

**Experimentelle und numerische Untersuchungen
resultierender Randschichtzustände und
Eigenschaften carbonitrierter
pulvermetallurgisch hergestellter Bauteile**

Zur Erlangung des akademischen Grades eines
DOKTORS DER INGENIEURWISSENSCHAFTEN
(Dr.-Ing.)

von der KIT-Fakultät für Maschinenbau des
Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)

angenommene

Dissertation

von

M.Sc. James M. Damon
aus Karlsruhe

Tag der mündlichen Prüfung: 13. Januar 2022

Referent: Prof. Dr.-Ing. habil. Volker Schulze

Korreferent: Prof. Dr.-Ing. habil. Christoph Broeckmann



Dieses Werk ist lizenziert unter einer Creative Commons
Namensnennung 4.0 International Lizenz (CC BY 4.0):
<https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/deed.de>

Kurzfassung

Pulvermetallurgische (PM) Bauteile erfreuen sich in Großserien aufgrund ihrer endkonturnahen Herstellung im Automobilbau großer Beliebtheit. Im Zuge notwendiger Verbesserungen der Materialeffizienz steigen die Anforderungen an die Beanspruchbarkeit von bewegten Bauteilen. Das Einsatzhärten hat sich in der Serie dabei als attraktives Verfahren zur Steigerung der Bauteilbeanspruchbarkeit etabliert. An den Einsatzhärteprozess werden aufgrund der in PM-Bauteilen vorliegenden Porosität jedoch erhöhte Anforderungen der Prozesskontrolle gestellt. Während sich bereits viele Autoren mit der experimentellen Beschreibung von einsatzgehärteten Bauteilen beschäftigt haben, sind nur wenige Arbeiten auf dem Gebiet des Carbonitrierens bekannt. Darüber hinaus gibt es bisher keine simulative Beschreibung des Abschreckprozesses carbonitrierter Randschichten und des sich daraus einstellenden Randschichtzustandes.

Die vorliegende Arbeit wurde mit dem Ziel durchgeführt, die oben genannten Fragestellungen zur Beschreibung der metallurgisch-thermo-mechanischen Vorgänge beim Carbonitrieren pulvermetallurgischer Bauteile zu beantworten. Damit soll einerseits der Massentransport von Kohlen- und Stickstoff in Abhängigkeit der Dichte, und andererseits die Auswirkung von interstitiell gelöstem Kohlen- und Stickstoff auf die Umwandlungsvorgänge und resultierenden Werkstoffkennwerte ermittelt und modellhaft beschreibbar gemacht werden.

Dazu wurden in Versuchsreihen unverdichtete Bauteile und mittels Festwalzen oberflächennah verdichtete Bauteile der Grunddichten $6,9 \text{ g/cm}^3$, $7,2 \text{ g/cm}^3$ und $7,35 \text{ g/cm}^3$ in insgesamt zehn unterschiedlichen Carbo-

nitrier-Zuständen untersucht. Aus der Menge an Elementiefenverläufen konnte ein übergeordnetes Modell zur Beschreibung der Diffusion in Abhängigkeit der Porosität für Kohlen- und Stickstoff entwickelt und validiert werden. Von numerischer Seite wurde ein Modell auf Basis der Finite-Differenzen-Methode zur Berechnung zweiphasiger Diffusion implementiert und verifiziert, das eine Berücksichtigung der Wechselwirkung von Kohlen- und Stickstoff erlaubt.

Zur Beschreibung des metallurgisch-thermomechanischen Materialverhaltens wurden insgesamt sieben chemische Kombinationen aus Kohlen- und Stickstoff dilatometrisch untersucht. Durch Einführung eines effektiven Elementgehaltes konnte eine vereinfachte Beschreibung etabliert und damit der Großteil der untersuchten Materialkenngrößen vereinfacht abgebildet werden. Hierbei zeigte sich eine eher untergeordnete Beeinflussung der Materialkenngrößen durch den Stickstoff im Vergleich zum Kohlenstoff.

Zur Untersuchung der aus dem Carbonitrierprozess resultierenden Randschichtzustände wurden die o.g. Dichten in sechs verschiedenen Carbonitrier-Prozessen untersucht. Im Rahmen der Untersuchung wurden fünf Zustände angelassen und einer im gehärteten Zustand und anschließend angelassenen Zustand untersucht. Die durch die Simulation vorhergesagten Werte für Härte und Restaustenitgehalt zeigten eine gute Übereinstimmung mit den gemessenen Werten. Die Validierung der Eigenspannungen konnte nur an der gehärteten Variante erfolgen. Es konnte gezeigt werden, dass die Anlass-Wärmebehandlung eine deutliche Veränderung des Eigenspannungszustandes bewirkt, die durch die Abschreck-Simulation nicht berücksichtigt werden kann. Durch die durchgeführten Untersuchungen kann die Vorhersage resultierender Randschichtzustände nach dem Carbonitrieren pulvermetallurgischer Stähle in Abhängigkeit der Dichte in einem Vertrauensbereich von $\pm 20\%$ erreicht werden.

Carbonitrierte Bauteile konnten in abschließenden spannungskontrollierten Ermüdungsversuchen vergleichbare Festigkeiten wie rein aufgekohlte Einsatzhärtezustände erreichen.

Danksagung

Die vorliegende Arbeit wurde während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter am Institut für Angewandte Materialien - Werkstoffkunde (IAM-WK) angefertigt. Besonders danken möchte ich an dieser Stelle Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Volker Schulze für die Möglichkeit, die Arbeit an seinem Institut unter seiner Betreuung durchzuführen und danke ihm darüber hinaus für die Übernahme des Hauptreferats. Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Christoph Broeckmann danke ich herzlich für die Übernahme des Korreferats. Ein weiterer Dank gilt Prof. Dr.-Ing. Christoph Stiller für die Übernahme des Vorsitzes.

Natürlich kann solch eine Arbeit nur mit Unterstützung angefertigt werden. Bedanken möchte ich mich in diesem Zusammenhang den Technikern, der mechanischen Werkstatt sowie der Metallographie. Meine Projektpartner des Leibniz-IWT Bremen, Herr Dr.-Ing. Peter Saddei sowie Dr.-Ing. Holger Surm für die offene Gesprächskultur und den regen fachlichen Austausch, sowie die unzähligen chemischen Analysen. Weiterhin gilt auch Dank auszusprechen an Herrn Volker Zibat vom Laboratorium für Elektronenmikroskopie für die Durchführung der elektronenmikroskopischen Aufnahmen. Meinen Kollegen der Arbeitsgruppe Fertigung und Bauteilverhalten möchte ich gesondert Dank aussprechen, gerade wegen der vielen, sehr offenen fachlichen Gespräche zwischen Fabian Mühl, Daniel Kaiser und mir. Erst durch eine offene Diskussionskultur und interessierte und engagierte Kollegen kann gute Forschung entstehen. Besonders Danken möchte ich Dr. Stefan Dietrich, nicht zuletzt Dank seiner immer offenen Tür für Fragen und Probleme. Durch sein in mich gesetztes Vertrauen habe ich ihn als Mensch

und auch als Mentor sehr zu schätzen gelernt. Eine Freude war mir die abteilungsübergreifende Zusammenarbeit, gemeinsame Unternehmungen und die unzähligen Gesprächsrunden bei einer Tasse Kaffee.

Auch Danke ich der Vielzahl an Bachelor- und Masterarbeiten und auch wissenschaftlichen Hilfskräften, die mir neue Impulse gegeben und mich tatkräftig unterstützt haben.

Weiterhin möchte ich meinem langjährigen Studienfreund Simon Drost vom Institut für Technische Thermodynamik (ITT) für die unzähligen angeregten Diskussionen nach Feierabend bedanken.

Zu guter Letzt danke ich meiner Mama, meinem Opa und meiner Freundin Ligia, die mich durch gute, wie auch schwere Zeiten begleitet und mich in meinem Werdegang immer voll unterstützt haben. Ohne euch wäre ich nicht da, wo ich jetzt stehe.

Karlsruhe, im September 2021

James M. Damon

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Grundlagen	3
2.1	Pulvermetallurgie	3
2.1.1	Kompaktieren und Sintern	4
2.1.2	Porosität	6
2.2	Einsatzhärten	8
2.2.1	Gascarbonitrieren	9
2.2.2	Diffusion in Sinterstahl	16
2.2.3	Das System Fe-C und Fe-N	19
2.2.4	Das System Fe-C-N	21
2.3	Härten	22
2.3.1	Abschrecken	23
2.3.2	Phasenumwandlungen beim Härten	25
2.3.3	Umwandlungskinetik pulvermetallurgischer Bauteile	29
2.3.4	Eigenspannungsbildung	30
2.3.5	Randschichtzustände einsatzgehärteter (PM-)Bauteile	32
2.4	Ermüdungsverhalten von Sinterstählen	34
2.4.1	Ermüdungsverhalten von gradiert porösen Sinterstählen	36
2.4.2	Ermüdungsverhalten einsatzgehärteter Sinterstähle	37
3	Simulationsmethodik und Modelle des Werkstoffverhaltens	43

3.1	Carbonitriersimulation	43
3.1.1	Diskretisierung der Diffusionskinetik	44
3.1.2	Diskretisierung des Stoffüberganges	46
3.1.3	Stabilitätskriterium	47
3.1.4	Lösung des Inversenproblems	48
3.2	Simulation des Abschreckens mittels Finite Elemente Me- thode	49
3.2.1	Wärmeübergang	50
3.2.2	Fourier'sche Wärmeleitung	51
3.2.3	Mechanisch-metallurgisches FE-Modell	52
3.2.4	Modelle der Umwandlungskinetik	55
4	Werkstoff und Versuchsmethodik	59
4.1	Grundwerkstoff	59
4.2	Probengeometrien	60
4.3	Untersuchungszustände im ternären System Fe-C-N	64
4.3.1	Durchgreifend carbonitrierte Werkstoffzustände	66
4.3.2	Gradierte Carbonitrierzustände zur Analyse der Dif- fusion	66
4.3.3	Gradierte Carbonitrierzustände zur Validierung	68
4.4	Methoden	69
4.4.1	Festwalzen	69
4.4.2	Dichtemessung	70
4.4.3	Mikrostrukturelle Porenverteilung	70
4.4.4	Bestimmung der effektiven Wirkoberfläche	71
4.4.5	Dilatometrie	71
4.4.6	Gefügeanalyse	75
4.4.7	Härtemessung	76
4.4.8	Zugversuche	76
4.4.9	Eigenstress- und Restaustenitanalyse	77
4.4.10	Ermüdungsversuche	78

5	Experimentelle Ergebnisse und Modellierung	79
5.1	Dichte	79
5.1.1	Effektive Oberfläche	80
5.1.2	Randschichtporosität in festgewalzten Wechselbiegeproben	81
5.2	Modellierung des Carbonitrierprozesses	83
5.2.1	Speziesaktivitäten	83
5.2.2	Stoffübergang	85
5.2.3	Diffusion in Eisen	87
5.2.4	Effektive Diffusion durch Porosität	88
5.3	Metallurgie	93
5.3.1	Korngrößenbestimmung	95
5.3.2	Entkohlungseffekte beim Austenitisieren	96
5.3.3	Martensitische Umwandlung	99
5.3.4	Isotherme Umwandlungen	110
5.3.5	Umwandlungsplastizität	125
5.4	Thermische Materialmodellierung	130
5.4.1	Wärmeleitfähigkeit	131
5.4.2	Wärmekapazität	133
5.4.3	Umwandlungswärme	135
5.4.4	Thermische Ausdehnungskoeffizienten	135
5.5	Mechanische Materialmodellierung	137
5.5.1	Elastizitätsmodul	137
5.5.2	Streck- bzw. Stauchgrenze	139
6	Experimentelle Ermittlung und Simulation der Bauteilzustände	149
6.1	Simulations-Framework	149
6.2	Demonstratorbauteil	150
6.3	Gradierte Porosität	151
6.4	Verifikation und Validierung des Massentransports	153

6.4.1	Verifikation der Finite-Differenzen-Methode	153
6.4.2	Validierung der Elementtiefenverläufe	155
6.5	Validierung der Wärmebehandlungssimulation	159
6.5.1	Wärmeübergang	159
6.5.2	Mikrostruktur	160
6.5.3	Zulässigkeit der Modellreduktion	163
6.5.4	Eigenspannungsumlagerung durch Materialabtrag	165
6.5.5	Eigenspannungstiefenverläufe	167
6.5.6	Zeitliche Entwicklung während des Abschreckens	170
6.6	Diskussion der Ergebnisse	175
6.7	Sensitivitätsstudie der Materialparameter	180
6.8	Sensitivitätsstudie der Prozessparameter	184
6.8.1	Variation der Abschreckbedingungen	184
6.8.2	Einfluss des Grundkohlenstoffgehalts	186
6.8.3	Einfluss des Kohlenstoffpegels	187
6.8.4	Fazit der Variation der Material- und Prozessparameter	188
7	Ermüdungsverhalten carbonitrierter Zustände	191
7.1	Spannungs-Wöhlerkurven	191
7.2	Stabilität der Randschichtzustände	194
7.3	Bruchflächenanalyse	197
7.4	Diskussion	198
8	Zusammenfassung	203
8.1	Materialverhalten durchgreifend carbonitrierter PM-Bauteile	204
8.2	Diffusion in gradiert porösen Bauteilen	205
8.3	Randschichtzustände carbonitrierter Bauteile	206
8.4	Ermüdungsverhalten carbonitrierter Bauteile	207

1 Einleitung

Die pulvermetallurgische (PM) Prozessroute bietet durch die endkontur-nahe Herstellung einen Kostenvorteil, der sich vor allem bei Bauteilen in Großserie bemerkbar macht. Die Herstellung setzt sich dabei aus dem Verpressen des Pulvers und dem anschließenden Sintern zusammen. Aufgrund der Herstellung beinhaltet die Mikrostruktur von PM-Bauteilen, je nach angestrebter Dichte, Porositäten bis ca. 15 Vol – %, deren Verteilung und Morphologie stark von den Prozessparametern der Herstellung abhängt. Durch die inhärente Porosität entsteht eine Spannungsüberhöhung, die i.d.R. zu reduzierten Beanspruchbarkeiten im Vergleich zu schmelzmetallurgischen Bauteilen führt.

Um die grundsätzlichen Vorteile der Herstellroute von PM-Stählen beizubehalten und gleichzeitig eine Verbesserung der mechanischen Eigenschaften zu erzielen, bieten sich thermochemische Härteverfahren wie das Einsatzhärten bzw. Carbonitrieren an. Beim Einsatzhärten wird das Bauteil austenitisiert, das Legierungselement Kohlenstoff in die Randschicht eingebracht und das Bauteil anschließend gehärtet. Dies führt einerseits zu einer harten Oberfläche und darüber hinaus randschichtnah zu Druckeigen-spannungen. Eine Erweiterung des Einsatzhärtens stellt das Carbonitrieren dar, bei dem zusätzlich zu Kohlenstoff Stickstoff eingebracht wird. Übliche Anwendungsfelder finden sich für hochbeanspruchte Teile im Getriebe-, Hydraulik- und im Automobilbau, da hier erhöhte Anforderungen an die Schwingfestigkeit und Verschleißbeständigkeit gestellt werden. Aufgrund der Komplexität der Umwandlungsvorgänge beim Härten von carbonitrier-ten Randschichtzuständen werden mathematische Modelle zur Beschrei-

bung des Prozesses mittels rechnergestützter Methoden benötigt.

Die Finite-Elemente-Methode (FEM) gehört heutzutage zu den wichtigsten numerischen Werkzeugen in Forschung und Industrie und ist beispielsweise aus der Strukturmechanik (Crash-Tests, Massivumformung) nicht mehr wegzudenken. Trotz der intensiven Anstrengung von Forschung und Industrie findet die Simulation von Wärmebehandlungsprozessen nur bedingt Anwendung. Wesentliche Schwierigkeit ist die Komplexität der zu berücksichtigenden thermo-physikalischen und metallurgischen Effekte und deren modellhafte Abbildung, ohne die keine genaue Aussage über die Bauteilzustände getroffen werden kann. Während die Abbildung thermo-physikalischer Effekte für chemisch homogene Werkstoffe bereits einen hohen experimentellen und modellierungsseitigen Arbeitsaufwand erfordert, stellt das Einsatzhärten aufgrund des chemischen Gradienten eine zusätzliche Herausforderung dar. Im Fall des Carbonitrierens steht die Beschreibung der thermo-physikalischen Eigenschaften in Abhängigkeit des Randschichtgradienten von Kohlen- und Stickstoff noch aus.

Die vorliegende Arbeit wurde mit dem Ziel durchgeführt, den Einfluss des Carbonitrierens auf den Bauteilzustand zu charakterisieren, zu modellieren und simulativ abzubilden. Hierzu wurde zunächst ein Diffusionsmodell mittels Finite-Differenzen-Methode (FDM) zur Abbildung der Zweikomponenten-Diffusion erstellt, sodass die Wechselwirkungen der Transportgleichungen zwischen Kohlen- und Stickstoff berücksichtigt werden können. Die anschließende Abschrecksimulation wird mittels Finite-Elemente-Methode in der kommerziellen FE-Software Abaqus durchgeführt. Für die Berücksichtigung des Materialverhaltens liegt der Fokus auf der Beschreibung des Einflusses von Stickstoff in Wechselwirkung mit Kohlenstoff sowie der umfassenden Beschreibung der Porosität. Anhand von sechs Zuständen wurden die resultierenden Härte-, Eigenspannungs- und Restaustenittiefenverläufe charakterisiert und die Wärmebehandlungssimulation validiert.

2 Grundlagen

2.1 Pulvermetallurgie

Unter der Pulvermetallurgie versteht man die Herstellung metallischer Formkörper aus Pulvern von Metallen und Metallverbindungen. Die Eigenheit des Herstellungsverfahrens liegt in der Umgehung des sonst üblichen Urformprozesses des Schmelzens und Gießens. Erste industrielle Umsetzungen der Pulvermetallurgie datieren mit einer Anwendung in der Glühlampen- und Elektroindustrie um 1900, da für hochschmelzende Metalle wie Wolfram und Molybdän keine geeigneten Schmelzeinrichtungen vorhanden waren. Über die letzten hundert Jahre konnte die Pulvermetallurgie durch Weiterentwicklungen in der Pulveraufbereitung und Sintertechnik ihren festen Platz in der industriellen Fertigung erringen. Dank der pulvermetallurgischen Prozessroute kann die Herstellung in einer Prozessoperation vollautomatisiert durchgeführt werden und zeichnet sich zusätzlich durch eine endkonturnahe und abfallarme Produktion aus [1]. Auch unter energetischen Gesichtspunkten kann insbesondere in der Serienproduktion eine Ersparnis im Vergleich zur spanenden Fertigung von bis zu 50% erreicht werden. Dem gegenüber stehen Einschränkungen, die bei der Durchführung zu beachten sind. Zum einen sind Pulver vergleichsweise kostspielig und zum anderen kommt die Pulvermetallurgie bezüglich der Größe der zu formenden Teile aufgrund des zunehmenden Werkzeugverschleißes an ihre Grenzen. Dennoch hat sich die pulvermetallurgische Herstellungsrouten ihren festen Platz bei der Herstellung von Zahnrädern für den Nockenwellenrieb in Verbrennungsmotoren oder Synchronringen und -körpern in Getrieben gesichert

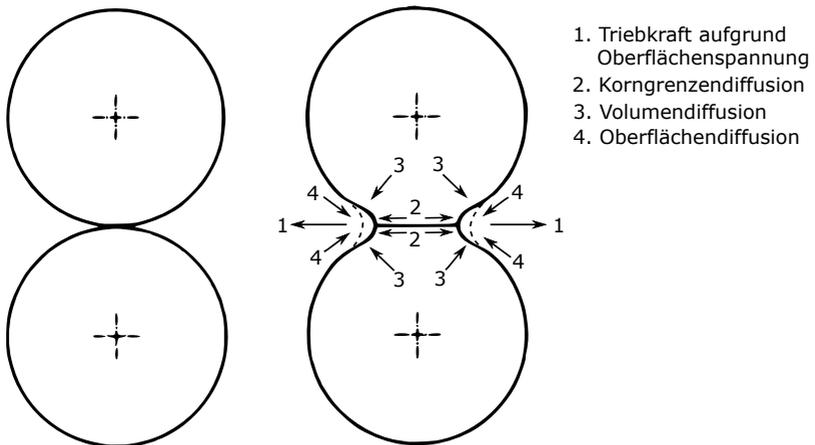
[2]. Um den steigenden Anforderungen an mechanischer Leistungsfähigkeit nachkommen zu können, haben sich nachgeschaltete Wärmebehandlungsprozesse als notwendig erwiesen [3].

Sintereisenlegierungen können bezüglich ihrer Legierungsherstellung in das Mischlegieren, das Anlegieren (bzw. Diffusionslegieren) und das Fertiglegieren unterteilt werden. Beim Mischlegieren werden die Legierungselemente in Pulverform hinzugemischt, um die hohe Pressbarkeit des Eisenpulvers zu bewahren. Kohlenstoff wird beispielsweise elementar in Form von Graphit beigemischt, da dieser in Lösung zu einer Mischkristallverfestigung führt und somit zu einer signifikant verschlechterten Pressbarkeit führen würde. Als weitere Legierungselemente kommen aufgrund der Sinterung Elemente mit geringer Sauerstoffaffinität (Kupfer, Nickel, Molybdän) infrage. Fertiglegierte Pulver weisen eine homogen verteilte Mikrostruktur auf. Hierbei wird häufig Molybdän mit bis zu 1,5 Ma-% hinzulegiert, da die Mischkristallverfestigung nur wenig ausgeprägt ist [4]. Ausgehend von einer Pulvermischung wachsen beim Diffusionslegieren die Legierungselemente an der Oberfläche des Grundwerkstoffes mittels Diffusion an [5], eine vollständige Vermischung der Legierungselemente wird dabei nicht angestrebt. Aufgrund der Relevanz für diese Arbeit wird vornehmlich auf die Eigenschaften fertiglegierter Pulver eingegangen.

2.1.1 Kompaktieren und Sintern

Die formgebende Komponente der PM-Herstellungsrouten wird Kompaktieren genannt. Hierbei wird das Pulver in einen sogenannten Pulverpressling vorverdichtet. Ziel soll hierbei sein, selbst bei komplexen Bauteilgeometrien einen gleichmäßigen Verdichtungsgrad über den Bauteilquerschnitt zu erzielen. Ein gängiges Verfahren ist das Pressen in Matrizenform, bei dem das Pulver mehrere Stadien der Kompaktierung durchläuft. Nach erster Umordnung der Leerräume finden an den Pulveroberflächen plastische Verformungen statt. Im darauffolgenden Sinterprozess wird der kompaktierte Pulver-

pressling durch einen Wärmebehandlungsprozess weiter verdichtet und homogenisiert. Als Faustformel für technische Sintertemperaturen bei einphasigen Pulvern können $2/3$ bis $4/5$ der Solidustemperatur angesetzt werden [6]. Dabei erreichen Sintertemperaturen von Stählen üblicherweise 1100 - 1300°C , in der Praxis werden i.d.R. Temperaturen zwischen 1120°C und 1250°C für 20 - 30 Minuten angestrebt. Um eine Oxidation der Bauteile beim Sintern zu vermeiden, werden Schutzgase eingesetzt. Etabliert haben sich hierfür oxidreduzierende Bestandteile (H_2 , CO), um vorhandene Oxide auf den Metallpartikeln zu entfernen. Bei hohen Prozesstemperaturen wird die thermodynamische Triebkraft ausgenutzt, die eine Minimierung der Oberfläche anstrebt. Dies führt dazu, dass aus einzelnen, lose aneinander liegenden Partikeln zusammenhängende Sinterhalse entstehen. Eine Herleitung der energetischen Vorgänge kann über die Kelvin-Thomson-Gleichung [1] über Leerstellendifferenzen zwischen dem konkaven und konvexen Bereich erfolgen. Das Zweiteilchenmodell (siehe Abb. 2.1) veranschaulicht den Ablauf vom Kontakt bis zur ausgeprägten Sinterhalsbildung. Atome bewegen



1. Triebkraft aufgrund Oberflächenspannung
2. Korngrenzendiffusion
3. Volumendiffusion
4. Oberflächendiffusion

Abb. 2.1: Diffusionsmechanismen und -wege beim Materialtransport im Sinterprozess, basierend auf einem Zweiteilchenmodell, nach Beiss [4].

sich hierbei von den korngrenzenahen Bereichen in Richtung des Sinterhalses, wodurch es zu einer Schrumpfung kommt. Bei endlichen Kompaktierungsdrücken und Sinterzeiten verbleiben im Bauteil Hohlräume in Form von Poren, die nach ihrem volumetrischen Anteil, Morphologie und Konnektivität beschrieben werden können.

2.1.2 Porosität

Entsprechend DIN 30910 [7] werden PM-Bauteile nach Ihrer Dichte (bzw. Porosität) eingeteilt. Von wissenschaftlichem Interesse sind Porositätsgrade bis zu 30 Vol-%, in technischen Anwendungen sind diese, aufgrund besserer mechanischen Eigenschaften, typischerweise auf 15 Vol-% beschränkt [8]. Beim uniaxialen Pressen kann aufgrund der Kaltverfestigung kein vollständig porenfreier Zustand erreicht werden, in industrieller Praxis ergibt sich somit ein Dichtebereich zwischen $6,8 - 7,4 \text{ g/cm}^3$, welcher einer Restporosität von 6-15 Vol-% entspricht [2]. Den Kompaktierungsdruck bestimmt die Vorgabe der sogenannten Gründichte. Durch die Erhöhung der Sinteremperatur und -dauer ergeben sich zunehmend abgerundete Poren und der Anteil an offener Porosität sinkt [9]. Die genaue Beschreibung der Porenmorphologie ist wesentlich, um die Auswirkungen auf den thermochemischen Einsatzhärtprozess einerseits und die mechanische Leistungsfähigkeit andererseits beurteilen zu können [6]. Auf die Morphologie und Konnektivität der Porosität soll im Folgenden näher eingegangen werden.

Die Messung der Dichte ist ein erster Schritt zur Charakterisierung der vorliegenden Porosität, diese erfolgt üblicherweise über die Auftriebsmethode bzw. das sogenannte Archimedes-Verfahren [10]. Um präzise Anteile geschlossener und offener Porosität bestimmen zu können, haben Dlapka et al. [9] diese mittels Helium-Pyknometrie bestimmt. Nach dem Gesetz von Boyle und Mariotte kann bei Verwendung idealer Gase, unter Veränderung des Druckes, das spezifische Volumen der geschlossenen Porosität bestimmt werden, und somit in Abhängigkeit der Gesamtporosität des Bau-

teiles der Anteil der offenen Porosität abgeleitet werden (siehe Abb. 2.2). Nach Dlapka et al. überwiegt bei Dichten unterhalb von $7,4 \text{ g/cm}^3$ die offene Porosität. Im relevanten Untersuchungsbereich zwischen $6,9\text{-}7,3 \text{ g/cm}^3$ werden Anteile an geschlossener Porosität von 1-2% berichtet. Liegt hauptsächlich offene Porosität vor, ist der Großteil der Poren miteinander vernetzt. Dementsprechend ist ein hoher Anteil des Bauteilvolumens über die fein verteilten Porenkanäle mit der gasförmigen Atmosphäre verbunden.

Abb. 2.3 gibt einen Einblick in die Morphologie der Porosität der untersuch-

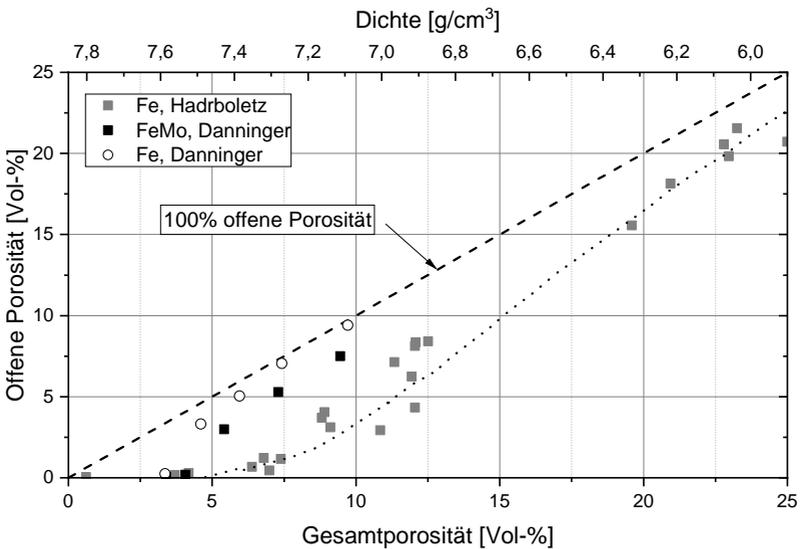


Abb. 2.2: Anteile an offener Porosität von PM-Stählen, in Abhängigkeit der Gesamtporosität. Die Versuche sind an Reineisen und Fe-0,85Mo durchgeführt worden und wurden digitalisiert aus [2, 8] übernommen. Mit zunehmender Porosität nimmt der Anteil an offener Porosität deutlich zu.

ten Dichte $6,8 \text{ g/cm}^3$. Wie zu erkennen ist, besteht der Großteil der Porosität aus einer einzelnen, stark verzweigten Pore [3]. Die Kunstharz-Replika wurde mittels Infiltration des Bauteils und anschließendem Entfernen der metallischen Matrix durch Ätzung erzeugt. Gerade im Hinblick auf die An-

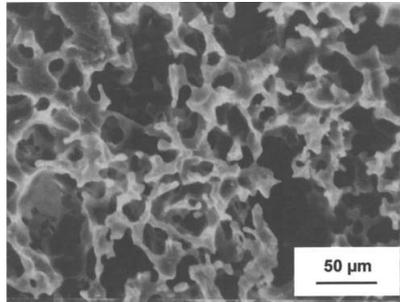


Abb. 2.3: Kunstharzreplika der Porenstruktur von Sinterisen der Dichte $6,8 \text{ g/cm}^3$ [3]. Das Kunstharz wurde eingegossen und die Eisenmatrix mittels Ätzung entfernt.

wendbarkeit für Einsatzhärteverfahren spielt der Anteil offener Porosität für die ablaufenden Diffusionsprozesse eine wesentliche Rolle und wirken sich zusätzlich auch auf Materialkennwerte wie beispielsweise die Wärmeleitfähigkeit und den Elastizitätsmodul aus. Dabei muss geklärt werden, inwieweit einerseits der volumetrische Anteil der Porosität, und andererseits die Morphologie der vorliegenden Porosität mit der Diffusion und den relevanten Materialparametern wechselwirkt.

2.2 Einsatzhärten

Das Carburieren und Carbonitrieren gehört nach DIN 17022-1 [11] zu den Einsatzhärteverfahren, die durch eine Veränderung der chemischen Zusammensetzung der Randschicht und anschließendes Härten eine Randschichthärtung erzielen. Wesentliches Ziel einer Einsatzhärtung ist die Erzeugung einer harten Randschicht im Zusammenspiel mit einem duktilen Kern. Die gradierten Bauteileigenschaften werden in der Regel durch die Hinzugabe von Kohlenstoff in die Randschicht erreicht. Wird zusätzlich zum Kohlenstoff auch Stickstoff in die Randschicht eingebracht, so spricht man vom Carbonitrieren. Das Einsatzhärten kann in mehrere Teilprozesse unterteilt werden. Zunächst erfolgt die Aufheizphase bzw. das Austenitisie-

ren des Bauteils. Die thermochemische Behandlung des Aufkohlens erfolgt im Temperaturbereich zwischen 850 - 1050 °C. Beim Carbonitrieren werden aufgrund besserer Aufstickwirkung geringere Prozesstemperaturen von maximal 940 °C angestrebt. Nach erfolgtem Aufkohlen bzw. Carbonitrieren wird das Bauteil gehärtet. Findet das Abschrecken direkt im Anschluss statt, so wird dies als Direkthärtung bezeichnet. In der Regel werden einsatzgehärtete Bauteile anschließend einer Anlass-Wärmebehandlung in der ersten Anlassenstufe unterzogen.

Das Carbonitrieren kann durch Donatoren in fester, flüssiger und gasförmiger Phase durchgeführt werden [12]. Aufgrund seiner Sauberkeit und besseren Prozessierbarkeit hat das Gascarbonitrieren weite industrielle Anwendung erreicht. Auf das Gascarbonitrieren soll daher im Folgenden näher eingegangen werden.

2.2.1 Gascarbonitrieren

Das in dieser Arbeit beschriebene Einsatzhärteverfahren ist das Gascarbonitrieren, bei dem die Donatoren bei Atmosphärendruck in Gasphase vorliegen. Als C-Donatoren agieren i.d.R. CO oder CH₄, als N-Donator wird hauptsächlich Ammoniak (NH₃) eingesetzt [13, 14]. Gängige Prozesstemperaturen sind im Bereich zwischen 800-950 °C, beim Carbonitrieren liegen die Prozesstemperaturen üblicherweise niedriger, da mit steigender Temperatur der Ammoniakzerfall signifikant zunimmt. Findet der Ammoniakzerfall nicht an der Bauteiloberfläche statt, wandelt Ammoniak in inertes N₂ um und kann somit keinen atomaren Stickstoff für die Bauteiloberfläche zu Verfügung stellen [13, 14].

Die Beschreibung des gesamten Massentransports im Prozess der thermochemischen Wärmebehandlung setzt sich zusammen aus der Wechselwirkung von Kohlen- und Stickstoff in der Ofenatmosphäre, des Stoffüberganges sowie der Diffusion im Feststoff (siehe Abb. 2.4). Grundsätzlich kann phänomenologisch der Ablauf des Carbonitrierens in fünf Teilschritte

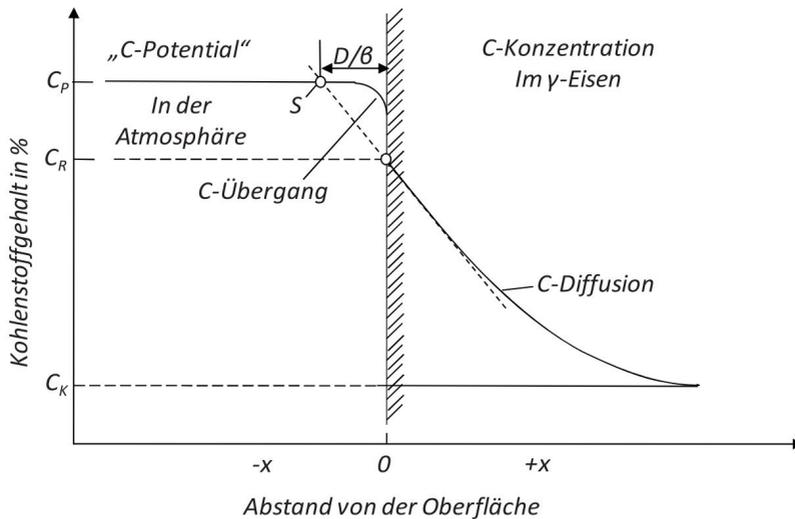


Abb. 2.4: Kinetik des Stoffüberganges von Atmosphärenpotential bis in das Materialvolumen, nach [15].

[6] unterteilt werden; die Reaktion zur Bildung des Transportmediums, den Komponentenzzerfall und die Adsorption an der Oberfläche, den Stoffübergang, die Diffusion im Festkörper und die Reaktion im Festkörper. Erst aus der gesamtheitlichen Beschreibung lassen sich Aussagen über die resultierenden Elementiefenverläufe treffen, die wiederum wesentlich für die Ausbildung der gehärteten Randschicht sind. Abb. 2.5 veranschaulicht die resultierenden Tiefenverläufe in Abhängigkeit des Stoffübergangskoeffizienten β und des Diffusionskoeffizienten D . Mit zunehmender Aufkohlungsdauer nimmt die Menge an gelöstem Kohlenstoff zu. Ist der Stoffstrom durch Diffusion geringer als der des Stoffübergangs, stellt sich nach kurzer Zeit ein konstanter Randschichtgehalt in Höhe des Atmosphärenpotentials ein. Den umgekehrten Fall visualisiert Typ B, da erst mit zunehmender Zeit der Randgehalt gegen den Atmosphärenpegel strebt. Für sehr hohe Stoffübergangszahlen β kommt es in der Randschicht zu einer Übersättigung und

folglich zu Karbidbildung (siehe Fall C und D). Für eine genaue Vorhersage der sich einstellenden Elementgradienten sind exakte Beschreibungen der Teilvorgänge notwendig, auf die im Folgenden näher eingegangen werden soll.

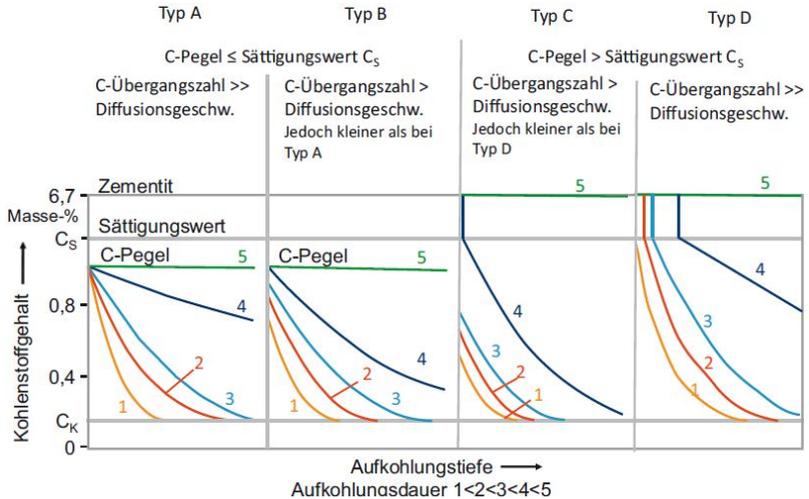


Abb. 2.5: Fallbeispiele in Abhängigkeit der Größenverhältnisse des Stoffübergangs- β und Diffusionskoeffizienten D nach [16].

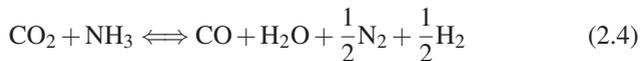
Komponentenzerfall und resultierende Elementpegel

Üblicherweise werden im Prozess direkt Trägergase verwendet, die als Transportmedium für Kohlen- und/oder Stickstoff dienen. Dementsprechend ist es i.A. nicht notwendig, die Reaktion des Transportmediums näher zu betrachten [6]. Durch Vermischung der Gasphasen im Ofen kommt es zum Austausch und einer näherungsweise homogenen Gasphase. Zu bestimmen sind jedoch die Reaktionsmechanismen der beteiligten Gasphasen. Unter der Annahme, dass die Atmosphäre einem Gleichgewicht unterliegt, wird die Atmosphäre des Abgasstroms der Atmosphäre des Ofens gleichgesetzt [17, 18, 19]. Die Atmosphäre des Abgasstroms dient als Basis der

Berechnung des Partialdrucks. Bei reinem Aufkohlen lässt sich die Reaktion der Aufnahme des Kohlenstoffs C^γ unabhängig von den verwendeten Donatoren über die Boudouard-Reaktion (Gl. 2.1), die heterogene Wassergasreaktion (Gl. 2.2) und die Methan-Wasserstoff-Gleichgewichtsreaktion (Gl. 2.3) beschreiben.



Bei einer zweiten beteiligten Gasphase in Form von Ammoniak treten mehrere, parallel ablaufende Reaktionen auf. Über Querreaktionen von CO_2 und NH_3 tritt ebenfalls eine Adsorption an der Werkstoffoberfläche [16]



und der Ammoniakzerfall mit Abgabe von Stickstoff entweder in die Gasphase (Gl. 2.5) oder in die Werkstückoberfläche (Gl. 2.6)



auf, wobei hier wesentlich ist, dass nach Gl. 2.6 für eine Stickstoffaufnahme im Austenit N^γ der Zerfall des Ammoniaks direkt an der Oberfläche stattfinden muss. Der Großteil des zugegebenen Ammoniaks zerfällt direkt bei der Einbringung in die Ofenatmosphäre (Gl. 2.5), mit zunehmender Zerfallsgeschwindigkeit bei steigender Temperatur. Durch Untersuchungen von Chatterjee-Fischer [14] an Reineisenfolien wurde der Stickstoffgehalt in Abhängigkeit der Temperatur bei gleicher Ammoniakzugabe analysiert, bei der sich eine deutliche Abhängigkeit von der Temperatur zeigte. Bei einer Ammoniakzugabe von 4% stellten sich zwischen 780 °C und 930 °C Stick-

stoffgehalte von 1 Ma-%N respektive 0,26 Ma-%N an gelöstem Stickstoff in Eisen ein. Nach Zoch [16] können sich im Stickstoffgehalt generell Diskrepanzen von bis zu 0,2 Ma-%N bei scheinbar gleichen Bedingungen einstellen. Nach DIN EN ISO 17022-1 (ehemals DIN EN 10052) [11] definiert der Kohlenstoffpegel C_p (respektive Stickstoffpegel N_p) den Elementgehalt, der sich in dünnen Reineisenfolien im Gleichgewicht bei der Einsatzhärte-temperatur einstellt. Über die chemischen Zerfallsreaktionen berechnet sich der Kohlenstoff- und Stickstoffpegel zu [20]

$$C_p = \frac{p_{\text{CO}}^2}{p_{\text{CO}_2}} \cdot \exp\left(\frac{8861 \text{ K}}{T} - 9,107\right) \quad (2.7)$$

$$N_p = \frac{p_{\text{NH}_3}}{p_{\text{H}_2}^{1,5}} \cdot \exp\left(9,003 - \frac{5089 \text{ K}}{T}\right) \quad (2.8)$$

mit den Partialdrücken für Kohlenstoffmonoxid p_{CO} und -dioxid p_{CO_2} , Wasserstoff p_{H_2} und Ammoniak p_{NH_3} in [bar] sowie der Temperatur T in [K]. Der berechnete Pegel gibt Auskunft über die Verfügbarkeit der Elemente C und N während des Carbonitrierens.

Stoffübergang

Durch das chemische Potential kommt es zu einer Anreicherung der jeweiligen Elemente in der Bauteiloberfläche, die als Stoffübergang bezeichnet wird. Dieser bezeichnet die Stoffmenge pro Zeiteinheit und Querschnittsfläche, die über die Oberfläche eingebracht wird. Der resultierende Stoffstrom J aus dem Stoffübergang wird über den technologischen Ansatz als Verhältnis des Massenstroms Δm_C über die Oberfläche A und die Dauer Δt durch

$$J_C = \frac{\Delta m_C}{A \Delta t} = \beta_C \cdot (k_{l,C} \cdot C_p - c_C) \quad (2.9)$$

$$J_N = \frac{\Delta m_N}{A \Delta t} = \beta_N \cdot (k_{l,N} \cdot N_p - c_N) \quad (2.10)$$

beschrieben. Die Stoffübergangskoeffizienten (β_C, β_N) werden in [mm/s], die Legierungsfaktoren ($k_{l,C}, k_{l,N}$) einheitenlos, die Atmosphärenpegel (C_p, N_p) in [Ma-%] und der an der Werkstückoberfläche gelöste Stoffanteil (c_C, c_N) in [Ma-%] beschrieben. Viele Autoren haben sich mit der Beschreibung der Stoffübergangskoeffizienten von Kohlen- und Stickstoff beschäftigt [13, 21, 20, 22]. Für Kohlenstoff kann ein temperaturunabhängiger Wert im Bereich $\beta_C = 10^{-4} - 10^{-3}$ mm/s angegeben werden. Die Formulierung des Stickstoffübergangskoeffizienten kann nach Winter [21] mit

$$\beta_N = a \cdot \exp\left(-\frac{\Delta H}{RT}\right) \cdot p_{H_2} \quad (2.11)$$

in [mm/s] als modifizierter Arrheniusansatz mit $a = 0,9$ mm/sbar, der Aktivierungsenergie $\Delta H = 64247$ J/mol und dem Partialdruck von Wasserstoff p_{H_2} in [bar] angegeben werden.

Der Legierungsfaktor beschreibt das Verhältnis aus maximal löslichem Randgehalt der Legierung im Verhältnis zu Reineisen. Hierbei wird sich zunutze gemacht, dass der Atmosphärenpegel ebenfalls auf Reineisen normiert ist, somit lässt sich der Legierungsfaktor in Abhängigkeit des maximal löslichen Gehalts und des Speziespegels berechnen

$$k_L = \frac{c_{max}^{Fe}}{C_p} \quad (2.12)$$

Nach Winter et al. [21] kann der Legierungsfaktor in Abhängigkeit der Elemente mittels Aktivitätskoeffizienten $e_{i,j}$

$$\lg(k_L, i) = -\sum_j (e_{i,j} \cdot c_j) \quad (2.13)$$

bestimmt werden. Die jeweiligen Aktivitätskoeffizienten für Kohlen- und Stickstoff sowie der Legierungselemente in Eisen können der Arbeit von Winter entnommen werden. Beispielsweise zeigt Chrom (Cr) als starker

Karbid- und Nitridbildner einen Aktivitätskoeffizienten $e_{C,Cr} = -0,043$ und $e_{N,Cr} = -0,158$, das heißt je geringer der Wert, desto höher wird der entsprechende Legierungsfaktor und desto höher fällt der gelöste Elementanteil an der Oberfläche aus.

Aus der Literatur sind keine Einflussfaktoren der Pulvermetallurgie auf den Stoffübergang bekannt, bzw. überlagern sich diese mit dem Massentransport in das Bauteil. Nach Danninger et al. [2] verhält sich Sinterstahl in thermodynamischer Hinsicht wie schmelzmetallurgisch hergestellter Stahl der gleichen Zusammensetzung. Hierbei werden mikroskopische Effekte der Erhöhung der effektiven Bauteiloberfläche nicht berücksichtigt.

Diffusion

Im Allgemeinen wird die Diffusion durch die Differentialgleichung nach dem zweiten Fick'schen Gesetz

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D(c) \frac{\partial c}{\partial x} \right) \quad (2.14)$$

beschrieben. Hierbei steht c für die Konzentration und $D(c)$ für den konzentrationsabhängigen Diffusionskoeffizienten. Der Beschreibung des Massentransports beim Einsatzhärten von Stählen haben sich viele Arbeiten gewidmet [20, 21, 22, 23], die zum Teil widersprüchliche Angaben bezüglich der Abhängigkeit des Diffusionskoeffizienten von der Temperatur und der bereits gelösten Stoffmenge machen. Im Falle des Carbonitrierens muss eine Gleichung gewählt werden, die die Koexistenz beider Spezies berücksichtigt, da sie konkurrierend Zwischengitterplätze im Austenit einnehmen [24]. Detaillierte Informationen zu den in dieser Arbeit verwendeten Ansätzen können Abschnitt 5.2.3 entnommen werden. Auf eine Aufzählung weiterer Beschreibungsansätze wird aus Gründen der Übersichtlichkeit verzichtet. Eine Zusammenfassung kann in [25] gefunden werden.

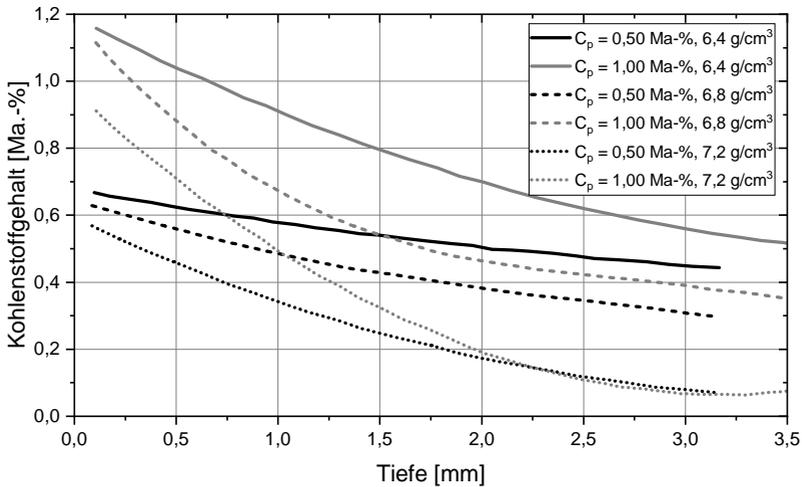


Abb. 2.6: Experimentelle Kohlenstofftiefenverläufe verschiedener Dichte- bzw. Porositätsgrade bei 2 h Aufkohldauer und konstanten Kohlenstoffpegeln $C_p = 0,5$ Ma-% und $C_p = 1,0$ Ma-%, digitalisiert nach Krave [26].

2.2.2 Diffusion in Sinterstahl

Prinzipiell kann auch im Fall der Diffusion in Sinterstählen ein zur Schmelzmetallurgie analoges Diffusionsverhalten festgestellt werden, da die thermodynamischen Grundlagen identisch sind [2]. Praktische Unterschiede ergeben sich aufgrund der spezifischen Eigenheiten von PM-Werkstoffen hinsichtlich der Morphologie der Porosität. Dabei tritt im Anwendungsbereich von PM-Bauteilen der Übergang von geschlossener Porosität (Dichte $\geq 7,4$ g/cm³) zu offener Porosität ($\leq 7,4$ g/cm³) auf (siehe Abschnitt 2.1.2). Die Auswirkungen unterschiedlicher Dichten auf den Kohlenstofftiefenverlauf hat u.a. Krave [26] untersucht und bei verschiedenen Aufkohlungsprozessen eine deutliche Zunahme der Einkohltiefe in Abhängigkeit der Dichte festgestellt (siehe Abb. 2.6). Bestätigt werden konnte dies unter anderem von Altena und Danninger [27] mit vergleichbaren Resultaten. Kowakeski et al. [28] konnten ebenfalls die signifikante Erhöhung der Aufkohltiefe be-

stätigen und darüber hinaus eine Beeinflussung der Diffusion aufgrund zugelegter Poren durch mechanisch bearbeitete Flächen identifizieren. An der maschinell bearbeiteten Oberfläche zeigte sich ein geschlossener Materialbereich mit wenigen Mikrometern Dicke. Die daraus resultierenden Aufkohlexperimente zeigten deutlich reduzierte Elementtiefenverläufe, die darauf schließen lassen, dass tatsächlich der Anteil offener Porosität entscheidend für die Aufkohlwirkung ist. Aus der Korrelation der mit sinkender Dichte zunehmenden offenen Porosität zusammen mit der steigenden Aufkohlung des Kerns kann deutlich gemacht werden, dass der Massentransport beim Einsatzhärten von der Porosität abhängt. So muss in porösen Werkstoffen der Effekt der offenen und vernetzten Porosität berücksichtigt werden. In der Gasphase, die bis in tiefe Bauteilbereiche vorliegen kann, ist der Diffusionskoeffizient um mehrere Größenordnungen größer als im Festkörper [29]. Somit stellt sich die Frage der Quantifizierbarkeit des Einflusses der effektiven Diffusion in Sinterstählen, welche im Nachfolgenden näher untersucht werden soll.

Einige Untersuchungen widmeten sich der Quantifizierung der effektiven Diffusion in Sinterstählen [30, 31, 32], berichteten jedoch über keine übergeordnete Beschreibung als Funktion der Dichte bzw. Porosität. In Untersuchungen der Einsatzhärte tiefe verschiedener Dichten von $6,6 - 7,6 \text{ g/cm}^3$ konnten Eck et al. [33] rückschließend eine exponentielle Abhängigkeit der effektiven Diffusion in Form eines Multiplikators zur Diffusion in Eisen formulieren (siehe Abb. 2.7). Aus der Auswertung der effektiven Multiplikatoren verweist dieser auf einen Knick der Steigung bei einer Dichte von ca. $6,8 \text{ g/cm}^3$. Die Dichte entspricht ungefähr dem Zustand, bei dem bereits überwiegend offene Porosität vorliegt, wie in Abschnitt 2.1 berichtet (siehe 2.2). Nusskern [6] beobachtete für Dichten von $\rho = 6,8 - 7,8 \text{ g/cm}^3$ ebenfalls einen deutlichen Anstieg der Aufkohltiefe mit abnehmender Dichte und schätzte den Multiplikator D_{rel} exponentiell ab. Der effektive Multiplikator der Diffusion liegt in einer vergleichbaren Größenordnung wie die effektiven Multiplikatoren von Eck et al. (siehe Abb. 2.7).

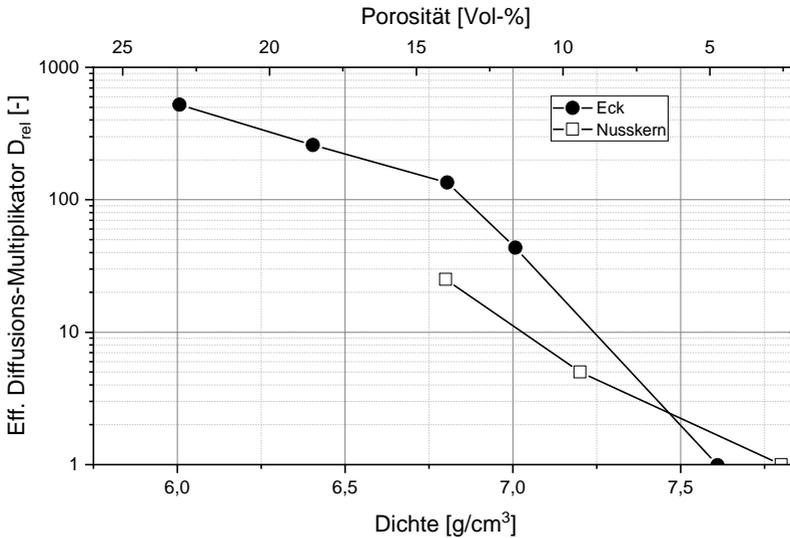


Abb. 2.7: Exponentiell steigender, relativer Diffusions-Multiplikator mit sinkender Sinterdichte, nach Eck et al. [33] und Nusskern [6]. Der relative Diffusionskoeffizient ist bezogen auf den Diffusionskoeffizienten in Reineisen bei jeweiliger Aufkohltemperatur. Die Bestimmung erfolgte durch Abgleich der Einsatzhärtetiefe mit simulativen Verläufen. Die Proben der jeweiligen Dichte wurden 30 min bei 870 °C mit $C_p = 0,8\text{Ma}\%$ aufgekocht und anschließend in Öl abgeschreckt. Die Prozessparameter von Nusskern wurden 4 h bei 870 °C mit $C_p = 0,8\text{Ma}\%$ aufgekocht und ebenfalls in Öl abgeschreckt.

Ein zweiter Mechanismus bei der Diffusion porenbehafteter Werkstoffe ist die Reduktion der Volumendiffusion. Als Analogie kann hier die Beeinflussung der Wärmeleitfähigkeit von porösen Werkstoffen herangezogen werden, da die geltenden Transportgleichungen identisch sind. Die Poren agieren hierbei als Transportbarrieren und verlangsamen so die Diffusion bzw. die Wärmeleitfähigkeit. Der Effekt auf die Diffusion fällt bei vorliegender offener Porosität nicht ins Gewicht, weil dieser von der exponentiellen Steigerung durch die Porendiffusion überlagert wird. Anders verhält sich dies für pulvermetallurgische Bauteile, deren Oberfläche durch eine Festwalzbehandlung nachverdichtet wurde. Die vorher offene Porosität wird durch

die Nachverdichtung zu Rissen reduziert. Dadurch wird die Volumendiffusion aufgrund des längeren Transportweges reduziert. Simulativ konnte hier von Nusskern [6] eine Abschätzung der Auswirkung an runden und elliptischen Poren erfolgen. Bei elliptischen Poren mit langer Achse quer zur Diffusionsrichtung zeigte sich bei einem Porositätsanteil von 15 Vol-% ($\rho = 6,7 \text{ g/cm}^3$) eine Reduktion der Volumendiffusion um 40%, bei runden Poren konnte bei gleicher Porosität eine Reduktion von 20% berichtet werden. Zu beachten ist, dass der Effekt bei größeren Quotienten der Achsverhältnisse (rissförmige Gestalt) erwartungsgemäß stärker ausfällt.

2.2.3 Das System Fe-C und Fe-N

Durch die Hinzugabe von Kohlenstoff ergeben sich im Umwandlungsverhalten von Eisen Veränderungen in den sich einstellenden Phasen und den zugehörigen Umwandlungstemperaturen. Aus Gründen der Übersichtlichkeit wird für die Beschreibung des Systems Eisen-Kohlenstoff auf Grundlagenwerke (bspw. Bargel und Schulze und Fuhrmann [34, 35]) verwiesen. Im Folgenden soll hauptsächlich auf die Auswirkungen von gelöstem Stickstoff oder auf die Kombination aus gelöstem Kohlen- und Stickstoff eingegangen werden. Durch die ähnliche Atomgröße des Elements Stickstoff (0,148 nm) ergeben sich Gemeinsamkeiten wie beispielsweise die Lösung als Zwischengitteratom, die Wirkweise als Austenitbildner und die sehr geringe Löslichkeit in α -Eisen. Betrachtet man jedoch die Umwandlungspunkte (siehe Abb. 2.8) im Detail, so ergeben sich dennoch signifikante Differenzen, die im Folgenden dargestellt werden sollen. Grundsätzlich kann bei hohen Stickstoffgehalten eine weitere Konfiguration des Eisens im System Fe-N gefunden werden, die ϵ -Phase Fe_3N in hexagonaler Kristallstruktur. Von industrieller Relevanz ist jedoch bei geringen Stickstoffgehalten die Konfiguration Fe_4N , die beim langsamen Abkühlen in der eutektoiden Reaktion entsteht. Während im System Fe-C der eutektoide Punkt bei 0,78 Ma-%C und 723°C zu finden ist, liegt dieser im System Fe-N bei

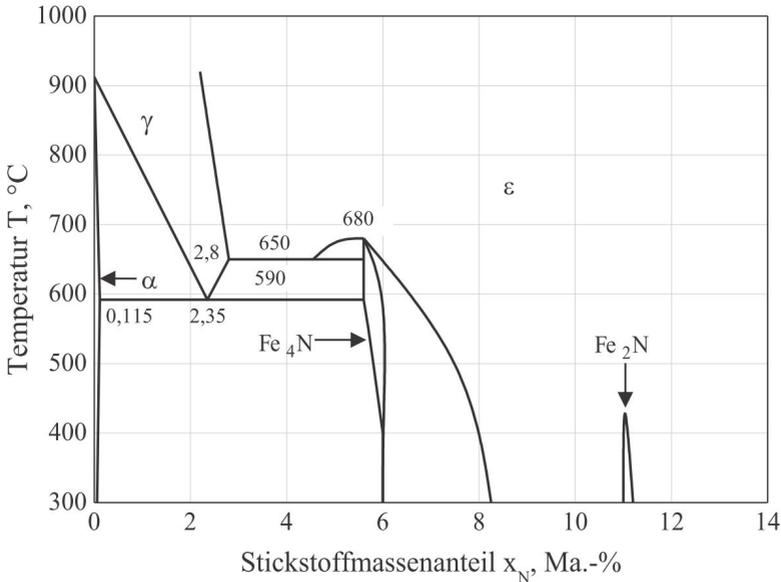


Abb. 2.8: Eisen-Stickstoff-Zustandsdiagramm nach Wriedt [36].

