikroskopische Aufnahmen mit 12,5-facher Vergrößerung der Härtelinse sowie Aufnahmen mit 1000-facher Vergrößerung des im Mittelpunkt der Härtelinse ausgebildeten Gefüges in Abb. 3.21 dargestellt.

Die Größe des Laserspots hat erwartungsgemäß eine eindeutige Wirkung auf die Abmessungen der martensitisch umgewandelten Härtelinse (vgl. Abb. 3.21 a und b). Die Änderung der Spotgröße von 8 mm auf etwa 3 mm resultiert in einer Abnahme der Breite der Härtelinse von etwa 7 mm auf etwa 2,7 mm. Entsprechend dazu nimmt deren Tiefe von ca. 625 μm auf etwa 370 μm ab. Das unmittelbar unterhalb der Oberfläche im Mittelpunkt der Prozesszone ausgebildete Gefüge hat sich durch die Variation der Bearbeitungsoptik weder in Bezug auf die Martensitstruktur noch auf deren Korngröße merklich verändert (vgl. Abb. 3.21c und d).

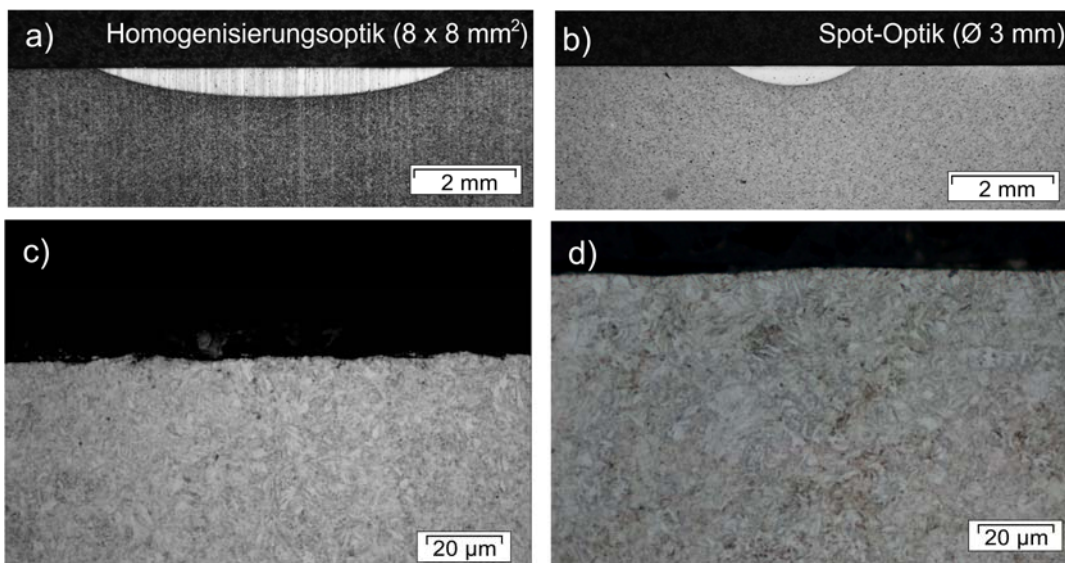


Abb. 3.21: Lichtmikroskopische Aufnahmen der Härtelinse (a bzw. b) und des Gefüges (c bzw. d) nach Laserstandhärten des Stahls 42CrMo4 mit $v_{\text{Erw./Abkühl.}} = 1000 \text{ K/s}$ und $T_{\text{A, max.}} = 1150 \text{ °C}$ unter Verwendung der Homogenisierungsoptik mit einer Spotgröße $8 \times 8 \text{ mm}^2$ (links, a und c) bzw. der Spot-Optik mit einer Fokusgröße von $\text{Ø } 3 \text{ mm}$ (rechts, b und d)

Restaustenit

Der Restaustenitgehalt im Prozesszonenmittelpunkt auf der Probenoberfläche ist durch die Form und Größe des Laserspots weitgehend unbeeinflusst. Im Fall des Laserhärtens unter Einsatz der Homogenisierungsoptik beträgt er etwa $2 \pm 0,5 \%$. Nach dem Standhärten mittels der Spot-Optik erfolgt die Ausbildung von Restaustenit in Höhe von etwa $1,8 \pm 0,6\%$.

Mikrohärte

Abb. 3.22 a gibt einen Überblick über den Verlauf der Martenshärte in lateraler Richtung des Laserspots in einem Abstand von 55 µm zur Stirnfläche der betrachteten Prozessvarianten. Beide Härteverteilungen sind qualitativ annähernd identisch. Es ist allerdings klar ersichtlich, dass die Zunahme der Laserspotgröße zu einer Zunahme der Breite des Härteplateaus führt, was somit mit den Gefügaufnahmen korrespondiert. Über die gesamte Laserspotbreite liegen jedoch vergleichbare Härtewerte von etwa $6600 \text{ [N/mm}^2\text{]}$ vor. An den Rändern der Härtelinse beim Übergang zum Grundgefügebereich kommt es zu einem steilen Härteabfall auf die Werkstoffhärte des Grundgefügewerkstoffs (vgl. Härte des Ausgangswerkstoffs in Kap. 3.3.1). In diesem Bereich werden bei der Spot-Optik keine Härteminima festgestellt, deren Werte unter denen des Grundgefüges liegen.

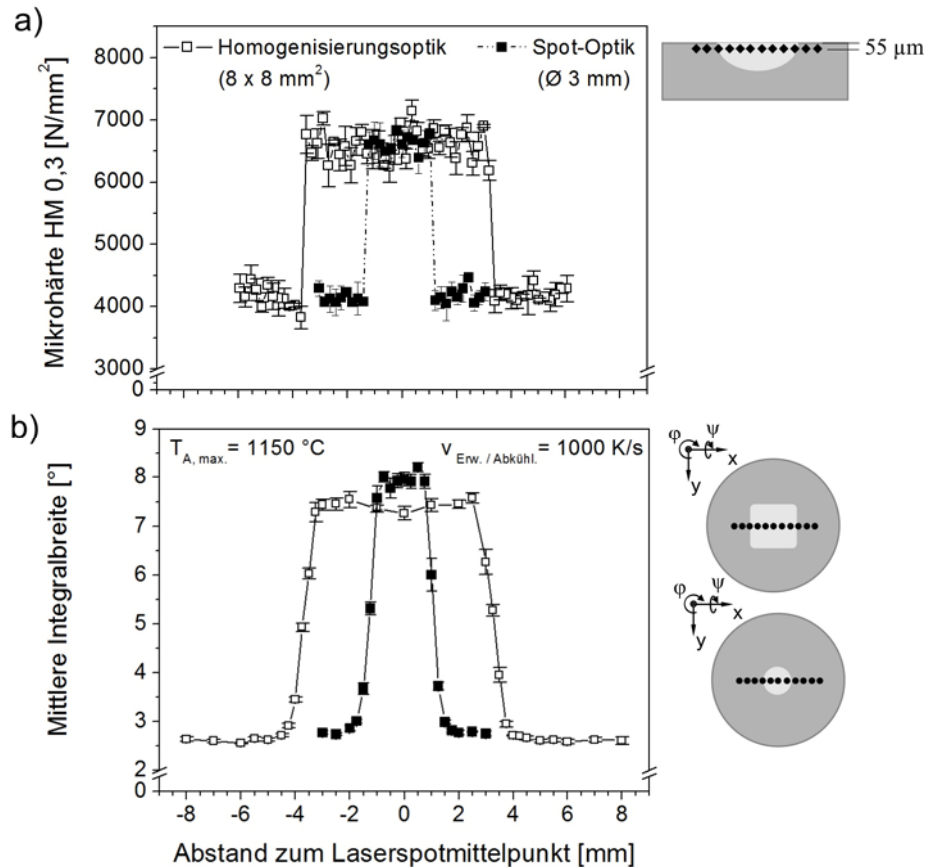


Abb. 3.22: Verteilung der im Abstand von 55 μm zur Stirnfläche gemessenen Mikrohärtigkeit (a) und der Integralbreite auf der Oberfläche (b) nach Laserstandhärten mit $T_{A, \max.} = 1150 \text{ }^\circ\text{C}$, $v_{\text{Erw./Abkühl.}} = 1000 \text{ K/s}$ unter Einsatz der Homogenisierungsoptik (Spotgröße $8 \times 8 \text{ mm}^2$) sowie der Spot-Optik ($\text{Ø } 3 \text{ mm}$)

Integralbreite

Die Verteilung der mittleren Integralbreite, die direkt auf der Probenoberfläche röntgenographisch bestimmt wurde, ist in Abb. 3.22 b wiedergegeben. Beide Oberflächenprofile korrelieren in Bezug auf die Plateaubreite gut mit den entsprechenden oberflächennahen Härteverteilungen. Es lassen sich allerdings eindeutige Unterschiede bei dem Betrag des Integralbreiteplateaus erkennen. Trotz gleicher Prozessparameter tritt innerhalb der schmaler ausfallenden Prozesszone, die sich beim Laserhärten unter Verwendung der kleineren Spot-Optik ergibt, eine Zunahme des Betrags der Integralbreite von etwa $0,5^\circ$ gegenüber der Integralbreite der Prozessvariante, die unter Einsatz der Homogenisierungsoptik gehärtet wurde, auf. Dies deutet auf eine höhere Kaltverfestigung hin.

Eigenspannungen

Die in Abb. 3.23 a dargestellten Oberflächenverteilungen der tangentialen Eigenspannungen zeigen für beide Bearbeitungsoptiken den charakteristischen W-förmigen Verlauf über den defi-

nierten Messpfad (vgl. die Skizze rechts neben dem Diagramm). Ein mit der kleineren Spot-Optik durchgeführter Härteprozess bewirkt insgesamt eine Herabsetzung des Eigenspannungsprofils im Vergleich zur W-förmigen Eigenspannungsverteilung einer Laserwärmebehandlung, die unter Einsatz der Homogenisierungsoptik betrieben wird. Es kommt zu einer Verkleinerung des druckeigenbeanspruchten Bereichs. Der Betrag der Druckeigenbeanspruchungen, sowohl in der Mitte als auch am Rande der Prozesszone, nimmt um bis zu 200 MPa ab. Als Konsequenz davon nehmen die maximalen Zugeigenbeanspruchungen ebenfalls um etwa 200 MPa ab. In radialer Richtung (vgl. Abb. 3.23.b) treten die gleichen Tendenzen wie für die oben gezeigten Abhängigkeiten in tangentialer Richtung auf.

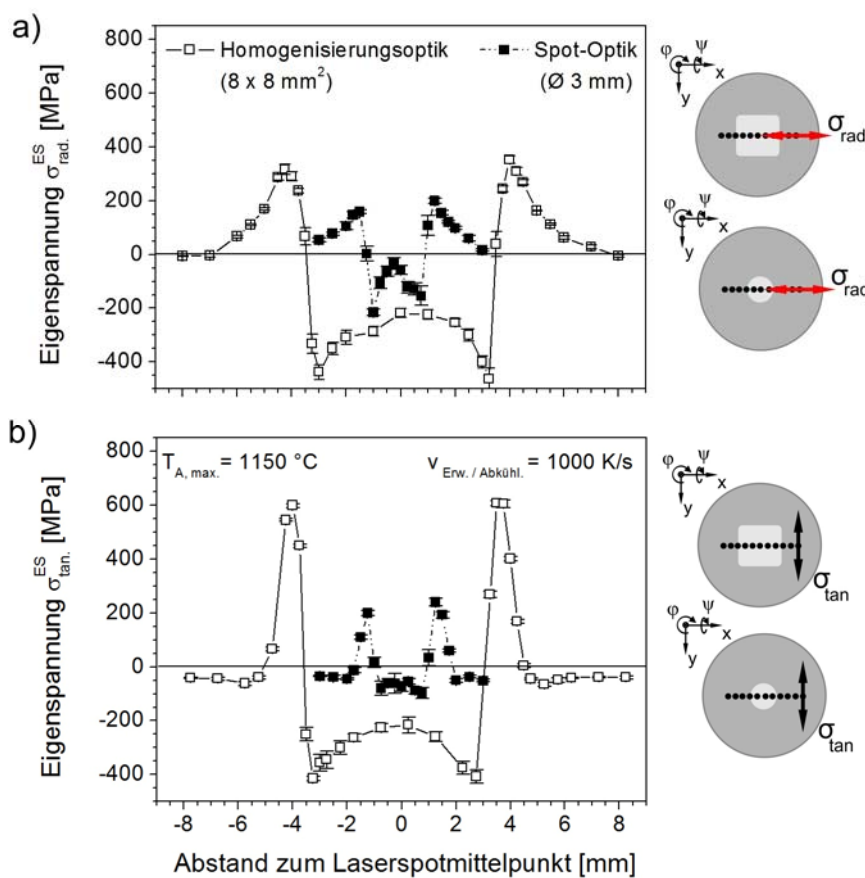


Abb. 3.23: Verteilung der tangentialen (a) und radialen (b) Komponenten der Eigenspannungen auf der Oberfläche nach Laserstandhärten mit $T_{A, max.} = 1150 \text{ }^\circ\text{C}$, $v_{Erw./Abkühl.} = 1000 \text{ K/s}$ unter Einsatz der Homogenisierungsoptik (Spotgröße $8 \times 8 \text{ mm}^2$) sowie der Spot-Optik (Fokusgröße von $\text{Ø } 3 \text{ mm}$)

3.4.4 Einfluss der Prozesstemperatur

Zur Bewertung des Einflusses der maximalen Prozesstemperatur auf das Härteergebnis wurden Laserstandhärteexperimente mit den gleichen Erwärmungs- und Abkühlraten von 1000 K/s

unter Verwendung der Spot-Optik mit einer Fokusgröße von \varnothing 3mm durchgeführt. Die Prozess-temperatur war dabei im Bereich zwischen 850 °C und 1300 °C definiert (vgl. Versuchsart C in Kap. 3.1.2)

Gefüge

Exemplarisch für das Gefüge der Versuchsvariante C werden lichtmikroskopische Aufnahmen der Härtelinse und der Mikrostruktur aus den oberflächennahen Bereichen der Prozessvarianten herangezogen, die auf $T_{A, \max} = 850$ °C und $T_{A, \max} = 1150$ °C austenitisiert und abgeschreckt wurden. Diese Ergebnisse sind in Abb. 3.24 dargestellt. Die Variation des Gefüges ist dieselbe wie bei der in Abschnitt 3.4.1 dargestellten charakteristischen Zonenaufteilung. Beide linsenförmigen Härtezonens sind unabhängig von der Temperaturvariation martensitisch umgewandelt, und durch eine schmalen Übergangszone umgeben, die ihrerseits von Vergütungsgefüge umgeben ist (vgl. Abb. 3.24 a und b)

Der Einfluss der Austenitisierungstemperatur lässt sich zunächst durch die Abmessungen der Härtelinse eindeutig erkennen. Die Erhöhung der maximalen Kontrolltemperatur von 850 °C auf 1150 °C führt zur Zunahme der Breite der Härtelinse von ca. 1534 μm auf ca. 2605 μm . Zugleich nimmt die Härtezonentiefe von ca. 114 μm auf ca. 404 μm zu. Das Gefüge nach dem Kurzzeithärten bei 850 °C zeigt eine sehr feinkörnige martensitische Struktur, die sich dank ihres hell angeätzten Gefüges von den feinen, dunkel erscheinenden Bereichen karbidischer Struktur unterscheidet (vgl. Abb. 3.24.c). Aufgrund der Erhöhung der Austenitisierungstemperatur ergibt sich ein erkennbar gröberes martensitisches Gefüge mit parallel zueinander orientierten Lattenstrukturen (vgl. Abb. 3.24.d).

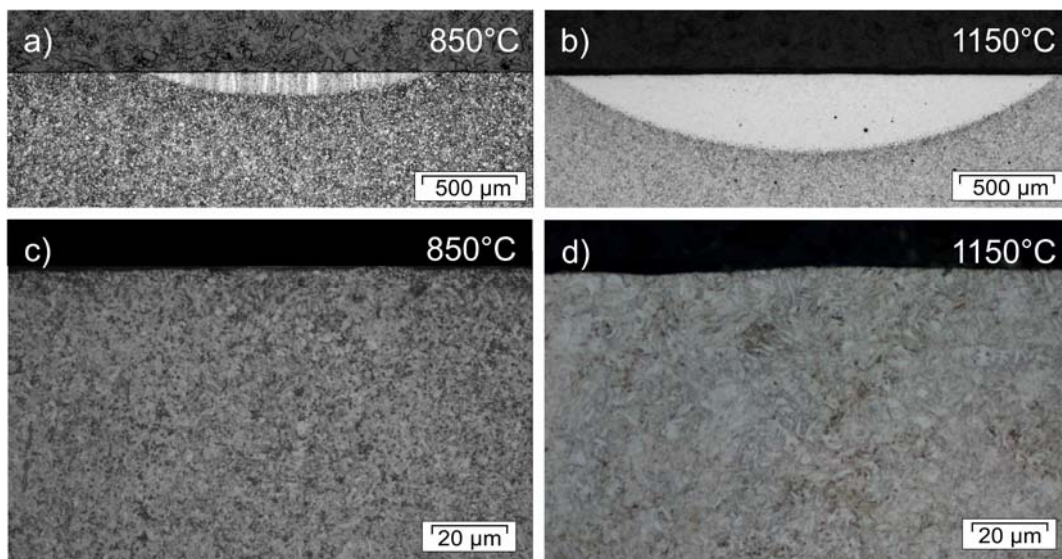


Abb. 3.24: Härtelinse und Gefüge im Mittelpunkt der Prozesszone nach Laserstandhärten mit maximaler Austenitisierungstemperatur von 850 °C (a und c) und 1150 °C (b und d) und denselben Erwärmungs- und Abkühlraten von 1000 K/s unter Einsatz der Spot-Optik (Spotgröße \varnothing 3 mm)

Restaustenit

Abb. 3.25 gibt einen Überblick über den Einfluss der Austenitisierungstemperatur auf den Volumenanteil des Restaustenits im Mittelpunkt der Prozesszone. Die Zunahme der maximalen Kontrolltemperatur von 850 °C auf 1300 °C bewirkt eine Abnahme des röntgenographisch bestimmten Restaustenitgehalts von etwa 4 % auf ca. 1,5 %. Eine Variation der maximalen Temperatur im Bereich zwischen 1000 °C und 1300 °C hat nur einen geringfügigen Einfluss auf den Volumenanteil der Restaustenitphase, deren Beträge vergleichbar mit den Ergebnissen für den Mittelpunkt der Prozesszone der Versuchsvariante A (vgl. Abb. 3.19 a) sind.

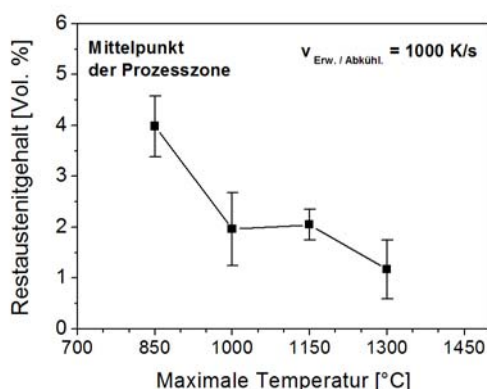


Abb. 3.25: Einfluss der Prozessstemperatur auf den Restaustenitgehalt im Mittelpunkt der Prozesszone nach dem Laserstandhärten unter konstanten Erwärmungs- und Abkühlraten von 1000 K/s

Mikrohärte (Martenshärte)

Ergänzend zu den o. a. Untersuchungen der Prozessmikrostruktur wurde der oberflächennahe Härtezustand nach der in Kap. 3.1.3 beschriebenen Vorgehensweise bestimmt und das Ergebnis in Abb. 3.26.a als Funktion des Abstands zum Laserspotmittenpunkt aufgetragen. Rechts neben dem Diagramm ist der entsprechende Messpfad skizziert.

Alle behandelten Versuchsproben weisen das typische Härteprofil auf (vgl. z. B. Kap. 3.4.1). Eine Änderung der Austenitisierungstemperatur beeinflusst in erster Linie die Breite des charakteristischen Härteplateaus, wobei sich erwartungsgemäß die Tendenz einer zunehmenden Plateaubreite bei höherer maximaler Kontrolltemperatur erkennen lässt. Der Härtewert des Plateaus wird dagegen nicht so stark durch die Temperatur beeinflusst. Nach der Härtung mit $T_{A, \max}$ von 850 °C ergibt sich ein Härteplateaumittelwert von etwa 6250 N/mm², der mit zunehmender Maximalkontrolltemperatur bis auf 1150 °C auf ca. 6650 N/mm² zunimmt. Eine weitere Erhöhung der Austenitisierungstemperatur bis auf 1300 °C hat eine geringfügige Absenkung der Martenshärte mit etwa 250 N/mm² zur Folge. Die Standardabweichung der gemittelten Härteplateauwerte liegt allerdings im Bereich von ± 300 N/mm².

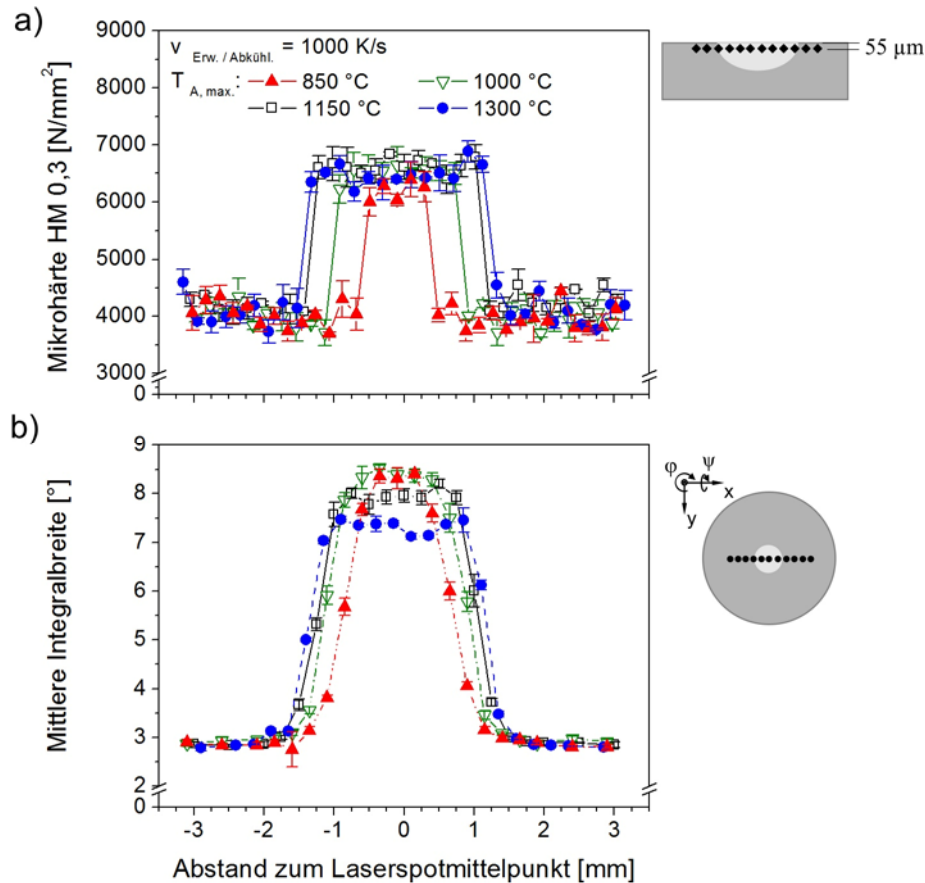


Abb. 3.26: Verteilung der im Abstand von 55 µm zur Stirnfläche gemessenen Mikrohärtigkeit (a) und der mittleren Integralbreite auf der Oberfläche (b) nach dem Laserstandhärten unter variierenden maximalen Temperaturen bei konstanten Erwärmungs- und Abkühlraten von 1000 K/s und Verwendung einer Spot-Optik (Spotgröße von Ø 3 mm)

Eine Absenkung der Werkstoffhärte unterhalb des Härtewertes der Grundgefügezone, die bei den Laserexperimenten mit der Homogenisierungsoptik an der Grenze zwischen dem Grundgefüge und der Übergangszone gezeigt wurde (vgl. Abb. 3.14), ist anhand der dargestellten Verteilungen nicht erkennbar.

Integralbreite

Die Oberflächenprofile der Integralbreite sind in Abb. 3.26 b wiedergegeben. Ein charakteristisches Plateau bildet sich innerhalb des martensitisch umgewandelten Bereichs aus, dessen Verlauf für die beiden Prozesstemperaturen 1300 °C und 1150 °C sein Maximum in den Randbereichen der Prozesszone findet und steil in der Übergangszone abnimmt. Nach dem Härten im Austenitisierungsbereich von 850 °C bis zu 1000 °C lässt sich der maximale Plateauwert dagegen im Mittelpunkt der Prozesszone ermitteln. Übereinstimmend mit der größeren Breite des Härte-

plateaus (vgl. Abb. 3.26 a) bewirkt die Erhöhung der Prozesstemperatur eine Zunahme der Breite des Integralbreiteplateaus bzw. der gesamten Verteilung.

Die Erhöhung der maximalen Kontrolltemperatur von 1000 °C auf 1300 °C führt zu einer kontinuierlichen Absenkung der Integralbreite im Laserspotmittelpunkt von mehr als 1°. Bei der Prozessvariante, die mit $T_{A, \max} = 850$ °C gehärtet wurde, ist die Integralbreite im Mittelpunkt der Prozesszone geringfügig kleiner als der Integralbreitewert des Härteprozesses, der auf 1000 °C austenitisiert wurde.

Eigenspannungen

Die Verteilungen der Eigenspannungskomponenten in Radial- und Tangentialrichtung ist als Funktion des Abstands zum Mittelpunkt des Laserspots in Abb. 3.27 a und b dargestellt. Die Ergebnisse zeigen, dass sich die charakteristische W-förmige Eigenspannungsverteilung für den Temperaturbereich von 1000 °C bis 1300 °C einstellt. Nach der Härtung mit $T_{A, \max}$ von 850 °C tritt eine V-förmige Verteilung der Eigenspannungen auf.

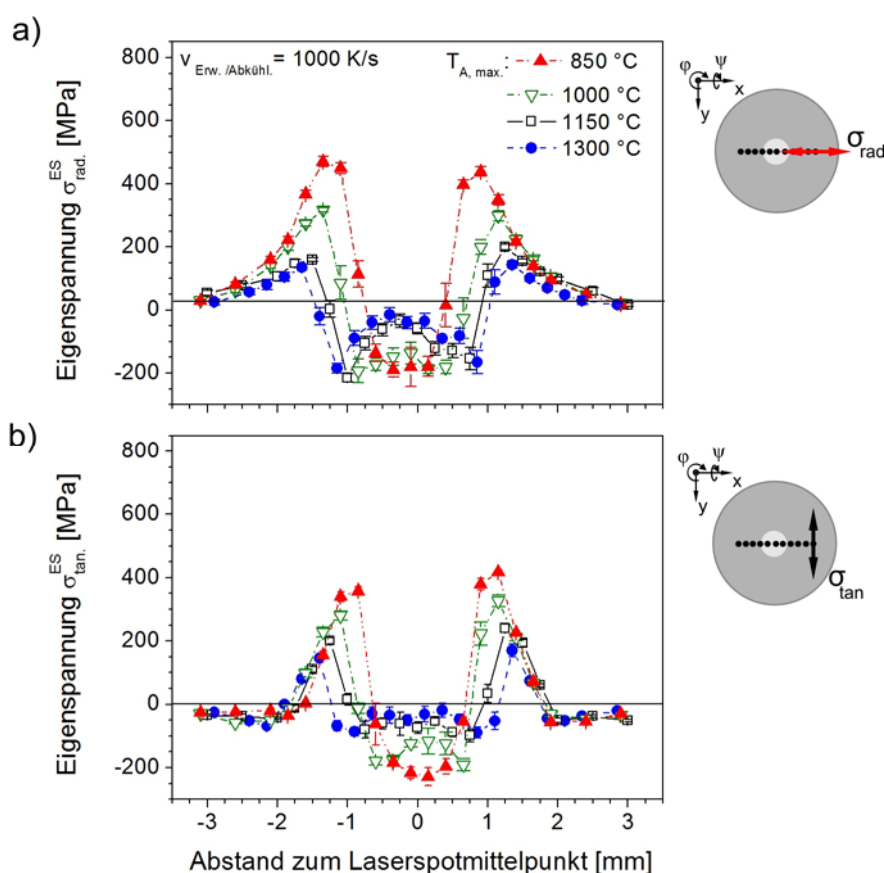


Abb. 3.27: Oberflächenverteilung der tangentialen (a) und radialen (b) Komponenten der Eigenspannungen sowie der mittleren Integralbreite (c) nach Laserstandhärten mit $v_{\text{Erw./Abkühl.}} = 1000$ K/s und variierender maximaler Austenitisierungstemperatur

Mit zunehmender Austenitisierungstemperatur nehmen die Druckeigenspannungen in der Mitte der Prozesszone von etwa -250 MPa bei $T_{A, \max} = 850 \text{ °C}$ auf etwa -50 MPa bei $T_{A, \max} = 1300 \text{ °C}$ betragsmäßig ab. Dieselbe Tendenz lässt sich auch für die Druckeigenspannungen, die radial und tangential am Rand des Laserspots wirken, beobachten. Das Maximum der Zugeigenspannungen wird ebenso durch die Änderung der maximalen Kontrolltemperatur von 850 °C auf 1300 °C von etwa 400 MPa auf etwa 100 MPa kontinuierlich abgesenkt, wobei die Auswirkung der Temperatur auf das Maximum der radialen und tangentialen Eigenspannungskomponenten in etwa vergleichbar ist.

Für alle dargestellten Verteilungen gilt, dass eine Zunahme der maximalen Prozesstemperatur eine tendenzielle Verbreiterung des Wirkungsbereiches der Druckeigenspannungen zur Folge hat.

3.4.5 Vergleich mit der Prozesssimulation

Anhand der gesammelten experimentellen Daten lässt sich das in Kap. 3.2 vorgestellte Simulationsmodell für den Endzustand nach dem Laserhärten validieren. Ein in Bezug auf die Mikrostruktur- und Eigenspannungsverteilung übereinstimmender Abgleich zwischen der Simulation und dem Experiment kann in erster Linie die Nutzung des Simulationsmodells zur Prozessvorhersage des Laserstandhärten legitimieren. Darüber hinaus kann ein korrektes Modell, aufgrund der Möglichkeit, Prozessanalysen in „Echtzeit“ zu realisieren, maßgeblich zu Prozessdeutung, -verständnis und -optimierung beitragen. Um festzustellen, ob das Simulationsmodell den Prozess realistisch abbildet, erfolgt ein Vergleich zwischen der Prozesssimulation und dem Experiment. Für die nachfolgende Gegenüberstellung wird die in Kap. 3.4.1 charakterisierte Prozessvariante betrachtet. Die Erwärmungs- und Abkühlraten betragen 1000 K/s , die maximale Kontrolltemperatur ist auf 1150 °C definiert. Als Bearbeitungsoptik wird die Homogenisierungsoptik verwendet. Abb. 3.28 vergleicht das unter Verwendung des Lichtmikroskops bei 12,5-facher Vergrößerung aufgenommene Bild der Härtelinse mit der simulierten Härtelinse.

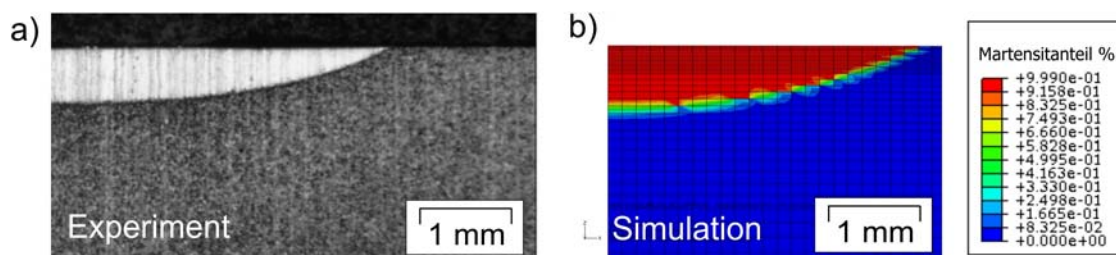


Abb. 3.28: Unter Einsatz eines Lichtmikroskops (experimentell) aufgenommenes (a) und simulativ berechnetes Abbild der rechten Hälfte der Härtelinse nach dem Laserstandhärten mit $v_{\text{Erw./Abkühl}} = 1000 \text{ K/s}$, $T_{A, \max} =$ von 1150 °C unter Verwendung einer Wärmequellespotgröße von $8 \times 8 \text{ mm}^2$

Die Grenzen der numerisch berechneten Härtelinse sind durch hundertprozentig umgewandeltes martensitisches Gefüge (dargestellt in roter Farbe) festgelegt. Die Breite wird auf ca. 6,8 mm ausgemessen. Ihre Tiefe beträgt ca. 640 μm . Dieses Ergebnis, verglichen in Tab. 3.5 mit den Abmessungen in lateraler Richtung und in der Tiefe der Härtelinse aus dem Experiment (vgl. Kap. 3.4.1), zeigt eine sehr gute Übereinstimmung zwischen der Simulation und dem Experiment.

Tab. 3.5: Gegenüberstellung der experimentell ermittelten und der simulierten Abmessungen der Härtelinse nach dem Laserstandhärten mit $v_{\text{Erw./Abkühl}} = 1000 \text{ K/s}$, $T_{\text{A,max}} = \text{von } 1150 \text{ }^\circ\text{C}$

Laserhärten mit $v_{\text{Erw./Abkühl}} = 1000 \text{ K/s}$, $T_{\text{A,max}} = \text{von } 1150 \text{ }^\circ\text{C}$	Breite der Härtelinse	Tiefe der Härtelinse
Simulation	6,8 mm	640 μm
Experiment	7 mm	625 μm

Abb. 3.29 zeigt den Oberflächenverlauf der tangentialen Eigenspannungskomponente für die Simulation und das Experiment. Die simulierte Verteilung zeigt qualitativ den gleichen Verlauf wie das Experiment. Betragsmäßig lassen sich allerdings signifikante Abweichungen erkennen. Die Druckeigenspannungen im Mittelpunkt der Prozesszone werden um ca. 350 MPa ($> 100 \%$), die maximalen Zugeigenspannungen um ca. 300 MPa (ca. 60 %) überschätzt. Die simulierten Verteilungen sind allerdings für die Eigenspannungen innerhalb des äußeren (direkt an der Oberfläche liegenden) Volumenelements repräsentativ, dessen Höhe 33 μm beträgt (vgl. Kap. 3.2).

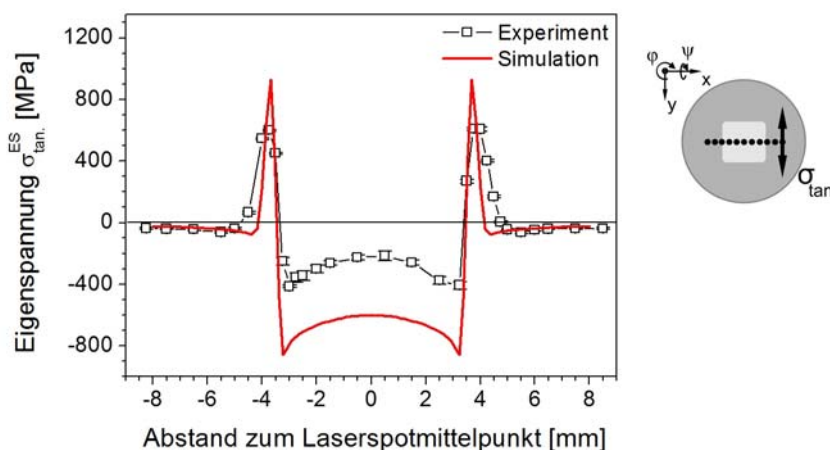


Abb. 3.29: Gegenüberstellung zwischen der röntgenographisch ermittelten (a) und der simulativ berechneten Oberflächenverteilung der tangentialen Eigenspannungen nach Laserstandhärten mit $v_{\text{Erw./Abkühl}} = 1000 \text{ K/s}$ und $T_{\text{A,max}} = 1150 \text{ }^\circ\text{C}$ unter Verwendung einer Wärmequellespotgröße von ca. $8 \times 8 \text{ mm}^2$

Würde man aus den in Abb. 3.20 b dargestellten experimentell aufgenommenen Eigenspannungstiefenverteilungen den Eigenspannungsmittelwert bei einer Tiefe von ca. 25 μm berechnen und dem entsprechenden Simulationsergebnis gegenüberstellen, würde die Überschätzung der Druckeigenspannungen im Mittelpunkt der Prozesszone auf ca. 86 % bestimmt.

3.4.6 Zusammenfassende Befunde

Aus den dargelegten Ergebnissen lassen sich folgenden zusammenfassende Befunde ableiten:

- Das oxid- und absorptionsschichtfreie Laserstrahlstandhärten bewirkt die Ausbildung von komplexen, stark inhomogenen Eigenspannungszuständen sowohl auf der Oberfläche als auch in der Probertiefe (vgl. Abb. 3.20 a und b). In der martensitisch umgewandelten Prozesszone entstehen dabei ausschließlich Druckeigenspannungen. Innerhalb dieses Bereichs verlaufen die beiden oberflächenparallelen Eigenspannungskomponenten qualitativ und quantitativ annähernd identisch (vgl. Abb. 3.20 a). Außerhalb der Prozesszone werden die Druckeigenspannungen durch Zugeigenspannungen kompensiert, wobei die tangentielle und die radiale Eigenspannungskomponente voneinander qualitativ deutlich abweichen.
- Das Volumen der martensitisch umgewandelten Prozesszone, das unter dem Einsatz von Bearbeitungsoptiken unterschiedlicher Laserfokusform und -größe variiert werden kann, hat einen eindeutigen Einfluss auf den Verfestigungs- und Eigenspannungszustand beim Laserstrahlstandhärten. Dabei gilt die Tendenz, dass sich betragsmäßig zunehmende Eigenspannungen und abnehmende Integralbreiten mit zunehmendem Volumen der Härtelinse ausbilden. Das Gefüge bleibt davon weitgehend unbeeinflusst.
- Die Prozessparameter maximale Kontrolltemperatur und Erwärmungs- und Abkühlrate wirken sich auf das Gefüge sowie den Verfestigungs- und Eigenspannungszustand der lasergehärteten Versuchsproben aus. Abb. 3.30 a gibt den Zusammenhang zwischen dem Verfestigungs- bzw. Eigenspannungszustand und der Erwärmungs- und Abkühlrate für den Mittelpunkt der Prozesszone wieder. In Abb. 3.30 b ist der Einfluss der Prozesstemperatur auf die Integralbreite- und Eigenspannungsverteilung graphisch dargestellt.
- Die Zunahme der dem Bauteil zugeführten Wärme, d. h. die Abnahme der Erwärmungs- und Abkühlraten und die Zunahme der maximalen Prozesstemperatur, führt zur Entstehung von betragsmäßig abnehmenden Druckeigenspannungen. Die Breite der registrierten Interferenzlinien nimmt ebenfalls ab, was auf einen sinkenden Grad an Verfestigung hindeutet. Die Prozesstemperatur hat dabei einen stärkeren Einfluss als die Erwärmungs- und Abkühlrate.
- Die Ergebnisse der Prozesssimulation zeigen eine gute Übereinstimmung mit den experimentell gewonnenen Ergebnissen hinsichtlich der Mikrostruktur der lasergehärteten Randschichten. Die simulierten und die röntgenographisch bestimmten Eigenspannungsverteilungen

gen weichen jedoch um bis zu 85 % voneinander ab. Somit kann das vorliegende Simulationsmodell nur beschränkt zur Prozessvorhersage und/oder zum Prozessverständnis herangezogen werden.

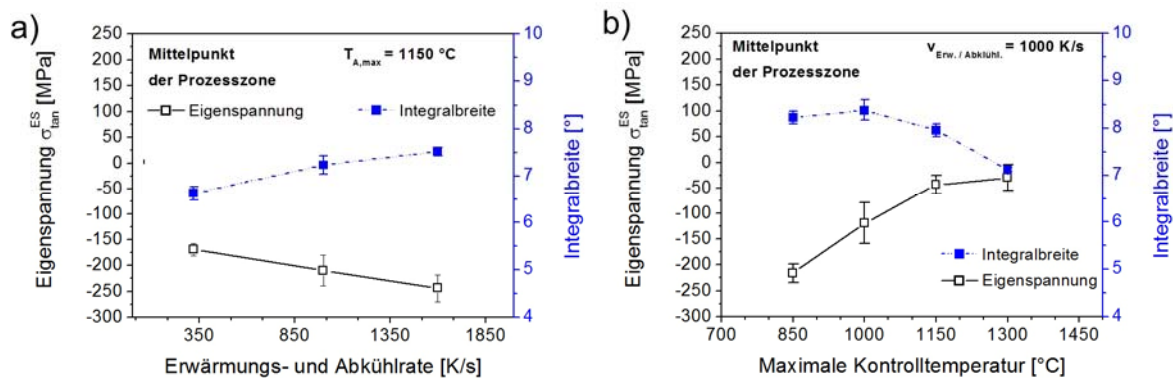


Abb. 3.30: Einfluss der Erwärmungs- und Abkühlrate (a) und der Prozesstemperatur auf die Integralbreite und die Eigenstressungen im Mittelpunkt der Prozesszone nach dem Laserstandhärten des Stahls 42CrMo4 unter Einsatz der Homogenisierungsoptik mit einer Spotgröße von ca. $8 \times 8 \text{ mm}^2$

Eine Deutung der o. a. experimentellen Befunde würde zur spekulativen Diskussion hinführen, da objektive quantitative Informationen zur Entwicklung der Spannungen und ihrer zeitlichen Beeinflussung durch die einzelnen Prozessschritte, wie z. B. lokale Erwärmung und Austenitisierung, Abschreckung und Martensitbildung sowie Selbstanlassen und Restaustenitverbleib, fehlen. Dies soll als Motivation zur

- **Bereitstellung und Etablierung der Mess- und Auswertestrategie** zu zeitaufgelösten Randschichtanalysen mittels Röntgenbeugungstechniken, sowie zur
- **Anwendung der In-situ-Echtzeitspannungsanalysen zur Verbesserung des Prozessverständnisses** dienen, indem in erster Linie die orts aufgelöste zeitliche Entwicklung der Werkstoffphasen und der Spannungen, und dann die Rolle der einzelnen Einflussgrößen für die Eigenstressungsausbildung beim Laserstrahlstandhärten diskutiert werden.

Zudem soll am Beispiel des bestehenden Simulationsmodells zum Laserrandschichthärten gezeigt werden,

- inwieweit der zu entwickelnde In-situ-Messansatz als Werkzeug zur Validierung von Simulationsmodellen verwendet werden kann, um die Prozesssimulation zu verbessern.

4 Prozessintegrierte Untersuchungen

4.1 Bereitstellung eines Verfahrens für röntgenographische Echtzeitspannungsanalysen

Im Folgenden werden zunächst die Voraussetzungen zur Durchführung von zeitlich hoch aufgelösten Spannungsanalysen systematisch aufgestellt. Der daraus abgeleitete Messansatz, die Auswertesystematik, sowie die Validierung des angewendeten Verfahrens werden im Anschluss daran dargestellt.

4.1.1 Voraussetzungen für zeitlich aufgelöste röntgenographische Spannungsanalysen

Für die Formulierung der Voraussetzungen wird von einem oberflächenparallelen Spannungszustand mit $\sigma_{33} = 0$ und $\sigma_{i3} = 0$ ausgegangen. Eine solche Vereinfachung lässt sich angesichts der Erkenntnis, dass das Laserstrahlhärten im Wesentlichen schubspannungsfreie Eigenspannungszustände induziert (vgl. Kap. 3.4.1), als vertretbar ansehen. Dementsprechend reduziert sich die Grundgleichung der röntgenographischen Spannungsanalyse (vgl. Gl. (2.6)) auf:

$$\varepsilon_{\varphi\psi}^G = -\frac{1}{2} \cot \theta_0 (2\theta_{\varphi\psi} - 2\theta_0) = \frac{1}{2} s_2 (\sigma_{11} \cos^2 \varphi + \sigma_{12} 2\varphi + \sigma_{22} \sin^2 \varphi) \sin^2 \psi + s_1 (\sigma_{11} + \sigma_{22}) \quad (4.1)$$

Demgemäß genügen zur Bestimmung des oberflächenparallelen Spannungszustandes zwei unabhängige Messungen des Netzebenenabstands $D_{\varphi\psi}^{\{hkl\}}$ bzw. $2\theta_{\varphi\psi}^{\{hkl\}}$ unter den Azimutwinkeln φ und $\varphi+90^\circ$ sowie die Kenntnis des exakten Netzebenenabstands des unverspannten Gitters $2\theta_0$. Um eine Robustheit des Lösungsansatzes zu gewährleisten, kann auf die Kenntnis von $2\theta_0$ verzichtet werden, indem eine Registrierung von mindestens einer weiteren Interferenzlinie nach dem in Kap. 2.1.2.2 vorgestellten $\sin^2\psi$ -Verfahren erfolgt. Deren Streuvektor soll unter einem Distanzwinkel ψ' verkippt sein und auf einer durch die Richtungen φ, ψ bzw. $\varphi+90, \psi$ definierten Beugungsebene liegen (vgl. Abb. 4.1a).

Unter der o. a. Annahme, dass eine lineare Verteilung von 2θ über $\sin^2\psi$ ist sichergestellt, lassen sich die Dehnungsänderung $\partial\varepsilon_{\varphi}^G$ und daraus die parallel zur Oberfläche wirkenden Normalspannungskomponenten σ_{φ} analytisch bestimmen. Abb. 4.1 b veranschaulicht die graphische Lösung in dem Fall, dass nur zwei Interferenzlinien verschiedener Orientierung registriert werden.

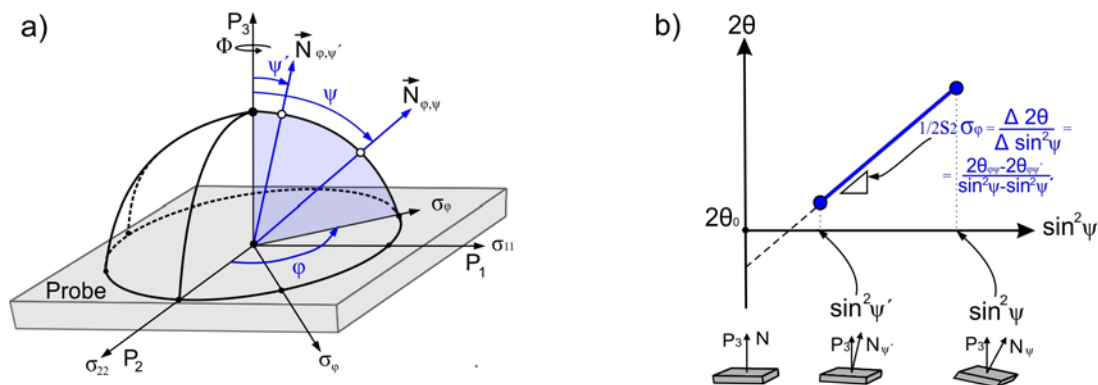


Abb. 4.1: Laborkoordinaten der notwendigen drei Messrichtungen für die Bestimmung des oberflächenparallelen, schubspannungsfreien zweiaxialen Spannungszustands (a) und die graphische Ermittlung der Normalspannungen σ_φ und $\sigma_{\varphi+90}$ (b)

Werden mindestens zwei Interferenzlinien aus dem gleichen $\{hkl\}$ -Beugungskegel unter einem konstanten Azimutwinkel φ und zwei unterschiedlichen Distanzwinkeln ψ und ψ' gleichzeitig aufgenommen, kann die Normalspannung σ_φ anhand der Linienlageverschiebung $\overline{2\theta_{\varphi, \psi}} - \overline{2\theta_{\varphi, \psi'}}$ geteilt durch $\sin^2\psi - \sin^2\psi'$ und der Berücksichtigung der REK ermittelt werden (vgl. Abb. 4.1.b). Erfolgt diese Registrierung in einer Sequenz aufeinander folgender Belichtungsperioden t , ist es möglich, mithilfe dieser Messidee, die auf dem $\sin^2\psi$ -Verfahren der röntgenographischen Spannungsanalyse beruht, die zeitliche Entwicklung der mechanischen Spannungen mit einer Messfrequenz von $1/t$ Hz zu bestimmen.

Eine hohe zeitliche Auflösung kann erzielt werden, indem die Belichtungszeit t sehr kurz gehalten wird. Eine Möglichkeit dafür bieten ortssensitive Detektorsysteme, die eine ortsfeste Messanordnung zwischen Detektor, Primärstrahl und Werkstück gestatten. Somit kann eine vollständige Interferenzlinie mit einer einzigen Belichtung aufgenommen werden. Zur Minimierung von t werden auch ein hoher Photonenfluss und eine schnelle Detektorelektronik vorausgesetzt. Der Photonenfluss muss eine ausreichende Zählstatistik gewährleisten, um die Streuung des Messergebnisses zu minimieren. Als hinreichende Statistik wird in [143] die Statistik bezeichnet, wenn die Interferenzlinie im Maximum zwischen 500 und 1000 Impulse erreicht. Die Impulsstatistik ist allerdings von der Detektoreinstellung und dessen Untergrund abhängig, so dass eine pauschale Zahlenangabe unabhängig vom Werkstoffzustand und von der Detektorart/ Detektoreinstellung schwierig angegeben werden kann. Die Detektorsteuerung soll weiterhin die registrierten Beugungsdaten sehr schnell auslesen/verarbeiten, um die Daten der nächsten Belichtungsperiode aufnehmen zu können.