2,35 Ma.-%N und 592 °C. Das dabei entstehende Gefüge wird als Braunit bezeichnet und besteht aus einem übersättigten α -Mischkristall mit etwa 0,5 Ma.-%N und dem Eisennitrid Fe_4N [37]. Im Gegensatz zum Perlit lässt sich dieser nicht in charakteristischer Weise erkennen, sondern weist einen eher troostitähnlichen Aufbau auf. Nach Überschreitung der Zusammensetzung des eutektoiden Punktes werden Ausscheidungen gebildet. Im System Fe-C liegen diese metastabil als Zementit Fe_3C vor. Im System Fe-N hingegen bildet sich das Eisennitrid der Form Fe_4N als Kristallnadeln aus [35]. Das Carbonitrieren ist aufgrund technologischer und werkstoffkundlicher Gesichtspunkte auf den Bereich geringer Elementkonzentrationen beschränkt, da bei zu hoher Zulegierung die martensitische Härtung unterdrückt und die dadurch realisierbare Festigkeitssteigerung reduziert wird. Von Interesse sind also Legierungszusammensetzungen, die einerseits ein-

phasig im Austenit vorliegen (siehe Löslichkeitsgrenzen) und andererseits eine hohe Aufhärbarkeit erreichen können. Im nachfolgenden Kapitel soll die Wechselwirkung von Kohlen- und Stickstoff auf die resultierenden Gefüge und Zustände beim Abkühlen betrachtet werden.

2.2.4 Das System Fe-C-N

Im Falle carbonitrierter Randschichten liegen sowohl Kohlen- als auch Stickstoff interstitiell gelöst in Eisen vor. In Abb. 2.9 ist die Veränderung der Phasengrenzen in Abhängigkeit des Stickstoffanteils visualisiert. Stickstoff wirkt als Austenitstabilisator und verschiebt die Umwandlung in Ferrit sowie den eutektoiden Punkt zu niedrigeren Temperaturen. Bei einer Hinzugabe von 0,1 Ma-%N wird die eutektoiden Zusammensetzung um 0,015 Ma-%C und die A_1 -Temperatur um ca. 9,5 K gesenkt. Im Gegensatz hierzu wird die Zementitbildung kaum gehemmt.

Da die Bauteile im Carbonitrierprozess abgeschreckt werden, sind die sich einstellenden Gefüge beim Abkühlen entscheidend für die Festigkeit der Randschicht. Hierzu beschäftigte sich Prenosil mit dem Einfluss der Hin-

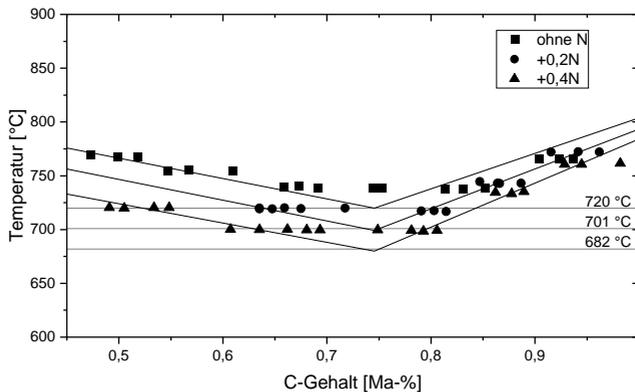


Abb. 2.9: Zustandsdiagramm Fe-C mit Stickstoff-Isolinien zur Darstellung der Verschiebung der Phasengrenzen, digitalisiert nach Prenosil [38].

zugabe von Stickstoff auf die Umwandlungskinetik im System Fe-C. In isothermen Zeit-Temperatur-Umwandlungs-Diagrammen (ZTU) zeigte Prenosil [38] die verzögernde Wirkung des Stickstoffs auf die Umwandlung des Perlits und des Bainits und postulierte eine deutlichere Verlangsamung der Umwandlung im Perlit im Vergleich zum Bainit, wobei sich die charakteristische Kurvenform der Umwandlung bis 0,6 Ma-%N nicht verändert. Ab einem Stickstoffgehalt von 0,6 Ma-%N wird von einer Trennung des Perlit- und Zwischenstufengebietes berichtet. In einer weiteren Arbeit konnte Prenosil [39] den Einfluss von gelöstem Stickstoff auf die Martensitkinetik von Fe-0,8C untersuchen. Bei Zugabe von 0,1 Ma-%N wird eine Reduktion der Martensitstarttemperatur von ungefähr 18,5 K festgestellt. Die stabilisierende Wirkung des Austenits konnte in Tiefkühlversuchen bei $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ ebenfalls festgestellt werden, bei dem der Anteil an Restaustenit im Vergleich zu Raumtemperatur näherungsweise konstant bleibt [39]. Auch konnte eine vergleichsweise höhere Anlassbeständigkeit im Vergleich zu rein kohlenstoffhaltigen Stählen festgestellt werden. So berichtet Prenosil [39], dass bei stickstoffhaltigen Legierungen zum Erreichen gleicher Härte die Anlassstemperatur um 20 K höher gewählt werden muss. Die Auswirkungen des Stickstoffs auf die Mikrostruktur und die Tragfähigkeit von Bauteilen wird in nachfolgenden Kapiteln diskutiert.

2.3 Härten

Im Anschluss an die thermochemische Wärmebehandlung werden die Bauteile gehärtet. Durch die Anreicherung an Legierungselementen und eine schnelle Abkühlung verändert sich der Randschichtzustand, i.d.R. findet an der Oberfläche aufgrund hoher Anteile an Kohlenstoff eine martensitische Härtung statt. Begleitet wird die Anreicherung der Randschicht durch eine Zunahme des Restaustenitanteils. Ein weiteres Ziel des Einsatzhärtens ist die Einstellung oberflächennaher Druckeigenstressungen. Im nachfolgenden

den werden die Wirkmechanismen diskutiert, die zu o.g. Randschichtzuständen führen.

2.3.1 Abschrecken

Um die gewünschten Bauteileigenschaften durch Abschrecken erzielen zu können, müssen die Proben nach dem Austenitisieren mit geeigneten Abschreckmedien abgekühlt werden. Etabliert haben sich hier das Abschrecken mit flüssigen und gasförmigen Medien. Im Nachfolgenden wird auf das Abschrecken in Wasser und Öl eingegangen, das in dieser Arbeit Anwendung findet. Die Abfuhr der Wärme des Bauteils erfolgt über die Abgabe der Wärme an das Abschreckmedium mittels Wärmeübergang [40]. Der resultierende Wärmestrom \dot{Q} in $[\text{W}/\text{mm}^2]$ kann dabei über das Newton'sche Abkühlgesetz

$$\dot{Q} = h \cdot (T_{\text{Medium}} - T_{\text{Bauteil}}) \quad (2.15)$$

in Abhängigkeit der Temperaturen des Abschreckmediums T_{Medium} und des Bauteils T_{Bauteil} sowie des Wärmeübergangskoeffizienten h in $[\text{W}/\text{mm}^2\text{K}]$ beschrieben werden. Als Voraussetzung zur Beschreibung gilt eine konstante Temperatur des Abschreckmediums. Jedem Abschreckmedium sind somit (in Abhängigkeit seiner Viskosität und Verdampfungstemperatur) spezifische Wärmeübergangskoeffizienten zu eigen. Zur Veranschaulichung ist ein Schema in Abb. 2.10 dargestellt. Bei der Anwendung flüssiger Härtemedien treten beim Abschrecken mehrere Stadien der Wärmeabfuhr zwischen Bauteil und Medium auf. Ausgehend von einem heißen Bauteil tritt zunächst das Filmsieden auf, welches bei sinkenden Temperaturen in Blasensieden und bei Unterschreiten der Verdampfungstemperatur in Konvektion übergeht [41]. Während das lokale Minimum bei hohen Temperaturen die sogenannte Leidenfrost-Temperatur darstellt (bei der ein stabiler Dampffilm die Wärmeabfuhr behindert), ist der höchste Wärmeübergangskoeffizient im Bereich des Blasensiedens zu finden. Begründet werden kann dies einerseits mit der hohen Verdampfungsenthalpie und andererseits mit einer

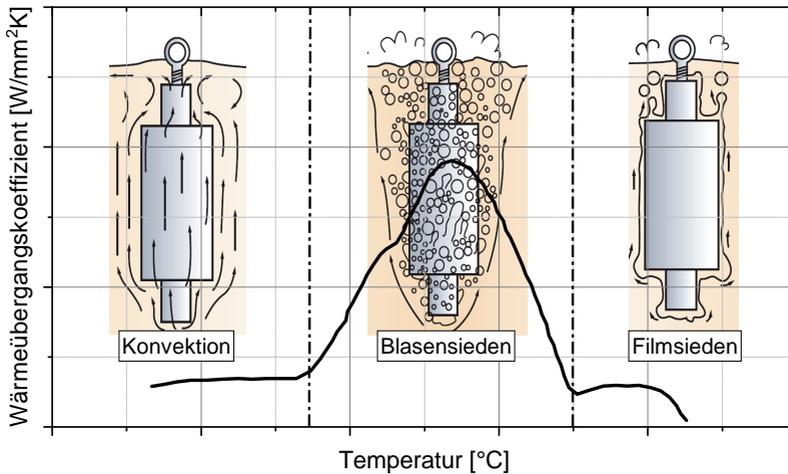


Abb. 2.10: Schematischer Verlauf des Wärmeübergangskoeffizienten eines Härteöls in Abhängigkeit der Temperatur. Die Schemaskizzen sind zur Veranschaulichung aus [16] entnommen.

hohen Strömung des Abschreckmediums an der Bauteiloberfläche. Besonderheiten ergeben sich bei der Abschreckung pulvermetallurgischer Bauteile aufgrund der Eigenheiten der Oberflächenbeschaffenheit. So stellt Warke [42] einen erhöhten Wärmeübergang bei offenporösen Oberflächen fest. Die Abkühlung kann durch das Eindringen des Abschreckmediums in die Poren einerseits und die Erhöhung der verfügbaren Oberfläche andererseits erklärt werden. Aufgrund der Porosität wurde darüber hinaus eine verringerte Filmsiedephase festgestellt. Durch die scharfe Abschreckung entsteht in den im Porennetzwerk vorliegenden Gas eine schockartige Komprimierung, die zu einer Sogwirkung an der Bauteiloberfläche führt. Diese wiederum hat zur Folge, dass der Gasfilm zusammenbricht [42]. Da jedoch in vorliegender Arbeit durch das Festwalzen glatte und dichte Oberflächen entstehen, werden die Phänomene der Porosität nicht weiter betrachtet.

2.3.2 Phasenumwandlungen beim Härten

Beim Härten von Stählen wird sich die Allotropie des Eisens zunutze gemacht. Diese kann beim Abschrecken des kubisch-flächenzentrierten Gitters des Austenits zu verschiedenen Gefügevarianten des kubisch-raumzentrierten α -Eisens führen. Je nach Abkühlgeschwindigkeit und Legierungszusammensetzung entsteht ein ferritisch-perlitisches Gefüge, ein Bainit- bzw. Zwischenstufengefüge, ein martensitisches Gefüge oder eine Mischung aus den oben genannten. Im Falle nitrierter Randschichten tritt darüber hinaus die eutektoide Gefügevariante der Fe-N Umwandlung auf, die Braunit genannt wird. Aus der Literatur gibt es in carbonitrierten Zuständen keine Berichte braunitischen Gefüges. Da darüber hinaus der Anteil an Kohlenstoff überwiegt, wird im Folgenden der gängigere Begriff Perlit verwendet. Die Tragfähigkeit des Bauteils wird wesentlich vom Gefügegradienten beeinflusst. Aufgrund des Gefügegradienten können diese in Abhängigkeit ihrer Umwandlungskinetik und häufig auch metallographisch aufgrund der Verteilung von kohlenstoffhaltigen Ausscheidungen unterteilt werden. Zur Beschreibung der Umwandlungsvorgänge haben sich ZTU-Diagramme etabliert, wie Abb. 2.11 zeigt. Bei langsamer Abkühlung ergibt sich i.d.R. ein gleichgewichtsnahes ferritisch-perlitisches Gefüge. Mit zunehmender Abkühlgeschwindigkeit geht dies in das Zwischenstufengefüge über. Ab Erreichen der kritischen Abkühlgeschwindigkeit bildet sich ausschließlich martensitisches Gefüge. Die Umwandlungstemperaturen und -zeiten sind dabei von der Legierungszusammensetzung abhängig. Durch die Anreicherung an Kohlen- und Stickstoff werden die Umwandlungsvorgänge zu höheren Zeiten und tieferen Temperaturen verschoben.

Durch die Verzögerung der Umwandlungskinetik im Randbereich und der gleichzeitig hohen Abkühlgeschwindigkeit tritt in der Randschicht hauptsächlich martensitisches Gefüge mit Restaustenitanteilen auf. Wie das ZTU-Diagramm in Abb. 2.11 illustriert, wandeln Bauteilbereiche mit Zusammensetzung ähnlich der von 16MnCr5 bei Temperaturen zwischen 400 - 600 °C

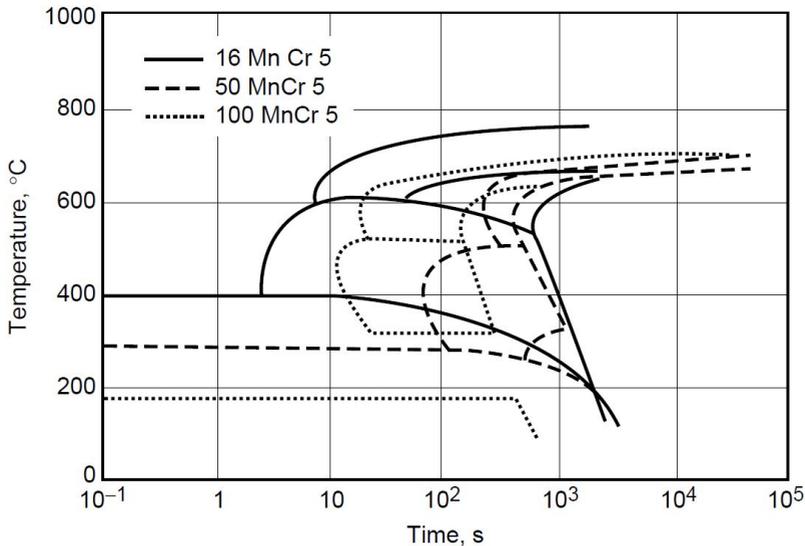


Abb. 2.11: Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramme von 16MnCr5 und aufgekohlte Zustände 50MnCr5 und 100MnCr5 [43].

bereits nach wenigen Sekunden um. Folglich liegen beim Einsatzhärten im Kernbereich typischerweise ferritisch-perlitische oder bainitische Gefüge vor. Die sich ergebenden Konsequenzen für die Randschichtzustände werden in Abschnitt 2.3.4 erläutert.

Martensitische Umwandlung

Eine rasche Abkühlung wird benötigt, um einen diffusionskontrollierten Zerfall von Austenit zu vermeiden. Hierbei wird eine verzerrte Version des α -Eisens erzwungen [44]. Durch mikrostrukturelle Anpassungsverformungen steigt die Versetzungsdichte und folglich die resultierende Härte deutlich. Mit steigendem Kohlenstoffanteil steigt die Verzerrung und die resultierende Härte weiter an. Ab ca. 0,5 - 0,6 Ma-%C verbleiben im Gefüge nachweisbare Mengen an Restaustenit, deren Anteil exponentiell mit weite-

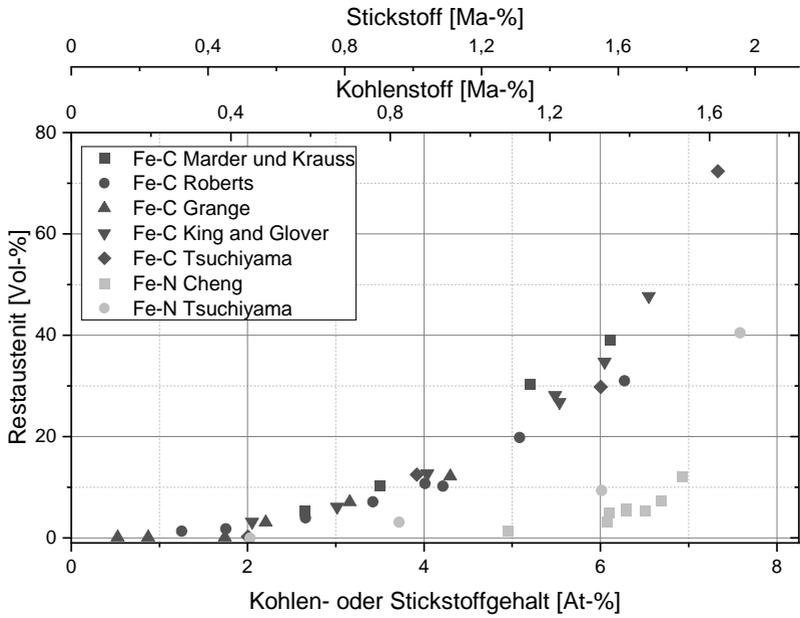


Abb. 2.12: Entwicklung des Restaustenitanteils in Abhängigkeit der gelösten Legierungselemente in At-% verschiedener Autoren [45, 46, 47, 48, 49, 50].

rer Hinzugabe von Kohlenstoff zunimmt.

Ein analoges Verhalten kann ebenfalls im Martensit des Legierungssystems Fe-N beobachtet werden, da das Stickstoffatom ebenfalls interstitiell gelöst ist und hauptsächlich den Platz in einer Oktaederlücke einnimmt. Bei Untersuchungen von Reineisenfolien konnte bei Stickstoffbeladung ebenfalls eine Stabilisierung des Austenits und eine Umwandlung in Martensit beschrieben werden [38, 45, 46], jedoch mit deutlich geringeren Anteilen an Restaustenit. Wie in Abb. 2.12 ersichtlich, zeigen sich im System Fe-N im Verhältnis zu Fe-C signifikant geringere Anteile an Restaustenit bei vergleichbaren atomaren Konzentrationen. Prensil [38] untersuchte an Cr-Mn-Stahl und Mn-Stahl die Auswirkungen von Stickstoff in carbonitrierten Schichten mit Kohlenstoffgehalten von 0,6-1,2 Ma-%C und Stickstoffgehal-

ten von 0-0,6 Ma-%N. Im Vergleich zu reinen Kohlenstoffstählen werden signifikant höhere Restaustenitgehalte bis zu 80% berichtet. Prenosil [38] schließt daraus, dass Cr sowie Mn eine starke austenitstabilisierende Wirkung in Präsenz von Stickstoff zeigen. In Abb. 2.13 sind die Härten aufgekohlter und aufgestickter Zustände martensitischen Gefüges visualisiert. Bei geringen Anteilen an Legierungselementen (2 At-%) sind die Unterschiede gering. Mit zunehmendem Elementgehalt steigt die Härte an. Beide Legierungen zeigen dabei ein Härtemaximum bei ungefähr 4 - 5 At-%. Der Fe-C-Martensit kann dabei jedoch Härten von bis zu 900 HV erreichen, während der Fe-N-Martensit Härten von maximal 800 HV erreicht. Vergleicht man zusätzlich die Anteile an Restaustenit aus Abb. 2.12, weisen kohlenstoffhaltige Zustände noch hohe Härten von knapp 800-900 HV bei Anwesenheit

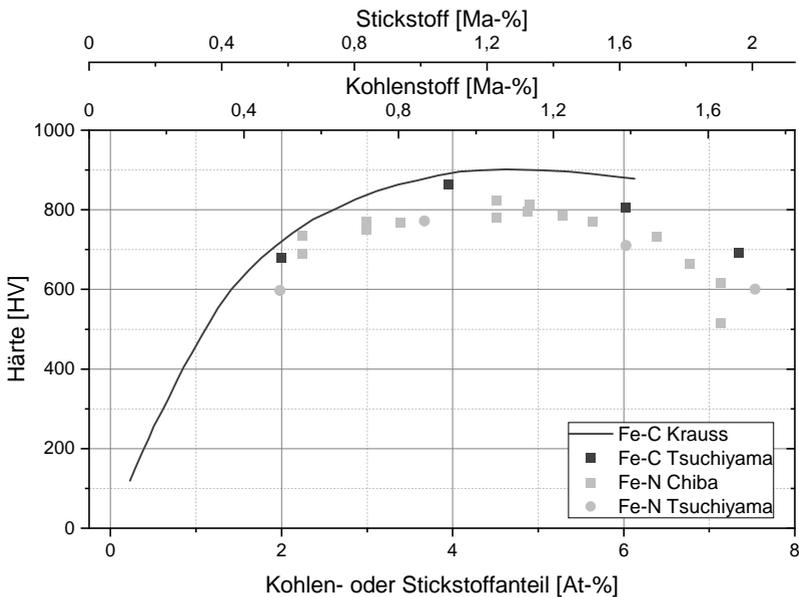


Abb. 2.13: Härte des martensitischen Gefüges in Abhängigkeit der gelösten Legierungselemente in At-%, Ergebnisse digitalisiert von [46, 51, 52].

von 40 Vol-% Restaustenit auf. Im Gegenzug dazu weist Stickstoffmartensit bei 6 At-%N und noch geringen Restaustenitanteilen von unter 10 Vol-% bereits eine Reduktion der Härte um 100 HV auf. Prenosil [38] bestätigt, dass die härtesteigernde Wirkung des Stickstoffs weniger ausgeprägt ist als die von Kohlenstoff.

Röntgenographische Untersuchungen der martensitischen Gitterkonstanten zeigten identische c-Achsen bei leicht vergrößerter a-Achse des Fe-N Martensits im Vergleich zum Fe-C Martensit [45]. Folglich weist der Stickstoffmartensit im Vergleich eine geringere Tetragonalität auf. Trotz größerem Kovalenzradius des C-Atoms im Vergleich zum N-Atom konnte kein Größenunterschied der Elementarzellen festgestellt werden. Die Ursachen der unterschiedlichen Ausprägung der mikrostrukturellen Härte zwischen Fe-C und Fe-N Martensit sind bis heute nicht vollständig durchdrungen.

2.3.3 Umwandlungskinetik pulvermetallurgischer Bauteile

Da Sinterstähle grundsätzlich den gleichen thermophysikalischen Gegebenheiten wie porenfreie Werkstoffe unterliegen [2], gelten bei Sinterstählen auch die grundsätzlichen phänomenologischen Abläufe des Einsatzhärtens. Im Rahmen der Dissertation von Warke [42] wurde der Einfluss der Wärmebehandlung auf pulvermetallurgische Bauteile unterschiedlicher Dichte untersucht. Hierbei wurde ein Einfluss der Porosität auf die Umwandlungskinetik festgestellt. Bei Porositätsgraden zwischen null, fünf und zehn Prozent wurde bei identischen chemischen Zusammensetzungen eine Erhöhung der Martensitstarttemperatur von bis zu 20 °C, sowie eine frühere Umwandlung des Zwischenstufengefüges mit zunehmender Porosität berichtet. Ein vergleichbarer Effekt konnte von Nusskern [6] an aufgekohlten Zuständen von Fe-0,85Mo verschiedener Dichten festgestellt werden. Ein Einfluss auf die Martensitstarttemperatur wurde nicht berichtet. Eine mögliche Begründung wurde von Nusskern [6] in der fein verteilten Porosität in einer reduzierten notwendigen Verzerrungsenergie und damit einhergehend beschleunigt.

nigter Umwandlungskinetik gesehen. Eine Bestätigung der Ursachen sowie eine Quantifizierung dieser Effekte sind zum jetzigen Stand der Forschung noch ausstehend.

2.3.4 Eigenspannungsbildung

Eigenspannungen spielen eine wesentliche Rolle bei zyklisch beanspruchten Bauteilen [53]. Diese lassen sich in drei Arten von Eigenspannungen (I.-III. Art) unterscheiden, je nach charakteristischer Länge, über die sie sich im Gleichgewicht befinden [54]. Der Fokus wird im Folgenden auf die makroskopischen Eigenspannungen erster Art gelegt. Aufgrund von thermischen Gradienten entstehen im Bauteil durch thermische Ausdehnung oder Phasenumwandlungen lokale Anpassungsverformungen. Da das Bauteil als Kontinuum verbunden ist, müssen diese lokalen Dehnungsdifferenzen als mechanische Dehnungen ausgeglichen werden und es entstehen Spannungen im Bauteil. Überschreiten die Spannungen die lokale Streckgrenze, entstehen plastische Dehnungen, die im Bauteil verbleiben. Bleiben die Spannungen bis zum Erreichen einer homogenen Endtemperatur und ohne anliegende äußere Kräfte erhalten, so spricht man von Eigenspannungen. Im Fall von carbonitrierten Bauteilen gewinnen die ablaufenden Prozesse an zusätzlicher Komplexität, da durch die Anreicherung an Kohlen- und Stickstoff die Phasenumwandlung lokal verändert wird. Zur Veranschaulichung der ablaufenden dehnungsinduzierenden Mechanismen und deren Auswirkungen auf die resultierende Eigenspannung hat sich beim thermochemischen Randschichthärtens das Rand-Kern-Modell nach Totten [55] (siehe Abb. 2.14) etabliert. So tritt beim Abschrecken durch die thermische Kontraktion des Randes eine positive Spannung auf. Aufgrund der erhöhten Konzentration von C und N im randnahen Bereich sind Umwandlungszeiten und -temperaturen verschoben (siehe Abschnitt 2.3.2). Nach vorliegendem Schema wandeln sich zunächst Kernbereiche in ein ferritisch-perlitisches oder bainitisches Gefüge um. Da der Randbereich austenitisch verbleibt, kann die Anpas-

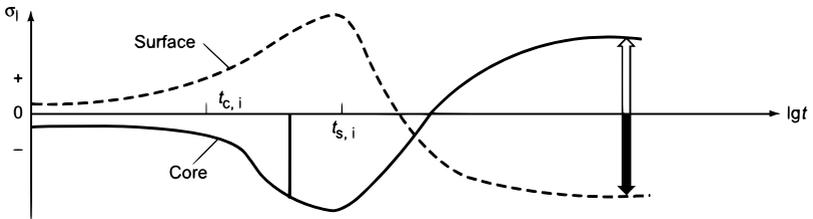


Abb. 2.14: Visualisierung der Eigenspannungsentwicklung beim Abschrecken zwischen Rand und Kern nach [56] für den Fall, dass die Umwandlung zuerst im Kern und anschließend an der Oberfläche auftritt. Dabei entspricht $t_{c,i}$ dem Umwandlungsbeginn des Kerns und $t_{s,i}$ dem Umwandlungsbeginn des Randes.

sungsverformung i.d.R. nicht rein elastisch ertragen werden und es kommt zu einer plastischen Streckung des Randes. Im Verlauf der weiteren Abkühlung wird ab Erreichen von t_s die Martensitstarttemperatur des Randes unterschritten und es kommt infolge der martensitischen Umwandlung und der damit einhergehenden Volumenzunahme zu einer Umkehr der Spannungsverhältnisse. Da der Kernbereich bereits umgewandelt ist und somit im Vergleich zum Austenit deutlich erhöhte Streckgrenzen aufweist, können die auftretenden Spannungen elastisch ertragen werden. Liegen die Umwandlungszeitpunkte zu nahe beieinander oder wandelt der Rand vor dem Kern um, fällt das Niveau der Druckeigenspannungen deutlich geringer aus oder es kann in ungünstigen Fällen zu Zugeigenspannungen an der Oberfläche kommen. Zur Veranschaulichung der ablaufenden Mechanismen dient Abb. 2.15. Hierbei wandelt bei Erreichen von t_s zunächst die Randschicht martensitisch um, jedoch können die Kernbereiche die Anpassungsverformung nicht rein elastisch ertragen und es kommt zu einer plastischen Streckung des Kernbereiches. Bei Erreichen von t_c führt die Umwandlung des Kerns zu einer Umkehr der Spannungsverhältnisse. Aufgrund der plastischen Verformung des Kernbereiches liegen Zugeigenspannungen in der Randschicht vor. Anhand dieses Gedankenexperiments kann abgeleitet werden, dass gängige Einsatzstähle i.d.R. maximal 0,2 Ma-% Kohlenstoff enthalten sollten.

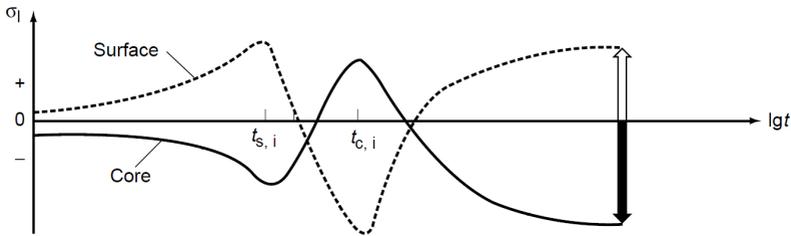


Abb. 2.15: Visualisierung der Eigenspannungsentwicklung beim Abschrecken zwischen Rand und Kern nach [56] für den Fall dass die Umwandlung am Rand vor der Umwandlung im Kern stattfindet. Dabei entspricht $t_{c,i}$ dem Umwandlungsbeginn des Kerns und $t_{s,i}$ dem Umwandlungsbeginn des Randes.

Damit kann sichergestellt werden, dass eine ausreichend schnelle Umwandlung des Kernbereichs gewährleistet wird.

2.3.5 Randschichtzustände einsatzgehärteter (PM-)Bauteile

Die genaue Kenntnis des Randschichtzustandes ist grundlegend für eine weiterführende Optimierung hinsichtlich der Beanspruchbarkeit. Die Literatur bezieht sich dabei hauptsächlich auf den resultierenden Härte- und Restaustenittiefenverlauf, wobei diese wiederum von der Legierungszusammensetzung und dem Einsatzhärteprozess abhängig sind. Beide Größen sind in der Regel relativ robust und reproduzierbar einzustellen. Im Gegensatz dazu ist die Generalisierung der sich einstellenden Eigenspannungen nach dem Einsatzhärten zumeist deutlich komplexer. Während die Datenbasis aufgekohlter Zustände recht umfangreich ist, sind im Vergleich dazu Daten von Randschichtzuständen nach dem Carbonitrieren auf wenige Autoren beschränkt [57, 58, 59, 60, 61].

Zunächst soll auf die Randschichtzustände von schmelzmetallurgisch hergestellten Werkstoffen eingegangen werden. Im Rahmen des IGF-Vorhabens 17903 N (Kurztitel: Carbozahn) [57] wurden carbonitrierte Zustände der Einsatzstähle 20MnCr5 sowie 18CrNiMo7-6 auf ihren Randschichtzustand

und auch auf die Lebensdauer im Ermüdungsversuch geprüft. Bei Kohlen- und Stickstoffgehalten von bis zu 0,85 Ma-%C und 0,5 Ma-%N wurde von bis zu 70 Vol-% Restaustenit berichtet. Hierbei wurde der Einfluss des Kohlenstoffs auf den Restaustenitgehalt höher als der des Stickstoffs eingeordnet. Während bei spannungskontrollierten Versuchsreihen keine Verbesserung der carbonitrierten Zustände berichtet werden konnte, gibt es Anzeichen, dass ein gesteigerter Restaustenitgehalt zu einer Verbesserung der Verschleißbeständigkeit führt.

Im Rahmen seiner Dissertation konnte Katemi [60] unterschiedliche Carbonitrierzustände am Stahl 18CrNiMo7-6 untersuchen. Mit zunehmendem Summengehalt aus Kohlen- und Stickstoff wurden zunehmende Mengen an Restaustenit nachgewiesen, die mehr als 50 Vol-% erreichten. Die dabei entstehenden Eigenspannungen bewegten sich in der Größenordnung von -50 MPa bis -300 MPa, wobei die höchsten Eigenspannungen im gehärteten Zustand im stickstoffarmen Bereich und bei einer ungefähren Kohlenstoffkonzentration von ca. 0,6 Ma-% nachgewiesen wurden. In in-situ Anlasswärmebehandlungs-Versuchen bei 180 °C zeigte sich dann ein Abbau der Druckeigenspannungen auf ca. -100 MPa.

Im Rahmen der Dissertation von Saddei [59] wurden carbonitrierte Randschichtzustände der Werkstoffe 20MnCr5 und 18CrNiMo7-6, sowie nachgeschaltete Anlass- und Tiefkühlversuche und deren Auswirkungen auf die Ermüdungs- und Wälzeigenschaften untersucht. Im einsatzgehärteten und angelassenen Zustand wurde variantenunabhängig von Druckeigenspannungen von maximal -150 MPa berichtet. Zusammenfassend schlussfolgert er, dass die Auswirkungen der einzelnen Wärmebehandlungszustände auf die Ermüdungs- und Verschleißigenschaften ihre jeweilige Stärken und Schwächen aufweisen und dementsprechend eine generalisierte Aussage nur bedingt möglich ist.

Nachfolgend werden die Randschichtzustände einsatzgehärteter PM-Bauteile diskutiert. Steindorf [61] untersuchte den Einfluss vor- und nachgeschalteter Festwalz- und Carbonitrierbedingungen auf die Ermüdungssei-

genschaften, die Carbonitrierbedingungen werden mit 4 h bei einem Kohlenstoffpegel von $C_p = 0,85 \text{ Ma-\%}$ angegeben. Es existiert hierbei keine Aussage des Stickstoffpotentials oder der zugegebenen Menge an Ammoniak. Hierbei wurden durch das Carbonitrieren und anschließendes Anlassen Druckeigenspannungen von ungefähr -100 MPa eingebracht, eine Aussage über die Menge an Restaustenit und Härte wurde nicht getroffen.

Im Rahmen der Dissertation von Nusskern [6] wurden festgewalzte PM-Bauteile einsatzgehärtet und untersucht. Die Prozessparameter des Einsatzhärtens sind $C_p = 0,8 \text{ Ma-\%}$ für 2 h, die Bauteile wurden anschließend im gehärteten Zustand analysiert, dabei wurden Eigenspannungen von über -450 MPa festgestellt. Eine Quantifizierung des Härte- und Restaustenitverlaufs ist nicht erfolgt.

Zusammenfassend ist die Datenbasis der resultierenden Eigenspannungen zu spärlich aufgestellt, um systematische Auswirkungen des Einsatzhärtprozesses auf die Eigenspannungen prognostizieren zu können. Während der Großteil der Autoren im carbonitrierten Zustand ohne nachträgliche Anlasswärmebehandlung über Eigenspannungen von bis -200 MPa berichtet, konnte im Gegenzug Nusskern in aufgekohlten Zuständen von Eigenspannungen von bis zu -450 MPa berichten. Aus den Arbeiten lässt sich jedoch ableiten, dass sich in PM-Bauteilen grundsätzlich identische Größenordnungen an Eigenspannungen einstellen können. Eine systematische Beschreibung des Einflusses des Stickstoffs auf die Eigenspannungen ist aufgrund der geringen Datenlage nicht möglich.

2.4 Ermüdungsverhalten von Sinterstählen

Während das Ermüdungsverhalten von Kompaktstählen für sich genommen schon ein komplexes Zusammenspiel vieler Einflussgrößen wie Belastungsart, Eigenspannung, Gefüge- und Oberflächenzustand umfasst, wirken sich bei Sinterstählen zusätzlich die intrinsischen Poren als zusätzliche Kerbstellen aus. Der Einfluss der Porositätsverteilung und -morphologie bestimmt

dabei zu großen Teilen das Ermüdungsverhalten. Die Menge und Form der Poren wird über die Pulver-, Press-, und Sinterbedingungen vorgegeben. In Kombination mit dem Werkstoff und der eben genannten Einflussgrößen erhöht sich die Komplexität erheblich und erschwert dadurch die systematische Erforschung [62]. Untersuchungen an gekerbten Ermüdungsproben haben gezeigt, dass Sinterstähle eine deutlich geringere Kerbempfindlichkeit der Schwingfestigkeit aufweisen als schmelzmetallurgisch hergestellte. Unter Berücksichtigung der Tatsache, dass Bauteile wie Zahnräder konstruktionsbedingt einer Kerbwirkung unterliegen, relativieren sich die scheinbar geringeren mechanischen Eigenschaften der PM-Stähle. Abb. 2.16 visualisiert die Entwicklung der Dauerfestigkeit mit zunehmender Kerbformzahl α_k . Bei steigenden Kerbformzahlen α_k unterliegen PM-Stähle einer geringen

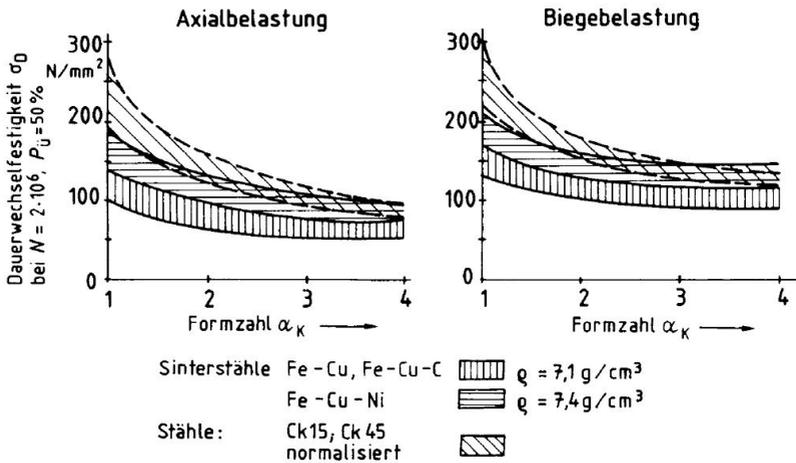


Abb. 2.16: Einfluss der äußeren Kerbwirkung auf Sinterstähle und unlegierte Baustähle, nach DIN 30912-6 [63].

geren Reduktion der Dauerfestigkeit. Zurückzuführen ist dies auf die Porosität und die damit einhergehende innere Kerbwirkung sowie Mehrachsigkeit des Spannungszustands. Bereits im ungekerbten Fall unterliegen PM-Bauteile einer mehrachsigen Beanspruchung. Mit Erhöhung geometrischer

Kerben wird die Lebensdauer durch die Erhöhung der Mehrachsigkeit aufgrund der äußeren Kerbe weniger stark beeinflusst. Mit steigender Formzahl überschneiden sich die Wechselfestigkeiten von hochverdichteten PM-Stahl im Vergleich zu konventionell erschmolzenem C45, bis diese sich bei Formzahlen von $\alpha_k \geq 4$ praktisch überlappen. Trotz der hohen Anzahl an lokalen Kerbstellen weisen PM-Stähle keine erhöhte Streuung der Ausfallwahrscheinlichkeiten auf und können somit unter korrekter Auslegung eine konkurrenzfähige Beanspruchbarkeit gewährleisten.

2.4.1 Ermüdungsverhalten von gradiert porösen Sinterstählen

In der nachfolgenden Arbeit soll mittels Festwalzen die Randschicht nachverdichtet werden, was aufgrund der plastischen Deformation zu einem gradierten Tiefenverlauf der Porosität führt [64]. Hierbei konnte eine Vielzahl von Arbeiten zu randschichtverdichteten PM-Stählen eine Verbesserung der Ermüdungsfestigkeit aufzeigen [65, 66, 67, 68]. Eine vollständige Beschreibung des Randschichtzustandes (Mikrostruktur und Porosität, Härte, Eigenspannungen) ist aufwändig und wurde dementsprechend selten in Einklang mit getätigten Ermüdungsversuchen gebracht. Dementsprechend ist es schwierig, eine klare Aussage über die Beiträge der Festigkeitssteigerung einzelner Effekte zu treffen. Um eine mögliche Trennung der Einflussgrößen der Porosität, der verfestigten Randschicht sowie der Eigenspannungen zu ermöglichen, wird im Folgenden kurz der Einfluss von gradiert porösen Sinterstählen auf die Ermüdungsfestigkeit thematisiert.

Eine ausführliche Beschreibung gradiert poröser Sinterstähle wurde im Rahmen der Dissertation von Merkel [64] durchgeführt und diskutiert. Dieser untersuchte die Randschichtzustände und Ermüdungseigenschaften nach dem Kugelstrahlen von pulvermetallurgisch hergestellten Werkstoffen. Dabei haben sich beim Werkstoff Distaloy DH nach dem Kugelstrahlen Druckeigenspannungsminima von bis zu -500 MPa ergeben. Die Untersuchung

zyklischer Eigenspannungsstabilität bestätigte bis zu Spannungsamplituden in Höhe der Dauerfestigkeit eine zyklisch stabile Druckeigenspannung an der Oberfläche in Höhe von -400 MPa. Die Versuchsdurchführung erfolgte an einem Wechselbiegeprüfstand im Lastfall $R = -1$. Bei Nenndichte $6,9 \text{ g/cm}^3$ hat sich im unbehandelten Fall eine 50% Bruchwahrscheinlichkeitsamplitude von 203 MPa und im kugelgestrahlten Zustand von 241 MPa ergeben. Für die Dichte $7,2 \text{ g/cm}^3$ konnte eine Steigerung von 247 MPa auf 291 MPa erzielt werden. Dabei kommt die Frage auf, inwieweit die Beiträge der Steigerung der Ermüdungsfestigkeiten auf die Verdichtung, die Verfestigung und die Eigenspannungen aufgeteilt werden können. Durch weiterführende Untersuchungen an spannungsarmgeglühten Proben des Werkstoffs Distaloy DH $7,2 \text{ g/cm}^3$ stellt Merkel fest, dass die Steigerung der Schwingfestigkeit zu 43% auf die Verfestigung, 40% auf die Eigenspannungen und die restlichen 17% auf die Verdichtung zurückzuführen sind.

2.4.2 Ermüdungsverhalten einsatzgehärteter Sinterstähle

Untersuchungen von zyklischen Biegeversuchen an einsatzgehärteten PM-Stählen wurde von Seyedi [69] im Lastverhältnis $R = -1$ und $R = 0,1$ beschrieben. Die momentenkontrollierten Wöhlerkurven wurden unter anderem an Fe $1,5\text{Mo}2\text{Cu}$ der Dichte $7,2 \text{ g/cm}^3$ im gesinterten und einsatzgehärteten Zustand durchgeführt. Durch das Einsatzhärten konnte die Festigkeit bei 50% Ausfallwahrscheinlichkeit bei 10^7 Zyklen zu $R_D^{EH}(R = -1) = 405$ MPa im Vergleich zum Grundzustand mit $R_D^{GS}(R = -1) = 257$ MPa um 58% verbessert werden. Die durch das Einsatzhärten erzielte Mikrohärteliegt bei $750 - 800 \text{ HV}_{0,1}$ und die an der Oberfläche analysierte Druckeigenspannung bei -100 MPa. Interessant ist hier der Vergleich mit den Dauerfestigkeiten aus der Arbeit von Merkel (siehe Abschnitt 2.4.1). Obwohl von Merkel zyklisch stabile Druckeigenspannungen von über -400 MPa berichtet wurden, konnte die Dauerfestigkeit lediglich um 50 MPa (= 20%) verbessert werden. Wesentliche Einflussgröße könnte die vergleichswei-

se geringe Härte nach dem Kugelstrahlen von 160 HV sein. Daraus ist zu schließen, dass die Verfestigung im Vergleich zu den Eigenspannungen einen maßgeblichen Anteil an der Verbesserung der Ermüdungseigenschaften trägt.

Um den im Zahnfuß herrschenden Lastfall abbilden zu können, werden Zugschwellbelastungen ($R \approx 0$) geprüft. Die Übertragbarkeit der Lebensdauer von Wechselbiegeproben nach Zugschwellbelastung auf versagenskritische Zahnfußspannungen wurde von Seyedi [69] diskutiert und eine gute Übereinstimmung festgestellt. Hierbei wurden in einsatzgehärteten Zahnrädern und Wechselbiegeproben vergleichbare fiktive Spannungsniveaus und Bruchlastspielzahlen erreicht. Die Ausfallwahrscheinlichkeiten bei Zugschwellbelastung konnten beim Einsatzhärten $R_D^{EH}(R = 0,1) = 225 \text{ MPa}$ im Vergleich zum Grundzustand $R_D^{GS}(R = 0,1) = 155 \text{ MPa}$ um 66% verbessert werden.

Abschließend stellt sich die Frage der Verbesserung der Ermüdungseigenschaften durch das Carbonitrieren. Aus einer zusammenfassenden Arbeit von Steindorf [61] sind die Auswirkungen der einzelnen Behandlungsverfahren (Festwalzen, Carbonitrieren, nachgeschaltetes Festwalzen) auf die Ermüdungsfestigkeit untersucht worden. Hierzu wurden die Materialien Fe-1,5Cu und Fe-2Cu-2,5Ni in den unterschiedlichen Zuständen analysiert (siehe Abb. 2.17). Das Einsatzhärten wurde bei 900 °C für 90 min (Fe-2Cu-2,5Ni) und 240 min (Fe-1,5Cu) bei einem C-Pegel von 0,85 Ma-% durchgeführt und danach in Öl bei 30 °C abgeschreckt, gefolgt von einer Anlasswärmebehandlung bei 180 °C für 60 min. Eine Aussage über den Stickstoff- bzw. Ammoniakpegel ist nicht gegeben. Die Analyse der Eigenspannungen in axialer Richtung ergab eine Steigerung der Druckeigenspannungen nach dem Einsatzhärten von -100 MPa durch eine vorgeschaltete Festwalzbehandlung auf über -250 MPa .

Durch eine Festwalzbehandlung kann eine Verdichtung der Randschicht und somit eine Reduktion der Kerbwirkung erzielt werden, die in Zusammenspiel mit Kaltverfestigung eine deutliche Erhöhung der Dauerfestig-

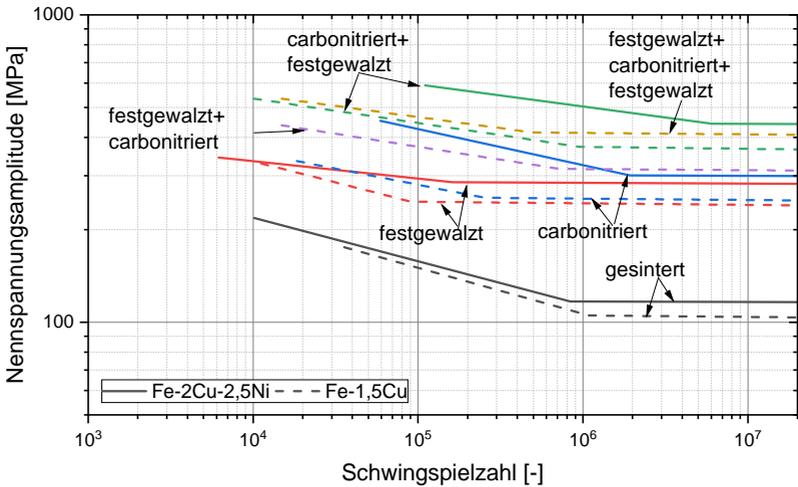


Abb. 2.17: Aus der Biegebeanspruchung umgerechnete Randspannungswöhlerkurven, getestet in Zug-Druck-Wechselbeanspruchung ($R = -1$), für die Werkstoffe Fe-1,5Cu und Fe-2Cu-2,5Ni, in Abhängigkeit der Randschichtzustände. Die mittlere Dichte betrug $7,2 \text{ g/cm}^3$. Die Daten sind der Arbeit von Steindorf [61] entnommen.

keit bewirkt. Im Vergleich dazu führt eine Carbonitrierbehandlung zu ähnlichen Verbesserungen der Dauerfestigkeit (siehe Abb. 2.17, rote und blaue Kurven). Durch eine vorgeschaltete Festwalzbehandlung und anschließende Carbonitrierbehandlung konnte die Dauerfestigkeit von Fe-1,5Cu im Lastfall ($R = -1$) um weitere 50 MPa auf über 300 MPa erhöht werden. Die potentiell höchsten Steigerungen können von einer nach dem Carbonitrieren durchgeführten Oberflächenbehandlung erwartet werden. Die bereits gehärtete Mikrostruktur erlaubt hier deutlich erhöhte Druckeigenspannungen bei gleichzeitig hoher Härte. Im Vergleich zum gesinterten Zustand können hier Spannungsamplituden von über 400 MPa dauerhaft ertragen werden, die damit um den Faktor 4 höher als beim gesinterten Referenzzustand liegen.

In einer Übersichtsarbeit von Beiss und Schneider [70] konnte mittels empirischer Modellansätze die Verbesserung der Beanspruchbarkeit durch eine Einsatzwärmebehandlung im Vergleich zum jeweiligen Sinterzustand

bestimmt werden. Abb. 2.18 visualisiert die ertragbaren Oberspannungen $\sigma_m + \sigma_a$ unter Berücksichtigung eines Kerbfaktors K_t in Abhängigkeit der Probengeometrie. Im Fall von ungekerbten Wechselbiegeproben (DIN EN ISO 3928) beträgt der Kerbfaktor 1,04. Aus dem empirischen Modell kann die Überlegenheit carbonitrierter Randschichtzustände (schwarz) veranschaulicht werden, da diese im Vergleich zu aufgekohlten Zuständen (grau) bei gleicher Dauerfestigkeit im Sinterzustand zu höheren Beanspruchbarkeiten im einsatzgehärteten Zustand führen. Während die genauen Ursachen

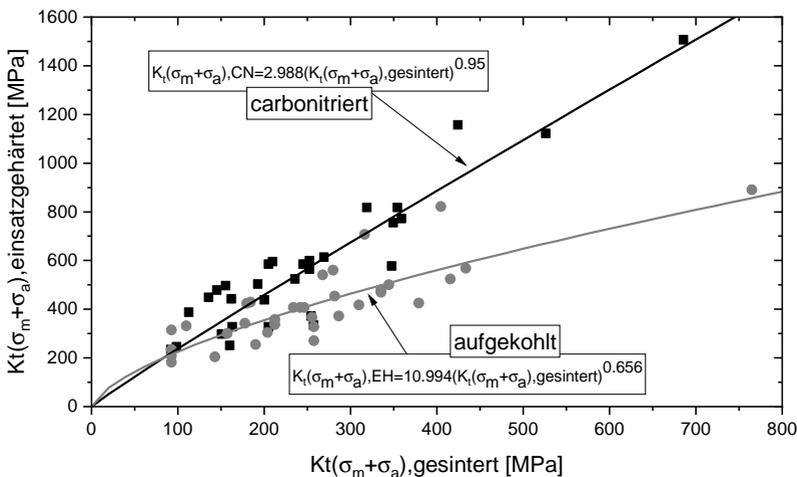


Abb. 2.18: Verhältnis der Beanspruchbarkeitsgrenze in Abhängigkeit des Kerbfaktors K_t und der Oberspannung $\sigma_m + \sigma_a$ von einsatzgehärteten (Ordinate) im Verhältnis zu ihren jeweiligen gesinterten (Grund-)Zuständen (Abszisse), digitalisiert nach [70]. Hierbei zeigen carbonitrierte Bauteilzustände eine deutlich höhere Steigerung der Beanspruchbarkeit im Vergleich zu aufgekohlten Zuständen.

der festigkeitssteigernden Wirkung des Carbonitrierens noch nicht vollständig geklärt sind, kann im Unterschied zum klassischen Aufkohlen das Einbringen des Stickstoffs als ursächlich vermutet werden.

In Untersuchungen von Prenosil [39] wurden die Auswirkungen der Menge des Restaustenits auf die Dauerfestigkeit in carbonitrierten Schichten nä-

her beleuchtet. Hierbei wurden deutliche Steigerungen der Dauerfestigkeit berichtet. Aus Messungen der Linienbreiten des Martensits und Austenits konnte im einsatzgehärteten Zustand ein Abbau der Eigenspannungen II. Art festgestellt werden. Bei dynamisch belasteten Proben wurden in vergleichsweise großen Arealen von Restaustenit wiederholte plastische Mikroverformungen festgestellt. In Regionen, die durch Martensitplättchen getrennt sind und folglich kleinere Regionen austenitischer Phase ausbilden, wurde keinerlei Verformung festgestellt. So postuliert Prenosil, dass aus den Erkenntnissen der Mikroverformung geschlossen werden kann, dass der anwesende Restaustenit bei dynamischer Belastung zu Neuverteilungen der Spannungen II. Art führt. Dadurch werden lokale Spannungsmaxima beseitigt, wodurch es zu einer Steigerung der Dauerfestigkeit kommt. In Einklang mit den Spannungsüberhöhungen in porenbehafteten Bauteilen ist dies ein Indiz für eine gesteigerte Beanspruchbarkeit.

3 Simulationsmethodik und Modelle des Werkstoffverhaltens

Die Vorhersage von Bauteilzuständen nach dem Abschrecken, insbesondere einsatzgehärteter Randschichten, kann effizient mittels numerischer Methoden und genauer Kenntnis der vorherrschenden Mechanismen in Abhängigkeit der chemischen Zusammensetzung erfolgen. Zunächst muss hierzu der Gesamtprozess des Einsatzhärtens in physikalische Teilprozesse zerlegt werden. Das Einsatzhärten setzt sich aus den Teilprozessen des Aufkohlens bzw. Carbonitrierens, dem anschließenden Abschrecken und ggf. einer Anlasswärmebehandlung zusammen. Dabei unterliegen die einzelnen Schritte unterschiedlichen physikalischen Gesetzmäßigkeiten, deren mathematische Beschreibung numerisch abgebildet und gelöst werden muss. Das Aufkohlen bzw. das Carbonitrieren umfasst den Massentransport von Kohlen- und Stickstoff von Gas in Feststoff sowie die Diffusion im Festkörper und unterliegt dementsprechend chemischen Transport- und Umwandlungsprozessen. Die Beschreibung des Abschreckens hingegen setzt sich aus einer Kombination aus metallurgischen und thermomechanischen Abhängigkeiten zusammen. Die notwendigen Modelle und Annahmen werden in den folgenden Abschnitten näher erläutert.

3.1 Carbonitriersimulation

Zur simulativen Beschreibung des Stoffübergangs und Stofftransports im Bauteil werden die in Abschnitt 2.2.2 beschriebenen Gesetzmäßigkeiten in

numerische Modelle überführt. Um diese einerseits orts- und auch zeitaufgelöst beschreibbar zu machen, müssen diese diskretisiert werden.

3.1.1 Diskretisierung der Diffusionskinetik

Die Veränderung der Konzentration eines Stoffes c lässt sich mittels der Diffusionsgleichung im allgemeinen dreidimensionalen Fall nach dem zweiten Fick'schen Gesetz

$$\frac{dc}{dt} = \nabla \cdot (D \nabla c) \quad (3.1)$$

mit dem Diffusionskoeffizienten D in $[\text{mm}^2/\text{s}]$ beschreiben. Im isotropen Fall der Diffusion lässt sich die Gleichung

$$\frac{dc}{dt} = D \nabla \cdot (\nabla c) = D \left(\frac{d^2c}{dx^2} + \frac{d^2c}{dy^2} + \frac{d^2c}{dz^2} \right) \quad (3.2)$$

vereinfachen [71]. Die vorliegende Gleichung muss nun örtlich sowie auch zeitlich diskretisiert werden. Dies kann zeitlich mittels dem impliziten Euler-Verfahren und örtlich mit dem Zentrale-Differenzen-Schema erreicht werden. Das Berechnungsmodell der Finiten-Differenzen-Methode wurde als zweidimensionale Diffusion implementiert, um mögliche Kanteneffekte an komplex aufgekohlten Bauteilen abbilden zu können. Im impliziten Fall hängt die Änderungsrate der Lösung vom neuen Zeitschritt $m + 1$ ab

$$\frac{c_{i,j}^{m+1} - c_{i,j}^m}{\Delta t} = D \left(\frac{c_{i,j-1}^{m+1} - 2c_{i,j}^{m+1} + c_{i,j+1}^{m+1}}{\Delta x^2} + \frac{c_{i-1,j}^{m+1} - 2c_{i,j}^{m+1} + c_{i+1,j}^{m+1}}{\Delta y^2} \right) \quad (3.3)$$

mit i, j als räumliche Koordinaten. Um eine verkürzte Schreibweise zu ermöglichen, werden die Faktoren

$$a_x = \frac{D(c, T, p) \Delta t}{\Delta x^2} \quad a_y = \frac{D(c, T, p) \Delta t}{\Delta y^2} \quad (3.4)$$

eingeführt. Nach Umstellung ergibt sich als Gleichung des individuellen Knotenpunkts $c_{i,j}$

$$(1 + 2a_x + 2a_y) c_{i,j}^{m+1} - a_x c_{i,j-1}^{m+1} - a_x c_{i,j+1}^{m+1} - a_y c_{i-1,j}^{m+1} - a_y c_{i+2,j}^{m+1} = c_{i,j}^m. \quad (3.5)$$

Um die Konzentration des Knotens im nächsten Zeitschritt $m + 1$ berechnen zu können, müssen die Abhängigkeiten der Nachbarknoten berücksichtigt werden. Zur Handhabung der Abhängigkeiten hat sich die Vektor- und Matrixschreibweise etabliert. Die Konzentrationen aller Knotenpunkte werden in einem Vektor zusammengefasst. Im eindimensionalen Fall kann Knoten für Knoten nacheinander in den Vektor überführt werden. Im Fall einer verallgemeinerten, zweidimensionalen Beschreibung werden die Einträge in komplexerer Form allokiert. Hierzu wird wie im eindimensionalen Fall zunächst die erste Spalte Zeile für Zeile allokiert gefolgt von der zweiten Spalte und den dort liegenden Knoten Zeile für Zeile. Für die Diffusivitätsmatrix \mathbf{A}_D muss berücksichtigt werden, dass die Nachbarn hierdurch um eine Distanz von bis zu einer Zeile auseinanderliegen. Die Gesamtheit der Abhängigkeiten wird in einer Matrix \mathbf{A}_D zusammengefasst, die die Abhängigkeiten der Knotenkonzentrationen des aktuellen c^m und des neuen Zeitschritts c^{m+1} verknüpft.

$$\mathbf{A}_D \mathbf{c}^{m+1} = \mathbf{c}^m \quad (3.6)$$

Für die Bestimmung des Speziesgehalts im neuen Zeitschritt muss die Inverse von \mathbf{A}_D gebildet werden

$$\mathbf{c}^{m+1} = \mathbf{A}_D^{-1} \mathbf{c}^m. \quad (3.7)$$

Der Großteil der Berechnungszeit fließt dabei in die Bestimmung der Inversen. Abb. 3.1 visualisiert die generelle Struktur der dünnbesetzten Matrix im zweidimensionalen Fall. Durch die Allokation der in Wechselwirkung stehenden Knoten entspricht die zu lösende Diffusivitätsmatrix einer dünnbesetzten, symmetrisch positiv definiten Tridiagonalmatrix mit zwei besetz-

ten Nebendiagonalen. Ansätze zur Lösung der Inversen und die resultierende Qualität und Rechenzeit werden in Abschnitt 3.1.4 diskutiert.

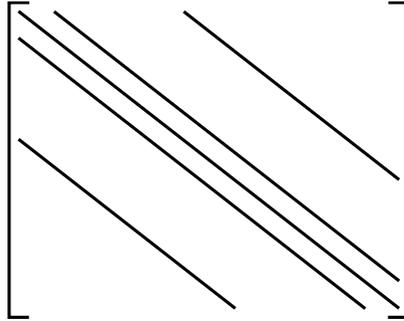


Abb. 3.1: Schema der 2D-Diffusionsmatrix. Der Abstand zwischen dem Block auf der Hauptdiagonalen zu den Nebendiagonalen wird durch die Menge an Knoten in x -Richtung N_x definiert.

3.1.2 Diskretisierung des Stoffüberganges

Der Stoffübergang wird mit dem technologischen Ansatz

$$\dot{m} = J_\beta = \beta (k_L \cdot C_p - c_i) \quad (3.8)$$

formuliert und muss im Fall der Simulation ebenfalls diskretisiert werden. Um diesen in der vorliegenden Simulation berücksichtigen zu können, müssen sogenannte Geisterknoten im Netz erzeugt werden. Dies ist der Tatsache geschuldet, dass die Finite-Differenzen-Methode lediglich die Diffusionsgleichung zwischen Knoten löst, ohne Randbedingungen als solche berücksichtigen zu können. Mit Hilfe des Geisterknotens wird dem Randknoten eine Konzentration zugewiesen, die nach Lösung der Diffusionsgleichung (Gl. 3.2) zu einem identischen Stoffstrom des Stoffüberganges (Gl. 3.8) $J_D = J_\beta$ führt. In Abb. 3.2 ist die Vorgehensweise für den Knoten c_i visualisiert. Hierbei sollte beachtet werden, dass der Approximationsgrad identisch mit dem der Diffusion gewählt wird, um eine konsistente Fehler-

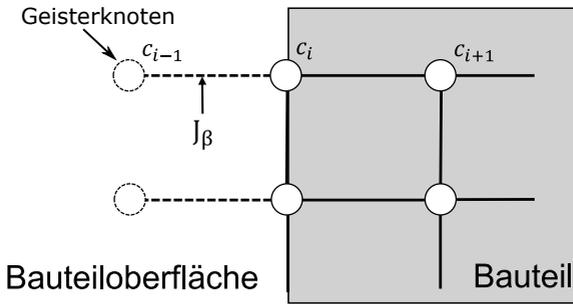


Abb. 3.2: Schema der Verwendung von Geisterknoten. Der Fluss J_{β} entspricht dem aus dem Stoffübergang berechneten Fluss. Hierbei wird die Konzentration im Knoten c_{i-1} so variiert, dass sich der Stoffstrom über das Fick'sche Gesetz $J_{\beta} = J_D$ einstellt.

ordnung garantieren zu können. Durch Diskretisierung mittels des Zentrale-Differenzen-Schemas kann der erforderliche Stoffstrom

$$\beta (k_L \cdot C_p - c_i) = J_{\beta} = J_D = -D \frac{c_{i+1} - c_{i-1}}{2\Delta x} \quad (3.9)$$

in der gleichen Fehlerordnung formuliert werden. Somit kann im Geisterknoten die Konzentration c_{i-1} durch

$$c_{i-1} = c_{i+1} + \frac{2\beta\Delta x}{D} (k_L \cdot C_p - c_i) \quad (3.10)$$

bestimmt werden. Die Konzentration des Geisterknotens wird ebenfalls inkrementell neu berechnet, dabei ist zu beachten, dass der Stoffübergangskoeffizient β sowie Diffusionskoeffizient D von der Konzentration abhängig sind und ebenfalls inkrementell neu berechnet werden müssen.

3.1.3 Stabilitätskriterium

Da die FDM im vorliegenden Fall pro Zeitschritt nur die direkten Knotennachbarn berücksichtigt, können numerisch bedingte Schwingungen auftreten. Diese Instabilität kann dann eintreten, wenn modellhaft die Feldgröße

schneller transportiert werden soll als das Verfahren numerisch gewährleisten kann. Hierfür kann die Stabilitätsanalyse nach Neumann zu Rate gezogen werden. Diese besagt, dass das Finite-Differenzen-Schema stabil ist, wenn die numerischen Fehler pro Zeitschritt sich nicht fortpflanzen. Dies ist gewährleistet, wenn der Quotient Γ aus dem Zeitinkrement Δt , multipliziert mit der (Diffusions-)Geschwindigkeit D , und dem Quadrat des Ortsinkrements Δx^2

$$\Gamma = \frac{D \cdot \Delta t}{\Delta x^2} \leq 0,5 \quad (3.11)$$

ist. Als Gedankenbeispiel hilft die Vorstellung, dass bei hohen Diffusionsgeschwindigkeiten und Zeitschritten und gleichzeitig kleiner örtlicher Schrittweite die Strömung so hoch ist, dass diese mehrere Knoten pro Berechnungsschritt überspringen würde. Da die Lösungsmethodik zur Berechnung der Diffusion jedoch nur die direkten Knotennachbarn berücksichtigt, wird der Massentransport somit fehlerhaft abgebildet. Im nächsten Berechnungsschritt käme es (nebst neuer Fehlströme) dadurch zu Korrekturströmen, die zur Instabilität des Problems führen. Als Zahlenbeispiel kann bei einem (realistischen) Diffusionskoeffizienten $D = 10^{-5} \text{ mm}^2/\text{s}$ und einer gewählten geometrischen Schrittweite $\Delta x = 0,01 \text{ mm}$ Stabilität für Zeitinkremente kleiner als $\Delta t = 5 \text{ s}$ gewährleistet werden. Um eine robuste Simulationsumgebung zu gewährleisten, wird im vorliegenden Skript die Stabilitätsbedingung zum Start berechnet, und im Fall instabiler Parameterwahl als Warnmeldung ausgegeben.

3.1.4 Lösung des Inversenproblems

Zur Berechnung der Stoffkonzentration im folgenden Zeitschritt \mathbf{c}^{m+1} muss die aus dem vorherigen Zeitschritt berechnete Konzentration \mathbf{c}^m und die aktualisierte Diffusivitätsmatrix \mathbf{A}_D bekannt sein. Das bedeutet, dass in jedem Zeitinkrement m die Diffusivitätsmatrix \mathbf{A}_D aktualisiert werden muss, da die Diffusion von der Konzentration selbst abhängig ist. In Problemen der FEM und FDM sind dies Matrizen extrem großer Dimension, die i.d.R. dünn be-

setzt sind (sogenannte *sparse* Matrizen). In den letzten Jahrzehnten haben sich viele Approximationen der Inversenberechnung für die FEM und FDM etabliert. Entscheidend ist dabei, dass der Fehlergrad der Näherungslösung identisch bleibt. Die Formulierungen der Diskretisierung haben einen Fehler zweiter Ordnung, dementsprechend sollte die Näherungslösung dieser Genauigkeit entsprechen. Durch Kenntnis der Eigenschaften der zu lösenden Matrix können effiziente Lösungsverfahren eingesetzt werden. Typische Verfahren zur Bestimmung der Inversen sind beispielsweise direkte Lösungsverfahren wie die LU-Zerlegung und die Cholesky-Zerlegung oder iterative Näherungsverfahren wie beispielsweise die konjugierte Gradienten Methode [72].

3.2 Simulation des Abschreckens mittels Finite Elemente Methode

Aufgrund der Komplexität der Wärmebehandlung von Stählen ist die Wärmebehandlungssimulation seit Jahrzehnten ein probates Mittel zur Vorhersage von Bauteilzuständen. Allein die Variation der Abkühlbedingung am Bauteil kann zu stark unterschiedlichen Bauteilzuständen führen. Eine hohe Abkühlwirkung führt zu einer stark inhomogenen Verteilung der Temperatur und folglich thermischer Dehnung, welche bei Überschreiten der Warmstreckgrenze zu Plastifizierungseffekten führen kann. Dabei hängt wiederum die lokale Warmstreckgrenze vom aktuell vorliegenden Gefüge ab. Bei niedriglegierten Zuständen im Kern kann hier bereits bei höheren Temperaturen eine Umwandlung in Ferrit, Perlit oder Bainit entstehen, die zu höheren Warmstreckgrenzen führt und folglich reduzierte plastische Dehnungen aufweist. Um ein Prozessverständnis aufbauen zu können, ist es notwendig, phänomenologische Aspekte der Wärmebehandlung in einem komplexen Modell zusammenzuführen. Die Berechnung und Wechselwirkung der elastisch-plastischen Dehnungen, der Temperatur und der Festkörperumwandlung im Bauteil und der von außen wirkenden Randbedingungen

müssen in geeigneter Weise verknüpft werden, um schlussendlich den Zustand des Bauteils (bspw. Härte, Eigenspannung) beschreiben zu können. Diese müssen im Fall von chemisch gradierten Randschichtzuständen zusätzlich in Abhängigkeit des jeweiligen Legierungselementes beschrieben werden. Abb. 3.3 visualisiert die Wechselwirkung zwischen Thermodyna-

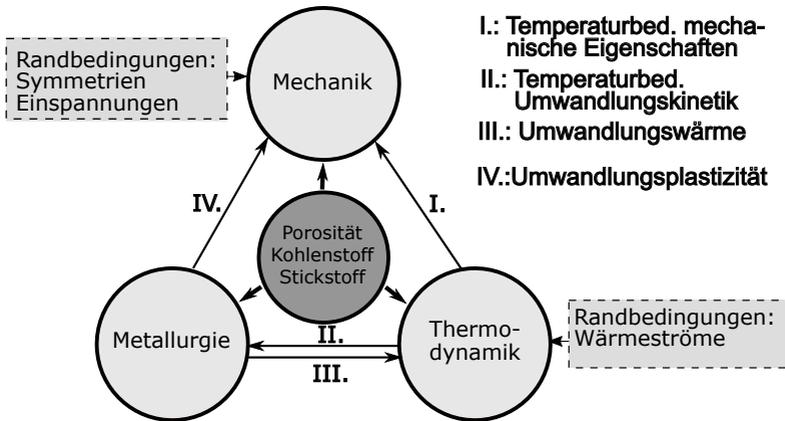


Abb. 3.3: Phänomenologische Mechanismen und deren Wechselwirkungen.

mik, Mechanik und Metallurgie. In der vorliegenden Arbeit werden darüber hinaus die Effekte der Porosität und der Legierungselemente Kohlen- und Stickstoff berücksichtigt. Wie oben erwähnt ist auch die Modellbildung entscheidend. Dazu werden Randbedingungen benötigt, um die Modellkomplexität zu reduzieren. Im Fall von thermischen Randbedingungen werden allgemein Wärmeströme formuliert, bei mechanischen Randbedingungen werden Symmetrien bzw. Verschiebungen vorgegeben.

3.2.1 Wärmeübergang

Der Wärmeübergangskoeffizient h wird in $[W/mm^2K]$ angegeben und hängt wesentlich vom Abschreckmedium und den Abschreckbedingungen ab. Für flüssige Abschreckmedien, wie bspw. Härteöle, werden üblicherweise meh-

rere Etappen der Abkühlung durchlaufen, die sich im Wesentlichen durch den Wärmefluss in Abhängigkeit des an der Oberfläche anliegenden Aggregatzustandes unterscheiden (siehe Abschnitt 2.3.1). Der Wärmeübergang wird mittels der Gleichung

$$\dot{Q}_W = h \cdot (T_\infty - T_S) \quad (3.12)$$

beschrieben, mit \dot{Q}_W als der Wärmeleistung [W/mm²], die dem System über die Oberfläche entzogen wird, dem Wärmeübergangskoeffizienten h in [W/Kmm²], der Abschreckmediumtemperatur T_∞ und der Temperatur der Bauteiloberfläche T_S in °C. Zur Beschreibung des Wärmeübergangs wird die Temperatur des Abkühlmediums sowie der Wärmeübergangskoeffizient als Funktion von der Temperatur hinterlegt. Der für diese Arbeit verwendete Wärmeübergang wird in Abschnitt 6.5.1 beschrieben.

3.2.2 Fourier'sche Wärmeleitung

Im Inneren des Bauteils wirkt die Fouriersche Wärmeleitungsgleichung gemäß

$$\dot{T} c_p \rho = \lambda \Delta T + \dot{Q}_L. \quad (3.13)$$

Diese muss jedoch für ein Mehrphasenproblem zu

$$\dot{T} \sum_i c_{p,i} \cdot w_i \cdot \rho = \Delta T \cdot \sum_i \lambda_i \cdot w_i + \sum_i \dot{Q}_{L,i}. \quad (3.14)$$

verallgemeinert werden. Dabei entspricht \dot{T} der Temperaturänderungsrate, w_i dem jeweiligen Phasenanteil, $c_{p,i}$ der spez. Wärmekapazität, ρ der Dichte des Werkstoffs, λ_i den phasenspezifischen Koeffizienten der Wärmeleitfähigkeit und $\dot{Q}_{L,i}$ der Rate der latenten Wärme für die entstehende Phase i . Hierbei wird die latente Wärme mittels

$$\dot{Q}_{L,i} \cdot \Delta t \approx \Delta Q_{L,i} = Q_{L,ges,i} \cdot \Delta w \quad (3.15)$$

pro Berechnungsschritt in Abhängigkeit der Änderung des Phasenanteils Δw approximiert, hierbei entspricht $Q_{L,ges,i}$ der Umwandlungswärme bei vollständiger Umwandlung.

3.2.3 Mechanisch-metallurgisches FE-Modell

Die Rate der Totaldehnung $\dot{\epsilon}_t$ wird über die Summation der einzelnen Dehnungskomponenten

$$\dot{\epsilon}_t = \dot{\epsilon}_{el} + \dot{\epsilon}_p + \dot{\epsilon}_{th} + \dot{\epsilon}_{tr} + \dot{\epsilon}_{ip} \quad (3.16)$$

beschrieben. Diese setzt sich aus den einzelnen Dehnungsanteilen der elastischen ($\dot{\epsilon}_{el}$) und plastischen ($\dot{\epsilon}_p$) und der thermischen Dehnung ($\dot{\epsilon}_{th}$) sowie der Umwandlungsdehnung ($\dot{\epsilon}_{tr}$) und umwandlungsplastischen Dehnung ($\dot{\epsilon}_{ip}$) additiv zusammen. Im Folgenden werden die Einzelbeiträge näher erläutert.

Thermische Dehnung

Die thermische Gesamtdehnung ist die Summe der der thermischen Dehnungen der Phasenanteile w_i , definiert über einen thermischen Ausdehnungskoeffizienten α . Hierbei wird der thermische Ausdehnungskoeffizient der Phase i als linear temperaturabhängig $\alpha_i(T) = \alpha_{i,0} + \alpha_{i,1} \cdot T$ angenommen. Die Grundgleichung der thermischen Dehnung kann durch

$$\epsilon_{th,i} = \int_{T_{ref}}^{T'} \alpha_i(T) \cdot w_i \cdot dT \quad (3.17)$$

in Abhängigkeit des Ausdehnungskoeffizienten und der beteiligten Phasen beschrieben werden. Zu beachten sind die Grenzen des Integrals, hierbei wird eine Referenztemperatur T_{ref} eingeführt. Diese ist für die vorliegen-

de Arbeit auf 0°C festgelegt. Für die thermische Dehnung ergibt sich nach Integration

$$\epsilon_{th,i} = \left(\alpha_{i,0} \cdot (T - T_{ref}) + \frac{\alpha_{i,1}}{2} \cdot (T^2 - T_{ref}^2) \right) \cdot w_i \quad (3.18)$$

Die Formulierung der Dehnrate entspricht der zeitlichen Ableitung von Gl. 3.18

$$\dot{\epsilon}_{th} = w_i (\alpha_{i,0} + \alpha_{i,1} \cdot T) \dot{T} + \left(\alpha_{i,0} \cdot (T - T_{ref}) + \frac{\alpha_{i,1}}{2} \cdot (T^2 - T_{ref}^2) \right) \dot{w}_i. \quad (3.19)$$

Elastische Dehnungen

Die elastischen Dehnungen können linear elastisch durch das Hooke'sche Gesetz [73] durch

$$\begin{aligned} \dot{\epsilon}_{el} = & \frac{1}{E} \left((1 + \nu) \dot{\sigma}_{ij} - \nu \dot{\sigma}_{kk} \delta_{ij} \right) - \frac{\dot{E}}{E^2} \left((1 + \nu) \sigma_{ij} - \nu \sigma_{kk} \delta_{ij} \right) \\ & + \frac{\dot{\nu}}{E} \left(\sigma_{ij} - \nu \sigma_{kk} \delta_{ij} \right) \end{aligned} \quad (3.20)$$

beschrieben werden, mit dem Elastizitätsmodul E in [MPa], dem Spannungstensor σ_{ij} in [MPa] und der Querkontraktionszahl ν in [-].

Umwandlungsdehnungen

Im Allgemeinen gehen Phasenumwandlungen mit einer Änderung ihres spezifischen Volumens einher. Das daraus hergeleitete Dehnungsinkrement wird durch Gleichung

$$\dot{\epsilon}_{tr} = \sum_i^{N_{ph}} \dot{w}_i \Delta \epsilon_i \quad (3.21)$$

als volumetrischer Dehnungsanteil aufsummiert. Dabei entspricht $\Delta \epsilon_i$ der maximalen, mit der Phase einhergehenden Dehnungsänderung und \dot{w}_i der Rate der sich bildenden Phase. Zu beachten ist hierbei, dass die Dehnungs-

änderung nur in Kombination mit der Referenztemperatur T_{ref} gültig ist, da die Umwandlungsdehnung je nach Auswertetemperatur aufgrund der Differenz der thermischen Ausdehnungskoeffizienten variabel ist.

Umwandlungsplastische Dehnung

Umwandlungsplastische Dehnungen treten bei spannungsbehafteten Phasenumwandlungen auf. Die resultierende umwandlungsplastische Dehnung kann in Abhängigkeit der Spannung linear über die Umwandlungsplastizitätskonstante K_{1p} in $[\text{MPa}^{-1}]$ beschrieben werden. Die Änderung der umwandlungsplastischen Dehnung kann aus der Summe der Phasen N_{ph} mittels

$$\dot{\varepsilon}_{1p} = \frac{3}{2} \sum_i^{N_{ph}} K_{1p,i}(\sigma_M) \frac{d\phi(w_i)}{dw_i} \dot{w}_i \sigma', \quad (3.22)$$

berechnet werden, mit dem Spannungsdeviator σ' in $[\text{MPa}]$ und der Funktion $d\phi(w_i)/dw_i$ in $[-]$, die den Verlauf der Umwandlungsplastizität in Abhängigkeit des Fortschrittes der Umwandlung beschreibt. Für diesen Verlauf wird typischerweise die Funktion $d\phi(w_i)/dw_i = 2(1 - w)$ verwendet [74].

Plastische Dehnungen

Die plastischen Dehnungen ε_{pl} werden in Abhängigkeit des implementierten Verfestigungsmodells berechnet. Verwendet wird das Modell nach Voce [75] der Form

$$\sigma_y = \sigma_0 + R_0 \varepsilon_{pl} + R_1 (1 - \exp(-e \varepsilon_{pl})), \quad (3.23)$$

das sich aus der Streckgrenze σ_0 in $[\text{MPa}]$, einem linearen Verfestigungsanteil (R_0) und dem exponentiell abklingenden Verfestigungsanteil R_1 mit Exponentialfaktor e zusammensetzt. Die plastische Dehnung wird über den radialen Rückführungs-Algorithmus berechnet. Auf die ausführliche Her-

leitung des Ablaufes wird aus Übersichtlichkeitsgründen verzichtet und auf [75] verwiesen.

3.2.4 Modelle der Umwandlungskinetik

Die Modellierung der Umwandlungsgeschwindigkeit kann in der Regel in die zeitlich abhängigen Phasenumwandlungen (Ferrit, Perlit, Bainit) und in die zeitlich unabhängige Umwandlung (Martensit) eingeteilt werden. Danach richtet sich auch die Beschreibung der nachfolgenden Modelle. Ein gängiges Modell zur Beschreibung der ferritisch-perlitischen sowie bainitischen Umwandlung ist die JMAK-Gleichung nach Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov [76, 77, 78, 79]

$$w = 1 - \exp\left(- (bt)^n\right) \quad (3.24)$$

mit dem umgewandelten Phasenanteil w , der Wachstumsrate b in $[1/s]$ und dem einheitenlosen Wachstumsexponenten n . Viele Autoren messen den Konstanten eine Abhängigkeit von den Nukleations-, Wachstums- sowie morphologischen Bedingungen bei. Im Fall der bainitischen Umwandlung konnte in Vorarbeiten gezeigt werden, dass die Umwandlungskonstanten nicht direkt durch die Art des Wachstums beschrieben werden können. So konnten durch die Variation der Austenitisierungstemperatur unterschiedliche Austenitkorngrößen eingestellt werden, die - trotz gleicher Umwandlungsvorgänge - zu steigenden Umwandlungszeiten und folglich zu variierenden Parametern b und n führten [80]. Für die bainitische Umwandlung hat sich ein neueres Modell nach van Bohemen et al. [81] der Form

$$w = \frac{1 - \exp(-\kappa \cdot t(1 + \lambda))}{1 + \lambda \exp(-\kappa \cdot t(1 + \lambda))} \quad (3.25)$$

etabliert. Der Parameter κ in $[s^{-1}]$ ist damit analog zum Parameter b der JMAK-Gleichung und kann als Wachstumsrate interpretiert werden. Der

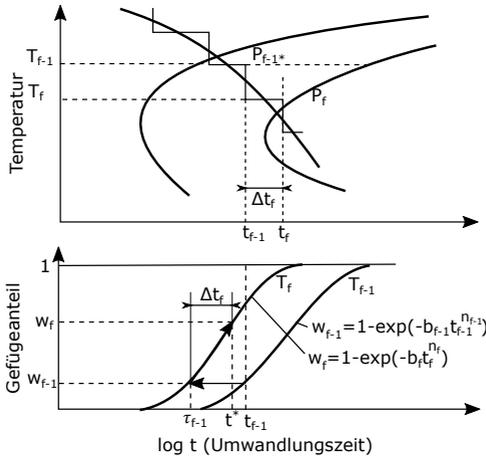


Abb. 3.4: Schema des Treppenstufenverfahrens für eine kontinuierliche Abkühlung mit Phasenumwandlung, nach [55].

Parameter λ hingegen entspricht dem Autokatalyse-Faktor. Auf eine detaillierte Beschreibung wird hier aus Gründen der Übersichtlichkeit verzichtet. Die martensitische Umwandlung ist rein temperaturgesteuert und somit im Gegensatz zu den oben beschriebenen Gleichungen zeitlich unabhängig. Als gängige Formulierung hat sich der exponentielle Ansatz nach Koistinen und Marburger [82]

$$w_M = 1 - \exp(-k(M_s - T)) \tag{3.26}$$

mit dem Phasenanteil des Martensits w_M in [-], dem Vorfaktor k in [$^{\circ}\text{C}^{-1}$] und der Martensitstarttemperatur M_s und der Temperatur T in [$^{\circ}\text{C}$] durchgesetzt.

Eine transiente Simulation der Phasenumwandlungen kann mittels isothermer ZTU-Diagramme abgebildet werden, indem der Abschreckvorgang inkrementell durch isotherme Treppenstufen approximiert wird [83] (siehe Abb. 3.4). Hierbei wird die Anwendbarkeit der Additivität der Phasenanteile vorausgesetzt. Für einen Zeitpunkt t_i , eine Temperatur T_i und einen

gebildeten Phasenanteil w_i soll der Phasengehalt im neuen Zeitschritt w_{i+1} berechnet werden. Dazu wird eine fiktive Zeit τ_i benötigt, um bei neuer Temperatur T_{i+1} den bereits gebildeten Anteil w_i abzubilden. Der neue Phasenanteil w_{i+1} wird anschließend für die Zeit $t_i^* = \tau_i + \Delta t$ mit T_{i+1} berechnet.

4 Werkstoff und Versuchsmethodik

4.1 Grundwerkstoff

Als Grundwerkstoff wird das wasserverdünste Metallpulver Astaloy 85Mo (Fe-0,85Mo) der Firma Höganäs verwendet. In nachfolgender Tabelle 4.1 ist die chemische Zusammensetzung des Basiswerkstoffes angegeben. Durch Beimischung von Graphit können Sollwerte für den Grundkohlenstoffgehalt präzise eingestellt werden. Die pulvermetallurgische Herstellroute bestand

Tabelle 4.1: Chemische Zusammensetzung von Astaloy 85 in Ma-%

Elemente	Fe	C	Mo	Mn	Rest
Anteil [Ma-%]	Basis	0.28-0.30	0.84	0.09	≤ 0.02

dabei aus den Prozessschritten Kompaktieren und Sintern (siehe Abschnitt 2.1.1). Zur Einstellung spezifischer Dichtegrade wurden die Presskräfte variiert. Die Verpressung der niedrigsten und mittleren Dichte erfolgte mit kalter Matrizze und die Verpressung der höchsten Dichte mit warmer Matrizze bei 90 °C. Der anschließende Sintervorgang wurde unter einer 90%/10% N₂/H₂-Atmosphäre bei 1120 °C für 20 min mit einer anschließenden Abkühlung von 0,8 °C/s durchgeführt. Daraus ergaben sich die Dichtegrade $\rho = 6,9 \text{ g/cm}^3$, $7,2 \text{ g/cm}^3$ und $7,35 \text{ g/cm}^3$ mit einem ferritisch-perlitischen Grundgefüge (siehe Abb. 4.1). Wie den Bildern zu entnehmen ist, weist die Porosität eine feine Verteilung mit scharfkantiger Morphologie auf. Die Dichte $7,75 \text{ g/cm}^3$ stand nicht im vollen Versuchsumfang zur Verfügung, sondern wurde für ergänzende Untersuchungen herangezogen.

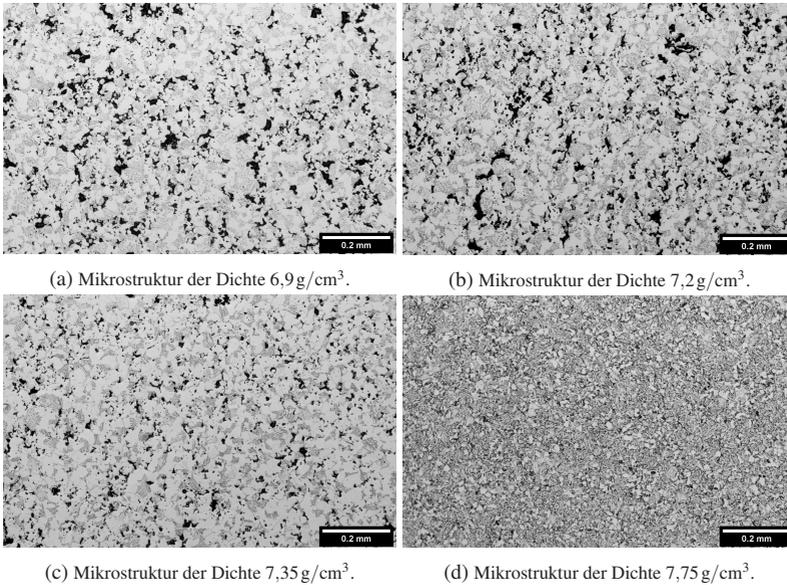


Abb. 4.1: Lichtmikroskopische Mikrostrukturaufnahmen des vorliegenden ferritisch-perlitischen Grundgefüges verschiedener Dichten des Werkstoffs Fe-0,85Mo+0,3C.

4.2 Probengeometrien

Zur Charakterisierung der Diffusion beim Carbonitrieren wurden Scheibenproben mit einem Durchmesser von $D = 25 \text{ mm}$ und der Höhe $H = 10 \text{ mm}$ verwendet (siehe Abb. 4.2). Die Scheibenproben wurden in die Gruppen un-
behandelt und festgewalzt eingeteilt. Die Gruppe der festgewalzten Proben erhielt eine Festwalzbehandlung auf den Stirnflächen, um die Randporosität zu reduzieren. Diese wurden für die Carbonitrier-Vorversuche verwendet, um die Wechselwirkung aus Prozessparametern, der Festwalzbehandlung und der daraus resultierenden Porosität beschreibbar zu machen. Für dilatometrische Untersuchungen wurden Presslinge mit Durchmesser $D = 6 \text{ mm}$ und Länge $L = 10 \text{ mm}$ hergestellt (siehe Abb. 4.3). Mittels zerspanender Bearbeitung wurden daraus Dilatometerproben mit Außendurchmesser 4 mm

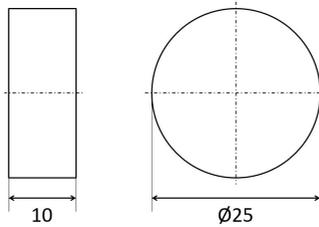


Abb. 4.2: Geometrie der Scheibenprobe nach dem Sintern.

und Innendurchmesser 3 mm sowie einer Länge von 10 mm hergestellt. Die dünne Wanddicke von 0,5 mm gewährleistet beim Carbonitrieren eine Homogenisierung der Elementverteilung innerhalb der Proben. Diese Probengeometrie wurden für die Abschreck- sowie für die Deformationsversuche am Dilatometer verwendet.

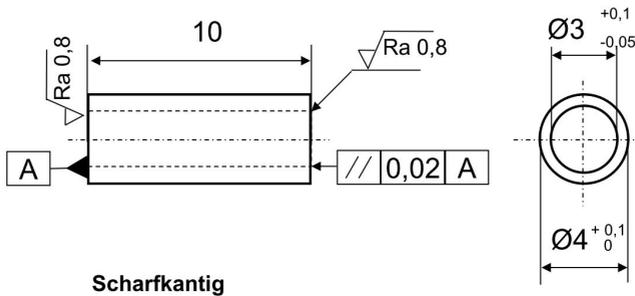


Abb. 4.3: Probengeometrie für dilatometrische Versuche.

Die Zugversuche wurden an gesinterten Flachproben nach DIN EN ISO 2740 [84] mit einer doppelt abgesetzten Messstrecke von 5,65 mm auf 4 mm durchgeführt. In Abb. 4.4 ist die verwendete Geometrie dargestellt. Die Zugproben wurden nicht festgewalzt, um eine möglichst homogene Elementverteilung über den Probenquerschnitt zu erzielen. Bei der herkömmlichen Probengeometrie ergaben sich bei den gehärteten Zuständen Probleme bei der Durchführung der Versuche. Hierfür konnten keine Flachspannbacken

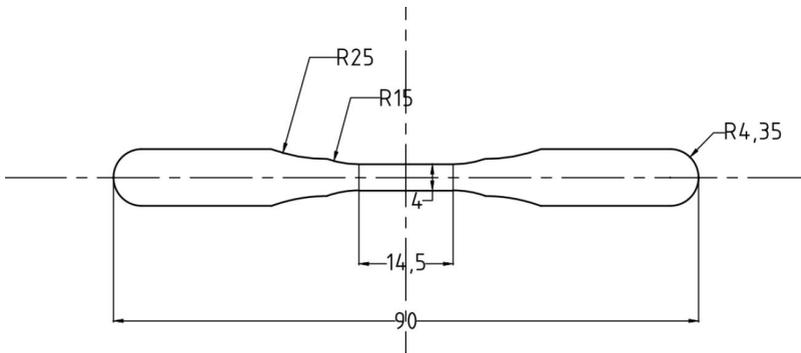


Abb. 4.4: Modifizierte Probengeometrie für den Zugversuch von Sintermetallen, angelehnt an DIN EN ISO 2740. Aufgrund der hohen Festigkeiten und des vergleichsweise kleinen Einspannquerschnittes musste die Messstrecke verkleinert werden. Die abgesetzte, parallele Messstrecke wurde nach der Wärmebehandlung mittels Funkenerosion erzeugt.

verwendet werden, da einerseits die Fläche der Einspannung nur wenig größer als die Messstrecke ist und andererseits eine gehärtete Oberfläche aufweist und somit die Einpresswirkung der Zahnflächen reduziert ist, was dazu führt, dass die Proben bei der Verwendung von Flachspannbacken rutschen. Weiterhin liegen Einspannungen vor, die die Übertragung der Last über einen Formschluss im Radius des Übergangs zur Messstrecke gewährleisten. Hierbei sind aufgrund des zweiachsigen Spannungszustandes die Proben ausschließlich im Übergangsradius gebrochen. Zur Lösung der Problematik wurde eine abgesetzte, reduzierte Messstrecke in die Proben erodiert (siehe Abb. 4.4). Dadurch konnte die formschlüssige Halterung verwendet werden und gleichzeitig ein Versagen innerhalb der Messstrecke gewährleistet werden.

Ermüdungsversuche wurden an Wechselbiegeproben nach DIN EN ISO 3928 [85] durchgeführt (siehe Abb. 4.5). Die Messstrecke sowie die Taillierung der Proben wurde einer Festwalzbehandlung unterzogen. Die Festwalzbehandlung wurde bewusst bis Erreichen des Einspannquerschnittes fortgesetzt, um eine mögliche Schwächung der Übergangsbereiche in der

Taillierung auszuschließen. Die Festwalzparameter können aus Abschnitt 4.4.1 entnommen werden. Durch die Festwalzbehandlung entsteht ein überstehender Wulst an den Außenkanten, welcher nach der Festwalzbehandlung mit einer Schleifscheibe mit identischem Radius entfernt wurde.

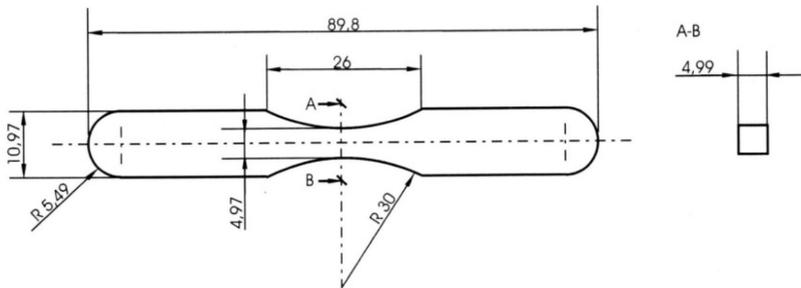


Abb. 4.5: Probengeometrie für den Ermüdungsversuch von Sintermetallen nach DIN EN ISO 3928.

Zielkonflikt Probengeometrie

Um statistisch absicherbare Aussagen über die mechanischen Kenngrößen von pulvermetallurgischen Bauteilen erhalten zu können, muss ein ausreichend großer Querschnitt zur Prüfung gewählt werden, welcher als repräsentativ bezeichnet werden kann. Das sogenannte repräsentative Volumenelement (RVE) entspricht einem Volumen, welches näherungsweise eine reproduzierbare Verteilung der Menge und Größe an Porosität einnimmt. Bei der Wahl eines kleineren Volumens kann die Reproduzierbarkeit nicht gewährleistet werden und es können Schwankungen in der Auswertung auftreten. Die Prüfnorm ASTM E9-19 [86] empfiehlt für pulvermetallurgische Bauteile eine Querschnittsbreite von mindestens 12,5 mm bei einer Probenlänge von 25 mm.

Dem entgegen steht die Analyse durchgreifend carbonitrierter Zusammensetzungen aus dem Carbonitrierprozess. Dabei muss gewährleistet werden, dass die Wanddicken ausreichend dünn gewählt werden, sodass diese ei-

ne homogene chemische Zusammensetzung erreichen können. Wird dies nicht erreicht, kann keine Aussage über die Abhängigkeit der chemischen Zusammensetzung gegeben werden, da die Antwort des Materials durch die Inhomogenität verfälscht wird. In Absprache mit dem Leibniz-IWT Bremen können hier Wanddicken bis zu maximal 1 mm homogen mit Kohlen- und Stickstoff carbonitriert werden. Darüber hinaus können im Dilatometer versuchsbedingt nur Probenlängen bis zu 10 mm und einem maximalen Durchmesser bis 5 mm analysiert werden. Aus dem Zielkonflikt wird ersichtlich, dass hier entweder die Repräsentativität der Porosität einerseits oder die Homogenität der chemischen Zusammensetzung andererseits verletzt werden muss. Aus diesem Grund wurde eine kleine Probenwanddicke mit chemischer Homogenität zu Lasten eines vollständig repräsentativen Volumenelementes gewählt.

4.3 Untersuchungszustände im ternären System Fe-C-N

Um das Verhalten von carbonitrierten Bauteilen simulieren zu können, muss der mögliche Prozessraum abgebildet werden. Diese Abbildung findet über diskrete Stützstellen chemischer Zusammensetzung statt. Aus den Untersuchungen der jeweiligen chemischen Zusammensetzungen kann durch Inter- und Extrapolation die Auswirkung auf die untersuchten Größen modelliert werden. Die Anzahl der experimentellen Stützstellen ist dabei aufgrund des hohen Aufwands beschränkt, wodurch eine Vorauswahl sinnvoller Kombinationen getroffen werden muss. Abb. 4.6 zeigt exemplarische Tiefenverläufe von carbonitrierten Bauteilen sowie den bereits eingeschränkten, zu untersuchenden C-N-Raum. Hierbei ergeben sich mehrere Einschränkungen, die den sinnvollen Untersuchungsbereich eingrenzen. Die Basiszusammensetzung von Fe-0,85Mo liegt bei 0,3 Ma-%C und bildet hierbei die untere Grenze des Kohlenstoffgehalts. Die untere Grenze des Stickstoffs wurde zu null definiert. Eine obere Grenze für den Stickstoff kann bei unge-

fähr 0,4-0,5 Ma-%N definiert werden, da ab hier eine stickstoffinduzierte Porenbildung eintritt [87]. Zusätzlich kann eine weiche Obergrenze definiert werden, die bei hohen Anteilen von austenitstabilisierenden Elementen durch die Entstehung von Restaustenit und die damit einhergehende Reduktion der Härte und Gesamtfestigkeit entsteht. Folglich wurde für die Summe an Kohlen- und Stickstoff eine Grenze von $C+N \leq 1,2 \text{ Ma-\%}$ definiert. Hierbei wurden im Carbozahn-Bericht [57] bei Summenanteilen von $C+N = 1,3 \text{ Ma-\%}$ Restaustenitanteile im Werkstoff 20MnCr5 von bis zu 70% berichtet. Die in Abb. 4.6 dargestellten Stützstellen werden zur Abbildung der Abhängigkeiten chemisch gradierter Randschichtzustände durchgreifend carbonitriert und werden im folgenden Abschnitt diskutiert (siehe Abschnitt 4.3.1).

Die Carburier- und Carbonitrierversuche wurden im Glockenofen des Typs

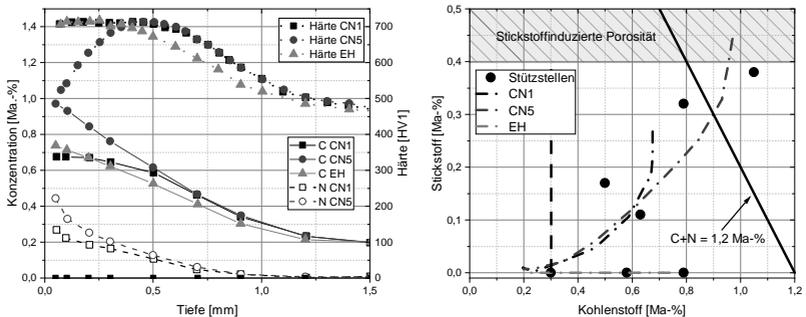


Abb. 4.6: Links: Schematische CN-Kombinationen von carbonitrierten Zuständen, entnommen aus dem Carbozahn-Bericht [57]. Rechts: das dazugehörige Elementtiefenprofil, dargestellt in Abhängigkeit von Kohlen- und Stickstoff. Die schwarzen Punkte entsprechen den ausgewählten und untersuchten Zuständen. Die Carbonitriervariante CN5 mit hohen Anteilen an C und N führt zu deutlich reduzierter Randschicht-härte aufgrund hoher Restaustenitgehalte.

SOLO 2020 am Leibniz-Institut für Werkstofforientierte Technologien in Bremen durchgeführt. Die Proben werden dabei in den vorgeheizten Ofen gefahren und anschließend die Temperatur und Atmosphäre in Abhängigkeit der angestrebten Größen geregelt. Es liegt eine Grundbegasung mittels

Stickstoff und Methanol vor, die durch gezieltes Einbringen von Propan und Ammoniak erweitert wird, um die jeweils angestrebten Speziespotentiale in der Atmosphäre einzustellen. Flächen, die keiner Elementanreicherung unterzogen werden sollen, werden mittels der Härteschutzpaste Vacucoat 0095 (Fa. Nüssle GmbH, Nagold) abgedeckt.

4.3.1 Durchgreifend carbonitrierte Werkstoffzustände

Insgesamt wurden sieben Chargen mit unterschiedlichen C/N Kombinationen zur Untersuchung herangezogen. Diese lassen sich in drei aufgekohlte Varianten (Fe-0,3C, Fe-0,58C, Fe-0,8C) sowie vier carbonitrierte Varianten (Fe-0,5C-0,17N, Fe-0,63C-0,11N, Fe-0,8C-0,32N, Fe-1,05C-0,38N) unterteilen. Ziel ist hierbei, einerseits eine Datenbasis für das Einsatzhärten durch drei aufgekohlte Chargen zu schaffen und andererseits genügend Stützstellen aus Kombinationen von Kohlen- und Stickstoff zu untersuchen. Die Variante Fe-1,05C-0,38N wurde gewählt, um eine mögliche Übersättigung abzubilden, die zu hohen Restaustenitanteilen und zu einer möglichen Abnahme der mechanischen Eigenschaften führen soll.

Zur Untersuchung des Einflusses der Dichte bzw. Porosität auf die Umwandlungsplastizität wurde ein separater Carbonitrierzustand angefertigt. Zur Quantifizierung des Effektes der Porosität wurden die Probendichten ($6,9 \text{ g/cm}^3$, $7,2 \text{ g/cm}^3$ und $7,35 \text{ g/cm}^3$) sowie eine sintergerschmiedete, näherungsweise porenfreie Variante $\rho = 7,75 \text{ g/cm}^3$ mit einem Kohlenstoffpegel $C_p = 0,65 \text{ Ma-\%C}$ und einem Stickstoffpegel von $N_p = 0,30 \text{ Ma-\%N}$ für 7 h carbonitriert. In Tabelle 4.2 sind die chemischen Zusammensetzungen der durchgreifend carbonitrierten Werkstoffzustände aufgelistet.

4.3.2 Gradierte Carbonitrierzustände zur Analyse der Diffusion

Zur Bestimmung des wirksamen Massentransports der Elemente Kohlen- und Stickstoff in Abhängigkeit der Porosität wurden Scheiben- und Wech-

Tabelle 4.2: Untersuchte Kombinationen durchgreifend carbonitrierter Zustände und der jeweiligen Dichten. Die letzte Charge wurde nachträglich zur Untersuchung der Umwandlungsplastizität hinzugefügt, weshalb nur in dieser die zusätzliche Dichte von $7,75 \text{ g/cm}^3$ zur Verfügung steht.

Zustand	Dichten [g/cm^3]			
	6,9	7,2	7,35	7,75
0,30C 0,00N	X	X	X	X
0,58C 0,00N	X	X	X	-
0,80C 0,00N	X	X	X	-
0,50C 0,17N	X	X	X	-
0,63C 0,11N	X	X	X	-
0,80C 0,32N	X	X	X	-
1,05C 0,38N	X	X	X	-
0,65C 0,30N*	X	X	X	X

selbiegeproben (siehe Abb. 4.2) der Dichten $6,9 \text{ g/cm}^3$, $7,2 \text{ g/cm}^3$ und $7,35 \text{ g/cm}^3$ festgewalzt. Der Grundkohlenstoffgehalt variierte leicht von 0,27-0,30 Ma-%. Um quantitative Aussagen über die Auswirkungen von Temperatur, Porosität und eingebrachter Konzentration abbilden zu können, wurde der Versuchsplan nach Tab. 4.3 realisiert. Zur einfacheren Bezeichnung werden die Chargennamen C1689 bis C1697 verwendet. Die ersten Chargen werden im angestrebten Stickstoffgehalt variiert (C1689-C1691), ein Zustand mit erhöhtem Kohlenstoffgehalt (C1693) und darüber hinaus zwei Zustände mit erhöhter Temperatur (C1695-C1697). Die Versuchsreihen wurden an allen drei Dichten jeweils im Grundzustand und im festgewalzten Zustand untersucht.

Tabelle 4.3: Einstufige Prozessführung der Carbonitrier-Testverläufe mit Variation der Elementpegel (C_p, N_p) und der Temperatur, dick markiert sind die jeweils variierten Prozessgrößen.

Charge	Zeit	Temperatur	C_p	N_p	Dichten [g/cm ³]
	[min]	[°C]	[Ma-%]	[Ma-%]	
C1689	180	850	0,75	0,19	6,9 - 7,2 - 7,35
C1690	180	850	0,75	0,36	6,9 - 7,2 - 7,35
C1691	180	850	0,75	0,64	6,9 - 7,2 - 7,35
C1693	180	850	1,00	0,33	6,9 - 7,2 - 7,35
C1695	180	900	0,75	0,21	6,9 - 7,2 - 7,35
C1697	180	950	0,75	0,22	6,9 - 7,2 - 7,35

4.3.3 Gradierte Carbonitrierzustände zur Validierung

Die Analyse der resultierenden Elementtiefenverläufe sowie auch die Analyse der resultierenden Randschichtzustände erfolgte an den Wechselbiegeproben (siehe Abb. 4.7b). Hierfür wurden insgesamt sechs Carbonitrierzustände in den drei Dichten (6,9 g/cm³, 7,2 g/cm³, 7,35 g/cm³) erzeugt um eine umfassende Validierung der Auswirkungen des Carbonitrierens auf die Randschichtzustände pulvermetallurgischer Bauteile vornehmen zu können. Darüber hinaus erfolgte eine Variation der Abschreckbedingungen. Die Öl-abschreckung erfolgte in Durixol W72 bei 60 °C. Der Zustand CN3W wurde in Wasser bei 20 °C abgeschreckt. Alle Zustände (mit Ausnahme der Charge CN4) erfuhren eine Anlasswärmebehandlung in einem Luftumwälzofen bei 180 °C für 2 h.

Tabelle 4.4: Ein- bzw. zweistufige Carbonitrier-Prozessführung. Im Fall von zwei angegebenen Zeiten wurde der Prozess zweistufig durchgeführt.

Charge	Zeit	Temperatur	C_p	N_p	Medium
	[min]	[°C]	[Ma-%]	[Ma-%]	
EH	240+180	900, 850	0,75, 0,7	-	Öl
CN1	240+180	900, 850	0,7, 0,7	0,32, 0,27	Öl
CN2	210+180	900, 850	0,8, 0,8	0,55, 0,65	Öl
CN3W	180	850	0,75	0,38	Wasser
CN3	180	850	0,75	0,38	Öl
CN4	60+150	850, 900	0,75, 0,85	0,5, 0,21	Öl

4.4 Methoden

4.4.1 Festwalzen

Ziel ist es, die Randschicht dahingehend zu verdichten, dass diese keine offene Porosität aufweist und somit die Bauteile im späteren Carbonitrierprozess keiner Durchkohlung unterliegen. Hierzu wird die Oberfläche mäanderförmig mit einem hydrostatisch gelagerten Werkzeug (Typ Ecoroll) mittels einer Hartstoffkugel vom Durchmesser 6 mm festgewalzt. Dabei wurden ein Vorschub von 2000 mm/min, ein Bahnabstand von 0,04 mm bei einem Festwalzdruck von 180 bar gewählt. Hierbei konnte in Vorarbeiten die Porosität

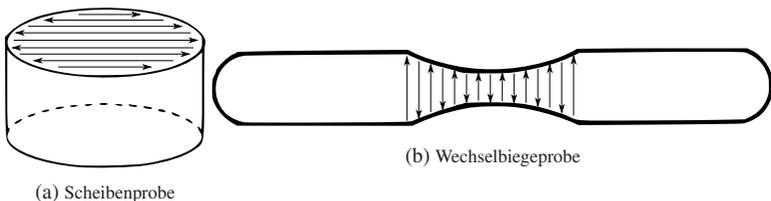


Abb. 4.7: Schema der Festwalzbehandlung auf den Stirnflächen der a) Scheiben- und b) Wechselbiegeprobe.

oberflächennah vollständig geschlossen werden und zusätzlich bis zu einer Randschichttiefe von $750\ \mu\text{m}$ deutlich reduziert werden [6, 64].

4.4.2 Dichtemessung

Aufgrund des archimedischen Prinzips erfahren Körper, die sich in einem flüssigen Medium befinden, eine Auftriebskraft in Abhängigkeit des von ihnen verdrängten Volumens. Nach Bestimmung der Gewichtskraft des Testkörpers in Luft sowie Wasser kann über die Gewichts-differenz und die Kenntnis der Wasserdichte auf die Dichte des Testkörpers geschlossen werden. Für die Anwendung poröser PM-Werkstoffe wird hier auf den ASTM Standard B925 [88] verwiesen. Zu Beachten sind bei der Vermessung von dilatometrischen Proben die kleinen Probenabmessungen sowie die offene Porosität. Als zusätzliche Referenz zum Archimedestest wurde hier auf die Berechnung der Dichte mittels geometrischer Vermessung und Analyse des Gewichts zurückgegriffen. Verwendung von Lacken oder anderen Hilfsmitteln war aufgrund der kleinen Probengewichte von $0,3\ \text{g}$ nicht zielführend, weil einerseits nicht sichergestellt werden kann, dass der Lack in der Bohrung vollständig anliegt und andererseits der Einfluss der Lackdichte aufgrund geringem Gesamtgewicht Einfluss nimmt.

4.4.3 Mikrostrukturelle Porenverteilung

Die Porositätsanalyse wurde anhand von metallographischen Schlifften durchgeführt. Aufgrund der feinen Porosität ist auf eine präzise Durchführung der Polierschritte zu achten. Durch fehlerhafte Präparation kann es einerseits zu einem Verschmieren der Proben kommen, beispielsweise wenn die Polierschritte zu kurz gehalten sind. Andererseits tritt durch zu langes Polieren eine Abrundung der Kanten auf, die zu einer fehlerhaften Erkennung der vorliegenden Porenmorphologie führt. In der vorliegenden Arbeit wurde mit (320-600-1000-2000) Papier manuell geschliffen und anschließend für jeweils fünf Minuten mit $6\ \mu\text{m}/3\ \mu\text{m}/1\ \mu\text{m}/\text{OPS}$ poliert. Die Schliffbilder wur-

den im Anschluss mittels Bildbearbeitung binarisiert und die Grauwertverteilung in Abhängigkeit der Tiefe bestimmt (siehe Abb. 4.8). Pro Dichte wurden drei Bildausschnitte ausgewertet, als Näherungsfunktion wurde ein Boltzmann-Fit verwendet. Eine Aussage über den Anteil der offenen bzw. geschlossenen Porosität kann durch die Bildbearbeitung nicht erfolgen.

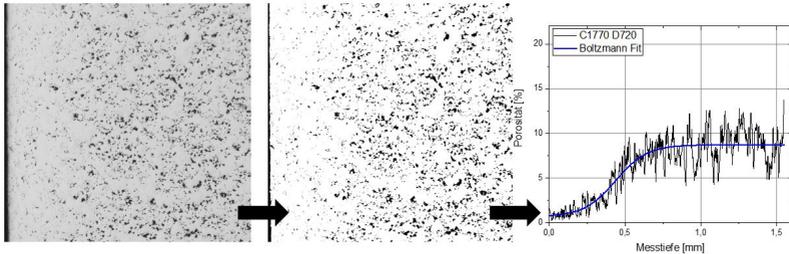


Abb. 4.8: Visualisierung der Auswertung der Porositätsverteilung vom Grauwertbild zum modellierten Porositätstiefenverlauf mittels Boltzmannfunktion.

4.4.4 Bestimmung der effektiven Wirkoberfläche

Die Bestimmung der Oberfläche, die diffusiv beteiligt ist, kann mittels der Brunauer-Emmett-Teller-Theorie (BET-Theorie [89]) erfolgen. Hierzu wird die Adsorption von Gasmolekülen an der Festkörperoberfläche ausgewertet, um die spezifische Oberfläche der offenporösen Bauteile zu bestimmen. Die BET-Messungen wurden mittels Krypton bei 77K nach ISO 9277:2010 und ASTM D4780-12 [90] durchgeführt und bilden die Standardmethode zur Wahl der Bestimmung kleiner Oberflächen. Die Analyse und Auswertung wurde vom IKFT (Institut für Katalyseforschung und -technologie), Labor Dr. Otto, durchgeführt.

4.4.5 Dilatometrie

Anhand dilatometrischer Untersuchungen können einerseits Phasenumwandlungen mit Volumenänderungen und andererseits thermische Ausdehnungs-

koeffizienten analysiert werden. Für die nachfolgenden Versuche wurde das Dilatometer DIL805A/D der Firma TA Instruments (ehemals Bähr Thermoanalyse) verwendet. Mittels Induktionserwärmung und Gasabschreckung durch Helium (He) können Aufheizraten bis 1000 K/s und Abkühlraten von 800 K/s realisiert werden. Die Temperaturentwicklung wurde mittels Thermoelementen des Typs S (Pt-PtRh) mit einem Drahtdurchmesser von 0,1 mm mittig auf den Proben gemessen. Der Probendurchmesser ist in Abb. 4.3 beschrieben. Der spezifische Aufbau hängt von der jeweiligen Analyse ab und wird im Nachfolgenden näher erläutert.

Spannungsfreie Messung

Im Fall von spannungsfreien Messungen wird der Messaufbau nach Abb. 4.9 verwendet. Hierbei wird die Probe zwischen zwei Schubstangen aus Quarzglas positioniert und im Zentrum der Spule positioniert. Der Dehnungsaufnehmer misst die Längenänderung der Probe über die Glasstange. Die Abschreckung erfolgt mittels He durch die Gasströmung der Spulenwin-

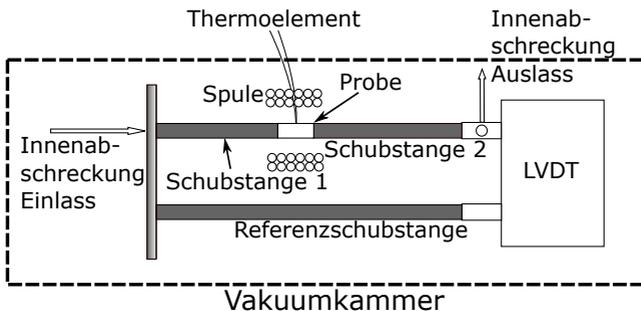


Abb. 4.9: Schemaskizze des Messaufbaus für spannungsfreie Dilatometrie.

nung und darüber hinaus durch die hohle Schubstange, um eine bestmöglich homogene Abschreckung über die Dicke der Probe zu realisieren. Vor dem Aufheizen wurde die Vakuummkammer auf 10^{-4} mbar evakuiert und an-

schließlich mit He geflutet. Auf die Temperaturführung der einzelnen Versuchsreihen wird im jeweiligen Abschnitt eingegangen.

Messung unter Druckbelastung

Mittels der hydraulischen Druckeinheit können Dilatometerversuche unter uniaxialer Druckbelastung durchgeführt werden. Anwendungsfelder sind die Auswertung der temperaturabhängigen Verfestigung, Kriechversuche oder beispielsweise die Ermittlung der Umwandlungsplastizität. Über die Hydraulik wird die Last über den linken Stempel in die Probe eingeleitet. Die Schubstangen sitzen an den Stempeloberflächen nahe der Probe und ermitteln indirekt die Verschiebung der Probe. Bei der Erfassung der

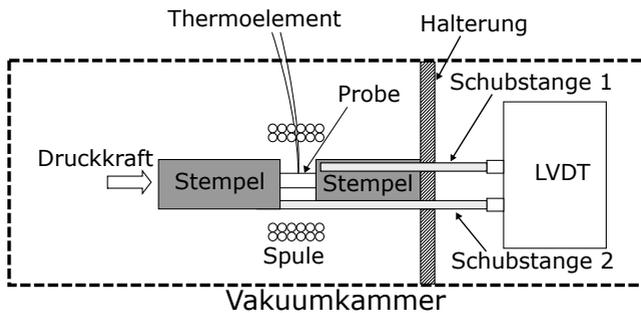


Abb. 4.10: Schemaskizze des Messaufbaus der Druck-Dilatometrie.

Dehnungswerte muss berücksichtigt werden, dass aufgrund der endlichen Steifigkeit des Stempelmaterials dieses sich ebenfalls deformiert. Gängige Stempelmaterialien sind Al_2O_3 ($E_{\text{Al}_2\text{O}_3} \approx 350 \text{ GPa}$), Quarzglas Si_2O_3 ($E_{\text{Si}_2\text{O}_3} \approx 72,5 \text{ GPa}$) und Siliziumnitrid Si_3N_4 ($E_{\text{Si}_3\text{N}_4} \approx 300 \text{ GPa}$). Die Dehnungsantwort besteht dementsprechend aus der Probendehnung, die von der Steifigkeit der Stempel überlagert wird. Auch im Druckmodus wird vor dem Aufheizen die Vakuummkammer auf 10^{-4} mbar evakuiert und im Anschluss mit He geflutet.

Ermittlung der temperaturabhängigen Dilatometersteifigkeit

Bei Versuchen unter Spannung führt die endliche Steifigkeit des Stempelmaterials zu einer Eindellung bzw. Verformung, die die Messung der Längenänderung verfälscht. Zur Analyse und Quantifizierung der Steifigkeit des Dilatometers wurden Vollproben aus dem Werkstoff 42CrMo4 untersucht, deren Elastizitätsmoduln in einem weiten Temperaturbereich präzise bekannt sind. Es wurden Druckversuche unterhalb der Streckgrenze durchgeführt und die Dehnungsantwort ermittelt. Aus der Differenz der scheinbaren elastischen Dehnung und des bekannten Elastizitätsmoduls aus Zugversuchen wurde spannungs- und temperaturabhängig die Stempelsteifigkeit für die Si_3N_4 -Stempel berechnet. In Abb. 4.11 sind links die Verfestigungskurven vor und nach der Korrektur dargestellt. Bei kleinen Spannungen unterhalb

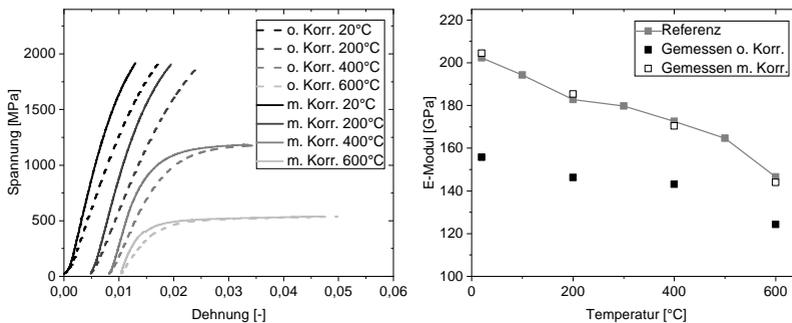


Abb. 4.11: Druckversuche unterschiedlicher Temperaturen martensitisch eingestellter Dilatometerproben aus 42CrMo4. Als Stempelmaterial wurde Siliziumnitrid verwendet. Die Referenzdaten sind [91] entnommen.

von 100 MPa werden leichte Anfahrereffekte verzeichnet. Für die Korrektur wurde von einer konstanten Maschinensteifigkeit für eine Temperatur ausgegangen. Um nun versuchsunabhängig eine Korrekturfunktion zu erhalten wurde diese zusätzlich in Abhängigkeit der Temperatur definiert und korrigiert. Die Korrektur der Stempelsteifigkeit erfolgt bis zu einer Temperatur

von 600 °C und bis zu Spannungen von 1500 MPa. Die Korrekturfunktion zur Ermittlung der Probendehnung

$$\varepsilon_{Probe} = \varepsilon_{Messung} - K_{Stempel}(T) \cdot F \quad (4.1)$$

wurde vor der Auswertung auf alle mittels Druckdilatometrie ermittelten Versuchsdaten angewendet, mit Stempelsteifigkeit $K_{Stempel}(T)$ in [1/N] und der aktuell angelegten Kraft F in [N]. Die Stempelsteifigkeit wurde mittels Least Square Schätzer als Polynom dritten Grades in Abhängigkeit der vorgegebenen Referenzwerte definiert zu

$$\begin{aligned} K_{Stempel}(T) = & 0,00221 \text{ N}^{-1} + 8,46 \cdot 10^{-6} \text{ N}^{-1} \text{ K}^{-1} \cdot T \\ & - 3,216 \cdot 10^{-8} \text{ N}^{-1} \text{ K}^{-2} \cdot T^2 + 4,764 \cdot 10^{-11} \text{ N}^{-1} \text{ K}^{-3} \cdot T^3, \end{aligned} \quad (4.2)$$

mit Temperatur T in [°C].