4.1.2 Messtechnische Realisierung

Die Messidee für einen ortsfesten Messaufbau zur Durchführung von Spannungsanalysen nach dem $\sin^2\psi$ -Verfahren wurde schon durch das Filmtechnikverfahren der röntgenographischen Spannungsanalysen (vgl. Abb. 2.5) umgesetzt. In dieser Arbeit wird nun die in Abb. 2.5 gezeigte Messanordnung an die oben gestellten Anforderungen für schnelle zeitaufgelöste Spannungsanalysen adaptiert. Das Ergebnis, ein In-situ-Verfahren für zeitaufgelöste Röntgenbeugungsanalysen, wird im Folgenden kurz dargestellt. Die wesentlichen Unterschiede dieses In-situ-Verfahrens zum in Abb. 2.5 aufgezeigten Messaufbau betreffen die technische Ausstattung, u. a. Röntgenstrahl und Detektoren, sowie die Auswertestrategie. Anstatt mit einem Röntgenfilm werden die Interferenzlinien durch ortssensitive, schnell auslesbare Liniendetektoren aufgenommen. Zugleich wird die Röntgenstrahlung aus einer konventionellen Röhre durch hoch brillante Synchrotron-Röntgenstrahlung mit hohem Photonenfluss ersetzt. Abb. 4.2. zeigt den adaptierten Messaufbau inkl. der einzelnen Komponenten, u.a. Strahlquelle, Detektoren und Probe. Das kartesische Koordinatensystem „xyz“, sowie die Laborwinkel φ , ψ , χ und die Drehachsen Φ , 2Θ und Ω (mit $\Omega \equiv 2\Theta$) sind ebenfalls eingezeichnet.

Die Probe wird vor der Belichtung um die Ω -Achse so gedreht, dass sie durch den Primärstrahl I_0 gegenüber ihrer Normale P_3 unter dem Winkel χ belichtet wird. Dabei liegt die optische Achse des Primärstrahls auf der Ebene, die durch die Probenachsen P_1 und P_3 definiert ist. Die Liniendetektoren „Detektor 1“ und „Detektor 2“ sind im Rückstrahlbereich symmetrisch zum Primärstrahl ausgerichtet. Der Rückstrahlbereich wurde gewählt, da der Messaufbau in diesem Bereich empfindlicher für die Registrierung von Gitterdehnungen infolge der größeren Verschiebung der Röntgeninterferenzlinien für größere 2θ -Winkel bei einer gegebenen Spannung ist (vgl. Kap. 2.1.2.2). Die Detektoren sind so positioniert, dass sie zwei Interferenzlinien aus dem gleichen Beugungskegel $I^{\{hkl\}}$ unter den doppelten Beugungswinkeln $2\theta_1$ und $2\theta_2$ und dem gleichen Azimut gleichzeitig registrieren können. Die Normalen (Streuvektoren) N_1 und N_2 der $\{hkl\}$ -Netzebenen, die zur Beugung beitragen, sind infolge der Probenvorkippung χ um die Distanzwinkel ψ_1 und ψ_2 verkippt. Die beiden Distanzwinkel ergeben sich aus der Vorkippung χ und dem Öffnungswinkel des Beugungskegels $I^{\{hkl\}}$ wie folgt:

$$\psi_1 = \chi - \left(\frac{180 - 2\theta_1}{2} \right) \quad (4.2)$$

$$\psi_2 = \chi + \left(\frac{180 - 2\theta_2}{2} \right) \quad (4.3)$$

Werden die Linienlagen der registrierten Interferenzen $\overline{2\theta_{\varphi,\psi_1}}$ und $\overline{2\theta_{\varphi,\psi_2}}$ über $\sin^2 \psi$ aufgetragen, lässt sich anhand dieser zwei Messpunkte die Ausgleichsgerade bestimmen. Deren Steigung definiert nach dem $\sin^2\psi$ -Verfahren die Spannung σ_φ (vgl. Abb. 4.1 b).

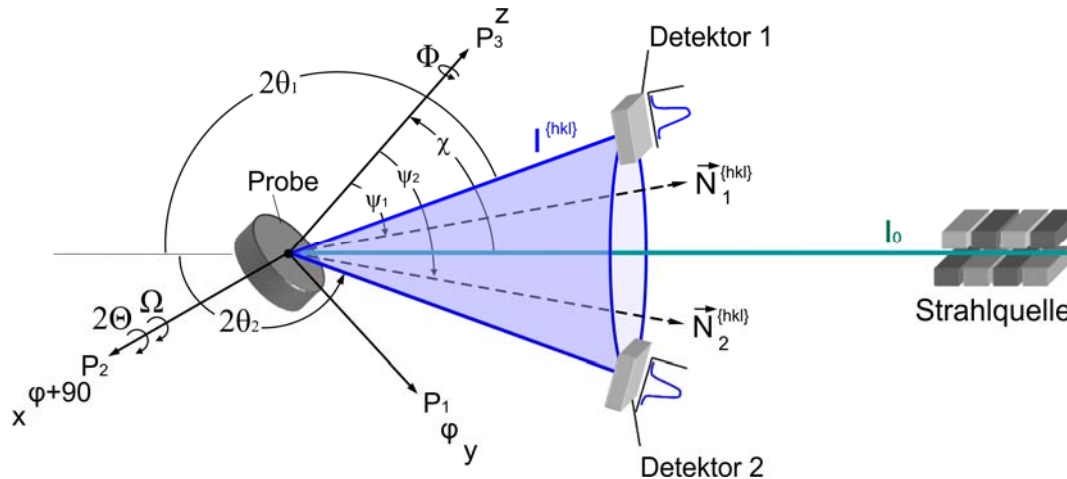


Abb. 4.2: Ortfeste Messanordnung zur Durchführung von zeitlich hoch aufgelösten röntgenographischen Spannungsanalysen unter Verwendung von zwei im Rückstrahlbereich symmetrisch zum Primär-Synchrotron-Röntgenstrahl positionierten schnell auslesbaren Liniendetektoren

Wird ohne Beschränkung der Allgemeingültigkeit angenommen, dass die Achsen der Proben- und der Laborkoordinatensysteme übereinstimmen, kann somit die Normalspannung σ_{11} der Spannung σ_φ gleichgesetzt werden. Werden mit einer gewählten Zeitauflösung t mehrere Interferenzlinienpaare nacheinander registriert, während die Probe und die Detektoren ortsfest bleiben, kann die Entwicklung der Normalspannung σ_{11} in Echtzeit beobachtet werden. Eine exemplarische zeitliche Abfolge der mit $t = 0,25$ s aufgenommenen Beugungsspektren der $\{322\}$ -Interferenzlinienpaare der α -Fe-Phase während der thermischen Beanspruchung einer Stahlplatte aus vergütetem 42CrMo4 ist in Abb. 4.3 gezeigt. Die dargestellte Verschiebung der Interferenzlinien lässt sich dabei als Überlagerung der thermischen und elastischen Dehnungen, die sich im Laufe der Materialbearbeitung aufbauen, interpretieren.

Zur Durchführung röntgenographischer In-situ-Analysen während des Laserrandschichthärtens wird der o.a. Aufbau durch eine Laserwärmequelle erweitert (vgl. [146]). Das Ergebnis dieses erweiterten Aufbaus wird in Abschnitt 4.2.2 vorgestellt.

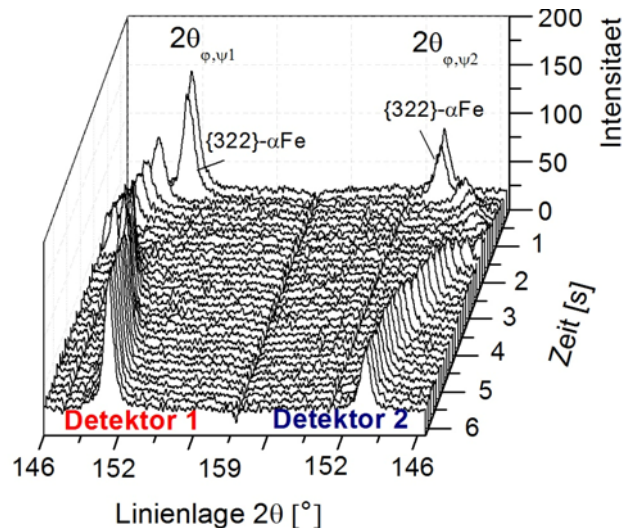


Abb. 4.3: Zeitliche Abfolge der {322}-Interferenzlinien der α -Fe-Phase, die durch Detektor 1 und Detektor 2 unter den Distanzwinkeln ψ_1 und ψ_2 und der Wellenlänge 0,11827 nm während der thermischen Beanspruchung von Stahlplatten aus 42CrMo4 am PDIFF-Strahlrohr der Synchrotronstrahlquelle ANKA mit einer zeitlichen Auflösung von 250 ms gleichzeitig aufgenommen wurden [147]

4.1.3 Auswertestrategie

Zur Bestimmung der zeitlichen Entwicklung der mechanischen Spannungen aus der in Abb. 4.3 gezeigten Verschiebung der Interferenzlinienpaare werden die in-situ aufgenommenen Beugungsdaten zunächst um die aus der RSA bekannten Zusammenhänge (Untergrund-, Polarisations-, Lorentz- und Absorptionskorrektur) sukzessive korrigiert. Aus der Verschiebung der Interferenzlinien werden dann die richtungsunabhängigen (z. B. thermischen) und elastischen Dehnungen voneinander separiert und berechnet. Die Bestimmung der mechanischen Spannungen erfolgt schließlich aus den ermittelten Dehnungsverteilungen über das verallgemeinerte Hooke'sche Gesetz.

Die Auswertestrategie wird im Folgenden für einen allgemeingültigen Fall, bei welchem der In-situ-Messansatz nur unter Verwendung von zwei Detektormodulen realisiert ist und die Laborkoordinaten φ bzw. $\varphi+90$ mit den Probenkoordinaten P_1 bzw. P_2 übereinstimmen, näher beschrieben.

Korrektur der Interferenzlinien

In einem ersten Schritt der Auswertung wird empfohlen, eine Normierung der aufgenommenen Beugungsspektren in Bezug auf den zum Belichtungszeitpunkt vorliegenden Ringstrom des Synchrotronspeicherrings durchzuführen. Da der Speicherring im Laufe seines Betriebs kontinuierlich Elektronen verliert, ist dieser Vorgang mit einer Abnahme der Intensität der Syn-

chrotronstrahlung verbunden. Um die Brillanz der Strahlung aufrechtzuerhalten, wird der Speicherring in regelmäßigen Zeitabständen aufgeladen. Der sogenannte Injektionsvorgang ist dementsprechend mit einer Intensitätserhöhung verbunden. Bedingt durch die o. a. Intensitätsabnahme zwischen zwei Injektionsvorgängen tritt eine Abnahme des Photonenflusses des Primärstrahls auf, die bei extrem kurzen Zählzeiten einen merklichen Einfluss auf die Zählstatistik hat, und mit dem vorliegenden Ringstrom des Speicherrings korreliert. Um eine bessere Vergleichbarkeit der Ergebnisse einer/mehrerer Messkampagnen hinsichtlich der Zählstatistik sicherzustellen, wird die o.a. Ringstromkorrektur vorgeschlagen. Weiterhin ist vor der Anwendung etlicher Korrekturen zu beachten, dass bei der Verwendung von Liniendetektoren die aufgenommenen, normierten Beugungsspektren in der Regel detektorspezifisch korrigiert werden sollen. Die detektorspezifische Korrektur für den im Rahmen der vorliegenden Arbeit verwendeten Detektor ist in Abschnitt 4.1.4 im Anschluss an die Beschreibung des Detektortyps und seiner Messeinstellungen beschrieben.

Die formulierte 2-Detektor-Messanordnung entspricht einer klassischen Anordnung zur röntgenographischen Spannungsanalyse in ω -Geometrie (vgl. [44]). Demnach werden der einfallende und der reflektierte Strahl geometriebedingt in unterschiedlichem Maß durch das Material absorbiert. Die unterschiedlich ausgeprägte Absorption beeinflusst die Verteilung der gebeugten Intensität und somit die Linienlagen der Interferenzlinien. Um eine fehlerhafte Linienlagenbestimmung zu vermeiden, werden die gebeugten Intensitäten I_0 um die Absorption (Absorptionsfaktor A) nach [148] wie folgt korrigiert:

$$I_A = \frac{I_0(2\theta)}{A(2\theta)} = I_0 \left(\frac{2\mu}{1 - \tan \psi \cot \theta} \right) \quad (4.4)$$

wobei μ (λ) der materialabhängige Absorptionskoeffizient ist (vgl. [149]). Werden die Gleichungen (4.2) und (4.3) in die Gleichung (4.4) eingesetzt, lässt sich die Korrektur für Detektor 1, $I_{A, \text{Det.1}}$ und Detektor 2, $I_{A, \text{Det.2}}$ durch die folgenden Beziehungen darstellen:

$$I_{A, \text{Det.1}} = I_{\text{Det.1}} \frac{2\mu}{1 - \tan \left[\chi - \left(\frac{180 - 2\theta_1}{2} \right) \right] \cot \left(\frac{2\theta_1}{2} \right)} \quad (4.5)$$

$$I_{A, \text{Det.2}} = I_{\text{Det.2}} \frac{2\mu}{1 - \tan \left[\chi + \left(\frac{180 - 2\theta_2}{2} \right) \right] \cot \left(\frac{2\theta_2}{2} \right)} \quad (4.6)$$

Im anschließenden Korrekturschritt wird das Niveau des Strahlungsuntergrunds durch ein Polynom (in der Regel erster Ordnung) angenommen, an den Ausläufern der Interferenzlinie angefügt und von der Gesamtintensität abgezogen. Eine Empfehlung zur Korrektur des Strahlunter-

grunds wird z. B. in [143] vorgeschlagen. Zuletzt werden die gemittelten Linienlagen $\overline{2\theta}_{\psi_1}$ und $\overline{2\theta}_{\psi_2}$ durch das Anpassen der korrigierten Interferenzlinien mittels einer mathematischen Funktion, z. B. die Pearson VII-, Pseudo-Voigt- oder Gauss-Funktion (vgl. dazu z. B. [45]), ermittelt.

Trennung der Dehnungsanteile

Zur Veranschaulichung der Vorgehensweise zur Trennung der thermischen und elastischen Dehnungen sind für eine exemplarische thermische Materialbeanspruchung die bestimmten Linienlagen $\overline{2\theta}_{\psi_1}$ und $\overline{2\theta}_{\psi_2}$ ausgewählter Prozesszeitpunkte bzw. -temperaturen über $\sin^2\psi$ in Abb. 4.4 a aufgetragen. Durch die beiden Messwerte $2\theta_1$ und $2\theta_2$ jeder Interferenzlinienpaarung i (mit $i=RT, 1, 2, \dots, n$) ist eine „Ausgleichsgerade“ gelegt. Aus der Abb. 4.4 a ist ersichtlich, dass eine Änderung der Temperatur sowohl eine vertikale Verschiebung als auch eine Änderung der Steigung der Ausgleichsgerade bewirken kann. Im Folgenden wird gezeigt, dass die vertikale Verschiebung auf eine Änderung des hydrostatischen Spannungszustands hinweist. Die Änderung der Steigung bedeutet eine Änderung des Spannungsdeviators bzw. der elastischen Dehnung.

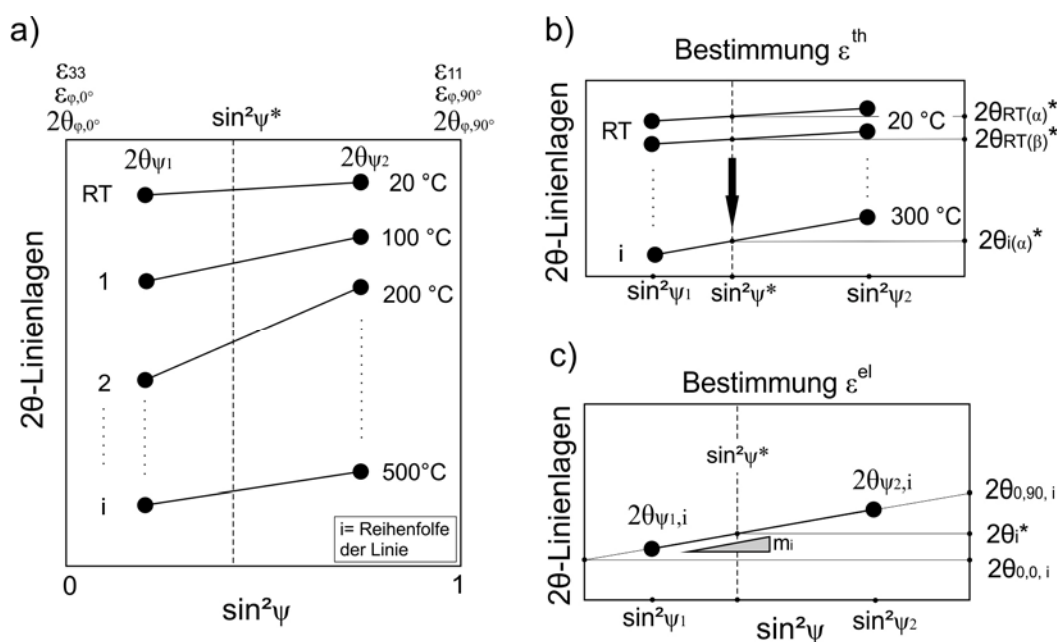


Abb. 4.4: Exemplarische temperaturlöste Verteilung der während einer thermischer Beanspruchung in Echtzeit aufgenommenen 2θ -Linienlagen über $\sin^2\psi$ (a). Schematische Darstellung der Vorgehensweise zur Berechnung der richtungsunabhängigen (b) und elastischen Dehnungen (c)

Um die in Abb. 4.4 a gezeigte Linienlagenverteilung durch Dehnungsverteilung auszudrücken, wird zunächst der dreiaxige Dehnungstensor ε_{ij} analog zur Gleichung (2.1) in einen richtungsunabhängigen (isotropen) und elastischen Dehnungsanteil aufgespalten:

$$\varepsilon_{ij} = \left(\varepsilon^{th} + \varepsilon^{umw} + \varepsilon^{chem} \right)_{isotrop} + \begin{bmatrix} \varepsilon_{11}^{el} & \varepsilon_{12}^{el} & \varepsilon_{13}^{el} \\ \varepsilon_{21}^{el} & \varepsilon_{22}^{el} & \varepsilon_{23}^{el} \\ \varepsilon_{31}^{el} & \varepsilon_{32}^{el} & \varepsilon_{33}^{el} \end{bmatrix} \quad (4.7)$$

a) *Bestimmung der richtungsunabhängigen Dehnungen*

Die richtungsunabhängigen Dehnungen sind in jeder beliebigen Richtung betragsmäßig gleich. Sie setzen sich aus der Summe der thermischen, der umwandlungsbedingten und der chemischen Dehnungen $\varepsilon^{th} + \varepsilon^{umw} + \varepsilon^{chem}$ zusammen.

Unter der Annahme, dass die Änderungen in der chemischen Zusammensetzung, z. B. infolge von Kohlenstoffdiffusionsprozessen während der thermischen Beanspruchung eines Vergütungsstahls, zu geringfügig sind, um eine signifikante Änderung im hydrostatischen Spannungszustand hervorzurufen ($\varepsilon^{chem} \approx 0$), lassen sich die phasenspezifischen thermischen Dehnungen durch die Änderung des dehnungsunabhängigen $2\theta^*$ -Wertes bestimmen. Der dehnungsunabhängige Wert $2\theta^{*\{hkl\}}$ ist der Netzebenenabstand $D^{*\{hkl\}}$, der entlang der dehnungsfreien Richtung ψ^* nach der Bragg'schen Gleichung (vgl. Gl. (2.4)) röntgenographisch messbar ist. Er ändert sich mit der Änderung des hydrostatischen Spannungszustands, u. a. bedingt durch eine thermische Ausdehnung des Kristallgitters. $D^{*\{hkl\}}$ bleibt jedoch von einer elastischen Gitterdehnung unabhängig. Die Änderung von $2\theta^*$ ist mit einer vertikalen Verschiebung der Ausgleichsgeraden verbunden (vgl. Abb. 4.4 b). Demnach berechnen sich die thermischen Dehnungen für die Phase α eines zweiphasigen Werkstoffs analog zur Gleichung (2.5):

$$\varepsilon_{\alpha}^{th} = -\frac{1}{2} \cot(\theta_{RT(\alpha)}^*) [2\theta_{i(\alpha)}^* - 2\theta_{RT(\alpha)}^*], \quad (4.8)$$

wobei $2\theta_{RT(\alpha)}^*$ der dehnungsunabhängige 2θ -Wert bei Raumtemperatur der Phase α und $2\theta_{i(\alpha)}^*$ der dehnungsunabhängige 2θ -Wert für das der Interferenzlinienpaar i der Phase α sind. Falls prozessbedingt die Bedingung $\varepsilon^{chem} \approx 0$ nicht als gültig angenommen werden darf, liefert Gleichung (4.11) immer die Summe aus den thermischen und den chemischen Dehnungen $\varepsilon^{th} + \varepsilon^{chem}$. Eine zeitliche Auflösung der chemisch bedingten Dehnungen lässt sich demzufolge nur während isothermer Prozesse erzielen.

Die Umwandlungsdehnung $\varepsilon_{\alpha \rightarrow \beta}^{umw}$ wird als die Dehnung bezeichnet, die durch die Umwandlung der Phase α in die Phase β eine Änderung im hydrostatischen Spannungszustand bewirkt. Sie lässt sich bei Raumtemperatur (z. B. am Ende einer Wärmebehandlung) durch die Subtraktion ($2\theta_{RT(\alpha)}^* - 2\theta_{RT(\beta)}^*$) der phasenspezifischen dehnungsfreien 2θ -Werte der Phasen α und β bei Raumtemperatur folgendermaßen bestimmen:

$$\varepsilon_{\alpha \rightarrow \beta}^{umw.} = -\frac{1}{2} \cot(\theta_{RT(\alpha)}^*) [2\theta_{RT(\beta)}^* - 2\theta_{RT(\alpha)}^*] \quad (4.9)$$

Nach Abb. 4.4 b kann der in den Gleichungen (4.8) und (4.9) verwendete phasenspezifische dehnungsfreie Parameter $2\theta_i^*$ für die Interferenzlinienpaarung i durch die Linienlage $2\theta_{\psi_{2,i}}$, $\sin^2\psi_2$ und $\sin^2\psi^*$ über die Steigung der Ausgleichsgeraden m ermittelt werden:

$$\frac{2\theta_{\psi_{2,i}} - 2\theta_i^*}{\sin^2\psi_2 - \sin^2\psi^*} = \frac{\partial \theta_{\psi_i}}{\partial \sin^2\psi_i} \Leftrightarrow 2\theta_i^* = 2\theta_{\psi_{2,i}} - m (\sin^2\psi_2 - \sin^2\psi^*), \quad (4.10)$$

wobei $\sin^2\psi^*$ die dehnungsfreie Richtung ausdrückt, entlang der sich keine elastischen Dehnungen aufbauen. Für den Fall eines zweiachsigen, rotationssymmetrischen Spannungszustands ($\sigma_{11} = \sigma_{22}$) kann $\sin^2\psi^*$ nach [18] folgenderweise bestimmt werden:

$$\sin^2\psi^* = \frac{-2s_1}{1/2s_2} \quad (4.11)$$

Falls $\sigma_{11} \neq \sigma_{22}$, lässt sich $\sin^2\psi^*$ für den Azimut $\varphi = 0^\circ$ bzw. $\varphi = 90^\circ$ wie folgt berechnen [18]:

$$\sin^2\psi_{\varphi=0^\circ}^* = \frac{-s_1}{1/2s_2} \left[1 + \frac{\overline{\sigma_{22}}}{\overline{\sigma_{11}}} \right] \Leftrightarrow \sin^2\psi^* = \frac{-s_1}{1/2s_2} \left[1 + \frac{m_{\varphi=90^\circ}}{m_{\varphi=0^\circ}} \right] \quad (4.12)$$

bzw.

$$\sin^2\psi_{\varphi=90^\circ}^* = \frac{-s_1}{1/2s_2} \left[1 + \frac{\overline{\sigma_{11}}}{\overline{\sigma_{22}}} \right] \Leftrightarrow \sin^2\psi^* = \frac{-s_1}{1/2s_2} \left[1 + \frac{m_{\varphi=0^\circ}}{m_{\varphi=90^\circ}} \right] \quad (4.13)$$

wobei s_1 und $1/2s_2$ die REK sind (vgl. 2.1.2.1). s_1 und $1/2s_2$ sind abhängig von der Prozesstemperatur und bewirken daher auch eine Temperaturabhängigkeit der dehnungsfreien Richtung ψ^* . Bei bekannter Temperaturverteilung können die REK berechnet oder experimentell bestimmt werden (vgl. Abschnitt 2.1.2.1). Für die röntgenographischen Untersuchungen im Rahmen dieser Arbeit wurde allerdings die Annahme getroffen, dass die REK und die makroskopischen Elastizitätskonstanten der gleichen Temperaturabhängigkeit aufweisen. Diese Temperaturabhängigkeit wurde aus den experimentell ermittelten makroskopischen elastischen Konstanten des Versuchswerkstoffes, aufgelistet in [157], abgeleitet und auf die REK aus [44] angewendet.

b) Bestimmung der elastischen Dehnungen

Gemäß der in Abb. 4.2 dargestellten Mess- und Koordinatensystemanordnung lassen sich die Komponenten des Dehnungstensors $\varepsilon_{11}^{el.}$ und $\varepsilon_{33}^{el.}$ nach der Gleichung (2.5) wie folgt ermitteln:

$$\varepsilon_{0,90}^G = \varepsilon_{11}^{el.} = -1/2 \cot \theta_i^* [2\theta_{0,90,i} - 2\theta_i^*] \quad (4.14)$$

$$\varepsilon_{0,0}^G = \varepsilon_{33}^{el.} = -1/2 \cot \theta_i^* [2\theta_{0,0,i} - 2\theta_i^*] \quad (4.15)$$

Für die Bestimmung der Komponente ε_{11} , die entlang der Richtung $\varphi = 0^\circ$, $\psi = 90^\circ$ auf der Probenoberfläche vorliegt (vgl. Abb. 4.1 und Abb. 4.2), wird die Ausgleichsgerade aus Abb. 4.4 c auf $\sin^2\psi = 1$ extrapoliert und der Netzebenenabstand $D_{0,90,i}^{\{hkl\}}$ bzw. $2\theta_{0,90,i}$ für die entsprechende Interferenzlinie i berechnet. Für die Ermittlung der Dehnungskomponente ε_{33} der Interferenzpaarung i , die entlang der Probenoberflächennormale P_3 wirkt, wird die Ausgleichsgerade auf $\psi = 0^\circ$ extrapoliert (vgl. Abb. 4.4 c). Die beiden Beziehungen lauten wie folgt:

$$\frac{2\theta_{0,90,i} - 2\theta_{0,\psi_2}}{1 - \sin^2\psi_2} = \frac{\partial \theta_{\psi_i}}{\partial \sin^2\psi_i} \quad (4.16)$$

$$\frac{2\theta_{0,\psi_1} - 2\theta_{0,0,i}}{\sin^2\psi_1^*} = \frac{\partial \theta_{\psi_i}}{\partial \sin^2\psi_i} \quad (4.17)$$

Die Gleichungen (4.16) und (4.17) werden nach $2\theta_{0,90,i}$ bzw. $2\theta_{0,0,i}$ aufgelöst und in die Gleichung (4.14) bzw. (4.15) eingesetzt. Für den $2\theta_i^*$ -Wert wird die Beziehung aus Gleichung (4.10) verwendet. Anhand der Gleichungen (4.14) und (4.15) können die beiden elastischen Dehnungskomponenten $\varepsilon_{11}^{el.}$ und $\varepsilon_{33}^{el.}$ für alle aufgezeichneten Interferenzlinienpaare sukzessiv berechnet und somit auch die zeitlichen Verteilungen der elastischen Dehnungen während eines exemplarischen Materialbearbeitungsprozesses dargestellt werden.

Die Bestimmung der dritten Dehnungskomponente $\varepsilon_{22}^{el.}$ erfolgt durch einen zweiten, separaten In-situ-Versuch, indem die Drehachse Φ um 90° gedreht wird, Beugungsdaten unter dem neuen Azimutwinkel aufgenommen werden und die o. a. Auswerteprozedur unter den Annahmen eines schubspannungs- und gradientfreien oberflächenparallelen Spannungszustands erneut angewendet wird.

Bestimmung der mechanischen Spannungen

Die elastischen Dehnungskomponenten $\varepsilon_{11}^{el.}$, $\varepsilon_{22}^{el.}$ und $\varepsilon_{33}^{el.}$ stehen nach der Grundgleichung der RSA (2.6) in folgendem Zusammenhang mit den Hauptnormalspannungen σ_{11} und σ_{22}

$$\varepsilon_{0,90}^{el.} = \varepsilon_{11}^{el.} = 1/2 s_2 \sigma_1 + s_1 (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (4.18)$$

$$\varepsilon_{0,0}^{el.} = \varepsilon_{33}^{el.} = s_1 (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (4.19)$$

$$\varepsilon_{90,90}^{el.} = \varepsilon_{22}^{el.} = 1/2 s_2 \sigma_2 + s_1 (\sigma_1 + \sigma_2) \quad (4.20)$$

Die Lösung des Gleichungssystems aus (4.22) und (4.23) liefert die Beziehung zwischen den elastischen Dehnungen $\varepsilon_{11,i}^{\text{el}}$ und $\varepsilon_{33,i}^{\text{el}}$ und der deviatorischen Spannungskomponente $\sigma_{1,i}$ für das Interferenzlinienpaar i :

$$\sigma_{1,i} = \frac{\varepsilon_{11,i}^{\text{el}} - \varepsilon_{33,i}^{\text{el}}}{1/2s_2} \quad (4.21)$$

Werden die beiden Dehnungskomponenten $\varepsilon_{11}^{\text{el}}$ bzw. $\varepsilon_{33}^{\text{el}}$ durch die Beziehungen (4.17), (4.19), (4.14) und (4.13) bzw. (4.18), (4.20), (4.14) und (4.13) in Gleichung (4.24) ausgedrückt, kann die deviatorische Hauptnormalspannungskomponente σ_1 ausschließlich als Funktion der beiden Messgrößen $\overline{2\theta_{\psi 1,i}}$ und $\overline{2\theta_{\psi 2,i}}$ (vgl. Abb. 4.4 c) dargestellt werden:

$$\sigma_{1,i} = -1/2 \cot \theta_i^* \left[\frac{2\theta_{\psi 2,i} - 2\theta_{\psi 1,i}}{\sin^2 \psi_2 - \sin^2 \psi_1} \right] \frac{1}{1/2s_2} = m_i \frac{1}{1/2s_2} \quad (4.22)$$

Die Gleichung (4.25) zeigt somit, dass für die betrachtete 2-Detektor-Messanordnung die deviatorischen Spannungen durch die Steigung m_i der Ausgleichsgerade aus Abb. 4.4 c bestimmt werden können. Dieser direkter Lösungsweg setzt im Gegensatz zu Gleichung (Abb. 4.24) die o. a. separate Berechnung der elastischen Dehnung $\varepsilon_{11}^{\text{el}}$ und $\varepsilon_{33}^{\text{el}}$ nicht voraus. Würde man nach einer dieser zwei Beziehungen die mechanischen Spannungen für alle zeitaufgelöst aufgenommenen Interferenzlinien in einer Versuchsreihe bestimmen, ließe sich die zeitlichen Entwicklung der Spannung in Echtzeit darstellen.

Fehlerabschätzung

Bei der Durchführung einer röntgenographischen Spannungsanalyse kann eine Reihe von Fehlerquellen zu statistischen und systematischen Unsicherheiten im Messergebnis führen. Statistische Messfehler resultieren vor allem aus der sogenannten Zähl- und Gefügestatistik. Im ersten Fall tragen statistische Unsicherheiten der gezählten Impulse zu statistischen Fehlern bei der Bestimmung der 2θ -Interferenzlinienlagen bei. Die letzten führen nach der Theorie der Fehlerfortpflanzungsrechnung zu einer statistisch bedingten Streuung des Endergebnisses der RSA. Um die Güte der durch den bereitgestellten 2-Detektor-Messansatz erzielten Ergebnisse beurteilen zu können, wird im Folgenden ein Vorschlag für eine Abschätzung des Fehlers gemacht, der auf der Zählstatistik der einzelnen Interferenzlinien beruht.

Für die Bestimmung der Spannung nach dem klassischen $\sin^2\psi$ -Verfahren wird die Steigung der Ausgleichsgeraden m über n gemessene Wertepaare (2θ -Linienlagen) geschätzt, wobei mit $n > 7$ in der Regel gerechnet werden soll (vgl. [143]). Durch das übliche Verfahren der linearen Regression über die Minimierung der Fehlerquadratsumme werden ein Schätzwert \bar{m} sowie die

quadratischen Abweichungen zur Ausgleichsgerade jedes Messwertes n ermittelt. Durch Fehlerfortpflanzung werden daraus der statistische Steigungsfehler Δm und der Vertrauensbereich der Spannung $\pm \Delta \sigma$ abgeschätzt (vgl. z. B. [45] oder [143]).

Zur Spannungsermittlung nach dem hier vorgeschlagenen Verfahren wird allerdings die Ausgleichsgerade durch lediglich zwei Messpunkte bestimmt (vgl. Abb. 4.4). Demzufolge ergibt sich der statistische Fehler der Steigung nach der Minimierung der Fehlerquadrate zu $\Delta m = 0$. Um dennoch eine annähernd belastbare Abschätzung des auftretenden Spannungsfehlers vornehmen zu können, wird im Folgenden allein der statistische Fehler $\Delta 2\theta$ aus der Interferenzlinienanpassung in die Fehlerrechnung herangezogen.

In Abb. 4.5 ist die Vorgehensweise zu dieser Fehlerabschätzung schematisch dargestellt. Die Ausgleichsgerade ist durch die Messwerte $2\theta_1$ und $2\theta_2$ gelegt. Die Fehlerindikatoren jedes Messwertes sind horizontal und vertikal ebenfalls gezeigt. Die vertikalen Fehlerbalken ergeben sich aus dem statistisch bedingten Fit-Fehler der Interferenzlinienlagen $\Delta 2\theta_1$ und $\Delta 2\theta_2$. Da nach Gleichung (4.2) und (4.3) die beiden Messrichtungen ψ_1 und ψ_2 als Funktion der gemessenen 2θ -Linienlagen dargestellt sind, bewirkt die $\Delta 2\theta$ -Streuung eine statistische Unsicherheit $\Delta \psi_i$ in ψ_1 und ψ_2 . $\Delta \psi_i$ ist als horizontaler, heller Fehlerbalken in Abb. 4.5 a gezeichnet.

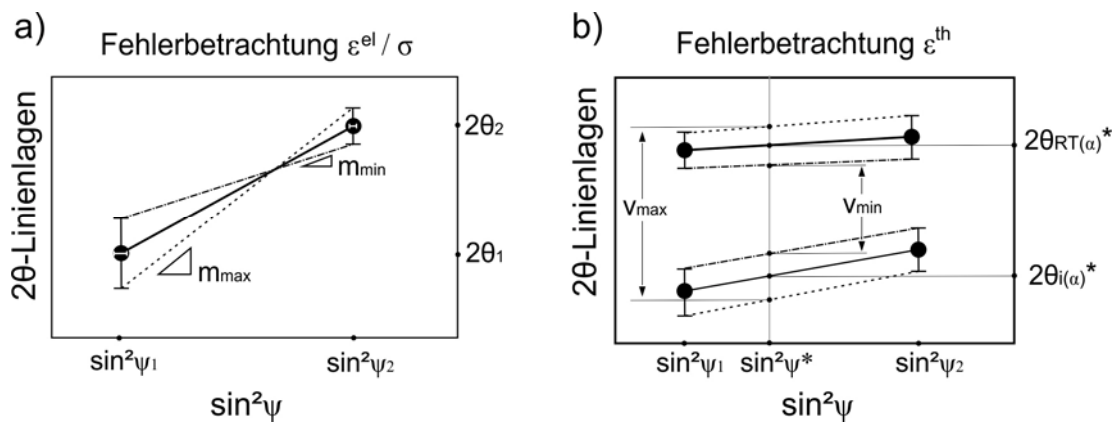


Abb. 4.5: Schematische Darstellung zur Abschätzung des statistischen Fehlers bei der Berechnung der elastischen Dehnung bzw. der deviatorischen Spannung (a) und der thermischen Dehnung nach dem 2-Detektor-Messansatz

Bei einem Standardfehler $\Delta 2\theta$ von $0,025^\circ$, was ein unüblich hoher Streuwert für die unter Einsatz von paralleler Synchrotronstrahlung aufgenommenen und daraus in der Regel schmälere Interferenzlinien, streuen die beiden Distanzwinkel um etwa $0,008^\circ$. Aufgrund des Sinusquadrats resultiert daraus eine wesentlich kleinere Unsicherheit im Vergleich zu $\Delta 2\theta$ -Fehlern. Demzufolge wird der Fehler $\Delta \sin^2\psi$ ($\Delta 2\theta$) in der nachfolgenden Fehlerberechnung nicht berücksichtigt.

Für die Abschätzung der statistischen Fehler der elastischen Dehnung bzw. der deviatorischen Spannung werden unter Berücksichtigung der 2θ -Fehlerbalken die maximale und die minimale Steigung der Ausgleichsgerade m_{\max} und m_{\min} geschätzt (vgl. Abb. 4.5 a). Daraus wird der Steigungsfehler Δm wie folgt berechnet:

$$\Delta m = \pm \left| \frac{m_{\max} - m_{\min}}{2} \right| \quad (4.23)$$

Der Fehler der Spannung $\Delta \sigma$ wird nun unter der Berücksichtigung der Gleichungen (4.22) und (4.26) durch die folgende Beziehung abgeschätzt:

$$\Delta \sigma = -1/2 \cot \theta_i^* \Delta m \frac{1}{1/2s_2} = -1/2 \cot \theta_i^* (2\Delta 2\theta_1 + 2\Delta 2\theta_2) \frac{1}{\sin^2 \psi_2 - \sin^2 \psi_1} \frac{1}{1/2s_2}, \quad (4.24)$$

wobei aufgrund der nicht signifikanten Unsicherheit von $\cot \theta_i^*$ auf eine Fehlerfortpflanzung durch $\Delta \theta_i^*$ verzichtet wird. Das Ergebnis aus der Gleichung (4.27) wird schließlich als Fehlerbalken dem entsprechenden Spannungswert zugeordnet. Analog zu dieser Vorgehensweise wird aus der maximalen und der minimalen Verschiebung der Ausgleichsgerade v_{\min} und v_{\max} (vgl. dazu Abb. 4.5) der Standardfehler der vertikalen Verschiebung der Ausgleichsgerade v bestimmt:

$$\Delta v = \pm \left| \frac{v_{\max} - v_{\min}}{2} \right| \quad (4.25)$$

Daraus wird auf der Basis der Gleichung (4.8) der statistische Fehler für die thermische Dehnung wie folgt abgeschätzt:

$$\Delta \varepsilon_{\alpha}^{th} = \left(-\frac{1}{2} \cot \theta_{RT(\alpha)}^* \right) \Delta v = \left(-\frac{1}{2} \cot \theta_{RT(\alpha)}^* \right) \left[2\Delta 2\theta_2 - (2\Delta 2\theta_1 + 2\Delta 2\theta_2) \left(\frac{\sin^2 \psi_2 - \sin^2 \psi^*}{\sin^2 \psi_2 - \sin^2 \psi_1} \right) \right] \quad (4.26)$$

Die o. a. Fehlerbehandlung ist nur unter Voraussetzung des Vorliegens einer linearen 2θ - $\sin^2 \psi$ -Verteilung anzuwenden. Sie wird zur Abschätzung des Fehlers der Dehnungs- bzw. Spannungskenngrößen angewendet, die während schnell ablaufender Prozesse unter Einsatz des 2-Detektor-Messansatzes bestimmt werden. Zur Beurteilung der Fähigkeit des In-situ-Messansatzes korrekte Dehnungs- bzw. Spannungsverteilungen in Echtzeit zu ermitteln, wird im nächsten Kapitel auf die Validierung der Methode eingegangen.

4.1.4 Validierung der Mess- und Auswertestrategie

Zur Validierung der aufgestellten Mess- und Auswertestrategie wurden Röntgen-Beugungsexperimente anhand von Proben mit bekannten Randschichteigenschaften durchgeführt. Zur Versuchsrealisierung wurde der 2-Detektor-Messansatz an der Biegemagnet-Beamline PDIFF an der Synchrotronstrahlquelle ANKA in Karlsruhe aufgebaut.

Das PDIFF-Strahlrohr wird im niederenergetischen Wellenlängenbereich von 6 keV bis zu etwa 21 keV betrieben. Die Strahlquelle liefert nach der Monochromatisierung einen maximalen Photonenfluss von ca. 2×10^{10} Ph/(s/mm²), wobei das Maximum im Bereich von etwa 10 keV auftritt. Die Wellenlänge der Strahlung wird unter Verwendung eines {111}-Si Doppelkristall-Monochromators eingestellt [150]. Für die nachfolgenden Validierungsstudien wurde eine Wellenlänge λ von 1,1827 Å (10,483 keV) gewählt. Dabei wurde in erster Linie die Gewährleistung eines maximalen Photonenflusses angestrebt. Zudem war für die Wahl die Tatsache ausschlaggebend, dass hinreichend interessante Interferenzlinien der unterschiedlichen Phasen, u. a. der α -Fe- und der γ -Fe-Phase, im 2 θ -Rückstrahlbereich von den beiden ortsfesten Liniendetektoren registriert werden können. Darüber hinaus konnte anhand der eingestellten Wellenlänge eine zu der Eindringtiefe der Röntgenstrahlung aus der konventionellen Röntgenröhre in etwa vergleichbare mittlere Eindringtiefe erzielt werden. Damit war ein Abgleich der Ergebnisse des In-situ-Verfahrens mit denen der konventionellen RSA nach der $\sin^2\psi$ -Methode in Bezug auf die Informationstiefe τ zulässig.

Zwei Liniendetektormodule vom Typ „Mythen 1K“ und die Software „Mythen II“ der Firma Dectris Ltd. wurden zur Erfassung der Beugungsinterferenzen eingesetzt. Die gebeugte Strahlintensität wurde im Rückstrahlbereich durch jeweils 1280 nebeneinander angeordnete Silizium-Streifenhalbleitersensoren mit den Abmessungen von jeweils $0,05 \times 8 \times 0,3$ mm³ (Gesamtfläche des sensitiven Bereichs des Detektors von ca. 64×8 mm²) registriert [151, 152]. Die Signalverarbeitung übernahm eine „MCS6“-Kontrolleinheit, die das Signal aus bis zu 6 Detektormodulen auslesen kann. Die Auslesezeit pro Detektormodul beträgt nominell 250 μ s. Begrenzt durch den Datentransfer zum Steuerrechner können Beugungsexperimente mit einer zeitlichen Auflösung von maximal 900 Hz durchgeführt werden [153].

Das In-situ-Heizkammer-Experiment: Bestimmung der thermischen Dehnung

In einem ersten Schritt der Validierungsstudien wurden Proben aus dem Versuchswerkstoff 42CrMo4 (vgl. Kap. 3.1.1 bzw. Kap. 3.3.1) mit den Abmessungen $\varnothing 15 \times 0,4$ mm² mit Hilfe eines Heizmoduls vom Typ „DHS 1100“ der Firma Anton Paar GmbH thermisch beansprucht. Die Heizkammer wurde an dem κ -Diffraktometer des PDIFF-Experiments montiert. Die Stahlproben wurden mit Erwärmungs- und Abkühlraten von ca. 500 K/min bis etwa 300 °C unter Schutzgasatmosphäre aufgeheizt und anschließend auf Raumtemperatur abgekühlt. Simultan dazu wurden

Interferenzlinien der Ferrit-Phase mit einer zeitlichen Auflösung von 1 s registriert. Abb. 4.6 stellt den Versuchsaufbau dar. Mit Hilfe dieser Vorversuche sollte die prinzipielle Eignung des Versuchsaufbaus für die Anwendung auf Wärmebehandlungen des Vergütungsstahls 42CrMo4 untersucht werden. Zudem sollte die Strategie der Auswertung der Röntgeninterferenzlinien für einen definierten Wärmebehandlungszyklus überprüft werden.

Die Intensität der Beugungsspektren wurde zunächst nach dem zum Experimentzeitpunkt vorliegenden Ringstrom normiert. Anschließend wurden die Beugungsdaten anhand einer Flat-Field-Korrektur (Intensitätskorrektur der Liniendetektoren bei „flacher“ Ausleuchtung mittels eines amorphen Materials. Im vorliegenden Fall wurde eine Glasplatte für die Erzeugung eines homogenen Streuuntergrunds verwendet) angepasst, sodass der Einfluss der unterschiedlichen Effizienzen der einzelnen Detektorkanäle auf die registrierten Beugungsintensitäten korrigiert wird. Zu diesem Zweck wurde die Intensitätsverteilung des amorphen Glases aufgenommen. Die durch Kanal i gebeugte Intensität I_i wurde wie folgt korrigiert:

$$I_{ff_i} = I_i \left(\frac{F}{f_i} \right), \quad (4.27)$$

wobei f_i die Intensität des Glases für den Detektorkanal i und F der Mittelwert aus den f_i -Intensitäten aller 1280 Kanäle.

Die Zuordnung jedes Detektorkanals zu einem 2θ -Winkel erfolgte durch Detektorkalibrierung mit Hilfe einer präparierten Tablette aus einem Si- und LaB_6 -Pulvergemisch. Für die Bestimmung der 2θ -Linienlagen sowie für die Separierung der thermischen und der elastischen Dehnungen wurde die in Abschnitt 4.1.3 erarbeitete Auswertestrategie angewendet.

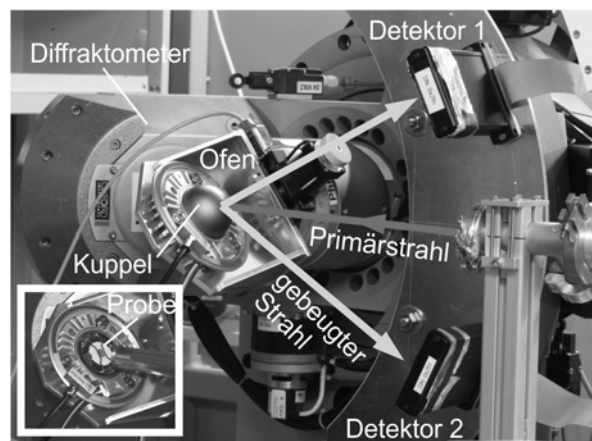


Abb. 4.6: Experimenteller Aufbau für In-situ-Beugungsanalysen während der thermischen Beanspruchung von polykristallinen Werkstoffen unter Einsatz des 2-Detektor-Messansatzes und eines Heizmoduls vom Typ DHS 1100 an PDIFF@ANKA (unten links – Heizmodul ohne Schutzkuppel) [147]

Da die dünnen Stahlplättchen während der Wärmebehandlung annähernd temperaturgradientenfrei aufgeheizt wurden, wurde bei der zeitlichen Entwicklung der elastischen Dehnungen keine Änderung festgestellt. Die thermische Dehnung wurde berechnet, über die gemessene Temperatur aufgetragen und linear angepasst. Das Ergebnis ist in Abb. 4.7 dargestellt. Aus der Steigung der Ausgleichsgeraden wurde der thermische Ausdehnungskoeffizient $\alpha_{\text{Ferrit}}^{\text{th}}$ bestimmt. Dieser Wert wurde dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten der gleichen Werkstoffcharge, der am Dilatometer ermittelt wurde [99], gegenübergestellt. Die Ergebnisse beider Verfahren zeigen über den Temperaturbereich von Raumtemperatur bis etwa 300 °C eine gute Übereinstimmung.

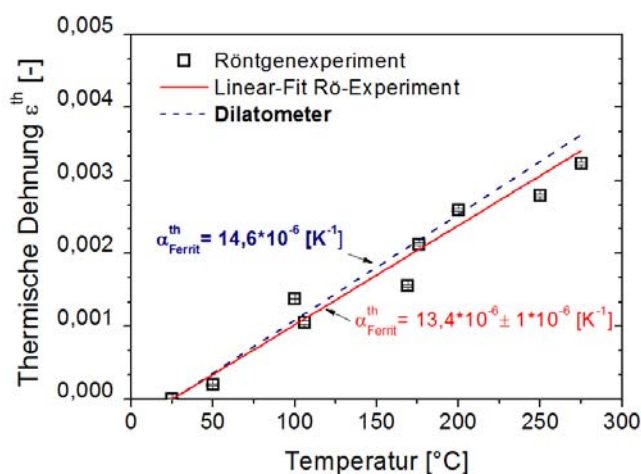


Abb. 4.7: Verteilung der thermischen Dehnung über die Prozesstemperatur für eine definiert wärmebehandelte Probe aus vergütetem Stahl 42CrMo4; In-situ-Heiz-Kammer-Versuche am Experiment PDIFF@ANKA unter Anwendung des 2-Detektor-Messansatzes und des Heizmoduls DHS 1100 [147]

Eigenstressanalysen an kugelgestrahlten Versuchsproben

In einem zweiten Versuch wurden Eigenstressanalysen an der Oberfläche einer definiert kugelgestrahlten Probe aus dem vergüteten Stahl 42CrMo4 durchgeführt. Die Probe ist vorab im Rahmen eines Round-Robin-Tests (ENSPED-Projekt) durch 12 unabhängige Partner charakterisiert worden. Der Mittelwert der Oberflächeneigenstressung wurde dabei auf -599 MPa bei einer Standardabweichung von ± 80 MPa berechnet [154]. Das Ziel dieser zweiten Versuchsreihe bestand darin, die entwickelte Strategie zur (Eigen-)Spannungsauswertung für in-situ aufgenommene Beugungsdaten zu prüfen, indem ein Abgleich, diesmal mit bekannten Eigenstresszuständen, vollzogen wird.