4.4.6 Gefügeanalyse

Zur Analyse der mikrostrukturellen Zusammensetzung wurden die Proben vor der Mikroskopie metallographisch präpariert. Dazu wurden die Proben eingebettet, geschliffen und poliert. Der finale Politurschritt erfolgte mit einer Suspension mit 50 nm großen Oxidkeramik-Partikeln. Zur Sichtbarmachung der Mikrostruktur wurden die Proben anschließend in Nitallösung für 5 - 10 s geätzt und anschließende lichtmikroskopisch analysiert. Rasterelektronenmikroskopische (REM) Aufnahmen der Bruchflächen wurden am Elektronenmikroskop des Typs Zeiss Leo 50 REM am IAM-WK durchgeführt. Hochauflösende REM-Aufnahmen wurden am Laboratorium für Elektronenmikroskopie (LEM, KIT) am Zeiss-LEO 1530 REM mit Feldemissionskathode und einer maximalen Auflösung von 1 nm bei Verwendung des Sekundärelektronen-Detektors durchgeführt.

Um die ehemalige Korngrößen des Austenits bestimmen zu können, ist

es notwendig, die Austenitkorgrenzen sichtbar zu machen. Das Verfahren des thermischen Ätzens [92, 93] bietet die besten Ergebnisse hinsichtlich metallographischer Bestimmung der ehemaligen Austenitkorgrenzen. Das thermische Ätzen macht sich die hohe Mobilität der Oberflächendiffusion im Verhältnis zur Volumendiffusion zu Nutze, wodurch an den Verbindungspunkten der Korgrenzen und der Oberfläche eine Riefenbildung entsteht. Die entstehenden Riefen können anschließend lichtmikroskopisch oder elektronenoptisch ausgewertet werden. Vor der Wärmebehandlung muss dazu die untersuchte Probe geschliffen und poliert werden. Die Probengeometrie, der Aufbau des Dilatometers sowie die Austenitisierungsbedingungen sind dabei identisch zu belassen. Nach erfolgter Austenitisierung wird die Probe mit 1 K/s abgekühlt, um eine martensitische Umwandlung zu vermeiden, da die nadelförmige Morphologie an der Oberfläche die Auswertung erschwert. Die Auswertung der Korngrößen wurde mittels Bildbearbeitung nach DIN EN ISO 643 [94] vorgenommen.

4.4.7 Härtemessung

Die Härtemessungen wurden nach dem Vickers-Verfahren mit den Prüfgewichten 0,1 kg (HV0,1) und 10 kg (HV10) am Mikrohärtmessgerät Q10A+ der Firma Qness durchgeführt. Die Ermittlung der Härten der dilatometrischen Versuche wurde nach DIN EN ISO 6507-1 [95] durchgeführt und die Bestimmung der Härtetiefenverläufe der carbonitrierten Wechselbiegeproben nach DIN EN ISO 4507 [96]. Bei Standardabweichungen größer 50 HV wurden Nachmessungen durchgeführt, bis die Streuung unterhalb von 50 HV liegt.

4.4.8 Zugversuche

Die Zugversuche wurden zur Bestimmung der Elastizitätsmoduln und der Verfestigungsverhalten an der Zugprüfmaschine des Typs Zwick/Roell mit einer maximalen Prüflast von 200 kN durchgeführt. Zur Lasteinleitung wur-

den formschlüssige Halterungen verwendet. Der Versuch wurde wegkontrolliert mit einer konstanten Traversengeschwindigkeit durchgeführt, die einer Dehnrate von 0,0016 1/s entspricht. Zur Bestimmung der Probendehnung wurden die Ansatzdehnungsaufnehmer in der parallelen Messstrecke automatisch positioniert.

4.4.9 Eigenspannungs- und Restaustenitanalyse

Die Eigenspannungsanalyse wurde mit der $\sin^2(\psi)$ -Methode nach [97] an der {211}-Gitterebene durchgeführt. Cr-K α -Strahlung mit einer Wellenlänge von 2,29 Å wurde in Kombination mit einem Vanadiumfilter detektorseitig zur Filterung der Cr-K α -Strahlung verwendet. Zusätzlich wurden primärseitig eine Lochblende von 1 mm und sekundärseitig eine Symmetrieblende verwendet. Untersucht wurden die Bragg-Winkel zwischen $147^\circ \leq 2\Theta \leq 165^\circ$ in 0,1°-Schritten und die ψ -Neigung zwischen -60° bis 60° in 15 äquidistanten Schritten. Nach Subtraktion des Untergrunds wurden die Interferenzlinien mittels Pearson VII-Funktionen gefittet. Die Auswertung wurde unter der Annahme eines isotropen Materialverhaltens mit einem Elastizitätsmodul $E^{211} = 219911 \text{ MPa}$ und einer Poissonzahl $\nu^{211} = 0,283$ nach [98] berechnet. Die Eigenspannungs- und Restaustenitanalyse wurde mittig in der Messstrecke der Wechselbiegeprobe vorgenommen. Die untersuchte Richtung der Eigenspannung liegt in axialer Richtung der Probe und wurde in definierten Abtragschritten bis zu einer Tiefe von 0,5 mm untersucht. Der Abtrag wurde durch Elektropolieren realisiert.

Bei den gleichen Abtragschritten wurde zusätzlich eine Restaustenitanalyse mit einem Röntgendiffraktometer mit Zr-gefilterter Mo-K α -Strahlung (Wellenlänge 0,71 Å) durchgeführt. Als primäre Blende wurde ein 1x1 mm² Schlitzkollimator verwendet, während im sekundären Strahlengang vor einem Punktdetektor eine 2 mm Schlitzblende angebracht wurde. Die Scans nutzten einen 2Θ -Bereich von 20° bis 58° mit einer Schrittgröße von $0,1^\circ$.

Die erhaltenen Daten wurden mit der 6-Linien-Methode analysiert, um den Phasenanteil des Restaustenits zu berechnen. Die Wahl der erforderlichen radiographischen Konstanten erfolgte nach [99].

4.4.10 Ermüdungsversuche

Zur Ermittlung der Lebensdauer carbonitrierter PM-Stähle wurden Wechselbiegeproben nach DIN EN ISO 3928 (siehe Abb. 4.5) in Schwingversuchen untersucht. Um einen bauteilnahen Belastungszustand abzubilden, wurden die Versuche momentenkontrolliert im Lastverhältnis $R = 0$ (Zugschwellbelastung) bei 40 Hz durchgeführt, die in ihren Grundzügen einer Zahnfußbelastung ähnlich sind [69]. Um das Lastverhältnis $R = 0$ zu realisieren, wurde ein elektromechanischer Torsionsprüfstand verwendet. Durch geeignete Wahl der Einspannvorrichtung kann das Torsionsmoment als reines Biegemoment in die Wechselbiegeprobe übertragen werden. Dadurch wird ein konstantes Biegemoment über den Probenquerschnitt erzeugt. Als Belastungseinheit dient ein handelsüblicher AC-Servomotor der Firma Bautz mit einem maximalen Torsionsmoment von bis zu 50 Nm. Abtriebsseitig ist ein Reaktionsmomentenaufnehmer angeschlossen, welcher auf eine maximale Last von 100 Nm ausgelegt ist und zur Bestimmung des durch die Probe übertragenen Biegemoments eingesetzt wird. Die Kanten der Wechselbiegeproben wurden mittels Passstift abgezogen, um einen frühzeitigen Kantenanriss zu vermeiden. Aufgrund der Biegespannung wird vereinfacht angenommen, dass die im Bauteil wirkenden Lasten über die Höhe, ausgehend von der neutralen Faser, linear zunehmend verteilt sind. Zur Auswertung der Spannungs-Wöhlerkurven wurde aus dem Biegemoment die in der Randfaser anliegende Maximalbiegespannung berechnet.

5 Experimentelle Ergebnisse und Modellierung

5.1 Dichte

Um für die folgenden Untersuchungen eine solide Basis an Dichte- bzw. Porositätsdaten zu ermitteln, wurden Messungen der Dichte mittels archimedischem Prinzip an den Dilatometerproben durchgeführt. Als zusätzliche Referenz wurde die Geometrie vermessen und über das geometrische Volumen die Dichte direkt über das Probengewicht bestimmt. Bei Vergleich der

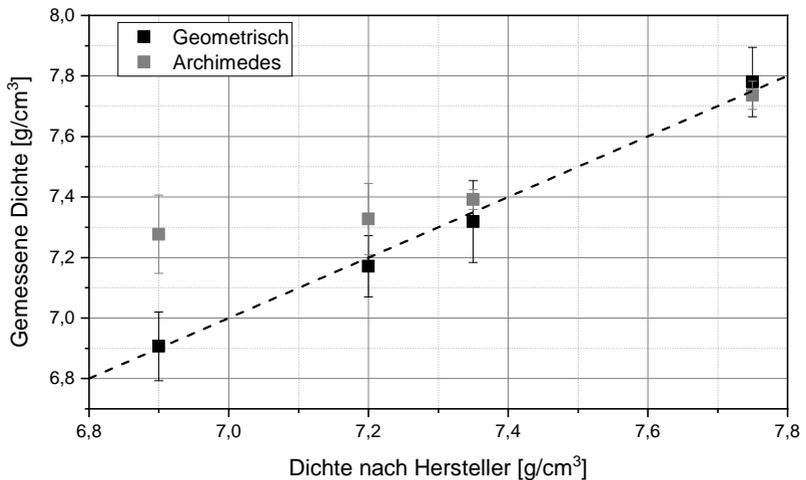


Abb. 5.1: Vergleich der Analysewerte gemessener Dichte des archimedischem Prinzip und der Bestimmung über die geometrischen Abmaße. Bei sinkender Dichte zeigt sich die Beeinflussung der offenen Porosität bei Verwendung des archimedischem Prinzip.

gemessenen Dichten zeigen sich im Bereich der zwei höheren Dichten sehr gute Übereinstimmungen. Hier zeigt auch das Archimedesprinzip geringere Standardabweichungen. Mit sinkender Dichte (und steigender Porosität) weicht die Messung mittels Auftriebsmethode deutlich vom Sollzustand ab. Begründet liegt dies in der zunehmend offenen Porosität der Proben. Hierbei dringt Wasser in die Hohlräume ein und erhöht somit die scheinbare Gewichtskraft in Wasser. Die Messung über die geometrischen Abmaße zeigt konsistente Werte mit gleichbleibenden Standardabweichungen, dies ist der geringen Probengröße anzulasten, da Abweichungen in den Abmaßen bei kleinem Probenvolumen stärker ins Gewicht fallen. Aus den Messungen ergaben sich dennoch Schwankungen der jeweiligen Nenn-Probendichten von $\pm 0,1 \text{ g/cm}^3$. Dies muss für die Auswertung weiterer Größen berücksichtigt werden und ggf. eine entsprechende Menge an Wiederholungsmessungen durchgeführt werden. In Tabelle 5.1 sind die bestimmten Dichten und die daraus berechneten Porositäten angegeben.

Tabelle 5.1: Vergleich der Nennichten zu den experimentell ermittelten Dichten und die daraus berechneten Anteile der Porosität. Als Materialdichte wird $\rho = 7,85 \text{ g/cm}^3$ angenommen.

Nennichte [g/cm^3]	6,9	7,2	7,35	7,75
Messdichte [g/cm^3]	$6,9 \pm 0,1$	$7,2 \pm 0,1$	$7,3 \pm 0,14$	$7,8 \pm 0,1$
Porosität [Vol-%]	$12,0 \pm 1,3$	$8,3 \pm 1,3$	$6,4 \pm 1,8$	$0,9 \pm 1,3$

5.1.1 Effektive Oberfläche

Mittels BET-Messung wurden anhand dilatometrischer Proben die effektiven Oberflächen bestimmt. In nachfolgender Tabelle 5.2 sind die spezifisch gemessenen Oberflächen sowie das Oberflächenverhältnis der geometrischen zur effektiven Oberfläche angegeben. Das Messprinzip basiert auf der Adsorption von Edelgasen an der Oberfläche des Bauteils und kann durch die Bestimmung der gebundenen bzw. freiwerdenden Masse die be-

teiligte Oberfläche bestimmen (siehe Abschnitt 4.4.4). Dabei zeigen sich für

Tabelle 5.2: Geometrische sowie diffusiv effektive Wirkfläche der Dilatometerproben nach dem BET-Verfahren.

Nennichte [g/cm ³]	6,9	7,2	7,35
Porosität [Vol-%]	12,0 ± 1,3	8,3 ± 1,3	6,7 ± 1,8
Geom. Oberfläche [m ²]	0,0018	0,0018	0,0018
Eff. Oberfläche [m ²] (BET)	0,6308	0,5259	0,3934
Verhältnis Eff. / Geom. [-]	345	287	215

alle drei untersuchten Dichten stark erhöhte effektive Oberflächen (siehe Tabelle 5.2). Begründen lässt sich dies mit den offenen Netzwerken der Porosität. Dabei zeigt sich mit abnehmender Dichte auch eine deutliche Zunahme der diffusiv beteiligten Oberfläche, die auf eine Zunahme offener Porosität schließen lässt.

5.1.2 Randschichtporosität in festgewalzten Wechselbiegeproben

Zur genaueren Analyse der Diffusion und der mechanischen Kennwerte ist die Kenntnis der Randschichtporosität essenziell. Aufgrund des hohen Kontrastes der Poren bieten sich lichtmikroskopische Aufnahmen zur Auswertung des Tiefenverlaufes an. Durch die Festwalzbehandlung wird oberflächennah der Flächenanteil der Porosität durch plastische Deformation reduziert. Zu beachten ist, dass diese flächenmäßig normal zur Festwalzrichtung zugeedrückt wird und anschließend als Riss parallel zur Walzoberfläche vorliegt, siehe Abb. 5.2. Der Einfluss des Festwalzens auf den Tiefenverlauf der verbleibenden Porosität wurde mittels Bildanalyse bestimmt. Hierzu wurden insgesamt drei Bauteile in einem Bildausschnitt von 2 mm Breite untersucht und aus dem flächenmäßigen Anteil der Porosität der volumetrische Anteil bestimmt. In Abb. 5.3 ist der Anteil der Porosität in Abhängig-

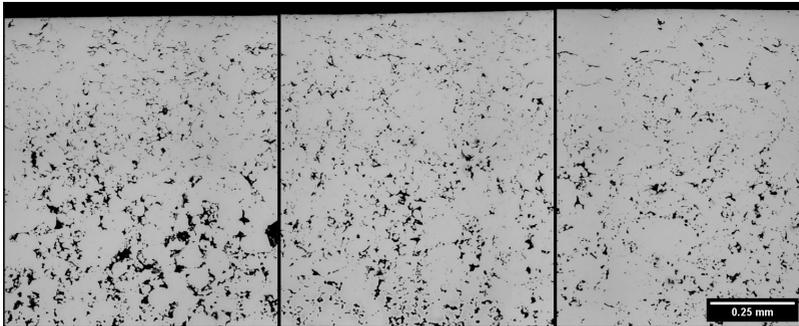


Abb. 5.2: Mikroskopische Aufnahmen des Randschichtquerschnitts von festgewalzten Proben in Abhängigkeit der Tiefe, nach [100]. Die Oberseite wurde festgewalzt. Von links nach rechts: $6,9 \text{ g/cm}^3$, $7,2 \text{ g/cm}^3$ und $7,35 \text{ g/cm}^3$.

keit des Abstandes zur festgewalzten Fläche dargestellt. Hierbei können drei wesentliche Bereiche identifiziert werden. Bereich 1 umfasst den komplett verdichteten Bereich an der Oberfläche. Dieser ist näherungsweise bis 0,2-0,25 mm konstant. Bereich 2 zeigt die sigmoidale Zunahme der Porosität mit zunehmender Tiefe. Die höchste Nenndichte (gelb) weist hierbei den frühesten Übergang zum Grundzustand der Porosität auf. Hierbei zeigt sich eine zunehmend tiefgreifendere Wirkung mit sinkender Nenndichte. Bereich 3 umfasst den Bereich, ab dem die Mikrostruktur dem Grundzustand der jeweiligen Nenndichte entspricht. Aufgrund der reduzierten Stabilität der Mikrostruktur wirkt sich das Festwalzen bei geringerer Nenndichte stärker aus und kann somit auch in tieferen Bauteilregionen plastische Verformungen hervorrufen [102]. Die geringste Nenndichte $6,9 \text{ g/cm}^3$ hat ihren Übergang zur Nennporosität bei ca. 0,75 mm, die mittlere Nenndichte $7,2 \text{ g/cm}^3$ bei ca. 0,65 mm und die höchste Dichte $7,35 \text{ g/cm}^3$ bei ca. 0,55 mm. Im unbeeinflussten Kernbereich wurden Porositätsanteile von 6-13 Vol-% festgestellt, die sich mit der Analyse der Dichte decken. Die oben eingeführten Bereiche dienen der Visualisierung und Beschreibung der später formulierten Einflussfaktoren der Diffusion.

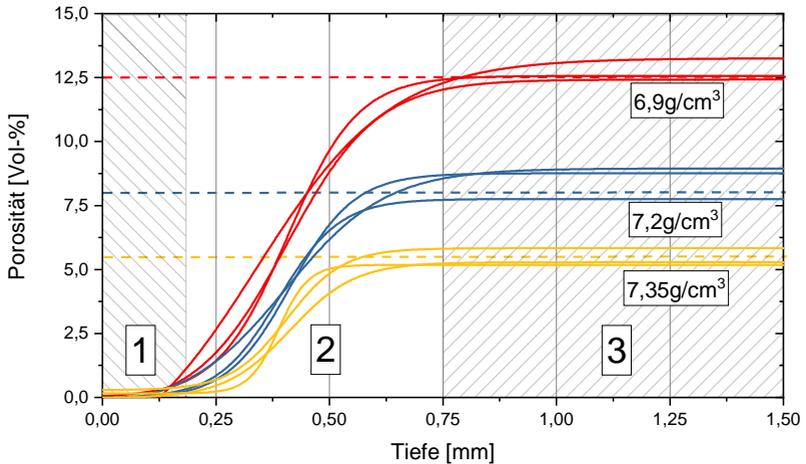


Abb. 5.3: Verteilung der Porosität einer festgewalzten Probe in Abhängigkeit der Tiefe, nach [101]. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$.

5.2 Modellierung des Carbonitrierprozesses

5.2.1 Speziesaktivitäten

Als Aktivität wird das Verhältnis von Dampfdruck der Spezies im betrachteten Zustand (z.B. Austenit) und Dampfdruck von reinem Graphit definiert. Als Eingabedaten müssen aus den Ofenprotokollen des Abgasstroms die gemessenen Partialdrücke über Gleichgewichtsreaktionen umgerechnet werden, um das anliegende Speziespotential von Kohlen- und Stickstoff bestimmen zu können. Die in Kapitel 2 beschriebenen Reaktionsgleichungen bilden die Basis für die Bestimmung. Unter der Annahme, dass der Zerfallsprozess durch die Boudouard-Reaktion bestimmt ist, lässt sich vereinfacht das Kohlenstoffpotential C_p über die Partialdrücke des Abgasstroms

aus Kohlenmonoxid p_{CO} und -dioxid p_{CO_2} in [bar] und der Temperatur in [K] bestimmen [20]

$$C_p = \frac{p_{\text{CO}}^2}{p_{\text{CO}_2}} \cdot \exp\left(\frac{8861 \text{ K}}{T} - 9,107\right). \quad (5.1)$$

Im Fall von Stickstoff lässt sich das Stickstoffpotential über die Partialdrücke des Restammoniaks p_{NH_3} und Restwasserstoffs p_{H_2}

$$N_p = \frac{p_{\text{NH}_3}}{p_{\text{H}_2}^{1,5}} \cdot \exp\left(9,003 - \frac{5089 \text{ K}}{T}\right) \quad (5.2)$$

berechnen. Die berechneten Potentiale dienen als Anfangs- bzw. Randbedingungen für die Simulation der Diffusion. In nachfolgender Abbildung 5.4 ist schematisch ein einstufiges Ofenprotokoll dargestellt. Die Charge wurde bei

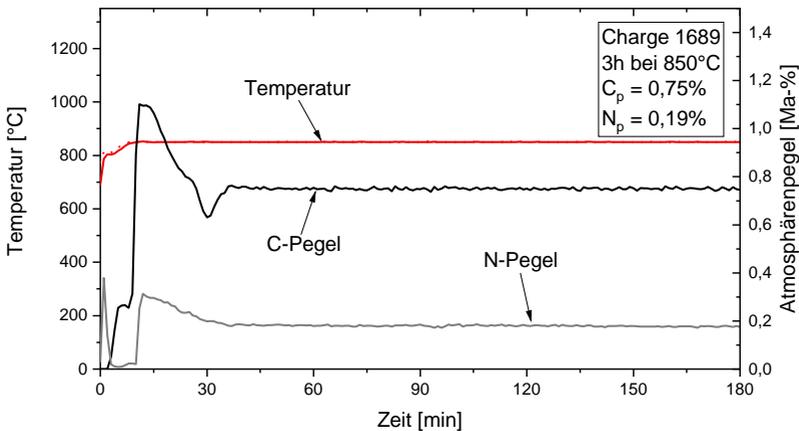


Abb. 5.4: Ofenprotokoll mit den relevanten Prozessgrößen Temperatur (rot), C-Pegel (schwarz) und N-Pegel (grau) der Chargen 1689 und 1691, carbonitriert bei 850 °C mit $C_p = 0,75 \text{ Ma-\%}$ und $N_p = 0,19 \text{ Ma-\%}$ bzw. $N_p = 0,62 \text{ Ma-\%}$.

850 °C mit einem Kohlenstoffpegel von $C_p = 0,75 \text{ Ma-\%C}$ und einem Stickstoffpegel von $N_p = 0,19 \text{ Ma-\%N}$ carbonitriert. Bis zum Erreichen des konstanten Sollpegels stellt sich eine ca. 30-minütige Einlaufphase ein. Die Ein-

laufphase zeigte sich bei allen untersuchten Chargen pulvermetallurgischer Bauteile. Nach Rücksprache mit dem Leibniz-IWT Bremen wurde dies bei schmelzmetallurgischen Bauteilen nicht beobachtet. Ein solches Verhalten ist zurückzuführen auf Ausgasungsprozesse in den Poren der Proben, die eine starke Veränderung der vorliegenden Atmosphäre hervorrufen. Nach der Einlaufphase zeigen sich im weiteren Prozessverlauf konstante Prozessparameter.

5.2.2 Stoffübergang

Der Stoffübergang bezeichnet die Absorption des jeweiligen Elementes in Eisen. Nach Bestimmung der anliegenden Donatorenaktivität kann mittels des Ansatzes

$$\dot{m} = J_{\beta} = \beta(k_L \cdot C_p - c_i) \quad (5.3)$$

der Stoffstrom J_{β} in $[\text{kg}/\text{mm}^2\text{s}]$ zwischen dem Atmosphärenpotential C_p in $[\text{kg}/\text{mm}^3]$ und der Oberfläche c_i $[\text{kg}/\text{mm}^3]$ beschrieben werden. Dabei ergibt sich der Stoffstrom aus der Differenz des Oberflächengehalts zur Aktivität in der Atmosphäre, multipliziert mit dem Stoffübergangskoeffizienten β in $[\text{mm}/\text{s}]$. Zu berücksichtigen ist zudem der Legierungsfaktor k_L , der je nach Legierungszusammensetzung zu höheren Elementkonzentrationen in der Randschicht als in der Atmosphäre führen kann. Analog gilt dies ebenfalls für den Stoffübergang des Stickstoffs. Zunächst soll der Stoffübergang für das Element Kohlenstoff betrachtet werden. Es haben sich viele Autoren teils widersprüchlich bezüglich der Abhängigkeiten der Stoffübergangskoeffizienten geäußert. Rimmer et al. [103] hat einen temperaturunabhängigen Koeffizienten in der Größe von $\beta_C = 10^{-3} \text{ mm/s}$ berichtet, während Munts und Baskakov [23] im Temperaturbereich von $800 - 1000^\circ\text{C}$ Werte im Bereich von $\beta = 2 \cdot 10^{-4} - 2 \cdot 10^{-3} \text{ mm/s}$ ermittelten. Eckstein [104] und Spur [40] postulieren einen Wert von $1,25 \cdot 10^{-3} \text{ mm/s}$. Das Handbuch Wärmebehandeln und Beschichten [16] listet je nach Aufkohlungsmedium einen Kohlenstoffübergang im Bereich von $\beta_C = 1 - 3 \cdot 10^{-4} \text{ mm/s}$. Nusskern be-

schreibt den Stoffübergangskoeffizient für Kohlenstoff mit einer temperaturunabhängigen Größe von $\beta_C = 2 \cdot 10^{-3} \text{ mm/s}$. In der Regel ist der Massentransport des Stoffübergangs größer als der der Diffusion (siehe Abschnitt 2.2.1). Das heißt, dass nach einer kurzen Anlaufphase an der Oberfläche des Stahls die in der Atmosphäre vorliegende Gleichgewichtskonzentration vorliegt. Folglich bildet die Diffusion das Nadelöhr des Massentransports und damit die dominierende Größe zur Beschreibung des resultierenden Kohlenstoff-Tiefenverlaufs. Der Stoffübergangskoeffizient für Stickstoff ist im Vergleich von komplexerer Natur, da die Zerfallsreaktion von Ammoniak und die auftretenden Reaktionsmechanismen (siehe Kap. 2.2.1) sich temperaturabhängig beeinflussen. Winter [21] beschreibt diesen temperaturabhängig in der Form

$$\beta_N = a \cdot \exp\left(-\frac{\Delta H}{RT}\right) \cdot p_{H_2} \quad (5.4)$$

in [mm/s] mit dem Vorfaktor $a = 0,9 \text{ mm/sbar}$, der Aktivierungsenergie $\Delta H = 64247 \text{ J/mol}$ und dem Partialdruck von Wasserstoff p_{H_2} in [bar]. Exemplarisch ergibt sich für eine Temperatur $T = 1173 \text{ K}$ ein Stoffübergangskoeffizient von $\beta_N = 1,27 \times 10^{-4} \text{ mm/s}$ und ist im Vergleich zum Kohlenstoff um mehr als einen Faktor 10 geringer.

Der Legierungsfaktor wird mit dem Interaktionsparameter $e_{i,j}$ für das Donatorelement (C,N) i durch das Legierungselement j mittels

$$\log(k_{L,i}) = -\sum_j e_{i,j} \cdot m_j \quad (5.5)$$

mit $e_{i,j}$ in [Ma-%⁻¹] bestimmt, mit m_j in [Ma-%] des jeweiligen Elements. Die verwendeten Interaktionsparameter sind [21] entnommen. Im Fall des Carbonitrierens des Werkstoffes Fe-0,85Mo wurden folglich die Elemente C ($e_{N,C} = 0,187 \text{ Ma-%}^{-1}$), N ($e_{C,N} = 0,081 \text{ Ma-%}^{-1}$) und Mo ($e_{C,Mo} = -0,015 \text{ Ma-%}^{-1}$, $e_{N,Mo} = -0,08 \text{ Ma-%}^{-1}$) berücksichtigt. Da C und N kon-

kurrierend Zwischengitterplätze im Eisen einnehmen, verändert sich der Legierungsfaktor mit zunehmender Anreicherung in der Randschicht. Diesem Umstand geschuldet muss der Legierungsfaktor ebenfalls in Abhängigkeit der Zeit neu berechnet werden.

5.2.3 Diffusion in Eisen

Wie bereits in den Grundlagen beschrieben hängt die Diffusion hauptsächlich von der Austenitisierungstemperatur ab. Mehrere Autoren berichten von weiterführenden Abhängigkeiten durch die sich in Lösung befindlichen Anteile an Interstitutionsatomen. Für die folgende Arbeit wird die Formulierung nach Slycke und Ericsson [20] verwendet, die den Diffusionskoeffizienten für Kohlenstoff mit

$$D_C^{\gamma}(T, x_C, x_N) = 48,5 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1} \cdot \exp\left(\frac{-155000 \text{ J mol}^{-1}}{RT}\right) \cdot \frac{1 - 5x_N}{1 - 5(x_C + x_N)} \cdot \exp\left(\frac{570000 \text{ J mol}^{-1} - 320 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1} \cdot T}{RT} \cdot (x_C + 0,72 \cdot x_N)\right) \quad (5.6)$$

in $[\text{mm}^2/\text{s}]$, mit den Elementkonzentrationen für Kohlen- und Stickstoff x_C , x_N als Anteil von 1 und der Temperatur T in $[\text{K}]$ beschreiben. Die Gleichung setzt sich dabei aus drei Teilstücken zusammen, der allgemeinen Arrheniusgleichung, im mittleren Teil dem sogenannten geometrischen Ausschlussmodell und dem hinteren Teil der Temperatur- und Speziesabhängigkeit, das die Abweichung zum idealen Verhalten durch die Gesamtheit der beeinflussten Interstitiallücken berücksichtigt. Slycke [105] postuliert, dass der

Ansatz genauso Anwendung finden kann für die Diffusion des Elementes Stickstoff, und passt den Koeffizienten dementsprechend zu

$$D_N^{\gamma}(T, x_C, x_N) = 91 \text{ mm}^2 \text{ s}^{-1} \cdot \exp\left(\frac{-168600 \text{ J mol}^{-1}}{RT}\right) \cdot \frac{1 - 5x_C}{1 - 5(x_C + x_N)} \cdot \exp\left(\frac{570000 \text{ J mol}^{-1} - 320 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1} \cdot T}{RT}\right) \cdot (x_C + 0,72 \cdot x_N) \quad (5.7)$$

in $[\text{mm}^2/\text{s}]$ an. Der Faktor 0,72 entspricht dabei der Differenz der Gitterlückenverzerrung aufgrund der unterschiedlichen Atomradien von Kohlen- und Stickstoff [105]. Je mehr Elemente in Lösung sind, desto höher fällt zusätzlich die Diffusion aus. Nach Mittemeijer [106] tritt der Effekt der abnehmenden Sprungenthalpie bei zunehmend gelösten Interstitutionsatomen aufgrund zunehmender Gitterverzerrung auf. Nach dem oben genannten Modell von Slycke und Ericsson ergibt sich dabei eine ebenfalls signifikante Erhöhung des Diffusionskoeffizienten. Dies kann bei hohen Anteilen an gelösten Elementen zu einer Verdopplung der Diffusionsgeschwindigkeit führen.

5.2.4 Effektive Diffusion durch Porosität

Im Fall gesinterter Bauteile muss berücksichtigt werden, dass bei Durchführung des Einsatzhärtens aufgrund der (vor allem offenen) Porosität die effektive Diffusion beeinflusst wird. Einerseits reduziert die vorliegende Porosität die Volumendiffusion in Eisen, andererseits kann durch offene Porosität ein zusätzlicher Diffusionsanteil durch das Porenvolumen erfolgen. Beispielsweise ist bei PM-Bauteilen die effektive Diffusion in das Bauteilinnere stark erhöht, da der Massentransport durch Porennetzwerke um ein Vielfaches höher ausfällt. Zur Quantifizierung der dominierenden Effekte wurden fünf Testchargen verschiedener Elementpotentiale und Temperaturen an festgewalzten Bauteilen der drei vorliegenden Dichten carbonitriert und

charakterisiert. Abb. 5.5 zeigt die aus den Carbonitrierchargen ermittelten Elementtiefenverläufe für die drei Dichten. Im verdichteten Bereich 1 zeigt sich eine Auffächerung der resultierenden Kohlenstoffgehalte in Abhängigkeit der Dichte, die für Stickstoff nicht festgestellt werden kann. Im oberflächennahen Bereich wurde für die höchste Dichte eine deutliche Kohlenstoffanreicherung festgestellt. Hierbei zeigt sich ein konsistentes Bild. Mit sinkender Nenndichte stellen sich zunehmend geringere Kohlenstoffanteile ein. Hierbei scheint im verdichteten Bereich trotz flächenmäßig vernachlässigbarer Porosität eine deutliche Abhängigkeit zu existieren. Im Fall des Stickstoffs konnten aufgrund der problematischen Elementanalyse nur belastbare Ergebnisse im verdichteten Bereich ermittelt werden, da mit zunehmender Porosität der Anteil an Luft bzw. Prozessatmosphäre eine Elementanalyse erschwert hat. Im Übergangsbereich zwischen 0,25 mm bis 0,75 mm zeigt sich zwischen den Dichten eine Überschneidung der Konzentrationen aufgrund erhöhter Diffusionswirkung. Dabei nimmt mit zunehmender Porosität der Elementgradient ab und folglich die effektive Diffusion zu. Im Kernbereich zeigen sich näherungsweise konstante Konzentrationen und im Fall der höheren Temperaturen bei 900 °C und 950 °C Anreicherungen an Kohlenstoff bis in eine Bauteiltiefe von 1,5 mm. Hierbei wird auch der Effekt der zunehmenden Diffusion in Abhängigkeit der Porosität deutlich, da diese im Übergangsbereich eine Anreicherung von Kohlenstoff nahezu vollständig verhindert bzw. nur durch sukzessives Durchkohlen des kompletten Kernbereichs eine Erhöhung ermöglicht. Da die gradierte Porosität sich in komplexer Weise auf das Diffusionsverhalten auswirkt, muss diese simulativ orts aufgelöst berücksichtigt werden.

Die simulierten Kurven wurden durch Kalibrierung der Modellansätze und Modellparameter an die Testchargen angepasst. Im Nachfolgenden sollen die oben erläuterten Wechselwirkungen in Form von Modellen erklärt und quantifiziert werden. Wie sich aus den Elementtiefenverläufen gezeigt hat, muss hier einerseits die mikroskopisch quantifizierbare Porosität berücksichtigt werden, andererseits auch der Effekt zugezogener Poren im Rand-

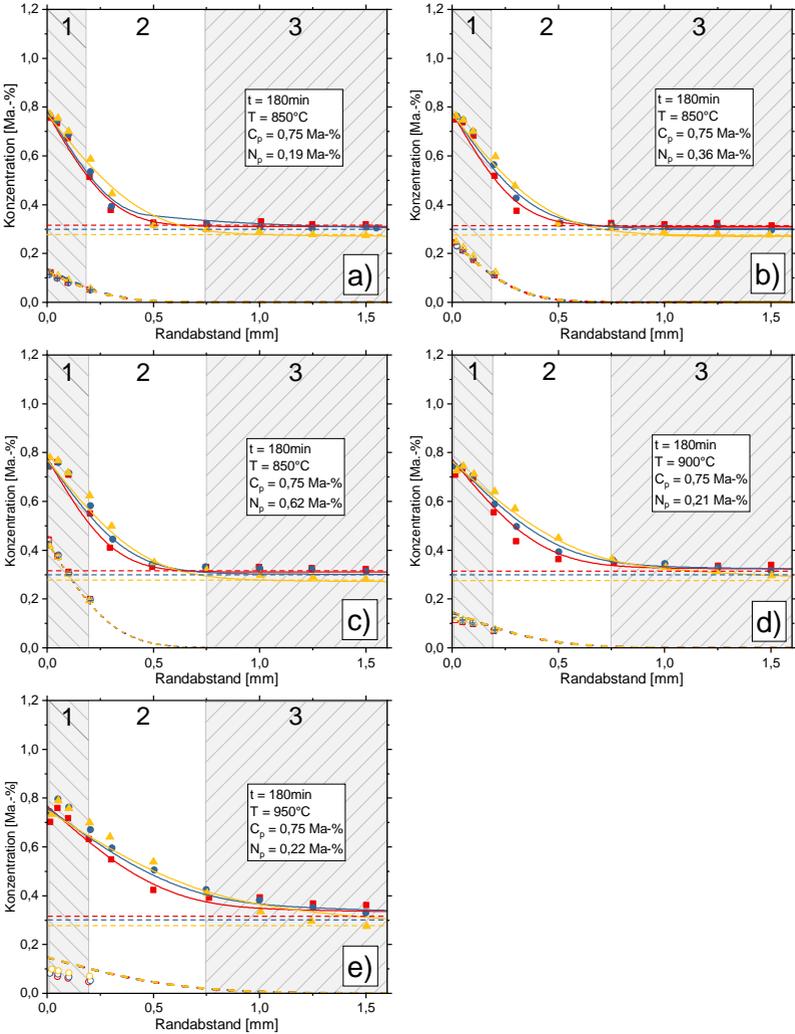


Abb. 5.5: Experimentelle (Punkte) und simulierte (Linien) Elementtiefenverläufe der festgewalzten Bauteile unterschiedlicher Nenndichte, in Abhängigkeit der Prozesskombinationen aus C_p , N_p , T , nach [101]. Die zugehörigen Prozessparameter sind im jeweiligen Diagramm abgebildet. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9\text{ g/cm}^3$, blau: $7,2\text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35\text{ g/cm}^3$.

bereich. Um beide Effekte zu berücksichtigen, wird eine Funktion der effektiven Diffusivität in Abhängigkeit der Grundporosität p_0 , der gradierten Porosität p und der Volumendiffusion in Eisen D_i^0 für das Element i eingeführt mit

$$D_i^{eff} = D_i^0(T, x_C, x_N) \cdot (\Psi_{vol}(p_0) + \Psi_{pore}(p)). \quad (5.8)$$

Dabei wird $\Psi_{vol}(p_0)$ einheitenlos und über die Bauteiltiefe konstant in Abhängigkeit der Grundporosität p_0 in [Vol-%] des Materials gewählt. Die Beeinflussung der Diffusion innerhalb der Poren $\Psi_{pore}(p)$ wird als Funktion der gradierten Porosität p formuliert [100]. Im verdichteten Bereich findet keine Porendiffusion statt, da die Poren näherungsweise geschlossen sind. In Abhängigkeit der Grundporosität bilden diese auch im geschlossenen Zustand eine Barriere für die Volumendiffusion, weshalb diese von der Ausgangsporosität p_0 durch

$$\Psi_{vol}(p_0) = 0,675 + 1,125 \cdot \exp\left(-\frac{p_0 - 6 \text{ Vol-\%}}{2,73 \text{ Vol-\%}}\right) \quad (5.9)$$

beschrieben wird und für ein Bauteil homogener Ausgangsdichte konstant ist. Dabei reduziert sich mit zunehmender Grundporosität p_0 der Anteil der effektiven Diffusion im Eisen, unabhängig von der lokal vorliegenden verdichteten oder offenen Porosität durch das Festwalzen. In Abhängigkeit der Porosität reduziert sich der Faktor der Volumendiffusion von $\Psi_{vol}(p_0 = 6 \text{ Vol-\%}) = 0,8$ auf $\Psi_{vol}(p_0 = 12 \text{ Vol-\%}) = 0,4$, siehe Abb. 5.6. Hierbei scheint zunächst der Einfluss der Porosität auf die Volumendiffusion zu groß. Aus simulativen Vorstudien zur Diffusion konnte Nusskern [6] den Einfluss von Poren in Form von Ellipsen untersuchen. Die längste Achse der Ellipsen wurde einerseits quer und andererseits längs zur Diffusionsrichtung positioniert, und darüber hinaus der Anteil der Ellipsen am Material variiert, um den Einfluss der Porosität abzubilden. Hierbei nahm bei einem Porositätsanteil von 16% die Diffusion um 40% ab. Es wird vermutet, dass aufgrund der rissförmigen Morphologie der effektive Diffusionsweg

der Volumendiffusion deutlich verlängert wird und damit die resultierende Diffusion nochmals deutlich reduziert wird.

Der zweite Faktor Ψ_{pore} berücksichtigt die Diffusion innerhalb der offeneren Bereiche. Die Wahl der geeigneten Funktion unterliegt der Überlegung, dass einerseits für den porenfreien Zustand die Funktion $\Psi_{pore}(0) = 0$ ergeben muss, diese jedoch nicht monoton steigend sein soll. Die Annahme des Grenzwertes liegt darin begründet, dass sobald die Porennetzwerke miteinander vollständig verbunden sind, sich eine Sättigung einstellt und die effektive Diffusion nicht mehr oder nur noch vernachlässigbar erhöht. Hierbei hat sich eine Sprungfunktion der Form

$$\Psi_{pore}(p) = \frac{B}{1 + 10^{(p_c - p) \cdot s}} \quad (5.10)$$

als sinnvoll erwiesen [101], wobei B dem einheitenlosen asymptotischen Wert der erhöhten Diffusivität entspricht, p_c in [Vol-%] entspricht der kritischen Porosität ab der 50% von B erreicht ist, sowie der Steigung der Funktion s in [1/Vol-%]. Als untere Grenze gilt für die geschlossenen Bereiche der Porosität $\Psi_{pore}(p = 0) = 0$. Für die untersuchten Zustände hat sich eine temperaturunabhängige Parameterwahl von $B = 50$, $p_c = 6,5$ Vol-% und $s = 0,5$ Vol-%⁻¹ als sinnvoll erwiesen. Der dazugehörige Verlauf ist in Abb. 5.6 dargestellt. Danninger und Altena [3] zeigten mittels Kunstharz-Replika (siehe Abb. 2.3), dass bei einer Gesamtporosität von 10% noch offene Porosität dominiert, und erst in Bereichen kleiner 6% die geschlossene Porosität überwiegt. Die Modellierung des steigenden Effektes der Porendiffusion deckt sich dementsprechend mit den Erkenntnissen über die Anteile offener Porosität. Aus der Arbeit von Eck et al. [33] wurden effektive Multiplikatoren von 5 bis 80 im Dichtebereich von 6,9 - 7,35 g/cm³ berichtet, die sich in gleicher Größenordnung mit denen von Nusskern [6] bewegen (siehe Abschnitt 2.2.2). Die oben eingeführten Modelle des Stoffübergangs, der Legierungsfaktoren sowie der effektiven Diffusion werden für die Berechnung des Stofftransports verwendet. Als einzige Eingangsgrößen dienen die

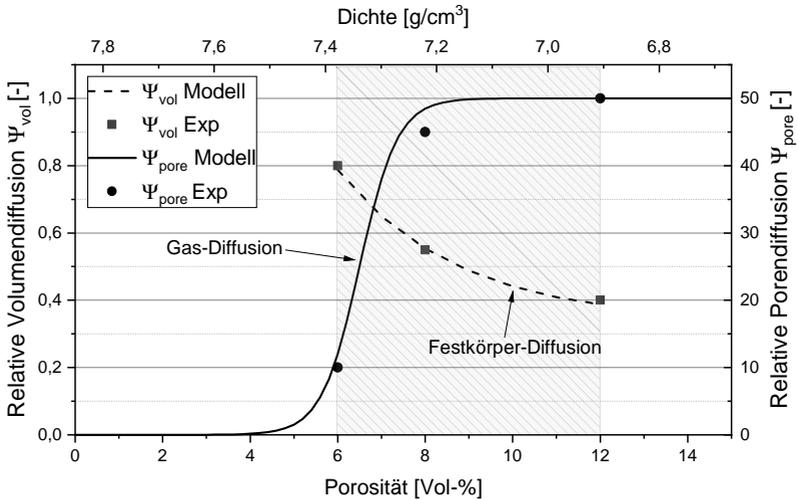


Abb. 5.6: Modellierte Funktionsverläufe für $\Psi_{vol}(p_0)$ und $\Psi_{pore}(p)$ in Abhängigkeit der Porosität. Die Parameterwahl kann Gl. 5.9 und Gl. 5.10 entnommen werden. Die Bestimmung der experimentellen Datenpunkte erfolgt über die Abschätzung des Diffusionskoeffizienten anhand der Steigung des chemischen Gradienten.

aus den Ofenprotokollen entnommenen Prozessgrößen sowie die zu simulierende Nenndichte. In Kapitel 6.4.2 wird auf die Validierung der Elementtiefenverläufe eingegangen.

5.3 Metallurgie

Durch die Abschreckbehandlung beim Einsatzhärten erfährt das Bauteil eine Umwandlung des Austenits in Abhängigkeit der zeitlichen Veränderung der Temperatur und der sich in Lösung befindlichen Legierungselemente. Die Umwandlungskinetik und die entstehenden Phasen (siehe Abschnitt 2.3.2) werden mittels ZTU-Schaubildern beschrieben. Die Abhängigkeiten von Kohlen- und Stickstoff sowie der Porosität auf die einzelnen Phasenumwandlungen werden in den folgenden Unterkapiteln diskutiert. In Tabelle 5.3 werden die grundlegenden Abhängigkeiten der abzubildenden Um-

wandlungsvorgänge zusammengefasst. Im Konkreten handelt es sich um die martensitische, bainitische und ferritisch-perlitische Umwandlungskinetik sowie die daraus resultierenden Umwandlungsdehnungen. Die Erklärung und Annahmen folgen ebenfalls in den einzelnen Unterkapiteln. Da-

Tabelle 5.3: Abhängigkeit der metallurgischen Materialparameter von Kohlenstoff, Stickstoff und der Porosität. Die Symbolik visualisiert ob ein für die Abschrecksimulation signifikanter Effekt vorhanden und modellhaft berücksichtigt »√« ist, vorhanden und vernachlässigt »(√)« ist oder ein Effekt insignifikant bzw. unbekannt »X« ist.

Parameter	Einheit	C	N	p
Martensitkinetik	-	√	√	X
Vol.-sprung A → M	[Vol-%]	√	√	√
Bainitkinetik	-	√	√	X
Vol.-sprung A → B	[Vol-%]	(√)	(√)	X
Ferrit- und Perlitkinetik	-	(√)	(√)	X
Vol.-sprung A → F/P	[Vol-%]	(√)	(√)	X
Umwandlungsplastische Dehnung	1/MPa	(√)	(√)	√
Mikrohärte	HV0,1	√	√	X
Makrohärte	HV10	√	√	√

bei hängen die Umwandlungsgeschwindigkeiten auch von der Konstitution der austenitischen Phase ab. Es ist bekannt, dass die Korngrenzen als Keimbildner für diffusiv ablaufende Prozesse dienen und sich dadurch die Anzahl der Korngrenzen auf die Umwandlungsgeschwindigkeit auswirken kann. Auch konnte experimentell gezeigt werden, dass kleine Korngrößen die Martensitumwandlung zu tieferen Temperaturen verschieben. Die Verschiebung der Bainitkinetik konnte für den Einsatzstahl 20MnCr5 gezeigt werden, bei dem eine Kornvergrößerung durch höhere Austenitisierungstemperaturen die Bainitumwandlung um den Faktor 10 und mehr verzögern konnte [102]. Um die Phasenumwandlungen besser verstehen zu kön-

nen, ist es also unabdingbar, sich zunächst mit der Ausgangskorngröße der Hochtemperatur-Phase auseinanderzusetzen.

5.3.1 Korngrößenbestimmung

Die Auswertung der Korngrößen wurde mittels Bildbearbeitung nach DIN EN ISO 643 [94] anhand neun zufällig gewählter Bildausschnitte vorgenommen. Exemplarisch ist in Abb. 5.7 ein binarisierter Bildausschnitt dargestellt. Die ausgewerteten mittleren Korngrößen sowie die Standardabweichung

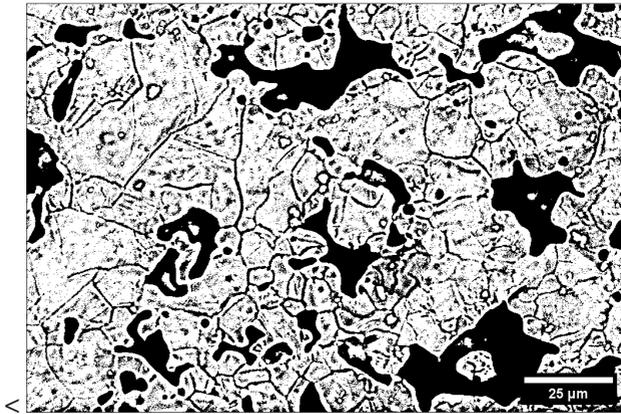


Abb. 5.7: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der geschliffenen und thermisch geätzten Sinterprobe der Dichte $6,9 \text{ g/cm}^3$. Die Aufnahme wurde binarisiert um einen besseren Kontrast der Korngrenzen zu erzielen.

Tabelle 5.4: Bestimmte Austenitkorngrößen nach dem thermischem Ätzen, ermittelt nach DIN EN ISO 643.

Dichte [g/cm^3]	6,9	7,2	7,35
Korngröße [μm]	$11,0 \pm 0,1$	$10,5 \pm 0,4$	$10,3 \pm 0,1$

chung sind in Tabelle 5.4 zusammengefasst. Dabei wird ersichtlich, dass die mittlere Korngröße über die untersuchten Dichten konstant und darüber hin-

aus für die Austenitisierungstemperatur von 940°C verhältnismäßig klein sind. Bei schmelzmetallurgisch hergestellten Bauteilen liegen üblicherweise Korngrößen von $30 - 40\ \mu\text{m}$ vor. Bei Auswertung der Bilder ist ersichtlich, dass die Poren Teile der Korngrenzen bilden und somit energetisch die Größe der Körner beeinflussen [9]. In der Arbeit von Dlapka [9] wurde bei Austenitisierungstemperaturen bis über 1100°C der Einfluss verschiedener Dichten auf die Vergrößerung des Austenitkorns untersucht. Dabei zeigten die Dichten von $7,1\ \text{g}/\text{cm}^3$ und $7,6\ \text{g}/\text{cm}^3$ bei gleichen Austenitisierungsbedingungen eine nur geringfügige Vergrößerung des Austenitkorns. Somit kann festgehalten werden, dass die feinverteilte Porosität die Korngrößen auch bei hohen Austenitisierungstemperaturen stabilisiert und näherungsweise unabhängig von der untersuchten Dichte ist.

5.3.2 Entkohlungseffekte beim Austenitisieren

Als Vorbereitung der Analyse der beim Abschrecken entstehenden Phasenumwandlungen wurden die Proben zunächst am Leibniz-IWT Bremen carbonitriert und gehärtet. Zur Untersuchung der Umwandlungsvorgänge müssen diese anschließend mittels Dilatometrie nachträglich austenitisiert und abgeschreckt werden. Dabei wird allgemein angenommen, dass sich die Menge und Verteilung der gelösten Elemente innerhalb der Probe nicht oder nur unwesentlich ändert. Die im Rahmen dieser Arbeit entstandenen Messungen zeigten in Abhängigkeit der untersuchten Dichte (bzw. Porosität) deutliche Beeinflussung der gelösten Elementkonzentration bei Austenitisierungszeiten von wenigen Minuten [107]. Um den Einfluss zu quantifizieren, wurden Austenitisierungszyklen mit zunehmenden Haltezeiten und anschließender Abschreckung durchgeführt. Die durch Entkohlung resultierenden Längenänderungen sind in Abb. 5.8 dargestellt. Hierbei zeigt sich schon bei kurzen isothermen Haltezeiten eine Reduktion der Länge. Eine klare Tendenz zeigt die Abnahme der Längenänderung in Abhängigkeit der untersuchten Dichte. Je größer der Anteil offener Porosität ist, desto signi-

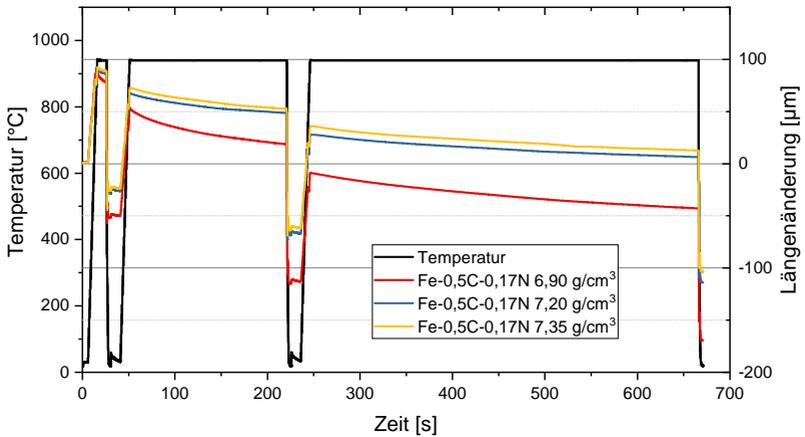


Abb. 5.8: Resultierende Längenänderung bei mehrfacher Austenitisierung mit zunehmender Haltedauer, in Abhängigkeit der untersuchten Dichten.

fikanter ist der Effekt. Eine zusätzlich deutliche Auswirkung der Entkohlung wurde anhand der Verschiebung der Martensitkinetik festgestellt. Untersuchungen mit Austenitisierungszeiten von 5 min führten zu nicht reproduzierbaren Ergebnissen. Neben der Hypothese der Entkohlung stand zusätzlich die Möglichkeit im Raum, dass die Elemente in Ausscheidungen gebunden sind und folglich die Matrix dadurch verarmt. Die Hypothese, dass der Kohlenstoff in Ausscheidungen gelöst sei und dadurch die Kinetik verändert, konnte mittels Trägerheißgasextraktion ausgeschlossen werden. Hierbei wurden die Kohlenstoffgehalte vor- und nach den Austenitisierungszyklen analysiert, die Ergebnisse sind in Tabelle 5.5 dargestellt. Die bei schmelzmetallurgisch typischen Austenitisierungsdauern von 10 min führen im Fall von gascarbonitrierten, porösen Dilatometerproben zu einer signifikanten Entkohlung von 30-40%. Es wird vermutet, dass durch das Gascarbonitrieren ein erhöhter Sauerstoffgehalt in die Proben eingebracht wurde. Der Nachweis von Sauerstoff in der Probe konnte mittels Trägerheißgasextraktion mit durchschnittlichen Anteilen von 0,1 Ma-%O bestätigt werden.

Tabelle 5.5: Anteil an Kohlenstoff in dilatometrischen Proben verschiedener Dichte, im carbonitrierten Anlieferungszustand und nach den Austenitisierungszyklen (Gesamtaustenitisierungszeit 10 min).

Zustand	Dichten [g/cm ³]		
	6,9	7,2	7,35
Ausgangszustand [Ma-%C]	0,47	0,49	0,50
Nach Austenitisierung [Ma-%C]	0,275	0,345	0,359
Differenz [Ma-%C]	-0,195	-0,145	-0,141

Bei hohen Temperaturen kann der Sauerstoff den von Kohlenstoff als CO oder CO₂ entnehmen und somit die oberflächennahen Bereiche entkohlen. Durch die stark vergrößerte wirksame Oberfläche (siehe Abschnitt 5.1.1) der Dilatometerproben kann somit der Großteil des Volumens von Entkohlungseffekten betroffen sein.

Die Ursache konnte nicht abschließend geklärt werden, jedoch wurde eine Methode zur Vermeidung der Symptomatik identifiziert. Zu beachten ist, dass beim Austenitisieren zwei gegenläufige Effekte die Homogenität des Gefüges beeinflussen. Zum einen nimmt mit zunehmender Dauer die Entkohlung zu, zum anderen können bei zu kurzer Austenitisierungsdauer mögliche Karbide noch nicht aufgelöst worden sein. Eine optimale Wärmebehandlung kann aus der Ermittlung der geringsten M_S -Temperatur ermittelt werden, da im Fall der geringsten M_S -Temperatur der maximale Anteil in Lösung befindlichen Kohlenstoffs geschlussfolgert werden kann. Als sinnvolle Wärmebehandlung hat sich eine schnelle Austenitisierungssequenz ergeben, bei der in 10 s auf Austenitisierungstemperatur $T_A = 940^\circ\text{C}$ aufgeheizt und für 10 s bei $T_A = 940^\circ\text{C}$ gehalten wird. Die daran anschließenden Abkühlbedingungen werden in den jeweiligen Abschnitten erläutert.

5.3.3 Martensitische Umwandlung

Die als Martensit bezeichnete metastabile Phase entsteht beim Abschrecken unter hohen Abkühlraten. Durch die lokal starke Zunahme des martensitischen Gitters kommt es zu einer signifikanten Erhöhung der Versetzungsdichte, die nach abgeschlossener Umwandlung zu einer festen und spröden Phase führt. Die Temperaturabhängigkeit der martensitischen Umwandlung lässt sich mittels des Modells nach Koistinen und Marburger [82] durch

$$w_M = 1 - \exp(-k \cdot (M_S - T)) \quad (5.11)$$

formulieren, dabei ist der Vorfaktor k in $[1/^\circ\text{C}]$, die Martensitstarttemperatur M_S und die Temperatur T in $[^\circ\text{C}]$. Bei Erreichen der Martensitstarttemperatur findet ein exponentieller Anstieg des Martensitanteils mit fallender Temperatur statt, dessen Steigung über den Vorfaktor k definiert wird. An den sieben vorliegenden Chargen wurden Abschreckversuche mit Abkühlraten von ca. 500 K/s durchgeführt und die Dilatationskurven analysiert. Während die Auswertung der Starttemperatur M_S direkt über die Dilatationskurve erfolgen kann, wird für die korrekte Analyse von k der Anteil des verbleibenden Restaustenits benötigt. Aus der Kenntnis des verbleibenden Restaustenits und der Dilatationskurve lässt sich die Kinetik formulieren. In nachfolgender Abb. 5.9 ist die Abhängigkeit von M_S über dem Kohlen- und Stickstoffgehalt sowie der Dichte dargestellt. Zur Berücksichtigung der Abhängigkeiten beider Legierungselemente hat sich die Normierung auf den Einfluss des Kohlenstoffs als Effektivkonzentration c_{eff} durch die Beziehung

$$c_{eff} = c_C + 0,25c_N \quad (5.12)$$

bewährt [107], mit der Konzentration des Kohlenstoffs c_C und Stickstoffs c_N in [Ma-%]. Analysiert man Abb. 5.9, treten geringe Schwankungen zwischen den Dichten gleicher Effektivkonzentration auf. Es zeigt sich keine Systematik hinsichtlich der dichteabhängigen Beeinflussung der Martensit-

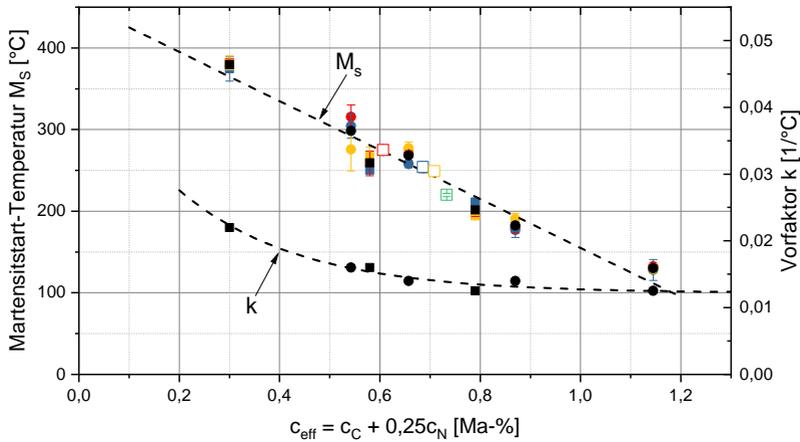


Abb. 5.9: Martensitstarttemperatur der untersuchten Chargen in Abhängigkeit der Porosität und der effektiven Wirkkonzentration $c_{eff} = c_C + 0,25c_N$ nach [107]. Rechteckige Symbole stehen für kohlenstoffhaltige und runde Symbole für kohlen- und stickstoffhaltige Zustände. Die offenen Symbole sind Versuche aus einer nachträglichen Untersuchung und untermauern die Anwendbarkeit des Modells. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$, grün: $7,75 \text{ g/cm}^3$. Die schwarzen Symbole sind die aus den Dichten gemittelten Werte.

starttemperatur. Dazu müssten die Messwerte der geringsten Dichte (rot) für alle Zustände zu den höchsten Martensitstart-Temperaturen führen. Tatsächlich sind die Schwankungen der ermittelten M_S -Temperaturen innerhalb einer Charge gering und die Schwankungen zwischen den Dichten zufälliger Natur. Hierbei sollte zusätzlich erwähnt werden, dass nicht jede Dichte jeder Charge auf ihren Elementgehalt untersucht werden konnte und leichte Konzentrationsunterschiede ebenfalls zu einer Abweichung führen können. Die hier beschriebenen Erkenntnisse widersprechen den Ergebnissen früherer Untersuchungen von Nusskern [6] und Warke [42]. Beide berichteten von einer mit sinkender Dichte steigenden Martensitstarttemperatur. Hierbei verwendeten beide typische Austenitisierungsdauern von mehreren Minuten. Es wird vermutet, dass der im vorherigen Abschnitt diskutierte Ent-

kohlungseffekt zum Tragen kam, der sich - je nach untersuchter Dichte und somit offener Porosität - unterschiedlich stark ausprägt. Des Weiteren ist aber nicht auszuschließen, dass aufgrund der freien Oberflächen im Bauteil dennoch geringere Aktivierungsenergien für die Martensitbildung benötigt werden und somit ein Effekt auf M_S existiert.

Aufgrund der vorliegenden Ergebnisse wurde die Modellierung der Umwandlungskinetiken unabhängig von der untersuchten Dichte durchgeführt. Die schwarzen Symbole kennzeichnen die durchschnittliche Martensitstarttemperatur jeder Zusammensetzung, in Abhängigkeit ihres effektiven Kohlenstoffgehalts. Die Funktion des effektiven Kohlenstoffgehalts entspricht dabei einer bilinearen Funktion mit einer deutlich geringeren Gewichtung des Stickstoffs. Die Gewichtung wurde mittels eines Least-Square-Schätzers bestimmt um einen optimalen Fit über eine lineare Funktion erzielen zu können. Die Abnahme der Martensitstarttemperatur M_S mit der Effektivkonzentration kann somit nach [107] durch

$$M_S = 455 - 300 \cdot c_{eff} \quad (5.13)$$

in [°C] und den Elementvorfaktoren in [°C/Ma-%] beschrieben werden. Spätere Untersuchungen einer zusätzlichen Charge in mehreren Dichten (siehe Abschnitt 5.3.5) haben die Anwendbarkeit der Modellierung gezeigt und sind in Abb. 5.9 als offene Punkte dargestellt. Zur vollständigen Beschreibung der Kinetik nach Gl. 5.11 muss zusätzlich der Vorfaktor k definiert werden, der ebenfalls in Abb. 5.9 abgebildet ist. Hierbei wurde auf die Darstellung der einzelnen Dichten verzichtet, da kein statistisch signifikanter Einfluss der Dichte festgestellt werden konnte [107]. Die beste Übereinstimmung kann mittels der Formulierung

$$k = 0,0122 + 0,01 \cdot \exp\left(-\frac{c_{eff} - 0,303 \text{ Ma-\%}}{0,24 \text{ Ma-\%}}\right) \quad (5.14)$$

in [1/°C] erzielt werden. Die Wahl der Funktion liegt darin begründet, da sich in Übereinstimmung mit der Literatur bei hohen Legierungskonzentrationen ein konstanter k-Wert von näherungsweise 0,0125 1/°C einstellt [107, 108].

Restaustenit

Beim Härten von carbonitrierten Zuständen mit üblicherweise mehr als 0,5 bis 0,6 Ma-%C verbleiben Restaustenitanteile in der Randschicht. Je höher der gelöste Elementanteil (und je niedriger somit M_S), desto höher ist in der Regel der volumetrische Anteil des Austenits. Aufgrund chemisch-mechanischer Stabilisierung kann dieser beim Carbonitrierten von chromhaltigen Stählen Volumenanteile von bis zu 70% annehmen [57]. Für die vorliegenden Zustände wurden drei Proben analysiert und anschließend gemittelt. Die Modellierungskurve des resultierenden Austenits ergibt sich ebenfalls über die Gleichung nach Koistinen und Marburger [82]

$$w_A^{KM} = \exp(-k(c_{eff}) \cdot (M_S(c_{eff}) - T)). \quad (5.15)$$

Durch Einsetzen der oben genannten Modelle für $M_S(c_{eff})$ und $k(c_{eff})$ und der finalen Abschrecktemperatur des Heliums von $T = 20^\circ\text{C}$ kann der stabilisierte Restaustenitanteil errechnet werden. Das Modell sowie die experimentell ermittelten Werte sind in Abb. 5.10 visualisiert. Zusätzlich wurde die 60°C -Linie dargestellt, da dies in späteren Abschreckversuchen der Abschrecktemperatur in Öl entspricht. Unter Berücksichtigung, dass sich der berechnete Anteil an Restaustenit aus der Verknüpfung der oben genannten Modellfunktionen zusammensetzt, kann eine gute Vorhersage der resultierenden Anteile an Restaustenit erzielt werden.

Nachfolgend soll auf die Menge des festgestellten Restaustenits eingegangen werden. Für den Zustand Fe-0,8C-0N wurden beispielsweise Restaustenitanteile von 6 Vol-% bestimmt. Hierbei sollte erwähnt werden, dass die Restaustenitstabilisierung signifikant von der verwendeten Legierung

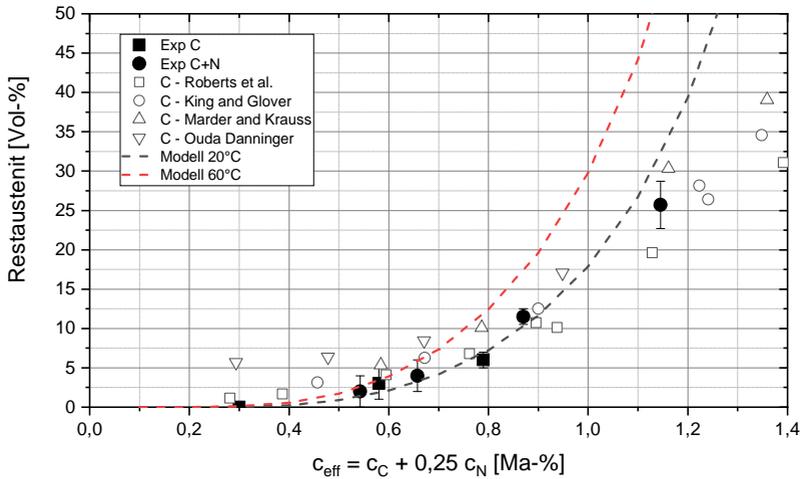


Abb. 5.10: Resultierende Volumenanteile des Restaustenits in Abhängigkeit der effektiven Wirkkonzentration c_{eff} nach [107] (geschlossene Symbole). Die offenen Symbole sind digitalisierte Daten verschiedener Autoren [48, 50, 47, 109]. Die gestrichelte Linie entspricht der Modellierungsfunktion aus M_s und k . Die 60 °C Linie visualisiert die resultierenden Anteile an Restaustenit bei Zieltemperatur 60 °C, gleiches gilt für die Menge an Restaustenit bei Zieltemperatur 20 °C.

abhängt. Die in dieser Arbeit verwendete Legierung Fe-0,85Mo kann im Vergleich zu sonst üblichen Einsatzstählen (20MnCr5, 18CrNiMo7-6), die üblicherweise mehr als 1 Ma-%Cr und höhere Mangananteile aufweisen, als quasi unlegiert bezeichnet werden. Als sinnvollerer Vergleich sind in Abb. 5.10 Messdaten aus Arbeiten an Reineisen und unlegierten Stählen dargestellt [48, 50, 47, 109]. Hierbei liegen die ermittelten Anteile in guter Übereinstimmung.

Volumensprung

Aufgrund der Unterschiede der Packungsdichte des kfz-Gitters und krz-Gitters kommt es bei der martensitischen Umwandlung zu einer Volumenzunahme. Durch die scherkontrollierte Umwandlung des Martensits aufgrund des eingelagerten Kohlenstoffs ist dieser Volumensprung - in Abhängig-

keit des interstitiell gelösten Kohlenstoffs - zusätzlich erhöht. Die Bestimmung des martensitischen Volumenssprungs $\Delta V_{\gamma \rightarrow \alpha}$ erfolgt über die Gleichung nach Moyer [110] mit

$$\left(\frac{\Delta V_{\gamma \rightarrow \alpha}}{V_\gamma} \right)_T = 3 \left(\frac{\Delta L_T}{L_\gamma(T)} \right) + 3 \left(\frac{\Delta L_T}{L_\gamma(T)} \right)^2 + \left(\frac{\Delta L_T}{L_\gamma(T)} \right)^3 \quad (5.16)$$

in Abhängigkeit der Längenänderung ΔL_T und der Länge der Probe in austenitischer Phase L_γ . Zu beachten ist, dass die Referenztemperatur der Auswertung für jeden Zustand auf die jeweilige M_S -Temperatur gelegt ist. Dies stellt eine Vergleichbarkeit mit Literaturdaten sicher. Darüber hinaus wurde bei restaustenithaltigen Zuständen der Volumensprung um den nicht umgewandelten Anteil korrigiert. In nachfolgender Abb. 5.11 wird die Auswirkung der Elemente Kohlen- und Stickstoff sowie der Porosität auf den resultierenden Martensitvolumensprung diskutiert. Aus der Übersichtsarbeit von Tsuchiyama [46] ergeben sich für den Fe-N Martensit im Vergleich zum Fe-C Martensit identische Gitterkonstanten und Achsverhältnisse c/a . Dementsprechend scheint die Annahme der Darstellung über den effektiven Kohlenstoffgehalt gerechtfertigt. Mehrere überlagerte Effekte zeigen sich im Diagramm, die im Einzelnen diskutiert werden. Zunächst ist der steigende Volumensprung mit steigendem C- und N-Gehalt über alle Chargen ersichtlich. Bei genauerer Analyse der einzelnen Dichten zeigt sich ein mit der Dichte zunehmender Volumensprung. Hierzu wurde zusätzlich ein sintergeschmiedeter Zustand mit einer Dichte von $7,75 \text{ g/cm}^3$ untersucht. Der resultierende Volumensprung der näherungsweise porenfreien Variante liegt im Bereich der Literaturdaten von Moyer und Goldschmidt. Aus der Dissertation von Warke [42] kann den dilatometrischen Kurven gleicher Legierungszusammensetzung und unterschiedlicher Dichte ebenfalls ein Unterschied im Volumensprung entnommen werden. Zu beachten ist, dass die Daten von Warke aufgrund der langen Austenitisierungsdauer bei geringerer Dichte einer möglichen Entkohlung unterliegen, die die Messergebnisse überlagern

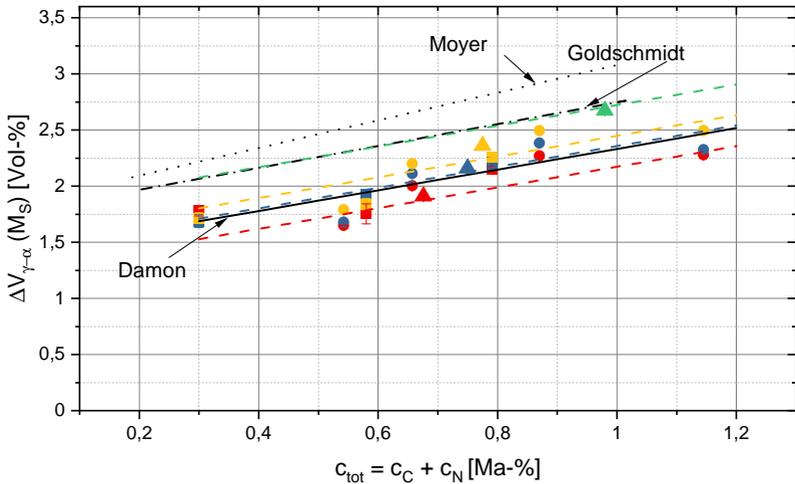


Abb. 5.11: Resultierender Volumensprung $\Delta V_{\gamma \rightarrow \alpha}$, ausgewertet bei der jeweiligen M_S -Temperatur, korrigiert um den nicht umgewandelten Anteil Restaustenit nach [107]. Rechtecke: aufgekohlte Zustände, Kreise: carbonitrierte Zustände. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$. Nachträgliche Versuche der Dichte $7,75 \text{ g/cm}^3$ (grün) konnten den Einfluss der Dichte bestätigen. Die gestrichelten Linien entsprechen dem Modell nach Gl. 5.17 und 5.18. Als Referenz sind als schwarze Linien die röntgenographisch ermittelten Volumensprünge aus Literaturdaten angegeben [110, 111, 112].

kann. Darüber hinaus scheint sich ein Offset zwischen den Dichten zu zeigen. Je höher die untersuchte Dichte, desto größer ist im Durchschnitt der resultierende Volumensprung. Um beiden Phänomenen unabhängig Rechnung zu tragen, wurden die Mechanismen getrennt durch

$$\Delta V_{\gamma-\alpha}^{M_S} = \Delta V_{\gamma-\alpha}^0(p) + b \cdot c_{eff} \quad (5.17)$$

bei der Referenztemperatur $T_{ref} = 0^\circ\text{C}$ in [Vol-%] abgebildet. Hierbei wird die Zunahme des Volumensprungs durch die Legierungsbestandteile durch den Faktor $b = 0,9225 \text{ Vol-\%/Ma-\%}$ definiert. Die Verschiebung des Volu-

mensprungs in Reineisen wird in linearer Abhängigkeit von der Porosität durch

$$\Delta V_{\gamma-\alpha}^0(p) = 1,85 \text{ Vol-\%} - 0,0458 \text{ Vol-\%} \cdot p \quad (5.18)$$

als Fit-Funktion bestimmt. Für dichte bzw. porenfreie Materialien bietet der Modellansatz gute Übereinstimmungen mit den röntgenographischen Ergebnissen von Goldschmidt [111]. In Abb. 5.11 sind die rein kohlenstoffhaltigen Zustände als Rechtecke visualisiert, die carbonitrierten Zustände als Punkte. Die kohlenstoffhaltigen Zustände folgen dem linearen Fit mit nur geringen Abweichungen. Die carbonitrierten Zustände können ebenfalls gut abgebildet werden, scheinen jedoch einen parabelförmigen Verlauf in Abhängigkeit zunehmender Stickstoffmenge anzudeuten.

Härte

Die resultierende Härte in der Randschicht nach dem Carbonitrieren ist wesentlich für die Langlebigkeit verschleißbehafteter Bauteile. Nach Austenitisierung wurden die untersuchten Zustände innerhalb von 2 s auf Raumtemperatur abgeschreckt, Abb. 5.12 zeigt die Härte der untersuchten Zusammensetzungen. Die vollen Symbole stellen die resultierende Makrohärte (HV10) dar, welche die Porosität berücksichtigt. Die halbvollen Symbole zeigen die Mikrohärt (HV0,1) ohne Einfluss der Porosität. Die Mikrohärt in Abhängigkeit der Legierungselemente zeigt einen typischen Verlauf von zunehmender Härte mit zunehmendem Legierungselementgehalt bis zu einem Kohlenstoffgehalt von ca 0,8 Ma-%. Ab 0,8 Ma-% zeigt sich ein Härtemaximum bei ca. 1050 HV0,1. Die Wechselwirkung von einerseits steigender Härte des Martensits und andererseits steigendem Restaustenitgehalt führen zur Ausbildung dieses Maximums.

Im Folgenden soll der Beitrag des Stickstoffs auf die Härte diskutiert werden. Vergleicht man die drei Chargen rund um 0,5-0,6 Ma-%, so können zwei carbonitrierte und eine aufgekohlte Variante analysiert werden. Dabei zeigt die aufgekohlte Variante Fe+0.58C+0N (halbgefüllte Quadrate) eine

deutlich höhere Härte als die umliegenden Zustände $\text{Fe}+0,5\text{C}+0,17\text{N}$ und $\text{Fe}+0,63\text{C}+0,11\text{N}$. Der zusätzliche Härtebeitrag von Stickstoff kann im Vergleich zu Kohlenstoff als vernachlässigbar interpretiert werden. Literaturquellen, wie beispielsweise der Bericht des AiF-Projekts Carbozahn [57], zeigen bei gleichen Zugaben von Kohlenstoff und der Variation von Stickstoff identische Härten, solange der Anteil an Restaustenit nicht signifikant erhöht wird. Stellt man die Härteverläufe rein über dem Kohlenstoff dar, so ergibt sich ein konsistenter Verlauf, der durch mathematische Funktionen beschrieben werden kann. Die Übereinstimmung der Mikrohärtungen bei glei-

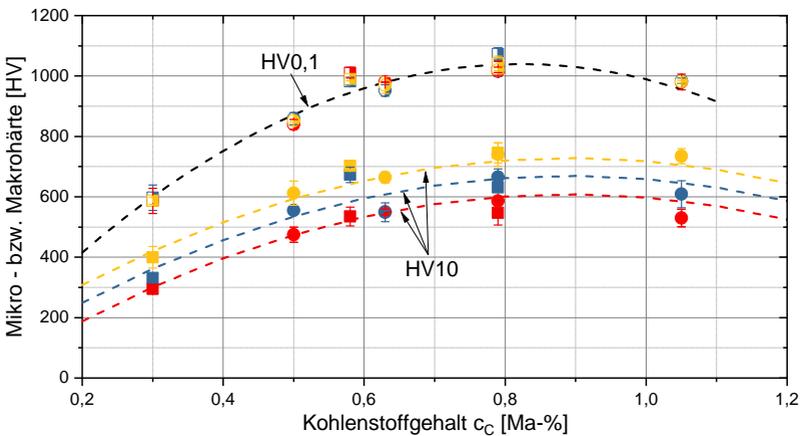


Abb. 5.12: Ergebnisse der Makro- (HV10) und Mikrohärtmessung (HV0,1) der martensitischen Zustände in Abhängigkeit der gelösten Legierungselemente nach [107]. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$. Die schwarze Linie ist durch Gl. 5.19 und die farbigen Linien durch Gl. 5.20 definiert.

chem Zustand und unterschiedlicher Dichte bestätigt die Erkenntnisse aus der Auswertung der Martensitkinetik. Bei gleicher chemischer Zusammensetzung ergeben sich dichte- bzw. porositätsunabhängig identische Härten. Das Maximum an erreichbarer Härte von ca. 1000 HV0,1 kann als hoch bezeichnet werden. Dies kann einerseits durch die hohen Abschreckraten im

Dilatometer erklärt werden (wodurch geringe Selbstanlasseffekte auftreten) und andererseits durch das relativ feine Austenitkorn und die folglich feinere Mikrostruktur. Zusätzlich sollte erwähnt werden, dass durch die Prüfnorm (DIN EN 4507) Ausreißer entfernt werden dürfen, wodurch es zu einer Überschätzung der Härte kommen kann. Insgesamt konnte vom Grundzustand von ca. 600 HV_{0,1} eine Erhöhung der Randhärte um 400 HV_{0,1} auf über 1000 HV_{0,1} erreicht werden. Die Beschreibung der Härtebeiträge wurde mittels quadratischem Ansatz in Abhängigkeit des Kohlenstoffgehalts c_C in [Ma-%] nach

$$HV^{0,1}(c_C) = 2648 \text{ HV Ma-\%}^{-1} \cdot c_C - 1609 \text{ HV Ma-\%}^{-2} \cdot c_C^2 \quad (5.19)$$

bestimmt [107]. Für die Makrohärte HV₁₀ ergibt sich ein dazu konsistenter Verlauf mit Härtemaxima zwischen 580 HV₁₀ und 750 HV₁₀ im Vergleich zur Mikrohärtigkeit. Dabei spielt nun der Anteil an Porosität eine wesentliche Rolle. Die dazugehörige Funktion wurde darüber hinaus mit einem linearen Porositätsanteil durch

$$HV^{10}(c_C) = 137 \text{ HV} + 1566 \text{ HV Ma-\%}^{-1} \cdot c_C - 878 \text{ HV Ma-\%}^{-2} \cdot c_C^2 - 19 \text{ HV Vol-\%}^{-1} \cdot p \quad (5.20)$$

mit p in [Vol-%] formuliert. Dies entspricht der theoretischen Härte die durch sehr hohe Abschreckraten möglich wäre. In der Realität wird i.d.R. mit Öl abgeschreckt um mögliche Härterisse und Verzug zu vermeiden bzw. zu minimieren. Zudem können bei größeren Bauteilvolumina keine hohen Abschreckraten erreicht werden. Darüber hinaus ist die Zieltemperatur entscheidend, da diese den Anteil des umgewandelten Martensits bestimmt und zu Anlasseffekten führen kann. Die resultierende Härte im Prozess des Öl-abschreckens wird im folgenden Abschnitt diskutiert.

Härte nach Ölabschrecken und Anlassbehandlung

Um ein besseres Verständnis der sich ausbildenden Härte zu untersuchen, wurden Dilatometerproben mit einer langsameren, dem Ölabschrecken vergleichbaren Temperaturführung abgeschreckt. Die Abkühlrate orientiert sich dabei an der Wärmebehandlungssimulation, die mit den vorliegenden Wärmeübergangskoeffizienten (bereitgestellt von Leibniz-IWT Bremen) durchgeführt wurden. Dazu wurden die Zustände nach dem Austenitisieren in 2 s auf 400 °C abgekühlt, anschließend in 10 s auf 200 °C und im letzten Schritt in 30 s auf 60 °C abgekühlt. Die Proben wurden anschließend direkt wieder erwärmt und bei 180 °C für 1 h angelassen. In nachfolgender Abb. 5.13 sind die resultierenden Mikrohärtungen und zum Vergleich die Härten nach scharfer Abschreckung (vorheriger Abschnitt) dargestellt. Der

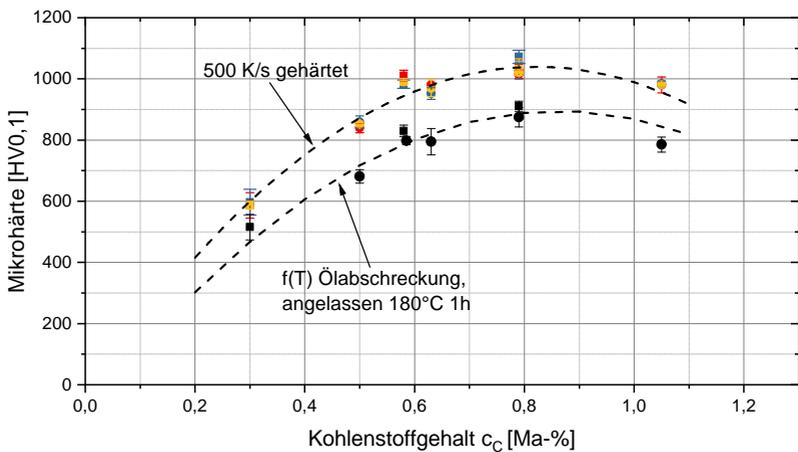


Abb. 5.13: Mikrohärtung in Abhängigkeit der Abkühlbedingungen. Farbige sind die mit 500 K/s auf 20 °C abgeschreckten Martensitproben dargestellt. Rot: 6,9 g/cm³, blau: 7,2 g/cm³, gelb: 7,35 g/cm³. Schwarz sind die durch Temperaturführung analog der Ölabschreckung abgekühlten Proben auf 60 °C, mit direkter Anlassbehandlung im Anschluss dargestellt.

Basiszustand bei 0,3 Ma-%C zeigt eine um 100 HV_{0,1} geringere Härte. Für die höherlegierten Zustände ergibt sich ein Offset zwischen 150-200 HV_{0,1}.

Vergleicht man den Gesamttrend der einsatzgehärteten sowie carbonitrierten Varianten nach dem Anlassen, lässt sich keine erhöhte Anlassstabilität für die carbonitrierten Varianten berichten. Während die nur aufgekohlten Varianten leicht höhere Gesamthärten im gehärteten und angelassenen Zustand erreichen, bleibt der relative Verlauf zwischen den Zuständen identisch. Die aus Literatur berichtete Anlassstabilität aufgestickter Zustände kann somit nicht bestätigt werden. Als Funktion der resultierenden Härte kann analog ein quadratischer Ansatz der Form

$$HV_{60^{\circ}\text{C}}^{0,1}(c_C) = -110\text{HV} + 2329\text{HV Ma}\text{-}\%^{-1} \cdot c_C - 1350\text{HV Ma}\text{-}\%^{-2} \cdot c_C^2 \quad (5.21)$$

in Abhängigkeit des Kohlenstoffgehalts c_C in [Ma-%] definiert werden, siehe Abb. 5.13.

5.3.4 Isotherme Umwandlungen

Zur Vorhersage der Umwandlungsvorgänge einsatzgehärteter Zustände müssen die Gefügebestandteile in Abhängigkeit der Legierungselemente sowie der Zeit und Temperatur beschrieben werden. Im Fall isothermer Umwandlungen wird in der Regel zwischen Ferrit, Perlit und Bainit unterschieden. Modellhaft werden hierfür die Temperaturintervalle benötigt, in denen die Phasenbildung stattfindet. Exemplarisch wird die M_S -Temperatur als untere Grenze der isothermen Versuche definiert. Wie in den Grundlagen beschrieben, liegt die Temperatur des eutektoiden Punktes des Fe-N Systems bei 592°C und wurde als obere Grenze definiert. Die Durchführung der isothermen Umwandlungsversuche erfolgte für jeden Zustand in diskreten 50 K Schritten im Temperaturintervall von $M_S \leq T \leq 592^{\circ}\text{C}$.

Bestimmung der Umwandlungsgrenzen

In folgender Abbildung 5.14 sind exemplarisch bainitisch- und ferritisch-perlitische Gefüge dargestellt. Die Unterscheidung erfolgt durch die Mor-

phologie der Mikrostruktur. Da in der bainitischen Mikrostruktur der Zementit vereinzelt innerhalb der Nadeln wächst, kann Perlit im Vergleich anhand der zeilenartigen Anordnung identifiziert werden. Abb. 5.14a und 5.14c zeigen jeweils eine bainitisch umgewandelte Mikrostruktur mit fein verteilten Karbiden, während im Gegensatz dazu bei Abb. 5.14b und 5.14d eine lamellare, perlitische Mikrostruktur identifiziert werden kann. Nachfol-

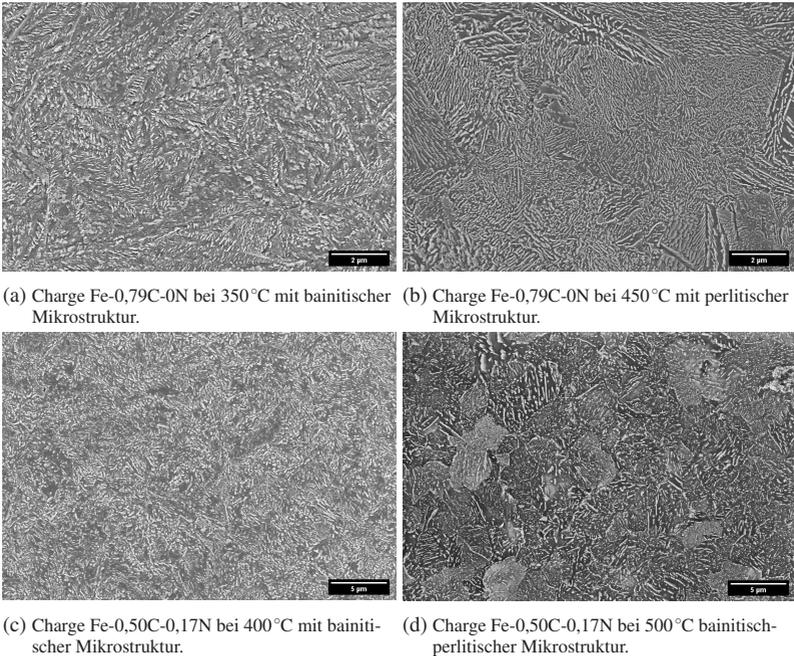


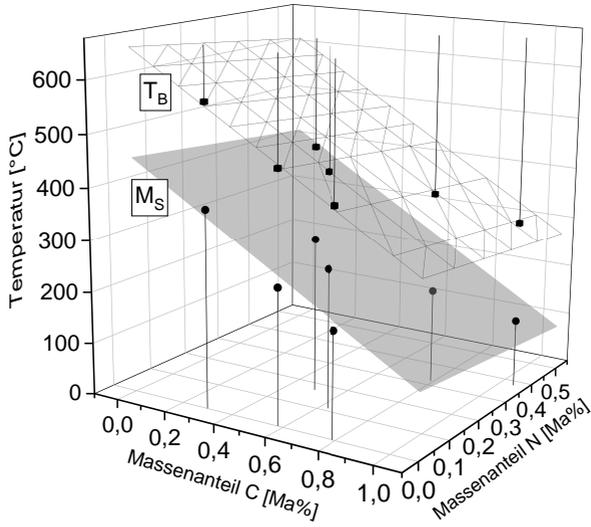
Abb. 5.14: Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen verschiedener Gefügestände der Chargen Fe-0,79C-0N (C) und Fe-0,50C-0,17N (C+N). Anhand der vereinzelt Karbidinseln lässt sich der Bainit identifizieren, während der Perlit eine streifenförmige Morphologie aufweist.

gend sind in Abb. 5.15a die experimentell ermittelten Grenztemperaturen der einzelnen Chargen in Form von Punkten dargestellt. Die Grenzfläche der martensitischen Umwandlung ist dabei experimentell in Form von Punkten und als bilineare Funktion M_S in Grau dargestellt, die Übergangstemperatur

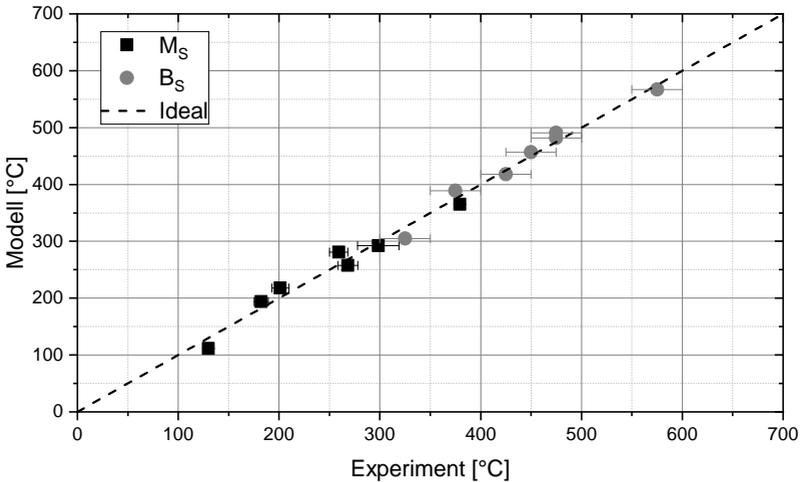
von Bainit zu Ferrit-Perlit als Rechtecke bzw. Drahtfläche. Die Beschreibung der Martensitstart-Temperatur kann Abschnitt 5.3.3 entnommen werden. Die Modellierung der Übergangstemperatur von Bainit in Ferrit-Perlit ist in Abhängigkeit des Kohlen- und Stickstoffgehaltes beschreibbar durch

$$T_B = 658^\circ\text{C} - 304^\circ\text{C Ma}\%^{-1} \cdot c_{eff} \quad (5.22)$$

mit dem Beginn der Bainitumwandlung T_B in [$^\circ\text{C}$]. Zu beachten ist, dass die Einflussparameter fast identisch mit denen der Martensitkinetik sind und sich durch eine Verschiebung der Temperatur von 203 K beschreiben lassen. Dargestellt sind die experimentellen Standardabweichungen sowie die Ideallinie, bei der eine perfekte modellhafte Übereinstimmung vorliegen würde. In Anbetracht der Größe des Untersuchungsintervalls einerseits und der Einfachheit des Modells andererseits liegen geringe Abweichungen der Größe von 10 – 20 K vor. Beachtet werden sollte außerdem, dass durch die Wahl der Stützstellenweite von 50 K die T_B -Temperatur nur auf 50 K genau definiert werden konnte und somit eine Standardabweichung von 25 K aufweist.



(a) 3D-Plot der Bestimmung der Temperatur-Umwandlungsgrenzen zwischen martensitischer, bainitischer und ferritisch-perlitischer Umwandlung.



(b) Regressionsplot der Übereinstimmung experimenteller und modellierter Umwandlungsgrenzen.

Abb. 5.15: Darstellung (a) und Abgleich der Übereinstimmung (b) der experimentellen und modellierten Temperatur-Umwandlungsgrenzen martensitischer, bainitischer und ferritisch-perlitischer Umwandlung.

Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramme

Im Folgenden sind die ZTU-Schaubilder der untersuchten Chargen dargestellt. Die Proben wurden innerhalb von 10 s auf die Austenitisierungstemperatur von 940 °C erwärmt, bei dieser Temperatur für 10 s gehalten und anschließend in 2 s auf die Untersuchungstemperatur T_{iso} abgekühlt. Das Verlassen der Austenitisierungstemperatur definiert den zeitlichen Beginn der Umwandlung. Die isothermen Versuche wurden in Temperaturschritten ΔT_{iso} von 50 K im Temperaturbereich zwischen Martensitstart bis zur eutektoiden Temperatur des Fe-N Systems durchgeführt. Die Auswertung der Start- und Endzeiten sind in Abb. 5.16 illustriert. Die Umwandlungskurven nahe 592 °C deuten bereits aufgrund der verlangsamten Umwandlung das Ende der Umwandlungsgrenze an. Bei Betrachtung der untersuchten Chargen stellt man fest, dass die Umwandlungsnasen von Ferrit, Perlit und Bainit zusammenfallen. Dies zeigt sich unabhängig vom Kohlen- und Stickstoffgehalt. Totten [55] fasst dieses Verhalten für Stähle zusammen, die keine bzw. geringe Anteile an karbidformenden Elementen wie Cr, Mo, W und V aufweisen. Die exakte Unterscheidung der Phasen konnte somit nicht durch Dilatometrie erfolgen, da sich in den Dilatationskurven keine markante Trennung ergibt. Die exakte Unterscheidung der Bainitstarttemperaturen erfolgte durch hochauflösendes REM (siehe Kapitel 5.3.4). Durch Hinzugabe von Kohlen- und Stickstoff verschiebt sich die Martensit- und Bainitbildung zu tieferen Temperaturen. Interessant ist, dass sich die Temperatur des Beginns der Bainitbildung näherungsweise parallel mit dem Beginn der Martensitbildung verschiebt. Von den jeweiligen Zuständen unabhängig umspannt das Temperaturintervall der Bainitbildung ungefähr 200 K. Dementsprechend erweitert sich das Gebiet der Ferrit-Perlit-Bildung mit zunehmendem Legierungsgehalt an C und N. Die Umwandlung des Bainits verlangsamt in Abhängigkeit der abnehmenden Bildungstemperatur. Ein Vergleich der Zustände Fe-0,8C (Abb. 5.16e) und Fe-0,8C-0,3N (Abb. 5.16d) zeigt die verlangsamende Wirkung des Stickstoffs. Bei der Bildungstemperatur

350 °C liegen Beginn und Ende der Umwandlung von Fe-0,8C bei 100 s und 400 s. Im Zustand Fe-0,8C-0,3N hingegen bei 200 s und 900 s. Vergleicht man die Zusammensetzung von Fe-0,5C-0,17N (Abb. 5.16a) mit der Zusammensetzung Fe-0,58C-0N (Abb. 5.16b), wird deutlich, dass der Effekt des Stickstoffes auf die Umwandlungsverzögerung des Bainits deutlich geringer ausfällt als der des Kohlenstoffs. Analog konnte dies im Kapitel der martensitischen Umwandlung bestätigt werden. Im Vergleich dazu wird die Ferrit-Perlit-Bildung nicht von der Hinzugabe von Kohlen- und Stickstoff beeinflusst. Bei Bildungstemperaturen über 500 °C zeigt sich zustandsunabhängig ein Umwandlungsbeginn unter 10 s. Im Vergleich zu bekannten ZTU-Schaubildern aufgekohlter Zustände wie beispielsweise 20MnCr5 kann hier nur eine unwesentliche Verschiebung der Ferrit-Perlit-Nase beobachtet werden. Begleitende röntgenographische Restaustenitanalysen haben hierbei keine signifikanten Mengen an Restaustenit detektieren können. Dies ist in Einklang mit der Literatur, in welcher der Effekt der sogenannten 'Incomplete Reaction', also der unvollständigen Umwandlung, nur für siliziumhaltige Stähle beschrieben wurde [113].

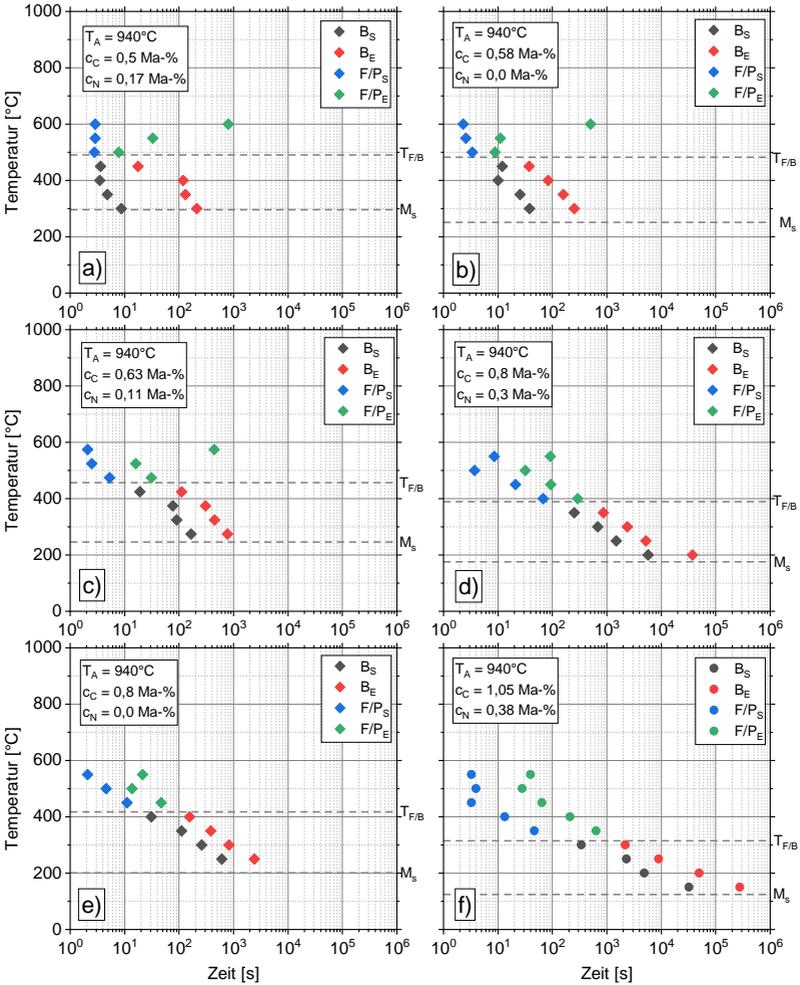


Abb. 5.16: Isotherme ZTU-Schaubilder verschiedener Kohlen- und Stickstoffkonzentrationen der Dichte $\rho = 7,2 \text{ g/cm}^3$ nach Austenitisierung bei 940 °C. a) Fe-0,5C-0,17N, b) Fe-0,58C-0N, c) Fe-0,63C-0,11N, d) Fe-0,8C-0,32N, e) Fe-0,8C-0N, f) Fe-1,05C-0,38N.

Einfluss der Porosität

Mehrere Autoren berichten von einer Beeinflussung der Umwandlungsgeschwindigkeit in Abhängigkeit der Dichte bzw. der vorliegenden Porosität [6, 114]. Begründet wird dies von Nusskern [6] mit der erhöhten Oberflächendiffusion an den Porengrenzen, die zu einer beschleunigten Keimbildung führen soll. Um den Einfluss der Porosität auf die Umwandlungskinetik näher zu beleuchten, wurden Versuche des Einflusses unterschiedlicher Dichten an ausgewählten Zuständen und Temperaturen durchgeführt. Die daraus resultierenden Start- und Endzeiten der Umwandlung der Dichten $6,9 \text{ g/cm}^3$ und $7,35 \text{ g/cm}^3$ sind in den nachfolgenden ZTUs ergänzt worden (vgl. Abb. 5.16 und Abb. 5.17). Die Zustände unterschiedlicher Dichten weisen bei der jeweiligen Bildungstemperatur vergleichbare Start- und Endzeiten auf. Zufällige Abweichungen können identifiziert werden, diese scheinen jedoch keine Signifikanz aufzuweisen und dementsprechend eher statistischer Natur zu sein. Im Vergleich zu Nusskern [6] konnte hier keine klare Tendenz identifiziert werden. Da kein systematischer Einfluss in Abhängigkeit der Dichte festgestellt werden kann, wird der Effekt der Dichte bzw. Porosität auf die Umwandlungskinetik nicht weiter berücksichtigt.

Modellierung

Die Herausforderung der Modellbildung anhand der Vielzahl untersuchter Zustände besteht in einer generalisierten Formulierung in Abhängigkeit des Kohlen- und Stickstoffgehalts. Bei Optimierung der modellhaften Abbildung eines ZTU's mit einer spezifischen Zusammensetzung und einem beschränkten Temperaturintervall besteht die Problematik, dass die Übertragung auf veränderte Temperaturen und Zusammensetzungen keine optimale Übereinstimmung bietet. Zu diesem Zweck wird ein gesamtheitlicher Optimierungsansatz nach der Downhill-Simplex-Methode [115] eingesetzt. Hierzu werden jeder Umwandlungskinetik Attribute in Form von Temperatur und Zusammensetzung zugewiesen, nach denen optimiert wird. Die Opti-

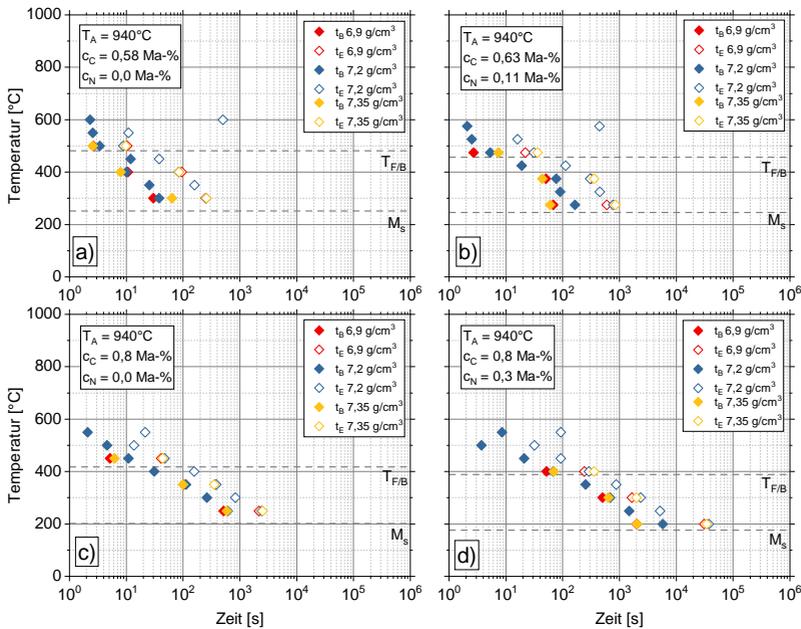


Abb. 5.17: Isotherme Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubilder verschiedener Kohlen- und Stickstoffkonzentrationen nach Austenitisierung bei 940 °C, in Abhängigkeit der untersuchten Nennichte. Rot: 6,9 g/cm³, blau: 7,2 g/cm³, gelb: 7,35 g/cm³. a) Fe-0,58C-0N, b) Fe-0,63C-11N, c) Fe-0,8C-0N, d) Fe-0,8C-0,3N.

mierung erfolgt anhand des normierten Fehlers zwischen experimenteller Umwandlungskinetik und dem gewählten Kinetikmodell an 100 diskreten, äquidistanten Stützstellen je Umwandlungskinetik.

Im Folgenden wird das verwendete Modell zur Beschreibung der Umwandlungskinetik eingeführt. Die Umwandlungsrate kann nach van Bohemen [81] durch

$$\frac{dw_B}{dt} = (1 - w)(1 + \lambda w)\kappa \quad (5.23)$$

mit dem umgewandelten Bainitanteil w_B , dem sogenannten einheitenlosen autokatalytischen Faktor λ und κ als zusammengefasste Nukleationsrate in

[1/s] definiert werden. Durch Integration der Funktion ergibt sich für den umgewandelten Anteil

$$w_B = \frac{1 - \exp(-\kappa t(1 + \lambda))}{1 + \lambda \exp(-\kappa t(1 + \lambda))} \quad (5.24)$$

in Abhängigkeit der zwei Parameter λ und κ . Folgt man der Literatur kann die Nukleationsrate κ durch

$$\kappa = \frac{kT}{h} \alpha_B (T_B - T) \exp\left(-\frac{Q^*}{kT}\right) \quad (5.25)$$

beschrieben werden. Die notwendigen Größen zur Beschreibung sind die Boltzmannkonstante $k = 1,38 \cdot 10^{-23} \text{ JK}^{-1}$ und das Planck'sche Wirkungsquantum $h = 6,626 \cdot 10^{-34} \text{ Js}$, dem Vorfaktor α_B , der theoretischen Bainit-Starttemperatur T_B (siehe Abschnitt 5.3.4) und der aktuellen Temperatur T in [K] sowie der Aktivierungsenergie Q^* in [J]. Im Zuge des Optimierungsvorganges hat sich bei Variation der Einflussparameter gezeigt, dass der Großteil der Verschiebung der Umwandlungskinetik über den Parameter κ erfolgen kann. Dabei wirkt sich der Parameter κ hauptsächlich auf den Beginn der Umwandlung aus. Der zweite Parameter λ gilt als bestimmende Größe der Geschwindigkeit der Umwandlung. Dabei wird von van Bohemen postuliert [81], dass dieser umso höher ausfällt, je größer das Austenitkorn ist und desto mehr Möglichkeiten sich für autokatalytische Reaktion bietet. Die Beeinflussung des autokatalytischen Faktors λ in Abhängigkeit der Austenitkorngröße bei sonst identischer Prozessführung konnte an aufgekohlten Zuständen von 20MnCr5 gezeigt werden [80].

Die Wahl der Beschreibungsfunktion für κ und λ ist wesentlich für eine gute Übereinstimmung des Modells zu den experimentellen Daten. Die Optimierung der einzelnen Kinetiken erfolgt wie oben beschrieben gesamtlich, das heißt alle einzelnen Kinetiken werden samt ihrer Attribute (Temperatur, Zusammensetzung) in den Optimierungsansatz eingelesen und den Kinetikparametern (λ , κ) werden modellhaft Abhängigkeiten unterstellt. Da die

Trennung der Umwandlungsnasen aufgrund fehlender Karbidbildner nicht erfolgt, werden vereinfacht exponentielle Ansätze gewählt. Nachfolgend sind exemplarisch die Umwandlungskurven in Abhängigkeit der optimierten Parametersets sowie die experimentellen Verläufe in Abb. 5.18 dargestellt. Die besten Übereinstimmungen konnten mit $\lambda = 100$ erzielt wer-

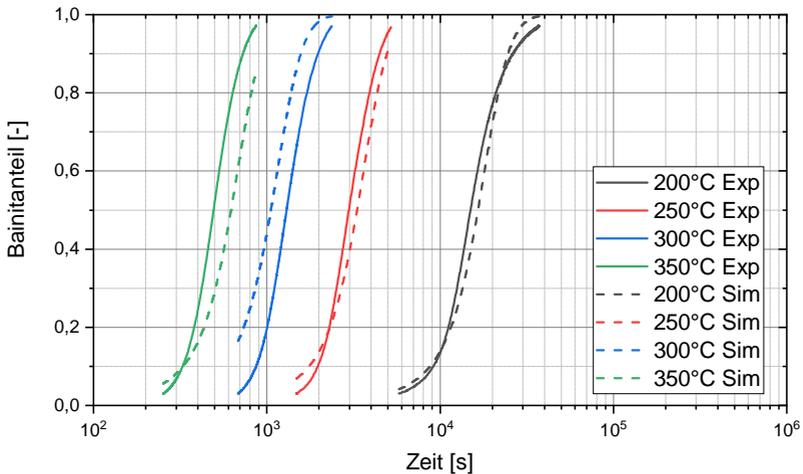


Abb. 5.18: Exemplarische Darstellung der Übereinstimmung zwischen der experimentellen und modellierten Bainitkinetik für Fe-0,8C-0,32N.

den. Bei Analyse der Umwandlungsdauern zwischen Start und Ende der bainitischen Umwandlungen aus den ZTU-Schaubildern (Abb. 5.16) wird ersichtlich, dass sich eine zusammensetzungsunabhängige Umwandlungsspanne von ca. einer halben Zehnerpotenz ergibt. Da der autokatalytische Parameter näherungsweise der logarithmischen Dauer zwischen Start und Endzeitpunkt entspricht, ist die Wahl eines konstanten Wertes schlüssig. Bei den vorliegenden PM-Stählen liegen Korngrößen von ungefähr $10\ \mu\text{m}$ vor. Es kann also vermutet werden, dass aufgrund des feinen Austenitkorns die Menge an Korngrenzen deutlich erhöht ist und somit die Umwandlung beschleunigt wird.

Nachfolgend wird die modellhafte Beschreibung des Parameters κ diskutiert. Die beste Übereinstimmung wurde in Form einer Exponentialfunktion in Abhängigkeit der Temperatur

$$\kappa = k_1 \cdot \exp(-k_2 + k_3 \cdot T) \quad (5.26)$$

und mit drei konzentrationsabhängigen Koeffizienten k_1 in [1/s], k_2 einheitenlos und k_3 in [1/K] erzielt. Die Koeffizienten sind durch

$$k_1 = 0,938 \text{ s}^{-1} - 2,533 \text{ Ma}\cdot\%^{-1} \text{ s}^{-1} \cdot c_C + 1,744 \text{ Ma}\cdot\%^{-2} \text{ s}^{-1} \cdot c_C^2 - 0,04615 \text{ Ma}\cdot\%^{-1} \text{ s}^{-1} \cdot c_N, \quad (5.27)$$

$$k_2 = -4,0741 - 15,533 \text{ Ma}\cdot\%^{-1} \cdot c_C, \quad (5.28)$$

$$k_3 = 0,000119 \text{ K}^{-1} + 0,022762 \text{ K}^{-1} \text{ Ma}\cdot\%^{-1} \cdot c_C. \quad (5.29)$$

mit den Konzentrationen c_C und c_N in [Ma-%] formuliert. Um die Vorhersagequalität beurteilen zu können, sind in Abb. 5.19 die ZTU-Schaubilder mit den modellierten Kurven dargestellt. Der exponentielle Ansatz zur Abbildung der Bainitkinetik scheint zielführend zu sein, da der Gesamttrend der Abhängigkeit von Zeit und Temperatur auf die Umwandlungskinetik gut abgebildet werden kann. Die größten Abweichungen treten für den Zustand Fe-0,5C-0,17N auf. Eine mögliche Ursache ist die sehr schnelle Umwandlung. Hierbei kann es passieren, dass bereits beim Abkühlen auf die isotherme Haltetemperatur ein Teil umwandelt und somit nicht korrekt erfasst werden kann. Bei längeren Umwandlungsdauern kann das Modell die Umwandlungsvorgänge zunehmend besser abbilden.

Die Umwandlungskinetiken des ferritisch-perlitischen Gefüges weisen keine deutliche Veränderung der Umwandlungszeiten in Abhängigkeit der Legierungselemente auf. Durch die Anreicherung mit Kohlen- und Stickstoff wird das Gebiet der Umwandlung zu tieferen Temperaturen erweitert. Im Temperaturbereich zwischen 400 und 600 °C beginnt die Umwandlung auch

in hochaufgekohnten Zuständen in weniger als 10 s. Aufgrund des nur geringen chemischen Einflusses wird die Modellierung der ferritisch-perlitischen Umwandlungskinetik temperaturabhängig durch den Avrami-Ansatz

$$w_{FP} = 1 - \exp\left(- (b(T) \cdot t)^{n(T)}\right) \quad (5.30)$$

beschrieben. Mit dem Exponentialansatz in Abhängigkeit der Temperatur des Vorfaktors

$$b(T) = 10^{-3} \text{s}^{-1} + 5 \cdot 10^{-4} \text{s}^{-1} \cdot \exp\left(\frac{T}{400^\circ\text{C}}\right) \quad (5.31)$$

und einem quadratischen Ansatz für den exponentiellen Term

$$n(T) = -20 + 9,17 \cdot 10^{-2} \text{C}^{-1} \cdot T - 9,6 \cdot 10^{-5} \text{C}^{-2} \cdot T^2 \quad (5.32)$$

mit der Temperatur in [°C] kann die Umwandlungskinetik formuliert werden. In Abbildung 5.19 sind die Übereinstimmungen der Kinetik zwischen Modell und Experiment dargestellt. Wie sich aus den Diagrammen zeigt, ändert sich die Umwandlungsnase durch die Anreicherung mit austenitstabilisierenden Elementen nur unwesentlich. Dementsprechend hat sich aus pragmatischer Sicht eine legierungselementunabhängige Modellierung als sinnvoll erwiesen. Dabei kann trotz eines vereinfachten Modellierungsansatzes die grundlegende Umwandlungskinetik beschreibbar gemacht werden.

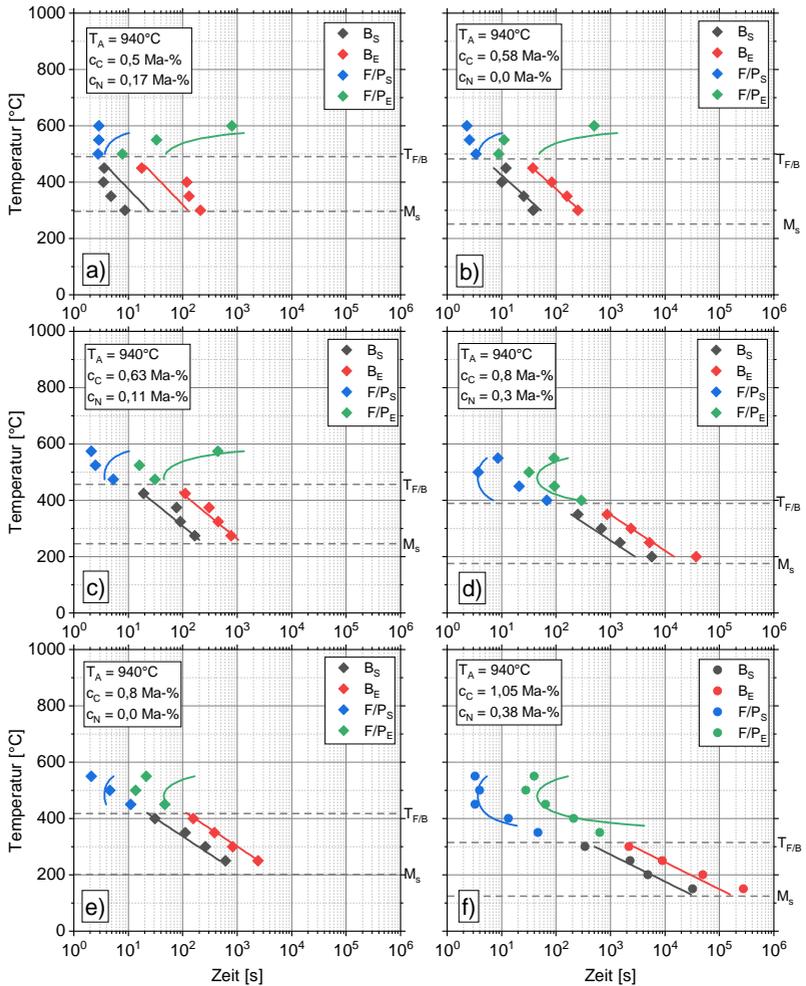


Abb. 5.19: Zeit-Temperatur-Umwandlungs-Diagramme der untersuchten chemischen Zusammensetzungen (a-f) der Dichte $\rho = 7,2 \text{ g/cm}^3$, Abgleich der Übereinstimmung der experimentellen Daten (Punkte) mit der modellhaften Beschreibung (Linien).

Härte

Die Untersuchung der Härte der isotherm umgewandelten Gefüge wurde an den für die ZTU-Schaubilder erstellten Zuständen durchgeführt (siehe Abschnitt davor). Abb. 5.20 zeigt die resultierende Härte in Abhängigkeit der Bildungstemperatur für alle untersuchten Zustände. Dabei zeigt sich, dass die Härte der bainitischen und ferritisch-perlitischen Mikrostruktur keine scharfe Grenze aufweist, sondern einer Abhängigkeit von der Bildungstemperatur unterliegt. Dies ist ersichtlich durch den Überlapp der ferritisch-perlitischen Gefüge mit bainitischen Gefügen (siehe dunkel- und hellgraue Symbole in Abb. 5.20). Insgesamt kann die resultierende Härte aus den isotherm gebildeten Phasen durch eine temperaturabhängig und legierungs-unabhängige Modellierung formuliert werden. Die Modellierung erfolgt in Abhängigkeit der Bildungstemperatur T_{iso} durch die Funktion

$$HV^{0,1}(T_{iso}) = 230 HV + 588 HV \cdot \exp\left(-\frac{T_{iso} - 226^{\circ}C}{188^{\circ}C}\right). \quad (5.33)$$

Ist die Bildungstemperatur gering genug, können im bainitischen Gefüge näherungsweise ähnliche Härten wie im Martensit festgestellt werden. Hierbei erreicht die bainitische Mikrostruktur bei einer Bildungstemperatur von $200^{\circ}C$ eine Mikrohärtigkeit zwischen $800-900 HV_{0,1}$. Mit zunehmender Bildungstemperatur fällt die Härte ab. Bei $350^{\circ}C$ konnte für insgesamt vier unterschiedliche Zusammensetzungen eine vergleichbare Härte erzielt werden. Dies verdeutlicht die Annahme, dass die Härte in erster Näherung unabhängig von der Zusammensetzung abgebildet werden kann.