Zu diesem Zweck wurden zunächst Interferenzlinienpaare unter Anwendung des vorgeschlagenen 2-Detektor-Messaufbaus erfasst. Die Zählzeit betrug dabei wiederum 1 s. Die simultan aufgenommenen 2θ - $\sin^2\psi$ -Verteilungen sind in Abb. A1 im Anhang für acht unterschiedliche

Probenvorkippungen χ , die im Bereich von $\pm 50^\circ$ variiert wurden, gezeigt. Die oberflächenparallelen Eigenspannungen σ_ϕ^{ES} wurden nach dem vorgeschlagenen Auswerteverfahren berechnet und das Ergebnis für jede einzelne Vorkippung in der Tab. 4.1 aufgeführt.

In einem zweiten Teil des gleichen Versuchs wurde das klassische $\sin^2\psi$ -Verfahren angewendet. Die Messung und die Auswertung wurden unter Berücksichtigung der Empfehlungen in [143] durchgeführt. Die Probe wurde dabei sukzessiv unter neun Distanzwinkeln ψ verkippt, so dass sich neun unterschiedliche Orientierungen des Streuvektors unter einem konstanten Azimut ergaben. Zu jeder Streuvektororientierung wurde jeweils eine Interferenzerscheinung, zunächst unter der Nutzung des Detektors 1, registriert. Das gleiche Mess-Prozedere wurde anschließend mit dem Detektor 2 wiederholt in Abb. A1 im Anhang zeigt exemplarisch die Linienlagenverteilung über $\sin^2\psi$ für die Messreihe, die unter Verwendung des Detektors 1 stattfand. In Tab. 4.1 (unten) sind der Distanzwinkelbereich sowie die berechnete Oberflächeneigenspannung σ_{11}^{ES} für jede der beiden Messreihen (Detektoren) dargestellt.

Tab. 4.1: Vergleich zwischen den Ergebnissen des klassischen $\sin^2\psi$ -Verfahrens und des 2-Detektor-Messansatzes für die Oberflächeneigenspannung kugelgestrahlter Proben aus dem Stahl 42CrMo4

Ortsfester 2-Detektor-Messansatz (in-situ)						
Vorkippung χ [°]	Detektor 1		Detektor 2		Eigenspannung σ_ϕ^{ES} [MPa]	STA [MPa]
	$2\theta_1$ [°]	Distanzwinkel ψ_1 [°]	$2\theta_2$ [°]	Distanzwinkel ψ_2 [°]		
50	150,589	35,29	151,173	64,4	-529	-5
40	150,426	25,2	151,086	54,5	-598	-4
30	150,214	15,1	150,847	44,6	-638	-6
20	150,175	5,1	150,597	34,7	-580	-3
-20	150,589	-34,7	150,108	-5,1	-662	-5
-30	150,737	-44,6	150,089	-15	-660	-5
-40	151,100	-54,5	150,348	-25,2	-628	-6
-50	151,302	-64,4	150,549	-35,3	-684	-3

Konventionelles $\sin^2\psi$-Verfahren unter Verkipfung des Streuvektors (ex-situ)				
Detektor 1	-35,3° < ψ < 64,4° (9 Distanzwinkel)		-597	-12
Detektor 2	-64,4° < ψ < 35,3° (9 Distanzwinkel)		-618	-15

Die Ergebnisse beider Messverfahren zeigen untereinander eine gute Übereinstimmung. Dies lässt sich sowohl anhand der in Abb. A1 (vgl. Anhang) dargestellten 2θ - $\sin^2\psi$ -Verteilungen als auch anhand der in Tab. 4.1 aufgelisteten Eigenspannungswerte feststellen. Die Eigenspannungen, die nach dem $\sin^2\psi$ -Verfahren unter der Verwendung von „Detektor 1“ bzw. von „Detektors 2“ bestimmt wurden, betragen -597 MPa bzw. -618 MPa. Der 2-Detektor-Messansatz zeigt gegenüber diesen Werten eine maximale Abweichung von etwa 14 %. Diese Abweichung ist allerdings bei den Vorkippwinkeln $\chi \pm 50^\circ$, die in Distanzwinkeln größer als $\pm 64^\circ$ und schlechtere Statistik resultieren, zu beobachten. Bei den Spannungsmessungen im χ -Bereich von -40° bis

40° liegt die Abweichung bei maximal 10 %. Insgesamt bestätigen die o.a. Ergebnisse den im Rahmen des Round-Robin-Tests bestimmten Eigenspannungswert von -599 MPa.

Die Streubreite der nach dem 2-Detektor-Messansatz erzielten Ergebnisse beträgt etwa ± 80 MPa. Sie liegt somit im Bereich der Standardabweichung des Round-Robin-Tests.

Aus den Ergebnissen der Validierungsstudien lassen sich zusammenfassend folgende Aussagen ableiten:

- Der bereitgestellte Messansatz kann bei schnellen Wärmebehandlungsprozesse für zeitlich hoch aufgelöste Beugungsanalysen angewendet werden.
- Die Auswertestrategie lässt eine getrennte Berechnung der richtungsunabhängigen (thermischen) Dehnungen und der elastischen Dehnungen und daher der Spannungen während der thermischen Materialprozessierung zu.
- So berechnete thermische Dehnungen sind mit den am Dilatometer ermittelten thermischen Dehnungen für definierte Wärmebehandlungen bis ca. 300 °C annähernd vergleichbar. Die Abweichung zwischen den berechneten thermischen Ausdehnungskoeffizienten aus den experimentellen Befunden beider Messverfahren liegt zwar bei etwa $0,9 \cdot 10^{-6} \text{ [K}^{-1}\text{]}$, allerdings innerhalb des statistischen Fehlers von $1,1 \cdot 10^{-6} \text{ [K}^{-1}\text{]}$ des In-situ-Beugungsexperimentes. Angesichts dieser prinzipiellen Eignung der Auswertung und des linearen Charakters des thermischen Ausdehnungskoeffizienten wird bei höheren Temperaturen als 300 °C ebenfalls eine korrekte Bestimmung erwartet.
- Die anhand des 2-Detektor-Messansatzes berechneten elastischen Dehnungen bzw. Eigenspannungen für das Beispiel einer kugelgestrahlten Probe derselben Versuchswerkstoff wie der Werkstoff für die Laserhärteexperimente sind den Ergebnissen der konventionellen $\sin^2\psi$ -Methode nahezu gleich. Nennenswerte Abweichungen von bis zu 15 % treten bei zu kleinen ($\chi < 20^\circ$) bzw. zu großen ($\chi < 50^\circ$) Probenvorkippungen χ auf. Nach Abb. A1 (vgl. Anhang) bzw. den Gleichungen (4.3) und (4.2) führen die zu geringen Probenvorkippungen zu einer Variation der beiden Distanzwinkel ψ_1 bzw. ψ_2 in einem engen Bereich über $\sin^2\psi$. Daher resultieren geringste statistische Abweichungen in größeren Abweichungen der Steigung der Ausgleichsgerade. Bei zu großen Probenvorkippungen ($\chi < 50^\circ$) wird die Probe fast unter streifendem Einfall vom Primärstrahl belichtet. Dies kann als eine mögliche Ursache für die festgestellte Abweichung bezeichnet werden. Im Sinne optimaler Auswertebedingungen sind beim Einsatz des In-situ-Messverfahrens Probenvorkippungen im Bereich von 30° bis 45° empfohlen. Mit abnehmender Belichtungszeit wird allerdings eine Zunahme des statistischen Messfehlers oberhalb der ermittelten 10 % erwartet.

- Für den vergüteten Zustand des Stahls 42CrMo4 sind bei Messzeiten von 250 ms (4 Hz) je Aufnahme gut auswertbare Beugungsspektren registriert (vgl. Abb. 4.3 bzw. [147]). Allerdings muss bei Messungen an martensitisch umgewandelten Randschichten mit weiteren Intensitätsverlusten infolge der Verbreiterung der Interferenzlinien (vgl. Kap. 2.1.2.1) gerechnet werden.

Den o. a. Befunden nach kann die bereitgestellte Mess- und Auswertestrategie nach entsprechender technischer Anpassung zur Durchführung von In-situ-Spannungsanalysen während der Laserhärte-wärmebehandlung umgesetzt werden. Beim Aufbau des Experiments an einer Synchrotron-Beamline, die über einen um mindestens eine Größenordnung höheren nominellen Photonenfluss als die PDIFF-Beamline verfügt, kann selbst für Messzeiten von lediglich 0,1 s (10 Hz) eine ausreichende Messstatistik erwartet werden, um auswertbare Interferenzlinien während der Laserprozessierung zu detektieren.

4.2 Adaption und Anwendung der In-situ-Methodik auf den Laserhärteprozess

Für die Durchführung der prozessintegrierten (in-situ) Beugungsexperimente während des Laserrandschichthärtens wurde der im Kap. 4.1 vorgestellte Messansatz um einen Versuchsstand zur Lasermaterialbearbeitung erweitert und an verschiedenen Experimentierstationen an Synchrotron-Beamlines (PDIFF@ANKA, P05@PETRA III) aufgebaut. Die Integration der Synchrotron- und Lasertechnik zu einem Versuchsaufbau erfolgte durch eine eigens konstruierte Prozesskammer. Abb. 4.8 stellt eine Übersicht der selbst konzipierten Versuchsplattform dar, deren einzelne apparative Komponenten, u. a. das Lasersystem, die Prozesskammer, das Synchrotronstrahlrohr und das Detektorsystem, zusammen mit den vorgenommenen Messeinstellungen zur Durchführung zeitaufgelöster Spannungsanalysen im Folgenden vorgestellt werden.

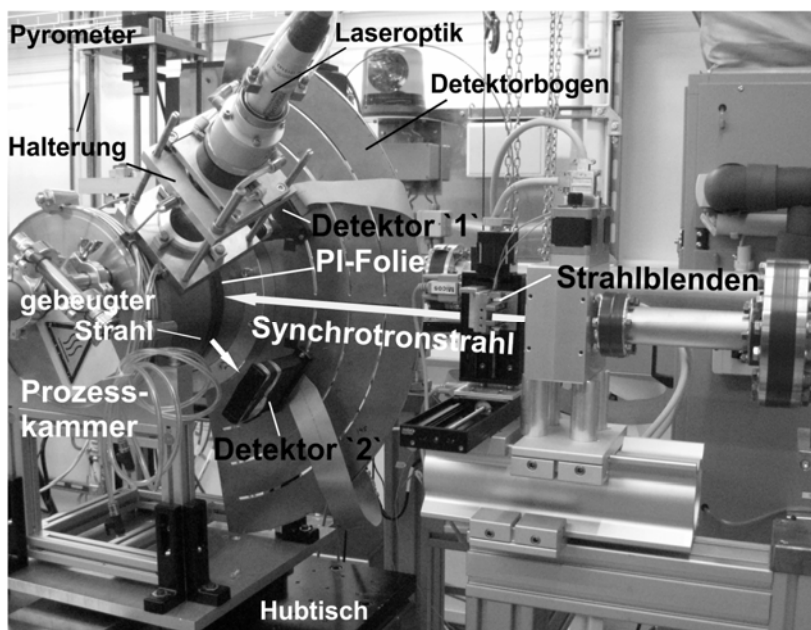


Abb. 4.8: Experimenteller Aufbau zur Durchführung von In-situ-Beugungsanalysen während der Randschichtwärmehandlung mittels Laserstrahlung an der Beamline P05@PETRA III

4.2.1 Instrumenteller Aufbau

Das Lasersystem

Als Laserhärtesystem wurde das bereits in Kap. 3.1.2 vorgestellte fasergekoppelte Diodenlasersystem mit den beiden Bearbeitungsoptiken, der Homogenisierungs- und der Spot-Optik, verwendet. Die Bearbeitungsoptik sowie das Einfarbenpyrometer wurden an die Prozesskammer

mittels zweier spezieller Halterungen montiert (vgl. Abb. 4.8). Die „VG4L“-Einheit selbst wurde in der Experimentierhütte der Synchrotron-Beamline, in der Nähe des aufgebauten Experiments, angeordnet. Die Strahlquelle wurde dabei durch das Faserkabel mit der Bearbeitungsoptik verbunden (vgl. Kap. 3.1.2). Die Bedienung des Lasersystems erfolgte über die Software „LL-Remote Control“ der Firma Laserline unter Einsatz eines externen Steuerrechners außerhalb der Messhütte.

Die Prozesskammer

Zum Schutz der Beamlineausstattung vor direkter Laserreflexionsstrahlung wurde das Experiment in einer für diese Arbeit ausgelegten und aus Edelstahl gefertigten Prozesskammer durchgeführt (vgl. Abb. 4.8). Die Form, Abmessungen und Funktionalität der Kammer wurden in Bezug auf die Erfordernisse des entwickelten In-situ-Messansatzes konzipiert. Zudem wurde beim Konzept darauf geachtet, dass die Laserprozessierung unter reproduzierbarer sauerstoffarmer Prozessatmosphäre betrieben werden kann. Damit sollte neben der fehlerfreien Temperaturmessung eine Vergleichbarkeit zu den ex-situ oxidschichtfrei gehärteten Randschichtzuständen sichergestellt werden. Darüber hinaus ist zu vermuten, dass der Synchrotron-Röntgenstrahl signifikant durch eine mögliche Oxidschicht absorbiert und abgeschwächt wird, was im Sinne der Durchführung von In-situ-Beugungsanalysen mit möglichst höherer Zeitauflösung in jedem Fall zu vermeiden ist. Somit wurde die Prozesskammer in Anlehnung an die Kap. 3.1.2 vorgestellte Kammer in einer Vakuumausführung mit Möglichkeit zur Inertgasspülung konstruiert (vgl. Abb. 4.8).

Die beschichteten Spezialgläser, die die Einkopplung der Laser- und Pyrometerstrahlung ins Kammergehäuse gewährleisten sollen (vgl. Kap. 3.1.2), sind direkt an die beiden Kammerflanschen montiert, ebenso wie die Halterungen für die Bearbeitungsoptik und für das Pyrometer (vgl. Abb. 4.8 und Abb. 4.9). Jede dieser Halterungen ist so konstruiert, dass sich die optischen Achsen beider Optikelemente näherungsweise im gedachten Mittelpunkt der Prozesskammer schneiden. Zugleich ermöglichen sie eine lineare Verschiebung der Laser- und Pyrometeroptik entlang ihrer Strahlachsen sowie eine Schwenkrotation um bis zu ca. $\pm 5^\circ$. Dadurch lassen sich die beiden Optiken präziser ausrichten und fokussieren.

Der Eintritt des Primärröntgenstrahls und der Austritt des gebeugten Strahls erfolgt durch einen in das Kammergehäuse eingefrästen 10 mm breiten Schlitz, der mit einer 75 μm dicken Polyimidfolie (PI-Folie) abgedeckt ist (vgl. Abb. 4.8). Der Öffnungswinkel des Schlitzes beträgt 120° und lässt somit die Registrierung von Interferenzlinien im Rückstrahlbereich von etwa 120° bis zu 175° zu. Zur Befestigung der beiden Detektoren ist ein 2 mm dicker Blechbogen an die Mantelfläche des Kammergehäuses fest montiert (vgl. Abb. 4.8). Die Positionierung der Detektoren auf dem 2 θ -Beugungskreis kann durch die manuelle Verschiebung der Detektormodule entlang

einer der drei konzentrisch zur Kammergeometrie angeordneten Schlitzführungen realisiert werden, die im Abstand von 200 mm, 250 mm und 300 mm zum Mittelpunkt der Prozesskammer gefräst sind.

Die Prozesskammer ist mit einem motorisierten X-Z-Probenmanipulator ausgerüstet, dessen Oberflächennormale um den festen Winkel von ca. 35° zur Synchrotronstrahlachse gekippt ist. Dadurch lässt sich eine feste Probenvorkippung χ realisieren, wie dies in Kap. 4.1.1 gefordert wird. Abb. 4.9 zeigt eine Innenansicht der Prozesskammer mit dem eingebauten Probenmanipulator. Außer einer motorisierten x-z-Translation kann die Probe manuell über eine Montageplatte in y-Richtung eingestellt bzw. verfahren werden. Der Probenvorkippwinkel χ lässt sich ebenso manuell ändern, indem das Rohrgehäuse vom Kammergestell gelöst und um die X-Achse rotiert wird. Das Einrichten der auf der Probenoberfläche definierten Messstelle zur Primärstrahlachse erfolgt unter Verwendung einer Justierhilfe, bestehend aus einer mechanischen Messuhr, die an einem hydraulischen Messstativ befestigt ist. Zur groben Ausrichtung des Kammergehäuses im Primärstrahl wurde das Kammergestell auf einem Hubtisch in Kombination mit einer X-Linearachse aufgebaut (vgl. Abb. 4.8).

Der experimentelle Aufbau erfordert somit keinen Einsatz eines Diffraktometers, ist samt der Laser- und Detektortechnik transportabel und lässt sich grundsätzlich an jedem Synchrotronstrahlrohr mit verhältnismäßig geringem Aufwand realisieren.

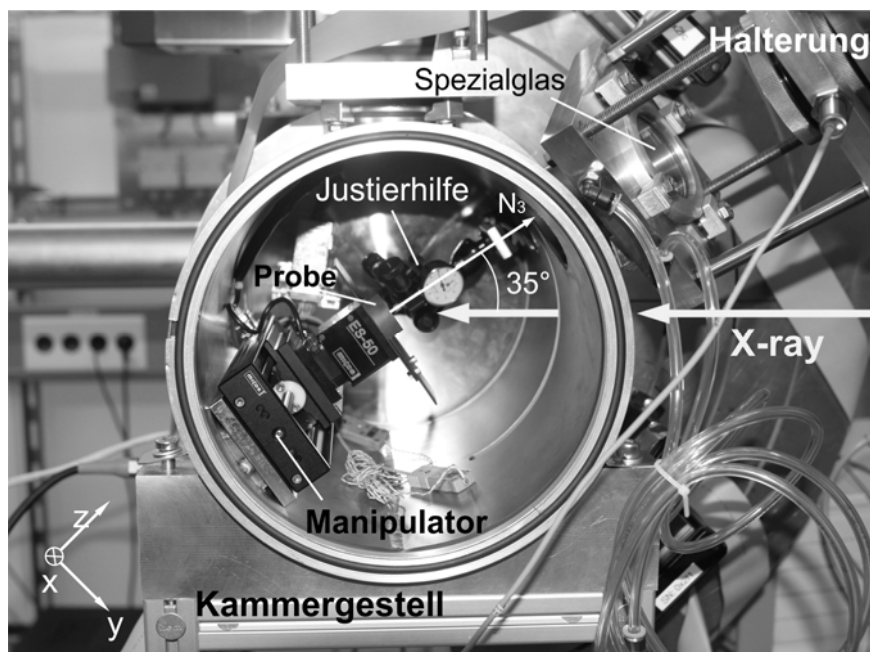


Abb. 4.9: Innenansicht der Prozesskammer mit dem montierten Probenmanipulator (inkl. um 35° verkippter Versuchsprobe), Justierhilfe, Flansch für die Laseroptik inkl. Halterung und beschichtetem Spezialglas für die Einkoppelung der Laserstrahlung

Die Synchrotronquelle

Das mobile Equipment wurde im Rahmen zweier Messkampagnen sowohl am Strahlrohr P05@ PETRA III des Deutschen Elektronen-Synchrotrons (DESY) sowie an PDIFF@ANKA (vgl. Kap. 4.1.4) aufgebaut. Die P05-Beamline am DESY wurde als Alternative zu der PDIFF-Beamline aufgrund ihres deutlich höheren Photonenflusses gewählt.

Das P05-Strahlrohr wird unter Verwendung monochromatischer Synchrotronstrahlung im Wellenlängenbereich von 5 keV bis 50 keV betrieben. Ein Si- $\{111\}$ - $\{311\}$ -Doppelkristall-monochromator wird zum Einstellen der Wellenlänge eingesetzt. Der Photonenfluss der Strahlung bei einer Photonenenergie von 10 keV beträgt ca. 3×10^{13} Ph/(s/mm²) [155, 156].

Angaben zum PDIFF-Experiment finden sich in Kap. 4.1.4.

Das Detektorsystem

Zur Aufnahme der Beugungsinterferenzen kamen die zwei „Mythen 1K“-Liniendetektoren zum Einsatz (vgl. Kapitel 4.1.4). Sie wurden im Rückstrahlbereich, symmetrisch zum Primärstrahl, ortsfest auf den Detektorbogen montiert. Für alle In-situ-Untersuchungen wurde der kleinststellbare Abstand zwischen den Detektoren und der Versuchsprobe in Höhe von 200 mm gewählt. Dies war einerseits durch die damit verbundene geringste Abschwächung des durch die Luft absorbierten gebeugten Strahls begründet, andererseits durch den Bedarf nach einem möglichst breiten Detektormessbereich, innerhalb dessen eine möglichst vollständige Interferenzliniensequenz über die gesamte Prozesslaufzeit registriert werden kann. Das Detektormessfenster und die Detektorwinkelauflösung, die nach der Kalibrierung mit einem LaB₆-Standardpulver berechnet wurden, sind in Tab. 4.2 zusammengefasst.

Tab. 4.2: Auflösung und Messbereich der Detektormodule nach dem Kalibrieren mit LaB₆-Pulver

P05@PETRA III	2θ-Auflösung [°]	Messbereich [°]	Detektoranfang [°]	Detektorende [°]
Detektor 1	0,01495	19,132	132,166	151,298
Detektor 2	0,01489	19,053	132,179	151,231

P05@PETRA III	2θ Auflösung [°]	Messbereich [°]	Detektoranfang [°]	Detektorende [°]
Detektor 1	0,01509	19,131	138,586	157,904
Detektor 2	0,01487	19,04	138,923	157,961

4.2.2 Versuchsdurchführung

Die Versuchsproben wurden an einen Anschlag auf die Montageplatte des Probenmanipulators gelegt. Die auf der Oberfläche definierte Messstelle wurde auf den Primärstrahl justiert, des-

sen Position im Raum durch die Justierhilfe eindeutig definiert war. Der Laserspot wurde schließlich unter Einsatz des Halterungssystems und des Pilotlasers ausgerichtet und fokussiert. Die mit einem Deckel verschlossene Prozesskammer wurde evakuiert und mit He-Gas gefüllt. Die Laserwärmebehandlung verlief unter denselben Systemparametern wie die Ex-situ-Laserexperimente aus Kap. 3.1.2. Der Druck des Inertgases betrug 1,25 bar. Ein kontinuierlicher Laserstrahl wurde verwendet. Die Temperaturmessung und -regelung erfolgte im Mittelpunkt des Laserspots mit einer Frequenz von 100 Hz.

Simultan zur Lasermaterialbearbeitung wurden Röntgenbeugungsinterferenzen nach dem 2-Detektor-Messansatz (vgl. Kapitel 4.1.2) registriert. Das Laserstartsignal löste die Aufzeichnungssequenz der Detektorsoftware aus. Die Detektormodule D1 und D2 wurden zuvor so positioniert, dass die {442}-Interferenzlinien des Ferrits bzw. Martensits sowie die {600}-Interferenzen des Austenits unter den Distanzwinkeln ψ_1 und ψ_2 bzw. der festen Probenvorkippung χ von 35° aufgenommen werden konnten. Die Wellenlänge der Synchrotronstrahlung wurde in erster Linie in Bezug auf das Erreichen eines maximalen Photonennflusses eingestellt. Weiterhin wurde bei der Wahl der Wellenlänge darauf geachtet, dass die resultierende mittlere Informationstiefe $\tau_{\sin^2\psi=0,3}$ für alle In-situ- und Ex-situ-Beugungsexperimente vergleichbar bleibt und dass mindestens eine Austenit- und eine Ferrit bzw. Martensit-Interferenzlinie pro Detektormodul registriert werden kann. Um die Fluoreszenz zu unterdrücken, wurden vor dem sensitiven Messstreifen jedes Detektors etwa 100 μm Al-Folie als Filter angebracht. Die restlichen Messeinstellungen sind Tab. 4.3 und Tab. 4.4 zu entnehmen.

Tab. 4.3: Messeinstellung zur In-situ-Beugungsanalyse an P05@PETRA III und PDIFF@ANKA

Messaufbau	λ [nm]	$2\theta_{0,\{442\}\alpha\text{-Fe}}$ [°]	$2\theta_{0,\{600\}\gamma\text{-Fe}}$ [°]	ν [°]	$\psi_1(2\theta_0, \nu)$ [°]	$\psi_2(2\theta_0, \nu)$ [°]	$\mu(\lambda)$ [cm ⁻¹]	$\tau_{0,3}(\lambda, \theta_0, \psi_{1,2})$ [μm]
P05@PETRA III	0,1119	143,79	136,6	35	16,895	53,105	1131	3,35
PDIFF@ANKA	0,1271	148,992	140,703	35	19,308	50,504	1158	3,27

In Anlehnung an die Ex-situ-Laserexperimente wurden wiederum drei Prozessapplikationen erzeugt. Tab. 4.4 fasst deren Prozessparameter zusammen. Je In-situ-Versuchsart sind die Laserprozessparameter identisch mit denen der Ex-situ-Laserprozessierung. Der einzige Unterschied wurde bei der Variation der Einflussgröße (fett markiert) der Versuchsart A vorgenommen. Hier wurde die Messposition anstatt der Erwärmungs- und Abkühlrate des Laserprozesses variiert. Da die Eigenspannungszustände nach einer Variation der Erwärmungs- und Abkühlrate nur geringe Unterschiede aufweisen (vgl. Abb. 3.30 a), wurde auf diese Parametervariation im Rahmen der In-situ-Experimente dieser Arbeit nicht eingegangen.

Tab. 4.4: Versuchsmatrix für die In-situ-Laserhärteexperimente

Einflussgröße	<u>In-situ</u>-Versuchsart (A)	<u>In-situ</u>-Versuchsart (B)	<u>In-situ</u>-Versuchsart (C)
Messposition Abstand zum Spotmittelpunkt [mm]	Mittelpunkt (0), 3, 4, 5	Mittelpunkt (0)	Mittelpunkt (0)
$v_{\text{Erw.}}$ [K/s] / $v_{\text{Abkühl.}}$ [K/s]	1000/1000	1000/1000	1000/1000
Bearbeitungsoptik	Homogenisierungsoptik 8 x 8 mm ²	Homogenisierungsoptik und Spot-Optik	Spot-Optik Ø 3 mm
Max. Prozesstemperatur $T_{A, \text{max}}$ [°C]	1150	1150	850, 1150
Strahlrohr	P05@PETRA III PDIFF@ANKA	P05@PETRA III	P05@PETRA III
Strahlquerschnitt [mm ²]	1,2 x 1,2 @ P05 2,5 x 1 @ PDIFF	1,2 x 1,2	0,9 x 0,92
Zeitliche Auflösung [ms]	100 (10 Hz) @ P05 200 (5 Hz) @ PDIFF	100 (10 Hz)	100 (10 Hz)

In-situ Versuchsvariante (A): Variation der Messposition

Für die Durchführung der In-situ-Versuchsvariante (A) wurden mehrere Versuchsproben unter gleichen Laserprozessparametern, $T_{A, \text{max}}$ von 1150 °C und $v_{\text{Erw./Abkühl.}}$ von 1000 K/s, unter Einsatz der Homogenisierungsoptik nacheinander gehärtet. Bei jedem neuen Laserexperiment wurde die Messposition (der Auftreffpunkt des Synchrotronstrahls auf der Probenoberfläche) entlang der Symmetrieachse der Probe in einem Abstand von 3 mm, 4 mm und 5 mm zum Laserfokusmittelpunkt neu eingestellt. Abb. 4.10 a gibt eine Übersicht über die vorgenommenen Variationen. Mit der Realisierung dieser Versuchsvariante wurden Informationen über die zeitliche Entwicklung der Phasen und Spannungen unterschiedlicher Orte innerhalb und außerhalb der Prozesszone gewonnen. Somit soll die Eigenspannungsbildung beim Laserhärten generell sowie die in Kap. 3.4.1 gezeigte unterschiedliche Verteilung der Eigenspannungskomponenten in tangentialer und radialer Richtung (vgl. Abb. 3.20) im speziellen Fall diskutiert und erläutert werden.

In der Prozesszone wurde pro definierter Messstelle jeweils eine Spannungskomponente gemessen, da das Ergebnis der Eigenspannungscharakterisierung eine annähernd homogene Verteilung der beiden oberflächenparallelen Eigenspannungskomponenten zeigt (vgl. Abb. 3.20). Die In-situ-Analysen wurden dabei am Strahlrohr P05@PETRA III durchgeführt. Es wurden Interferenzlinien mit einer zeitlichen Auflösung von 100 ms (10 Hz) unter Verwendung von Synchrotronstrahl mit einem Querschnitt von $1,2 \times 1 \text{ mm}^2$ (horizontal \times vertikal) registriert. Die aus der Verkippung der Versuchsprobe resultierende Strahlgröße auf der Probenoberfläche wurde auf ca. $1,2 \times 1,2 \text{ mm}^2$ berechnet, ohne dabei die in horizontaler Richtung relevante Strahldivergenz zu berücksichtigen.

Außerhalb des Laserspots wurde aufgrund der inhomogenen Verteilung der radialen und tangentialen Eigenspannungen (vgl. Abb. 3.20) zwei Messungen pro Messposition durchgeführt (vgl. Abb. 4.10 a). Die In-situ-Beugungsanalysen der tangentialen Spannungskomponente erfolgten wiederum an P05@PETRA III unter der o. a. zeitlichen Auflösung von 10 Hz.

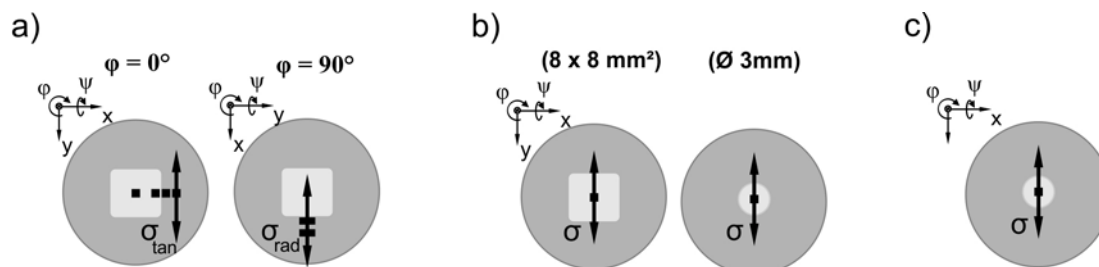


Abb. 4.10: Gemessene Spannungskomponente und relative Messposition des Synchrotronstrahls (in schwarz) zum Laserspot (in hellgrau) für die In-situ-Versuchsreihen A (a), B (b) und C (c)

Die In-situ-Untersuchungen radial zum Laserspot wurden an PDIFF@ANKA durchgeführt. Da die Beugungsebene versuchstechnisch bedingt immer entlang der Y-Achse des Probenmanipulators ausgerichtet ist (vgl. Abb. 4.2), wurde vor jedem Versuch die Probe um den Azimut φ von 90° gedreht (vgl. Abb. 4.10 a). Die zeitliche Auflösung betrug 200 ms (5 Hz). Der Strahlquerschnitt musste aufgrund des schlechteren Photonennflusses am PDIFF-Strahlrohr etwas größer gewählt werden und auf etwa $2,5 \times 1 \text{ mm}^2$ (horizontal \times vertikal) eingestellt.

In-situ-Versuchsvariante (B): Variation der Bearbeitungsoptik

Die Versuchsreihe (B) wurde an der P05-Strahllinie@PETRAIII durchgeführt. Es wurden Interferenzlinienpaare mit einer zeitlichen Auflösung von 100 ms (10 Hz) während des Laserhärtens unter gleichen Laserprozessparametern, $T_{A, \text{max}}$ von 1150°C und $v_{\text{Erw./Abkühl.}}$ von 1000 K/s, und dem Einsatz der Homogenisierungs- bzw. der Spot-Optik registriert (vgl. Tab. 4.4). Die Strahlgröße auf der Probenoberfläche war bei der Härtevariante mit der Homogenisierungsoptik der Versuchsreihe (A) identisch. Aufgrund des kleineren Laserspots der Spot-Optik (Spotgröße \varnothing 3 mm) wurde für die entsprechende Prozessvariante der Strahlquerschnitt etwas kleiner gewählt und auf ca. $0,9 \times 0,8 \text{ mm}^2$ (horizontal \times vertikal) eingestellt. Dies ergab eine Projektion auf der Probenoberfläche von ca. $0,9 \times 0,92 \text{ mm}^2$ (horizontal \times vertikal).

Gemessen wurde im Mittelpunkt des Laserspots (vgl. Abb. 4.10 b). Damit sollten temperatur- und zeitaufgelöst Beugungsdaten erfasst werden, die zur Aufklärung der voneinander abweichenden Druckeigenspannungen im Mittelpunkt der Prozesszone (vgl. Abb. 3.23) beitragen sollen.

In-situ-Versuchsvariante (C): Variation der maximalen Austenitisierungstemperatur

Die experimentellen Untersuchungen zur In-situ-Versuchsvariante (C) fanden ebenfalls an P05@PETRA III statt. Die Sequenz der Interferenzlinien wurde mit der zeitlichen Auflösung von 100 ms (10 Hz) aufgenommen. Als Bearbeitungsoptik kam die Spot-Optik zum Einsatz. Die Strahlgröße auf der Probenoberfläche war wiederum auf ca. $0,9 \times 0,92 \text{ mm}^2$ eingestellt (vgl. Tab. 4.4). Es wurden Beugungsspektren im Mittelpunkt der Prozesszone während des Laserhärtens mit $T_{A, \max}$ von 850 °C und $T_{A, \max}$ von 1150 °C aufgenommen. Bei beiden gewählten Prozessvarianten wurde die Erwärmungs- und Abkühlrate konstant bei 1000 K/s gehalten

4.2.3 Versuchsauswertung

Die in-situ aufgenommenen Beugungsdaten wurden nach der in Kapitel 4.1.3 vorgeschlagenen Strategie ausgewertet. Für die Rohdaten wurden zunächst die Ringstrom- und die Flat-Field-Korrektur durchgeführt. Anschließend wurde die Absorptionskorrektur für den ω -Messmodus durchgeführt und die Untergrundstrahlung abgezogen. Die 2θ -Linienlagen wurden durch Anpassen der korrigierten Interferenzlinien mittels der Pearson VII-Funktion bestimmt. Es wurden die REK $s_{1, \alpha\text{-Fe}}^{\{422\}\text{-}\alpha\text{-Fe}} = -1,27 \times 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{N}$ und $\frac{1}{2}s_{2, \alpha\text{-Fe}}^{\{422\}\text{-}\alpha\text{-Fe}} = 5,81 \times 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{N}$ sowie $s_1^{\{600\}\text{-}\gamma\text{-Fe}} = -2,71 \times 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{N}$ und $\frac{1}{2}s_2^{\{600\}\text{-}\gamma\text{-Fe}} = 9,94 \times 10^{-6} \text{ mm}^2/\text{N}$ nach [43] verwendet. Wie in Kapitel 4.1.3 beschrieben, wurde bei der Auswertung angenommen, dass die REK der gleichen Temperaturabhängigkeit wie die makroskopischen Elastizitätskonstanten aus [157] unterliegen.

4.3 Ergebnis der zeitaufgelösten Analysen während des Laserhärtens

Im folgenden Kapitel werden die Ergebnisse der laserprozessintegrierten Beugungsanalysen dargestellt, wobei die Einteilung aus der Darstellung der Ex-situ-Ergebnisse (vgl. Kap. 3.4) in Einflüsse der Messposition, der Bearbeitungsoptik und der Prozesstemperatur beibehalten wird. Für jede der oben definierten Versuchsvarianten (vgl. Tab. 4.4) wird die prozessbedingte Entwicklung der Mikrostruktur (der Werkstoffphasen) anhand der zeitlichen Abfolge der aufgenommenen Interferenzlinienpaare gezeigt. Anschließend werden die thermischen und elastischen Dehnungen sowie die mechanischen Spannungen prozesszeitbezogen dargestellt. Der Grad möglicher elasto-plastischer Deformationen, die zur Eigenspannungsentstehung beitragen (vgl. Kap. 2.2.2), wird mit Hilfe der Integralbreiten der in-situ aufgenommenen Röntgenbeugungsreflexe ebenfalls gezeigt. Ergänzend dazu werden anhand der zeitlichen Entwicklung der mechanischen Spannungen die Vergleichsspannungen berechnet. Diese Berechnung bezweckt die genaue Zuordnung plastischer Verformungseffekte zur charakteristischen Spannungsverteilung des Härteprozesses. Zuletzt werden die Ergebnisse der zeitaufgelösten Spannungsanalysen mit den Ergebnissen der Prozesssimulation für eine ausgewählte Prozessvariante abgeglichen, um die Fähigkeit des bereitgestellten In-situ-Messansatzes zur Validierung des Simulationsmodells zu bewerten.

4.3.1 Variation der Messposition (In-situ-Versuchsvariante A)

An mehreren Versuchsproben, die stets unter den konstanten Laserprozessparametern $T_{A, \max}$ von 1150 °C und $v_{\text{Erw./Abkühl.}}$ von 1000 K/s belichtet wurden, wurde die Messposition des Synchrotronstrahls gezielt variiert. Dadurch soll orts aufgelöst die Entstehung der radial und tangential zum Laserspot inhomogen verteilten Eigenspannungen in Echtzeit beobachtet werden. Zu diesem Zweck wird zunächst sichergestellt, dass alle Härteexperimente der betrachteten Prozessvariante vergleichbar sind. Dies erfolgt durch eine Gegenüberstellung der gemessenen Prozesstemperaturen aller Laserexperimente.

Temperatur-Zeit-Verlauf und Prozessreproduzierbarkeit

Die im Mittelpunkt des Laserspots pyrometrisch gemessene Prozesstemperatur aller Laserexperimente ist in Abb. 4.11 als Funktion der Prozesszeit dargestellt. Ergänzend dazu ist die entsprechende Temperaturvorgabe (SOLL-Temperatur) aufgetragen. Im unteren Teil der Abbildung ist die zeitliche Entwicklung der durch das Lasersystem aufgebrachten Leistung gezeigt. Die Darstellung zeigt deutlich, dass zwischen den gemessenen Temperaturverteilungen bzw. zwischen der aufgebrachten Laserleistung sämtlicher Laserexperimente keine signifikanten Abweichungen festzustellen sind. Somit kann von einer reproduzierbaren und einheitlichen Wärmebehandlung

ausgegangen werden. Diese Feststellung wird ebenso durch die Mikrostruktur- und die Eigenspannungsanalysen, die nach dem Ende des Härteprozesses durchgeführt wurden, bestätigt. Diese Ergebnisse finden sich im Anhang in Abb. A2.1 und Abb. A2.2.

Weiterhin verdeutlicht der Vergleich zwischen den gemessenen Prozesstemperaturen und der Temperaturvorgabe, dargestellt als durchgezogene Linie, eine gute Übereinstimmung sowohl während der Erwärmung, als auch während der Abkühlung bis ca. 380 °C. Unterhalb dieser Temperatur lässt sich die vorgegebene Abkühlrate, trotz auf Minimum geregelter Laserleistung, nicht einhalten. Dies deutet auf ein gesättigtes Selbstabkühlvermögen der Probe hin. Die Probenoberfläche kühlt lokal langsamer als 1000 K/s ab, infolgedessen ist ein Knick für alle Versuche in der Ist-Temperatur-Verteilung zu beobachten. Unter 180 °C sind keine Temperaturdaten aufgenommen worden, da die untere Messgrenze des Pyrometers bei 180 °C erreicht wird.

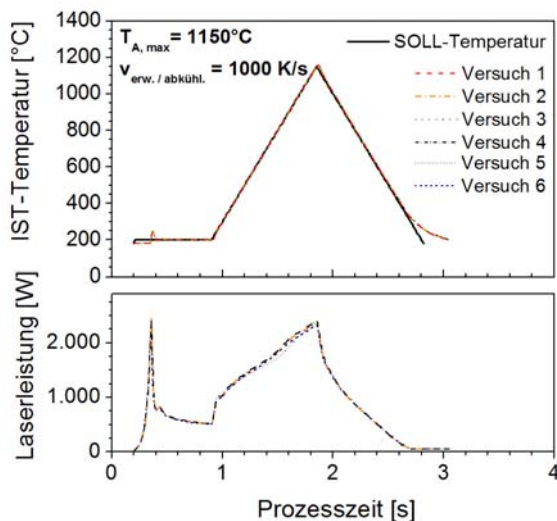


Abb. 4.11: Temperaturvorgabe, gemessene Prozesstemperaturen und aufgebrachte Laserleistung (unten) in Abhängigkeit von der Prozesszeit beim Standhärten des Stahls 42CrMo4 unter $T_{A,max}$ von 1150 °C, $v_{Erw./Abkühl}$ von 1000 K/s unter Einsatz der Homogenisierungsoptik (Spotgröße 8×8 mm²). Messdaten von sechs Laserhärteexperimenten

Phasenumwandlung während des Härteprozesses

Die im Laufe der Prozessabwicklung durch die thermische Wirkung des Laserstrahls hervorgerufenen lokalen Phasenumwandlungen sind in lateraler Richtung der Probenoberfläche mittig sowie in einem Abstand von 3 mm, 4 mm und 5 mm zum Laserfokusmittelpunkt anhand von vier separaten In-situ-Beugungsexperimenten unter einem Azimutwinkel von 0° qualitativ erfasst. Im Abstand von 4 mm und 5 mm zum Laserfokusmittelpunkt wurde unter dem Azimut von 90° ebenso gemessen, so dass der in Abb. 3.17a gezeigten unterschiedlichen Verlauf der Eigenspannungskomponenten in Tangential- und Radialrichtung später bei der Spannungsanalyse diskutieren zu können. Die Diffraktogramme jeder dieser sechs Experimente sind in Abhängigkeit von der Prozesszeit als 2D-Konturplots in Abb. 4.12 dargestellt. Abb. 4.12 a und b zeigen die zeitliche Abfolge der Interferenzlinien in der Prozesszone. Abb. 4.12 c bis f zeigen die Ergebnisse für die Messstellen außerhalb der Prozesszone. Eine Skizze mit den Angaben zur Messposition ist

rechts in der Abbildung angefügt. Zu jedem 2D-Konturplot sind in Abhängigkeit vom gemessenen doppelten Beugungswinkel 2θ die Werkstoffphasen α -, γ - oder α' -Eisen ergänzend zugeordnet. Die Zuordnung erfolgte, indem die aufgenommenen Diffraktogramme mit den in [158] berechneten Pulverdiffraktogrammen bekannter Werkstoffphasen verglichen wurden. Weiterhin ist der durch das Pyrometer registrierte Temperaturverlauf im Diagramm eingetragen. Allerdings ist dies nur für den Mittelpunkt des Laserspots gezeigt (vgl. Abb. 4.12 a), denn die Temperaturmessung erfolgte bei allen Härteexperimenten ausschließlich im Mittelpunkt der Prozesszone.

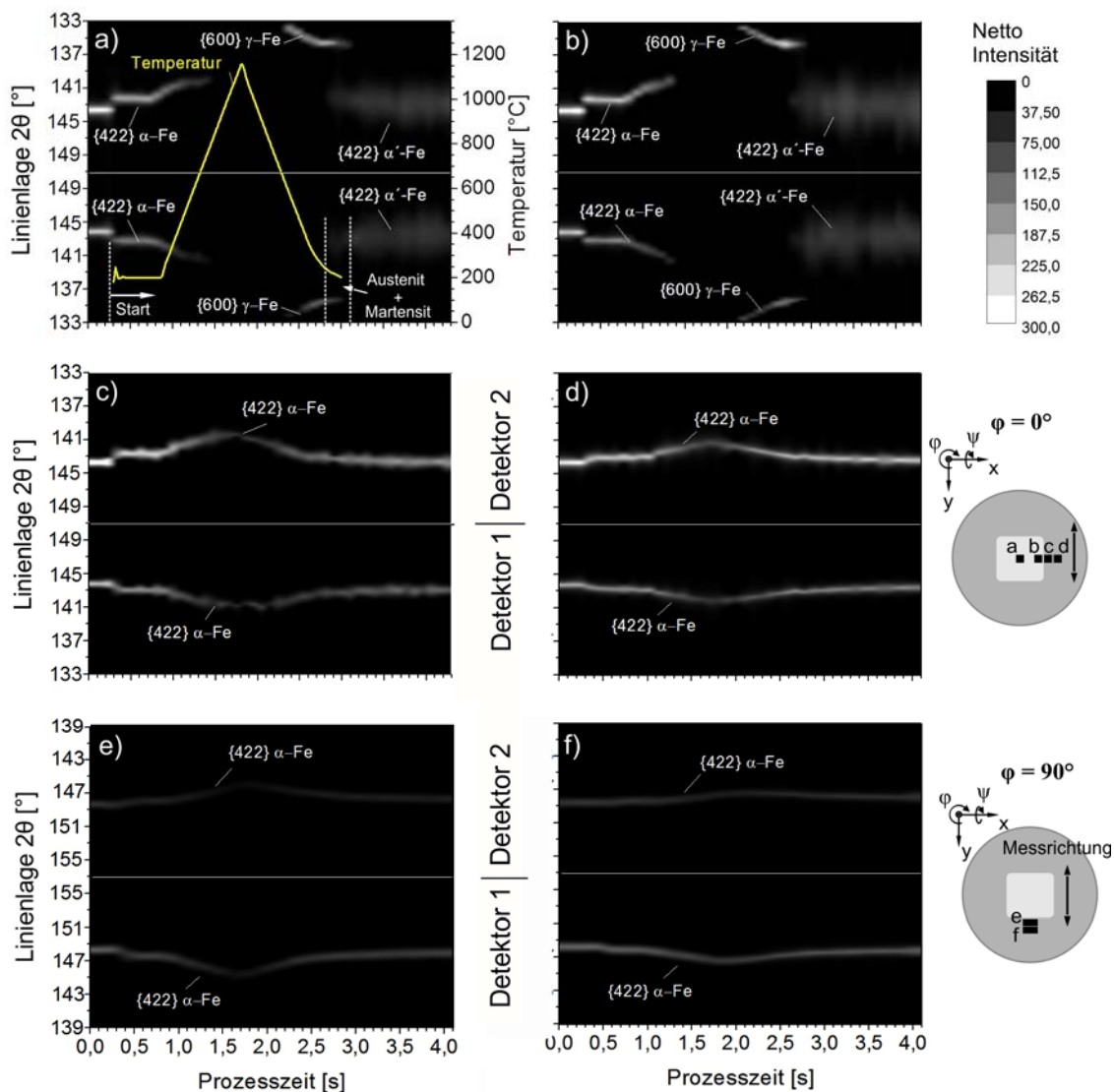


Abb. 4.12: Zeitliche Abfolge der durch Detektor 1 und Detektor 2 aufgenommenen Interferenzlinien in der Mitte der Prozesszone (a) sowie in einem Abstand von 3 mm (b), 4 mm (c und e) und 5 mm (d und f) zum Mittelpunkt des Laserspots während des Laserstandhärtens unter $T_{A, \max}$ von $1150\text{ }^{\circ}\text{C}$, $v_{\text{Erw./Abkühl.}}$ von 1000 K/s unter Einsatz der Homogenisierungsoptik (Laserspotgröße $8 \times 8\text{ mm}^2$)

Innerhalb der Prozesszone (vgl. Abb. 4.12a und b) lassen sich im Laufe der Wärmebehandlung die Interferenzlinien der Werkstoffphasen Ferrit, Austenit und Martensit nacheinander beobachten. Zwischen den beiden Messstellen (a und b) sind dabei qualitativ keine wesentliche Unterschiede in Bezug auf die Phasenumwandlung festzustellen. Beim Prozessstart werden die {422}-Interferenzen des Ferrits registriert. Mit zunehmender Prozesszeit und -temperatur verschieben sie sich zu kleineren 2θ -Winkeln. Zugleich nimmt ihre Intensität ab, was mit den zunehmenden Wärmeschwingungen der Gitteratome verbunden ist [33, 34]. Der Beginn der Ferrit-Austenit-Umwandlung, der für die gewählte Erwärmungsrate des Stahls 42CrMo4 nach [99] bei etwa 800 °C auftritt, kann allerdings nicht beobachtet werden. Der Grund dafür liegt in der temperaturbedingten Verschiebung der Austenitreflexe. Sie sind bei höheren Temperaturen so weit zu kleineren 2θ -Winkeln verschoben, dass sie außerhalb des Detektormessfensters liegen. Erst beim Abkühlen unterhalb 600 °C treten Interferenzlinien der γ -Fe-Phase im Messbereich des Detektors auf. Unterhalb von ca. 260 °C nimmt ihre Intensität stark ab. Gleichzeitig dazu werden breitere und intensitätsmäßig deutlich schwächere Reflexe der Martensit-Phase bei etwa 143° registriert. Die martensitische Umwandlung am Rande des Lasersports fängt dabei um 0,1 s früher an. Nach etwa 0,3 Sekunden, in denen eine Zweiphasigkeit beobachtet wird, ist die Umwandlung abgeschlossen. Bis zum Ende des Prozesses lassen sich ab diesem Zeitpunkt ausschließlich die Interferenzlinien des Martensits beobachten.

Außerhalb der Prozesszone finden keine Phasenumwandlungen statt (vgl. Abb. 4.12c bis f). Mit zunehmender Prozesszeit wird analog zur Prozesszone eine Verschiebung der Interferenzlinien des Ferrits festgestellt. Aus dieser Verschiebung werden schließlich die thermischen und elastischen Gitterdehnungen sowie die mechanischen Spannungen nach dem in Kap. 4.1.3 vorgestellten Auswerteverfahren berechnet.

Ortsaufgelöste zeitliche Entwicklung der thermischen Dehnung

In Abb. 4.13 ist die zeitliche Entwicklung der thermischen Dehnung ε^{th} exemplarisch für die In-situ-Versuchsreihe A dargestellt. Dabei sind nur die Ergebnisse der vier in-situ Beugungsmessungen gezeigt, die unter einem Azimutwinkel von 0° durchgeführt wurden. Infolge des richtungsunabhängigen Charakters von ε^{th} sowie aus Übersichtlichkeitsgründen wird auf eine Darstellung der Ergebnisse für einen Azimutwinkel von 90° an dieser Stelle verzichtet. Die aus allen sechs separaten In-situ-Experimenten bestimmten ε^{th} -Verteilungen finden sich im Anhang in Abb. A3.

Die in Abb. 4.13 dargelegten Verteilungen weisen qualitativ den gleichen Verlauf auf. Während der Erwärmungsphase wird mit zunehmender Prozesszeit eine zunehmende thermische Dehnung festgestellt. Beim Abkühlen, das global ab einer Prozesszeit von ca. 1,8 s eintritt, erfolgt erwartungsgemäß eine Abnahme der thermischen Dehnung. Allerdings ist diese Abnahme für die beiden Messpositionen der Prozesszone (Messstelle a und b) erst ab einer Prozesszeit

$t > 2,8$ s, d. h. nach der Martensitbildung, ersichtlich. Infolge fehlender Beugungsdaten für die dehnungsfreie Linienlage der Austenitphase bei Raumtemperatur $2\theta^*_{\gamma\text{-Fe, RT}}$ konnte die thermische Dehnung dieser Phase nicht bestimmt werden.

Bei einem quantitativen Vergleich zwischen den einzelnen Verteilungen ist deutlich erkennbar, dass der zunehmende Abstand zum Laserspotmittelpunkt eine Abnahme der thermischen Dehnung sowie der lokal vorliegenden Dehnrate (der Steigung der linearen Verteilung) bewirkt. Diese Tendenz kann über den gesamten Prozessverlauf bis zum Zeitpunkt homogener Materialkontraktion (homogene bzw. gleichmäßige Abkühlung der Oberfläche), die ab ca. 4,2 s erfolgt, beobachtet werden.

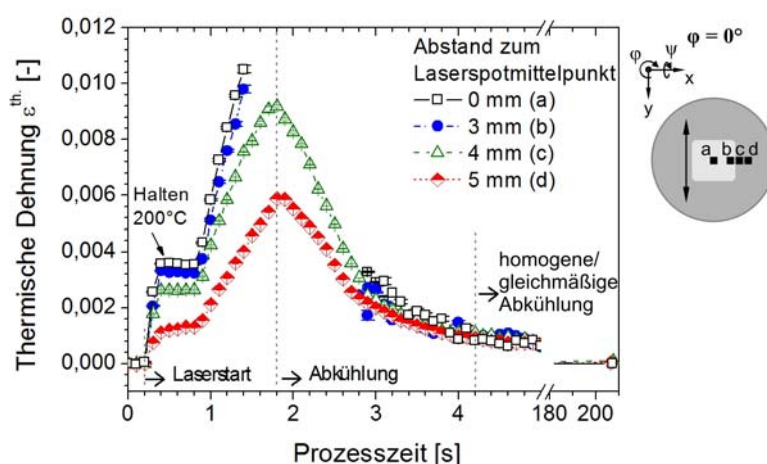


Abb. 4.13: Ortsaufgelöste zeitliche Entwicklung der thermischen Dehnung für gewählte Messorte auf der Probenoberfläche während des Laserstandhärtens des Stahls 42CrMo4 unter $T_{A, \max.}$ von 1150 °C, $V_{\text{Erw./Abkühl}}$ von 1000 K/s und dem Einsatz der Homogenisierungsoptik (Laserspotgröße 8×8 mm²)

Zeitliche Dehnungs- und Spannungsentwicklung in der Prozesszone

Die lokal unterschiedlich stark ausgeprägte thermisch-bedingte Ausdehnung bzw. Schrumpfung der Randschichten hat die Ausbildung elastischer Dehnungen und mechanischer Spannungen zur Folge. In Abb. 4.14 sind die thermischen und elastischen Dehnungen sowie der deviatorische Anteil der Spannung für den Mittelpunkt sowie für den Rand der Prozesszone als Funktion der Prozesszeit dargestellt. Die Zeitpunkte des Beginns der Erwärmungs- und Abkühlungsvorgänge sowie der einzelnen Phasenumwandlungen sind in der Darstellung gekennzeichnet. Die Skizze rechts neben dem Diagramm gibt eine Übersicht über die Messposition und über die Richtung der erfassten Spannungskomponenten. Beide lokalen Messstellen weisen qualitativ die gleiche charakteristische Verteilung der dargestellten Kenngrößen auf. Mit zunehmender thermischer Dehnung wird die Prozesszone nach dem Laserstart (ab Prozesszeit $t = 0,2$ s) elastisch gestaucht. Dabei ist der zeitliche Verlauf der elastischen Dehnung durch starke Inhomogenität gekennzeich-

net (vgl. Abb. 4.14 b). Sowohl im Mittelpunkt als auch am Rand der Prozesszone zeigt sie direkt vor und mittelbar nach der Haltephase bei 200 °C zwei ausgeprägte Maxima bei ca. -0,002 und -0,0023 und findet schließlich ihr Minimum zum Zeitpunkt der letzten registrierten Interferenzlinien des Ferrits, d. h. ca. 1,4 s nach dem Prozessstart.

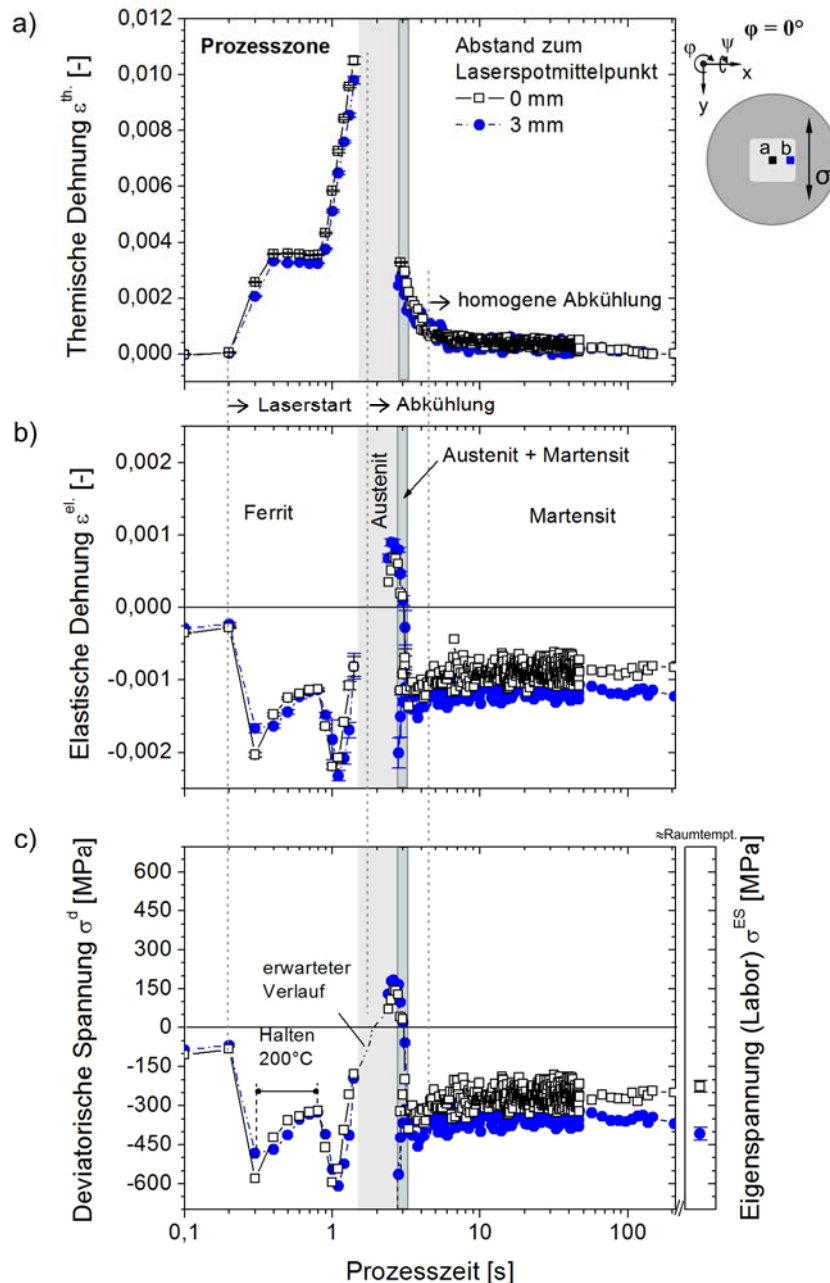


Abb. 4.14: Zeitliche Entwicklung der thermischen Dehnung (a), der elastischen Dehnung (b) und der mechanischen Spannung sowie die unter Einsatz konventioneller Röntgenstrahlung ex-situ bestimmte Eigenspannung (c) für beiden zwei Messpositionen in der Prozesszone während des Laserstandhärtens des Stahls 42CrMo4 mit $T_{A, \max} = 1150 \text{ °C}$, $v_{\text{Erw./Abkühl}} = 1000 \text{ K/s}$ unter Einsatz der Homogenisierungsoptik (Laserspotgröße $8 \times 8 \text{ mm}^2$).

Mit einsetzender Abkühlung erfolgt eine Umkehr der lokalen Materialbeanspruchung. Die austenitisierte Prozesszone wird zunehmend gestreckt. Mit Beginn der martensitischen Umwandlung lässt sich ein zweiter Vorzeichenwechsel in der Dehnungsverteilung feststellen. Demzufolge wird die Prozesszone erneut elastisch gestaucht. Nach abgeschlossener α' -Umwandlung nimmt die Stauchung leicht ab, solange die oberflächennahen Probenbereiche inhomogen thermisch bedingt schrumpfen (vgl. Abb. 4.13 b). Im Anschluss daran verläuft die elastische Dehnung bis zum Ende des Prozesses annähernd homogen.

Abb. 4.14 c gibt die Verteilung der lokalen Werkstoffspannung über die Prozesszeit wieder. Vom Spannungswert des Ausgangszustandes ausgehend entwickelt sich, wie erwartet, die durch die Wärmebehandlung induzierte Spannung zum Prozessende hin qualitativ gleich wie die in Abb. 4.14 b dargestellte elastische Dehnung. Nach dem Laserstart bauen sich zunächst Druckspannungen auf, die sich für die beiden betrachteten Messstellen während der Haltezeit betragsmäßig annähernd gleich auf ca. -325 MPa abbauen. Mit zunehmender thermischer Dehnung nehmen sie bis zum Erreichen ihres Maximums bei ca. -600 MPa zu. Anschließend, trotz linear zunehmender thermischer Dehnung, nehmen die Druckspannungen erneut tendenziell ab. Dabei ist der Spannungsabbau im Mittelpunkt der Prozesszone (Messposition a) um ca. 100 MPa stärker ausgeprägt als in einem Abstand von 3 mm zum Prozesszonenmittelpunkt (Messposition b). Nach der abkühlbedingten Spannungsumkehr bilden sich mit zunehmender Entfernung vom Laserspotmittelpunkt geringfügig höhere Zugspannungen aus. Die gleiche Tendenz findet sich nach der martensitischen Umwandlung wieder. Am Rande des Laserspots bauen sich um ca. 100 MPa höhere umwandlungsgeprägte Druckspannungen gegenüber dem Mittelpunkt der Prozesszone auf. Dieser Unterschied nimmt im Lauf der weiteren Abkühlung leicht auf ca. 150 MPa zu. Schließlich entstehen am inneren Rand der Prozesszone Druckeigenstressungen in Höhe von etwa -350 MPa. In der Mitte des Laserspots betragen die Eigenstressungen ca. -210 MPa. Ein Vergleich zwischen der in-situ bestimmten Eigenstressung und der unter der Anwendung des konventionalen $\sin^2\psi$ -Verfahrens ex-situ im röntgenographischen Labor, ermittelten Eigenstressung zeigt eine gute Übereinstimmung beider Werte (vgl. Abb. 4.14 c). Gleichwohl lässt sich anhand der Verteilung der Spannung in der Martensitphase eine Streubreite von ca. ± 75 MPa erkennen. Da ab einer Prozesszeit von etwa 60 s mit einer Zählzeit von 10 s prozessintegriert gemessen wurde, lässt sich die Datenstreuung dieser Zeitperiode aufgrund der besseren Zählstatistik auf ca. ± 25 MPa verringern.

Zeitliche Dehnungs- und Spannungsentwicklung außerhalb der Prozesszone

Die Ergebnisse für die beiden lokalen Messstellen außerhalb der Prozesszone sind graphisch für die tangentielle Richtung in Abb. 4.15 und für die radiale Richtung in Abb. 4.16 dargestellt. Auf der Ordinate sind jeweils die thermischen (a) und die elastischen Dehnungen (b) sowie der

deviatorische Anteil der Spannung (c) aufgetragen. Auf der Abszisse ist die Prozesszeit dargestellt. Weiterhin sind in Abb. 4.15 c und Abb. 4.16 c die ex-situ, unter Verwendung konventionell erzeugter Röntgenstrahlung, bestimmten Eigenspannungen wiedergegeben. Abb. 4.17 vergleicht die beiden oberflächenparallelen Spannungskomponenten σ_{tan} und σ_{rad} .

Abb. 4.15 b bis c und Abb. 4.16 b bis c ist deutlich zu entnehmen, dass im Gegensatz zur Prozesszone die zeitliche Dehnungs- bzw. Spannungsentwicklung nur durch einen einmaligen Vorzeichenwechsel gekennzeichnet ist.

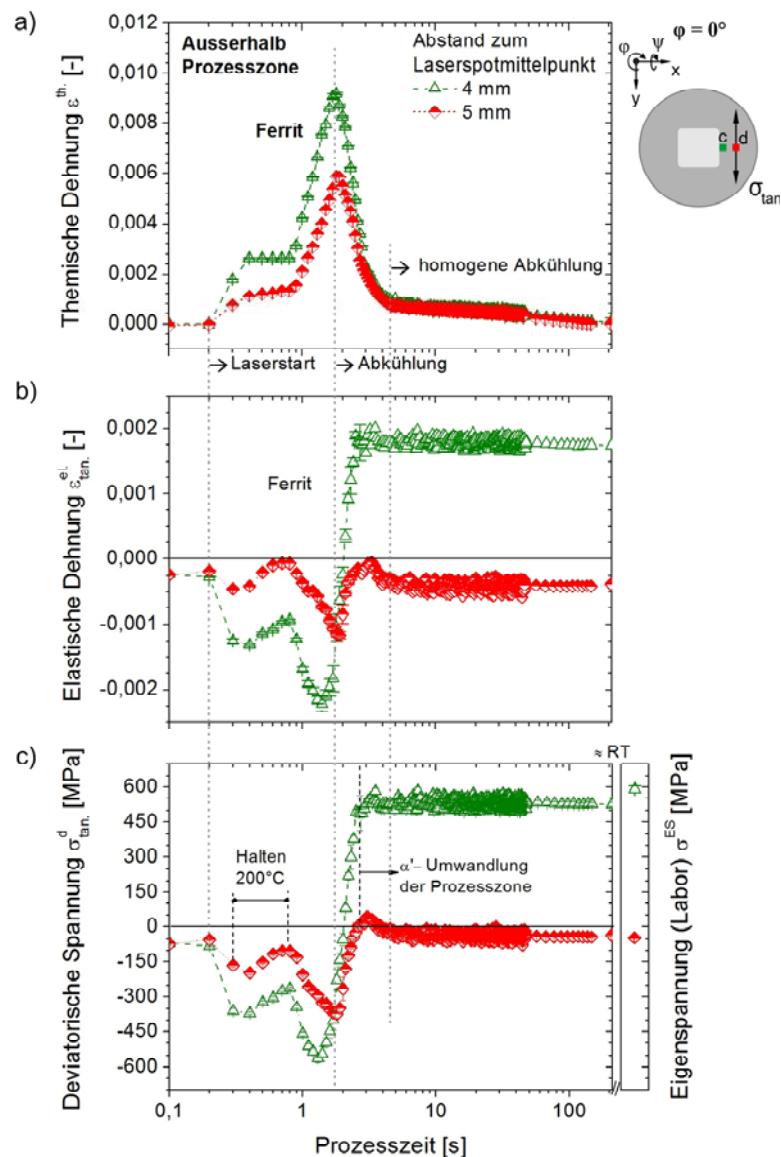


Abb. 4.15: Zeitliche Entwicklung der thermischen Dehnung (a), der elastischen Dehnung (b) und der tangentialen Spannungskomponente sowie die unter Einsatz konventioneller Röntgenstrahlung ex-situ bestimmte Eigenspannung (c) für die beiden Messpositionen außerhalb der Prozesszone während des Laserstandhärtens des Stahls 42CrMo4 mit $T_{A, \text{max}} = 1150 \text{ }^\circ\text{C}$, $v_{\text{Erw./Abkühl}} = 1000 \text{ K/s}$ unter Einsatz der Homogenisierungsoptik (Laserspotgröße $8 \times 8 \text{ mm}^2$)

Übereinstimmend mit Abb. 4.14 bauen sich während der Erwärmungsphase, unabhängig von Messposition und/oder -richtung, inhomogene Druckspannungen mit zunehmender thermischer Dehnung auf. Kurz vor dem Beginn der Abkühlung nehmen sie mit fortschreitender Abnahme der thermischen Dehnung ab. Je näher die Messstelle an der Prozesszone liegt, desto früher fängt der o. a. Druckspannungsabbau an. an der Prozesszone liegt, desto früher fängt der o. a. Druckspannungsabbau an.

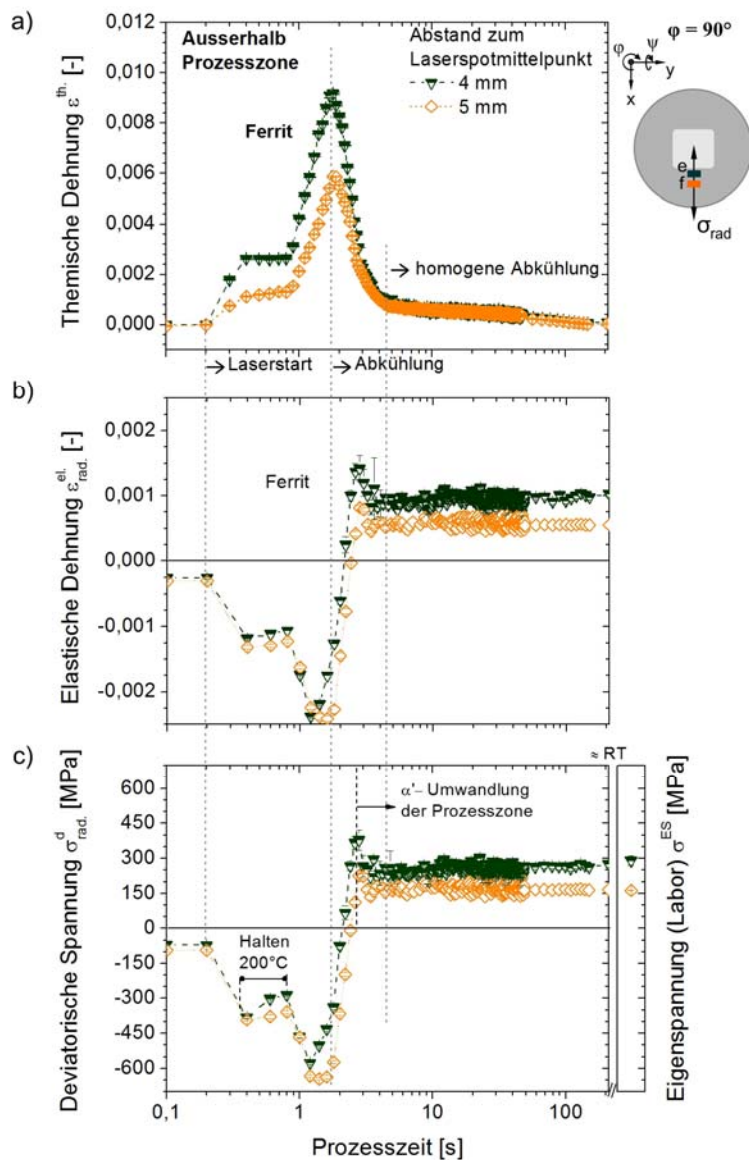


Abb. 4.16: Zeitliche Entwicklung der thermischen Dehnung (a), der elastischen Dehnung (b) und der radialen Spannungskomponente sowie unter Einsatz konventioneller Röntgenstrahlung ex-situ bestimmte Eigenstress (c) für die beiden Messpositionen ausserhalb der Prozesszone während des Laserstandhärtens des Stahls 42CrMo4 mit $T_{A, max} = 1150 \text{ }^\circ\text{C}$, $v_{Erw./Abkühl.} = 1000 \text{ K/s}$ unter Einsatz der Homogenisierungsoptik (Laserspotgröße $8 \times 8 \text{ mm}^2$)

Er führt schließlich zur Spannungsumkehr und zur Ausbildung von Zugspannungen. Die Zugspannungen verlaufen ab dem Zeitpunkt homogener Oberflächenabkühlung, der in Abb. 4.13 bestimmt wurde, annähernd konstant und tragen zur Entstehung von Zugeigenspannungen beim Abkühlen auf Raumtemperatur bei. Die Änderung des Abstands zum Mittelpunkt der Prozesszone führt weiterhin zu tendenziell unterschiedlicher Spannungsentwicklung in beiden Messrichtungen. Aus Abb. 4.15 c lässt sich für die tangentielle Richtung erkennen, dass ein abnehmender Abstand zum Laserspot den Aufbau von betragsmäßig höheren (Druck- bzw. Zug-)Spannungen über den gesamten Prozessablauf bewirkt. Radial zum Laserspot ist nach Abb. 4.16.c diese Tendenz erst nach der Spannungsumkehr eindeutig zu beobachten. Während der Erwärmung lässt sich sogar die gegenläufige Tendenz feststellen, d. h. geringfügig niedrigere Druckspannungen mit abnehmendem Abstand zur Prozesszone.

Die zum Ende des Prozesses anhand des 2-Detektor-Messansatzes bestimmten Eigenspannungen stimmen mit den Ergebnissen der Ex-situ-RSA nach dem $\sin^2\psi$ -Verfahren überein, wie in Abb. 4.15 c und Abb. 4.16 c erkennbar.

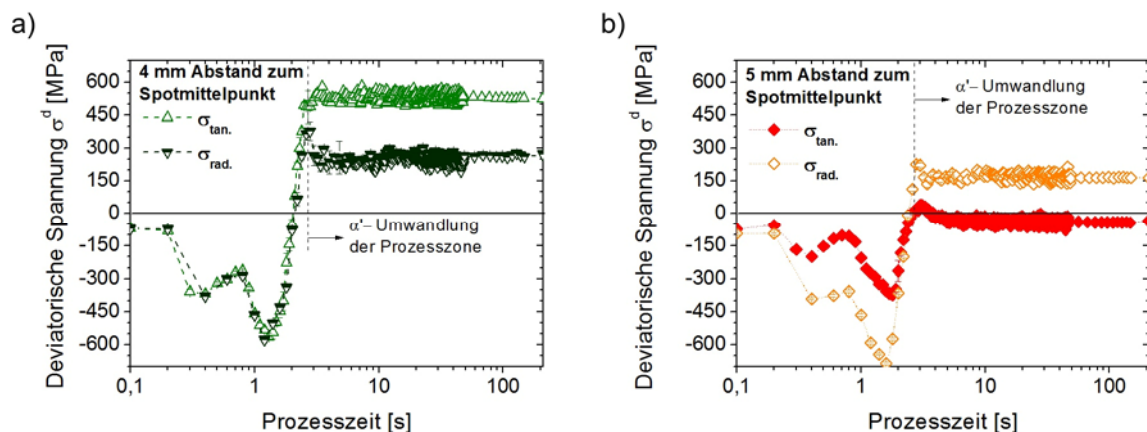


Abb. 4.17: Zeitliche Verteilung der radialen und tangentialen Spannungskomponenten in einem Abstand von 4 mm (a) und 5 mm (b) zum Laserspotmittelpunkt beim Laserstandhärten des Stahls 42CrMo4 mit $T_{A, \max} = 1150 \text{ }^\circ\text{C}$, $v_{\text{Erw./Abkühl.}} = 1000 \text{ K/s}$ und unter Einsatz der Homogenisierungsoptik (Laserspotgröße $8 \times 8 \text{ mm}^2$)

Die Gegenüberstellung beider oberflächenparalleler Spannungskomponenten je Messposition ist in Abb. 4.17 gezeigt. Es ist ersichtlich, dass die martensitische Umwandlung der Prozesszone die Spannungen in dem Umgebungsmaterial beeinflusst. Sie führt zu einer geringfügigen Abnahme der Zugspannung in radialer Richtung. Entlang der tangentialen Richtung lässt sich dagegen eine Zunahme der Zugspannung erkennen. Dabei fällt diese Änderung betragsmäßig etwas geringer aus als in radialer Richtung. Ab einem Prozesszeitpunkt $t > 4,2 \text{ s}$ ist der Betrag der ab-

kühlbedingten tangentialen Zugspannungen, die in einem Abstand von 4 mm zum Mittelpunkt wirken, um etwa 250 MPa höher als der Wert der lokal wirkenden radialen Spannungskomponente (Abb. 4.17 a). In einem Abstand von 5 mm zur Prozesszone lässt sich ab gleicher Prozesszeit ($t > 4,2$ s) das Gegenteil erkennen (vgl. Abb. 4.17 b). In radialer Richtung entstehen um etwa 150 MPa höhere Zugspannungen gegenüber dem annähernd spannungsfreien Zustand in tangentialer Richtung. Ab dem Zeitpunkt homogener Schrumpfung der oberflächennahen Schichten ($t > 4,2$ s) zeigen alle Spannungsverteilungen, unabhängig von der Messstelle und -richtung, einen nahezu linearen Verlauf, dessen Streubreite etwa ± 25 MPa beträgt.

Zeitliche Evolution der Integralbreite

Neben dem Spannungszustand wird der Verfestigungszustand durch das Laserstrahlhärten beeinflusst (vgl. Kap. 2.2.3). Der Verfestigungsgrad hat seinerseits einen maßgeblichen Einfluss auf die Eigenspannungsentstehung und wird im Folgenden durch die Integralbreitenentwicklung der Interferenzlinien dargestellt.

In Abb. 4.18 a ist die zeitliche Entwicklung der Integralbreite für den Mittelpunkt sowie für den Rand der Prozesszone dargestellt. In der Darstellung sind weiterhin die Zeitbereiche des Auftretens der einzelnen Werkstoffphasen, Ferrit, Austenit und Martensit, gekennzeichnet. Abb. 4.18.b zeigt die zeitbezogene Integralbreitenentwicklung für die beiden Messstellen außerhalb der Prozesszone. Da im Umgebungsmaterial keine Phasenumwandlungen stattfinden (vgl. Abb. 4.12.c bis f), bezieht sich diese Entwicklung ausschließlich auf die Integralbreite der Ferrit-Interferenzlinien. Eine grundsätzliche Gegenüberstellung beider Diagramme belegt, dass die Integralbreite durch die unterzogenen Phasenumwandlungen deutlich beeinflusst wird.

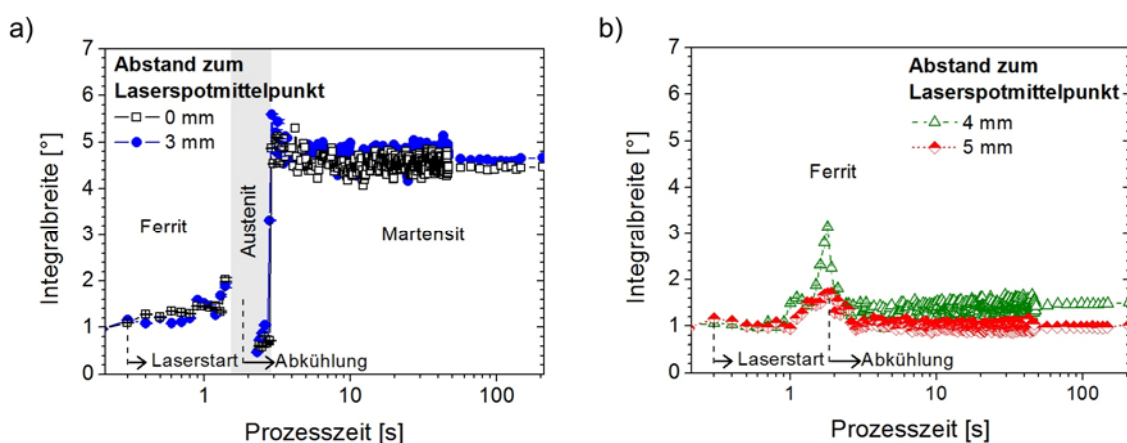


Abb. 4.18: Zeitliche Verteilung der Integralbreite für die Prozesszone (a) und für die lokalen Bereiche außerhalb der Prozesszone (b) während des Laserstandhärtens des Stahls 42CrMo4 unter $T_{A, \max}$ von 1150 °C, $v_{\text{Erw./Abkühl.}}$ von 1000 K/s unter Einsatz der Homogenisierungsoptik (Laserspotgröße 8×8 mm²)

Zunächst zeigen alle vier Verteilungen eine über die Prozesszeit kontinuierlich zunehmende Integralbreite der Interferenzlinien der Ferrit-Phase. Diese Zunahme lässt sich solange beobachten, bis die Abkühlung (vgl. Abb. 4.18 b) oder die Austenit-Umwandlung (vgl. Abb. 4.18 a) eintreten. Somit korrespondiert diese Erhöhung der Integralbreite mit der in Abb. 4.13 gezeigten Tendenz zunehmender thermischer Dehnung bzw. zunehmender Prozesstemperatur in der gleichen Zeitperiode. Weiterhin zeigt Abb. 4.18 b deutlich, dass die Abkühlung des nicht umgewandelten Umgebungsmaterials (des Ferrits) eine Abnahme der Integralbreite zur Folge hat. In einem Abstand von 5 mm zum Laserspotmittelpunkt nimmt die Linienbreite kontinuierlich von ca. $1,7^\circ$ beim Beginn der Abkühlung auf ca. 1° am Ende des Prozesses ab. Dieser Wert entspricht dem Integralbreitewert des Ausgangszustandes. Dies bedeutet, dass die Wärmebehandlung keine Änderungen des lokalen Verfestigungszustands bewirkt hat. Bei 4 mm Abstand zum Mittelpunkt der Prozesszone wird hingegen am Ende des Prozesses eine um ca. $0,5^\circ$ höhere Integralbreite gegenüber dem Wert des Ausgangszustands festgestellt.

Wird schließlich die Abkühlung für die Messstellen innerhalb der Prozesszone verfolgt (vgl. Abb. 4.18a), lässt sich zunächst feststellen, dass mit fortschreitender Abkühlung die Linienbreite der Austenit-Phase im Gegensatz zu den deutlich abnehmenden Integralbreiten des Umgebungsmaterials gleicher Zeitperiode (vgl. Abb. 4.18b) leicht zunimmt. Die anschließende martensitische Umwandlung bewirkt eine deutliche Erhöhung der Integralbreite von etwa $0,9^\circ$ der γ -Phase auf ca. $5,5^\circ$ der α' -Phase. Unmittelbar danach fällt die Integralbreite des Martensits innerhalb von etwa 7 s um insgesamt etwa $0,6^\circ$ kontinuierlich ab (vgl. Abb. 4.18a). Dieser Abfall korreliert mit dem zum selben Prozesszeitabschnitt aufgetretenen und in Abb. 4.14c gezeigten Abbau der mechanischen Spannung. Ferner lässt sich über den gesamten Prozessablauf für die Austenit- bzw. Martensitphase erkennen, dass für die Messstelle im Mittelpunkt des Laserspots eine um ca. $0,2^\circ$ bzw. $0,4^\circ$ niedrigere Integralbreite als die Linienbreite der Messstelle am Rande der Prozesszone charakteristisch ist. Angesichts der erkennbaren Streubreite der Datenwerte, die linienbreitenspezifisch bis zu etwa $\pm 0,3^\circ$ beträgt, wird bei der nachfolgenden Diskussion dieser Unterschied nicht näher betrachtet.

Temperaturbezogene Entwicklung der Vergleichsspannung

Da neben den Verzerrungseffekten auch die infolge einer Temperaturerhöhung eintretenden Wärmeschwingungen der Gitteratome sowie die elastische Verspannung von Versetzungen vor Hindernisse auch zu einer Verbreiterung der Interferenzlinien additiv beitragen (vgl. Kap. 2.1.2.1 sowie [159]), kann der Grad der elasto-plastischen Deformationen während ablaufender Wärmebehandlungsprozesse nicht eindeutig allein durch die Entwicklung der Integralbreiten bewertet werden. Um im Laufe der Laserwärmebehandlung die Prozesszeitpunkte bzw. -temperaturen ermitteln zu können, bei denen plastische Verformungen auftreten, wird die Vergleichsspannung

herangezogen. Die Vergleichsspannung für alle In-situ-Härteexperimente wurde nach der Gestaltänderungshypothese eines ebenen Spannungszustandes unter der Annahme $\sigma_{12} = 0$ berechnet (vgl. z. B. [160]):

$$\sigma^V = \sqrt{(\sigma_{11}^d)^2 + (\sigma_{22}^d)^2 - (\sigma_{11}^d \sigma_{22}^d) + 3\sigma_{12}^d}, \quad (4.28)$$

wobei σ_{11}^d bzw. σ_{22}^d die deviatorischen Spannungskomponenten in beiden Normalrichtungen (Radial- und Tangentialrichtung) sind. Überschreitet die lokal vorliegende Vergleichsspannung einen kritischen Spannungswert, die sogenannte Fließgrenze, bewirken gerichtete Versetzungsbewegungen eine lokale plastische Verformung. Liegt der Wert der Vergleichsspannung unterhalb der Fließgrenze, findet keine elasto-plastische Deformation statt.

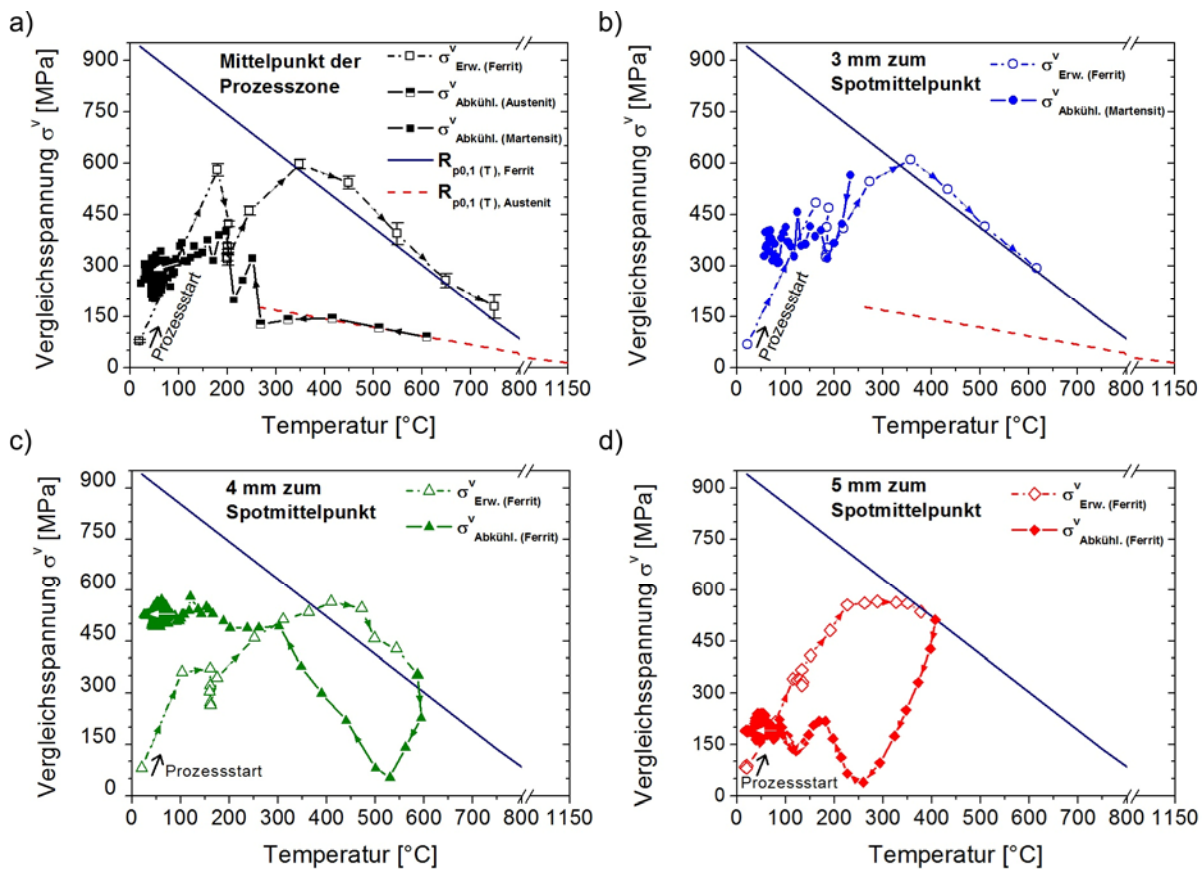


Abb. 4.19: Temperaturabhängige Verteilung der $R_{p0.1}$ -Dehngrenze und der Vergleichsspannung im Mittelpunkt der Prozesszone (a) sowie in einem Abstand von 3 mm (b), 4 mm (c) und 5 mm (d) zum Laserspotmittelpunkt während des Laserstandhärtens des Stahles 42CrMo4 unter $v_{\text{Erw./Abkühl.}} = 1000 \text{ K/s}$, $T_{A, \text{max.}}$ von 1150 °C unter Einsatz der Homogenisierungsoptik (Laserspotgröße $8 \times 8 \text{ mm}^2$)

Das Auftragen der Vergleichsspannungen über die Prozesstemperatur erlaubt einen direkten Vergleich mit den lokal vorliegenden temperaturabhängigen phasenspezifischen Fließgrenzen. Dadurch können qualitative Rückschlüsse auf die elasto-plastische Deformation während des Laserstrahlhärtens gezogen werden.

Das Ergebnis der o. a. Bestimmung ist als Funktion der Prozesstemperatur für jede der vier betrachteten Messstellen in Abb. 4.19 aufgetragen. Bei der Bestimmung der Vergleichsspannung für den Mittelpunkt und für den Rand der Prozesszone wurde nach der Erkenntnis aus Abb. 3.20 angenommen, dass innerhalb der Prozesszone ein Spannungszustand mit $\sigma_{\text{rad}} \approx \sigma_{\text{tan}}$ vorliegt. Die Prozesstemperatur für die Messstellen außerhalb der Prozesszone, bei denen keine Temperaturmessung durch das Pyrometer erfolgte, wurde anhand des linearen Zusammenhangs zwischen der thermischen Dehnung und dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten α_{th} berechnet. Dabei wurden die röntgenographisch bestimmten zeitlichen Verteilungen der thermischen Dehnung sowie die in [99] via Dilatometer ermittelten phasenspezifischen thermischen Ausdehnungskoeffizienten des Versuchswerkstoffes verwendet (vgl. z. B. Abb. 4.7 oder Kap. 4.1.4). Ergänzend wurde in das Diagramm die temperaturabhängige $R_{p0,1}$ -Dehngrenze als Fließgrenze der Werkstoffphasen Ferrit und Austenit aufgetragen. Diese temperaturabhängigen phasenspezifischen Fließgrenzen wurden für den vorliegenden Versuchswerkstoff anhand quasi-statischer Zugversuche bei höheren Temperaturen in [161] ermittelt, deren Dehnraten um eine Größenordnung kleiner sind als die lokal vorliegende Dehnraten im Mittelpunkt der Prozesszone der betrachteten Prozessvarianten.

Abb. 4.19a zeigt die charakteristische Spannungshysterese für den Mittelpunkt der Prozesszone. Nach Prozessstart erhöht sich die Vergleichsspannung mit zunehmender Temperatur. Bei einer Temperatur von ca. 350 °C überschreitet sie die lokal vorliegende Fließgrenze des Ferrits um etwa 100 MPa. Mit weiterer Temperaturerhöhung nimmt die Vergleichsspannung annähernd den Wert der Fließgrenze ein und nimmt kontinuierlich ab. Während der Abkühlung der austenitisierten Prozesszone tangiert die Vergleichsspannung die Fließgrenzenverteilung so lange, bis die Martensitumwandlung stattfindet. Da plastische Deformationen des martensitisch umgewandelten Versuchswerkstoffes nach [161] erst oberhalb von 1460 MPa entstehen würden, findet bis zur Abkühlung auf Raumtemperatur keine Überschreitung der Fließgrenze statt. Die o. a. Feststellungen gelten für den Rand der Prozesszone ebenso (vgl. Abb. 4.19b). Die Vergleichsspannung überschreitet die Fließgrenze des Ferrits bei etwa 350 °C. Die Verteilung der Vergleichsspannung nach der martensitischen Umwandlung bleibt unterhalb der temperaturabhängigen Fließgrenze des Martensits. Abb. 4.19.b zeigt allerdings keinen Vergleichsspannungsverlauf in der Austenitphase, da infolge der fehlenden thermischen Dehnung für diese Phase die entsprechende Prozesstemperatur nicht berechnet werden konnte. Außerhalb der Prozesszone, in einem Abstand von 4 mm zum Laserspotmittlepunkt, wird die Fließgrenze der Ferritphase bei etwa 400

°C während der Erwärmung überschritten. Während der Abkühlung bleibt die Vergleichsspannung kleiner als die vorliegende lokale Warmfließgrenze (vgl. Abb. 4.19c). In einem Abstand von 5 mm zum Mittelpunkt der Prozesszone überschreitet die Vergleichsspannung die Fließgrenze des Ferrits weder beim Erwärmen noch beim Abkühlen (vgl. Abb. 4.19d).

4.3.2 Variation der Bearbeitungsoptik (In-situ-Versuchsvariante B)

Um den in Kap. 3.4.3 festgestellten Einfluss der Bearbeitungsoptik auf das Prozessergebnis eindeutig diskutieren zu können, wird im Folgenden die zeitliche Entwicklung der Randschichteigenschaften des Versuchswerkstoffs am Beispiel der In-situ-Versuchsreihe B gezeigt. Dabei werden die Ergebnisse zweier Laserhärteexperimente, die unter der Verwendung der Spot-Optik (Laserfokus ca. \varnothing 3 mm) und der Homogenisierungsoptik (Laserfokus ca. $8 \times 8 \text{ mm}^2$) realisiert wurden, verglichen. Die beiden Experimente wurden mit den gleichen Laserprozessparametern, einer maximalen Prozess Temperatur von 1150 °C und einer Erwärmungs- und Abkühlrate von 1000 K/s, durchgeführt. Beugungsdaten wurden stets für den Mittelpunkt der Prozesszone aufgezeichnet. Dabei handelt es sich im Fall des Laserstandhärtens unter Einsatz der Homogenisierungsoptik um die selben Ergebnisse, die im letzten Abschnitt für den Mittelpunkt der Prozesszone gezeigt wurden.

Temperatur-Zeit-Verlauf

In Abb. 4.20a sind die vom Pyrometer registrierten Temperatur-Zeit-Verläufe gegenübergestellt. In der gleichen Darstellung ist die zeitliche Temperaturvorgabe (durchgezogene Kurve) ergänzend aufgeführt. Abb. 4.20b gibt die Änderung der IST-Temperatur pro Zeiteinheit (Rate) als Funktion der Prozesszeit wieder. Diese zeitliche Verteilung entspricht der Verteilung der Erwärmungs- und Abkühlraten.

Abb. 4.20a zeigt für das Härten der definierten Probengeometrie mit einer Spotgröße von $8 \times 8 \text{ mm}^2$, dass für den Abkühlverlauf unterhalb 380 °C die SOLL- und die IST-Temperaturverteilung voneinander abweichen. Währenddessen zeigt die Gegenüberstellung der Temperaturgrößen des unter dem Einsatz der Spot-Optik realisierten Härteexperiments eine sehr gute Übereinstimmung mit der Sollrate. Der Einfluss der Laserspotgröße auf die zeitliche Temperaturverteilung wird ebenfalls aus Abb. 4.20b erkennbar. Bei einer Prozesszeit $t > 2,5 \text{ s}$ tritt bei der mit der Homogenisierungsoptik belichteten Versuchsprobe eine kontinuierliche Abnahme der Abkühlrate von ca. 1000 K/s auf ca. 100 K/s auf. Der unter Einsatz der Spot-Optik durchgeführte Laserhärteprozess weist dagegen über den gesamten Versuchsablauf hinweg eine Abkühlrate von etwa 1000 K/s auf, die der vorgegebenen Abkühlgeschwindigkeit entspricht.

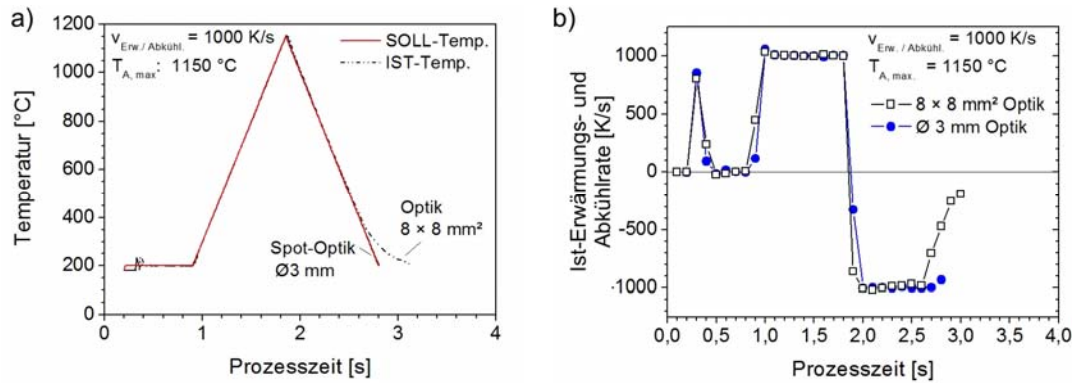


Abb. 4.20: Temperatur-Zeit-Kurven (a) und Dehnraten (b) für den Mittelpunkt des Laserspots während des Laserrandschichthärtens unter $T_{A, \max.}$ von 1150 °C, $v_{Erw./Abkühl.}$ von 1000 K/s unter Einsatz der Homogenisierungsoptik (Spotgröße $8 \times 8 \text{ mm}^2$) und der Spot-Optik (Spotgröße $\text{Ø} 3 \text{ mm}$)

Phasenumwandlung während des Härteprozesses

Die zeitliche Abfolge der registrierten Interferenzlinienpaare wird analog zum Kapitel 4.3.1 zur Beschreibung des zeitlichen und temperaturabhängigen Phasenumwandlungsgeschehnisses herangezogen. Dem in Abb. 4.12a gezeigten 2D-Konturplot wird in Abb. 4.21 die zeitliche Abfolge der Interferenzlinien für das Laserexperiment mit der Spot-Optik gegenübergestellt. Weiterhin ist in beiden Teilbildern die Temperaturverteilung hinzugefügt. Die Interferenzlinien unterschiedlicher Phasen sind kenntlich gemacht und die Phasenbereiche beschriftet.