Die perlitischen Zustände der Zusammensetzung Fe-1,05C-0,38N ($400^{\circ}C$ bis $600^{\circ}C$) weisen eine erhöhte Härte auf. Dies kann durch die Abkühlkurven erklärt werden, da hier nach dem Abschluss der isothermen Umwandlung der vorliegende Restaustenit bei Abkühlung auf Raumtemperatur in Martensit umgewandelt ist. Durch Abschätzung dilatometrischer Längenänderungen ergibt sich ein Martensitanteil von ca. 10%, der die Härtestei-

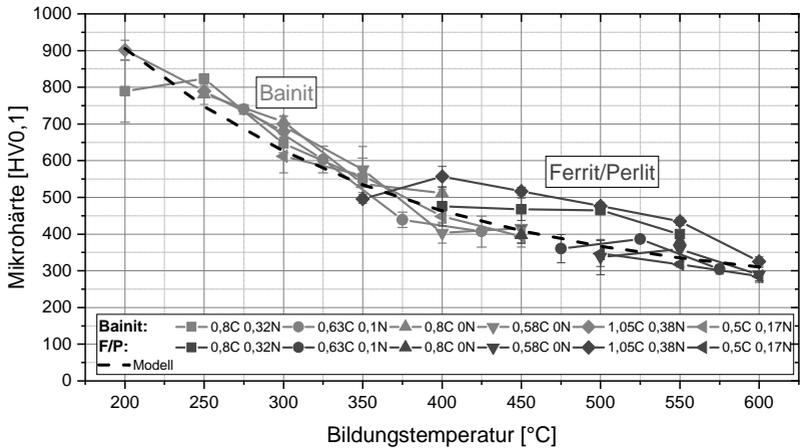


Abb. 5.20: Ergebnisse der Mikrohärtmessung der isotherm gebildeten Gefügebestandteile in Abhängigkeit der gelösten Legierungselemente der Dichte $7,2 \text{ g/cm}^3$. Hierbei zeigt sich keine Abhängigkeit der Legierungszusammensetzung auf die resultierende Härte, aber eine deutliche Abhängigkeit der Bildungstemperatur.

gerung erklärbar macht. Dementsprechend kann keine Härte der isotherm gebildeten Phase bestimmt werden, da diese durch das nachträglich umgewandelte martensitische Gefüge verfälscht wird, jedoch ist davon auszugehen, dass die Härte dem Gesamttrend der experimentell ermittelten Verläufe folgt.

5.3.5 Umwandlungsplastizität

Die Umwandlungsplastizität (UP) beschreibt den Effekt plastischer Verformung bei einer Phasenumwandlung unter Spannung. Dabei wirkt sich beim Einsatzhärten vornehmlich die Umwandlungsplastizität der martensitischen Umwandlung aus. Um den Effekt der Dichte bzw. Porosität unabhängig vom Einfluss der Legierungselemente analysieren zu können, wurde eine nachträgliche Carbonitriercharge in den untersuchten drei Dichten sowie der sintergeschmiedeten Dichte ($\rho = 7,75 \text{ g/cm}^3$) angefertigt (siehe Kapitel

4.3). Die Untersuchung der UP-Zustände zeigte jedoch Abweichungen der M_S -Temperatur bei verschiedenen Dichten. Zur Klärung der Effekte wurde eine Elementanalyse mittels Trägerheißgasextraktion durchgeführt und ist in Tab. 5.6 angegeben. Obwohl identische Konzentrationen von C und N im Prozess angestrebt waren, zeigen sich deutliche Unterschiede in den resultierenden Elementzusammensetzungen. Dementsprechend kann der Einfluss der chemischen Zusammensetzung nicht vernachlässigt werden und muss im Folgenden, zusammen mit dem Einfluss der Porosität, betrachtet werden. In der Tabelle sind zusätzlich die Martensitstarttemperaturen angegeben. Die nachfolgende Abb. 5.21 zeigt die Dilatationskurven unter

Tabelle 5.6: Mittelwerte aus drei Messungen der Trägerheißgasextraktion der untersuchten Probandendichten mit entsprechenden Kohlen- und Stickstoffkonzentrationen (Abweichungen $\leq 0,02$ Ma-%). Zusätzlich sind die bestimmten Martensitstarttemperaturen und Streckgrenze bei 300 °C dargestellt.

Dichte [g/cm^3]	C [Ma-%]	N [Ma-%]	M_S [°C]	R_{es} [MPa]
6,90	0,59	0,09	273	233
7,20	0,66	0,09	249	245
7,35	0,69	0,09	242	268
7,75	0,65	0,33	220	277

verschiedenen Lasten der vier untersuchten Dichten. Die Höhe der angelegten Spannung wurde bis 250 MPa gewählt, um eine Aussage über mögliche umwandlungsplastische Effekte nahe oder oberhalb der Streckgrenze zu quantifizieren. Mit zunehmender Last nimmt die plastische Dehnung zu. Darüber hinaus kann mit zunehmender Last eine leichte Verschiebung des Beginns der Martensitumwandlung durch die anliegende (Druck-)Spannung identifiziert werden. Durch Analyse der jeweiligen Knickpunkte der einzelnen Umwandlungskurven lässt sich der Beginn der Martensitumwandlung ableiten. Während beispielsweise bei der Dichte 7,35 g/cm^3 bei 50 MPa Druckspannung der Umwandlungsbeginn bei $M_S = 225$ °C identifiziert wer-

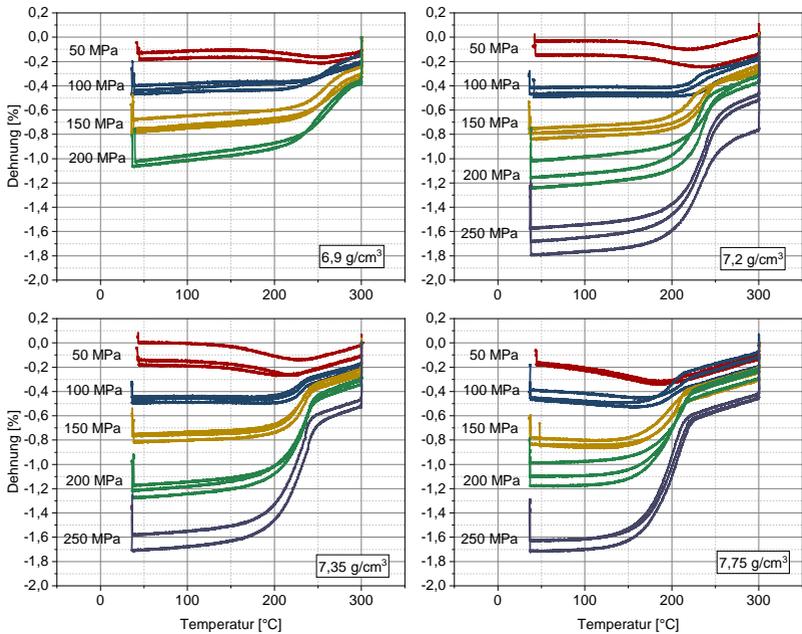


Abb. 5.21: Dilatationskurven der umwandlungsplastischen Druckversuche der Probedichten, aufgeschlüsselt nach der aufgebrachten Spannung, nach [101].

den kann, nimmt dieser bei 200 MPa und 250 MPa auf ca. $M_S = 240^\circ\text{C}$ zu. Detailliertere Aussagen lassen sich über die resultierenden umwandlungsplastischen Dehnungen in Abhängigkeit der angelegten äußeren Spannung treffen. Hierzu wird die Differenz der resultierenden Gesamtdehnung unter Last und ohne äußere Last verglichen (siehe Abb. 5.22). Bei Analyse des Diagramms deutet sich ein Effekt des resultierenden Volumensprungs in Abhängigkeit der Dichte an. Während bei einer aufgebrachten Spannung von 100 MPa probendichteübergreifend identische Totaldehnungen auftreten, zeichnet sich im spannungsfreien Zustand eine Abhängigkeit der Dichte ab. In Abb. 5.23 zeigt der umwandlungsplastische Effekt ein lineares Verhalten bis zu 60% der Streckgrenze mit einem anschließend leicht expo-

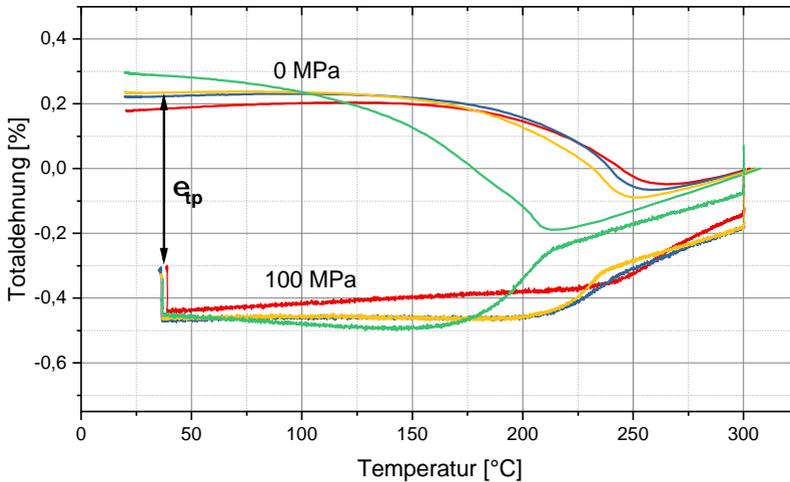


Abb. 5.22: Exemplarische Bestimmung der resultierenden umwandlungsplastischen Dehnungen für die vier untersuchten Probendichten. Rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$, grün: $7,75 \text{ g/cm}^3$. Hierbei deutet sich der Einfluss der Höhe des Volumensprunges der spannungsfreien Messung in Abhängigkeit der Dichte an [101].

mentuell steigenden Verlauf. Für die Auswertung der UP-Versuche oberhalb der Streckgrenze wurden die plastischen Dehnungen bei Lastaufbringung korrigiert. Die K-Werte jeder Porosität wurden bis 60% der Streckgrenze bestimmt und liegen im Bereich zwischen $4,45 \cdot 10^{-5}$ bis $6,41 \cdot 10^{-5} \text{ MPa}^{-1}$. Entgegen der Erwartung stellt sich mit sinkender Dichte eine Reduktion des K-Wertes ein. Die ursprüngliche Hypothese war, dass bei gleicher angelegter Spannung bei geringerer Dichte durch steigende Porosität der tragende Querschnitt reduziert wird und lokale Kerbwirkung zu einer im Bauteil höheren mittleren Spannungen führt. Die höheren inneren Spannungen sollten dadurch zu höheren umwandlungsplastischen Dehnungen bei gleicher angelegter Last führen. Bei näherer Analyse von Abb. 5.21 und Abb. 5.23 stellt sich beispielsweise bei 100 MPa eine gleichmäßige Dehnung auf $-0,3 \%$ ein, unabhängig von der untersuchten Probendichte. Folglich ist die

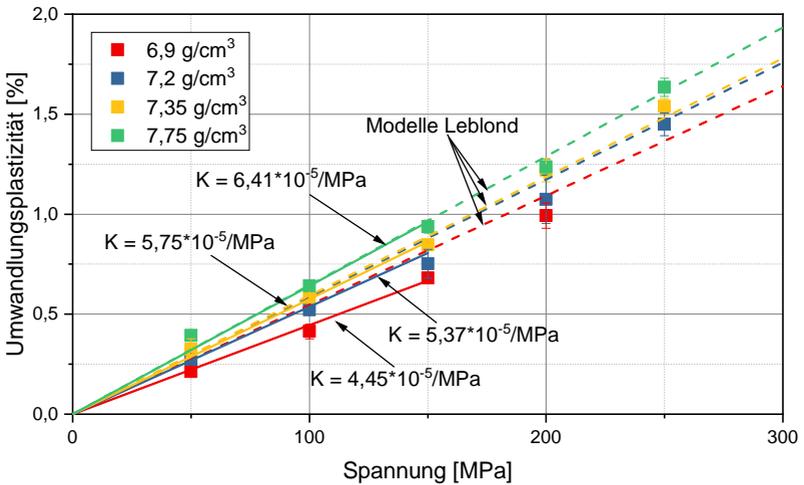


Abb. 5.23: Auswertung der umwandlungsplastischen Dehnungen in Abhängigkeit der Proben-dichten und der angelegten Spannung. Der K-Faktor wurde bis 150 MPa (ca. 60% Streckgrenze) modelliert (durchgezogene Linie), zusätzlich ist die Prognose des Modells nach Leblond durch gestrichelte Linien dargestellt, nach [101].

eigentliche umwandlungsplastische Verformung nicht erhöht. Im Verhältnis zum Volumensprung im spannungsfreien Zustand ergeben sich bei der Auswertung, aufgrund der unterschiedlichen Volumenssprünge der einzelnen Dichten, unterschiedliche Steigungen der Umwandlungsplastizität.

Nach dem Modell von Leblond [116] kann die Umwandlungsplastizitätskonstante durch

$$K_{tp}(p) = \frac{2}{3} \cdot \frac{1}{R_{es}(p)} \cdot \frac{\Delta V(p)}{V} \quad (5.34)$$

in Abhängigkeit der Streckgrenze der schwächeren Phase R_{es} und des Volumensprunges $\Delta V(p)$ in Abhängigkeit der Porosität p beschrieben werden. Setzt man die oben genannte Streckgrenze und den Volumensprung (siehe Abschnitt 5.3.3) in die Gleichung ein, ergeben sich die in Abb. 5.23 gezeigten gestrichelten Linien. Durch die Berücksichtigung der mit zunehmender Porosität sinkenden Streckgrenze und gleichzeitig geringeren Volumen-

sprünge kann der Trend sinkender Umwandlungsplastizität qualitativ abgebildet werden. Gerade für die geringeren Dichten von 6,9 und 7,2 g/cm³ treten hier Abweichungen vom Modellansatz auf, die durch herkömmliche Modelle nicht erklärt werden können. In erster Näherung werden diese für die Modellierung vernachlässigt.

Von einem Effekt des Kohlenstoffgehalts auf die Umwandlungsplastizität wird von Nusskern [6] berichtet. Mittels drei Zuständen (0,25 Ma-%C, 0,5 Ma-%C und 0,8 Ma-%C) des Werkstoffs Fe-0,85Mo wurden die Umwandlungsplastizitätskonstante bestimmt und kohlenstoffabhängig modelliert. Dabei wurden K-Werte der Größenordnung von $20\text{-}30 \times 10^{-5} \text{ MPa}^{-1}$ berichtet. Aus der Literatur werden hauptsächlich K-Werte der Größenordnung von 10^{-5} MPa^{-1} bis 10^{-4} MPa^{-1} berichtet. Ahrens [117] untersuchte die umwandlungsplastischen Dehnungen in aufgekohlten Zustand des Einsatzstahls 40MnCr5 und 100MnCr5, hierbei wurden für beide Zusammensetzungen ein K-Wert von $5,61 \times 10^{-5} \text{ MPa}^{-1}$ berichtet. Ebenfalls stimmen diese mit den beim Werkstoff 42CrMo4 beschriebem K-Wert von ca. $5,2 \times 10^{-5} \text{ MPa}^{-1}$ überein. Aus den vorliegenden Untersuchungen lässt sich ein K-Wert in vergleichbarer Höhe wie bei schmelzmetallurgischen Stählen unabhängig vom gelösten Kohlen- bzw. Stickstoffgehalt bestimmen. Für die vorliegende Modellierung der Umwandlungsplastizität wird der Einfluss des Kohlen- bzw. Stickstoffs vernachlässigt.

5.4 Thermische Materialmodellierung

Die thermische Modellierung ist wesentlicher Bestandteil für eine korrekte Simulation der Eigenspannungs- und Härteentwicklung. Beispielsweise ist die Vorhersage für einen Härtesack wie er üblicherweise bei Randschichthärtungsverfahren auftritt, nur durch präzise Ermittlung der Wärmeleitfähigkeit, der Wärmekapazität und Umwandlungswärme abzubilden. Als Basis der bereits vorliegenden Daten dienen die Ergebnisse der Dissertationen von Trapp [118] und Nusskern [6]. Diese untersuchten ausführlich den Einfluss

von Kohlenstoff auf die thermischen Materialkenngrößen. In folgender Tabelle 5.7 ist die Abhängigkeit der zu modellierenden Größen vom gelösten Kohlen- und Stickstoff sowie der Porosität dargestellt. Der Effekt der Porosität auf die Wärmekapazität wird als nicht vorhanden postuliert, was darin begründet liegt, dass bereits simulativ die Reduktion der Gesamtdichte als solche berücksichtigt wird. Im Nachfolgenden sind Einflüsse der Porosität gemeint, die explizit eine über die Veränderung der Dichte hinausgehende Beeinflussung zeigen. Im Folgenden werden die einzelnen Materialparame-

Tabelle 5.7: Abhängigkeit der thermischen Materialparameter von Kohlenstoff, Stickstoff und der Porosität. Die Symbolik visualisiert ob ein für die Abschrecksimulation signifikanter Effekt vorhanden und modellhaft berücksichtigt »√« ist, vorhanden und vernachlässigt »(√)« ist oder ein Effekt insignifikant bzw. unbekannt »X« ist.

Parameter	Einheit	C	N	p
Wärmeleitfähigkeit	[W/mmK]	X	X	√
spez. Wärmekapazität	[J/kgK]	X	X	X
spez. Umwandlungswärme	[J/kg]	(√)	(√)	X
Therm. Ausdehnungskoeff.	[1/K]	X	X	X

ter beschrieben.

5.4.1 Wärmeleitfähigkeit

Bei Stählen gilt, dass sich die Wärmeleitfähigkeit im Vergleich zu Reineisen in Abhängigkeit der Fremdatome signifikant ändert [119, 120], dies aber im Fall von vorlegierten Stählen in Abhängigkeit des gelösten Kohlen- und Stickstoff nur geringfügig auswirkt und dadurch modellhaft vernachlässigt werden kann. Danninger et al. [2] postuliert bei Raumtemperatur einen größeren Effekt auf die Wärmeleitfähigkeit durch Fremdatome (im Vergleich zu Reineisen) als durch Porosität, wobei sich allerdings bei steigender Temperatur der Effekt der Legierungselemente deutlich reduziert, während

der Einfluss der Porosität in einer ähnlichen Größenordnung bleibt. Dies kann auch aus den Übersichtstabellen von Richter [120] entnommen werden, bei der Reineisen bei Raumtemperatur Leitfähigkeitskoeffizienten von über 80 W/mK aufweist. Übliche Werte für 42CrMo4 liegen im Bereich von 44 W/mK [121].

Den PM-Stählen inhärent ist die reduzierte Wärmeleitfähigkeit des Bauteils aufgrund der isolierenden Wirkung der Poren. Da die Wärmeleitung auf Atom- bzw. Elektronenbewegung basiert, bilden Poren eine Barriere für den Wärmefluss, wodurch die effektive Wärmeleitfähigkeit sinkt. Dabei spielt

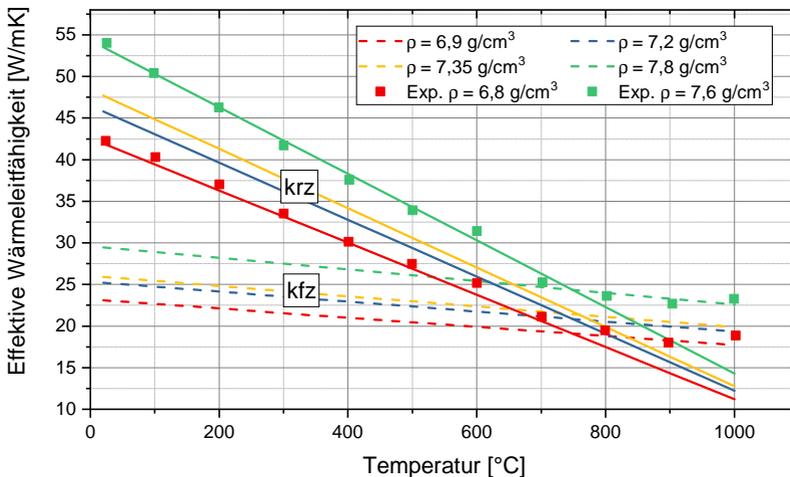


Abb. 5.24: Wärmeleitfähigkeit von Fe-0.85Mo (Astaloy 85Mo) in Abhängigkeit der Temperatur, experimentelle Daten von Gierl et al. [122], dargestellt mit den modellierten Wärmeleitfähigkeiten in Abhängigkeit der Porosität und Temperatur.

der Volumenanteil der Porosität die wesentliche Rolle, wobei auch die Morphologie einen Beitrag leisten kann, wie Nusskern gezeigt hat [6]. Da die Porenmorphologie einerseits schwierig zu messen und andererseits der Modellierungsansatz zur Berücksichtigung schwierig ist, wird in der Literatur üblicherweise ein Ansatz in Abhängigkeit des Volumenanteils der Porosität verwendet. Abb. 5.24 verdeutlicht den Effekt in Abhängigkeit der Porosität.

Zu berücksichtigen ist der Übergang in die austenitische Phase und somit ein Wechsel der Wärmeleitfähigkeiten. Die Wärmeleitfähigkeit des dichten Werkstoffes wird mit $\lambda_{0,krz} = 54,3 - 0,04 \cdot T$ und $\lambda_{0,kfz} = 29,6 - 0,007 \cdot T$ in $[\text{W m}^{-1} \text{K}^{-1}]$ mit T in $[^\circ\text{C}]$ beschrieben. In der Simulation werden die Wärmeleitfähigkeiten temperatur- und porositätsabhängig nach krz und kfz Phasen getrennt betrachtet. Hierzu wird das von Nusskern [6] aufgestellte Modell der Form

$$\lambda_{eff}(\rho) = \lambda_0 \cdot \left(1 - 1,8 \left(1 - \frac{\rho}{\rho_0} \right) \right) \quad (5.35)$$

in Abhängigkeit der relativen Dichte ρ in [%], bezogen auf die Dichte des porenfreien Werkstoffs ρ_0 in [%], verwendet. In Abb. 5.24 sind die effektiven Wärmeleitfähigkeiten für die einzelnen untersuchten Dichten dargestellt.

Gerade im Fall von carbonitrierten Bauteilen bleibt die Randschicht beim Abschrecken aufgrund der geringen Martensitstarttemperatur über die Abschreckzeit lange Zeit austenitisch. Das heißt, dass die Wärmeleitfähigkeit des Austenits einen wesentlichen Einfluss auf die Ausbildung des Randschichtzustandes hat. Die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit erfolgt i.d.R. bei geringen Aufheiz- bzw. Abkühlraten und kann so für Zustände, die nicht umwandlungsträge genug sind, nur unzureichend ermittelt werden. Dabei bleibt die exakte Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von unterkühltem Austenit der jeweiligen Legierung eine "bekannte Unbekannte". Im vorliegenden Fall wurden die Daten von Gierl et al. [122] als Datenbasis für eine linear temperaturabhängige Modellierung herangezogen.

5.4.2 Wärmekapazität

Die spezifische Wärmekapazität kann porositätsunabhängig modelliert werden, da der Einfluss der Änderung der Dichte in der Betrachtung spezifischer Größen schon berücksichtigt ist. Zu unterscheiden sind die Wärme-

kapazitäten der einzelnen Phasen durch die Festkörperumwandlung von kubisch raumzentriert in flächenzentriert und umgekehrt, sowie die Abhängigkeit des Kohlen- und Stickstoffs. Die Arbeit von Eckstein [104] weist darauf hin, dass die Wärmekapazitäten unabhängig vom vorliegenden Gefüge sind. Auch die Abhängigkeit vom Anteil des gelösten Kohlenstoffs ist vernachlässigbar, wie Arbeiten von Nusskern und Trapp belegen [6, 118], siehe Abb. 5.25. Als Datengrundlage wird die übereinstimmende Datenbasis von

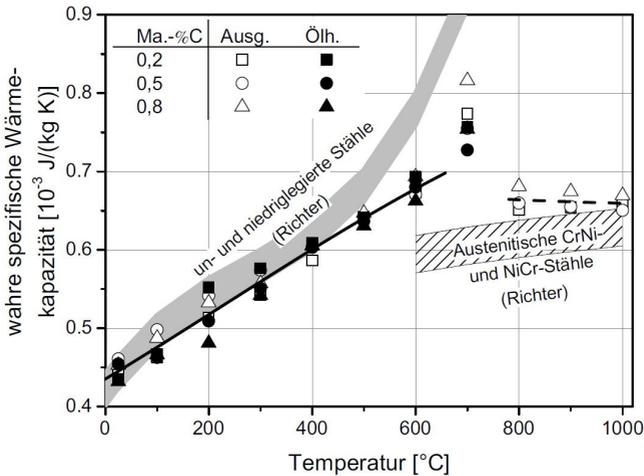


Abb. 5.25: Gemessene Wärmekapazitäten von Trapp [118] in Abhängigkeit des Kohlenstoffgehalts an 20MnCr5, 50MnCr5 und 80MnCr5, sowie Vergleichswerte von Richter [120].

Trapp [118] und Richter [120] zur Modellierung herangezogen. Dabei wird zur Vereinfachung die Wärmekapazität c_p [$\text{J kg}^{-1} \text{K}^{-1}$] in Abhängigkeit von raum- und flächenzentrierten Phasen durch die Beschreibung

$$c_p^{kfz}(T) = 476 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1} + 0,103 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-2} \cdot T \quad (5.36)$$

für die austenitische Phase und nachfolgend

$$c_p^{krz}(T) = 233 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-1} + 0,586 \text{ J kg}^{-1} \text{ K}^{-2} \cdot T \quad (5.37)$$

für die ferritischen Phasen in Abhängigkeit der Temperatur T in K modelliert.

5.4.3 Umwandlungswärme

Nusskern [6] hat die benötigte Umwandlungswärme von ferritisch-perlitischer zu austenitischer Mikrostruktur mittels Kalorimetrie (DSC) untersucht. Für die vorliegende Simulation ist jedoch die Umwandlungswärme bei der martensitischen Umwandlung entscheidend. Im Gegensatz zu den Wärmekapazitäten der Phasen zeigen die Umwandlungswärmen eine Abhängigkeit vom gelösten Kohlenstoffgehalt (und folglich, so die Vermutung, auch vom Stickstoffgehalt). Diese lässt sich jedoch aufgrund der notwendigen kritischen Abkühlgeschwindigkeit nicht messen, da mit vorhandenen DSC kalorimetrisch nur Abkühlraten von $1 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ untersucht werden können. Folglich gibt Nusskern modellhaft keine Modellierung in Abhängigkeit des gelösten Kohlenstoffs an. Die Abhängigkeit des Kohlen- und Stickstoffs auf die martensitische Umwandlungswärme wird im Rahmen dieser Arbeit daher ebenfalls vernachlässigt.

5.4.4 Thermische Ausdehnungskoeffizienten

Danninger [2] zufolge herrscht Konsens, dass der Einfluss der Porosität auf den Ausdehnungskoeffizienten weder physikalisch realistisch ist noch experimentell gezeigt werden kann. Dies deckt sich mit den experimentellen Befunden dieser Arbeit sowie auch von Nusskern [6], in der phasenspezifische Ausdehnungskoeffizienten aufgekohlter Zustände verschiedener Dichten analysiert wurden. Dabei zeigte sich durch Variation der untersuchten Dichte keine Beeinflussung der thermischen Ausdehnungskoeffizienten.

Ebenfalls herrscht Konsens darüber, dass Kohlenstoff sich nur unwesentlich

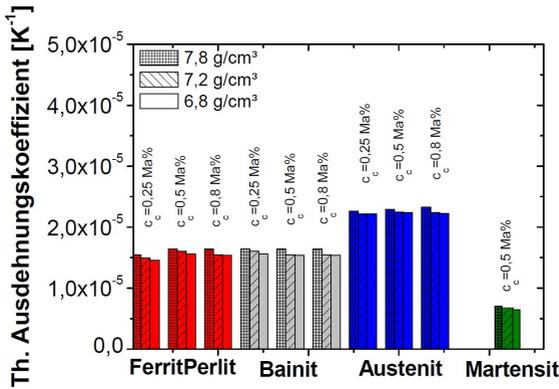


Abb. 5.26: Phasenspezifische thermische Ausdehnungskoeffizienten in Abhängigkeit der untersuchten Dichte und des Kohlenstoffgehalts, nach Nusskern [6].

auf die Ausdehnung von Eisen auswirkt. Die thermische Modellierung wird folglich unabhängig von der Porosität und der chemischen Zusammensetzung, jedoch in Abhängigkeit der entstehenden Gefüge sowie der Temperatur durchgeführt, siehe Tabelle 5.8. Die Ausdehnungskoeffizienten beziehen sich dabei auf die Referenztemperatur T_{ref} von $0\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Tabelle 5.8: Modellerte thermische Ausdehnungskoeffizienten in Abhängigkeit der betrachteten Phasen bzw. Gefüge, mit der Temperatur T in $^{\circ}\text{C}$.

Parameter	Größe
α_M^{th}	$8,913 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1} + 1,0959 \cdot 10^{-8} \text{K}^{-2} \cdot T$
α_B^{th}	$7,875 \cdot 10^{-6} \text{K}^{-1} + 1,255 \cdot 10^{-8} \text{K}^{-2} \cdot T$
α_A^{th}	$2,35 \cdot 10^{-5}$

5.5 Mechanische Materialmodellierung

Aufgrund der Porosität treten in PM-Bauteilen reduzierte Querschnittsflächen und folglich lokale Spannungsüberhöhungen auf. Das hat in der Regel eine niedrigere Zugfestigkeit und Bruchdehnung zur Folge, zusätzlich zeigen sich bleibende Verformungsanteile bei bereits kleinen Spannungen, so dass das Hooke'sche Gesetz nicht erfüllt wird [1]. Auch der Elastizitätsmodul reduziert sich mit abnehmender Dichte, da durch die Spannungsüberhöhung bei gleicher aufgeprägter Last höhere mittlere Spannungen wirken, die zu einer höheren Dehnungsantwort führen. In nachfolgender Tabelle 5.9 sind die Abhängigkeiten der mechanischen Kenngrößen aufgelistet.

Tabelle 5.9: Abhängigkeit der mechanischen Materialparameter von Kohlenstoff, Stickstoff und der Porosität. Die Symbolik visualisiert ob ein für die Abschrecksimulation signifikanter Effekt vorhanden und modellhaft berücksichtigt »√« ist, vorhanden und vernachlässigt »(√)« ist oder ein Effekt insignifikant bzw. unbekannt »X« ist.

Parameter	Einheit	C	N	p
Elastizitätsmodul	MPa	X	X	√
Streckgrenze $R_{p0,1}$	MPa	√	√	√
Verfestigung	MPa	(√)	(√)	(√)

5.5.1 Elastizitätsmodul

Im Fall pulvermetallurgischer Bauteile müssen die effektiven E-Moduln für die jeweiligen Dichten ermittelt werden. Dies begründet sich durch die Wechselwirkung der Spannung mit dem einerseits reduzierten tragenden Querschnitt und der Spannungskonzentration durch die Umlenkung der Spannung. Als überlagernder Faktor muss zusätzlich der Einfluss der Temperatur analysiert werden. In nachfolgender Abb. 5.27 sind die von Nusskern [6] ermittelten experimentellen Elastizitätsmoduln als Punkte, sowie als Linien die modellierten E-Moduln in Abhängigkeit der Dichte

dargestellt. Zweiter notwendiger Faktor zur Beschreibung ist die Reduktion des Elastizitätsmoduls mit zunehmender Temperatur. Nach Nusskern [6] erfahren poröse PM-Bauteile eine vergleichbare Erniedrigung des Elastizitätsmoduls mit zunehmender Temperatur wie schmelzmetallurgisch hergestellte Werkstoffe. Daraus kann eine vereinfachte mathematische Trennung der Einflussfaktoren erfolgen. Nach Nusskern wird der dichteabhängige E-

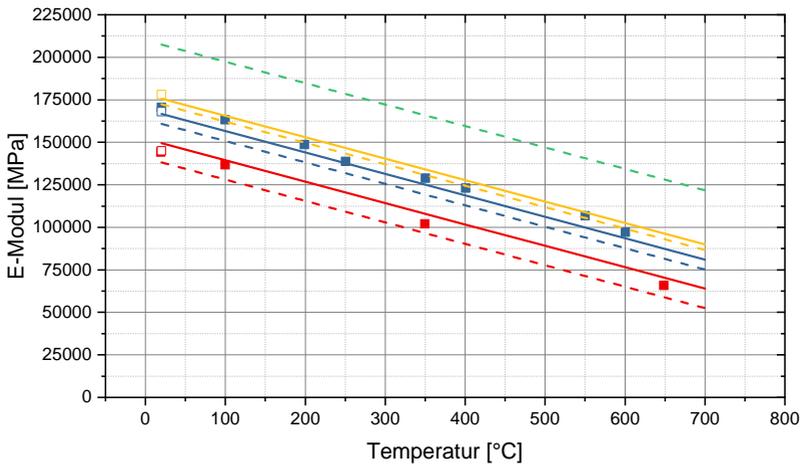


Abb. 5.27: Experimentell bestimmte Elastizitätsmoduln nach Nusskern [6] in Abhängigkeit der Temperatur für einen Kohlenstoffgehalt von $c_C = 0,25 \text{ Ma-\%}$ und der Proben-dichten, überlagert mit den modellierten Elastizitätsmoduln. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$, grün: $7,75 \text{ g/cm}^3$.

Modul bei Raumtemperatur bestimmt und anschließend ein porositätsunabhängiger Temperatureinfluss abgeleitet. Für die Porositätsabhängigkeit kann der effektive E-Modul E_{eff} im Verhältnis zum E-Modul des porenfreien Werkstoffs $E_0 = 210 \text{ GPa}$

$$E_{eff}(\rho) = E_0 \cdot \left(\frac{\rho}{\rho_0} \right)^m \quad (5.38)$$

mit der relativen Dichte des porösen ρ und porenfreien Werkstoffs ρ_0 in [%] formuliert werden, wobei der gewählte Einflussfaktor $m = 2,5$ von der Morphologie der Porosität abhängt. Nach Beiss [4] fällt die Streuung experimenteller Ergebnisse in ein Streuband von Dichteexponenten $m = 2,5-4,5$. Die Temperaturabhängigkeit wird schlussendlich überlagert durch

$$E_{eff}(\rho, T) = E_0 \cdot \left(\frac{\rho}{\rho_0} \right)^m - \Delta E \cdot T \quad (5.39)$$

mit $\Delta E = 126 \text{ MPa} \cdot \text{°C}^{-1}$ und der Temperatur T in [°C]. Der Elastizitätsmodul der austenitischen Phase wird durch die oben genannte Gleichung durch die Anpassung von $E_0 = 220 \text{ GPa}$ und $\Delta E = 211 \text{ MPa} \cdot \text{°C}^{-1}$ beschrieben, dabei wird die gleiche Beeinflussung der Porosität überlagert.

5.5.2 Streck- bzw. Stauchgrenze

Die Ermittlung und Modellierung der temperaturabhängigen und phasenspezifischen Streckgrenzen gehört zu den wichtigsten Einflussfaktoren der Wärmebehandlungssimulation. Dabei stellt die Pulvermetallurgie aufgrund der Porosität einige Herausforderungen an die Ermittlungen repräsentativer Ergebnisse. Um das Prozessfeld des Carbonitrierens abzubilden, wurden die zur Bestimmung der Umwandlungskinetik eingestellten Gefüge für anschließende Warmdruckversuche herangezogen. Hierzu wurden die Phasen zunächst mittels kontrollierter Temperaturführung im Abschreckdilatometer eingestellt und auf Raumtemperatur abgekühlt. Anschließend wurden die Zustände im Druckmodus wieder auf die Untersuchungstemperatur erwärmt und mechanisch getestet. Dabei wurden Gesamtverformungen bis 5% realisiert. Höhere Dehnungen wurden vermieden, da bei höheren Dehnungen die hochlegierten Zustände zu sprödem Trümmerbruch neigen und dabei die Stempel und Schubstangen beschädigen können. Bei der Auswertung wurden die Stempelsteifigkeiten berücksichtigt (siehe Abschnitt 4.4.5). Ergänzend wurden carbonitrierte Zustände in Zugversuchsproben vom Leib-

niz-IWT Bremen erzeugt. Hierbei kann im Zugversuch jedoch nicht die Komplexität an eingestellten Gefügen sowie Temperaturen im Vergleich zu dilatometrischen Messungen realisiert werden. Da jedoch wie bereits erwähnt der Großteil der mechanischen Charakterisierung dilatometrisch erfolgen muss, ist eine Übertragbarkeit der mechanischen Kennwerte von Druckversuchen auf Zugversuche notwendig.

Abbildung 5.28 visualisiert die Zugversuche der carbonitrierten Zustände (a-c) sowie die resultierenden Streckgrenzen nach Auswertung der $R_{p0,01}$ -Dehngrenze (d). Die carbonitrierten Zustände weisen dabei, unabhängig

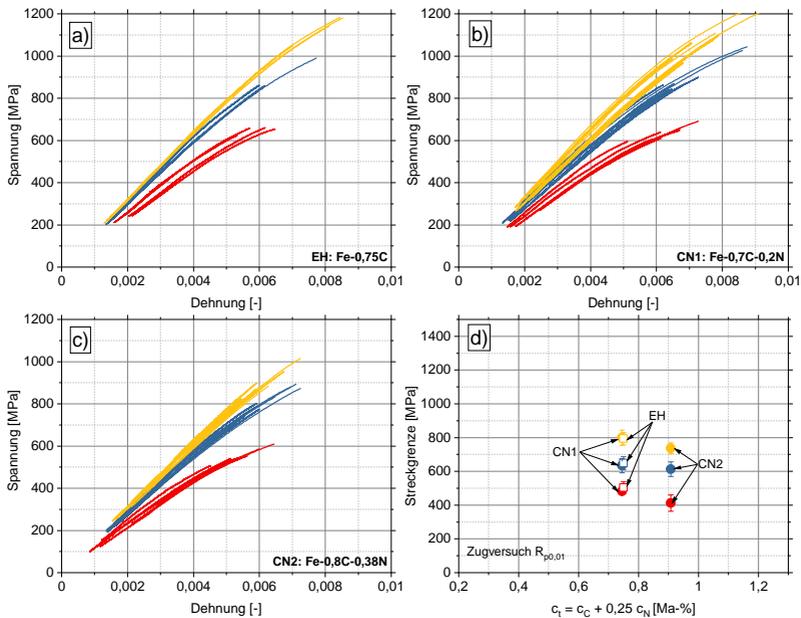


Abb. 5.28: Spannungs-Dehnungs-Kurven einsatzgehärteter Zustände (a-c) unter Zugbelastung. Durch die offene Porosität und die gleichzeitig langen Carbonitrier-Prozesszeiten (6-7h) kann von einer chemisch homogenen Mikrostruktur ausgegangen werden. Abbildung d) visualisiert die aus Abb. a-c) ausgewerteten $R_{p0,01}$ -Dehngrenzen. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$.

von der betrachteten Dichte oder Charge, ein sprödes Versagensverhalten mit geringen Bruchdehnungen auf. Für die Dichte $7,2 \text{ g/cm}^2$ (blau) und $7,35 \text{ g/cm}^2$ (gelb) sind dabei reproduzierbare Daten generiert worden, für die niedrigste Dichte $6,9 \text{ g/cm}^2$ (rot) zeigen sich Schwankungen in der elastischen Verformungskurve, die auf statistische Schwankungen der Porosität in der Messstrecke zurückgeführt werden können. Die einsatzgehärtete Charge EH (a) und die carbonitrierte Charge CN1 (b) weisen näherungsweise identische Spannungs-Dehnungs-Kurven auf. Nach Auswertung der jeweiligen Dehngrenzen ergeben sich identische Werte für die einsatzgehärtete und carbonitrierte Variante CN1 für alle drei Dichten. Hierbei scheint die Menge an Stickstoff keinen signifikanten Einfluss auf die mechanische Antwort zu haben. Im Vergleich dazu zeigt die hochcarbonitrierte Variante CN2 (c) geringere Zugfestigkeiten und Dehngrenzen. Dabei entsteht eine hohe Trennschärfe der mechanischen Kennwerte zwischen den Dichten. Die Charge CN2 weist um 50-100 MPa geringere Werte im Vergleich zu den Varianten EH und CN1 auf.

Im Vergleich dazu weisen die Versuche an Dilatometerproben deutliche Schwankungen auf, siehe Abb. 5.29. Im Vergleich zu den Spannungs-Dehnungs-Kurven werden hier Spannungen von über 2000 MPa festgestellt, während bei vergleichbaren carbonitrierten Zuständen der Zugversuche bereits Spannungen von 1000-1200 MPa zu einem sicheren Versagen geführt haben. Dabei weisen die Spannungs-Dehnungs-Kurven im Druckversuch häufig einen Wendepunkt im Verlauf auf. Mit zunehmender Plastifizierung und damit einhergehendem Porenkollaps erfährt die Probe eine Erhöhung ihrer Steifigkeit durch den zunehmenden tragenden Querschnitt. Aufgrund der fortschreitenden (Mikro-)Plastizität stellt sich kein linear-elastischer Bereich ein, der als Auswertegrundlage dienen könnte. Hierbei würde eine herkömmliche Auswertung der Quetsch- bzw. Dehngrenze zu einer signifikanten Streuung der Messwerte führen. Darüber hinaus würden dadurch die mechanischen Kennwerte deutlich überschätzt werden. Ziel ist es, eine Funktion zu definieren, die eine Trennung zwischen der Mikroplastifizie-

nung einzelner Poren und der Makroplastifizierung auf Bauteildimension erlaubt.

Folglich kann geschlossen werden, dass die Zugversuche der kritische Lastfall sind und die Abbildung der mechanischen Kennwerte sich an diesem Lastfall orientieren sollte. Ziel ist es, eine geeignete Auswertemethodik zu definieren, die die Spannungs-Dehnungs-Kurven der Druckversuche auf die mechanischen Kennwerte der Zugversuche projiziert. Hierzu wurden

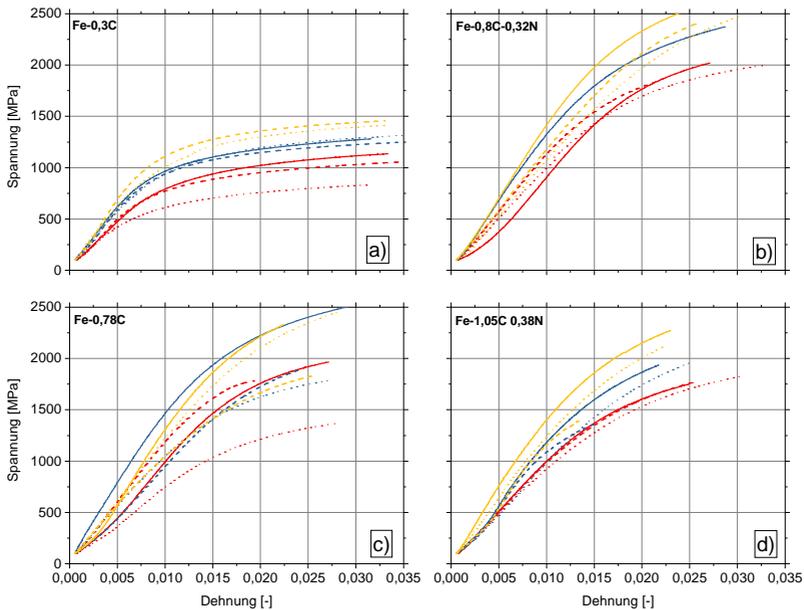


Abb. 5.29: Exemplarische Spannungs-Dehnungs-Kurven dilatometrischer Druckversuche des a): Grundzustandes und b)-d): einsatzgehärteter Zustände unter Druckbelastung bei Raumtemperatur. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$.

im Rahmen dieser Arbeit verschiedene Methoden erprobt. Unter anderem wurden verschiedene Dehngrenzen, eine Tangentenmethode (Schnittpunkte der elastischen Geraden mit der plastischen Verfestigungsgeraden), sowie die Analyse der Ableitung der Spannungs-Dehnungs-Kurve herangezo-

gen. Die Methode der besten Übereinstimmung zwischen Zug- und Druck-Dehngrenzen wird im Folgenden diskutiert. Die Methodik der Auswertung des Wendepunktes, welcher dem Maximum des E-Moduls entspricht, bietet die beste Übereinstimmung der mechanischen Kennwerte des Druckversuchs sowie des Zugversuchs. Die Auswertemethodik ist in Abb. 5.30 visualisiert. Die Veranschaulichung erfolgt an Proben des Grundzustandes, die nach Literatur eine Streckgrenze von 300-400 MPa aufweisen sollen. Zur

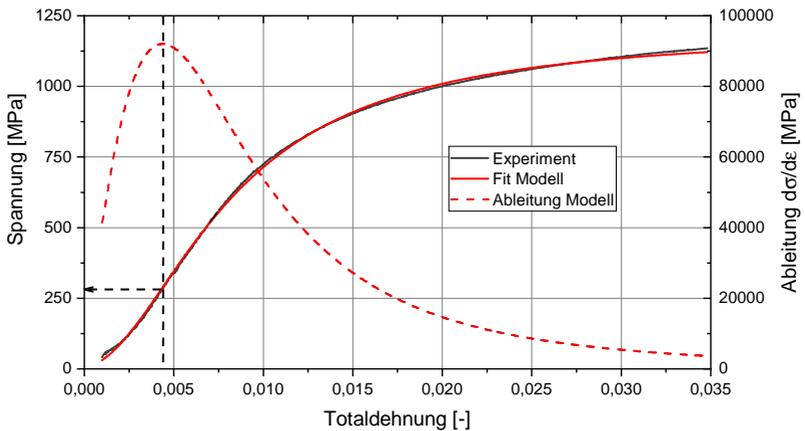


Abb. 5.30: Schematische Darstellung der Auswertung dilatometrischer Druckversuche. Zur besseren Handhabbarkeit wurde eine mathematische Funktion verwendet, diese wurde anschließend abgeleitet. Der Wendepunkt der Kurve bzw. das Maximum der Ableitung definiert die Streckgrenze.

besseren mathematischen Handhabbarkeit wurden alle Druckversuchskurven mittels logistischem Fit approximiert. Dies ermöglicht es, eine Auswertung in Abhängigkeit des Elastizitätsmoduls durch Bestimmung der Ableitung zu vollziehen. Dabei verdeutlicht die Druckversuchskurve nochmal den Einfluss der Auswertemethodik. Würde beispielsweise im gezeigten Grundzustand (Fe-0,3C) die Quetschgrenze durch herkömmliche Auswertemethoden bestimmt (Dehngrenze, Schnittpunkt elastische Gerade mit plastischer Geraden), würden Werte von 600 MPa und höher ermittelt werden. Bei der

Auswertung des Wendepunktes wird ein Wert von 300 MPa bestimmt und ist somit übereinstimmend mit Literaturdaten. Phänomenologisch kann die Auswertestrategie des Wendepunktes auch logisch diskutiert werden. Der Wendepunkt der Druckversuchskurve entspricht der Probenversteifung bei einsetzender plastischer Deformation.

In nachfolgender Abb. 5.31 sind zum Vergleich die ermittelten Streckgrenzen aus Zug- und Druckversuchen sowie als Referenz die von Nusskern ermittelten Streckgrenzen zusammen mit dem Gesamtmodell dargestellt. Hierbei kann, unter Berücksichtigung der Schwankungen, eine robuste Modellierung erzielt werden. Die Modellierung der Abhängigkeit der Porosität stellt hierbei eine Herausforderung dar. Die Gleichung zur Bestimmung der

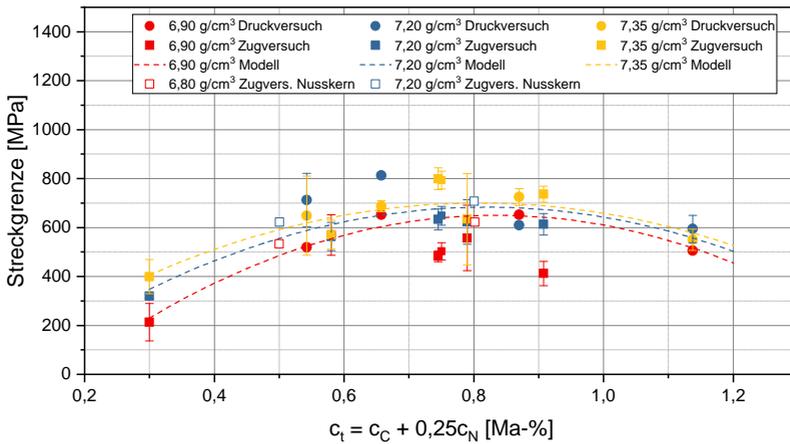


Abb. 5.31: Vergleich aller Streckgrenzen-Auswertungen aus Zug- und Druckversuchen sowie von Nusskern [6] (offene Symbole).

Streckgrenzen in Abhängigkeit der effektiven Wirkkonzentration ist quadratisch mit

$$\sigma_y(p, c_{eff}) = a(p) + b(p) \cdot c_{eff} + c(p) \cdot c_{eff}^2 \quad (5.40)$$

mit den porositätsabhängigen Koeffizienten $a(p) = 290 - 5525 \cdot p$ in [MPa], $b(p) = 1216 + 10276 \cdot p$ in [MPaMa-%⁻¹] und $c(p) = -799 - 5557 \cdot p$ in [MPaMa-%⁻²] definiert, wobei p anteilig zu 1 beschrieben wird.

Da nicht nur die bei Raumtemperatur ermittelten Kennwerte entscheidend sind, soll im Nachfolgenden auf die Temperaturabhängigkeit des martensitischen Gefüges eingegangen werden. Hierzu wurden an den einzelnen chemischen Zusammensetzungen Warmdruckversuche durchgeführt. Die zu untersuchenden Temperaturen richteten sich je nach Zustand nach den jeweiligen Martensit-Starttemperaturen. Es wurden nur Prüftemperaturen kleiner M_s für die einzelnen Zustände geprüft. Dabei zeigt sich bis Prüftemperaturen von 200 °C eine nur geringfügige Reduktion der mechanischen Belastbarkeit, weshalb die Streckgrenze des Martensits in erster Näherung temperaturunabhängig modelliert werden kann.

Streckgrenze isotherm gebildeter Gefüge

Während des Abschreckprozesses können sich vor allem im nicht aufgekohlten Kernbereich signifikante Anteile Bainit und/oder Ferrit und Perlit bilden. Die Ermittlung der temperaturabhängigen Festigkeit spielt dabei eine wesentliche Rolle für die Wärmebehandlungssimulation, da von dieser die Plastifizierung und folglich die theoretisch möglichen Eigenspannungsmaxima abhängig sind. Im nachfolgenden Diagramm (Abb. 5.32) sind die ermittelten Streckgrenzen in Abhängigkeit der Bildungstemperatur für alle drei Dichten dargestellt. Hierfür wurden im Dilatometer im Normalmodus die Proben isotherm umgewandelt und anschließend auf Raumtemperatur abgekühlt. Im Druckmodus wurde die Probe auf ihre vorherige Umwandlungstemperatur wiedererwärmt und der Druckversuch durchgeführt. Somit entspricht die im Diagramm dargestellte Versuchstemperatur der Bildungstemperatur des geprüften Gefüges. Die Auswertung der Streckgrenze erfolgte nach der oben beschriebenen Methodik. Der Versuchsumfang orientiert sich dabei an dem mittels ZTU-Schaubildern ermittelten Tempe-

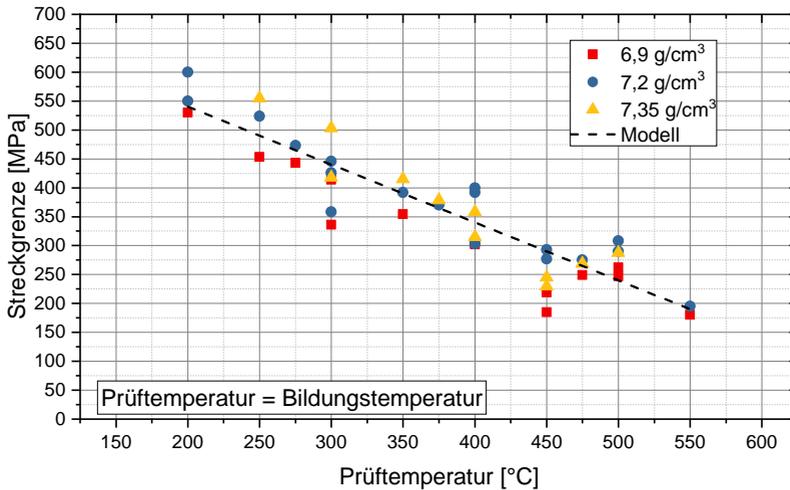


Abb. 5.32: Chargenunabhängige Auswertung der Bainit-Streckgrenzen in Abhängigkeit der Versuchstemperatur. Hierbei entspricht die Prüftemperatur auch der isothermen Umwandlungstemperatur des Bainits.

raturbereich zwischen 200-550 °C. Mit zunehmender Bildungs- bzw. Prüftemperatur zeigt sich eine lineare Abnahme der Streckgrenze. Besonderer Erwähnung bedarf der Einfluss des gelösten Kohlen- und Stickstoffgehalts. Die Anreicherung an Austenitstabilisierern ermöglicht die bainitische Umwandlung bei geringeren Temperaturen, was im Umkehrschluss zu höheren Streckgrenzen führt. Mit zunehmender Dichte zeigt sich ein leichter Trend zu höheren Streckgrenzen, der Effekt ist aber, im Vergleich zur Standardabweichung, nicht signifikant genug und wird folglich für die Modellierung vernachlässigt. Die Modellierung der Streckgrenze der isotherm gebildeten Gefüge R_{es}^{iso} kann durch Gleichung

$$R_{es}^{iso}(T) = R_{es,0} - a \cdot T \quad (5.41)$$

in MPa mit $R_{es,0} = 740 \text{ MPa}$ und $a = 1 \text{ MPa} \cdot \text{C}^{-1}$ und der Temperatur in [$^{\circ}\text{C}$] erfolgen. Näherungsweise verläuft die Streckgrenze der isotherm gebildeten Gefüge ähnlich wie die bereits diskutierte Härte (siehe Abschnitt 5.3.4).

Streckgrenze Austenit

Die Streckgrenze des Austenits ist eine der wichtigsten Kenngrößen der Einsatzhärtesimulation, da häufig Plastifizierungseffekte in der vergleichsweise weichen austenitischen Phase auftreten. Aufgrund der Instabilität des unterkühlten Austenits ist die Analyse des mechanischen Verhaltens aufwändig. Beschränkt ist die Auswertung der jeweiligen Zusammensetzung durch die Martensitstart-Temperatur. Nichts desto trotz haben einige Autoren eine breite Datenbasis für den Temperaturbereich zwischen $400\text{-}900 \text{ }^{\circ}\text{C}$ erstellt. Im Rahmen dieser Arbeit wurden ergänzende Datenpunkte im Bereich geringer Temperatur analysiert. Dazu wurden die Zustände Fe-0,8C, Fe-0,8C-0,32N und Fe-1,05C-0,38N verwendet. Diese weisen einerseits eine geringe M_S -Temperatur und andererseits eine gewisse Trägheit des Austenitzerfalls auf, sodass diese gut geeignet sind um die Datenbasis im Temperaturbereich zwischen $200\text{-}350 \text{ }^{\circ}\text{C}$ zu erweitern. Die mechanischen Kennwerte sind in Abb. 5.33 dargestellt. Mit zunehmender Temperatur sinkt die Austenitstreckgrenze linear, näherungsweise unabhängig von der Legierungszusammensetzung. Die ermittelten Streckgrenzen dieser Arbeit sind in Abb. 5.33 in Farbe dargestellt. Durch die Modellierung

$$R_{es,A}(T) = 250 \text{ MPa} - 0,25 \text{ MPa} \cdot \text{C}^{-1} \cdot T \quad (5.42)$$

mit T in [$^{\circ}\text{C}$] lassen sich die Literaturdaten, sowie die im Rahmen dieser Arbeit ermittelten Ergebnisse, in Einklang bringen.

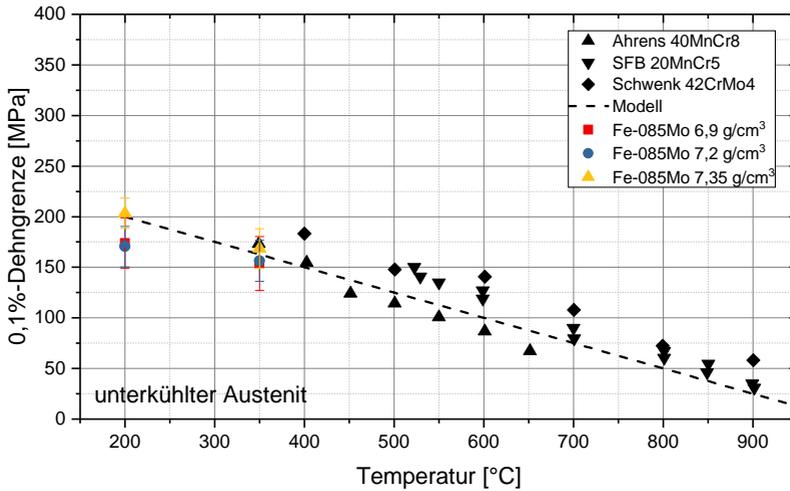


Abb. 5.33: Dehngrenzen von unterkühltem Austenit verschiedener Legierungen, in Abhängigkeit der Temperatur. Die Dehngrenzen niedriglegierter Stähle sind näherungsweise unabhängig von ihrer Zusammensetzung. Die Literaturdaten sind [118, 117, 121, 123] entnommen.