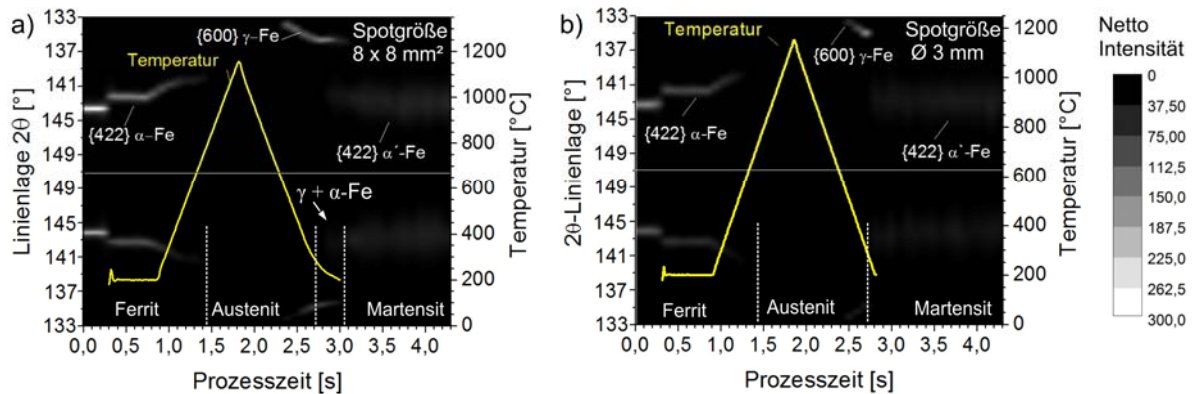


Abb. 4.21: Zeitliche Abfolge der durch Detektor 1 und Detektor 2 aufgenommenen Interferenzlinien in der Mitte der Prozesszone während des Laserstandhärtens unter $T_{A, \max.}$ von 1150 °C, $v_{Erw./Abkühl.}$ von 1000 K/s unter Einsatz der Homogenisierungsoptik (a) und der Spot-Optik (b)

Die Gegenüberstellung beider 2D-Konturplots zeigt, dass die Laserspotgröße keinen erkennbaren Einfluss auf die Abfolge der Phasenumwandlung hat. Für beide Varianten wandelt sich

beim Erwärmen die Ferritphase in die Austenitphase, die schließlich beim Abkühlen in Martensit transformiert wird. Die Statistik der durch die Detektoren gezählten Photonen hat sich mit abnehmender Größe des Laserspots allerdings geringfügig verschlechtert. Dies lässt sich anhand der dargestellten Intensitäten der Interferenzlinien nach der Untergrundkorrektur (der Netto-Intensitäten) erkennen. Die schlechtere Zählstatistik hat allerdings keinen direkten Bezug auf die Größe des Laserfokus. Da der Querschnitt des Primärstrahls um etwa 45 % wegen des schmäleren Laserspots verkleinert wurde, nimmt als Konsequenz davon die Ortsauflösung zu und schließlich die Anzahl der registrierten gebeugten Photonen ab. Der schlechteren Zählstatistik zufolge wird beim Abkühlen eine geringere Anzahl auswertbarer Interferenzlinien der Austenit-Phase registriert. Demzufolge lässt sich während der Martensit-Umwandlung keine Zweiphasigkeit beobachten, die für den Fall des Standhärtens mit der Homogenisierungsoptik in Abb. 4.21a zu sehen ist bzw. in Kap. 4.3.1 erläutert wurde.

Zeitliche Entwicklung der Dehnungs- und Spannungskenngrößen

Abb. 4.22 stellt die zeitliche Verteilung der thermischen (a) und elastischen (c) Dehnungen sowie der mechanischen Spannungen (d) für den Mittelpunkt der Prozesszonen beider Laserhärtevarianten im Vergleich dar. Aus dem zeitlichen Verlauf der thermischen Dehnung wurde analog zum Kap. 4.3.1 die Prozesstemperatur unterhalb 180 °C berechnet und zusammen mit der pyrometrisch aufgezeichneten Temperatur in Abb. 4.22b als Funktion der Zeit aufgetragen.

Nach Abb. 4.22a lässt sich bis zum Zeitpunkt der martensitischen Umwandlung eine vergleichbare Verteilung der thermischen Dehnung beider betrachteten Härteprozesse erkennen. Mit dem Start des Lasers und zunehmender Temperatur nimmt die thermische Dehnung kontinuierlich zu. Eine Abnahme der Prozesstemperatur führt erwartungsgemäß zur Abnahme der thermischen Dehnung, und respektive zur Materialkontraktion in der Martensitphase. Dabei erfolgt sie im Fall des Laserhärtens unter Einsatz der kleineren Spot-Optik deutlich schneller als beim Härten mit der Homogenisierungsoptik. Dies lässt sich noch deutlicher erkennen, wenn die beiden berechneten Temperaturenverteilungen aus Abb. 4.22b miteinander verglichen werden. Je kleiner die Laserspotgröße ist, desto schneller kühlt der entsprechende lokale Bereich in der Mitte der Prozesszone ab. Somit bestätigen die röntgenographisch gewonnenen Ergebnisse die Erkenntnisse der durch das Pyrometer erzielten und in Abb. 4.20 dargestellten Ergebnisse.

Die zeitliche Entwicklung der elastischen Dehnung und der deviatorischen Spannung, die in Abb. 4.22 c und d dargestellt ist, bleibt bei einer Abnahme der Laserspotgröße von etwa $8 \times 8 \text{ mm}^2$ auf ca. $\varnothing 3 \text{ mm}$ in den Phasen Ferrit und Austenit weitgehend unverändert. Der wesentliche Einfluss der Bearbeitungsoptik lässt sich erst unmittelbar nach der Martensitbildung erkennen. Dabei bilden sich beim Härten unter Einsatz der Homogenisierungsoptik phasenspezifische Druckspannungen in Höhe von ca. -350 MPa aus.

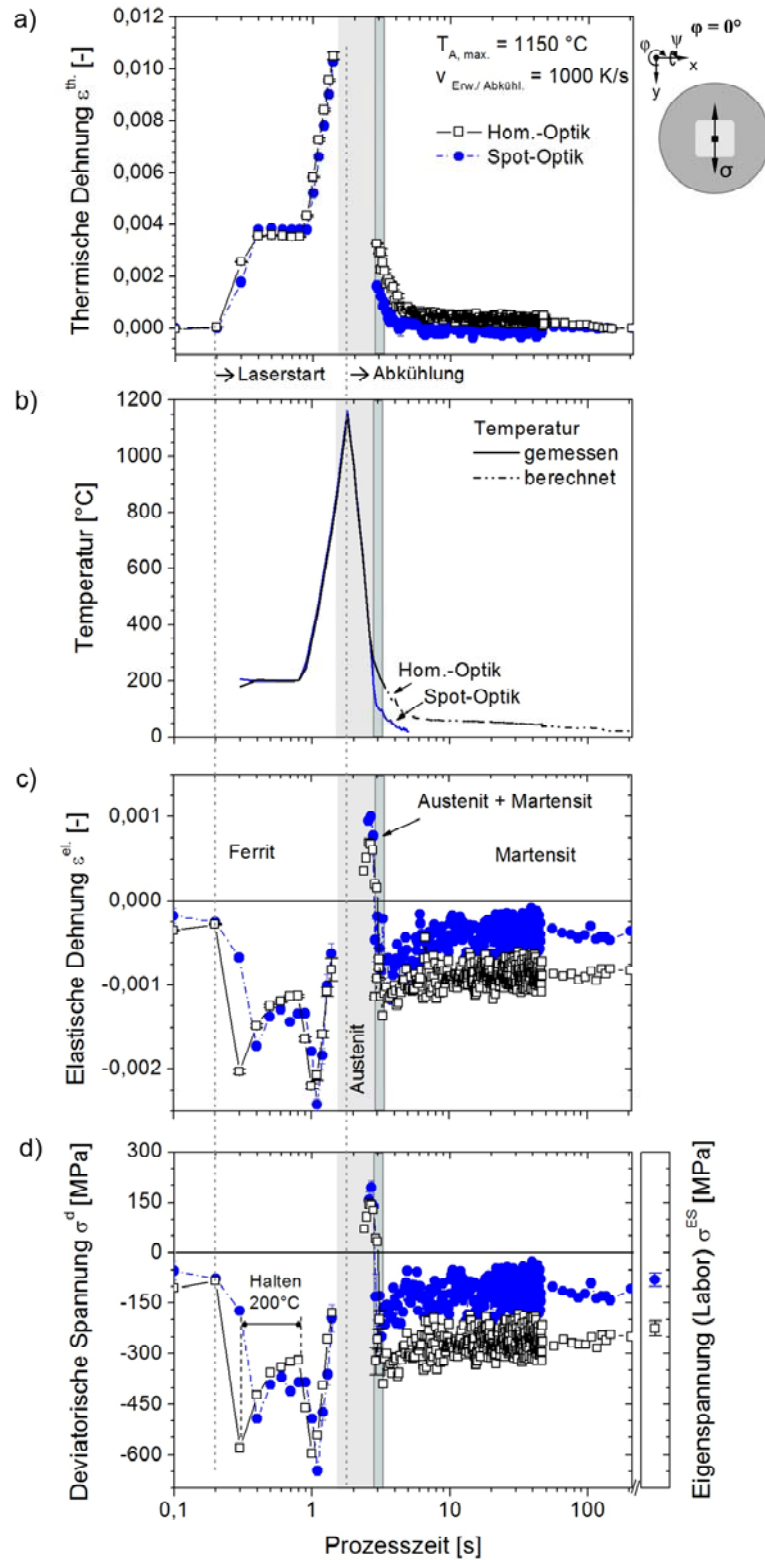


Abb. 4.22: Zeitliche Entwicklung der thermischen Dehnung (a), der Prozesstemperatur (b), der elastischen Dehnung (c) und der mechanischen Spannung sowie die unter Einsatz konventioneller Röntgenstrahlung ex-situ bestimmte Eigenstress (d) während des Laserstandhärtens mit $T_{A, max.} = 1150 \text{ }^\circ\text{C}$ und Erwärmungs- und Abkühlraten von 1000 K/s s unter Einsatz der Homogenisierungsoptik (Laserspotgröße $8 \times 8 \text{ mm}^2$) und der Spot-Optik (Laserspotgröße $\varnothing 3 \text{ mm}$)

Die Spannungen in der Martensitphase gleicher Prozesszeit betragen bei der Laserwärmebehandlung mit der Spot-Optik nur etwa -170 MPa. Dieser Unterschied bleibt während der weiteren Abkühlung über die Zeit nahezu konstant. Schließlich bewirkt der Einsatz der Spot-Optik beim Abkühlen auf Raumtemperatur die Ausbildung von Druckeigenstressungen, die etwa -75 MPa betragen. Nach dem Härteprozess mit der Homogenisierungsoptik werden Druckeigenstressungen in Höhe von etwa -210 MPa gemessen. Unter Berücksichtigung der statistischen Streubreite stimmen diese Ergebnisse mit den Ergebnissen, die nach dem konventionellen $\sin^2\psi$ -Verfahren ex-situ gewonnen wurden, näherungsweise überein (vgl. Abb. 4.22d).

Zeitliche Entwicklung der Integralbreite

Die Größe des martensitisch umgewandelten Bereiches hat, wie exemplarisch in Abb. 4.23 für das Laserstandhärten mit der Homogenisierungsoptik und der Spot-Optik gezeigt ist, keinen Einfluss auf die zeitliche Entwicklung der Integralbreite im Mittelpunkt der Prozesszone für die Ferrit- und Austenitphase. Mit zunehmender Prozesszeit nehmen die Integralbreiten sowohl in der Ferrit als auch in der Austenitphase kontinuierlich zu. Dabei lässt sich keine eindeutige Abhängigkeit der Integralbreite von der Laserspotgröße erkennen. Nach der martensitischen Umwandlung weisen beide Verteilungen ein Maximum bei ca. $5,2^\circ$ auf. Während die Integralbreite des Prozesses, der mit der Spot-Optik betrieben wird, eine homogene Verteilung bis zum Abkühlen auf Raumtemperatur aufweist, nimmt die Linienbreite der mit der Homogenisierungsoptik bearbeiteten Prozesszone innerhalb der ersten fünf bis zehn Sekunden nach der Umwandlung um etwa $0,5^\circ$ ab. Dieser Unterschied wird bis zum Abkühlen auf Raumtemperatur beibehalten.

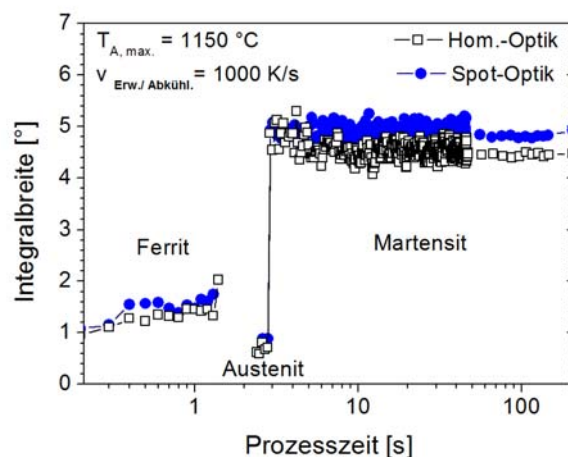


Abb. 4.23: Zeitliche Entwicklung der Integralbreite während des Laserstandhärtens mit $T_{A, \max.}$ von $1150\text{ }^\circ\text{C}$, $v_{\text{Erw./Abkühl.}}$ von 1000 K/s unter Einsatz der Homogenisierungsoptik (Laserspotgröße $8 \times 8\text{ mm}^2$) und der Spot-Optik (Laserspotgröße $\varnothing 3\text{ mm}$)

Temperaturbezogene Entwicklung der Vergleichsspannung

Analog zu Abb. 4.19 wurde aus der mechanischen Spannung die Vergleichsspannung für den Mittelpunkt der Prozesszone berechnet und zusammen mit der lokal vorliegenden Fließgrenze des Versuchswerkstoffes in Abb. 4.24 für die beiden Laserhärteexperimente aufgetragen.

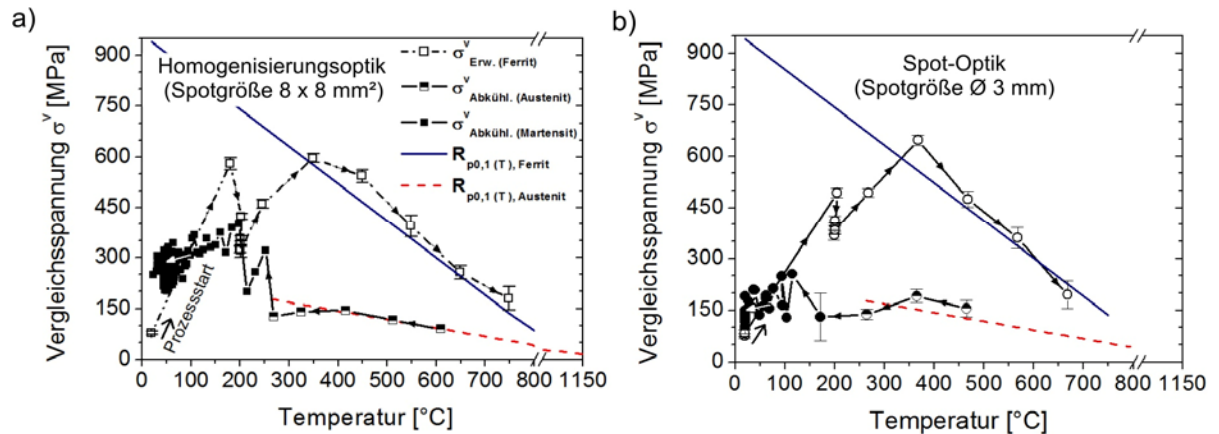


Abb. 4.24: Entwicklung der Vergleichsspannung während des Laserstandhärtens mit $T_{A, \max.}$ von 1150 °C, $v_{\text{Erw./Abkühl.}}$ von 1000 K/s unter Einsatz der Homogenisierungsoptik (Laserspotgröße 8 × 8 mm²) und der Spot-Optik (Laserspotgröße Ø 3 mm)

Während der Erwärmungsphase oberhalb von 350 °C wird die temperaturabhängige Fließgrenze durch die vorliegende Vergleichsspannung beider Prozessvarianten um maximal 100 MPa überschritten (Abb. 4.24a und b). Beim Abkühlen zwischen 600 °C und 300 °C erreicht die Vergleichsspannung die Fließgrenze des Austenits. Nach der Martensitumwandlung liegt die Vergleichsspannung mit Werten von ca. 300 MPa für das Laserexperiment mit der Homogenisierungsoptik (vgl. Abb. 4.24a) bzw. ca. 150 MPa für die Spot-Optik (vgl. Abb. 4.24b) weit unterhalb der Fließgrenze der Martensitphase.

4.3.3 Variation der maximalen Prozesstemperatur (In-situ-Versuchsvariante C)

Anhand der In-situ-Versuchsreihe C (vgl. Tab. 4.4) wurden zwei Randschichtzustände erzeugt und zeitaufgelöste Daten zur Phasen- und Spannungsentwicklung während des Standhärtens bei variierender maximaler Prozesstemperatur, von 850 °C und von 1150 °C gewonnen. Die beiden In-situ-Laserhärteexperimente wurden unter Einsatz der Spot-Bearbeitungsoptik (Spotgröße Ø 3 mm) und mit Erwärmungs- und Abkühlraten von 1000 K/s durchgeführt. Die im Folgenden dargestellten Ergebnisse bezwecken die Unterstützung der nachfolgenden Diskussion der in Kap. 3.4.4 vorgestellten Befunde zum Einfluss der maximalen Prozesstemperatur auf die Eigenspannungsentstehung.

Temperatur-Zeit-Verlauf

In Abb. 4.25a werden die durch das Pyrometer aufgenommenen Temperatur-Zeit-Kurven mit der Temperatur-Zeit-Vorgabe beider betrachteten Versuchsvarianten verglichen. Abb. 4.25b gibt analog zu Abb. 4.20b die berechneten reellen Dehnraten wieder.

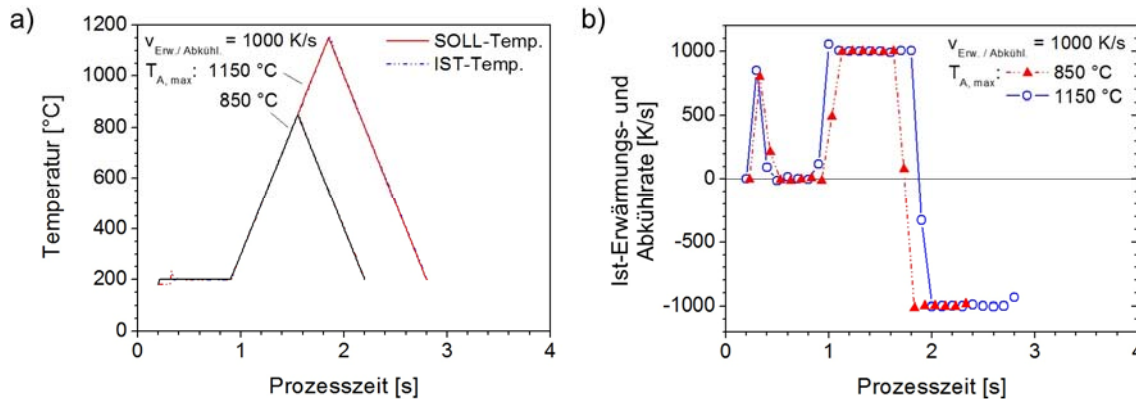


Abb. 4.25: Temperatur-Zeit-Kurven (a) und Ist-Aufheiz- und Abkühlraten (b) für den Mittelpunkt des Laserspots während des Laserrandschichthärtens unter $v_{\text{Erw./Abkühl.}} = 1000 \text{ K/s}$, dem Einsatz der Spot-Optik (Laserspotgröße ca. $\varnothing 3 \text{ mm}$) und einer variierenden maximalen Prozess-temperatur von $850 \text{ }^\circ\text{C}$ und $1150 \text{ }^\circ\text{C}$

Die dargestellten Temperatur-Zeit-Verläufe weisen keine nennenswerten Unterschiede zur definierten SOLL-Temperaturverteilung auf. Diese Übereinstimmung wird ebenfalls durch Abb. 4.25b anhand der berechneten wahren Erwärmungs- und Abkühlgeschwindigkeiten bestätigt. Beide Prozessvarianten weisen innerhalb des pyrometrisch erfassten Temperaturbereichs eine annähernd konstante Aufheiz- und Abschreckgeschwindigkeit auf, die sich den Sollwert von 1000 K/s annähert. Die Zunahme der maximalen Prozess-temperatur von $850 \text{ }^\circ\text{C}$ auf $1150 \text{ }^\circ\text{C}$ hat für die verwendete Probengeometrie und die eingesetzte Bearbeitungsoptik keinen Einfluss auf die Aufheiz- und Abschreckraten oberhalb einer Prozess-temperatur von $200 \text{ }^\circ\text{C}$.

Phasenumwandlung während des Härteprozesses

Exemplarisch für die beiden ausgewählten Prozessvarianten ist die phasenbezogene Prozessentwicklung anhand von 2D-Konturplots der in Echtzeit registrierten Diffraktogramme in Abb. 4.26 zusammengefasst. Je nach Linienlage der Interferenzlinien wurden die entsprechenden Werkstoffphasen identifiziert und in der Darstellung kenntlich gemacht. Ergänzend dazu ist die gemessene Prozess-temperatur als Funktion der Prozesszeit eingetragen.

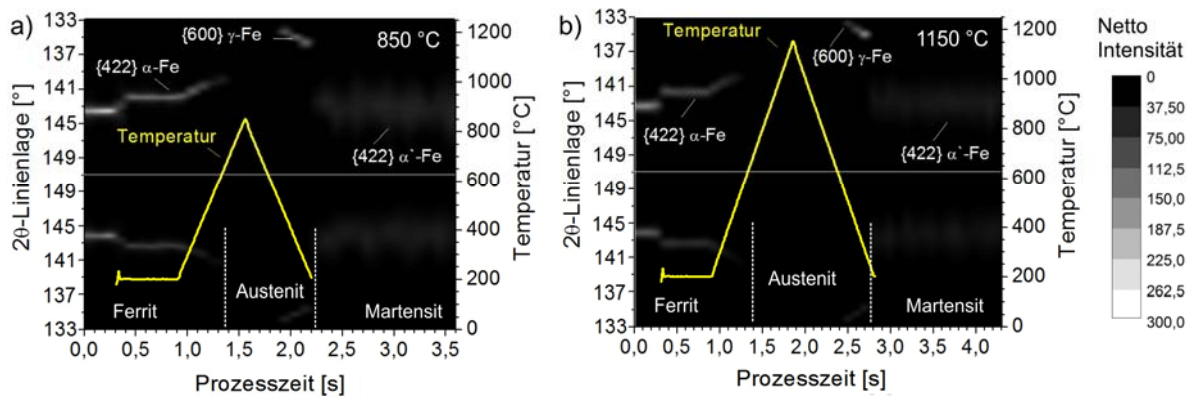


Abb. 4.26: Zeitliche Abfolge der Interferenzlinien während des Laserrandschichthärtens unter $v_{\text{Erw./Abkühl.}}$ von 1000 K/s, dem Einsatz der Spot-Optik (Laserspotgröße ca. \varnothing 3 mm) und einer variierenden maximalen Prozesstemperatur von 850 °C (a) und 1150 °C (b). Daten für den Mittelpunkt der Prozesszone

Aus Abb. 4.26 ist ersichtlich, dass die Abnahme der maximalen Prozesstemperatur von 1150 °C auf 850 °C keinen wesentlichen Einfluss auf das Phasenumwandelungsgeschehen hat. Die Abfolge der Phasentransformationen ist gegenüber den Befunden der letzten beiden Versuchsreihen annähernd gleich geblieben. Die ferritische Phase des Ausgangszustands wandelt sich bei höheren Prozesstemperaturen in Austenit um. Der Umwandlungsbeginn ist, wie in Kap. 4.3.1 erwähnt, angesichts des begrenzten Messbereichs des Lineardetektoren nicht registriert worden. Die ersten Austenit-Interferenzlinien sind während der Abkühlphase erst unterhalb 500 °C ersichtlicht. Im Temperaturbereich von ca. 340 °C bis ca. 150 °C, den M_S - und M_F -Temperaturen für den Versuchswerkstoff bestimmt via Dilatometrie [99], sind aufgrund der Zählstatistik entweder nur Austenit- oder nur Martensit-Interferenzlinien detektiert worden. Dies bedeutet, dass bei keiner der beiden Versuchsvarianten eine Zweiphasigkeit anhand dieser experimentellen Daten bewiesen werden kann. Ferner zeigt der weitere Abgleich mit der Temperaturverteilung, dass eine Erhöhung der maximalen Austenitisierungstemperatur keinen signifikanten Einfluss auf die M_S -Temperatur hat. Die ersten auswertbaren Reflexe der Martensitphase wurden für alle Prozessvarianten bei ca. 270 °C registriert.

Zeitliche Entwicklung der Dehnungs- und Spannungskenngrößen

Die Ergebnisse der In-situ-Beugungsanalysen sind graphisch in Abb. 4.27a bis d dargestellt. Auf der Abszisse sind jeweils die thermischen Dehnungen (a), die gemessene sowie die aus den thermischen Dehnungen berechnete Prozesstemperatur (b), die elastischen Dehnungen (c) und die mechanischen Spannungen (d) aufgetragen. Auf der Ordinate ist die Prozesszeit dargestellt. Abb. 4.27d zeigt die Eigenspannungen, die im Endzustand nach dem $\sin^2\psi$ -Verfahren der RSA unter Verwendung konventionell erzeugter Röntgenstrahlung bestimmt wurden.

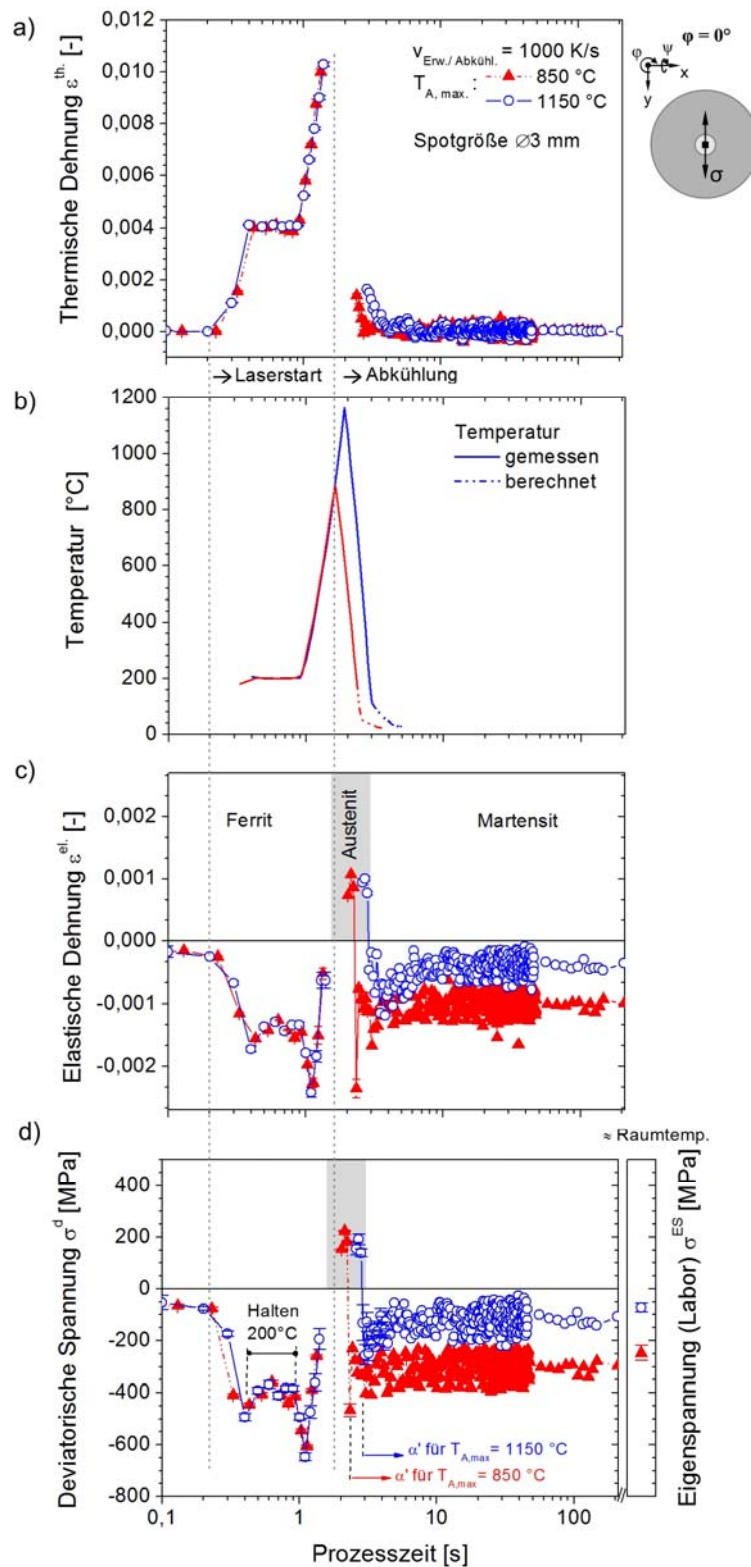


Abb. 4.27: Zeitliche Entwicklung der thermischen Dehnung (a), der Prozesstemperatur (b), der elastischen Dehnung (c) und der mechanischen Spannung sowie die unter Einsatz konventioneller Röntgenstrahlung ex-situ bestimmte Eigenspannung (d) während des Laserrandschichthärtens unter $v_{Erw./Abkühl.}$ von 1000 K/s, Einsatz der Spot-Optik (Laserspotgröße ca. $\varnothing 3 \text{ mm}$) und einer variierenden maximalen Prozesstemperatur von 850 °C und 1150 °C

Die zeitliche Entwicklung der thermischen Dehnungen beider Prozessvarianten ähnelt dem in Kap. 4.3.1 beschriebenen exemplarischen Verlauf der thermischen Dehnungen beim Laserstandhärten von Stählen. Höhere Prozesstemperaturen führen zu einer lokalen Zunahme der thermischen Ausdehnung und schließlich zur lokalen Materialexpansion der Prozesszone. Während des Abkühlvorgangs erfolgt die umgekehrte Materialbeanspruchung. Demzufolge findet eine thermisch bedingte lokale Materialkontraktion statt. Für die gewählte Probengeometrie und den verwendeten Laserspot (Spotgröße ca. \varnothing 3 mm) lässt sich bis ca. 200 °C kein tendenzieller Einfluss der maximalen Prozesstemperatur auf die quantitative Entwicklung der thermischen Dehnung erkennen. Unterhalb von 200 °C zeigt sich mit Zunahme von $T_{A, \max}$ eine geringfügige Abnahme der Steigung des zeitlichen Verlaufs der thermischen Dehnung bzw. der Temperatur. Dies bedeutet, dass für die gewählte Probengeometrie und Laserspotgröße die Zunahme der maximalen Prozesstemperatur eine Absenkung der Ist-Abkühlrate unterhalb 200 °C bewirken kann.

Die in Abb. 4.27c und d dargestellten Ergebnisse zur Dehnungs- bzw. Spannungsentwicklung weisen qualitativ vergleichbare Verteilungen zu den bereits in Abb. 4.22 und Abb. 4.14 gezeigten zeitlichen Verteilungen der gleichen Prozessgrößen auf. Mit zunehmender thermischer Dehnung bilden sich im Ferrit stark inhomogene Druckspannungen aus, die ihr Vorzeichen beim Abkühlen des Austenits wechseln und wiederum in den Druckspannungsbereich nach der Martensitbildung wirken. Die Prozesstemperatur hat keinen wesentlichen Einfluss auf den quantitativen Verlauf der Druckspannungen während der Erwärmungsphase, da bis 850 °C die beiden Prozessvarianten der gleichen thermischen Beanspruchungen ausgesetzt sind. Während der Abkühlung der austenitisierten Bereiche sind vergleichbare Zugspannungen in Höhe von ca. 200 MPa gemessen worden. Die Zunahme der maximalen Austenitisierungstemperatur verschiebt zwar die Verteilung der Spannung in der Austenitphase an spätere Zeitpunkte, bewirkt aber keine signifikanten quantitativen Änderungen in ihrer Entwicklung. Unmittelbar nach der Martensitumwandlung wird festgestellt, dass eine Absenkung der maximalen Austenitisierungstemperaturen von 1150 °C auf 850 °C zur Zunahme der Druckspannungen von ca. -200 MPa auf etwa -400 MPa beiträgt. Folglich lässt sich der Einfluss der Prozesstemperatur erst nach dem zweiten Vorzeichenwechsel, d. h. nach/bei der Martensitbildung, deutlich erkennen. Die fortschreitende Probenabkühlung bewirkt für die Prozessvariante, die auf 1150 °C austenitisiert wurde, die charakteristische betragsmäßige Abnahme der Druckspannungen bis zum Zeitpunkt der homogenen Abkühlung der oberflächennahen Materialschichten. Ihr Wert fällt von ca. -200 MPa auf ca. -100 MPa und verläuft anschließend annähernd konstant. Für eine maximale Kontrolltemperatur in Höhe von 850 °C stellt sich nach der Martensitbildung dagegen ein stationärer Zustand, bei welcher die Druckspannungen homogen bis zum Abkühlung auf Raumtemperatur verlaufen und zur Entstehung der Eigenspannungen beitragen. Im Mittel betragen die Druckeigenspannungen etwa $-290 \text{ MPa} \pm 90 \text{ MPa}$.

Somit sind sie vergleichbar mit dem Eigenspannungsbetrag, der im Endzustand im Röntgenlabor gemessen wurde.

Zeitliche Entwicklung der Integralbreite

In Abb. 4.28 werden die zeitlichen Verteilungen der Integralbreiten beider Prozessvarianten miteinander verglichen. Mit zunehmender Prozesslaufzeit nimmt übereinstimmend mit den Ergebnissen aus Kap. 4.3.1 und 4.3.2 der Wert der Integralbreite in der Ferrit- und Austenitphase kontinuierlich zu.

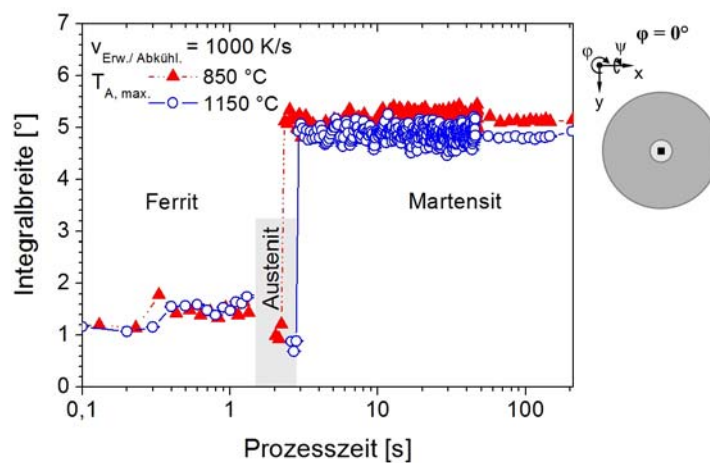


Abb. 4.28: Zeitliche Entwicklung der Integralbreite der Röntgeninterferenzlinien während des Laserstandhärtens unter $v_{\text{Erw./Abkühl.}} = 1000 \text{ K/s}$, dem Einsatz der Spot-Optik (Laserspotgröße ca. $\varnothing 3 \text{ mm}$) und variierenden maximalen Prozesstemperaturen $T_{\text{A, max}}$ von 850 °C und 1150 °C

Eine Erhöhung der maximalen Prozesstemperatur bewirkt keine nennenswerte Änderung der Integralbreite in der Ferrit-Phase. In der Austenit- und der Martensit-Phase weist die Prozessvariante, die auf 1150 °C austenitisiert wurde, eine geringfügig niedrigere Integralbreite gegenüber der Integralbreite des bei $T_{\text{A, max}}$ von 850 °C durchgeführten Laserexperiments auf. Diese Differenz beträgt maximal etwa $0,3^\circ$ und bleibt während der Abkühlung der Martensitphase annähernd konstant.

Temperaturbezogene Entwicklung der Vergleichsspannung

Abb. 4.29a stellt die Vergleichsspannung als Funktion der Temperatur für den bei 850 °C austenitisierten Zustand dar. In Abb. 4.29b ist die Vergleichsspannung der mit $T_{\text{A, max}}$ von 1150 °C gehärteten Probe wiedergegeben. Außerdem sind in den Abbildungen die temperaturabhängigen Fließgrenzen des Versuchswerkstoffes für die Ferrit- und die Austenitphase aufgetragen.

Für beide Prozessvarianten lässt sich deutlich erkennen, dass während der Erwärmung die lokal vorliegende Vergleichsspannung die Fließgrenze bei einer Temperatur von ca. 350 °C überschreitet. Oberhalb dieser Temperatur verlaufen die Vergleichsspannung und die temperaturbedingte Fließgrenze qualitativ und quantitativ annähernd identisch. Beim Abkühlen aus der Austenitphase stellen sich für beide Prozessmodifikationen Vergleichsspannungswerte ein, die annähernd auf oder geringfügig oberhalb der Fließgrenze liegen. Die Vergleichsspannung der martensitisch umgewandelten Prozesszone liegt unterhalb der $R_{p0,1}$ -Dehngrenze des Martensits.

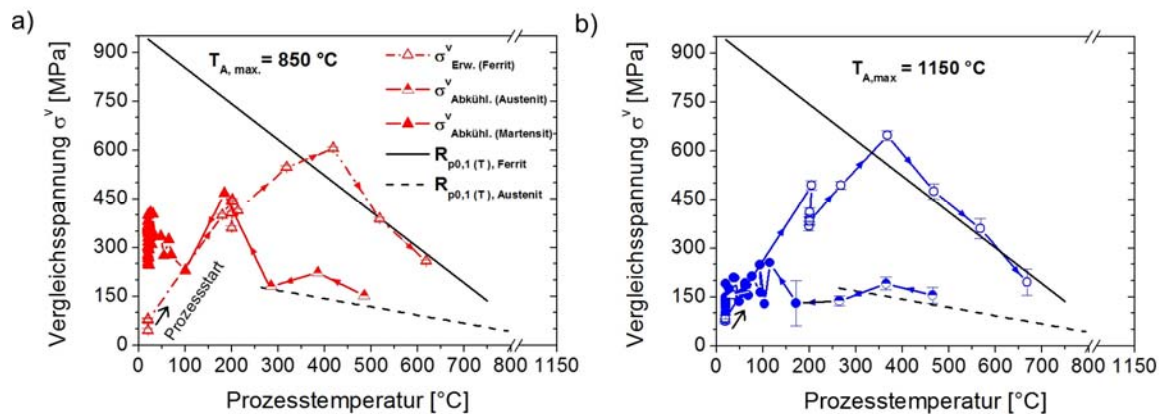


Abb. 4.29: Temperaturbedingte Entwicklung der Vergleichsspannung während des Laserstandhärtens unter $v_{\text{Erw./Abkühl.}}$ von 1000 K/s, dem Einsatz der Spot-Optik (Laserspotgröße ca. \varnothing 3 mm) und variierenden maximalen Prozessstemperaturen $T_{A,max}$ von 850 °C (a) und 1150 °C (b). Daten für den Mittelpunkt der Prozesszone

4.4 Vergleich der Spannungen mit dem Simulationsergebnis

Der Vergleich zwischen den Ergebnissen der In-situ-Beugungsanalysen und der Prozesssimulation erfolgt für den Mittelpunkt der Prozesszone am Beispiel der In-situ-Versuchsreihe A. Es wird die zeitliche Entwicklung der Temperatur-, Dehnungs- und Spannungsprozessgrößen miteinander verglichen. Das Experiment ist mit einer maximalen Austenitisierungstemperatur $T_{A, \max}$ von 1150 °C und Erwärmungs- und Abkühlraten $v_{\text{Erw./Abkühl.}}$ von 1000 K/s unter Einsatz der Homogenisierungsoptik und der He-Schutzgasatmosphäre durchgeführt worden. Für die numerische Abbildung des Laserhärteprozesses ist eine Wärmequelle mit einer der Strahlintensität der Homogenisierungsoptik annähernd vergleichbaren Wärmeflussverteilung sowie der gleiche Temperatur-Zeit-Vorgabe verwendet. Nach [162] ist zudem der Wärmeübertragungskoeffizient für He-Gas für das definierte Probenmodell berechnet und in das Simulationsmodell einbezogen worden.

Abb. 4.30.a stellt die experimentell bestimmten thermischen Dehnungen mit den anhand der Prozesssimulation berechneten thermischen Dehnungen prozesszeitbezogen im Vergleich dar. Auffallend ist, dass beide Verteilungen qualitativ und quantitativ sehr gut übereinstimmen. Die zeitliche Entwicklung der Prozesstemperatur des Experiments und der Simulation, die in Abb. 4.30b gezeigt sind, bestätigen die Erkenntnis, dass die Randschichten einer ähnlichen thermischen Beanspruchung sowohl im Experiment als auch bei der Prozesssimulation ausgesetzt sind. Das ist ein Beleg dafür, dass die Wärmequelle durch die Simulation in guter Näherung abgebildet wurde.

Die zeitabhängige Entwicklung der elastischen Dehnung und der mechanischen Spannung sind in Abb. 4.30c und d wiedergegeben. Die simulierten Verteilungen zeigen über den gesamten Prozesszeitverlauf bis zur berechneten Temperatur M_F eine gute qualitative Übereinstimmung mit den experimentellen Befunden. Nach abgeschlossener martensitischer Umwandlung nimmt die berechnete Spannung kontinuierlich betragsmäßig zu, während die anhand des 2-Detektor-Messansatzes ermittelte Spannung zunächst geringfügig abnimmt und anschließend homogen bis zum Ende des Prozesses verläuft. Quantitativ lässt sich sowohl in der Ferrit- als auch in der Austenitphase eine gute Vergleichbarkeit feststellen. Lediglich im Bereich der maximalen Druckspannungen (bei etwa 1 s) sowie bei dem ausgeprägten Zugspannungsmaximum in der Austenitphase bei einer Prozesszeit von etwa 2,5 s sind größere Abweichungen der berechneten Verläufe gegenüber den röntgenographischen Messwerten zu erkennen. Ein weiterer nennenswerter Unterschied zeigt sich zum Prozessbeginn (bei etwa 0,3 s), bei dem die simulierten Spannungen unterschätzt werden. Für die Ferrit- und Austenitphase liegen die restlichen Abweichungen beider Verläufe im Streubereich der In-situ-Messung, die für die Ferritphase des Versuchswerkstoffs bei der vorhandenen Zählstatistik etwa ± 25 MPa beträgt (vgl. Abb. 4.17).

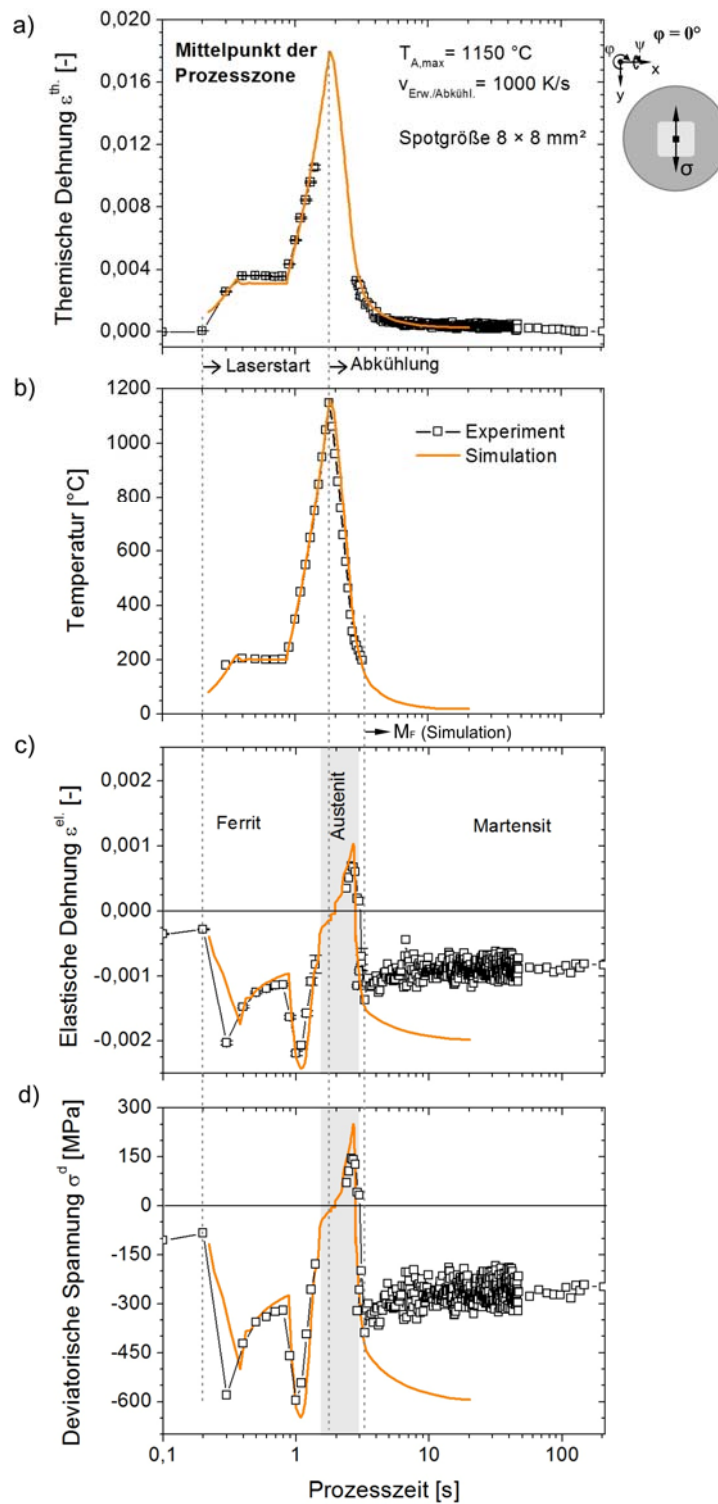


Abb. 4.30: Gegenüberstellung der simulierten und der experimentell aufgenommenen Verteilungen zur zeitabhängigen Entwicklung der thermischen Dehnung (a), der Prozesstemperatur (b), der elastischen Dehnung (c) und der deviatorischen Spannung (d) während des Laserstandhärtens mit $T_{A,max}$ von $1150 \text{ } ^\circ\text{C}$, $V_{Erw./Abkühl.}$ von 1000 K/s und einer Laserspotgröße von $8 \times 8 \text{ mm}^2$

Unmittelbar nach der martensitischen Umwandlung (vgl. die Temperatur M_F in Abb. 4.31) bilden sich laut Simulation Spannungswerte, die bei ca. -450 MPa liegen. Das Experiment zeigt zum selben Zeitpunkt eine Spannung von etwa -350 MPa. Mit fortschreitender Abkühlung laufen die beiden Spannungsverteilungen auseinander. Die Simulation zeigt eine kontinuierliche Zunahme der Druckspannungen ausgehend von etwa -450 MPa bis auf etwa -600 MPa. Die experimentell ermittelte deviatorische Spannung nimmt von -350 MPa bis auf ca. -250 MPa ab und trägt zur Ausbildung von Druckeigenstressungen in gleicher Höhe bei. Die simulierte Eigenspannung beträgt übersteigt damit den experimentell erzielten Spannungswert um mehr als den Faktor 2.

5 Diskussion

Die in Kapitel 3.4 und Kapitel 4 dargestellten Ergebnisse werden im Folgenden diskutiert. Dabei wird eine Aufteilung in materialwissenschaftliche und methodische Diskussionsaspekte vorgenommen. Zunächst wird auf die Ergebnisse des hier vorgeschlagenen Mess- und Auswerteverfahrens sowie auf dessen Eignung und Anwendungsgrenzen eingegangen. Materialkundliche Erkenntnisse zum Prozessverständnis in Bezug auf die Eigenspannungsausbildung werden im Anschluss aus den Ergebnissen der In-situ- und Ex-situ-Untersuchungen dieser Arbeit abgeleitet und erläutert. Abschließend wird die prinzipielle Eignung der bereitgestellten In-situ-Beugungsmethode als Werkzeug zur Validierung der Prozesssimulation diskutiert.

5.1 Bewertung der Mess- und Auswertestrategie

Hinsichtlich des Bedarfs an einer aussagekräftigeren Methodik zur Durchführung prozessintegrierter röntgenographischer Spannungsanalysen erscheint es zweckmäßig, den Mehrwert der hier vorgeschlagenen Mess- und Auswertestrategie zu diskutieren, indem eine Gegenüberstellung mit den aus der Literatur bekannten In-situ-Messkonzepten erfolgt.

In Kap. 4.1 wurde eine Mess- und Auswertestrategie zur Realisierung schneller zeitaufgelöster In-situ-Spannungsanalysen vorgeschlagen. Es wurde gezeigt, dass anhand von zwei symmetrisch zum Primärstrahl im Rückstrahlbereich angeordneten Liniendetektoren zwei Interferenzlinien aus dem selben $\{hkl\}$ -Beugungskegel zeitgleich registriert werden können. Unter einer festen Probenvorkippung, die in zwei unterschiedlichen Distanzwinkeln ψ_1 und ψ_2 resultiert, ist es somit möglich, den Netzebenenabstand $D^{\{hkl\}}$ bzw. den doppelten Beugungswinkel $2\theta^{\{hkl\}}$ für zwei unterschiedliche Orientierungen des Streuvektors \vec{N} , nämlich ψ_1, φ und ψ_2, φ , in Echtzeit zu ermitteln (vgl. Abb. 4.2).

Der Großteil der bislang bekannten In-situ-Messkonzepte kann dagegen Interferenzlinien aus gleicher $\{hkl\}$ -Netzebenenchar nur unter einem Distanzwinkel ψ in Echtzeit registrieren. Dies erfolgt beispielsweise durch einen im Vorderstrahlbereich positionierten energiesensitiven Detektor (vgl. Gruppe 3 bzw. Gruppe 4 aus Tab. 2.1 bzw. [58, 78]). Weitere Methodenkonzepte sind unter Einsatz von, in der Regel im Vorderstrahlbereich in Transmissions- bzw. Reflexionsmessgeometrie positionierten, Flächendetektoren dazu fähig, komplette Debye-Scherrer-Ringe (vgl. Gruppe 2 in Tab. 2.1, wie z. B. [63, 77]) bzw. nur Teile davon (vgl. Gruppe 1 in Tab. 2.1 bzw. [71 bis 76]) in Echtzeit zu detektieren. Im ersten Fall können aus einem vollständigen Debye-Scherrer-Ring unter geringerem Aufwand zwei Interferenzlinien mit zwei unterschiedlichen Orientierungen des Streuvektors, ψ_1 und ψ_2 , für eine und denselbe Azimutrichtung φ definiert werden. Die in [71 bis 76] vorgeschlagenen Methoden erfassen dagegen Beugungsdaten aus einer

$\{hkl\}$ -Netzebenenschar stets unter unterschiedlichen Distanz- und Azimutrichtungen, z. B. ψ_1, φ_1 bzw. ψ_2, φ_2 , da nur ein Teil vom Debye-Scherrer-Ring aufgenommen werden kann. Die Quantifizierung der durch die beiden Messrichtungen definierten Streuvektorebene erfolgt über komplexe trigonometrische Beziehungen im Kugelraum. Die Messrichtung auf der Probenoberfläche lässt sich daher aufwendig definieren. Aus diesem Grund werden für die zeitaufgelöste Spannungsermittlung Beugungsdaten nur mit einer Orientierung des Streuvektors, z. B. ψ_1, φ_1 verwendet. Nachteilig dabei ist, dass zur Ermittlung der absoluten Gitterdehnung $\varepsilon^{\{hkl\}}$ der exakte Netzebenenabstand des unverspannten Kristallgitters $D_0^{\{hkl\}}$ des zu behandelnden Werkstoffs benötigt wird (vgl. Gl. (2.5)).