6 Experimentelle Ermittlung und Simulation der Bauteilzustände

6.1 Simulations-Framework

Die simulative Abbildung des Gesamtprozesses des Carbonitrierens setzt sich aus der numerischen Beschreibung des Massentransports einerseits und der Abschrecksimulation andererseits zusammen. Hierbei erfolgt eine automatische Übergabe, sodass bei Vorgabe der Carbonitrier-Prozessparameter und der Porosität die Konzentrationsverläufe berechnet werden, anschließend übergeben werden und automatisch als Eingangsdaten für die FE-Simulation fungieren, siehe Abb. 6.1. Konkret werden mittels eines über-

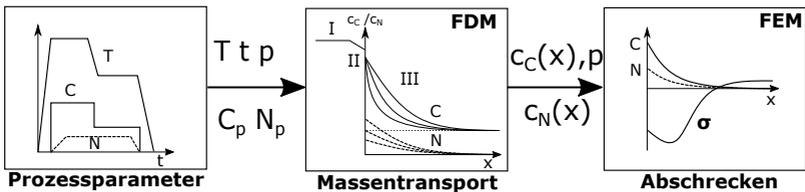


Abb. 6.1: Schematische Darstellung des Simulationsframeworks, v.l.n.r.: Einlesen bzw. Übertragen der Prozessdaten in die Massentransportsimulation, Berechnung der resultierenden C- und N-Verläufe in Abhängigkeit der Prozessdaten, automatische Übertragung der Verläufe in das FE-Modell, Wärmebehandlungssimulation des Abschreckens mittels FEM.

geordneten Python-Skriptes die Prozessgrößen an die Finite-Differenzen-Methode (FDM) übergeben. Die FDM wurde dabei sowohl in Matlab als auch open source in Python realisiert. Nach Abschluss der Berechnung des Massentransports werden die Elementiefenverläufe exportiert, in Python

an diskreten Stützstellen interpoliert und als Eingangsgrößen an das Finite-Elemente-Modell übergeben.

6.2 Demonstratorbauteil

Als Demonstrator zur Ermittlung der experimentellen Randschichtzustände wird die Wechselbiegeprobe nach DIN EN ISO 3928 gewählt, siehe Abb. 6.2. Aus Sicht der Simulation können hier mehrere Vereinfachungen getroffen werden, um die Berechnungszeit ohne Einbuße an Genauigkeit reduzieren zu können. In alle Raumrichtungen können zunächst Symmetriebedingungen genutzt werden, wodurch sich die Problemgröße auf ein Achtel des Ausgangsproblems reduziert. Der Abstraktionsgrad des modellier-

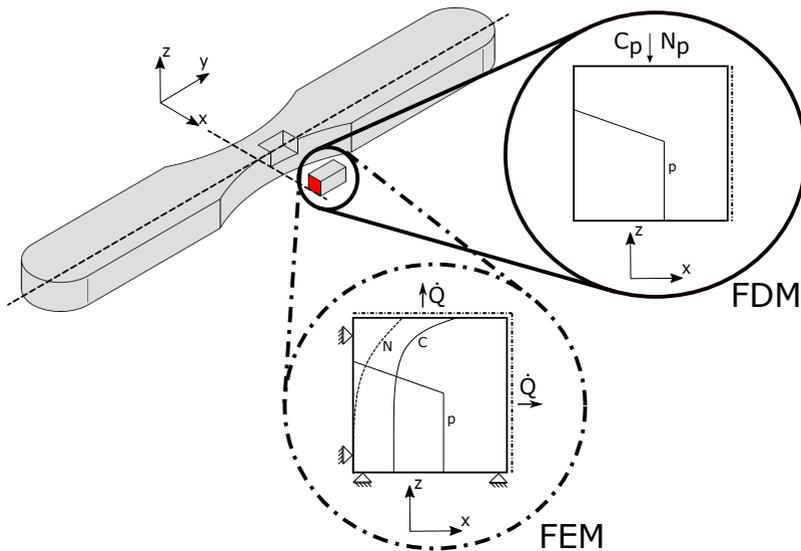


Abb. 6.2: Reduktion der simulativen Problemgröße durch Ausnutzung der Symmetriebedingungen. In allen drei Raumrichtungen konnte jeweils die Hälfte der Probe vernachlässigt werden. Zusätzlich wird die Länge reduziert, um die Berechnungszeit deutlich einzuschränken. Die Wärmeabfuhr erfolgt über die zwei Außenflächen, die Elementtiefenverläufe sowie die Porosität werden in Abhängigkeit der z -Koordinate flächig eingebracht.

ten Bauteils hängt dabei von der betrachteten Simulationsmethode ab. Im Teilschritt des zu lösenden Massentransports wird die rote, zweidimensionale Fläche simulativ als 2D-Modell betrachtet. Beim Carbonitrieren wird die taillierte Seitenfläche der Wechselbiegeprobe mittels Härteschutzpaste abgedeckt. Folglich kann eine Diffusion in x-Richtung ausgeschlossen und die Richtung der Diffusion eindimensional abstrahiert werden. Wie bereits oben erwähnt wird diese nach Berechnung des Elementtiefenverlaufs in das FE-Modell übertragen. Das Finite-Elemente-Modell wird dreidimensional abgebildet. Darüber hinaus wird das simulierte Volumen auf die Messstrecke reduziert. Der Einfluss des im Vergleich zur Messstrecke relativ großen Einspannbereiches kann hier als vernachlässigbar angesehen werden (und wird in Abschnitt 6.5.3 diskutiert). Im Querschnitt sind die Symmetriergrenzbedingungen an den Innenkanten, sowie die Wärmeabfuhr an den Außenkanten visualisiert.

In beiden Simulationsmodellen wird die Abhängigkeit der Porosität für alle drei betrachteten Dichten berücksichtigt. Die durch das Festwalzen eingestellte gradierte Porosität sowie deren modellhafte Vereinfachung wird im nachfolgenden Abschnitt näher erläutert.

6.3 Gradierte Porosität

Durch den Festwalzprozess wurde vor der Wärmebehandlung der oberflächennahe Bereich der Wechselbiegeproben verdichtet bzw. die Porosität zusammengedrückt, um eine dichte Randschicht für den Carbonitrierprozess zu gewährleisten. Nachfolgend sind die ausgewerteten und modellhaft approximierten Porositäts-Tiefenverläufe in Abb. 6.3 visualisiert. Hierbei zeigt sich bei allen Dichten ein näherungsweise geschlossener Porositätszustand an der Oberfläche bis zu einer Tiefe von ca. 0,25 mm. Der Übergangsbereich ist abhängig von der Ausgangsdichte des Materials. Zur besseren Handhabbarkeit wird die Tiefe in drei Bereiche eingeteilt, den voll verdichteten Bereich 1 bis ca. 0,25 mm, den Übergangsbereich 2 zwischen 0,25 mm und

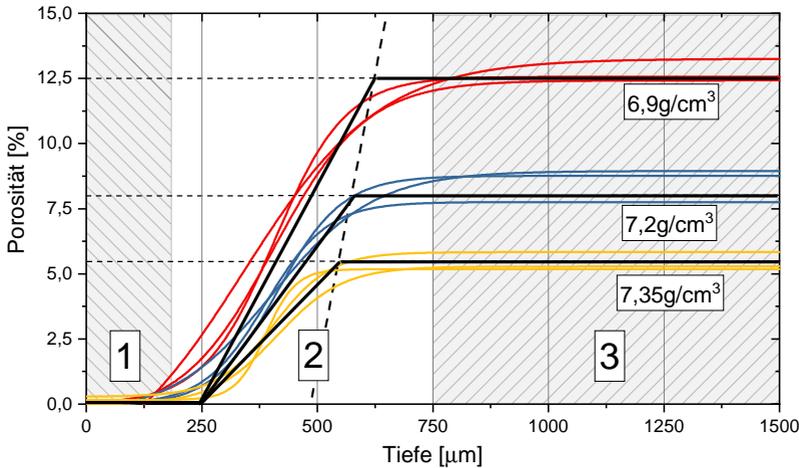


Abb. 6.3: Porositätstiefenverläufe nach dem Festwalzprozess in Abhängigkeit der Tiefe. Pro Dichte wurden drei Tiefenverläufe experimentell aufgenommen und modellhaft mittels Boltzmann-Fit beschrieben. Die Modellierung der Tiefenverläufe erfolgt über diese drei Bereiche, im Übergangsbereich mit einer linearen Zunahme in Abhängigkeit der Übergangstiefe x_{trans} , nach [124].

0,75 mm und den Grundzustand im Bereich 3 ab 0,75 mm. Während bei der höchsten Porosität der Beginn bereits bei unter 0,25 mm verortet werden kann, steigt der Anteil der geöffneten Porosität der höheren Dichten erst in tieferen Bereichen an. Ebenfalls ist die Tiefe, ab der wieder die Ausgangsporosität vorliegt, abhängig von der Grundporosität. So konnte in Vorarbeiten gezeigt werden, dass eine Oberflächenbehandlung bei erhöhter Porosität eine tiefere Eindringwirkung erzielt [102]. Beispielsweise ist bei der Dichte von $7,35 \text{ g/cm}^3$ die Grundporosität von 6% bei ca. 0,6mm erreicht, während bei der Dichte von $6,90 \text{ g/cm}^3$ die Grundporosität von 12 Vol-% erst bei 0,8 mm erreicht wird. Für die folgende Arbeit wird der Übergangspunkt x_{trans} durch die Funktion

$$x_{trans} = 475 \mu\text{m} + 12,5 \mu\text{m Vol-\%}^{-1} \cdot p_0 \quad (6.1)$$

in [μm] in linearer Abhängigkeit der Ausgangsporosität p_0 in [Vol-%] modelliert. Anschließend kann der lineare Übergang von Bereich 1 zu Bereich 3 direkt über die Übergangstiefe x_{trans} abgebildet werden. Mit dem vorliegenden Modell spiegelt sich der Anstieg der Porosität im Bereich 2 gut wider. Die Grundporosität der jeweils drei Proben unterliegt geringfügigen Schwankungen, liegen jedoch im Mittel konsistent in den erwarteten Porositätsanteilen von 6, 8 und 12,5 Vol-%.

6.4 Verifikation und Validierung des Massentransports

6.4.1 Verifikation der Finite-Differenzen-Methode

Zur Überprüfung der Korrektheit der Berechnung werden Referenzlösungen mittels Finite-Elemente-Methode erzeugt. Hierbei soll nochmal erwähnt werden, dass der FE-Solver von Abaqus lediglich Diffusionsprobleme konstanter Diffusionskoeffizienten abbilden kann. Die erstellte FDM kann auch Mehrkomponenten-Probleme und Wechselwirkungen der Diffusionskoeffizienten abbilden. Die Verifikation der FDM kann jedoch an einfachen Problemstellungen mit konstantem Diffusionskoeffizienten erfolgen. Die Größenordnung der Diffusionskoeffizienten wurde ausgehend von einem mittleren Diffusionskoeffizienten von $D = 2 \cdot 10^{-5} \text{mm}^2/\text{s}$ um jeweils eine Größenordnung nach oben ($D = 2 \cdot 10^{-4} \text{mm}^2/\text{s}$) und unten ($D = 2 \cdot 10^{-6} \text{mm}^2/\text{s}$) variiert, um eine Aussage über die Sensitivität in einem realistischen Spektrum abbilden zu können. Das Verifikationsbeispiel wurde dabei auf eine Tiefe von 1 mm und eine Dauer von 3600 s festgelegt. Die FEM-Lösung wurde hierbei mit einer Elementkantenlänge von $\Delta x = 0,1 \mu\text{m}$ und einem Zeitinkrement von $\Delta t = 0,1 \text{s}$ berechnet. Dies entspricht auf der Länge von 1 mm 10000 Elementen und 36000 Zeitinkrementen. Das Kohlenstoffpotential wurde zu $C_p = 1,0 \text{Ma-\%}$ festgelegt, mit einem Legierungsfaktor von $k_L = 1,45$. Der Stoffübergangskoeffizient wurde zu $\beta = 2 \times 10^{-3} \text{mm/s}$ ge-

wählt. In nachfolgender Abbildung sind die resultierenden Tiefenverläufe aus der FEM sowie der FDM visualisiert. Da die numerische Umsetzung der FDM in einerseits Matlab und andererseits Python erfolgte, sind beide Lösungen dargestellt. Hierbei sind nur Lösungen dargestellt, die eine

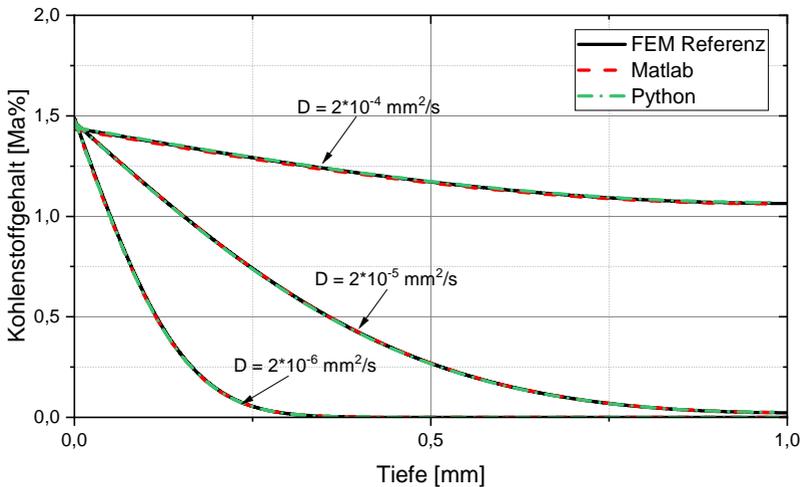


Abb. 6.4: Verifikation der Finiten-Differenzen-Methode: Simulierte Kohlenstofftiefenverläufe der FEM (Linien) und der FDM (gestrichelt), fäblich kodiert in Abhängigkeit der Lösungssoftware. Die Lösungen sind kongruent.

stabile Lösung ($\Gamma \leq 0,5$) (siehe Abschnitt 3.1.3) gewährleisten. Fällt das Stabilitätskriterium aufgrund zu hoher Diffusionskoeffizienten höher aus, entstehen numerische Oszillationseffekte und die Lösung kann divergieren. Wie in vorherigen Kapiteln erwähnt, treten durch die Porosität deutliche Erhöhungen des Diffusionskoeffizienten auf. Die in dieser Arbeit erstellten Berechnungsroutinen beinhalten eine Warnung, die bei Verletzung des Stabilitätskriteriums erscheint. Darüber hinaus wird eine Anpassung des Zeit- bzw. Ortsinkrements vorgeschlagen, damit das Stabilitätskriterium wieder erfüllt wird.

Bei Analyse der berechneten Tiefenverläufe aus der FEM und der FDM

zeigen sich kongruente Elementtiefenverläufe. Hierbei wird beim höchsten Diffusionskoeffizienten eine deutliche Anreicherung bis in die Tiefe von 1 mm abgebildet. Zusätzlich ist am Rand ein etwas geringerer Oberflächengehalt festzustellen. Dies erklärt sich dadurch, dass durch Erhöhung des Diffusionskoeffizienten um eine Größenordnung das Nadelöhr des Massentransports von der Diffusion hin zum Stoffübergang verschoben wird. Dementsprechend kann hier nicht genug Masse an der Oberfläche eindiffundieren und es stellt sich ein geringerer Oberflächenwert ein. Die FDM ist dementsprechend in der Lage, in Abhängigkeit vorgegebener mathematischer Modelle eine korrekte Lösung zu erzeugen. In den nachfolgenden Abschnitten wird die Frage aufgegriffen, inwieweit die mathematischen Modelle auch in der Lage sind, die experimentellen Befunde abzubilden.

6.4.2 Validierung der Elementtiefenverläufe

Die experimentelle Basis zur Validierung der Simulation besteht aus fünf Prozess-Kombinationen in Abhängigkeit der drei untersuchten Nenndichten. Die Prozessparameter des Aufkohl- bzw. Carbonitrierprozesses sind in Tabelle 6.1 angegeben. Die Carbonitrierprozesse wurden dabei größtenteils zweistufig durchgeführt und sind als nachgeschaltete Schritte mit jeweiliger Temperatur, Prozesszeit und Elementpegel angegeben. Das Modell des Stofftransports ist in Abschnitt 5.2 beschrieben. Chargen EH, CN1 und CN2 wurden mit dem Ziel größerer Einhärtetiefe erzeugt. Zu diesem Zweck sind lange Prozesszeiten von insgesamt 6-7 h durchgeführt worden. Charge CN3W sowie CN3 sind mit identischer Prozessführung einsatzgehärtet und wurden mittels unterschiedlicher Abschreckmedien (CN3W: Wasser, CN3: Öl) gehärtet. Charge CN4 wurde in Öl abgeschreckt und anschließend nicht angelassen. In nachfolgender Abbildung 6.5 sind die experimentellen und simulativen Tiefenverläufe dargestellt. Es ist anzumerken, dass aufgrund von Schwierigkeiten der Elementanalyse nur einzelne Dichten experimentell ausgewertet werden konnten. Dabei sind nachfolgend die experimen-

Tabelle 6.1: Carbonitrier-Bedingungen der untersuchten Bauteilzustände. Im Fall von zwei angegebenen Zeiten wurde der Prozess zweistufig durchgeführt.

Charge	Zeit	Temperatur	C _p	N _p	Medium
	[min]	[°C]	[Ma-%]	[Ma-%]	
EH	240+180	900, 850	0,75, 0,7	-	Öl
CN1	240+180	900, 850	0,7, 0,7	0,32, 0,27	Öl
CN2	210+180	900, 850	0,8, 0,8	0,55, 0,65	Öl
CN3W	180	850	0,75	0,38	Wasser
CN3	180	850	0,75	0,38	Öl
CN4	60+150	850, 900	0,75, 0,85	0,5, 0,21	Öl

tellen Analysen in Form von Punkten und die dazugehörigen Simulationen in Form von Linien in Abhängigkeit der Dichten dargestellt. Zusätzliche Schwierigkeit stellt die zweistufige Prozessführung mit zeitlich variierenden Atmosphärenpegeln und Temperaturen dar. Vergleicht man die experimentellen und simulativen Ergebnisse, zeigen sich, unter Berücksichtigung der komplexen Prozessführung, sehr gute Übereinstimmungen.

Zunächst soll auf die Analyse des Stickstoffs eingegangen werden. Die Analyse des Stickstoffs mittels Emissionsspektroskopie konnte nur im verdichteten Bereich zuverlässig durchgeführt werden. Mit zunehmender Porosität (und folglich zunehmender Menge an Gas in den Poren) war die Stickstoffanalyse, welche am Leibniz-IWT Bremen durchgeführt wurde, nicht mehr aussagekräftig. Demzufolge ist für die carbonitrierten Chargen der Stickstofftiefenverlauf bis maximal 0,25 mm, entsprechend dem näherungsweise voll verdichteten Bereich, dargestellt. Eine Validierung kann nur für diesen Bereich an der Oberfläche erfolgen. Je nach untersuchter Carbonitriercharge werden die Stickstoffkonzentrationen leicht über- oder unterschätzt. Grundsätzlich wird jedoch die Menge und der Verlauf in plausibler Größenordnung prognostiziert. Hierbei ist zu erwähnen, dass von experimenteller Sei-

te Schwankungen von 0,2 Ma-%N bei gleichen Prozessbedingungen nicht auszuschließen sind und auch innerhalb einer Versuchsserie berichtet werden [16]. Folglich kann randschichtnah von einer guten Reproduzierbarkeit einerseits, und einer guten simulativen Prognose andererseits gesprochen werden. Wie erwähnt, kann keine Aussage über tieferliegende und zunehmend poröse Bauteilbereiche getroffen werden. Der Einfluss offener Porosität auf die Diffusion von Stickstoff konnte im Rahmen dieser Arbeit nicht analysiert werden.

Umfassendere Aussagen können über den Massentransport des Kohlenstoffs getroffen werden. Auch hier spielt die Porosität bei der Ermittlung der Elementtiefenverläufe eine Rolle. Seitens des Projektpartners Leibniz-IWT Bremen traten hier vor allem für die Dichte $6,9 \text{ g/cm}^3$ Probleme bei der Analyse auf. In einem Bereich von 0 mm bis 0,5 mm stellt sich chargen- und dichteübergreifend ein linear abfallender Kohlenstoffgradient ein. An der Oberfläche sind vereinzelt reduzierte Kohlenstoffkonzentrationen ermittelt worden, siehe CN1 und CN3, sowie in abgeschwächter Form bei EH und CN2. Die simulierte Diffusion wird bis zu einer Tiefe von 0,5 mm dominiert von der Volumendiffusion. Im Übergangsbereich ist im Elementtiefenverlauf ein Knick festzustellen. Bei schmelzmetallurgischen Bauteilen entspricht dies i.d.R. dem Übergang in die Grundkonzentration des Werkstoffes. Ab einem Randschichtabstand von 0,6 mm und mehr stellt sich hingegen ein näherungsweise konstantes Konzentrationsniveau des Kohlenstoffs ein, welches nicht der Grundkonzentration des Werkstoffes von 0,3 Ma-%C entspricht. Dieser Effekt lässt sich auch in der Simulation beobachten, hierbei spielt die Wechselwirkung von zwei Effekten eine maßgebliche Rolle. Wie bereits in Abschnitt 5.2.4 erläutert, nimmt die offene Porosität und damit die effektive Diffusivität zu. Ist durch Diffusion von der Oberfläche genug Kohlenstoff bis in den Bereich offener Porosität vorgedrungen, führt dies dort zu einem Sogeeffekt, welcher den Kernbereich nach und nach aufkohlt. Durch diesen Effekt konnte auch bei langen Prozesszeiten von knapp 7 h (EH, CN1, CN2) keine Erhöhung der Einhärtetiefe erreicht werden.

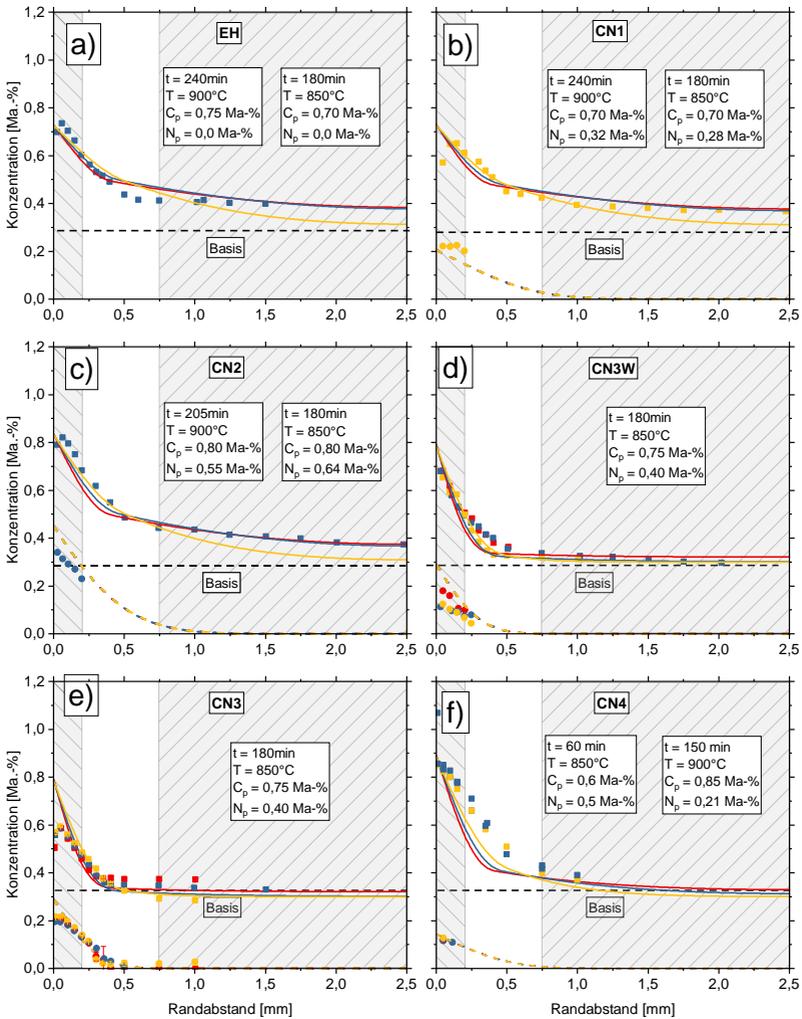


Abb. 6.5: Validierung der prognostizierten (Linien) und experimentellen (Punkte) Elementieverläufe der Validierungszustände in Abhängigkeit der Dichte: $6,9\text{ g/cm}^3$ (rot), $7,2\text{ g/cm}^3$ (blau) und $7,35\text{ g/cm}^3$ (gelb) nach [101].

Stattdessen wird der Kernbereich homogen mit Kohlenstoff angereichert, wie den Tiefenverläufen der Chargen EH, CN1 und CN2 und CN4 zu entnehmen ist.

Der zweite Effekt stammt von der Aufnahmefähigkeit des Kernvolumens. Bei großen Bauteilen kann die von der Randschicht kommende Menge an Legierungselementen in einem großen Kernvolumen verteilt werden, wodurch keine signifikante Erhöhung des Elementanteiles stattfinden würde. Im Fall der Wechselbiegeproben mit einer Gesamthöhe von 5 mm wird die Mittelachse bereits nach 2,5 mm erreicht. Aufgrund der reduzierten Aufnahmekapazität hat dies zu einer deutlichen Zunahme des Kernkohlenstoffgehalts geführt.

6.5 Validierung der Wärmebehandlungssimulation

6.5.1 Wärmeübergang

Für eine korrekte Vorhersage von Gefüge- und Eigenspannungszuständen wird eine präzise Abbildung der Abschreckbedingungen des Bauteiles benötigt. Um eine robuste Vorhersage des Bauteilzustandes gewährleisten zu können, wurden die Abschreckmedien Wasser und Öl (Durixol W72) implementiert. Nachfolgende Abb. 6.6 zeigt die Wärmeübergangskoeffizienten (bereitgestellt vom Leibniz-IWT Bremen) für das verwendete Härteöl Durixol W72. Das verwendete Ölbad hat eine Temperatur von 60 °C und wird über eine Umwälzpumpe mit Strömungsgeschwindigkeit von 0,8 m/s gefördert. Die Wärmeübergangskoeffizienten wurden für diese Konfiguration bestimmt. Für die Wasserabschreckung werden Literaturdaten nach Hasan et al. [125] verwendet.

Darüber hinaus sind die Seitenflächen der Wechselbiegeproben mit einer Härteschutzpaste bedeckt, um ein Durchkohlen zu verhindern. Messungen vom Leibniz-IWT Bremen an mit Härteschutzpaste abgedeckten Stahlzy-

lindern ergaben entgegen der Erwartung erhöhte Abschreckwirkungen. Eine genauere, orts aufgelöste Berücksichtigung des Wärmeübergangs wurde im Rahmen dieser Arbeit vernachlässigt.

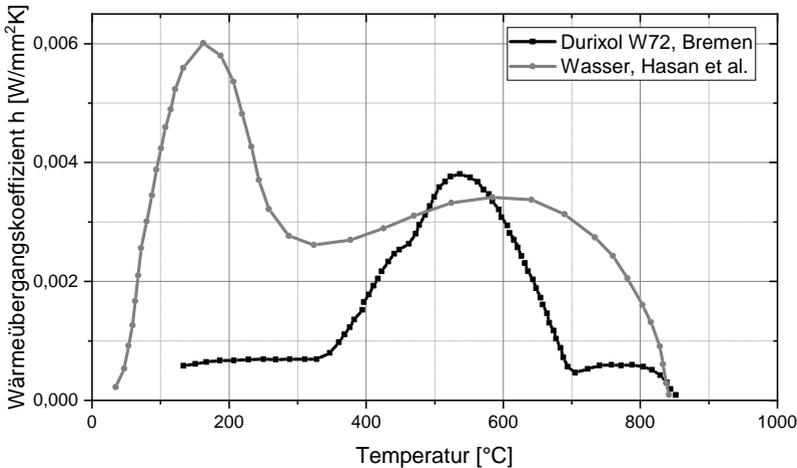


Abb. 6.6: Digitalisierte Wärmeübergangskoeffizienten für Durixol W72 bei einer Badtemperatur 60 °C und 0,6 m/s Ölbadgeschwindigkeit (nach Leibniz-IWT Bremen), sowie für Wasser bei 23 °C nach Hasan et al. [125].

6.5.2 Mikrostruktur

Die Analyse der Mikrostruktur erfolgte nach Nital-Ätzung an den wärmebehandelten Zuständen (siehe Abschnitt 4.4.3). An der Randschicht zeigten sich martensitische Bereiche mit Anteilen an Restaustenit. Die Restaustenitanalyse erfolgte röntgenographisch, da im Fall geringer Anteile an Restaustenit diese nicht fehlerfrei aus den Schlibfbildern bestimmt werden können. Im Kernbereich wurde ebenfalls ein nadeliges, martensitisch-bainitisches Gefüge festgestellt. Aufgrund der Feinheit der Mikrostruktur kann eine Unterscheidung mittels Lichtmikroskopie nicht erfolgen. Ferritisch-perlitisches Gefüge wurde keines festgestellt. Im Folgenden wird die Beeinflussung der Härte sowie des Restaustenits durch verschiedene Wärmebe-

handlungszustände der einzelnen Chargen sowie deren Auswirkung auf die verdichteten Neendichten diskutiert. Die Härte- und Restaustenittiefenverläufe sind in Abb. 6.7 für die einzelnen Carbonitrier-Zustände in Abhängigkeit der Porosität bis in eine Tiefe von 1 mm dargestellt. Die Zustände EH und CN1-CN3 weisen Randschichthärten von ungefähr 800-850 HV_{0,1} auf. Im Vergleich dazu zeigt die rein gehärtete Variante CN4Q eine Härte von über 1000 HV, die nach der Anlasswärmebehandlung bei 180 °C auf eine zu den restlichen Zuständen vergleichbare Höhe von 850 HV_{0,1} reduziert wird. Insgesamt werden geringe Veränderungen der Härte mit zunehmender Tiefe festgestellt, hierbei werden zustands- und porositätsübergreifend Kernhärten von über 600 HV_{0,1} festgestellt. Da durch die offene Porosität des Übergangsbereichs die Anreicherung der Elemente bis in den Kernbereich erfolgt, stellt sich näherungsweise ein Plateau der Härte bis in den Kernbereich ein. Das Ziel, durch längere Prozesszeiten die Einhärtetiefe zu erhöhen, konnte dementsprechend nicht erreicht werden.

Die grauen Bereiche visualisieren den verdichteten Bereich bis 0,25 mm. Die simulativen Vorhersagen zeigen in den Randschichtbereichen sehr gute Übereinstimmungen. Die Menge an Restaustenit liegt chargenabhängig zwischen 8-22 Vol-% und ist durch die Nachverdichtung porositätsunabhängig. Durch teilweise Entkohlungs- bzw. Oxidationseffekte werden im ersten Messpunkt geringe Anteile an Restaustenit analysiert. Ab Erreichen von 50 μm werden die Maxima an Restaustenit festgestellt. Die geringste Dichte (6,9 g/cm³, rot) neigt hier zu einigen Ausreißern in der Analyse. Während im Zustand der Charge CN1 der Restaustenittiefenverlauf ein scheinbar konstantes Plateau zeigt, ist im Zustand der Charge CN2 hingegen ein scharfer Abfall des Restaustenits zu verzeichnen. Hierbei scheinen lokale Porositätseffekte die Reproduzierbarkeit der Wärmebehandlungen einzuschränken. Im Zustand CN3 werden oberflächennah die Anteile an Restaustenit simulativ deutlich überschätzt. Hierbei spielt die Diskrepanz der simulierten und experimentellen Elementiefenverläufe eine wesentliche Rolle. Im Vergleich zwischen Experiment und Simulation zeigt der Zu-

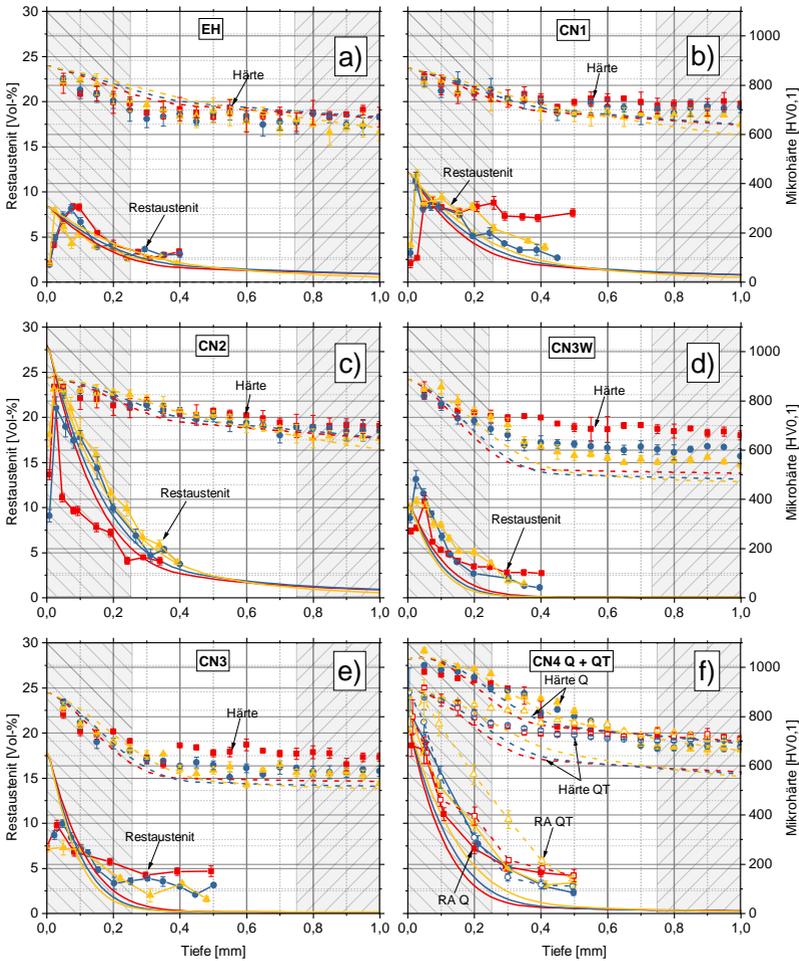


Abb. 6.7: Experimentelle (Punkte) und simulative (Linien) Härte- und Restaustenittiefenverläufe der einsatzgehärteten Zustände, in Abhängigkeit der Dichte: 6,9 g/cm³ (rot), 7,2 g/cm³ (blau) und 7,35 g/cm³ (gelb), nach [124].

stand CN3 (siehe Abb. 6.5e) statt einem simulierten Randschichtgehalt von 0,8 Ma-%C experimentell ein Maximum von 0,6 Ma-%C. Die daraus berechneten Restaustenitanteile sind dementsprechend überschätzt. Entstehen

bereits Abweichungen in der Vorhersage der Elementtiefenverläufe, so wirken diese sich signifikant auf die prognostizierten Randschichtzustände aus. Aus dem Gesamttrend der Kurven kann für ein breites Prozessfenster von Kohlen- und Stickstoff eine dennoch zufriedenstellende Übereinstimmung der Prognose der Randschicht erzielt werden.

Im Übergangsbereich der Randschicht gehen die Härte- und Restaustenitiefenverläufe in ein Plateau über, welches Analog zum prognostizierten Elementtiefenverlauf vorliegt. Während die Chargen EH, CN1, CN2 und CN3 sehr gute Übereinstimmungen zwischen Simulation und Experiment erzielen, ist die Härte der wasserabgeschreckten Charge CN3W im Kernbereich unterschätzt worden. Im Vergleich zur sonst identischen Prozessführung und identischer Anlasswärmebehandlung wie CN3, werden hier um 50 HV höhere Härten festgestellt. Zurückzuführen ist dies auf die höhere Abschreckwirkung und die damit einhergehende härtere Mikrostruktur im Kernbereich.

Durch den Vergleich der gehärteten und angelassenen Zustände kann der Einfluss der Anlass-Wärmebehandlung diskutiert werden. Während im Randbereich die Härte um 200 HV reduziert wurde, gleichen sich die Härtetiefenverläufe mit zunehmender Tiefe an. Zurückzuführen ist dies auf die mit zunehmender Tiefe abfallenden Elementkonzentrationen. Wie Katemi [60] bereits zeigte, nimmt der Abbau der Tetragonalität und die Reduktion der Härte mit zunehmender Elementkonzentration zu. Eine Veränderung der Menge des Restaustenits wurde nicht festgestellt.

6.5.3 Zulässigkeit der Modellreduktion

Zur Reduktion der Problemgröße wurde statt der gesamten Wechselbiegeprobe nur ein Teilstück der Messstrecke mit 5 mm Länge simuliert. Streng genommen ist dies unzulässig, da die Reduktion keiner geometrischen Symmetriebedingung unterliegt. Folglich darf diese Reduktion nur durchgeführt werden, wenn sich im reduzierten Volumen ein vergleichbares Eigenspan-

nungsgleichgewicht einstellt. Beim Einsatzhärten beeinflussen sich Rand und Kern gegenseitig, dementsprechend stützen sich die Bauteilbereiche gegeneinander ab. Damit sich durch die Umwandlung entsprechende Volumendifferenzen auch auf die Eigenspannungen auswirken, wird eine gewisse Länge bzw. Fläche des Bauteils normal zur Richtung des Elementgradienten benötigt. Nachfolgende Abb. 6.8 veranschaulicht den Sachverhalt. Auf der rechten Seite ist die Spannung σ_1 des simulierten Knochenmodells (unten) sowie der vereinfachten Geometrie (oben) dargestellt. Die vordere Kante entspricht der Mitte des Bauteils, an der sich beide Symmetrieebenen der Wechselbiegeprobe schneiden (siehe schwarzer Pfeil). Im Bild rechts ist die freie Oberfläche dargestellt, die keiner Randbedingung unterliegt. Aufgrund der Modellreduktion können dieser keine sinnvollen Randbedingungen zugewiesen werden. Zum Erreichen eines quer zur Aufkohlrichtung homogenen Eigenspannungszustandes wird eine gewisse Länge benötigt, sodass sich Eigenspannungen durch die Volumendifferenzen aufbauen kön-

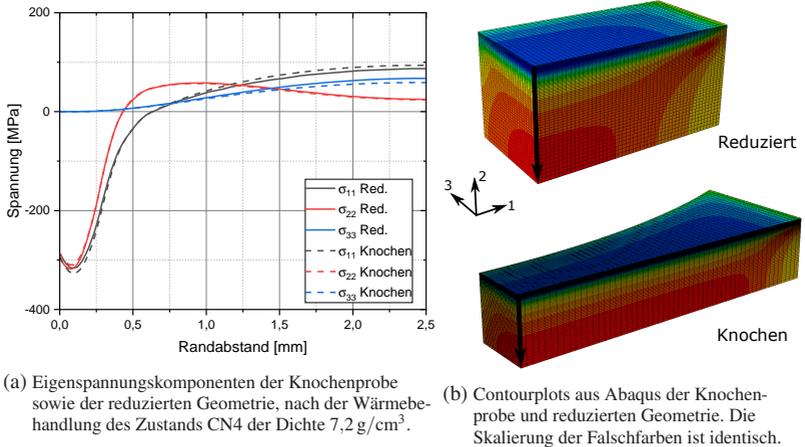


Abb. 6.8: Eigenstresskomponenten der Knochenprobe sowie der reduzierten Geometrie, nach der Wärmebehandlung des Zustands CN4 der Dichte $7,2 \text{ g/cm}^3$. Die Auswertung erfolgte entlang des Pfades der Symmetriekante (siehe schwarzer Pfeil).

nen. Veranschaulicht wird dies durch die Falschfarben am rechten, freien Rand des simulierten Bauteils. Ein konstanter Eigenspannungszustand stellt sich erst nach Erreichen von ca. 50% der untersuchten Länge des reduzierten Modells (2,5 mm) ein. Die Auswertung der Eigenspannungen erfolgt an der in Abb. 6.8b gezeigten Kante. Auf der linken Seite sind vergleichbare Eigenspannungen des reduzierten und vollständigen Modells für den Zustand CN4 der Dichte $7,2 \text{ g/cm}^3$ dargestellt. Dabei sind die Abweichungen vernachlässigbar. Die Reduktion des Untersuchungsvolumens ist dementsprechend zulässig.

6.5.4 Eigenspannungsumlagerung durch Materialabtrag

Zur Messung der Eigenspannungen und des Restaustenits wird Material durch elektrochemisches Polieren schrittweise abgetragen (siehe Abschnitt 4.4.9). Durch den einseitigen Materialabtrag verändert sich dabei das Spannungsgleichgewicht. Je nach Geometrie und Verhältnis von abgetragenen zu verbleibendem Volumen können die Spannungsumlagerungen signifikant sein und müssen simulativ abgeschätzt werden. Im vorliegenden Fall wird eine maximale Abtragstiefe von 0,5 mm untersucht. Bei einer Bauteilhöhe von 5 mm liegt die neutrale Faser bei 2,5 mm. Folglich werden einseitig 20% des Volumens entfernt, die aufgrund der Distanz zur Randfaser (Flächenträgheitsmoment) einen signifikanten Beitrag zum Spannungszustand aufweisen. Um diesem Effekt Rechnung zu tragen, werden die aus der Simulation berechneten Eigenspannungen auf einen Biegebalken (siehe Abb. 6.9) übertragen und die Auslösung schrittweise simuliert. Die Simulation erfolgte linear elastisch mit den für die Dichten zugehörigen Elastizitätsmoduln von $E^p = 140 \text{ GPa}$, 155 GPa und 165 GPa und einer Querkontraktionszahl von $\nu = 0,3$. Der Balken ist in Abb. 6.9 im Ausgangszustand (oben) und nach dem finalen Abtragungsschritt (unten) dargestellt.

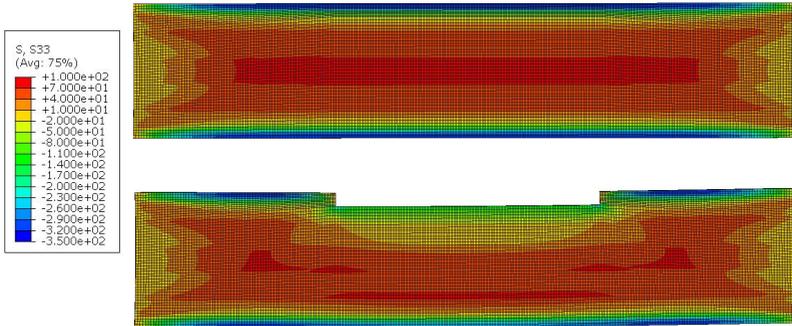


Abb. 6.9: Veranschaulichung des Biegebalkens und der Eigenspannungsumlagerung vor (oben) und nach (unten) Abtrag des Materials von 0,5 mm. Die Darstellung der Verschiebung des Bauteils ist um Faktor 20 erhöht.

Mit zunehmendem Abtrag verschieben sich die neutrale Faser und das Flächenträgheitsmoment des verbleibenden Querschnitts. Hierbei lagert sich die Druckspannung auf der Rückseite um und die Probe biegt sich nach oben (siehe Abb. 6.9 unten). Die durch den Abtrag umgelagerten Spannungen werden simulativ Schritt für Schritt für die jeweilige Abtragstiefe ausgelesen. Veranschaulicht ist dies in Abbildung 6.10. Mit zunehmendem Abtrag erhöht sich die Differenz der ursprünglichen Axialspannung (Linien) zur umgelagerten Axialspannung (Punkte). Während die Abweichungen bei den ersten Abtragsschritten vergleichsweise gering ausfallen, erhöht sich mit zunehmender Tiefe der Einfluss. Dieser führt zusätzlich dazu, dass der Nulldurchgang der Eigenspannungen bis zur betrachteten Tiefe von 0,5 mm nicht festgestellt werden kann. Während im Ausgangszustand die Eigenspannungs-Nulldurchgänge bei 0,3-0,5 mm zu verorten sind, liegt nach den Abtragsschritten ein näherungsweise konstantes Plateau von Druckeigenspannungen vor.

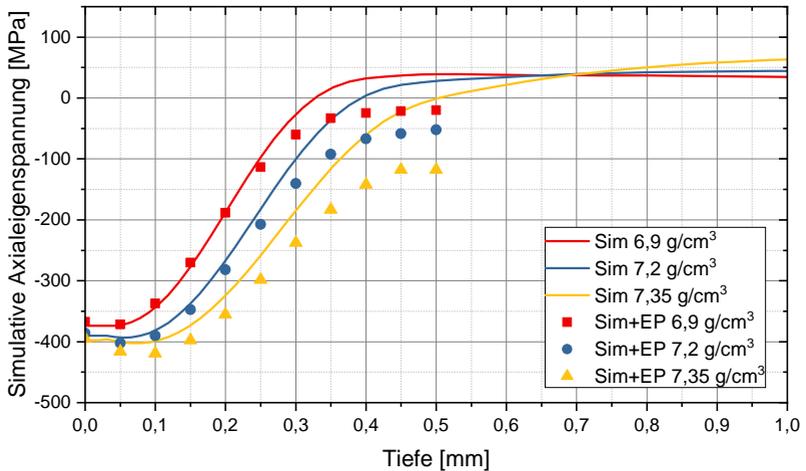


Abb. 6.10: Darstellung der sukzessiven Eigenspannungsumlagerung des Biegebalkens bei zunehmendem Materialabtrag. Linien: Eigenspannung im Ausgangszustand (Sim), Punkte: durch Materialabtrag umgelagerte Spannung an der jeweiligen Abtragstiefe (Sim+EP).

6.5.5 Eigenspannungstiefenverläufe

Die Eigenspannungen wurden in axialer Richtung der Wechselbiegeprobe analysiert. Abbildung 6.11 zeigt den Abgleich der experimentellen und simulativen Eigenspannungstiefenverläufe in Abhängigkeit der Dichte. Die untersuchten Zustände der Chargen EH, CN1, CN2, CN3 und CN3W wurden nach dem Härten bei 180 °C angelassen, die resultierenden Eigenspannungen sind in Abb. 6.11 dargestellt. Die Chargen EH (a), CN1 (b) und CN2 (c) weisen nach der Anlasswärmebehandlung Druckeigenspannungen von -100 MPa bis -200 MPa auf. Hierbei sind vor allem die hohen Zugeigenspannungen direkt an der Oberfläche signifikant. Zusammen mit den Ergebnissen der Restaustenitanalyse kann hier die Entkohlung/Oxidation der Randschicht und die damit einhergehende verfrühte Umwandlung als Ursache für die Zugeigenspannungen erklärt werden.

Die Druckeigenspannungen der Chargen CN3 (e) und CN3W (d) weisen

ähnliche Größen von bis zu -150 MPa auf. Die geringste Dichte $6,9 \text{ g/cm}^3$ zeigt geringere Druckeigenspannungen von über -100 MPa und für die Charge CN3W, konstante Zugeigenspannungen von über 50 MPa. Simulativ werden im Vergleich hierzu Druckeigenspannungen von -300 MPa und für die in Wasser bei 20°C gehärtete Variante von -400 MPa prognostiziert. Die Druckeigenspannungen angelassener einsatzgehärteter Zustände werden aus der Simulation deutlich unterschätzt. Simulativ wird dabei jedoch der Eigenspannungszustand nach dem Härten prognostiziert, während die hier beschriebenen Zustände einer nachgeschalteten Anlasswärmebehandlung unterzogen wurden. Dabei zeigt sich, dass eine Vergleichbarkeit zwischen dem Eigenspannungszustand nach dem Härten und dem Eigenspannungszustand nach dem Härten und Anlassen ohne Berücksichtigung weiterer Einflussfaktoren nicht gegeben ist. Folglich müssen hier in weiterführenden Arbeiten die Mechanismen der Eigenspannungsumlagerung in carbonitrierten Randschichten im Prozess der Anlasswärmebehandlung untersucht, verstanden und modellhaft beschrieben werden.

Zur Analyse der Auswirkungen der Anlasswärmebehandlung wurde die Charge CN4 im gehärteten (CN4Q) und im angelassenen Zustand (CN4QT) untersucht (siehe Abb. 6.12). Experimentell zeigen sich im gehärteten Zustand CN4Q oberflächennah Druckeigenspannungen von -250 MPa bis -300 MPa, simulativ werden Druckeigenspannungen von -300 MPa prognostiziert. Auch der Tiefenverlauf der Eigenspannungen kann zielsicher für die jeweiligen Dichten prognostiziert werden. Durch Entfernung des Materials lagert sich die Druckeigenspannung der Rückseite des Biegebalkens um, wodurch der Nulldurchgang der Druckeigenspannungen experimentell nicht festgestellt werden kann. Dabei liegt die simulative Vorhersage in guter Übereinstimmung mit den experimentellen Befunden der gehärteten Variante. Werden die Bauteile einer Anlasswärmebehandlung unterzogen, bauen sich die Eigenspannungen im Randbereich von -300 MPa auf -100 MPa bis 0 MPa signifikant ab und stellen damit einen vergleichbaren Zustand wie die bereits oben diskutierten, angelassenen Randschichtzustän-

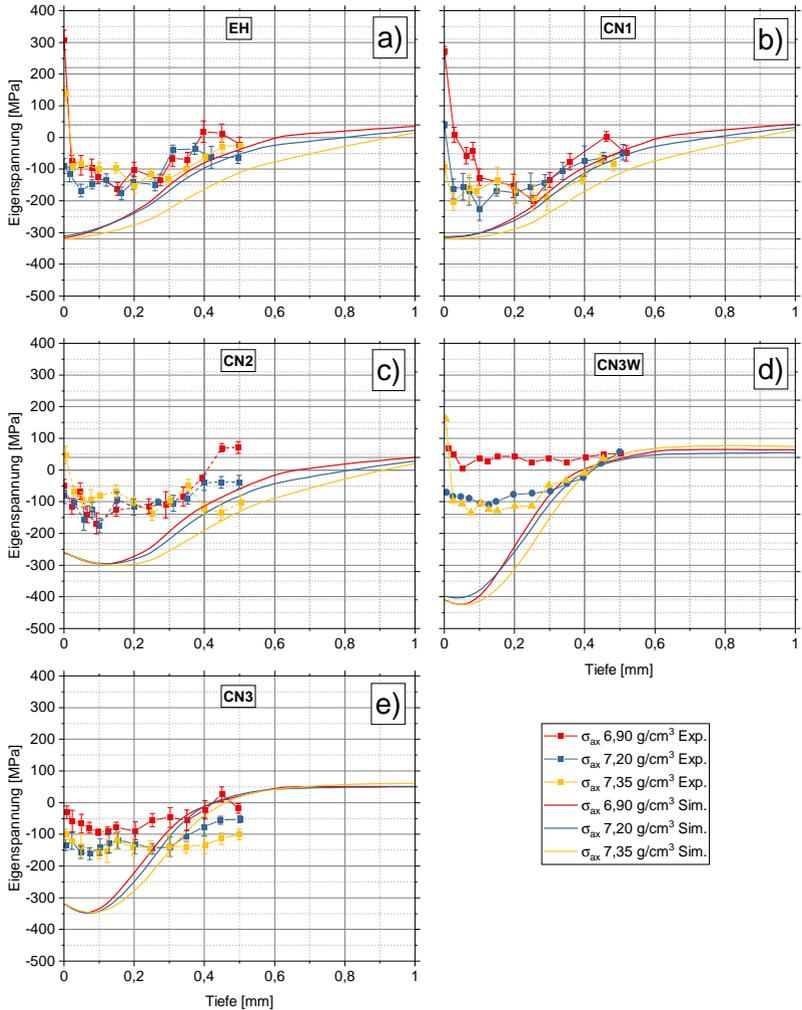


Abb. 6.11: Experimentelle (Punkte) Eigenspannungstiefenverläufe nach dem Carbonitrieren im gehärteten und angelassenen Zustand, und simulative (Linien) Eigenspannungstiefenverläufe nach dem Carbonitrieren im gehärteten Zustand. Die Umlagerung der Eigenspannungen durch Materialabtrag wurde nicht berücksichtigt.

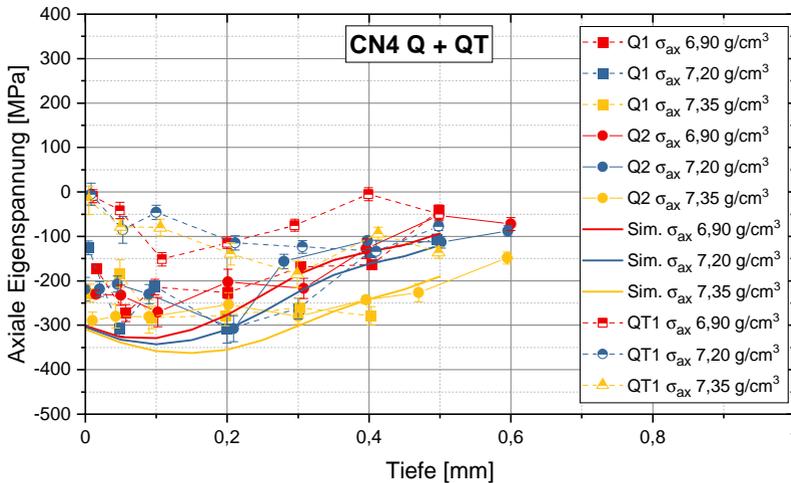


Abb. 6.12: Experimentelle (Punkte) und simulative (Linien) Eigenspannungstiefenverläufe nach dem Carbonitrieren im gehärteten (Q1+Q2) und angelassenen Zustand (QT1). Die Umlagerung der Eigenspannungen durch den Materialabtrag wurde simulativ berücksichtigt.

de, dar.

Zusammenfassend kann daraus geschlossen werden, dass die Eigenspannungen durch die Anlasswärmebehandlung bei 180 °C für 2 h einer deutlichen Veränderung unterliegen und dementsprechend durch die Abschrecksimulation nur bedingt vorhergesagt werden können. Dabei scheint bei einer Anlasswärmebehandlung vor allem die Abhängigkeit der Menge an Kohlen- und Stickstoff ein wesentlicher Faktor für die Veränderung der Eigenspannungen zu sein, da die Eigenspannungen nicht im gleichen Maße abgebaut werden [60].

6.5.6 Zeitliche Entwicklung während des Abschreckens

Für ein besseres Prozessverständnis ist es notwendig, die einzelnen Mechanismen und deren Rolle im Abschreckprozess und Auswirkungen auf den Randschichtzustand simulativ zu untersuchen. Ausgewählt wurde hier-

zu die Simulationsdaten der validierten Charge CN4 an zwei Knoten auf der Symmetriekante (Mitte der Probe) im Abstand zur Oberfläche von $50\ \mu\text{m}$ (Randknoten) und $750\ \mu\text{m}$ (Übergangsbereich zum Kern). Der Abschreckprozess kann in vier Segmente gegliedert werden, siehe Abb. 6.13. In der nachfolgenden Abbildung sind die simulierten Größen der drei untersuchten Dichten dargestellt. Zu berücksichtigen ist, dass der in der Randschicht analysierte Knoten in der Simulation porositätsfrei angenähert wurde. Dargestellt sind die Temperatur, Spannungen, Streckgrenzen und Phasen der eben genannten Knoten. Segment I entspricht dem Beginn des Abschreckprozesses, bei dem der Wärmeübergang noch vergleichsweise gering ist (siehe Abb. 6.6). Durch die geringen Abschreckintensitäten hat das Bauteil genug Zeit, mittels Wärmeleitung eine näherungsweise homogene Bauteiltemperatur über den Querschnitt zu halten, wodurch die resultierenden Spannungen gering sind. Ab Erreichen von $700\ \text{°C}$ steigt der oberflächennahe Wärmestrom des Wärmeübergangs und somit die Differenz der Temperaturen zwischen Oberfläche und Kern (Segment II).

Hierbei tritt noch keine Phasenumwandlung auf. Es entstehen thermische Spannungen von ca. 100 MPa in der austenitischen Phase. Bei höheren Abschreckwirkungen könnte durch höhere thermische Spannungen die Streckgrenze überschritten werden, was zu Plastifizierung in der Randschicht führt. Der Kernbereich weist aufgrund seines vergleichsweise großen Querschnitts und des Kräfte- und Momentengleichgewichts geringe Druckeigenstressspannungen auf. Mit zunehmender Unterkühlung nimmt der Wärmeübergang wieder ab, bei Erreichen von $400\ \text{°C}$ sinkt der Wärmeübergang deutlich, die Nußelt-Zahl fällt auf Werte kleiner eins. Die Temperatur von Rand und Kern nähern sich einander an und die thermischen Spannungen verschwinden. Nach ungefähr 3-4 s und Unterschreiten der Temperatur von $400\ \text{°C}$ beginnt im Kernbereich die martensitische Umwandlung, welche den Beginn des Segments III definiert.

Anhand der Phasenanteilskurve des Kerns A_{Kern} zeigt sich bei Verlassen von 100% Austenit ein geringer Anteil bainitischer Umwandlung, der jedoch nur

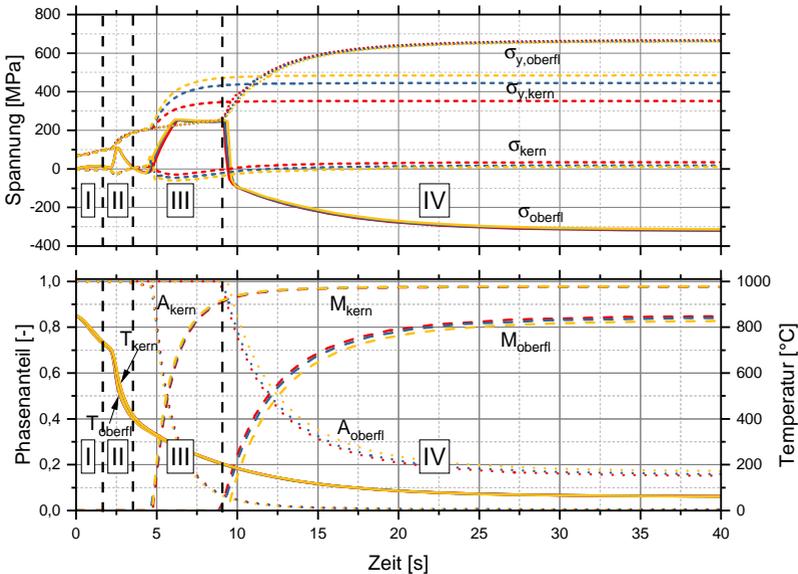


Abb. 6.13: Simulierte zeitliche Entwicklung der Phasen und Spannungen in Abhängigkeit der Abschrecktemperatur, nach [124]. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$. Bereich I: Beginn der Abkühlung ohne signifikante Spannungen, Bereich II: Aufbau thermischer Spannungen, Bereich III: Beginn der Umwandlung des Kernbereiches, Bereich IV: Beginn der Umwandlung des Randbereiches.

wenige Prozent beträgt. Bei 5 s beginnt die martensitische Umwandlung des Kernbereiches. Mit fortschreitender Umwandlung bilden sich als Reaktion darauf Zugspannungen im Randbereich aus. Ab Erreichen der Streckgrenze σ_y plastifiziert der Randbereich, die fortschreitende Umwandlung des Kernbereiches führt hierbei im Rand zu einer Zunahme der plastischen Deformation.

Bei 9 s Abschreckzeit unterschreitet der oberflächennahe Bereich $200 \text{ }^\circ\text{C}$ und damit die lokale Martensitstarttemperatur, wodurch Segment IV definiert wird. Bei 10 s hat sich ca. 20 Vol-% Martensit gebildet und dadurch bereits die Spannung von über 200 MPa auf unter -100 MPa reduziert. Die

fortlaufende martensitische Umwandlung bewirkt im Anschluss vergleichsweise geringe Zunahmen an Druckspannungen. Bei der finalen Abschrecktemperatur von $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ verbleiben an der Oberfläche ca. 18 Vol-% Restaustenit und Druckeigenspannungen von -320 MPa .