Im Gegensatz dazu lässt sich bei der hier vorgeschlagenen Messstrategie eine $2\theta\text{-sin}^2\psi$ -Verteilung aus den erfassten mittleren Linienlagen $\overline{2\theta_{\psi_1, \varphi}}$ und $\overline{2\theta_{\psi_2, \varphi}}$ beider Interferenzlinien erstellen (vgl. Abb. 4.4). Der Aufwand dafür bemisst sich hauptsächlich anhand der Zeit, die notwendig ist, um die Sensitivflächen der beiden Detektoren in einer Ebene mit der optischen Achse des Primärstrahls zu justieren. Dadurch kann eine eindeutige Messrichtung auf der Probenoberfläche definiert werden. Anhand der zeitlichen Entwicklung dieser $2\theta\text{-sin}^2\psi$ -Verteilung werden unter Einsatz des formulierten Auswerteverfahrens die richtungsunabhängigen (thermischen, chemischen und unwandlungsbedingten) Gitterdehnungen von den richtungsabhängigen (elastischen) Gitterdehnungen separiert (vgl. Kap. 4.1.3). Die zur Separierung beider Dehnungsanteile benötigte dehnungsfreie Richtung $\text{sin}^2\psi^*$ wird allein mit Hilfe der aufgenommenen Beugungsdaten und der REK berechnet. Aus der Linienlageverschiebung der Interferenzlinien wird die deviatorische Spannung ermittelt, ohne dafür den exakten Netzebenenabstand $D_0^{\{hkl\}}$ zu benötigen, sofern die Annahme $\sigma_{i3} = 0$ erfüllt ist.

Da in der Literatur unter der Verwendung der bislang bekannten In-situ-Messkonzepte keine $2\theta\text{-sin}^2\psi$ -Verteilung aufgestellt werden kann, ist allein die Kenntnis von D_0 nicht hinreichend, um die thermischen und elastischen Dehnungsanteile röntgenographisch voneinander zu trennen. Es wird die vorliegende Prozesstemperatur benötigt, um die thermische Dehnung über (meistens aus der Literatur) bekannte thermische Ausdehnungskoeffizienten zu berechnen. Schließlich wird vom absoluten Gitterdehnungsanteil $\varepsilon^{\{hkl\}}$ der thermische Dehnungsanteil subtrahiert und die elastische Dehnung berechnet. Anhand der so ermittelten elastischen Dehnung wird folglich die mechanische Spannung über das Hooke'sche Gesetz bestimmt. Eine solche Mess- und Auswertevorgehensweise wird zum Beispiel in [78] unter der Annahme vorgenommen, dass der $D_0^{\{hkl\}}$ -Wert exakt bekannt ist. Eine zeitliche Sequenz von $2\theta\text{-sin}^2\psi$ -Verteilungen kann theoretisch durch die Methoden der Gruppe 2 (vgl. [63, 77]) realisiert werden. Damit kann die thermische Dehnung durch die „vertikale“ Verschiebung der Ausgleichsgeraden ohne die Kenntnis der Prozesstemperatur berechnet werden. Da diese Methoden in der Regel Beugungsintensitäten im Transmissionsstrahlmodus registrieren, kann die Annahme $\sigma_{33} = 0$ nicht getroffen werden. Aus der Verschie-

bung der Interferenzlinien der 2θ - $\sin^2\psi$ -Verteilung kann folglich nur die zeitliche Entwicklung der Spannungsdifferenzen $\sigma_{11} - \sigma_{33}$ bzw. $\sigma_{22} - \sigma_{33}$ in Echtzeit ermittelt werden (vgl. Kap. 2.1.2.2). Für die Berechnung einer der beiden oberflächenparallelen Spannungskomponenten σ_{11} bzw. σ_{22} wird wiederum $D_0^{\{hkl\}}$ bzw. ε_{33} benötigt.

Aus dieser Gegenüberstellung lassen sich folgende Vorteile des vorgeschlagenen In-situ-Mess- und Auswerteverfahrens im Vergleich zu den bislang bekannten Messkonzepten ableiten:

- Für die Trennung der thermischen von den elastischen Dehnungen ist die Kenntnis der Prozessstemperatur nicht notwendig. Die Separierung der absoluten Gitterdehnung $\varepsilon^{\{hkl\}}$ in thermische Dehnung ε^{th} und elastische Dehnung ε^{el} erfolgt anhand experimentell aufgenommener Beugungsdaten unter Einsatz der sogenannten dehnungsfreien Richtung $\sin^2\psi^*$. Für deren Bestimmung sind in Kap. 4.1.1 und 4.1.3 grundlegende Annahmen getroffen worden. Die **Gültigkeit der getroffenen Annahmen** wird in den nächsten Abschnitten kritisch beurteilt.
- Für die Spannungsbestimmung ist die Erfassung von Absolutlinienlagen sowie die Kenntnis des $D_0^{\{hkl\}}$ -Wertes ist nicht notwendig. Die thermischen Dehnungen und die mechanischen Spannungen werden aus der relativen „vertikalen“ Verschiebung der 2θ - $\sin^2\psi$ -Verteilung und ihrer Steigungsänderung bestimmt. Die 2θ - $\sin^2\psi$ -Verteilung wird allerdings anhand von lediglich zwei Messpunkten erstellt, was zu statistisch bedingten Abweichungen vom korrekten Dehnungs- bzw. Spannungszustand führen kann. Eine kritische Diskussion zur Eignung dieser Auswertung wird anhand ihrer **Vergleichbarkeit mit den Ergebnissen etablierter Messverfahren** in den folgenden Abschnitten gemacht.
- Die Beugungsanalysen erfolgen im für die röntgenographischen Spannungsanalysen „günstigen“ Rückstrahlbereich. Dank der eingesetzten Detektortechnik lassen sich unter Einsatz des In-situ-Messaufbaus sehr schnelle Beugungsexperimente mit einer zeitlichen Auflösung von bis zu 900 Hz durchführen. Die apparativen Komponenten, u. a. Detektoren und Primärstrahl, sind so angeordnet, dass die Messrichtung leicht definierbar ist. Dies ist durch die spezielle Konstruktion der Prozesskammer gewährleistet, die ein fester Bestandteil der Experimentierplattform ist. Sie stellt im Weiteren den Laserstrahlenschutz des Experiments sicher. Der experimentelle Aufbau ist zugleich äußerst mobil und lässt sich an verschiedenen Synchrotron-Beamlines transportieren und leicht aufbauen.

Gültigkeit der getroffenen Annahmen

Für die oberflächennahen Randschichten der zu behandelnden Proben wird ein zweiachsiger oberflächenparalleler Spannungszustand mit $\sigma_{33} = 0$ angenommen. Diese Voraussetzung ist an jeder freiliegenden Probenoberfläche aus Gleichgewichtsgründen streng erfüllt. Allerdings kann sich infolge der lokalen Mikrostruktur innerhalb des vom Röntgenstrahl erfassten Probenvolu-

mens eine oberflächennormale Spannungskomponente σ_{33} verhältnismäßig schnell aufbauen (vgl. z. B. [163]). In diesem Fall müsste die Spannungskomponente σ_{33} anteilig bei der Anwendung der $\sin^2\psi$ -Methode berücksichtigt werden und anhand der Geradesteigung wird die Spannungsdifferenz $\sigma_\varphi - \sigma_{33}$ bestimmt. In dem vorliegenden Fall des sehr feinkörnigen Vergütungsgefüges ist davon auszugehen, dass sich die Komponente σ_{33} innerhalb der Eindringtiefe der Röntgenstrahlung nicht hinreichend schnell aufbaut und der σ_{33} -Anteil wird im Fall der lasergehärteten Probe als vernachlässigt angesehen. Somit kann die o. a. Annahme ($\sigma_{33} = 0$) für den verwendeten Versuchswerkstoff in guter Näherung als gültig betrachtet werden.

Ergänzend dazu ist ein linearer Verlauf der 2θ -Linienlagen über $\sin^2\psi$ vorausgesetzt, um die in Echtzeit aufgenommene 2θ - $\sin^2\psi$ -Verteilung durch eine Gerade beschreiben zu können. Die in Abb. 3.16 dargestellten Ergebnisse zeigen einen annähernd linearen Verlauf der Linienlagen über den definierten $\sin^2\psi$ -Bereich. Dies gilt sowohl für die martensitische Prozesszone (vgl. Abb. 3.16 a) als auch für das ferritische Umgebungsmaterial (vgl. Abb. 3.16 b). Als Ursachen für die geringfügigen Abweichungen vom streng linearen Verlauf können statistische Unsicherheiten bei den durch den Detektor gezählten Impulsen und/oder lokale Gefügeinhomogenitäten genannt werden. Dementsprechend ist festzuhalten, dass in den lasergehärteten Randschichten des Versuchswerkstoffs, keine tendenziellen (systematischen) Nichtlinearitäten in der 2θ - $\sin^2\psi$ -Verteilung vorkommen. Diese Erkenntnis bezieht sich allerdings auf den Endzustand, den Zustand nach dem Härten. Die Frage, inwieweit die Verteilung der 2θ -Linienlagen über $\sin^2\psi$ auch während der Wärmebehandlung annähernd linear bleibt, lässt sich anhand der experimentellen Befunde dieser Arbeit nicht beantworten. Als Argument zur Gültigkeit der getroffenen Annahme können jedoch die Ergebnisse von [80] einbezogen werden. Während der Erwärmung und Abschreckung des Stahls 100Cr6 wurden 2θ - $\sin^2\psi$ -Verteilungen anhand von vier Interferenzlinien (4 Messpunkten) in Echtzeit aufgenommen. Dafür wurden vier verschiedene Proben, die unter vier unterschiedlichen Orientierungen des Streuvektors gekippt waren, nacheinander wärmebehandelt. Unter Berücksichtigung der Zähl- und Gefügestatistik sind dabei keine systematischen Nichtlinearitäten im 2θ - $\sin^2\psi$ -Zusammenhang festgestellt worden. Folglich kann zurückgeschlossen werden, dass diese Feststellung auch während des ähnlich ablaufenden Temperaturzyklus des Laserrandschichthärtens als gültig für den Werkstoff 42CrMo4 bezeichnet werden kann.

Weiterhin wurde bei der Berechnung der dehnungsfreien Richtung $\sin^2\psi^*$ und der mechanischen Spannungen angenommen, dass die röntgenographischen Elastizitätskonstanten (REK) s_1 und $\frac{1}{2}s_2$ die gleiche Temperaturabhängigkeit wie die makroskopischen Elastizitätskonstanten aufweisen (vgl. Kap. 4.2.3). Die nach dem Eshelby-Kröner-Modell berechneten und in [43] aufgelisteten REK für die Raumtemperatur wurden für die vorliegende Arbeit mit einem phasenspezifischen Temperatureinflussfaktor $f(T)$ multipliziert. Dieser Faktor wurde aus der Temperaturabhängigkeit bekannter makroskopischer Elastizitätskennwerten, die in [157] angegeben sind,

abgeleitet. Somit wurden die temperaturabhängigen REK ermittelt (berechnet) und in die Auswertung der In-situ-Härteexperimente eingesetzt.

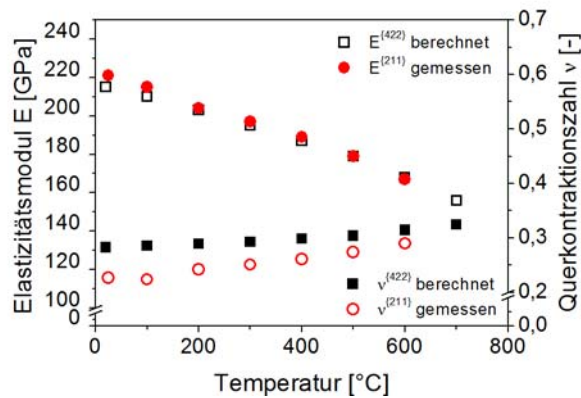


Abb. 5.1: Temperaturabhängige Entwicklung der berechneten REK für die $\{422\}$ -Netzebene des Ferrits sowie der mittels Synchrotron-Röntgenstrahlung experimentell in [164] bestimmten REK für die $\{211\}$ -Netzebene des α -Eisens für den vergüteten Stahl S690QL

Zur Einschätzung der Gültigkeit dieses Auswerteschritts ist in Abb. 5.1 ein Vergleich zwischen den hier verwendeten (berechneten) temperaturabhängigen Diffraktionskonstanten für die $\{422\}$ -Netzebene des Ferrits und den in [164] experimentell am Synchrotron gemessenen elastischen Konstanten der $\{211\}$ -Netzebene des Ferrits exemplarisch dargestellt. Angesichts der gleichen Orientierung der $\{211\}$ - und $\{422\}$ -Netzebenen im Kristallgitter sind die REK beider Netzebenen vergleichbar. Die Abb. 5.1 zeigt deutlich, dass beide temperaturabhängigen Verteilungen des Elastizitätsmoduls qualitativ und quantitativ in guter Übereinstimmung sind. Die Querkontraktionszahl ν der $\{422\}$ -Netzebene für Raumtemperatur ist um ca. 20 % höher berechnet als der experimentell ermittelte Wert für die $\{211\}$ -Netzebene. Solche Abweichungen lassen sich grundsätzlich durch die bei den Berechnungen getroffenen, häufig sehr idealisierten modellhaften Annahmen über die Mikrostruktur und über die Isotropie des Materials, aber auch durch lokale Gefügeinhomogenitäten beim Experiment erklären. Trotz dieser qualitativen und quantitativen Unterschiede lässt sich für die berechneten und gemessenen Kenngrößen tendenziell eine nahezu gleiche Temperaturabhängigkeit feststellen.

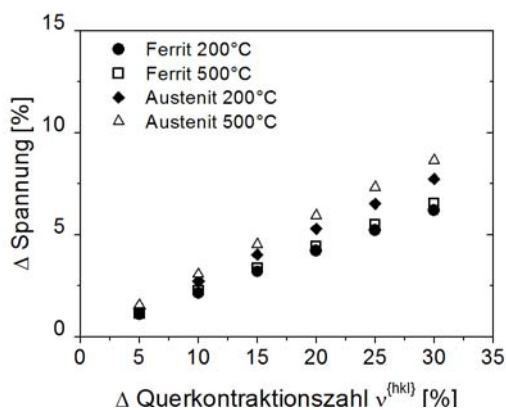


Abb. 5.2: Spannungsabweichung in Abhängigkeit von der Abweichung der Querkontraktionszahl. Schätzung anhand der Daten für die makroskopischen Elastizitätskonstanten, die in [157] angegeben sind.

Der systematische Spannungsfehler $\Delta\sigma$, der sich durch Unsicherheiten/Annahmen der bestimmten/berechneten $v^{\{hkl\}}$ ergeben kann, ist für zwei Prozesstemperaturen (200 °C und 500 °C) und zwei Werkstoffphasen (Ferrit und Austenit) in der vorliegenden Arbeit geschätzt und in Abb. 5.2 als Funktion der Abweichung der Querkontraktionszahl $\Delta v^{\{hkl\}}$ dargestellt. Es ist ersichtlich, dass eine exemplarische Abweichung von $v^{\{hkl\}}$, unabhängig von der Werkstoffphase und der Prozesstemperatur, aus einer betragsmäßig geringeren Abweichung in der Spannung resultiert. So bewirkt ein Fehler von $v^{\{hkl\}}$ in Höhe von 20 % eine Änderung der Spannung von nur etwa 5 %. Diese Spannungsabweichung ist kleiner als die des statistischen Fehlers des Validierungsexperiments aus Tab. 4.1. Damit wirkt sich ein 20 %iger Fehler in der Querkontraktionszahl nicht signifikant auf die Berechnung der Spannung aus.

Aus allen diesen Erkenntnissen kann geschlossen werden, dass die o. a. Annahme, dass die REK der gleichen Temperaturabhängigkeit wie die makroskopischen Elastizitätskonstanten aus [157] unterliegen, in guter Näherung als gültig betrachtet werden kann.

Vergleichbarkeit mit Ergebnissen etablierter Messverfahren

Durch das In-situ-Heizkammerexperiment (vgl. Kap. 4.1.4), dessen Ziel es war, die Tauglichkeit der Mess- und Berechnungsvorgehensweise zur Bestimmung der richtungsunabhängigen Dehnungen zu bestätigen, wurden Ergebnisse erzielt, die eine annähernd gute Übereinstimmung mit den Ergebnissen des Dilatometerversuchs aufzeigten (vgl. Abb. 4.7). Die geringfügige Abweichung, die bei den nach beiden Verfahren ermittelten thermischen Ausdehnungskoeffizienten auftrat, lag im Bereich des Standardfehlers des In-situ-Röntgenexperiments. Damit kann festgelegt werden, dass der 2-Detektor-Messansatz für eine korrekte Bestimmung der richtungsunabhängigen (thermischen) Dehnungen prinzipiell geeignet ist. Die in Abb. 4.7 gezeigte Vergleichbarkeit ist allerdings repräsentativ nur für die Ferritphase und nur für In-situ-Analysen, die am Experiment PDIFF@ANKA mit der maximalen zeitlichen Auflösung von 1 s bei dem vorliegenden Photonenfluss durchgeführt wurden. Die In-situ-Laserexperimente wurden allerdings mit einer Auflösung von 0,1 s am Strahlrohr P05@PETRA III mit einem um eine Größenordnung höheren Photonenfluss realisiert (vgl. Kap. 4.3). Um mögliche statistisch bedingte Abweichungen in Bezug auf die oben festgestellte Vergleichbarkeit auszuschließen, wird auf das Ergebnis der Laserwärmebehandlung aus Abb. 4.13 nochmals eingegangen. Diesmal wird allerdings die thermische Dehnung über die pyrometrisch gemessene Temperatur für den Mittelpunkt der Prozesszone aufgetragen. Das Ergebnis ist für die Ferritphase repräsentativ und ist in Abb. 5.3 dargestellt. Ergänzend ist in die Darstellung die per Dilatometrie ermittelte Dehnungsverteilung hinzugefügt. Es ist deutlich zu erkennen, dass bei einer Aufnahmezeit der Beugungslinien von 10 Hz am Experiment P05@PETRA III eine gute Vergleichbarkeit der Befunde beider Experimente festzustellen ist. Die Abweichung beider auf unterschiedlicher Art und Weise ermittelten thermi-

schen Ausdehnungskoeffizienten des Ferrits $\alpha_{\text{Ferrit}}^{\text{th}}$ liegt im Bereich des Standardfehlers des In-situ-Röntgenexperiments, dessen Wert kleiner als 5 % des Betrags von $\alpha_{\text{Ferrit}}^{\text{th}}$ ist.

Die Bestimmung der thermischen Dehnungen anderer Werkstoffphasen erfolgt nach dem gleichen Auswerteprozess. Dementsprechend reicht die oben abgeleitete Erkenntnis aus, um die Eignung des experimentellen Aufbaus, richtungsunabhängige Dehnungen (auch während sehr schnell ablaufender Prozesse) korrekt zu bestimmen, zu bestätigen, soweit alle Messansatzannahmen erfüllt sind.

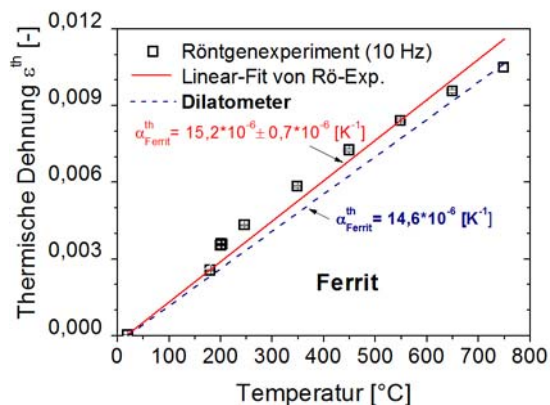


Abb. 5.3: Temperaturabhängige Verteilung der thermischen Dehnung für die Ferritphase des Stahls 42CrMo4: Ergebnisse des Dilatometer-Experiments [99] und des In-situ-Röntgenexperiments, durchgeführt während des Laserstrahlhärtens unter Einsatz des 2-Detektor-Messansatzes am Experiment P05@Petra III mit einer zeitlichen Auflösung von 100 ms (10 Hz)

In Tab. A.3.1 bis Tab. A.3.3 im Anhang sind die Eigenspannungsergebnisse der in-situ Laserhärteexperimente zusammengefasst. Die zu jeder In-situ-Versuchsvariante bereits gezeigte graphische Gegenüberstellung zwischen den Eigenspannungen, die nach dem hier vorgeschlagenen In-situ-Messansatz gemessen wurden, und denen, die nach dem $\sin^2\psi$ -Verfahren an einem Diffraktometer unter Verwendung konventionell erzeugter Röntgenstrahlung bestimmt wurden (vgl. z.B. 4.15c bis 4.17c), ist dabei quantifiziert. Nennenswerte Abweichungen zwischen den Ergebnissen beider Verfahren (>10 %) lassen sich nur für die Messpositionen beobachten, die in einem Abstand von 4 mm und 5 mm zum Prozesszonemittelpunkt definiert wurden (vgl. Tab. A.3.1). Bei der Durchführung der Eigenspannungsanalysen nach dem $\sin^2\psi$ -Verfahren konnte nicht 100 %ig sichergestellt werden, dass der Röntgenstrahl exakt die gleichen Volumenbereiche wie beim In-situ-Experiment belichtet. Angesichts der sehr steilen Eigenspannungsgradienten, die außerhalb der Prozesszone auftreten (vgl. Abb. 3.17), resultieren jegliche lateralen Abweichungen von der exakten Messposition in einer Abweichung der Eigenspannung. Das Gleiche gilt auch für die Laserhärteexperimente der Versuchsreihe C, die unter Einsatz der kleinen Spot-Optik mit einer Spotgröße von etwa \varnothing 3 mm gehärtet wurde. Insgesamt lässt sich unter der Berücksichtigung dieses Positionierungsfehlers eine recht gute Übereinstimmung zwischen den Ergebnissen beider Messverfahren beobachten. Die aufgetretenen Abweichungen liegen zahlenmäßig innerhalb des berechneten Standardfehlers der jeweiligen Methode. Da ab einer Prozess-

zeit von 60 s bis zum Prozessende jedes in-situ Härteexperiments eine zeitliche Auflösung von 10 s eingestellt wurde, ist diese o. a. Feststellung lediglich für diese entsprechende Zählstatistik gültig, beweist jedoch prinzipiell die Eignung der Messmethodik (Eigen-)Spannungen in lasergehärteten Randschichten des Werkstoffs 42CrMo4 korrekt zu ermitteln.

Für Prozesszeiten < 60 s betrug die zeitliche Auflösung 0,1 s. Für die annähernd stationären Temperaturbereiche wurde dabei eine Datenstreuung der Spannungsverteilung von etwa ± 75 MPa (vgl. Abb. 4.14c) für die Martensitphase bzw. ± 25 MPa für die Ferritphase (vgl. Abb. 4.17c) festgestellt. Unter Berücksichtigung dieses Ergebnisses und die Tatsache, dass die Zählstatistik der Beugungsdaten der Ferrit-Phase um etwa Faktor 3 besser als diese der Martensitphase ist, wie das in Abb. 4.12 gezeigt ist, kann geschlossen werden, dass diese Datenstreuung an den Unsicherheiten der Zählstatistik zurückzuführen ist. Sie ist größer als der berechnete statistische Fehler der deviatorischen Spannung (vgl. Kap. 4.1.3), der als Fehlerbalken zu jeder Spannungsverteilung hinzugefügt ist, da bei der Fehlerberechnung nur der statistisch bedingte Fit-Fehler der Interferenzlinienlagen $\Delta 2\theta_1$ und $\Delta 2\theta_2$ berücksichtigt und keine Fehlerfortpflanzung mit dem Steigungsfehler der „Ausgleichsgerade“ betrieben wurde.

Trotz der o.a. Datenstreuung kann die Fähigkeit des Messverfahrens, Spannungen in Echtzeit mit einer Zählfrequenz von bis zu 10 Hz zu bestimmen, als positiv bewertet werden. Allerdings muss bei der werkstoffkundlichen Diskussion der Laserexperimente die o.a. Datenstreuung berücksichtigt werden.

Zusammenfassende Bewertung

Anhand der Ergebnisse der Validierungsstudien ist die in Kap. 4.1 dargelegte Bereitstellung der Messmethodik zur zeitlich hoch aufgelösten Beugungsanalysen als erfolgreich einzustufen. Unter Einsatz der vorgeschlagenen Methode können die richtungsunabhängigen (thermischen, chemischen und umwandlungsbedingten) von den elastischen Dehnungen korrekt voneinander separieren und dadurch mit zufriedenstellender Genauigkeit die deviatorischen Spannungen in Echtzeit ermittelt werden. Die Auswertung kann allerdings keine Separation zwischen chemisch und thermisch bedingten Dehnungen gewährleisten. Deshalb lassen sich die Verteilungen, die in dieser Arbeit als thermische Dehnungen bezeichnet wurden, stets als die Summe der beiden o. a. Dehnungsarten interpretieren. Da nach [99] die Auflösung der Karbide im Grundgefüge des vergüteten Stahls 42CrMo4 zu einem nicht signifikanten Anstieg des Kohlenstoffgehalts der Ferrit-Matrix führt, ist der Anteil der chemisch bedingten Dehnungen während der Kurzzeitaustenitisierung als vernachlässigbar einzuschätzen. Die aus den elastischen Gitterdehnungen bestimmten deviatorischen Spannungen lassen sich als über die Strahlbreite und -tiefe gemittelte phasenspezifische Spannungen verstehen. Nach [25] sind sie die Summe aus den Last-/Eigenspannungen I.

Art und den gemittelten homogenen, über die jeweilige Phase nahezu konstanten Last- bzw. Eigenspannungen II. Art.

Die gelungene Realisierung der In-situ-Laserhärteexperimente hat in erster Linie die erfolgreiche Adaption des in Kap. 4.1 formulierten 2-Detektor-Messansatzes zur Durchführung zeitlich hoch aufgelöster Beugungsanalysen während des realen Prozesses des Laserstandhärtens nachgewiesen und somit auch die Funktionalität der konstruierten Prozesskammer. Die in Kap. 4.3 dargestellten Ergebnisse haben unabhängig von der Versuchsvariante und der vorliegenden Werkstoffphase gezeigt, dass die aufgebaute methodische Experimentierplattform die zeitliche Verteilung der Werkstoffphasen und der deviatorischen Spannungen mit einer Aufnahme-frequenz von bis zu 10 Hz ermitteln kann. Sowohl diese zeitliche Auflösung als auch die im letzten Abschnitt gezeigte Streuung der Ergebnisse des Verfahrens sind ausschließlich durch den zur Verfügung gestellten Photonenfluss der beiden Beamlines und nicht durch den experimentellen Aufbau begrenzt und begründet.

Für eine Laserwärmebehandlung bei Aufheiz-/Abkühlraten von 1000 K/s ergibt sich für die Aufnahme-frequenz der Beugungslinien von 10 Hz eine Auflösung von lediglich 100 K pro Datenpunkt. Diese Auflösung ist für eine fundierte werkstoffwissenschaftliche Aussage zur Umwandlungskinetik in Wechselwirkung mit den daraus resultierenden mechanischen (Eigen-)Spannungen des untersuchten Stahls während des Laserstrahlhärtens unzureichend. Die Umwandlungstemperaturen lassen sich nur mit einer Genauigkeit von ± 50 °C ermitteln. Eine quantitative Phasenanalyse, die vor allem in den Zweiphasengebieten zur Bestimmung der Makrospannungen genutzt werden könnte, wäre wegen der registrierten geringeren Netto-Intensitäten mit starken statistischen Unsicherheiten behaftet und somit ihre Ergebnisse wären nur bedingt belastbar. Trotz dieser Einschränkungen ermöglicht der vorgeschlagene Messaufbau eine kombinierte Betrachtung der Phasen- und Spannungsverteilungen in Echtzeit, sodass jegliche umwandlungsbedingten Effekte zur Verteilung der Werkstoffspannung zugeordnet werden können. Die Zählstatistik reichte aus, um grundlegende Tendenzen in der Spannungsentwicklung der Prozesszone aufzuzeigen (vgl. z. B. Abb. 4.14). Außerhalb der Prozesszone konnten ebenso wertvolle Ergebnisse gewonnen werden. In diesem Bereich waren die Zählstatistik und die Zeitauf-lösung von sogar 200 ms, die aufgrund des deutlich schwächeren Photonenflusses der PDIFF-Beamline gegenüber dem Fluss der Undulator-Beamline P05 bei PETRA III gewählt wurden, ausreichend, da einerseits keine Martensitumwandlung erfolgte, und somit sich die detektierten Röntgenreflexe daher nicht extrem verbreitert und intensitätsmäßig abgeschwächt wurden und andererseits der Prozess in diesem Bereich deutlich langsamer ablief.

Eine weitere nennenswerte Einschränkung ist die limitierte Ortsauflösung der zeitaufgelösten Analysen. Da die Zählstatistik ausschließlich durch die Anzahl der pro Belichtungsperiode durch den Detektor registrierten Photonen bedingt ist, wäre eine Verkleinerung des Strahlquerschnitts

bei gleichbleibender Belichtungszeit (Messfrequenz) mit einer Verschlechterung der Impulsstatistik und folglich mit einer zunehmenden Streuung der Versuchsergebnisse verbunden. Die beiden Messparameter bedingen einander, sodass anhand der Einstellung des Strahlquerschnitts eine problemfallspezifische Kompromisslösung mit minimal notwendiger Ortsauflösung bei maximal möglicher Zeitauflösung und akzeptabler Zählstatistik gefunden werden soll. Würde der Photonenfluss höher sein, wäre diese gegenseitige Abhängigkeit der Orts- und der Zeitauflösung irrelevant. Da dies nicht der Fall ist, wurden für die In-situ-Röntgenexperimente am Experiment P05@Petra III bzw. am Experiment PDIFF@ANKA unterschiedlich große Strahlquerschnitte in Höhe von etwa $1 \times 1 \text{ mm}^2$ bzw. $2,5 \times 1 \text{ mm}^2$ (Breite \times Höhe) gewählt. Dies ist im Sinne der metallkundlichen Erkenntnisse nicht methodisch erstrebenswert allerdings notwendig, um den verhältnismäßig schlechteren Photonenfluss der Strahlquelle zu kompensieren. Die unterschiedliche Form der beiden Strahlquerschnitte lässt sich durch die entsprechenden Fokussierungsoptiken der einzelnen Beamlines erklären. Eine Erhöhung der Strahlbreite am Experiment PDIFF@ANKA auf 2,5 mm bewirkt eine unterproportionale Erhöhung der Strahlhöhe auf 1 mm. Dieser Strahlquerschnitt wurde allerdings außerhalb der Prozesszone für In-situ-Beugungsuntersuchungen der Spannungskomponente in Radialrichtung eingesetzt (vgl. Tab. 4.4 bzw. Abb. 4.16b). Abb. 3.17a zeigt zudem, dass sich in den entsprechenden lokalen Messstellen keine steile Eigenspannungsgradienten aufbauen, so dass die Ortsauflösung von 1 mm hinreichend fein ist, um grundlegende Tendenzen in Bezug auf die Verbesserung des Prozessverständnisses zu erzielen.

Die selbst konstruierte Prozesskammer ist ein zentrales Segment des vorgeschlagenen experimentellen Aufbaus. Ohne ihren Einsatz wäre die Realisierung der Experimente nicht gelungen. Gleichwohl resultieren aus ihrer Konstruktion einige apparative Einschränkungen bei der Anwendung des vorgeschlagenen Messansatzes. Der Vorkippwinkel χ war zum Beispiel aufwendig einstellbar. Die Laseroptik war an der Halterung so montiert (vgl. Abb. 4.9), dass jegliche Kipp- oder Schwenkbewegungen während eines laufenden Prozesses nicht möglich waren. Demzufolge konnte kein In-situ-Laserlinienhärten realisiert werden. Als weitere nennenswerte apparative Einschränkung ist der begrenzte Messbereich des Detektors zu bezeichnen. Infolgedessen erfolgte eine lediglich beschränkte Datenaufzeichnung in der Austenitphase, wie dies in Abb. 4.12 gezeigt wurde. Maßnahmen zur Vermeidung/Verminderung der o.a. apparativen Methodeinsatzbeschränkungen werden in der Ausblick dieser Arbeit vorgeschlagen.

Da die vorgeschlagene Mess- und Auswertestrategie auf der Basis des $\sin^2\psi$ -Verfahrens der röntgenographischen Spannungsanalyse formuliert ist, ergeben sich weitere Einschränkungen hinsichtlich ihrer Anwendung direkt aus den Anwendungsgrenzen der röntgenographischen Spannungsanalysen und im Besonderen der $\sin^2\psi$ -Methode. Die Mess- und Auswertestrategie lässt sich für Echtzeitbeugungsanalysen ausschließlich an kristallinen Werkstoffen, u. a. Metallen oder Keramiken mit hinreichend feinkörniger Mikrostruktur und regelloser Kornorientierung

anwenden. Aufgrund der bei der Auswertung getroffenen Annahme des Vorliegens eines oberflächenparallelen Spannungszustands kann die Methodik nur zur Echtzeitspannungsbestimmung der oberflächennahen Randschichtbereiche eingesetzt werden. Zur Ermittlung der zeitlichen Spannungsentwicklung in der Probtiefe oder zur Bestimmung der zeitlichen Spannungsverteilung aller drei Spannungskomponenten ist auf den Einsatz von hochenergetischen Röntgenbeugungsmethoden verwiesen, die allerdings stets die absoluten Differenzen $D^{\{hkl\}} - D_0^{\{hkl\}}$ ermitteln (vgl. z. B. [63, 77] oder [78]). Zur Bestimmung eines dreiaxigen Spannungszustandes sollen die o. a. absoluten Differenzen in drei Richtungen ermittelt werden.

Zusammenfassend lässt sich festhalten, dass es erstmals gelungen ist, zeitlich hoch aufgelöste Spannungsanalysen auf der Basis des $\sin^2\psi$ -Verfahrens während eines realen und in der industriellen Fertigung verbreiteten Prozesses wie des Laserrandschichthärtens bei Messraten von bis zu 10 Hz durchzuführen. Die dabei gewonnenen Ergebnisse zur Verbesserung des Prozessverständnisses werden im nächsten Kapitel diskutiert.

5.2 Verbesserung des Prozessverständnisses des Laserrandschichthärtens

5.2.1 Mikrostruktur und Verfestigungszustand

Im Folgenden werden die Ergebnisse der Ex-situ- und In-situ-Untersuchungen bezüglich der Mikrostruktur und des Verfestigungszustands diskutiert, die später für die Diskussion zur Spannungsentwicklung und Eigenspannungsentstehung unterstützend benötigt werden.

Die Gefügecharakterisierung der lasergehärteten Randschichten (vgl. Abb. 3.12, Abb. 3.18, Abb. 3.24) zeigte eine Ortsabhängigkeit der Mikrostrukturverteilung sowohl in lateraler Richtung als auch in der Probtiefe. Mit zunehmendem Abstand zum Laserspotmittelpunkt stellen sich nach Abb. 4.13 abnehmende maximale Austenitisierungstemperaturen sowie Erwärmungs- und Abkühlraten ein, so dass Gefügegradienten in der lateralen Richtung sowie in der Tiefe als Folge einer Überlagerung der Effekte der o. a. Prozessparameter, der maximalen Prozesstemperatur und der Erwärmungs- und Abkühlraten, auftreten. Diese Gefügegradienten sind eng mit der Verteilung der Eigenspannungen gekoppelt. Innerhalb der martensitisch umgewandelten Prozesszone treten ausschließlich Druckeigenspannungen, erhöhte Härte- und Integralbreitewerte auf. Für die martensitisch-ferritische Übergangszone sind steile Spannungs-, Härte- und Integralbreitegradienten charakteristisch. Im ferritischen Grundgefüge bauen sich Zugeigenspannungen bei einer annähernd durch den Prozess nicht beeinflussten Integralbreite auf. Somit bestätigen diese Erkenntnisse die Befunde der röntgenographischen In-situ-Phasenanalysen (vgl. Abb. 4.12, Abb. 4.21, Abb. 4.26), die eine über die Prozesszeit ablaufende Ferrit-Austenit- und Austenit-Martensit-Phasenumwandlung sowie eine deutlich zugenommene Linienbreite in der Martensitphase aufzeigten.

Weiterhin wurde unabhängig von den eingestellten Prozessparametern eine oxidschichtfreie Oberfläche nachgewiesen. Dies bedeutet, dass durch den Einsatz der Prozesskammer die Oxidschichtbildung erfolgreich vermieden werden konnte. Innerhalb der Prozesszone wird demzufolge ausschließlich martensitisches Gefüge beobachtet. Die mit zunehmender Entfernung zum Mittelpunkt der Prozesszone lateral und in die Tiefe festgestellte Verfeinerung der Martensitlatten lässt sich mit der Abnahme der Prozesstemperatur erklären. Da das Wachsen der martensitischen Paketstruktur durch die Austenitkorn Grenzen begrenzt ist [165], ist nach den Befunden hinsichtlich des Kurzzeithärtens von 42CrMo4 in [99] zu vermuten, dass aufgrund der zum Rand der Härtezone abnehmenden maximalen Austenitisierungstemperatur der Karbidauflösungsgrad und folglich das Austenitkornwachstum im Vergleich zum Mittelpunkt der Prozesszone an der unmittelbaren Oberfläche abnimmt. Dies kann schließlich zur Verfeinerung des martensitischen Gefüges führen. Die Versuchsvarianten, die unter variierenden Erwärmungs- und Abkühlraten bzw.

Prozesstemperaturen gehärtet wurden, zeigen die gleichen Tendenzen der Martensitverfeinerung mit abnehmendem Wärmeeintrag ins Probenvolumen. Diese Erkenntnisse bestätigen somit die experimentellen Befunden anderer Arbeiten, die an konventionellen CO₂-Laserhärteanlagen unter Einsatz absorptionsfördernder Graphitbeschichtungen und variierender Prozesstemperaturen [105, 116] bzw. variierender Laserbelichtungszeiten [100] am Stahl Ck45 durchgeführt wurden.

Im Gegensatz zu den in [106] dargelegten Ergebnissen, die vor dem Entfernen der absorbierenden Graphitschicht bis zu 40 Vol.-% Restaustenit beim Härten mittels CO₂-Lasers des Stahls 41CrMo4 zeigen, wies die gehärtete oxid- und graphitschichtfreie Oberfläche aller hier betrachteten Versuchsproben einen Restaustenitgehalt von maximal 3,5 Vol.-% auf. Dies ist ein Zeichen für die hohe Güte der Wärmebehandlung unter dem Einsatz des Diodenlasers, dessen Einsatz keine Graphitbeschichtung der Oberfläche erfordert. In der Probertiefe nahm der Restaustenitanteil infolge zunehmender inhomogener Kohlenstoffverteilung und des Entstehens von kohlenstoffhaltigen Höfen bis zu maximal etwa 4,5 Vol.-% zu. Angesichts dieses sehr geringeren prozentualen Volumenanteils und der Tatsache, dass die Fließgrenze des Austenits bei Raumtemperatur bei etwa 300 MPa liegt, lässt sich vermuten, dass die phasenspezifischen Eigenspannungen der Austenitphase keinen signifikanten Einfluss auf die Eigenspannungen I. Art haben. Da für die In-situ-Phasenanalysen keine quantitativen Verteilungen der Anteile von Austenit unterhalb M_s berechnet werden konnten, können auch keine Abschätzungen des Restausteniteinflusses auf die Spannungsentwicklung im Zweiphasengebiet während des Abkühlvorgangs gemacht werden.

Anhand der Ergebnisse der Mikrohärteprüfungen lässt sich die Güte des Laserhärteprozesses aufzeigen. Aus den in Abb. 3.14, Abb. 3.19b, Abb. 3.22a und Abb. 3.26a vorgestellten Härteverteilungen kann erschlossen werden, dass der Härtegewinn in der Prozesszone aller Versuchsvarianten annähernd gleich ist. Er liegt bei etwa 75 % gegenüber dem Ausgangszustand. Die o. a. Härteverteilungen korrelieren grundsätzlich gut mit den (am Ende des Prozesses erfassten) Verteilungen der Integralbreite der Röntgeninterferenzlinien. Die Ex-situ-Ergebnisse für den Mittelpunkt der Prozesszone verdeutlichen allerdings, dass mit zunehmendem Wärmeeintrag in das Probenvolumen eine eindeutige Tendenz abfallender Integralbreiten an der Oberfläche zu beobachten ist (vgl. Abb. 3.30). Die lateralen Härteverteilungen zeigen dagegen keine solche ausgeprägten Tendenzen. Zum Einen lässt sich dies durch die recht große Streubreite der Härtemessungen erklären, zum Anderen wurden die Härteprüfungen in lateraler Richtung etwa 55 µm unterhalb der Oberfläche durchgeführt, um Randeffekte bei der instrumentierten Werkstoffprüfung zu vermeiden. Mögliche Oberflächeneffekte, die in den Bereichen maximaler Prozesstemperatur zu vermuten wären, wie z. B. Selbstanlassen, werden folglich nicht durch die Härtemessung erfasst. Deshalb wird auf eine nähere Diskussion der Ergebnisse der Werkstoffhärte verzichtet.

Infolge der Abhängigkeit der Integralbreite der Röntgeninterferenzlinien von der vorliegenden Temperatur sowie von der elastischen Verspannung der Versetzungen lassen sich die zeitli-

chen Integralbreiteverteilungen von Prozessen, die unterschiedliche Temperatur-Zeit-Zyklen durchlaufen, nicht eindeutig interpretieren. Aus diesem Grund wird nur die Integralbreiteentwicklung der beiden Laserprozessvarianten, die unter gleichen Parametern und unterschiedlichen Bearbeitungsoptiken gehärtet wurden, diskutiert (vgl. In-situ-Versuchsvariante B). Die in Abb. 4.23 dargestellte Zunahme der Breite der Ferrit-Interferenzlinien während der Erwärmungsphase lässt sich als eine Überlagerung der temperaturbedingten Interferenzlinienverbreiterung und der zeitlichen Entwicklung der inhomogenen Mikrospannungen II. und III. Art (vgl. Kapitel 2.2) verstehen. Die Zunahme der Integralbreite des Martensits ist eine Folge der erhöhten Versetzungsdichte infolge der Anpassungsprozessen, die bei der martensitischen Phasenumwandlung stattfinden. Die Verringerung der Integralbreite unmittelbar nach der Martensitbildung beim Härten mit der Homogenisierungsoptik, bei sonst annähernd vergleichbaren Integralbreiteverteilungen, kann als ein Nachweis für das Auftreten von Selbstanlasseffekten interpretiert werden. Mit zunehmender Größe des durch den Laserstrahl belichteten Probenvolumens nimmt die Gesamttemperatur der Probe zu. Das lässt sich durch den erhöhten Wärmeeintrag in das Probenvolumen erklären. Dieser Effekt ist mit einem abnehmenden Selbstabkühlvermögen der Probe verbunden und wurde durch die Verteilung der wahren Erwärmungs- und Abkühlraten in Abb. 4.20 b bestätigt. Demnach kühlt die „größere“ Prozesszone unterhalb 300 °C wesentlich langsamer als die Prozesszone, die sich beim Härten mit der kleineren Spot-Optik ausbildete. Die langsamere Abkühlung kann folglich Selbstanlassen des bereits gebildeten Martensits bewirken. Allerdings bleibt fraglich, ob innerhalb des gezeigten Zeitraums der Integralbreiteabnahme, der etwa 10 bis 15 s beträgt, bereits ein Anlassprozess bei den entsprechenden relativ geringen Temperaturen stattfindet.

Selbstanlasseffekte beim Laserrandschichthärten von 20CrMo4 und Ck45 werden z.B. in [110] anhand von Gefügebildern, in welchen die angelassenen Martensitnadeln schwarz angeätzt worden sind, oder anhand von TEM-Aufnahmen der ϵ -Karbidausscheidungen nachgewiesen. In der vorliegenden Arbeit konnten angelassene Martensitstrukturen mit Hilfe der aufgenommenen Lichtmikroskopbilder nicht eindeutig festgestellt werden (vgl. z.B. Abb. 3.21 bzw. Abb. 3.24). REM- oder TEM- Untersuchungen hätten ebenfalls kein eindeutiges Selbstanlassens nachweisen können, da die ϵ -Karbidausscheidungen der zuvor durchlaufenden Vergütungswärmebehandlung nicht eindeutig von denen des Laserhärteprozesses unterschieden werden können. Ein greifbares Indiz für aufgetretenes Selbstanlassen im Mittelpunkt der Prozesszone ist allerdings die Tiefenverteilung des dehnungsunabhängigen Netzebenenabstandes D^* (vgl. Kapitel 4.1.3), die in Abb. 5.4 dargestellt ist. Anhand der Steigung und des Achsenabschnitts der $2\theta\text{-sin}^2\psi$ -Ausgleichsgeraden wurde unter Verwendung der dehnungsfreien Richtung $\text{sin}^2\psi^*$ zuerst der dehnungsunabhängige doppelte Bragg-Winkel $2\theta^*$ ex-situ ermittelt. Schließlich wurde über die Bragg-Gleichung D^* berechnet. Die in Abb. 5.4 dargestellte Verteilung korreliert sehr gut mit der Tiefenverteilung der Integralbreite aus Abb. 3.15b. Von der Probenoberfläche ausgehend lässt sich

bis zu einer Probentiefe von etwa 50 μm eine deutliche Zunahme von D^* festzustellen. Dies deutet klar auf eine Zunahme der chemischen Dehnung infolge des in der Martensitmatrix gelösten Kohlenstoffs hin. Diese Erkenntnis deckt sich mit den in [110] dargelegten Ergebnissen einer Linienprofilanalyse, die anhand der Tiefenverteilung des mittleren Verzerrungszustands ebenfalls einen Rückgang in der kohlenstoffbedingten Gitterverspannung an der Probenoberfläche feststellen. Als mögliche Ursachen dafür werden eine Randschichtentkohlung oder ein Selbstanlassen des Gefüges bezeichnet. Da aufgrund der Edelgasprozessatmosphäre eine Randentkohlung der Oberfläche bei allen Laserexperimenten dieser Arbeit unwahrscheinlich ist, lässt sich vermuten, dass beim Laserhärten unter $T_{A, \text{max.}}$ von 1150 $^{\circ}\text{C}$, $v_{\text{Erw./Abkühl.}}$ von 1000 K/s und Einsatz der Homogenisierungsoptik Selbstanlasseffekte im Mittelpunkt der Prozesszone der vorliegenden Probengeometrie auftreten. Dadurch lassen sich schließlich die geringeren Eigenspannungen, die in den ersten 50 μm unterhalb der Oberfläche entstehen, gegenüber den Eigenspannungen, die sich in der Tiefe der Prozesszone ausbilden (vgl. Abb. 3.17b), erklären.

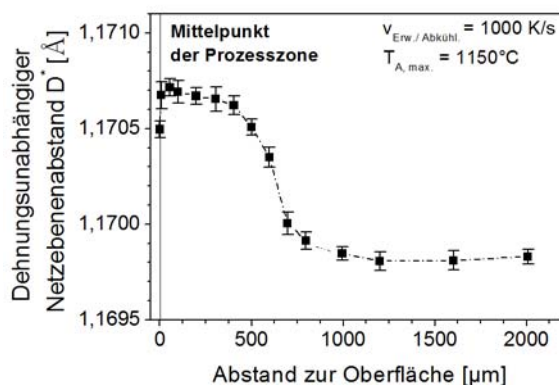


Abb. 5.4: Verteilung des dehnungsunabhängigen Netzebenenabstands nach dem Laserstrahlhärten unter $T_{A, \text{max.}}$ von 1150 $^{\circ}\text{C}$, $v_{\text{Erw./Abkühl.}}$ von 1000 K/s und Einsatz der Homogenisierungsoptik. Messdaten für den Mittelpunkt der Prozesszone.

5.2.2 Spannungsentwicklung und Eigenspannungsausbildung

Zur typischen Eigenspannungsentstehung beim Laserstandhärten

Untersuchungen zum In-situ-Laserrandschichthärten unter variierender Messposition des Synchrotronstrahls (In-situ-Versuchvariante A) wurden in Kap. 4.3.1 vorgestellt. Anhand dieser Ergebnisse wird im Folgenden die Entstehung der charakteristischen Eigenspannungen innerhalb und außerhalb der Prozesszone diskutiert.

In Abb. 4.13 wurde gezeigt, dass mit zunehmendem Abstand zum Laserspotmittenpunkt eine Abnahme sowohl der thermischen Dehnung als auch der lokal vorliegenden Ist-Aufheiz- und Abkühlrate erfolgt. Da die thermische Dehnung aufgrund des angenommenen isotropen Materialverhaltens auch als eine lokale Volumenzunahme bzw. Materialkontraktion interpretiert werden kann, bedeutet die o.a. Tendenz, dass während des Gesamtprozesses verhältnismäßig steile ther-

mische Ausdehnungs- bzw. Schrumpfungsgradienten ausgehend vom Mittelpunkt des Laserspots zum Probenrand hin auftreten. Für die Dauer der Haltephase ändert der Ausdehnungsgradient seine Richtung. Während die Temperatur der Prozesszone durch die Laserbelichtung auf 200 °C gehalten wird, dehnen sich die zum Laserspot nahe liegenden Oberflächenbereiche infolge der Wärmeleitung weiter aus (vgl. Abb. 4.13).

Die lokal unterschiedlich stark ausgeprägte thermisch bedingte Ausdehnung bzw. Schrumpfung hat die Ausbildung von elastischen Dehnungen und mechanischen Spannungen zur Folge. Da für alle im Ergebnisteil betrachteten In-situ-Versuchsvarianten die zeitliche Entwicklung der elastischen Dehnung und der deviatorischen Spannung sehr gut miteinander korrelierten, werden im Folgenden nur die Spannungskenngrößen diskutiert.

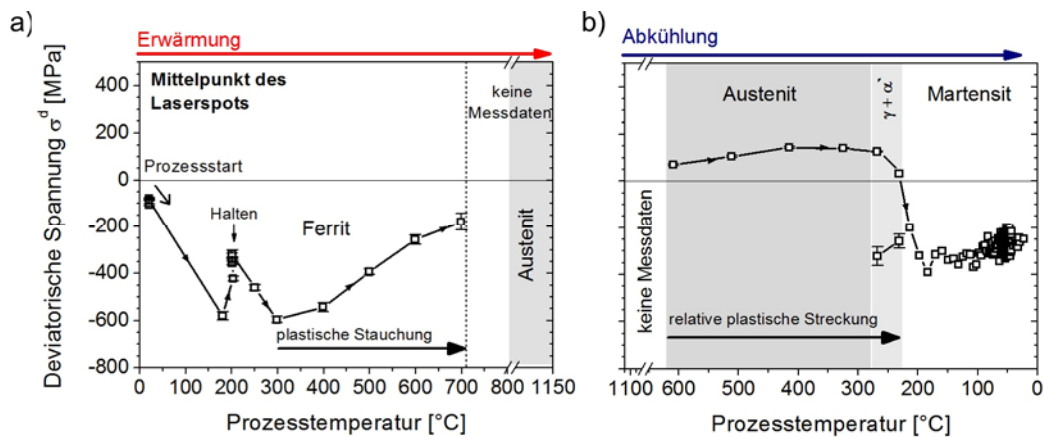


Abb. 5.5: Temperaturabhängige Entwicklung der deviatorischen Spannung während der Erwärmungsphase (a) und während der Abkühlung (b) beim Laserstandhärten unter $T_{A, \max}$ von 1150 °C, $v_{\text{Erw./Abkühl.}}$ von 1000 K/s und Einsatz der Homogenisierungsoptik. Messdaten für den Mittelpunkt der Prozesszone

Die Spannungsentwicklung wird zunächst für den Mittelpunkt der Prozesszone erläutert, indem das Ergebnis aus Abb. 4.14c als Funktion der gemessenen Prozesstemperatur in Abb. 5.5 dargestellt wird. Aus Gründen der Übersichtlichkeit sind die Spannungsverteilungen für die Erwärmungsphase und die Abkühlphase in Abb. 5.5a und Abb. 5.5b separat dargestellt.

Unmittelbar nach dem Prozessstart wird die Prozesszone durch das kältere Umgebungsmaterial in ihrer Ausdehnung behindert. Dies führt zur Entstehung von Druckspannungen (vgl. Abb. 5.5a). Beim Erreichen des Haltepunktes erfährt das Werkstoffvolumen eine Art Relaxation infolge der globalen Materialerwärmung durch die Wärmeleitung. Die Folge davon ist eine Abnahme der Druckspannungen der Prozesszone (vgl. Abb. 5.5 a). Oberhalb 350 °C bauen sich trotz weiterer Temperaturerhöhung die Druckspannungen der Prozesszone zum zweiten Mal ab. In Abb. 4.19 wird zudem gezeigt, dass die Vergleichsspannung die lokal vorliegende Fließgrenze

ebenfalls bei etwa 350 °C erreicht und übersteigt. Dies weist auf plastische Anpassungsprozesse hin (vgl. dazu z.B. [166]), die die deviatorische Spannung auf den Wert der lokal vorliegenden Fließgrenze verringern. Da der Spannungsabbau während einer Ausdehnungsbehinderung infolge des lokalen thermisch bedingten Ausdehnens der Prozesszone erfolgt, lässt sich schließen, dass die Prozesszone plastisch gestaucht wird (vgl. Abb. 4.19a). Den experimentellen Daten nach halten diese plastischen Deformationen bis zum Beginn der Ferrit-Austenit-Umwandlung an. In der Austenit-Phase wurden zwar keine Messdaten aufgenommen, jedoch wird eine Fortsetzung des Spannungsabbaus vermutet, da die Prozesstemperatur mit der gleichen Erwärmungsrate bis auf 1150 °C zunimmt und der Austenit in der Regel eine niedrigere Warmfestigkeit als der Ferrit besitzt. Demnach sollten die prozessbedingten Druckspannungen auf Werte der bei 1150 °C vorliegenden Fließgrenze des Austenits am Ende der Erwärmungsphase abgebaut sein.

Mit einsetzender Abkühlung kühlt dem Schrumpfungsradien zufolge die Prozesszone schneller als das Umgebungsmaterial ab. Dabei wird sie in ihrer Abkühlung behindert, wodurch in Übereinstimmung mit [22] die abkühlbedingten Zugspannungen in Abb. 4.14c und Abb. 5.5b erklärt werden können. Die Dehnungsbehinderung wird durch den höheren thermischen Ausdehnungskoeffizienten der austenitisierten Prozesszone gegenüber dem thermischen Ausdehnungskoeffizienten des ferritischen Umgebungsmaterials verstärkt. Zugleich wird das plastisch gestauchte „kürzere“ Prozesszonevolumen infolge der Schrumpfung zusätzlich mehr als das Umgebungsmaterial verkürzt. Dieser Effekt überlagert die beiden o. a. Effekte additiv, so dass die abkühlbedingte Zugspannungsentstehung verstärkt wird.

Da nach Abb. 4.13 der Schrumpfungsradien mit abnehmender Prozesstemperatur abnimmt, wurde erwartet, dass die damit verbundenen Zugspannungen ebenso abnehmen. Abb. 5.5b zeigt allerdings die gegenläufige Tendenz. Der Verteilung der Vergleichsspannungen nach (vgl. Abb. 4.19a) ist offensichtlich, dass beim Abkühlen aus dem Austenitgebiet die zuvor plastisch gestauchte „kürzere“ Prozesszone, relativ gesehen, plastisch gestreckt wird. Infolgedessen lässt sich die o. a. Zunahme der Zugspannungen durch die Zunahme der lokal vorliegenden Fließgrenze (vgl. Abb. 4.19a) begründen.

Der Verformungszustand der Prozesszone ist unmittelbar vor der martensitischen Umwandlung nicht bekannt. Welcher der beiden Plastisierungseffekte – der der plastischen Stauchung beim Erwärmen oder der der plastischen Streckung beim Abkühlen – überwiegt, kann anhand der experimentellen Daten nicht beurteilt werden. Bei der Martensitumwandlung erfolgt aber nach Abb. 2.8 eine lokale Volumenvergrößerung der Prozesszone. Dieser Vorgang ist mit einer Dehnungsbehinderung durch das nicht umgewandelte ferritische Umgebungsmaterial verbunden. Dies erklärt übereinstimmend zu [22] die Spannungsumkehr und die Entstehung von umwandlungsbedingten Druckspannungen. Da unmittelbar vor der Martensitbildung der Verformungszustand nicht bekannt ist, bleibt ungewiss ob die „längere“ (plastisch gestreckte) bzw. die „kürzere“

(plastisch gestauchte) Prozesszone den Effekt der martensitischen Volumenzunahme verstärkt bzw. vermindert und die Druckspannungen, die unmittelbar nach der Umwandlung sich ausbilden, erhöht bzw. reduziert.

Für die Spannungsverteilung nach der Martensitbildung sind in erster Linie zwei Effekte verantwortlich. Einerseits wurde in Abb. 4.14c gezeigt, dass die umwandlungsgeprägten Druckspannungen für die Prozesszeiten zwischen der Martensitbildung und dem Zeitpunkt der gleichmäßigen Abkühlung der Randschichten infolge der schneller schrumpfenden Prozesszone abnehmen, andererseits wirkt dieser Schrumpfung der kleinere thermische Ausdehnungskoeffizient des Martensits gegenüber dem des Ferrits (des Umgebungsmaterials) entgegen. Damit relativiert sich die Wirkung der beiden Effekte. Als Folge davon lässt sich ein wenig signifikanter Spannungsrückgang von etwa 75 MPa zwischen 200 °C und 80 °C beobachten (vgl. Abb. 5.5b). Dieser Spannungsabbau kann allerdings auch mit der o. a. Vermutung zum Auftreten von Selbstanlasseffekten in Verbindung gebracht werden, da nach Kap. 2.2.1 das spezifische Volumen des Martensits (der Prozesszone) beim Selbstanlassen abnimmt und dadurch die Druckspannungen der Prozesszone reduziert. Somit überlagern sich drei Effekte in komplexer Weise, so dass anhand der gewonnenen In-situ-Messdaten die Trennung dieser drei Effekte im Sinne des Erlangens eines besseren Prozessverständnisses nicht möglich ist.

Für den Rand der Prozesszone wurde tangential und radial zum Mittelpunkt der Prozesszone eine betragsmäßig annähernd gleiche Zunahme der Druckeigenstressungen von etwa 175 MPa im Vergleich zur Eigenstressung im Laserspotmittenpunkt festgestellt (vgl. Abb. 3.17 a). Angesichts der Streubreite des In-situ-Experiments, die auf etwa ± 75 MPa ermittelt wurde, werden diese ohnehin geringfügigen Unterschiede noch schwieriger zu interpretieren. Deshalb werden diese Ergebnisse nicht näher diskutiert. Es ist allerdings zu vermuten, dass die Ursachen für die Entstehung der höheren Druckeigenstressungen mit der am Rande der Prozesszone erreichten niedrigen maximalen Temperatur in Verbindung gebracht werden sollen, da die restlichen Einflussfaktoren, wie z.B. Restaustenit, Erwärmungs- und Abkühlraten oder Selbstanlasseffekte, annähernd gleich mit denen der Prozesszonenmitte sind.

Während in der Prozesszone umwandlungsgeprägte und in beiden Messrichtungen nahezu betragsmäßig gleiche Eigenstressungen festgestellt wurden, wurden außerhalb der Prozesszone Zugeigenstressungen ermittelt, die tangential und radial zum Laserspotmittenpunkt unterschiedlich über die Probenoberfläche verlaufen (vgl. Abb. 3.17a). In den oberflächennahen Randschichten, die in unmittelbarer Nähe zur Prozesszone liegen, wirken während der Erwärmung die gleichen Mechanismen, wie die oben erläuterten Vorgänge für den Mittenpunkt der Prozesszone. Die Erwärmung verläuft allerdings umwandlungsfrei und bei geringeren Temperaturen und Erwärmungsraten. In einem Abstand von 4 mm zum Laserspot (vgl. Abb. 4.17a) lässt sich die über die Erwärmungszeit inhomogene Druckspannungsentwicklung durch die Überlagerung der Deh-

nungsbehinderungen beim thermisch bedingten Ausdehnen und der plastischen Stauchungseffekte (vgl. Abb. 4.19c) nach Anlehnung an Abb. 5.5a erklären. Beim Abkühlen erfolgt nach Abb. 4.19c keine Plastizierung. Die oberflächennahen Bereiche am Rande der Prozesszone bleiben plastisch gestaucht. Die plastische Stauchung verstärkt, wie oben erläutert, den Schrumpfungseffekt, so dass sich Zugspannungen ausbilden. Dies stimmt mit den Ergebnissen des Kern-Rand-Modells nach [22] überein (vgl. Abb. 2.10a). Die in Echtzeit erzielten experimentellen Erkenntnisse aus Abb. 4.17a belegen weiterhin, dass die bei der martensitischen Umwandlung einhergehende Volumenvergrößerung der Prozesszone in radialer Richtung im Sinne eine „Druck-Lastspannung“ wirkt. Daher wird sie im Folgenden als solche bezeichnet. Diese „Druck-Lastspannung“ verkleinert die schrumpfungsbedingten Zugspannungen. Die vorliegenden Spannungen stellen selbst eine Art Dehnungsbehinderung dar. In tangentialer Richtung liegt infolge der Querkontraktion eine der radialen „Druck-Lastspannung“ entgegen gerichtete und betragsmäßig kleinere Zug-Lastspannung vor, die die abschreckbedingten Zugspannungen additiv überlagert und folglich erhöht. Eine Skizze der Richtungen dieser Lastspannungen der Prozesszone und deren Einfluss auf die Spannung des Umgebungsmaterials ist in Abb. 5.6b dargestellt. Schließlich erklärt die in den beiden oberflächenparallelen Hauptrichtungen infolge der Querkontraktion unterschiedlich wirkende Volumenvergrößerung der Prozesszone die betragsmäßig unterschiedlich hohen Zugeigenspannungen, die sich beim Abkühlen auf Raumtemperatur ausbilden. Diese Erkenntnis soll allerdings unter Berücksichtigung der in Kap. 5.1 gezeigten Unterschiede im Messvolumen, die sich aus der unterschiedlichen Strahlbreite der In-situ-Analysen in Radial- und Tangentialrichtung ergeben, mit Vorbehalt betrachtet werden. Weiterhin werden tangential und radial zum Rand des Laserspots infolge der Probenvorkippung Beugungsdaten aus unterschiedlichen Volumenbereichen gemittelt. Da die maximale Kippung ψ der in der vorliegenden Arbeit durchgeführten In-situ-Laserhärteexperimente auf etwa 54° gewählt wurde, lässt sich dieser Einfluss angesichts des relativ kleinen Messvolumens und der geringeren Divergenz der Synchrotron-Röntgenstrahlung als nicht signifikant bewerten.

Eine Erhöhung des Abstands zur Prozesszone führte, wie in Abb. 4.13 gezeigt, zu einer abgemilderten Wirkung der thermisch bedingten Materialausdehnung und -schrumpfung. Der geringeren thermisch bedingten Ausdehnung bzw. Schrumpfung zur Folge nimmt die Dehnungsbehinderung ab. Somit bauen sich mit zunehmendem Abstand zum Prozesszonenmittelpunkt komponentenweise stets geringere Spannungen aus (vgl. z. B. Abb. 4.15 oder Abb. 4.16). In einem Abstand von 5 mm zum Laserspotmittelpunkt finden nach Abb. 4.19d keine plastische Verformungen weder beim Erwärmen noch beim Selbstabkühlen statt. Damit ist die alleinige Eigenspannungsentstehungsursache die Materialreaktion auf die elastischen Volumenänderungen der Prozesszone. Darüber hinaus nimmt mit zunehmendem Abstand zum Mittelpunkt der Prozesszone der Einfluss der thermisch bedingten Volumenzunahme bzw. -abnahme auf die Spannungsentstehung im

Umgebungsmaterial zu, weil sich neben der Prozesszone auch die in ihrer unmittelbarer Nähe liegenden Randschichten temperaturbedingt ausdehnen bzw. schrumpfen. Somit wird die oben erläuterte Wirkung der „Lastspannungen“ verstärkt. Während kurz nach dem Prozessstart die in einem Abstand von 4 mm zum Laserspot wirkenden oberflächenparallelen Spannungskomponenten über die Prozesszeit nahezu gleich verlaufen (vgl. Abb. 4.17a), wurden in einem Abstand von 5 mm deutlich höhere Druckspannungen in radialer Richtung als in tangentialer Richtung ermittelt (vgl. Abb. 4.17 b). Diese Tendenz wird bestätigt, wenn die zeitliche Verteilung der tangentialen und der radialen Spannungskomponente aus Abb. 4.17b über die Prozesstemperatur aufgetragen wird. Das Ergebnis ist in Abb. 5.6a dargestellt. Die Darstellung ist durch die temperaturabhängige Spannungsentwicklung der Prozesszone aus Abb. 5.5a ergänzt. Abb. 5.6a zeigt, dass bei gleicher Temperatur bzw. gleicher thermischer Ausdehnung die Spannung in radialer Richtung gegenüber der Spannung der Prozesszone höher ist. In tangentialer Richtung ist die gegenläufige Tendenz zu beobachten. Dies ist ein klares Indiz dafür, dass die „Lastspannungen“ beim Ausdehnen der mittleren Probenbereiche als Drucklast in radialer und infolge der Querkontraktion als Zugspannung in tangentialer Richtung wirken und die vorliegenden Druckspannungen überlagern.

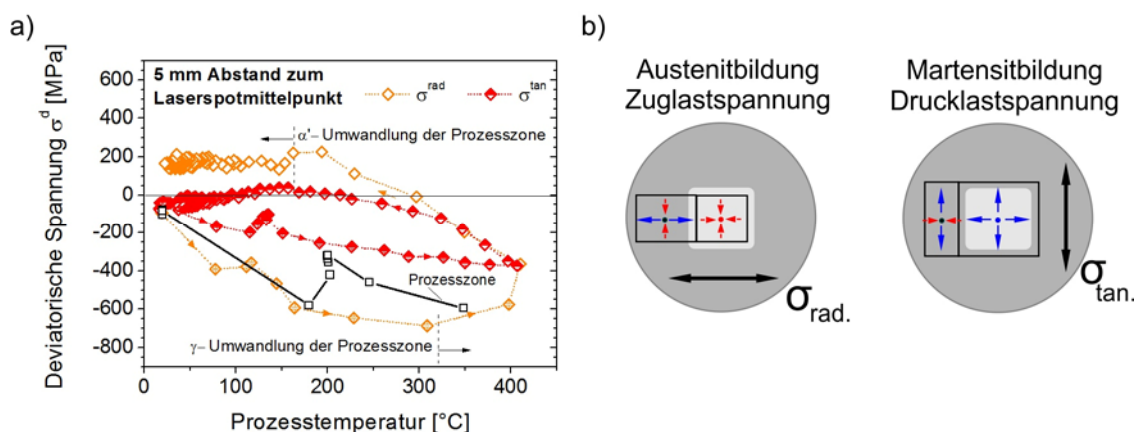


Abb. 5.6: Temperaturabhängige Entwicklung der deviatorischen Spannung in einem Abstand von 5 mm zum Laserspotmittelpunkt während des Laserstandhärtens unter $T_{A, max}$ von 1150 °C, $v_{Erw./Abkühl.}$ von 1000 K/s und Einsatz der Homogenisierungsoptik (a), schematische Darstellung der Richtungen der Lastspannungen infolge der Volumenschrumpfung bzw. -expansion der Prozesszone (b)

Entlang der radialen Richtung wirkt die Austenitbildung der Prozesszone der Dehnungsbehinderung und den o. a. „Drucklastspannungen“ entgegen. Das heißt, dass die betrachteten lokalen Bereiche sich „leichter“ ausdehnen können. Dem geringeren Dehnungsbehinderung zur Folge nehmen die Druckspannungen ab. In tangentialer Richtung wird erwartungsgemäß eine Zunahme der Spannung festgestellt. Die martensitische Umwandlung der Prozesszone wirkt wiederum als

eine „Drucklastspannung“, wodurch sich die Abnahme der radialen und die Zunahme der tangentialen schrumpfungsbedingten Zugspannungen erklären. Da die Volumenabnahme bei der Ferrit-Austenit-Umwandlung größer als der Volumensprung bei der Martensitumwandlung gegenüber dem Ferrit ist, überwiegt die Reaktion des ferritischen Umgebungsmaterials auf die sogenannten „Zuglastspannungen“. Dementsprechend verbleiben Zugeigenspannungen entlang der radialen Richtung. In tangentialer Richtung bilden sich infolge der Querkontraktion geringfügige Druckeigenspannungen aus.

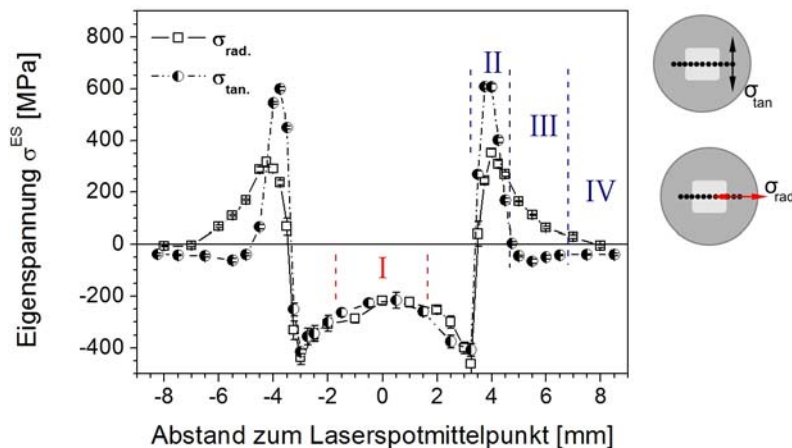


Abb. 5.7: Aufteilung der Oberflächenprofile der tangentialen und radialen Eigenspannungen nach Eigenspannungsentstehungsursachen. Bereich I: Umwandlungs- und Abschreckeigenspannungen; Bereich II: Schrumpfeigenspannungen; Bereich III: Ausgleichseigenspannungen; Bereich IV: spannungsfreie Zonen

Aus den bisher abgeleiteten Rückschlüssen für das Materialverhalten während des Laserstandhärtens lässt sich die röntgenographisch ermittelte Verteilung der Eigenspannungen auf der Oberfläche in vier Bereiche nach den Eigenspannungsentstehungsgründen, wie in Abb. 5.7 dargestellt, aufteilen. Innerhalb des Bereichs I überlagern **Umwandlungs- und Abschreckeigenspannungen**, die sich verstärken und charakteristische Druckeigenspannungen bewirken. Für die Eigenspannungsausbildung im Bereich II tragen Fließprozesse und elastische Verformungen der in unmittelbarer Nähe liegenden Prozesszone bei, wobei die **Schrumpfeigenspannungen** infolge der plastischen Stauchung dominieren und Zugeigenspannungen bewirken. Im Bereich III erfolgen keine plastische Verformungen. Es bilden sich ausgleichsbedingt Zugeigenspannungen als Materialreaktion auf die bleibenden elastischen Ferrit-Austenit- und der Austenit-Martensit-Volumenänderungen der Prozesszone. Tangential und radial zur Messrichtung nehmen sie, genau wie die Eigenspannungen im Bereich II, infolge der Querkontraktion unterschiedliche Beträge ein. Bereich IV bleibt von der thermischen Wirkung der Laserstrahlung annähernd unbeeinflusst.

Die in Abb. 5.7 dargestellten Ergebnisse decken sich qualitativ sehr gut mit den experimentellen Befunden von [104]. Als Grund für die Ausbildung von unterschiedlichen Verteilungen der Zugeigenspannungen im Bereich III werden allerdings in der o.a. Arbeit die Temperaturgradienten verantwortlich gemacht, die tangential und radial unterschiedlich wirken. Anhand der o. a. neuen experimentellen Erkenntnisse kann dies jedoch widerlegt werden, indem erläutert wurde, dass die Eigenspannungsbildung in diesem Bereich nicht durch plastische Deformationen sondern durch die elastische Volumenänderungen der Prozesszone und durch die Querkontraktion geprägt wird.

Zum Einfluß des Umwandlungsvolumens bei der Eigenspannungsentstehung

In Kap. 3.4.3 wurde gezeigt, dass das Volumen der martensitisch umgewandelten Prozesszone durch die Form und die Größe des Laserspots gezielt eingestellt werden kann. Für die Prozessvariante (Versuchsart B in Tab. 3.3), die unter Einsatz der Homogenisierungsoptik bzw. der Spot-Optik mit den Erwärmungs- und Abkühlraten von 1000 K/s und maximaler Temperatur von 1150 °C gehärtet wurde, wurde anhand von Abb. 3.23 festgestellt, dass eine Abnahme der Abmessungen der Härtelinse zur Abnahme der Druckeigenspannungen im Mittelpunkt der Prozesszone führt. Die in Abb. 4.22c dargestellten zeitlichen Verteilungen der deviatorischen Spannung beider Prozesse zeigten bis zum Zeitpunkt der martensitischen Umwandlung eine sehr gute Vergleichbarkeit. Demzufolge lässt sich der Unterschied im Betrag der nach der Martensitbildung aufgebauten Druckspannungen durch den vor der Martensitbildung vorliegenden lokalen Verformungszustand erklären. Da der 2-Detektor-Messansatz keinen quantitativen Einblick in die Entwicklung der plastischen Dehnungen zulässt, wurde unter Einsatz der Prozesssimulation die plastische Dehnung berechnet und in Abb. 5.8 als Funktion der Prozesstemperatur aufgetragen.

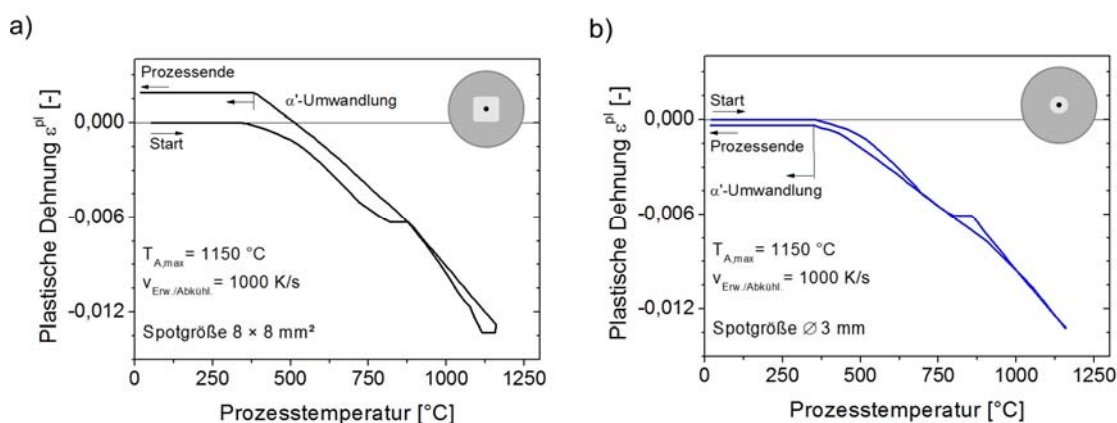


Abb. 5.8: Simulierte temperaturabhängige Verteilung der plastischen Dehnung im Mittelpunkt der Prozesszone beim Laserrandschichthärtens des Stahls 42CrMo4 mit $v_{\text{Erw./Abkühl.}} = 1000 \text{ K/s}$ und $T_{A,\text{max.}} = 1150 \text{ °C}$ unter Einsatz der Homogenisierungsoptik mit der Spotgröße von $8 \times 8 \text{ mm}^2$ (a) und der Spotoptik mit der Spotgröße von $\text{Ø } 3 \text{ mm}$ (b)

Aus der Gegenüberstellung der beiden Verteilungen wird ersichtlich, dass kurz vor der martensitischen Umwandlung die Randschichten, die durch die Homogenisierungsoptik bearbeitet wurden, plastisch gestreckt sind. Gleichwohl erfährt die Prozesszone, die durch die Spot-Optik belichtet wurde, eine geringe plastische Stauchung. Das heißt, dass die Zunahme der Größe der Härtelinse zu einer Verstärkung der plastischen Streckungseffekte beim Selbstabschrecken beiträgt. Im Fall des Laserhärtens mittels der Homogenisierungsoptik können diese plastische Deformationen die plastische Stauchung, die sich während der Erwärmungsphase einstellt, beim Abkühlen überkompensieren. Folglich ist die Prozesszone vor der Martensitbildung „länger“ als die plastisch gestauchten Randschichten beim Laserhärten unter Einsatz der Spot-Optik. Angesichts dieser Feststellung und der annähernd gleichen umwandlungsbedingten Dehnung beider Prozesse, die anhand der nahezu ähnlichen Martensitmorphologie (vgl. Abb. 3.21) zu vermuten ist, können die höheren Druckspannungen nach der Martensitbildung durch die erhöhte Dehnungsbehinderung beim martensitischen Umwandeln der plastisch gestreckten Prozesszone erklärt werden. Diese höheren Druckspannungen tragen schließlich zur Ausbildung von betragsmäßig höheren Druckeigenstressungen bei.

Die o. a. Ursachenaufklärung ist anhand einer kombinierten Betrachtung der Ergebnisse des In-situ-Beugungsexperiments und der Prozesssimulation abgeleitet, die allerdings keine zufriedenstellende Vorhersage in Bezug auf die Eigenstressausbildung treffen kann (vgl. Abb. 3.29). Da allerdings die Simulationsergebnisse nur die qualitativen Unterschiede beider Laserhärtprozesse zueinander aufzeigen sollten, kann die o. a. Erkenntnisse bezüglich der Verteilung der prozessbedingten plastischen Dehnungen als in guter Näherung gültig angenommen werden.

Zum Einfluß der maximalen Prozesstemperatur bei der Eigenstressentstehung

Die in Abb. 4.27c dargestellten zeitlichen Spannungsentwicklungen für den Laserstandhärteprozess unter variierender maximaler Prozesstemperatur $T_{A, \max}$ zeigten bis zum Zeitpunkt der martensitischen Umwandlung keine signifikanten Unterschiede. Dementsprechend lassen sich die unmittelbar nach der Martensitumwandlung beobachteten Differenzen anhand des vor der martensitischen Phasenumwandlung vorliegenden Vorformungszustands erklären. Die plastischen Dehnungen für die betrachteten Prozessvarianten der In-situ-Versuchsart C wurden wiederum simulativ berechnet und in Abb. 5.9 als Funktion der Prozesstemperatur aufgetragen.

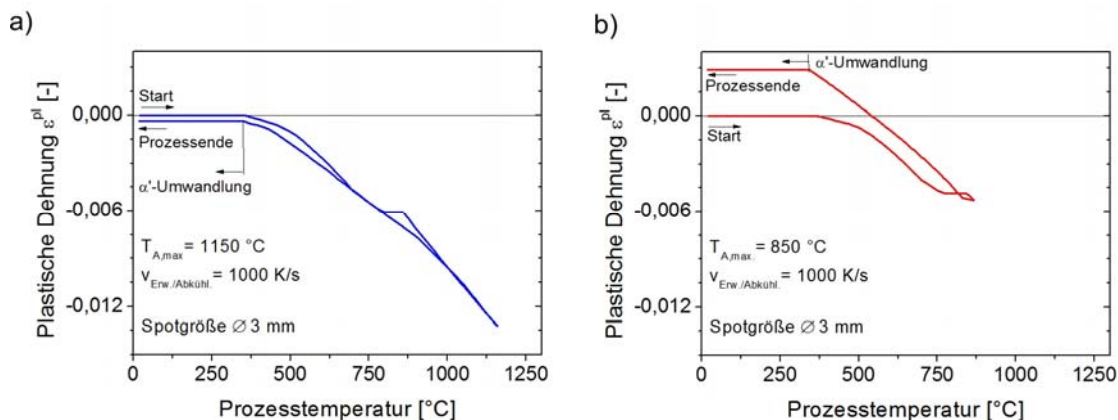


Abb. 5.9: Simulierte temperaturabhängige Verteilung der plastischen Dehnung im Mittelpunkt der Prozesszone beim Laserrandschichthärten des Stahls 42CrMo4 mit $v_{\text{Erw./Abkühl.}} = 1000 \text{ K/s}$, unter Einsatz der Spot-Optik (Laserspotgröße ca. $\varnothing 3 \text{ mm}$) und variierender maximaler Prozessstemperatur von 1150 °C (a) und 850 °C (b)

Die Verringerung der Prozessstemperatur von 1150 °C auf 850 °C führt genau wie die oben dargestellte Zunahme der Härtelinienabmessungen zu einer Verstärkung der plastischen Streckungseffekte während der Abkühlung. Die Prozesszone, die bei 850 °C austenitisiert wurde, ist nach Abb. 5.9b kurz vor der Martensitumwandlung plastisch gestreckt. Im Gegensatz dazu ist die die Prozesszone, die auf 1150 °C austenitisiert wurde, plastisch gestaucht (vgl. Abb. 5.9a). Demzufolge bewirkt die Umwandlung der „längeren“ (plastisch gestreckten) Prozesszone eine Ausbildung von betragsmäßig höheren Druckspannungen und folglich von höheren Druckeigenstressungen bei Erhöhung der maximalen Prozessstemperatur. Diese Erkenntnis stimmt mit den experimentellen Befunden verschiedener Autoren überein, die Stand- oder Linienhärten am Beispiel niedriglegierter Stähle unter variierenden Prozessstemperaturen untersuchten (vgl. z.B. [100, 104]), die allerdings keine eindeutigen Ursache für die Verringerung der Druckeigenstressungen der Prozesszone bei Erhöhung der maximalen nennen können.

5.3 Bewertung der Validierung des Simulationsmodells

Ein Abgleich zwischen den experimentellen Befunden und den simulierten Dehnungs- und Spannungsverteilungen wurde in Kap. 4.4 am Beispiel des Laserstandhärtens unter Erwärmungs- und Abkühlraten von 1000 K/s, maximaler Prozess Temperatur von 1150 °C und Einsatz der Homogenisierungsoptik gezeigt. Für diesen Abgleich sollten Ergebnisse berücksichtigt werden, die aus einem annähernd gleichen Randschichtbereich der Versuchsprobe bzw. des Probenmodells entstammen. Da die röntgenographischen Daten als ein über den gewählten Strahlquerschnitt von $1,2 \times 1,2 \text{ mm}^2$ Mittelwert interpretiert werden sollen, wurde bei den simulierten zeitaufgelösten Dehnungs- und Spannungsverteilungen ein arithmetischer Mittelwert aus den Daten der acht innersten Volumenelemente mit der Kantenlänge bzw. -breite von jeweils $0,154 \times 0,154 \text{ mm}^2$ gebildet. Auf diese Weise wurde eine zum Experiment vergleichbare laterale Ortsauflösung erzielt. Die Tiefenauflösung der Prozesssimulation betrug aufgrund der Vernetzung des Probenmodells 30 μm . Die Informationstiefe der In-situ-Beugungsanalysen wurde dagegen auf ca. 3 μm berechnet (vgl. Kap. 4.2.1). Die röntgenographisch ex-situ bestimmten Eigenspannungstiefenprofile zeigten, unter der Berücksichtigung, dass die experimentell aufgenommenen Daten nicht um den Materialabtragseinfluss korrigiert wurden, allerdings keine ausgeprägte steile Spannungsgradienten in die Tiefe (vgl. Abb. 3.17b). Daraus lässt sich vermuten, dass eine aufgrund der unterschiedlichen Informationstiefen resultierende Abweichung zwischen den Spannungsgrößen der Prozesssimulation und des In-situ-Beugungsexperiments als nicht signifikant zu bewerten ist. Aus diesem Grund kann der in Abb. 4.30 gezeigte Abgleich zwischen Experiment und Simulation als in guter Näherung zulässig angesehen werden. Eine feinere Vernetzung des 3D-Modells auf eine Kantenlänge von 3 μm würde zudem zu einer erheblichen Zunahme der Rechenzeit führen.

Aus den in Abb. 4.30 dargelegten Ergebnissen kann festgestellt werden, dass die zeitliche Auflösung von 100 ms ausreichend ist, um die Simulationsergebnisse mit den experimentell aufgenommenen Dehnungs- und Spannungsgrößen zu validieren. Es konnten sowohl die Ähnlichkeiten als auch die tendenziellen Unterschiede in den beiden Verteilungen klar erkannt werden. Aufgrund der begrenzten zeitlichen Auflösung konnten allerdings Spannungsmaxima und -minima sowie steile Spannungsgradienten durch das Experiment nicht exakt abgebildet werden. Die grundlegenden Tendenzen sind jedoch sogar bei sehr schnell, mit bis zu 1000 K/s, ablaufenden Prozessen deutlich erkennbar, so dass die experimentellen Daten als Validierungsgrundlage und Basis fürs Optimieren der Simulation verwendet werden können.

Die Optimierung selbst ist allerdings kein Gegenstand der vorliegenden Arbeit. Es konnte nachgewiesen werden, dass bis zum Beginn der martensitischen Phasenumwandlung eine sehr gute Übereinstimmung zwischen dem Experiment und der Simulation existiert. Nach dem um-

wandlungsbedingten Spannungsumkehr klaffen die simulierten und die experimentell ermittelten Spannungsverteilungen auseinander. Dies ist ein Indiz dafür, dass die plastischen Deformationen möglicherweise nicht korrekt berechnet worden sind und der Anteil der abschreckbedingten Druckspannungen überschätzt wird. Diese Vermutung lässt allerdings die im vorigen Unterkapitel eingeführten Diskussionsaspekte hinsichtlich des Verfestigungszustands vor der Martensitbildung nicht als negativ bewerten, da ausschließlich ein qualitativer Vergleich zwischen Simulationsergebnissen selbst gemacht wurde.

In Bezug auf eine Verbesserung des Simulationsmodells können als sinnvolle weitere Schritte z. B. die Implementierung eines kinematischen Verfestigungsmodells vorgeschlagen werden, das das Fließverhalten bei sehr schnellen und zyklisch ablaufenden Materialbeanspruchungen besser beschreibt. Außerdem kann neben der Modellierung der Umwandlungskinetik, die in einigen Arbeiten verbessert wurde (vgl. z.B. [129, 144, 161]) und sehr gut das Gefüge und die Werkstoffhärte vorhersagen kann, eine Simulation der Karbidausscheidungskinetik in das Modell implementiert werden. Dadurch kann der Vorgang des Selbstanlassens ebenfalls bei der Spannungsberechnung berücksichtigt werden kann.

6 Zusammenfassung und Ausblick

6.1 Zusammenfassung

In der vorliegenden Arbeit wurde die Spannungsentwicklung und die Eigenspannungsentstehung des Laserrandschichthärteprozesses am Beispiel des niedrig legierten Stahls 42CrMo4 untersucht und bewertet. Zu diesem Zweck wurde auf Basis des $\sin^2\psi$ -Verfahrens der röntgenographischen Spannungsanalyse eine Messmethodik zur Durchführung von zeitlich hoch aufgelösten Spannungsanalysen entwickelt. Die Mess- und Auswertestrategie wurde mit Hilfe von Dilatometerexperimenten sowie Ex-situ-Eigenspannungsanalysen validiert und etabliert. Der entwickelte Messansatz wurde an den Besonderheiten des Laserrandschichthärteprozesses adaptiert. Die Adaption erfolgte unter Einsatz einer selbst konstruierten Prozesskammer, die die Laser- und Synchrotrontechnik sinnvoll zu einem experimentellen Aufbau kombiniert.

Für ein detailliertes Verständnis des Laserrandschichthärteprozesses werden In-situ- und Ex-situ-Untersuchungen an dem vergüteten und spannungsarm geglühten Versuchswerkstoff unter Verwendung des o. a. experimentellen Aufbaus und eines 6 kW Hochleistungsdiodenlasers durchgeführt. Dabei wurde mit Hilfe eines Einfarbenpyrometers temperaturkontrolliertes Laserstandhärten mittels kontinuierlicher fokussierter Laserstrahlung unter He-Prozessatmosphäre betrieben. Die In-situ-Untersuchungen fanden an den Synchrotron-Beamlines P05@PETRA III am DESY und PDIFF@ANKA statt. Dabei wurde eine Synchrotron-Röntgenstrahlung im niederenergetischen Bereich verwendet (< 12 keV). Die für den Laserhärteprozess charakteristischen Randschichteigenschaften wurden am Beispiel eines typischen Härteprozesses ($v_{\text{Erw./Abkühl.}}$ von 1000 K/s, $T_{\text{A.,max.}}$ von 1150 °C) gezeigt und diskutiert. Weiterhin wurden die Einflüsse der maximalen Prozesstemperatur sowie der Größe der Härtelinse auf die Gefüge- und Eigenspannungsbildung systematisch untersucht. Der entwickelte In-situ-Messansatz wurde außerdem zur Validierung der Prozesssimulation eingesetzt, indem die in Echtzeit aufgenommenen Spannungsverteilungen mit den Ergebnissen der Prozesssimulation abgeglichen wurden.

Die wichtigsten Ergebnisse dieser Arbeit können wie folgt zusammengefasst werden.

- a) *Bereitstellung eines experimentellen Ansatzes zur Durchführung von zeitaufgelösten Phasen- und Spannungsanalysen*
- Der vorgeschlagene In-situ-Messansatz ist eine Adaption des $\sin^2\psi$ -Verfahrens. Zwei sehr schnell auslesbare Liniendetektoren vom Typ „Mythen 1K“ wurden im Rückstrahlbereich symmetrisch zum Primär-Synchrotron-Röntgenstrahl positioniert. Das Werkstück wurde vorgekippt, so dass die beiden Liniendetektoren Interferenzlinien aus der gleichen hkl-

Netzebenenschar jedoch unter zwei verschiedenen Orientierungen des Streuvektors N_{φ,ψ_1} und N_{φ,ψ_2} zeitgleich registrieren konnten. Aus den zeitaufgelöst aufgenommenen Interferenzlinienpaaren lässt sich somit zu jedem Zeitpunkt t eine $2\theta\text{-sin}^2\psi$ -Verteilung erstellen.

- Unter Anwendung der aufgestellten Auswertestrategie konnten die richtungsunabhängigen (thermischen, chemischen und umwandlungsbedingten) Dehnungen von den elastischen Dehnungen anhand der vertikalen Verschiebung und der Steigung der Ausgleichsgeraden der linearen $2\theta\text{-sin}^2\psi$ -Verteilung korrekt separiert werden. Die Messmethodik ermöglicht somit die Durchführung von zeitlich aufgelösten Spannungsanalysen ohne die Notwendigkeit die Absolutlinienlagen der Röntgeninterferenzlinien zu ermitteln und die Prozesstemperatur zu kennen.
- Unter Einsatz des vorgeschlagenen experimentellen Aufbaus wurden In-situ-Phasen- und Spannungsanalysen mit der zeitlichen Auflösung von bis zu 100 ms durchgeführt. Diesbezüglich ist der durch die beiden Beamlines PDIFF@ANKA und P05@PETRA III zur Verfügung gestellten Photonenfluss als die einzige messtechnische Begrenzung des experimentellen Aufbaus zu bezeichnen.

b) Verbesserung des Prozessverständnisses

- Innerhalb der Prozesszone laserstrahlgehärteter Randschichten stellt sich ein feinkörniges martensitisches Gefüges, dessen Struktur mit zunehmendem Abstand zum Mittelpunkt der Prozesszone verfeinert wird. Die Werkstoffhärte wurde durch den Laserhärteprozess um bis zu 75 % verbessert. Weiterhin deuten die erhöhten Werte der Integralbreiten der Röntgeninterferenzlinien auf das Auftreten von elasto-plastischen Derotmationen. Während der Erwärmungsphase wird die Prozesszone infolge der Überscheidung der lokalen Fließgrenze plastisch gestaucht. Beim Abkühlen erfolgt eine relative plastische Streckung der zuvor gestauchten austenitischen Prozesszone. Nach der Martensitumwandlung, die ebenfalls mit elasto-plastischen Kristallgitteranpassungen iverbunden ist, finden keine plastischen Verformungsprozesse statt.
- Die Phasenumwandlungen der Prozesszone zusammen mit den einhergehenden elasto-plastischen Deformationen beeinflussen maßgeblich die zeitliche Spannungsentwicklung und Eigenspannungsausbildung. Während der Erwärmungsphase entstehen stark inhomogene Druckeigenspannungen infolge der Dehnungsbehinderung der Prozesszone gegenüber dem kälteren Umgebungsmaterial. Beim Abkühlen bilden sich dagegen schrumpfungsbedingte Zugspannungen aus. Die Druckeigenspannungen, die am Ende des Prozesses entehen, sind ein Ergebnis aus der Überlagerung der umwandlungs- und abschreckbedingten Spannungen, deren Anteile anhand der gewonnenen experimentellen Daten nicht voneinander separiert werden können.

- Außerhalb der Prozesszone finden keine Phasenumwandlungen statt. Nur in unmittelbarer Nähe zur Prozesszone kommt es zu plastischen Stauchungen beim Erwärmen. Sie bewirken die Entstehung von Zugspannungen beim Abschrecken, so dass beim Abkühlen auf Raumtemperatur Schrumpfzugeigenspannungen entstehen. Darüber hinaus wirken die umwandelungsbedingten Volumenänderungen der Prozesszone als „Lastspannungen“, sodass das naheliegende Umgebungsmaterial unter Einfluss der Querkontraktion radial unter Zug und tangential zur martensitisch umgewandelten Prozesszone unter geringfügigen Druckeigenspannungen beansprucht wird.
- Die Zunahme des martensitisch umgewandelten Materialvolumens (der Prozesszone), die durch eine gezielte Variation der fasergekoppelten Bearbeitungsoptik erzielt wird, hat keinen Einfluss auf die Morphologie des martensitischen Gefüges. Mit Zunahme der Abmessungen der Härtelinse nimmt allerdings das Selbstabkühlvermögen der Versuchsprobe ab. Während des Laserstandhärtens unter Einsatz der Homogenisierungsoptik lassen sich abnehmende Integralbreiten nach der Martensitumwandlung beobachten. Dies ist ein Indiz fürs Auftreten geringfügiger Selbstanlasseffekte. Die Druckeigenspannungen der Prozesszone nehmen jedoch mit der Zunahme der Härtelinse zu. Die Ursache dafür liegt an dem Verformungszustand, der sich kurz vor der Martensitbildung einstellt. Während unter Verwendung der „kleineren“ Spot-Optik die Prozesszone am Ende des Prozesses plastisch gestaucht bleibt, bewirken die größeren Abmessungen der Härtelinse beim Härten unter Einsatz der Homogenisierungsoptik verstärkte plastische Streckungseffekte (Abschreckeffekt), die die für die Erwärmungsphase charakteristische plastische Stauchung überkompensieren, so dass die Prozesszone bei Raumtemperatur plastisch gestreckt ist. Dies führt zur Erhöhung des Anteils der abschreckbedingten Spannungsanteilen und daher zur Erhöhung der Druckeigenspannungen.
- Die Erhöhung der in das Probenvolumen induzierten Wärmemenge, die durch Erhöhung der maximalen Prozesstemperatur oder durch Verringerung der Erwärmungs- und Abkühlraten erzielt wird, führt innerhalb der Prozesszone zur Abnahme der Druckeigenspannungen, Vergrößerung des martensitischen Gefüges und Verringerung der Integralbreiten der Röntgen-Interferenzlinien. Als Ursache für die abnehmenden Druckeigenspannungen ist die simulativ nachgewiesene Abnahme der plastischen Streckung vor der martensitischen Umwandlung zu nennen.

c) *Validierung der Prozesssimulation*

- Es wurde gezeigt, dass der entwickelte Ansatz zur Durchführung von schnellen In-situ-Beugungsanalysen zur Validierung der Prozesssimulationen angewendet werden kann. Die aufgenommenen zeitlichen Dehnungs- und Spannungsverteilungen eines beispielhaften Laserhärtprozesses stimmen bis zum Zeitpunkt der martensitischen Umwandlung sehr gut mit

den simulierten Dehnungs- und Spannungskenngrößen überein. Unmittelbar nach der Martensitbildung nehmen die simulierten Druckspannungen zu, während die experimentellen bestimmten Spannungen eine annähernd homogene Verteilung über die Zeit aufweisen. Diese quantitative Abweichungen zwischen den Ergebnissen der Simulation und des Experiments sind durch das im Simulationsmodell implementierte vereinfachte Verfestigungsmodell zu begründen.

6.2 Ausblick

Sinnvolle nächste Untersuchungsschritte sind überwiegend mit der Verbesserung der Zählstatistik verbunden, die eine bessere zeitliche Auflösung der In-situ-Phasen- und Spannungsanalysen zur Folge haben kann. Die Übertragung des experimentellen Aufbaus an eine Synchrotron-Strahlquelle mit einem höheren Photonenfluss, würde Messraten ermöglichen, die um eine Größenordnung höher wären als die Messraten der vorliegenden Untersuchungen. Zugleich bewirkt der höhere Photonenfluss eine Verbesserung der Beugungsdatenstatistik. Besonders wertvoll können in diesem Fall die In-situ-Analysen in Bezug auf die Verbesserung der Prozesssimulation, die in zukünftige Arbeiten angestrebt wird, sein.

Darüber hinaus haben die in der vorliegenden Arbeit gewonnenen Erkenntnisse wichtige Informationen im Hinblick auf die Konstruktion einer zweiten leistungsfähigeren Prozesskammer erbracht. Die neue Prozesskammer soll den für die dargelegten In-situ-Beugungsexperimente eingesetzten Kammerprototyp ersetzen, um die in Kap. 5.1 aufgelisteten technischen Einschränkungen zu vermeiden. Abb. 6.1 gibt einen Überblick über das Design der neuen Prozesskammer, die im Rahmen des Verbundforschungsprojektes 05K10VKA konzipiert und bereits realisiert wurde (Fa. Createc GmbH, Deutschland).

Diese „neue“ Prozesskammer wurde im Rahmen einer Messzeit am Experiment PDIFF@ANKA erfolgreich getestet. Leider erfolgte das „Proof of principle“ erst zum Ende der Projektlaufzeit, so dass sie für die experimentellen Untersuchungen der vorliegenden Arbeit nicht zum Einsatz kommen konnte.

Die Prozesskammer kann dank ihrer größeren Abmessungen nun ein breiteres Detektorfenster abdecken, infolgedessen beispielsweise Beugungsexperimente auch mit vier Detektormodulen möglich sind. Dadurch kann das „Messfenster“ des experimentellen Aufbaus erweitert werden, so dass Beugungsdaten nun über die gesamte Prozesslaufzeit aufgenommen werden können. Weiterhin kann unter Einsatz von vier Liniendetektormodulen die Aussagekraft der In-situ-Ergebnisse verbessert werden, indem beispielsweise jeweils zwei verschiedenen $\{hkl\}$ -Reflexe durch jedes Detektorpaar registriert werden.

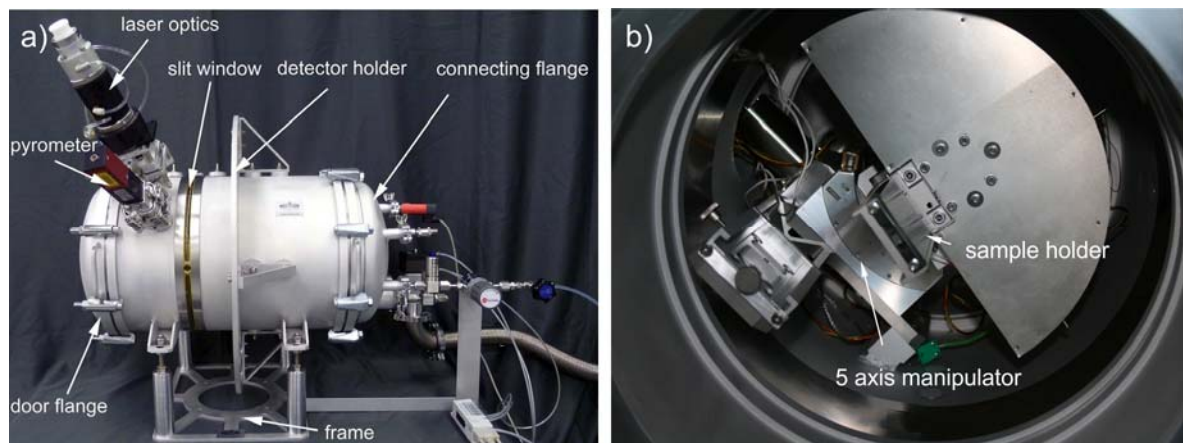


Abb. 6.1: Prozesskammer zur Durchführung von In-situ-Beugungsanalysen während der Lasermaterialbearbeitung, Außenansicht (a) und Innenansicht (b)

Die Kammer ist im Verhältnis zu ihren Abmessungen verhältnismäßig leicht (ca. 40 kg) und kann problemlos auch auf einem geeigneten Schwerlast-Diffraktometer aufgebaut werden, obwohl dessen Einsatz nicht zwingend notwendig ist. In Verbindung mit den speziell konstruierten Aufnahmeflanschen für die Laser- und Pyrometeroptik, die eine definierte Verschiebung der Laserstrahlung entlang der Werkstückoberfläche erlauben, können nun auch technisch anspruchsvollere Materialbearbeitungsprozesse, wie z.B. Randschichtspurhärten (auch von komplexen Bauteilgeometrien) abgebildet werden.

A Anhang

A.1 Eigenspannungsanalysen an kugelgestrahlten Proben

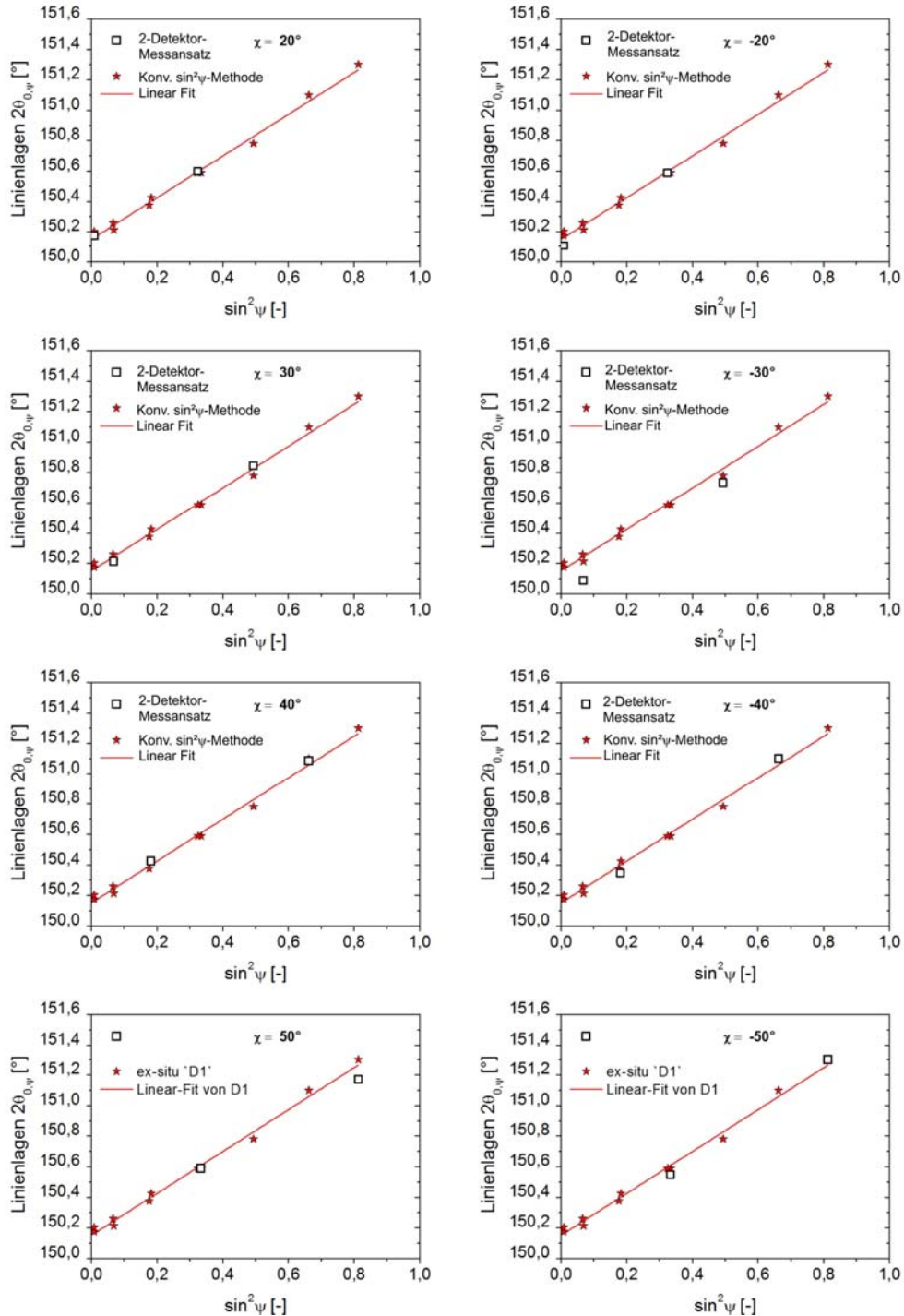


Abb. A1: 2θ - $\sin^2\psi$ -Verteilungen für die nach dem konventionellen $\sin^2\psi$ -Verfahren sowie nach dem 2-Detektor-Messansatz unter Variation des Vorkippwinkels im Bereich von $\pm 50^\circ$ am PDIFF@ANKA durchgeführten Validierungsstudien an kugelgestrahlten Randschichten des Vergütungsstahls 42CrMo4

A.2 Reproduzierbarkeit des Laserstandhärtens

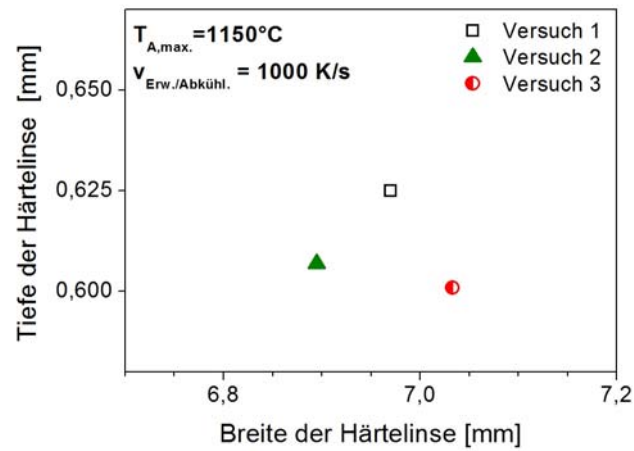


Abb. A2.1: Abmessungen der Härtelinse (Tiefe und Breite) nach Laserstrahlhärten von drei Versuchsproben unter konstanten Prozessparametern, $v_{Erw./Abkühl.}$ von 1000 K/s, $T_{A,max.}$ von 1150 °C unter Verwendung der Homogenisierungsoptik mit einer Spotgröße von ca. $8 \times 8 \text{ mm}^2$

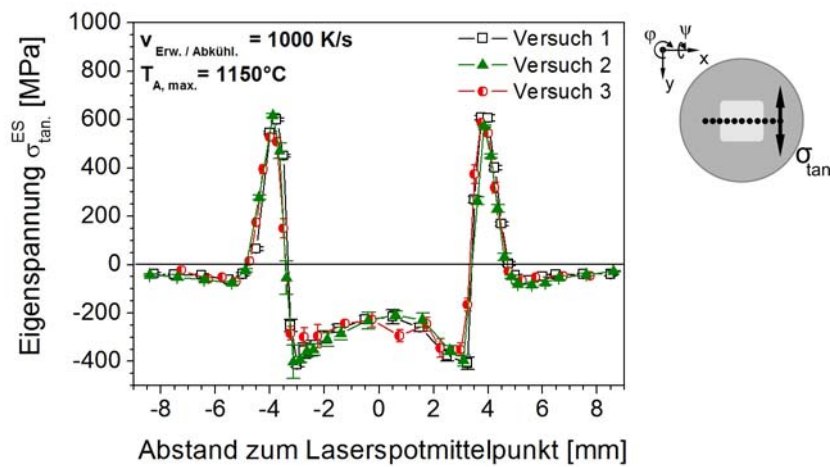


Abb. A2.2: Verteilung der tangentialen Komponente der Eigenspannungen auf der Oberfläche nach Laserstrahlhärten von drei Versuchsproben unter konstanten Prozessparametern, $v_{Erw./Abkühl.}$ von 1000 K/s, $T_{A,max.}$ von 1150 °C unter Verwendung der Homogenisierungsoptik mit einer Spotgröße von ca. $8 \times 8 \text{ mm}^2$ Ortsaufgelöste zeitliche Entwicklung der thermischen Dehnung

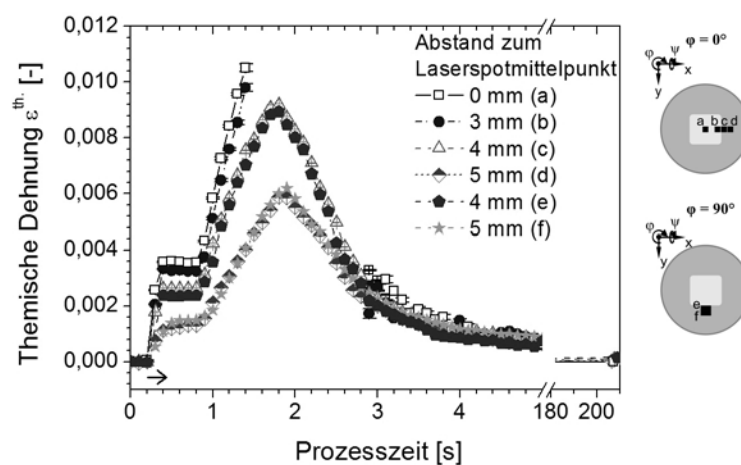


Abb. A3: Ortsaufgelöste zeitliche Entwicklung der thermischen Dehnung für die sechs Messorte auf der Probenoberfläche während des Laserstandhärtens des Stahls 42CrMo4 mit $T_{A, \max.}$ von 1150 °C, $v_{Erw./Abkühl}$ von 1000 K/s unter Einsatz der Homogenisierungsoptik (Spotgröße 8×8 mm²)

A.3 Tabellarische Darstellung der wichtigsten Versuchsergebnisse

Tab. A.3.1: Vergleich zwischen den Ergebnissen des klassischen $\sin^2\psi$ -Verfahrens und des 2-Detektor-Messansatzes für die Oberflächeneigenspannung lasergehärteter Proben

In-situ Versuchsart A			$\sin^2\psi$ -Verfahren (ex-situ)		2-Detektor-Messansatzs(in-situ)		Abweichung [%]
$T_{A, \max.}$ [°C]	$V_{\text{Erw./Abkühl}}$ [K/s]	Abstand zum Laserspotmittelpunkt [mm]	σ^{ES} [MPa]	STA [MPa]	σ^{ES} [MPa]	STA [MPa]	
1150	1000	0	-226	20	-249	15	10
1150	1000	3	-408	25	-369	18	9
1150	1000	4	606	14	524	3	16
1150	1000	5	-45	4	-39	2	15

Tab. A.3.2: Vergleich zwischen den Ergebnissen des klassischen $\sin^2\psi$ -Verfahrens und des 2-Detektor-Messansatzes für die Oberflächeneigenspannung lasergehärteter Proben

In-situ Versuchsart A			$\sin^2\psi$ -Verfahren (ex-situ)		2-Detektor-Messansatzs(in-situ)		Abweichung [%]
$T_{A, \max.}$ [°C]	$V_{\text{Erw./Abkühl}}$ [K/s]	Optik [mm]	σ^{ES} [MPa]	STA [MPa]	σ^{ES} [MPa]	STA [MPa]	
1150	1000	Homogenisierungsoptik	-226	20	-249	15	10
1150	1000	Spot-Optik	-72	18	-107	19	49

Tab. A.3.3: Vergleich zwischen den Ergebnissen des klassischen $\sin^2\psi$ -Verfahrens und des 2-Detektor-Messansatzes für die Oberflächeneigenspannung lasergehärteter Proben

In-situ Versuchsart A			$\sin^2\psi$ -Verfahren (ex-situ)		2-Detektor-Messansatzs(in-situ)		Abweichung [%]
$T_{A, \max.}$ [°C]	$V_{\text{Erw./Abkühl}}$ [K/s]	Optik [mm]	σ^{ES} [MPa]	STA [MPa]	σ^{ES} [MPa]	STA [MPa]	
850	1000	Spot-Optik	-236	28	-290	26	17
1150	1000	Spot-Optik	-72	18	-107	19	49

B Literaturverzeichnis

- [1] K. Sridhar, V. A. Katkar, P. K. Singh, J. M. Haake: Dry sliding friction wear behaviour of high power diode laser hardened steel and cast iron, *Surface Eng.*, **23**, (2007), 129-141
- [2] Y. van Ingelgem, I. van der Dael, D. Van den Broek, A. Hubin, J. Vereecken: Influence of laser hardening on the corrosion resistance of martensitic stainless steel, *Elect. Acta*, **52**, (2007), 7796-7801
- [3] M. Heitkemper, A. Fischer, Ch. Bohne, A. Pyzalla: Wear mechanisms of laser-hardened martensitic high-nitrogen-steels under sliding wear, *Wear*, **250**, (2001), 477-484
- [4] M. Heitkemper, A. Fischer, Ch. Bohne, A. Pyzalla: Verschleißverhalten des laserwärmebehandelten hochstickstofflegierten Werkzeugstahls X30CrMoN15 1, *Mat.-wiss. und Werkstofftech.*, **31**, (2000), 918-922
- [5] I. Cerny, I. Fürbacher, V. Linhart: Influence of laserhardening and resulting microstructure on fatigue properties of carbon steels, *J. of Mater. Eng. and Perfor.* **7**, (1998), 361-366
- [6] B. Winderlich, B. Brenner: Zum Dauerschwingverhalten von laserstrahlgehärtetem Stahl C70 W2, *HTM* **43**, (1988), 229-235
- [7] St. Schädlich, B. Winderlich, B. Brenner: Einfluß einer Laseroberflächenhärtung auf die Dauerfestigkeit von glatten Proben mit kurzem Riß aus Stahl C70 W2, *Mat.-wiss. und Werkstofftech.* **23**, (1992), 293-298
- [8] P. de la Cruz, M. Odén, T. Ericsson: Effect of laser hardening of the fatigue of a B-Mn- steel, *Inter. J. of Fatigue* **20**, (1998), 389-398
- [9] H. Zhang, Y. Shi, M. Kutsuna: Comparison of contact fatigue strength of carbon case hardening and laser hardening of gears, *Surf. Eng.* **20**, (2004), 117-120
- [10] S. K. Patatunda, M. Nambiar, N. Clark: Influence of laserhardening on mechanical properties of low alloy steel, *Surf. Eng.* **13**, (1997), 407-414
- [11] U. Wolfstieg, E. Macherauch: Zur Definition von Eigenspannungen, *HTM* **31**, (1976), 163-165
- [12] E. Macherauch: Neuere Untersuchungen zur Ausbildung und Auswirkung von Eigenspannungen in metallischen Werkstoffen, *Z. Werkstofftech.* **10**, (1979), 97-111
- [13] K. H. Kloos: Eigenspannungen, Definition und Entstehungsursachen, *Z. Werkstofftech.* **10**, (1979), 293-302
- [14] H. Bühler, A. Rose: Darstellung des Entstehens von Eigenspannungen in Werkstücken aus Stahl in ihren Umwandlungsschaubildern, *Arch. f. d. Eisenhüttenwesen*, **40**, (1969), 411-423
- [15] H. Mughrabi: Dislocation wall and cell structures and long-range internal stresses in deformed metal crystals, *Acta Metall.* **31**, (1983), 1367-1379

- [16] E. Macherauch, K. H. Kloss: Bewertung von Eigenspannungen bei quasistatischer und schwingender Werkstoffbeanspruchung, *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.*, **20**, (1989), 1-13
- [17] E. Macherauch, H. Wohlfahrt, U. Wolfstieg: Zur zweckmäßigen Definition von Eigenspannungen, *HTM* **28**, (1973) 201-211
- [18] V. Hauk (Hrsg.): *Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods*, Elsevier Verlag, Amsterdam, 1997
- [19] P. J. Withers, H. K. D. H. Bhadeshia: Residual stress – Nature and origins, *Mater. Sci. and Technology*, **17**, (2007), 366-375
- [20] B. Scholtes: *Eigenspannungen in randschichtverformten Werkstoffzuständen – Ursachen – Ermittlung – Bewertung*, DGM Informationsgesellschaft, Oberursel, 1990
- [21] H. Wohlfahrt: Ein Modell zur Vorhersage kugelstrahlbedingter Eigenspannungen, in: *Eigenspannungen – Band 2*, Hrsg.: E. Macherauch, V. Hauk, DGM Informationsgesellschaft, Oberursel, 1990, 301-319
- [22] A. Rose: Eigenspannungen als Ergebnis von Wärmebehandlung und Umwandlungsverhalten, *HTM* **21**, (1965), 1-6
- [23] H. Wohlfahrt: Schweiß eigenspannungen – Entstehung – Berechnung – Bewertung, in: *Eigenspannungen – Band 1*, hrsg. E. Macherauch, V. Hauk, DGM Informationsgesellschaft, Oberursel, 1983, 85-116
- [24] H. Mughrabi, T. Ungar, M. Wilkens: Gitterparameteränderungen durch weitreichende innere Spannungen in verformten Metallkristallen, *Z. Metallkunde*, **77**, (1986), 571-575
- [25] B. Eigenmann, E. Macherauch: Röntgenographische Untersuchung von Spannungszuständen in Werkstoffen, Teil I, *Mat.-wiss. u. Werkstofftech.* **26**, (1996), 148-160
- [26] R. Kienzler, R. Schröder: *Einführung in die höhere Festigkeitslehre*, Springer Verlag, Berlin-Heidelberg, 2009
- [27] R. Hill: *The mathematical theory of plasticity*, Oxford University Press, Oxford, 1998
- 28 P. J. Withers, H. K. D. H. Bhadeshia: Residual stress – Measurement techniques, *Mater. Sci. and Technology*, **17**, (2007), 355-366
- [29] E. Schneider: Ultrasonic Techniques, in: *Structural and Residual Stress Analysis by Nondestructive Methods*, hrsg.: V. Hauk, Elsevier Verlag, Amsterdam, 1997

- [30] W. A. Theiner: Micromagnetic techniques, in: Structural and Residual Stress Analysis by Non-destructive Methods, hrsg.: V. Hauk, Elsevier Verlag, Amsterdam, 1997
- [31] G. Sachs, J. Weerts: Elastizitätsmessungen mit Röntgenstrahlen, Z. tech. Phys., **64**, (1930), 344-358
- [32] W. H. Bragg, W.-L. Bragg: The reflexion of the X-rays by crystals, Proc. R. Soc. Lond. A, **88**, (1913), 428-438
- [33] H. P. Klug ; L. E. Alexander: X-ray diffraction procedures : for polycrystalline and amorphous materials, Wiley, New York, 1974
- [34] G. Faninger: Untersuchungen über die Struktur des Martensits, HTM, **30** (1975), 67-79
- [35] Ch. Kittel: Einführung in die Festkörperphysik, Oldenbourgverlag, München, 2006
- [36] H. Dölle, V. Hauk: Röntgenographische Spannungsermittlung für Eigenspannungssysteme allgemeiner Orientierung, HTM, **31**, (1976), 165-168
- [37] E. Körner: Berechnung der elastischen Konstanten des Vielkristalls aus den Konstanten des Einzelkristalls, Z. f. Physik, **151** (1957), 504-518
- [38] H. Behnken, V. Hauk: Berechnung der röntgenographischen Elastizitätskonstanten (REK) des Vielkristalls aus Einkristalldaten für beliebige Kristallsysteme, Z. f. Metallkd., **77** (1986), 620-626
- [39] E. Macherauch, P. Müller: Ermittlung der röntgenographischen Werte der elastischen Konstanten von kalt-gerecktem Armco-Eisen und Chrom-Molybdän-Stahl, Arch. f. d. Eisenhüttenwesen, **29** (1958), 257-260
- [40] R. K. Dutta, R. M. Huizenga, M. Amirthalingam, A. King, H. Gao, M. J. M. Hermans, I. M. Richardson: In situ synchrotron diffraction studies on the temperature-dependent plane-specific elastic constants in a high-strength quenched and tempered structural steel, Scripta Mater., **69**, (2013), 187-190
- [41] Ch. Liu, J. L. Lebrun, A. M. Huntz, F. Sibieude: An advanced technique for high temperature X-ray elastic constant measurement and stress determination, Z. f. Metallkd., **84**, (1993), 140-146
- [42] H. Dölle, V. Hauk, H. Kloth: Röntgenographische Elastizitätskonstanten von Stählen bei erhöhter Proben temperatur, Arch. f. d. Eisenhüttenwesen, **50**, (1979), 179-184
- [43] B. Eigenmann und E. Macherauch: Röntgenographische Untersuchung von Spannungszuständen in Werkstoffen, Teil II, Mat.-wiss. u. Werkstofftech. **26**, (1996), 199-216

- [44] B. Eigenmann und E. Macherauch: Röntgenographische Untersuchung von Spannungszuständen in Werkstoffen, Teil III, Mat.-wiss. u. Werkstofftech. **27**, (1996), 426-437
- [45] I. C. Noyan, J. B. Cohen: Residual stress – measurement by diffraction and interpretation, Springer Verlag, Berlin, 1987
- [46] E. Macherauch und P. Müller: Das $\sin^2\psi$ -Verfahren der röntgenographischen Spannungsmessung, Z. angew. Physik, **13**, (1961), 305-312
- [47] The Powder Diffraction File, (PDF-2), Database of International Centre for Diffraction Data
- [48] L. Spieß, R. Schwarzer, H. Behnken, G. Teichert: Moderne Röntgenbeugung, Teubner Verlag, Wiesbaden, 2005
- [49] Ch. Genzel, C. Stock, W. Reimers: Application of energy-dispersive diffraction to the analysis of multiaxial residual stress fields in the intermediate zone between surface and volume, Mater. Sci. Eng. A, **372**, (2004), 28-43
- [50] G. Faninger, U. Wolfstieg: Auswertung der Interferenzlinien und $d_{\gamma\varphi}/\varepsilon_{\gamma\varphi}$, $\sin^2\psi$ -Zusammenhang, HTM **31**, (1976), 27-37
- [51] T. Leverenz, B. Eigenmann, E. Macherauch: Das Abschnitt-Polynom-Verfahren zur zerstörungsfreien Ermittlung gradientenbehafteter Eigenspannungszustände in den Randschichten von bearbeiteten Keramiken, Z. Metallknd., **87**, (1996), 616-625
- [52] T. Erbacher: Eigenspannungen, Festigkeiten und Schädigungsverhalten von Aluminiumoxid unter thermischer und friktiver Randschichtbeanspruchung, Dissertation Universität Karlsruhe (TH), Shaker Verlag, Aachen, 2006
- [53] B. Eigenmann und E. Macherauch: Röntgenographische Untersuchung von Spannungszuständen in Werkstoffen, Teil IV, Mat.-wiss. u. Werkstofftech. **27**, (1996), 491-501
- [54] V. Hauk: Evaluation of Macro- and Micro Residual Stresses on Textured Materials by X-ray, Neutron Diffraction and Defection Measurements, Adv. X-ray Anal., **29** (1986), 1-15
- [55] K. Tanaka, K. Ishihara, Y. Akiniva, H. Otha: Residual Stress of Aluminium in thin films measured by X-ray and curvature method, Mater. Sci. R. Inter., **2**, (1998), 153-159
- [56] J. Falta, T. Möller: Forschung mit Synchrotronstrahlen – Eine Einführung in die Grundlagen und die Anwendung, Springer Verlag, Berlin, 2010
- [57] B. Krause, S. Darma, M. Kaufholz, H. H. Gräfe, S. Ulrich, M. Mantilla, R. Weigel, S. Rembold, T. Baumbach: Modular deposition chamber for in-situ X-ray RF and DC magnetron sputtering, J. Synchrotron Rad., **16**, (2012), 216-222

- [58] K. Ellmer, R. Mientus, V. Weiß, H. Rossner: In-situ energy-dispersive X-Ray diffraction system for time resolved thin-film growth studies, *Meas. Sci. Technol.*, **14**, (2003), 336-345
- [59] H. Rodriguez-Alvarez, I. M. Kötschau, H. M. Schock: Pressure-dependent real-time investigations on rapid thermal sulfurization of Cu-In thin films, *J. Crystal Growth*, **310**, (2008), 3638-3644
- [60] J. R. Schoonover, S. H. Lin: Time resolved X-ray Diffraction of the thermal decomposition of CdCO₃ powders using synchrotron radiation, *J. Solid State Chem.*, **76**, (1988), 143-159
- [61] A. Deimling, W. Engel, N. Eisenreich: Phase transformation of ammonium nitrate doped with alkali nitrates studied with fast X-ray diffraction, *J. Th. Analysis*, **38**, (1992), 843-853
- [62] W. Engel, N. Eisenreich, M. Alonso, V. Kolarik: Application of time and temperature resolved X-ray diffraction (TRXRD) to thermal analysis, *J. Th. Analysis*, **40**, (1993), 1017-1024
- [63] A. Beneteau, P. Weisbecker, G. Geandier, E. Aeby-Gautier, B. Appolaire: Austenitization and precipitate dissolution in high nitrogen steels: an in-situ high temperature X-ray synchrotron diffraction analysis using the Rietveld method, *Mater. Sci. Eng. A*, **393**, (2005), 63-70
- [64] S. E. Offerman, N. H. van Dijk, J. Sietsma, S. Grigull, E. M. Lauridsen, L. Margulies, H. F. Poulsen, M. Th. Rekveldt, S. van der Zwaag: Grain nucleation and growth during phase transformation, *Science*, **298**, (2002)
- [65] J. W. Elmer: Review of time resolved X-ray diffraction observations of phase transformations in transient arc welds, *Sci. Technol. Weld. Join.*, **13**, (2008), 265-277
- [66] S. S. Babu, J. W. Elmer, J. M. Vitek, S. A. David: Time-resolved X-ray diffraction investigation of primary weld solidification in Fe-C-Al-Mn steel welds, *Acta Mater.*, **50**, (2002), 4763-4781
- [67] J. W. Elmer, J. Wong, T. Ressler: In-situ observations of phase transformations during solidification and cooling of austenitic stainless steel welds using time-resolved X-ray diffraction, *Scripta Mater.*, **43**, (2000), 751-757
- [68] S. S. Babu, J. M. Vitek, S. A. David, T. Palmer, J. W. Elmer: Characterization and prediction of austenite formation and decomposition in steel welds, *Proceed. of Mater. Sci. Technol. 2003 Meeting*, 343-352
- [69] H. Terasaki, Z. Shouyuan, Y. Komizo: In-situ analysis of effects of transformation strain on the austenite phase during martensite transformation of Cr-Ni steel, *Solid State Phen.*, **172-174**, (2011), 1255-1260
- [70] D. Zhang, H. Terasaki, Y. Komizo: In-situ observation of phase transformation in Fe-0.15C binary alloy, *J of Alloys and Compounds*, **484**, (2009), 929-933

- [71] J. W. Elmer, T. A. Palmer, S. S. Babu, E. D. Specht: In situ observations of lattice expansion and transformation rates of α and β phases in Ti-6Al-4V, *Mater. Sci. Eng. A*, **391**, (2005), 114-131
- [72] H. Terasaki, Y. Komizo: Diffusional and displacive transformation behaviour in low carbon low alloy steels studied by hybrid in-situ observation system, *Scrip. Mater.*, **64**, (2001), 29-32
- [73] H. Terasaki, Y. Yamamoto, Y. Komizo: In-situ studies of nonlinear d-spacing changes in titanium and steel alloys, *Mater. Letters*, **65**, (2011), 1745-1748
- [74] T. A. Palmer J. W. Elmer, S. S. Babu: Observations of ferrite/austenite transformation in the heat affected zone of 2205 duplex stainless steel spot welds using time resolved X-ray diffraction, *Mater. Sci. Eng. A*, **374**, (2004), 307-321
- [75] H. Terasaki, Y. Komizo, M. Yonemura, T. Osuki: Time-resolved in-situ analysis of phase evolution for the directional solidification of carbon steel weld metal, *Matallur. Mater. Transactions A*, **37A**, (2006), 1261-1266
- [76] H. Terasaki, Y. Komizo: Time-resolved X-ray diffraction studies of phase evolution including liquid phase and grain structure during solidification process in stainless steel welds, *Mater. Letters* **74**, (2012), 187-190
- [77] J. B. Dubois, L. Thilly, P. O. Renault, F. Lecouturier, M. di. Michiel: Thermal stability of nanocomposite metals: In situ observation of anomalous residual stress relaxation during annealing under synchrotron radiation, *Acta Mater.*, **58**, (2010), 6504-6512
- [78] J. Gibmeier, E. Obelode, J. Altenkirch, A. Kromm, T. Kannegießer: Residual stress fusion welds joined using low transformation temperature (LTT) filler material, *Mater. Sci. For.*, **768-769** (2014), 620-627
- [79] J. P. Withers, M. Preus, A. Steuwer, J. W. L. Pang: Methods for obtaining of the strain-free lattice parameter when using diffraction to determine residual stress, *J. Appl. Cryst.*, **40**, (2007), 891-904
- [80] A. da S. Rocha, T. Hirsch: Fast in situ diffraction phase and stress analysis during complete heat treatment cycles of steel, *Mater. Sci. Eng. A*, **395**, (2005), 195-207
- [81] M. T. Hutchings, P. J. Withers, T. M. Holden, T. Lorentzen: Introduction to the Characterization of Residual Stress by Neutron Diffraction, Taylor & Francis Group, 2010
- [82] W. Woo, Z. Feng, X.-L. Wang, D. W. Brown, B. Clausen, K. An, H. Choo, C. R. Hubbard, S. A. David: In situ neutron diffraction measurements of temperature and stresses during friction stir welding of 6061-T6 aluminium alloy, *Science and Technology of Welding and Joining*, **12**, (2007), 298-303

- [83] A. Pramanick, A. D. Prewitt, M. A. Cottrell, W. Lee, A. J. Studer, K. An, C. R. Hubbard, J. L. Jones: In situ neutron diffraction studies of a commercial, soft lead zirconate titanate ceramic: response to electric fields and mechanical stress, *Appl. Phys. A*, **99**, (2010), 557-564
- [84] K. Meggers, H. G. Priesmeyer, W. J. Trela, Ch. D. Bowman, M. Dahms: Real time neutron transmission investigation of the austenite-bainite transformation in grey iron, *Physics Research B*, **88**, (1994), 423-429
- [85] DIN 7022-5: Verfahren der Wärmebehandlung, Teil 5- Randschichthärten, Beuth Verlag, Berlin, 2000
- [86] J. C. Ion: Lasertransformationshardening, *Surface Eng.*, **18**, (2002), 14-31
- [87] H. W. Bergmann, H. Stiele, F. Bohner: Gefüge unlegierter Stähle: Eine quantitative Beschreibung des Gefüges nach temperaturkontrolliertem Randschichthärten mit Laserstrahlung, *HTM*, **52**, (1997), 108-116
- [88] C. Meyer-Kobbe: Randschichthärten mit Nd:YAG- und CO₂-Laser, VDI-Verlag, Düsseldorf, 1990
- [89] F. Bachmann, W. Rath, V. Auerbach: Der Einsatz von Hochleistungsdiodenlasern zum Härten und Beschichten, *HTM*, **59**, (2004), 217-223
- [90] R. Dierken, S. Group, P. Kugler, S. Gottschling, P. Hoffmann: Randschichthärten von Großwerkzeugen mit dem 4 kW Diodenlaser, *HTM*, **56**, (2001), 51-54
- [91] E. Bayer, K. Wissenbach: Oberflächebehandlung mit Laserstrahl, Springer Verlag, Berlin Heidelberg, 1998
- [92] K. Messer, H. W. Bergmann: Stand des Laserstrahlhärtens, *HTM*, **52**, (1997), 74-82
- [93] R. R. Judd, H. W. Paxton: Kinetics from austenite formation from a spheroidized ferrite-carbide aggregate, *Trans. Met. Soc.*, **242**, (1967), 206-215
- [94] A. Rose: Neue Erkenntnisse über die Vorgänge bei der Austenitbildung der Stähle, *HTM*, **13** (1958), 46-76
- [95] H. J. Eckstein: Wärmebehandlung von Stahl – Metallkundliche Grundlagen, Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1971
- [96] H. Schlicht: Beitrag zur Theorie des schnellen Erwärmens und schnellen Abkühlens von Stahl, *HTM*, **29**, (1974), 184-191
- [97] T. Miokovic, V. Schulze, D. Löhe, O. Vöhringer: Experimentelle Analyse und Modellierung des Kurzzeitumwandlungsverhaltens von Stählen am Beispiel von 42CrMo4, *HTM*, **58**, (2003), 304-313

- [98] A. Pyzalla, C. Bohne, M. Heitkemper, A. Fischer: Influence of laser rapid heat treatment on the corrosion resistance of the high nitrogen steel X30CrMoN15 1 + 0,3%N, *Materials and Corrosion*, **52**, (2001), 99-105
- [99] T. Miokovic: Analyse des Umwandlungsverhaltens bei ein- und mehrfacher Kurzzeithärtung bzw. Laserstrahlhärtung des Stahls 42CrMo4, Dissertation Universität Karlsruhe (TH), Shaker Verlag, Aachen, 2006
- [100] K. Müller: Werkstoffkundliche Qualifizierung des Randschichthärtens mit Laserstrahlung, Dissertation, Universität Bayreuth, 1999
- [101] J. Kunze, B. Beyer: Thermodynamik der Martensitumwandlung in Stählen, *HTM*, **54**, (1999), 173-179
- [102] G. Krause: Martensit in steel: strength and structure, *Mater. Sci. Eng. A*, **273-275**, (1999), 40-57
- [103] H. Grosch: Grundlagen der technischen Wärmebehandlung vom Stahl, *Werkstofftechnische Verlagsgesellschaft mbH*, Karlsruhe, 1981
- [104] J. Domes: Die Ausbildung von Makroelastizitäten beim Laserrandschichthärten und anderen Verfahren der Lasermaterialbearbeitung, Dissertation, Universität Erlangen-Nürnberg, 1995
- [105] H. W. Bergmann, E. Geissler: Laserhärten von Stählen, *HTM*, **46**, (1991), 91-96
- [106] T. Ericsson, Y. S. Chang, M. Melander: Eigenspannungen und Mikrostruktur lasergehärteter Stähle mit mittlerem und hohem Kohlenstoffgehalt, *HTM*, **42**, (1987), 282-287
- [107] E. Hanke: Snoek- und Cottrell-Effekt, zwei dominierende Diffusionsmechanismen beim Anlassen gehärteten Stahles, *VDI-Verlag*, Düsseldorf, 1969
- [108] E. Macherauch, O. Vöhringer: Verformungsverhalten gehärteter Stähle, *HTM*, **41**, (1986), 71-91
- [109] H.W. Bergmann: Präzisionsbearbeitung mit Festkörperlasern – Oberflächenbearbeitung Präzisionshärten mit Festkörperlaser, *VDI-Verlag*, Düsseldorf, 1995
- [110] K. Obergfell: Charakterisierung der Mikrostruktur ausgewählter Stähle nach gepulsten Laserrandschichthärtungen, Dissertation Universität Karlsruhe (TH), Shaker Verlag, Aachen, 2000
- [111] H. Faber, O. Vöhringer, E. Macherauch: Röntgeninterferenzanalyse an gehärteten und angelassenen Kohlenstoffstählen, *HTM*, **34**, (1979), 1-9
- [112] B. Hoffmann: Einfluss des Anlassens auf die Mikrostruktur und das Verformungsverhalten gehärteter Stähle, Dissertation Universität Karlsruhe (TH), Karlsruhe, 1996

- [113] B. Eigenmann: Sensitivity of macro and micro residual stress states to thermal influence of steel surfaces caused by grinding burn and laser treatments, *Mater. Sci. Forum* **772**, (2014), 101-105
- [114] T. Miokovic, V. Schulze, O. Vöhringer, D. Löhe: Auswirkung zyklischer Temperaturänderungen beim Laserstrahlhärten auf den Randschichtzustand von vergütetem 42CrMo4, *HTM*, **60**, (2005), 142-149
- [115] H. Pantzar: Relationship between processing parameters, alloy atom diffusion distance and surface hardness in laser hardening of tool steel, *J. Mater. Proc. Technology*, **189**, (2007), 435-440
- [116] J. Bach, R. Damaschek, E. Geissler, H. W. Bergmann: Laserumwandlungshärten von verschiedenen Stählen, *HTM*, **46**, (1997), 97-106
- [117] R. K. Shiue, C. Chen: Laser Transformation Hardening of Tempered 4340 Steel, *Metallurgical Transaction*, **23A**, (1992), 163-170
- [118] T. Miromoto, Y. Katoh, S. Fukuhara, N. Abe, M. Tsukamoto, S. Tanaka: Microhardening of carbon steel with a direct diode laser, *Solid State Phenomena*, **118**, (2006), 197-200
- [119] A. Basu, J. Chakraborty, S. M. Shariff, G. Padmanabham, S. V. Joshia, G. Sundararajan, J. D. Majamdar, I. Manna: Laser surface hardening of austempered ball bearing steel, *Scripta Materialia*, **56** (2007), 887-890
- [120] F. Lusquinos, J. C. Conde, S. Bonss, A. Riveiro, F. Quintero, R. Comesana, J. Pou: Theoretical and experimental analysis of high power diode laser (HPDL) hardening of AISI 1045 steel, *Appl. Surf. Sci.*, **254**, (2007), 948-954
- [121] A. I. Katsamas, G. N. Haidemenopoulos: Surface hardening of low-alloy 15CrNi6 steel by CO₂ laser beam, *Surf. Coat. Tech.*, **115**, (1999), 249-255
- [122] K.-D. Schwager, B. Scholtes, E. Macherauch: Randeigenspannungsausbildung nach einspuriger Laserbearbeitung von Ck45, *HTM*, **50**, (1995), 372-379
- [123] C. Bohne: Mikrostruktur, Eigenspannungszustand und Korrosionsbeständigkeit des kurzzeitlaserwärmebehandelten hochstickstofflegierten Werkzeugstahl X30CrMoN 15 1, Dissertation Technische Universität Berlin, Berlin, 2000
- [124] E. Kennedy, G. Byrne, D. N. Collins: A review of the use of high power diode lasers in surface hardening, *J. Mater. Proc. Technology*, **155-156**, (2004), 1855-1860
- [125] I. R. Pashby, S. Bares, B. G. Bryden: Surface hardening of steel using a high power diode laser, *J. Mater. Proc. Technology*, **139**, (2003), 585-588

- [126] R. Baiertl: Optimierung des gepulsten Laserhärtens und Anlassens zur Verbesserung der Dauerfestigkeit von bauteilähnlichen Proben aus Stahl, Dissertation Universität Bremen, Bremen, 2006
- [127] R. Lakhkar, Y. S. Shin, M. J. K. Krane: Predictive modelling of multi-track laser hardening of steel AISI 4140, *Mater. Sci. Eng. A*, **408**, (2008), 209- 217
- [128] M. J. Tobar, J. M. Amado, A. Ramil, E. Saavedra, A. Yanes: Laser transformation hardening of a tool steel: Simulation-based parameter optimization and experimental results, *Surface and Coatings Technology*, **200**, (2005), 6362-6367
- [129] T. Miokovic, V. Schulze, O. Vöhringer, D. Löhe: Prediction of phase transformation during laser surface hardening of AISI 4140 including the effects of inhomogeneous austenite formation, *Materials science and Engineering A*, **435-436**, (2006), 547-555
- [130] K. Müller, C. Körner, H. W. Bergmann: Numerische Simulation der Eigenspannungen und Deformationen beim Laserstrahlrandschichthärten, *HTM*, **51**, (1996), 19-28
- [131] N. S. Bailey, W. Tan, Y. C. Shin: Predictive modelling of multi-track laser hardening of SAE4140, *Surface and Coatings Technology*, **203**, (2009), 2003-2012
- [132] R. Damaschek: Experimentelle Bestimmung und numerische Simulation der Maß- und Formänderungen von quaderförmigen Bauteilen nach dem temperaturkontrollierten Laserrandschichthärten von Kaltarbeitsstählen, Dissertation Universität Erlangen-Nürnberg, 1997
- [133] DIN 51008-1: 2004: Optische Emissionsspektrometrie (OES), Teil 1, Beuth Verlag, Berlin, 2004
- [134] DIN EN ISO 6507-1: 2005: Metallische Werkstoffe – Härteprüfung nach Vickers – Teil1: Prüfverfahren, Beuth Verlag, Berlin, 2005
- [135] Laserline GmbH (Hrsg.): Handbuch Diodenlaser LDF 6000-60 VG-Power, Mülheim-Kärlich, 2008
- [136] V. Kostov, J. Gibmeier, A. Wanner: Laser surface hardening of steel: Effect of the process atmosphere on the microstructure and residual stresses, *Mater. Sci. Forum* **772**, (2014), 149-153
- [137] L Habraken, J.-J. de Brouwer : *De Ferri Metallographia*, Band I, Press academiques Europeennes S. C., Bruxelles, 1966
- [138] DIN EN ISO 14577-1: Instrumentierte Eindringprüfung zur Bestimmung der Härte und anderer Werkstoffparameter, Beuth Verlag, Berlin, 2003
- [139] E. Macherauch und H. Wohlfahrt: Prinzipien der quantitativen röntgenographischen Phasenanalyse, *HTM*, **27**, (1972), 230-232

- [140] G. Fanninger und U. Hartmann: Physikalische Grundlagen der quantitativen röntgenographischen Phasenanalyse, *HTM*, **27**, (1972), 233-244
- [141] U. Wolfstieg: Das ψ -Goniometer, *HTM* **31** (1976), 19-22
- [142] U. Wolfstieg: Die Symmetrisierung unsymmetrischer Interferenzlinien mit Hilfe von Spezialblenden, *HTM* **31** (1976), 23-27
- [143] H.-U. Baron, H. Behnken, B. Eigenmann, J. Gibmeier, Th. Hirsch, W. Pfeifer, B. Scholtes: Röntgenographische Ermittlung von Spannungen – Ermittlung und Bewertung homogener Spannungszustände in kristallinen makroskopisch isotropen Werkstoffen, Fachausschuss 13 „Eigenspannungen“ der AWT, 2000
- [144] A. L. Zefferer: Simulation des Laserrandschichthärtprozesses: Randschichthärten unter einer mechanischen Vorspannung, Diplomarbeit am IAM-WK des KIT, Karlsruhe, 2012
- [145] V. Kostov, J. Gibmeier, A. Wanner: Local residual stress distribution induced by repeated austenite-martensite transformation via laser surface hardening of steel AISI 4140, *Mater. Sci. Forum* **681**, (2011), 321-326
- [146] V. Kostov, J. Gibmeier, F. Wilde, P. Staron, R. Rössler, A. Wanner: Fast in-situ phase and stress analyses laser surface treatment: A synchrotron X-ray diffraction approach, *Rev. Sci. Instrum.*, **83** (2012), 115101 1-11
- [147] V. Kostov, J. Gibmeier, S. Doyle, A. Wanner: Real time monitoring of the strain evolution during rapid heat treatment by means of synchrotron X-ray diffraction, *Mater. Sci. Forum* **638-642**, (2010), 2423-2429
- [148] W. Reimers: Interface-peak determination, in: *Structural and Residual Stress Analysis by Non-destructive Methods*, hrsg. V. Hauk, Elsevier Verlag, Amsterdam, 1997
- [149] Centre for X-Ray optics and advanced light source: X-ray data booklet, Lawrence Berkeley National Laboratory, University of California Berkeley, 2009
- [150] J. Göttlicher, G. Buth, M. Denecke, S. Doyle, M. Hagelstein, W. Mexner, E. Pellegrin, R. Rossmannith, J. Rothe, S. Schuppler, R. Simon, S. Staub, R. Steininger: ANKA, a new Synchrotron Radiation source: X-ray beamlines and their applications for mineralogy, *European Journal of Min.*, **14**, (2002) 31-41
- [151] B. Schmitt et al.: Mythen detector system, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A* **501**, (2003), 267-272
- [152] B. Schmitt et al.: Development of single photon counting detectors at SLS, *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A*, **518**, (2004), 436-440

- [153] A. Bergamasche et al.: The Mythen detector for X-ray powder diffraction experiments at the SLS, *J. Synchrotron Ra.*, **17**, (2010), 653-668
- [154] J. Gibmeier, J. Lu, B. Scholtes: Round Robin Test on the determination of residual stress depth distribution by X-ray diffraction, *Mater. Sci. Forum*, **404-407**, (2002), 659-664
- [155] A. Haibel, F. Beckmann, T. Dose, J. Herzen, M. Ogurreck, M. Müller, A. Schreyer: Latest developments in microtomography and nanotomography at PETRA III, *Powder Diff.* **25-2**, (2010), 161-165
- [156] P. Staron, N. Schell, A. Haibel, F. Beckmann, T. Lippmann, A. Schreyer: The New GKSS Materials Science Beamlines at DESY: Recent Results and Future Options, *Mater. Sci. Forum*, **681-642**, (2010), 2470-2475
- [157] P. Graja: Rechnerische und experimentelle Untersuchungen zum Einfluss kontinuierlicher und diskontinuierlicher Wärmebehandlungsverfahren auf die Wärme- und Umwandlungseigenstressungen und Verzüge von un- und niedriglegierten Stählen, Dissertation, Universität Karlsruhe (TH), 1987
- [158] W. Kraus und G. Nolze: *POWDER CELL* – a program for the representation and manipulation of crystal structures and calculation of the resulting X-ray powder patterns, *J. Appl. Cryst.* **29**, (1996), 301-303
- [159] J. Gibmeier: Zum Einfluss von Last- und Eigenspannungen auf die Ergebnisse instrumentierter Eindringhärteprüfungen, Dissertation Universität Kassel, Kassel, 2004
- [160] O. Vöhringer: Abbau von Eigenspannungen, in: *Eigenspannungen – Entstehung, Messung, Bewertung*, Band 1, Hrsg. E. Macherauch, V. Hauk, DGM Informationsgesellschaft, Oberursel, 1983, 49-83
- 161 M. Schwenk: Numerische Modellierung der Ein- und Zweifrequenzrandschichthärtung, Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie, KIT Scientific Publishing, Karlsruhe, 2012
- [162] Verein Deutscher Ingenieure (Hrsg.): *VDI-Wärmeatlas*, Springer Verlag, Berlin Heidelberg, 2006
- [163] T. Hanabusa, H. Fujiwara: Influence of microstress an X-ray residual stress analyses, *Current Japanese Materials Research*, **10**, (1993), 47-72
- [164] R. K. Dutta, R. M. Huizenga, M. Amirthalingam, A. King, H. Gao, M. J. M. Hermans, I. M. Richardson: In situ synchrotron diffraction studies on the temperature-dependent plane-specific elastic constants in a high-strength quenched and tempered structural steel, *Scripta Mater.*, **69**, (2013), 187-190

[165] F. S. Chen: Untersuchungen über den Ablauf der Austenitbildung und des Austenitkornwachstums unlegierter und chromlegierter Kohlenstoffstähle, Dissertation technische Hochschule Aachen, Aachen, 1976

[166] O. Vöhringer: Abbau von Eigenspannungen, in: Eigenspannungen – Entstehung, Messung, Bewertung, Band 1, Hrsg. E. Macherauch, V. Hauk, DGM Informationsgesellschaft, Oberursel, 1983, 49-83