Der Knick der Spannungsentwicklung (bei ca. 10 s) kann durch die Wechselwirkung der Umwandlungsplastizität in Abhängigkeit der Zug- bzw. Druckspannung erklärt werden. Bei Beginn der martensitischen Umwandlung liegen Zugspannungen vor. Durch die Expansion des Martensits werden durch den Volumensprung zunehmend Druckspannungen aufgebaut. Die Umwandlungsplastizität induziert plastische Dehnungen in Richtung der anliegenden Spannung. Zu Beginn der Umwandlung werden also zusätzlich zum martensitischen Volumensprung plastische Dehnungen induziert, die die Zugspannungen abbauen. Ab Erreichen von Druckspannungen induziert die Umwandlungsplastizität mit fortschreitender Umwandlung negative Dehnungen. Während die zunehmende Martensitumwandlung eine Erhöhung der Druckspannung induziert, werden gleichzeitig durch die Umwandlungsplastizität die Druckspannungen durch plastische Verformung gedämpft. Die nachfolgende Abb. 6.14 hilft bei der Interpretation der ablaufenden Mechanismen. Hierzu wurde die eben diskutierte Simulation zusätzlich ohne Umwandlungsplastizität simuliert (siehe Abb. 6.14), um die Unterschiede der Spannungsentwicklung besser zu veranschaulichen. Zur besseren Übersichtlichkeit ist nur die mittlere Dichte $7,2\text{ g/cm}^3$ abgebildet. Dargestellt ist die zeitliche Entwicklung der Spannung der Charge CN4 der Dichte $7,2\text{ g/cm}^3$ zusammen mit der Umwandlungsplastizität in Axialrichtung. Im Vergleich der Spannungsverläufe zeigen sich identische Verläufe bis 5 s, wodurch der Beginn der Umwandlung des Kernbereichs definiert wird. Ohne Umwandlungsplastizität (grau) wird die Zugspannung schneller aufgebaut, jedoch wird die Höhe der Spannung durch die geringe Streckgrenze des Austenits begrenzt. Die Auswirkung der Umwandlungsplastizität kann ab Einsetzen der martensitischen Umwandlung erläutert werden. Die Spannung ohne Abhängigkeit der Umwandlungsplastizität zeigt eine

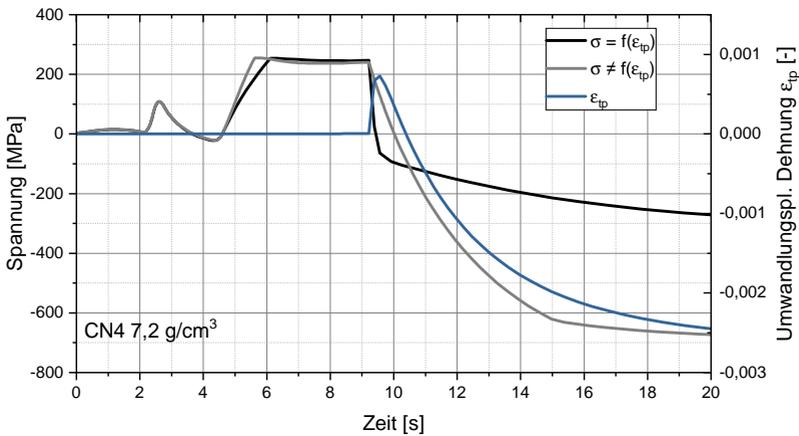


Abb. 6.14: Zeitliche Entwicklung der Axialspannungen an der Oberfläche in $50 \mu\text{m}$ Tiefe, in Abhängigkeit der Umwandlungsplastizität, nach [124].

exponentielle Zunahme der Druckspannungen, die in ihrer Form der zunehmenden Umwandlung des Martensits entspricht (siehe Abb. 6.13). Dabei würden nach Abschluss der Umwandlung Druckeigenspannungen von -700 MPa prognostiziert. Die Form der Spannungsentwicklung unter Berücksichtigung der Umwandlungsplastizität ist in der schwarzen Kurve dargestellt. Dabei kann der Knick direkt dem Maximum der umwandlungsplastischen Dehnung zugeordnet werden. Wie bereits diskutiert, werden unter vorliegender Zugspannung zunächst positive umwandlungsplastische Dehnungen induziert, die zu einem Abbau der Zugspannungen führen. Zusammen mit der Volumenzunahme der martensitischen Umwandlung führt dies zu einem scharfen Spannungsabfall. Ab Erreichen der Druckspannungen ist die Dehnrates der Umwandlungsplastizität negativ. Es bilden sich zunehmend negative Dehnungen, die die Ausbildung weiterer Druckspannungen deutlich hemmen. Ohne die Berücksichtigung der Umwandlungsplastizität würden die Spannungen um Faktor 2 überschätzt werden.

6.6 Diskussion der Ergebnisse

Aufgrund des hohen geometrischen Abstraktionsgrades des Gesamtmodells konnte die Anzahl an notwendigen Elementen des FE-Modells reduziert und diese wiederum in die feinere Auflösung der Tiefe investiert werden. Hierbei konnte gezeigt werden, dass die Modellreduktion auf die Messstrecke des Bauteils genügt, da der Eigenspannungszustand in vernachlässigbarem Maße verändert wird.

Wesentlicher Aspekt ist zusätzlich die Berücksichtigung der Umlagerung der Eigenspannungen durch Materialabtrag. Hierzu ist eine Simulation zur Abschätzung unvermeidlich, auch wenn bei dickeren Bauteilquerschnitten eine geringere Umlagerung zu erwarten ist.

Um die Gesamtaussagekraft des Modells besser analysieren zu können, werden die Validierungsdaten in einem Regressionsplot zusammengeführt. Die Darstellung in Form eines Regressionsplots ermöglicht die Analyse der Vorhersagekraft des Modells im Ganzen, sowie die Analyse der Abweichungen einzelner Messpunkte. Auf den Abgleich des Stickstoffs wurde aufgrund der vergleichsweise geringen Datenbasis verzichtet. In Abbildung 6.15 ist die Übereinstimmung der prognostizierten Kohlenstofftiefenverläufe im Vergleich zu den experimentell ermittelten Verläufen dargestellt. Dazu werden die experimentell bestimmten Werte mit den simulativen Daten in gleicher Tiefe gegenübergestellt. Aus dem Schwerpunkt der Gesamtheit der Daten im Verhältnis zur Ideallinie lässt sich die Modellierung beurteilen. Weicht der Schwerpunkt der Daten ab, unter- bzw. überschätzt das Modell die Vorhersagegrößen. Im vorliegenden Fall kann keine signifikante Abweichung des Modells identifiziert werden. Der zweite Darstellungsaspekt befasst sich mit der Streuung der Daten. Mit Hilfe der Abweichungslinien kann ein Vertrauensbereich von $\pm 10\%$ definiert werden. Zum Teil ergeben sich etwas höhere Abweichungen bei ca. 0,4-0,5 Ma-%, dies entspricht in den Elementtiefenverläufen den Übergängen zu offener Porosität und einem Wechsel des Diffusionsmechanismus. Durch die Idealisierung der Simula-

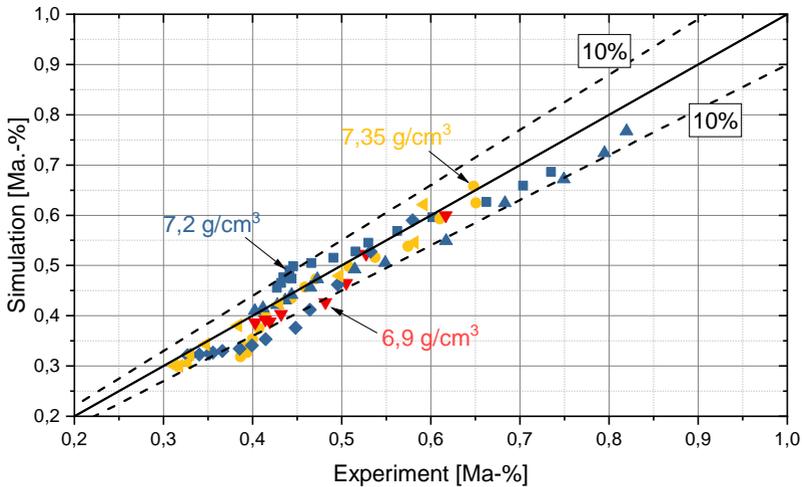
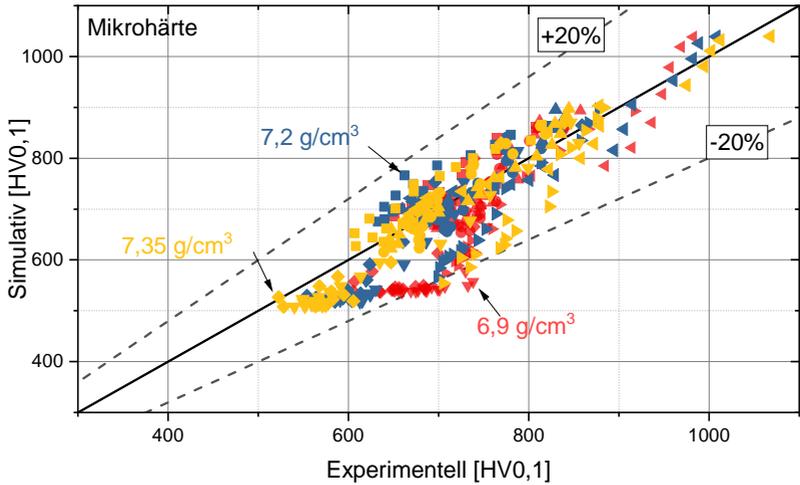


Abb. 6.15: Regressionsplot der simulierten und experimentellen Kohlenstoff-Datenpunkte nach [101]. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$.

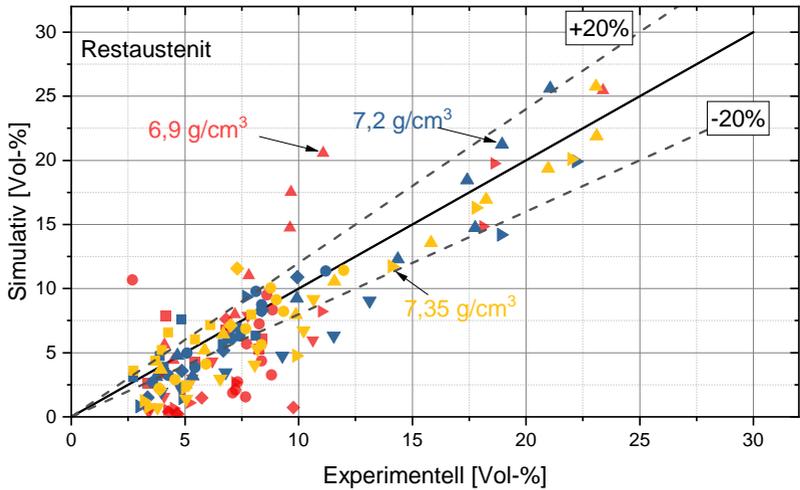
tion lässt sich dieser nur bedingt abbilden. In der Summe kann jedoch trotz der hohen Komplexität aus verdichteter Randschicht, des Übergangs in offene Porosität und der daraus resultierenden veränderlichen Diffusion, eine hervorragende Übereinstimmung der Randschichtzustände sowie auch der Durchkohlung bis in den Kernbereich erzielt werden. Nachdem die Vorhersage der Elementtiefenverläufe validiert wurde, kann im Folgenden auf die Qualität der Vorhersage der Randschichtzustände eingegangen werden.

In den vorherigen Abschnitten sind die experimentellen und simulativen Randschichtzustände gegenübergestellt worden. Im Folgenden wird die gesamtheitliche Qualität der vorhergesagten Randschichtzustände beurteilt und ggf. Punkte für weitere Verbesserungen der Modelle diskutiert. Um eine gesamtheitliche Aussage der Qualität der simulativen Prognose treffen zu können, sind in nachfolgender Abb. 6.16 die Übereinstimmungen der simulativen Werte den experimentell ermittelten Werten der Härte und

des Restaustenits gegenübergestellt. Dargestellt sind die Ideallinien sowie



(a) Regressionsplot der Mikrohärtigkeit in HV0,1



(b) Regressionsplot des Restaustenits in Vol-%.

Abb. 6.16: Regressionsplots der experimentellen und dazugehörigen simulativen Wertepaare, nach [124]. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$.

jeweils $\pm 20\%$ Abweichung zu den experimentellen Werten. Die Analyse der Randschichthärte zeigt dabei Übereinstimmungen der Simulation in einem Streuband von 20%. Erhöhte Abweichungen werden für die Dichte $6,9 \text{ g/cm}^3$ analysiert. Die Gesamtheit der Datenpunkte folgt der Ideallinie, dementsprechend kann davon ausgegangen werden, dass die Modellierung eine sinnvolle Vorhersage bietet.

In Abb. 6.16b sind die Datenpunkte des Restaustenits visualisiert. Die Dichte $6,9 \text{ g/cm}^3$ weist hier deutliche Schwankungen auf. Eine gesicherte Prognose für diese Dichte scheint nur bedingt möglich zu sein. Demgegenüber können für die Dichte $7,2 \text{ g/cm}^3$ und $7,35 \text{ g/cm}^3$ systematische, gute Übereinstimmungen festgestellt werden. Für hochrestaustenithaltige Bereiche kann eine zufriedenstellende Prognose in einem Fehlerband von unter 20% erzielt werden. Bei geringeren Restaustenitgehalten unter 10 Vol-% sind deutlichere Abweichungen zu verzeichnen. Dabei scheint sich der Anteil an Restaustenit experimentell bei 3 Vol-% einzupendeln. Eine Ursache liegt in der Modellierung des Restaustenits begründet. Während experimentell auch in niedriglegierten Stählen bereits wenige Vol-% Restaustenit vorliegen können, werden diese modellhaft i.d.R. nicht berücksichtigt. Hierbei bestimmt das vorliegende Modell erst bei effektiven Konzentrationen von $c_{eff} = 0,6 \text{ Ma-\%}$ einen Volumenanteil von 2,5 Vol-%, während experimentell hier von mehreren Autoren Anteile an Restaustenit von bis zu 5% bestimmt wurden. Hierbei wurde auf eine nachträgliche Korrektur der Formulierung verzichtet, da das Augenmerk auf der Prognose der Randschicht liegt. Die Beeinflussung des Kernbereichs durch wenige Prozent Restaustenit ist eher als irrelevant einzustufen. Die Vorhersage der Randschichtzustände (Härte, Restaustenit) hingegen konnte vor allem im oberflächennahen Bereich in zufriedenstellendem Maße erreicht werden.

Einfluss der Anlasswärmebehandlung

Da einsatzgehärtete Bauteile i.d.R. einer Anlass-Wärmebehandlung unterzogen werden, wird im Folgenden der Einfluss auf den Randschichtzustand diskutiert. Die Anlasswärmebehandlung erfolgt dabei in der ersten Anlassstufe (160 - 200 °C) [35]. Nach Fuhrmann [35] kommt es in der Anlassstufe I nur zu geringen Umlagerungen der Eigenspannungen. Bei Temperaturen bis 200 °C wird vorhandener Restaustenit stabilisiert [16] und aus dem Martensitgitter ε -Karbide ausgeschieden, die Tetragonalität des Martensits nimmt ab und die Härte verringert sich. Im Rahmen dieser Arbeit konnte dabei durch das Anlassen eine Reduktion der Härte um 200 HV_{0,1} festgestellt werden. Die Anlasswärmebehandlung zeigte keine Beeinflussung des Restaustenits und wird dementsprechend nicht weiter betrachtet.

Während die Effekte des Anlassens auf die resultierende Härte und Restaustenit gut beschrieben sind, sind systematische Untersuchungen der Auswirkungen auf den Eigenspannungszustand chemisch gradierter Randschichtzustände noch weitestgehend unerforscht. So konnte Vatavuk et al. [126] an aufgekohlten Zylindern eine gerinfügige Reduktion der Eigenspannung durch die Anlassbehandlung bei 180 °C von -155 MPa auf -145 MPa und -325 MPa auf -310 MPa feststellen. Im Gegensatz dazu konnte Katemi [60] im Rahmen seiner Dissertation an carbonitrierten Zuständen mittels röntgenographischer in-situ Versuche einen signifikanten Abbau der Eigenspannung nachweisen. Hierbei wurde bereits bei Temperaturen von 170 °C eine Reduktion der Druckeigenspannungen berichtet. Die oberflächennahen Druckeigenspannungen von ca. -200 MPa wurden bei 170 °C bereits nach ca. 20 min auf unter -100 MPa abgebaut. Ein analoges Verhalten hat sich bei höheren Anlasstemperaturen eingestellt. Unabhängig von der Anlasstemperatur relaxierten die Druckeigenspannungen auf ein vergleichsweise konstantes Niveau von -100 MPa. Dabei sind die Erkenntnisse von Katemi in Einklang mit denen in dieser Arbeit beschriebenen maximalen Druckeigenspannungen nach dem Anlassen. Während im gehärteten Fall Eigen-

spannungen von bis zu -350 MPa vorhergesagt wurden, sind nach der Anlasswärmebehandlung experimentell nur noch minimal -150 MPa zu verzeichnen. Dabei scheint die Anlasswärmebehandlung vor allem den hochaufgekohlten Randbereich zu verändern. Dies ist insofern in Einklang mit den Erkenntnissen des Abbaus der Tetragonalität, da höher aufgekohlte Bereiche einer größeren Gitterverzerrung unterliegen, welche im Prozess des Anlassens abgebaut werden können und folglich zu einem signifikanteren Abbau der Eigenspannung führen kann. In zukünftigen, aufbauenden Arbeiten sollte hierbei der Effekt der Anlass-Wärmebehandlung auf die Härte und die Eigenspannungen in Abhängigkeit des Kohlen- und Stickstoffs näher beleuchtet werden.

6.7 Sensitivitätsstudie der Materialparameter

Nach erfolgreicher Validierung kann die Simulation als Werkzeug zur Einflussgrößenanalyse herangezogen werden. Hierbei bietet sich die Analyse der Sensivität der modellierten Materialgrößen einerseits und der Prozessbedingungen andererseits an, um ein vertieftes Verständnis der relevanten Einflussgrößen auf den Randschichtzustand zu erlangen. Darüber hinaus kann daraus geschlossen werden, welche Faktoren eine über- bzw. untergeordnete Rolle in der Ausprägung des Restaustenits und der Eigenspannungen spielen und folglich in zukünftigen Arbeiten eine detailliertere oder weniger detaillierte Betrachtung benötigen. Die Sensitivitätsstudie wird anhand der Randschichtzustände (Restaustenit, Eigenspannungen) des validierten Zustandes CN4 der mittleren Dichte $7,2 \text{ g/cm}^3$ durchgeführt. Die Materialparameter werden in einem Größenbereich von $\pm 20\%$ variiert. In nachfolgender Tab. 6.2 sind die variierten Größen und deren jeweilige Sensitivität bezüglich der Eigenspannung dargestellt.

Zunächst soll eine kurze Diskussion zu den thermischen Materialkenngrößen folgen. Hierbei wirken sich die Änderungen der thermischen Materialgrößen (Wärmeleitfähigkeit und Wärmekapazität) marginal auf den

Tabelle 6.2: Materialparameter und deren Sensitivität auf die Axialeigenspannungen $\Delta\sigma/\sigma_0$. Die relative Differenz bezieht sich Höhe der Eigenspannungen σ_0 im Referenzzustand.

Veränderung		-20%	-10%	+10%	+20%
Thermisch		Sensitivät $(\sigma - \sigma_0)/\sigma_0 \cdot 100\%$			
Ausdehnungskoeff.	$\alpha_{k,fz}$	13,6 %	6,7 %	-6,6 %	-12,9 %
Ausdehnungskoeff.	$\alpha_{k,rz}$	-7,2 %	-3,5 %	3,7 %	7,3 %
Wärmeleitfähigk.	$\lambda_{k,fz}$	< 1 %	< 1 %	< 1 %	< 1 %
Wärmeleitfähigk.	$\lambda_{k,rz}$	< 1 %	< 1 %	< 1 %	< 1 %
spez. Wärmekap.	$c_{p,t}$	< 1 %	< 1 %	< 1 %	< 1 %
Mechanisch		Sensitivät $(\sigma - \sigma_0)/\sigma_0 \cdot 100\%$			
E-Modul	$E_{k,rz}$	-7,2 %	-3,5 %	3,6 %	7,0 %
E-Modul	$E_{k,fz}$	-1,9 %	-1,0 %	1,0 %	1,6 %
Streckgrenze	$\sigma_{y,kfz}$	< 1 %	< 1 %	< 1 %	< 1 %
Streckgrenze	$\sigma_{y,krz}$	< 1 %	< 1 %	< 1 %	< 1 %
Metallurgisch		Sensitivät $(\sigma - \sigma_0)/\sigma_0 \cdot 100\%$			
Volumensprung	$\epsilon_{A \rightarrow M}$	-7,6 %	-3,8 %	3,6 %	7,6 %
Umwandlungsplast.	K_M	13,6 %	6,3 %	-5,2 %	-9,8 %
Martensit Vorfaktor	k	-18,2 %	-8,7 %	7,8 %	14,9 %
Martensitstarttemp.	M_S	-42,5 %	-18,1 %	11 %	24,2 %

Randschichtzustand aus. Dies scheint zunächst unintuitiv, da mit veränderter Abkühlgeschwindigkeit eine Veränderung der Eigenspannung erwartet wird. Da das Bauteil jedoch zweiseitig schnell abgeschreckt wird, entsteht hauptsächlich martensitisches Gefüge. Solange die Streckgrenze des oberflächennahen Bereichs durch eine zu schroffe Abschreckung nicht plastifiziert, ist folglich keine Veränderung der Eigenspannungen zu erwarten. Eine identische Argumentation kann bei der Wärmekapazität erfolgen. Durch die

geringen Bauteildimensionen und die zweiseitige Abschreckung wird dem System schnell genug Wärme entzogen, sodass keine Veränderung der Umwandlungsfolge zwischen Kern und Rand auftritt. Daraus abgeleitet wirkt sich die Erhöhung der Wärmekapazität nicht auf die Entwicklung des Randschichtzustandes aus.

Aus Tabelle 6.2 geht hervor, dass vor allem der Ausdehnungskoeffizient im Austenit $\alpha_{k_{fz}}$, der Umwandlungsplastizitätskonstante K_M und am dominantesten die Parameter der martensitischen Umwandlungskinetik M_S und k einen Einfluss auf die Eigenspannungsentwicklung haben (wie in Abb. 6.17 visualisiert). Generell verbleibt die Form des Eigenspannungstiefenprofils vergleichsweise gleich. Dies resultiert aus der Umwandlungsfolge, beginnend mit den Kernbereichen und abschließend mit dem Randbereich. Im Gegensatz beispielsweise zum Randschichthärten (siehe Mühl et al. [127]) wird im vorliegenden Fall die Einhärtetiefe und folglich die Eigenspannungsausprägung nur unwesentlich verändert.

Den deutlichsten Effekt zeigt die Variation der Martensitstart-Temperatur M_S (Abb. 6.17a). Durch die Veränderung der Start-Temperatur verändert sich die Restaustenitmenge in der Randschicht signifikant, wodurch im Endeffekt die Eigenspannungen ebenfalls signifikant beeinflusst werden. Je höher die M_S -Temperatur, desto deutlicher verschiebt sich das Maximum der Druckeigenspannung an die Oberfläche. Durch die Reduktion der M_S -Temperatur um 20% werden in der Randschicht bis zu 70% Restaustenit prognostiziert, die gleichzeitig zu einer geringeren Druckeigenspannung von -180 MPa führt. Bei Erhöhung der M_S -Temperatur können hingegen knapp 6 Vol-% Restaustenit und Druckeigenspannungen von bis zu -400 MPa entstehen.

Durch die Erhöhung des Vorfaktors k erfolgt die Umwandlung ab Erreichen von M_S mit zunehmender Unterkühlung schneller. Bei gleicher Zieltemperatur bildet sich somit bei höherem k mehr Martensit und folglich verbleibt weniger Restaustenit (siehe Abb. 6.17b). Aus dem Diagramm kann direkt die Verknüpfung des Restaustenittiefenverlaufs mit den resultieren-

den Eigenspannungsverläufen diskutiert werden. Je geringer die Anteile an Restaustenit sind, desto höher sind die resultierenden Druckeigenspannungen.

Die Veränderung des Elastizitätsmoduls E_{krz} (Abb. 6.17d) hat einen eher

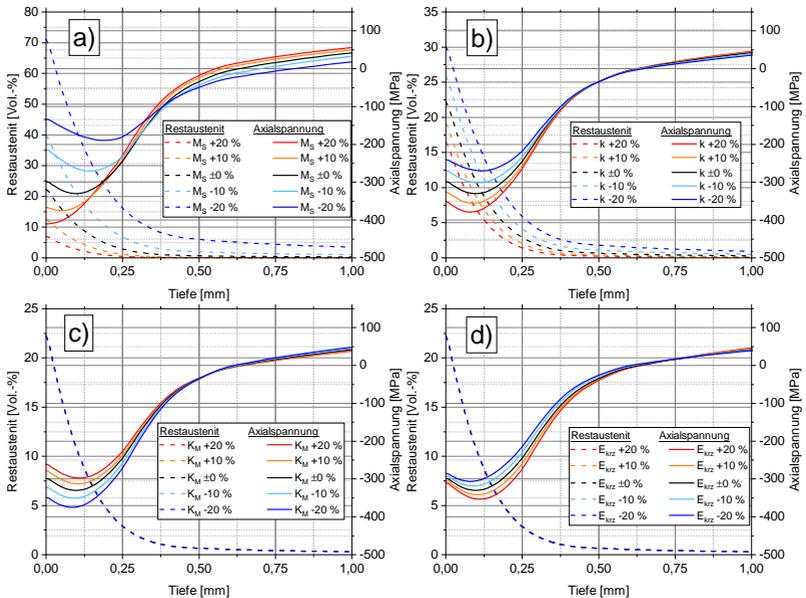


Abb. 6.17: Veränderung des Randschichtzustandes in Abhängigkeit der Variation von $\pm 20\%$ der jeweiligen Materialparameter, a) Martensitstarttemperatur M_S , b) Martensitvorfaktor k , c) Umwandlungsplastizitätskonstante des Martensits K_M , d) E-Moduln kubisch raumzentrierter Phasen E_{krz} .

geringen Einfluss. Hierbei wird durch die Erhöhung bzw. Erniedrigung des Moduls um 20% die Eigenspannung um ca. 25 MPa erhöht bzw. verringert. Ein gegenläufiger Effekt tritt bei der Variation der Umwandlungsplastizitätskonstanten K_M (siehe Abb. 6.17c) auf. Wird diese erhöht, verringert sich die Druckeigenspannung entsprechend. Dies liegt darin begründet, dass durch eine höhere umwandlungsplastische Konstante höhere Anteile an Spannungen durch plastische Verformung abgebaut werden, die wieder-

um die Eigenspannungen reduzieren. Eine Reduktion um 20% erhöht die Eigenspannung um knapp 14%, eine Erhöhung um 20% reduziert die Eigenspannung um knapp 10%.

6.8 Sensitivitätsstudie der Prozessparameter

Zur Analyse des Einflusses der Prozessparameter wurden die Abschreckbedingungen des Ölbadens variiert (siehe Abschnitt 6.8.1). Darüber hinaus wird im Folgenden die chemische Zusammensetzung des Randschichtzustandes variiert. Dazu wird einerseits der Grundkohlenstoffgehalt bei gleichen Prozessparametern variiert (siehe 6.8.2) sowie die von außen wirkenden Carbonitrier-Prozessparameter variiert (siehe 6.8.3), um den Einfluss unterschiedlicher chemischer Gradienten auf die entstehenden Randschichtzustände simulativ zu untersuchen.

6.8.1 Variation der Abschreckbedingungen

Ausgehend vom Referenzzustand (Durixol, 60°C Badtemperatur) wurde der Wärmeübergangskoeffizient um $\pm 25\%$ und $\pm 50\%$ variiert (siehe Abb. 6.18a) und zusätzlich die reduzierte Ölbadtemperatur von 40°C und 20°C untersucht. In Abb. 6.18b ist die zeitliche Entwicklung der Spannungen in Abhängigkeit der variierten Wärmeübergangskoeffizienten dargestellt. Die Veränderung des Wärmeübergangs hat zu näherungsweise identischen Eigenspannungen nach Abschreckung geführt. Die Variation führt zu einer zeitlichen Verkürzung bzw. Verlängerung des gesamten Abschreckprozesses. Grundsätzlich werden jedoch die gleichen phänomenologischen Teilschritte I-IV (siehe Abschnitt 6.5.6) festgestellt. Im Detail gibt es vor allem Unterschiede im ersten Zugspannungsmaximum, welches der thermisch induzierten Spannung zuzuordnen ist. Wie im vorherigen Abschnitt erläutert, resultiert das erste Zugspannungsmaximum aus der Temperaturdifferenz zwischen Rand und Kern. Je höher die Temperaturdifferenz, desto deutli-

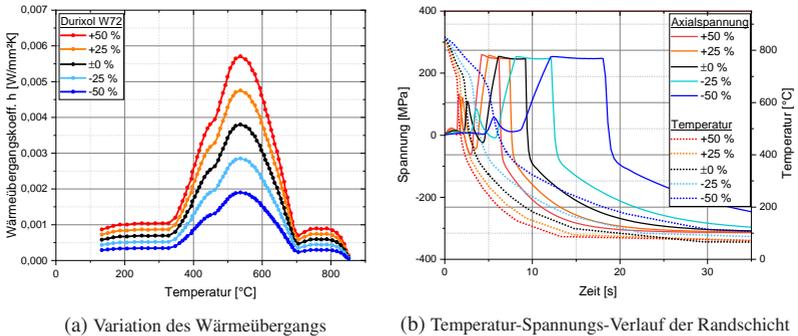


Abb. 6.18: Variation des Wärmeüberganges (links) sowie die resultierenden Temperatur- und Spannungsverläufe innerhalb des Bauteils (rechts).

cher die Zugspannungen im Randbereich. Solange die thermischen Spannungen die Streckgrenze nicht überschreiten, wirkt sich die Veränderung des Wärmeübergangs nur gering auf die Ausprägung der Eigenspannungen aus. Da die Entwicklung der Eigenspannungen durch die Umwandlungsfolge bedingt ist und diese durch die zweiseitige, schnelle Abschreckung rein martensitisch erfolgt, führt eine Veränderung der Abkühlung nur zu geringen Differenzen in der finalen Spannung.

Die Reduktion der Ölbadtemperatur (siehe Abb. 6.19) führt zu höheren Anteilen an Martensit und folglich zu höheren Druckeigenspannungen in der Randschicht. Die zeitliche Entwicklung der Temperatur und Axialspannungen ist näherungsweise identisch mit denen der Referenz. Die Unterschiede entwickeln sich durch das Unterschreiten der Referenz-Ölbadtemperatur von 60 °C. Durch die geringeren Abschrecktemperaturen bildet sich statt 22 Vol-% Restaustenit bei 60 °C Öltemperatur nur 17 Vol-% bzw. 13 Vol-% Restaustenit für die Ölbadtemperaturen von 40 °C bzw. 20 °C. Durch die Volumenzunahme des martensitischen Gefüges bauen sich mit fortschreitender Unterkühlung höhere Druckeigenspannungen auf. Diese erhöhen sich auf –360 MPa bzw. –390 MPa für eine Ölbadtemperatur von 40 °C und 20 °C.

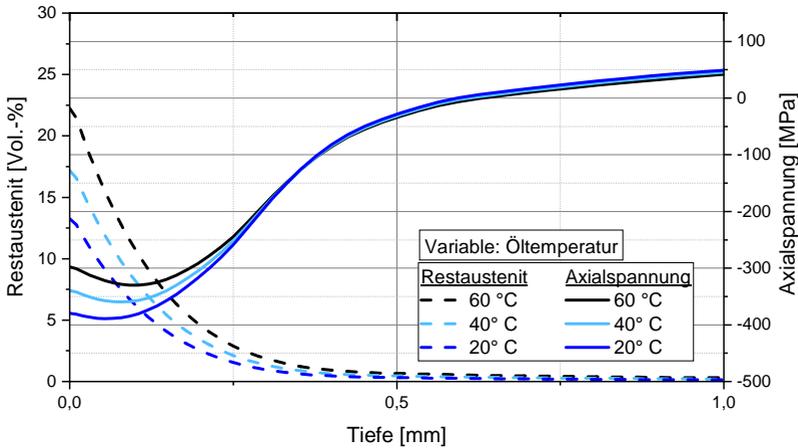


Abb. 6.19: Randschichtzustand nach Erreichen der jeweiligen finalen Abschrecktemperatur.

6.8.2 Einfluss des Grundkohlenstoffgehalts

Nachfolgend soll die Beeinflussung des Grundkohlenstoffgehaltes analysiert und diskutiert werden. Verglichen mit typischen Einsatzhärtestählen wurde im Rahmen der Dissertation ein vergleichsweise hoher Grundkohlenstoffgehalt von 0,3 Ma-%C eingestellt. Der Grundkohlenstoffgehalt bestimmt wesentlich die Umwandlungsgeschwindigkeit des Kernbereichs. Durch die Umwandlung des Kernbereichs entstehen durch die Anpassungsverformung Plastifizierungseffekte in der Oberfläche, die zu einer Erhöhung der Eigenspannungen an der Oberfläche führen können. Folglich wurde simulativ der Grundkohlenstoffgehalt auf 0,2 Ma-%C und 0,1 Ma-%C reduziert und die Auswirkungen auf den Rest austenit- und Eigenspannungstiefenverlauf analysiert (siehe Abb. 6.20). Obwohl die Randkohlenstoffgehalte identisch sind, ergeben sich im Vergleich zur Referenz höhere Druckeigenspannungen in einer Tiefe von 0,1-0,2 mm. Zurückzuführen ist dies auf die schnellere Umwandlungskinetik des Kernbereiches. Hierbei tritt aufgrund des reduzierten Kohlenstoffgehalts die Umwandlung des Kerns früher ein.

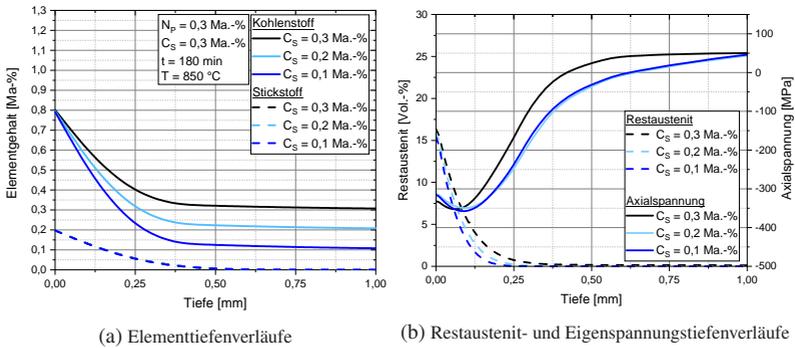


Abb. 6.20: Variation des Grundkohlenstoffgehalts c_s bei gleichbleibenden Prozessparametern, a) resultierende Elementtiefenverläufe und b) Randschichtzustand nach der Wärmebehandlung.

Dadurch liegt die Randschicht zum Zeitpunkt der Umwandlung in höheren Temperaturbereichen und weist dadurch eine geringere Streckgrenze auf. Hierdurch entstehen höhere plastische Deformationen in der Randschicht, die nach abgeschlossener Wärmebehandlung zu einer Zunahme der Druckeigenstressungen von ca. 25 MPa führen. Dabei ist der Effekt umso ausgeprägter, je geringer die Kernkonzentration ist. Durch eine weitere Reduktion des Grundkohlenstoffgehalts auf 0,1 Ma.-%C reduziert sich die Druckeigenstressung um weitere -5 MPa bis -10 MPa .

6.8.3 Einfluss des Kohlenstoffpegels

Zur Untersuchung der Auswirkung verschiedener Kohlenstoffpegel wurde der Atmosphärenpegel variiert. Ausgehend von 0,8 Ma.-%C wurde der Pegel auf 0,5 Ma.-%C und 1,1 Ma.-%C gesetzt und für 3 h bei 850 °C simulativ carbonitriert. In nachfolgender Abb. 6.21 sind die resultierenden Elementtiefenverläufe links und der Restaustenit- und Eigenspannungstiefenverlauf rechts visualisiert. Durch einen höheren Kohlenstoffpegel stellt sich aufgrund der reduzierten Gesamtlöslichkeit von Kohlen- und Stickstoff in Eisen ein etwas geringerer Anteil an Stickstoff ein. Aufgrund des hohen

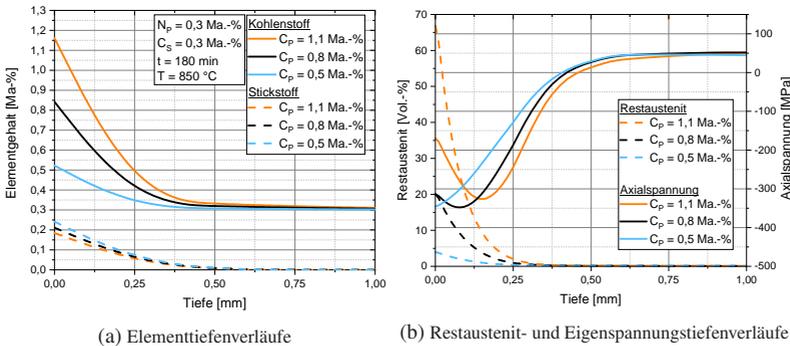


Abb. 6.21: Variation des Kohlenstoffpegels C_p bei gleichbleibenden Prozessparametern, a) resultierende Elementtiefenverläufe und b) Randschichtzustand nach der Wärmebehandlung.

C-Anteils würden hier oberflächennah bis zu 65 Vol.-% Restaustenit bei reduzierten Randschichtspannungen von -200 MPa prognostiziert. Durch einen geringeren C-Atmosphärenpegel von $C_p = 0,5 \text{ Ma.-%}$ liegen hingegen die maximalen Eigenspannungen von -350 MPa direkt an der Oberfläche, sowie vernachlässigbare Anteile von Restaustenit von 4 Vol.-% vor.

6.8.4 Fazit der Variation der Material- und Prozessparameter

Aus der Variation der Materialparameter konnte eine Aussage über die für die Simulation wesentlichen und unwesentlichen Parameter getroffen werden. Als dominanter Einflussfaktor kann die Formulierung der Martensitkinetik (M_S, k) herausgearbeitet werden. Darüber hinaus spielen auch die Umwandlungsplastizität, die Wärmeausdehnungskoeffizienten ($\alpha_{k_{fz}}, \alpha_{k_{krz}}$) sowie die E-Moduln der Phasen $E_{k_{fz}}, E_{k_{krz}}$ eine signifikante Rolle.

Im Verhältnis dazu haben sich die thermischen Einflussgrößen nur unwesentlich auf die prognostizierten Randschichtzustände ausgewirkt. Dies liegt darin begründet, dass das Volumen des simulierten Bauteils klein ist. Dabei kühlt der komplette Querschnitt durch die zweiseitige Abschreckung

ähnlich schnell ab und unterliegt einer martensitisch dominierten Umwandlung. Bei dickeren bzw. volumetrisch größeren Bauteilen würden diese länger in höheren Temperaturbereichen verbleiben. Dadurch würden isotherme Phasenumwandlungen einen deutlicheren Anteil der Umandlung ausmachen und folglich eine größere Rolle spielen.

Durch die Variation der Prozessparameter konnten verschiedene Ansätze zu weiteren Veränderung und/oder Optimierung des Randschichtzustandes herausgearbeitet werden. So kann einerseits durch die Veränderung des Ölbad- des der Restaustenit- und Eigenspannungszustand modifiziert werden, sowie durch die Reduktion des Grundkohlenstoffgehalts der Kernbereich früher umwandeln und somit in der Randschicht zu einer deutlicheren Plastifizierung führen.

7 Ermüdungsverhalten carbonitrierter Zustände

Im vorliegenden Kapitel soll die Tragfähigkeit von carbonitrierten PM-Bauteilen analysiert werden. Hierzu wurden Wechselbiegeversuche an einem Torsionsprüfstand im Lastverhältnis $R = 0$ (Zugschwellbelastung) momentenkontrolliert durchgeführt. Die Wahl des Lastverhältnisses orientiert sich an der Beanspruchungssituation eines Zahnfußes. Die untersuchte Charge ist CN3, die dazugehörigen Randschichtzustände der einzelnen Dichten können Abschnitt 6.5 entnommen werden. Im Nachfolgenden werden die Wöhlerkurven bei momentenkontrollierter Beanspruchung in Abhängigkeit von den untersuchten Dichten diskutiert. Danach erfolgt die Untersuchung der zyklischen Stabilität des Randschichtzustandes. Abschließend dient die Bruchflächenanalyse der Bewertung des Versagensmechanismus carbonitrierter, gradiert poröser Bauteile.

7.1 Spannungs-Wöhlerkurven

Im Nachfolgenden sind die Wöhlerkurven der einzelnen carbonitrierten Bauteildichten dargestellt. Die Dauerfestigkeit wurde mittels Treppenstufenverfahren durch 15 Proben ermittelt. Da die Versuche momentenkontrolliert durchgeführt wurden, ist in den Wöhlerdiagrammen die aus dem Biegemoment berechnete, fiktive Randspannungsamplitude dargestellt. Zu beachten ist, dass durch die Zugschwellbelastung die Oberspannung dem doppelten Wert der gezeigten Spannungsamplitude entspricht. In den nachfolgenden Wöhlerschaubildern ist im Zeit- und Dauerfestigkeitsbereich

die 50% Ausfallwahrscheinlichkeitslinie dargestellt. Im Dauerfestigkeitsbereich wurde darüber hinaus die Abschätzung der 10% und 90% Ausfallwahrscheinlichkeit visualisiert. Im Falle der Dichte $6,9\text{g/cm}^3$ zeigt sich im HCF-Bereich ein Versagen bei 10^4 Lastspielen bei ungefähr 300 MPa, was einer Oberspannung von 600 MPa entspricht. Im Vergleich mit den ermittelten Streckgrenzen und Zugfestigkeiten (siehe Abschnitt 5.5.2) können vergleichsweise hohe Spannungsamplituden in der Zeitfestigkeit festgestellt werden. Mit sinkender Spannung steigt die Anzahl der ertragenen Schwingspiele an, bis eine Dauerfestigkeit $R_{D,50\%}^{6,9} = 171\text{MPa}$ erreicht wird (siehe Abb. 7.1).

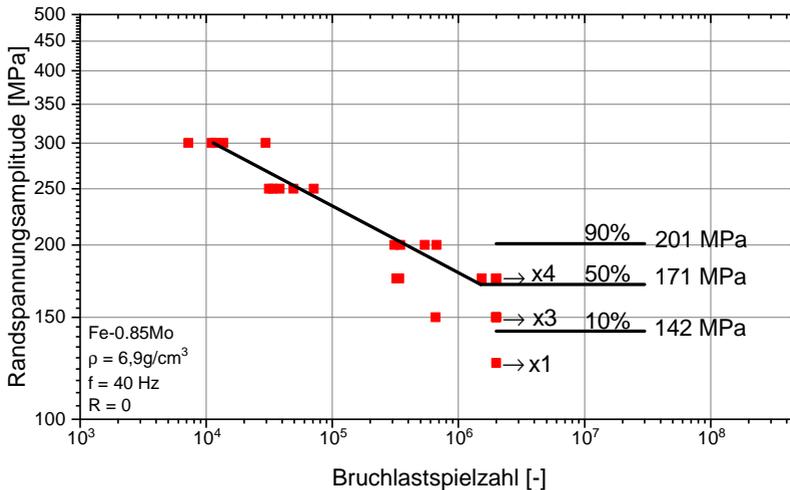


Abb. 7.1: Spannungswöhlerkurven mit fiktiver Randspannung der carbonitrierten Zustände der Dichte $6,9\text{g/cm}^3$ über der Bruchlastspielzahl, nach [128].

Im Fall der mittleren Dichte $7,2\text{g/cm}^3$ sind vergleichbare Zeitfestigkeiten bei 10^4 Lastwechseln und 300 MPa Randspannungsamplitude zu verzeichnen, die jedoch mit sinkender Spannungsamplitude zu vergleichsweise höheren Lebensdauern führen. Dies führt zu einem flacheren Verlauf der 50%-Ausfallwahrscheinlichkeitslinie im Zeitfestigkeitsbereich, bis die Dau-

erfestigkeit bei $R_{D,50\%}^{7,2} = 212 \text{ MPa}$ erreicht wird.

Der Zustand der höchsten Dichte $7,35 \text{ g/cm}^3$ (siehe Abb. 7.3) zeigt bei einer

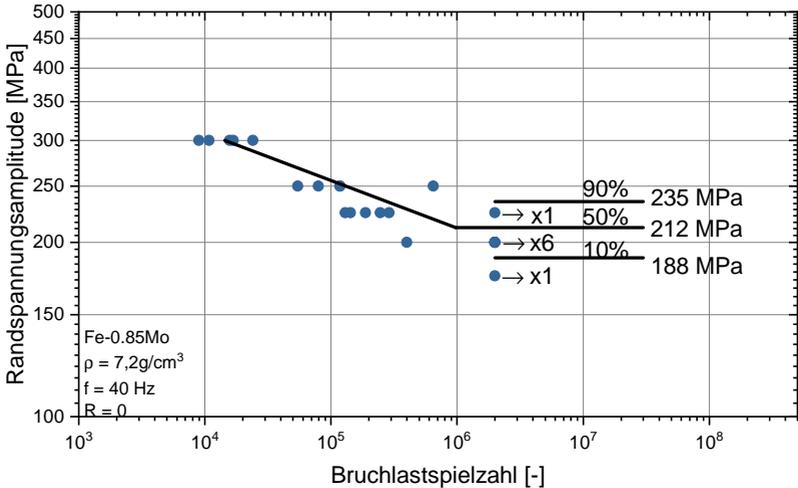


Abb. 7.2: Spannungswöhlerkurven mit fiktiver Randspannung der carbonitrierten Zustände der Dichte $7,2 \text{ g/cm}^3$ über der Bruchlastspielzahl, nach [128].

Beanspruchung von 350 MPa Bruchlastspiele im niedrigen HCF-Bereich von $N \approx 10^4$. Im Vergleich zu den geringeren Dichten hat sich hierbei die ertragbare Spannung um 50 MPa signifikant erhöht. Im Fall der höchsten Dichte wird eine Dauerfestigkeit von $R_{D,50\%}^{7,35} = 237 \text{ MPa}$ erreicht.

Bei Analyse der 50%-Ausfallwahrscheinlichkeitslinien der verschiedenen Probendichten kann eine Verschiebung des Übergangsbereichs zwischen der Zeit- zur Dauerfestigkeit mit zunehmender Dichte zu geringeren Lastspielen identifiziert werden. Während der Knickpunkt bei der geringsten Dichte $6,9 \text{ g/cm}^3$ fast mit der festgelegten Grenzlastspielzahl von $N_g = 2 \cdot 10^6$ Zyklen zusammenfällt, wandert der Knickpunkt bei zunehmender Dichte $7,2 \text{ g/cm}^3$ zu $N_g = 10^6$ Zyklen und Dichte $7,35 \text{ g/cm}^3$ zu $N_g = 5 \cdot 10^5$ Zyklen. Dementsprechend wird mit zunehmender Dichte und abnehmender Porosität der Übergang zur Dauerfestigkeit früher erreicht.

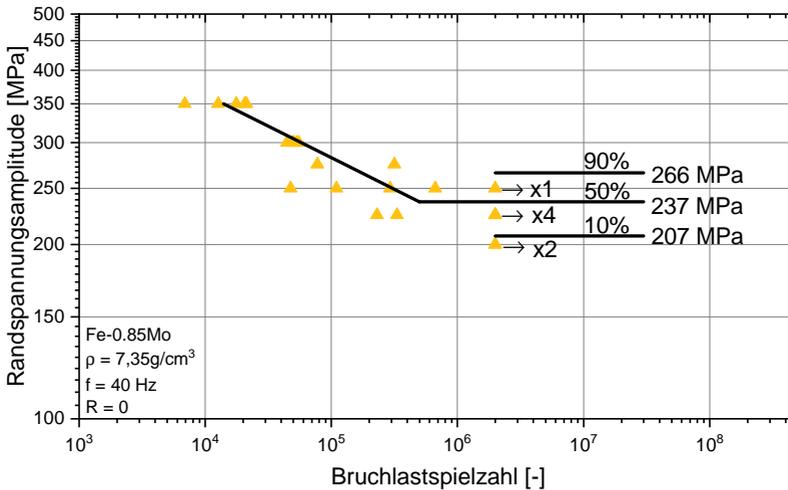
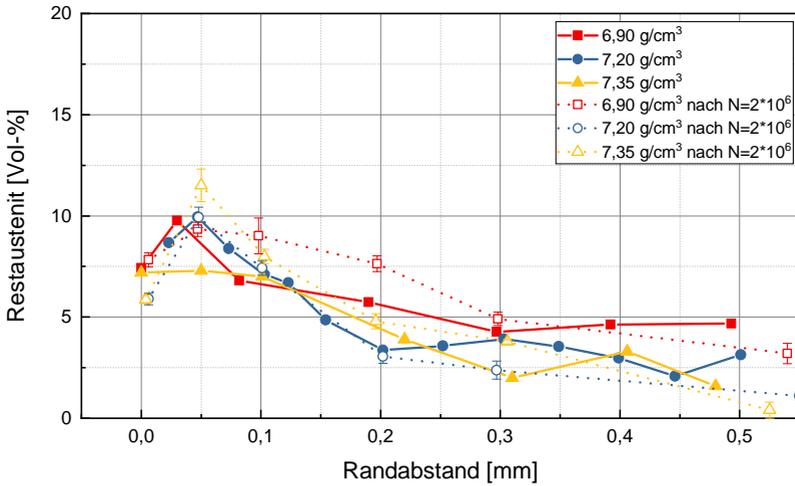


Abb. 7.3: Spannungswöhlerkurven mit fiktiver Randspannung der carbonitrierten Zustände der Dichte $7,35\text{g/cm}^3$ über der Bruchlastspielzahl, nach [128].

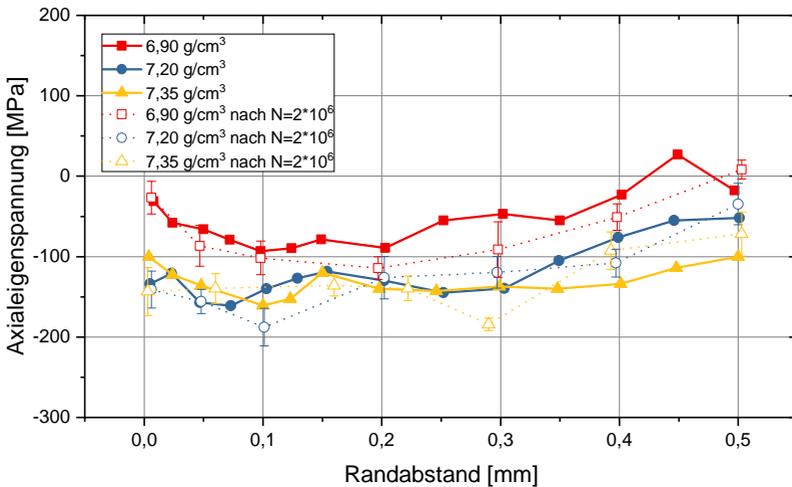
7.2 Stabilität der Randschichtzustände

Aufgrund der Kerbwirkung der intrinsischen Porosität können während der Ermüdungsbelastung hohe lokale Spannungsspitzen auftreten. Dementsprechend stellt sich für einsatzgehärtete PM-Bauteile die Frage, inwieweit eine Ermüdungsbelastung zu einer spannungsinduzierten Restaustenitumwandlung und/oder Eigenspannungsauslösung führt. Hierbei wurden die Bauteilzustände der untersuchten Dichten vor und nach Belastung untersucht. PM-Werkstoffe werden i.d.R. auf ihre Dauerfestigkeit ausgelegt. Folglich wird die Stabilität des Randschichtzustandes bei Durchläufern auf Niveau der Dauerfestigkeit untersucht. Dementsprechend wurden die einzelnen Dichten bei verschiedenen Lasthorizonten $6,9\text{g/cm}^3$ bei 175 MPa; $7,2\text{g/cm}^3$ bei 200 MPa und $7,35\text{g/cm}^3$ bei 225 MPa analysiert. Nachfolgende Abb. 7.4a zeigt den Restaustenittiefenverlauf vor Belastung sowie nach der Belastung von Durchläufern. An der Oberfläche sind vor und nach Belastung

Restaustenitgehalte von ca. 10 Vol-% ermittelt. Mit zunehmendem Abstand zur carbonitrierten Oberfläche nimmt der Restaustenitgehalt ab, der Tiefenverlauf hat sich durch die Ermüdungsbelastung nicht verändert. Daraus kann geschlossen werden, dass die Randschichtzustände der vorliegenden carbonitrierten Charge stabil bis zu ihrer jeweiligen Dauerfestigkeit vorliegen. Zusätzlich sollte jedoch erwähnt werden, dass der Anteil an Restaustenit vergleichsweise gering ist. Bei höheren Anteilen an Restaustenit könnte die mechanische Stabilisierung (aufgrund des geringeren Anteils an Martensit) geringer ausfallen und somit zu einer lastinduzierten Umwandlung führen. Das Niveau der Druckeigenstressungen (siehe Abb. 7.4a) hat sich ebenfalls in vernachlässigbarer Höhe verändert. Hierbei scheint die Stabilität aufgrund der gehärteten Mikrostruktur gewährleistet zu werden. Vor und nach Belastung liegen für die jeweiligen Dichten vergleichbare Druckeigenstressungen im Bereich von -100 MPa bis -150 MPa vor.



(a) Restausenittiefenverläufe



(b) Eigenspannungstiefenverläufe

Abb. 7.4: Stabilität der Randschichtzustände, vor- und nach der zyklischen Beanspruchung. Die untersuchten Zustände nach der zyklischen Beanspruchung sind Durchläufer nach $2 \cdot 10^6$ Lastzyklen bei ihrer jeweiligen Dauerfestigkeit. Oben: Restausenit, unten: Eigenspannungen, nach [128].

7.3 Bruchflächenanalyse

Die Bruchfläche wurde mittels REM zur Analyse der versagensdominierenden Mechanismen untersucht und ist in Abb. 7.5 dargestellt. Während bei schmelzmetallurgischen Bauteilen Rastlinien eine Rückverfolgung des Initiierungsortes möglich machen, ist dies bei PM-Bruchflächen aufgrund der zerklüfteten Oberflächenbeschaffenheit nur eingeschränkt möglich. Die carbonitrierte Randschicht zeigt ein intergranulares Risswachstum (siehe a) und b)). Durch die Festwalzbehandlung sind die Poren randnah komplett zugedrückt, was sich in einer vergleichsweise glatten Bruchfläche widerspiegelt. Im Kernbereich ist ein duktiles Risswachstum, umgeben von tiefen

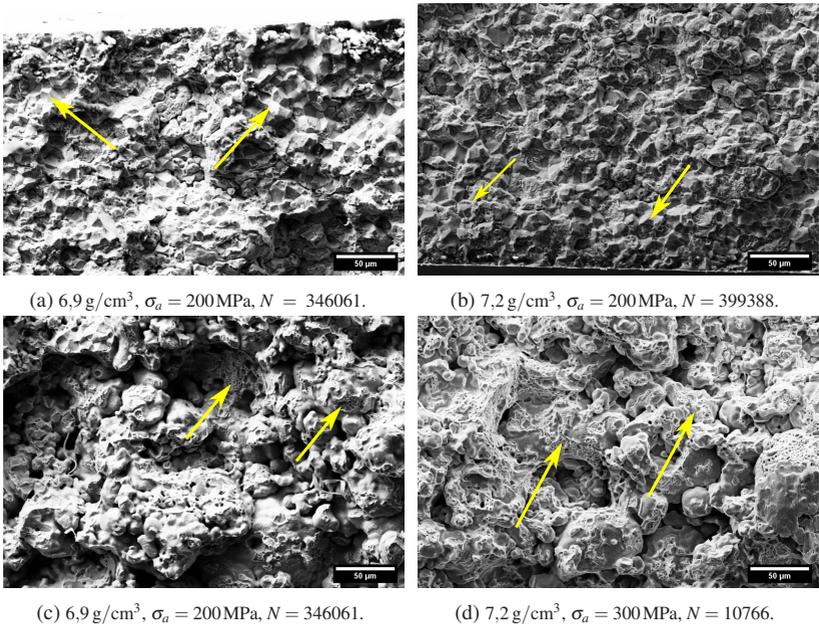


Abb. 7.5: Charakteristika der Bruchflächen carbonitrierter PM-Bauteile, nach [128]. Oben: Intergranulares Risswachstum der carbonitrierten Randschicht, unten: duktiles transgranulares Risswachstum des Kernbereichs. Die Pfeile deuten die Orte an, die dem jeweiligen Risswachstumsmechanismus unterlagen.

Porenkanälen, zu sehen (siehe Abb. 7.5c,d). Hierbei sind die ehemaligen Anbindungspunkte zwischen den Poren durch die wabenartige Bruchfläche angedeutet, was auf einen duktilen Restbruch im Kernbereich schließen lässt. Aufgrund der zerklüfteten Morphologie der Bruchflächen konnte der Initiierungsort nicht zweifelsfrei identifiziert werden, weshalb eine weiterführende Beurteilung nicht möglich ist.

7.4 Diskussion

Im Nachfolgenden sollen die Ergebnisse in den Kontext wissenschaftlicher Erkenntnisse eingeordnet werden. Während schmelzmetallurgische Bauteile bereits einer komplexen Wechselwirkung aus Eigenspannungen, Mikrostruktur und Beanspruchung unterliegen, erhöht sich die Komplexität von pulvermetallurgischen Bauteilen zusätzlich durch die vorhandene Porosität. Hierbei sollte erwähnt werden, dass noch kein Konsens über die Berücksichtigung der Mittelspannungsempfindlichkeit bei PM-Bauteilen herrscht, jedoch Ansätze zur Beschreibung existieren, die im Folgenden diskutiert werden sollen.

Nach Klubberg [129] kann die Mittelspannungsempfindlichkeit für gesinterte Zustände über die Formulierung

$$\sigma_a(R = 0) = K \cdot (\sigma_a(R = -1))^q \quad (7.1)$$

mit den einheitslosen Größen $K = 0,94$ und $q = 0,99$ erfolgen. Dabei zeigte sich jedoch, dass dies für gehärtete Zustände nicht zielführend ist und zu einer deutlichen Überschätzung der ertragbaren Zugschwellbeanspruchung führen würde [128]. Nach Schneider und Beiss [70] kann durch Erweiterung des Ansatzes nach Klubberg mittels empirisch ermittelter Koeffizienten die Verbesserung der Beanspruchbarkeit übergreifend für aufgekohlte und carbonitrierte Zustände in Abhängigkeit der Beanspruchbarkeit im gesinterten Zustand abgeschätzt werden. Nachfolgende Abb. 7.6 stellt die Zusammen-

hänge dar. Die dargestellten Zustände liegen im einsatzgehärteten Zustand vor und wurden in der ersten Anlassenstufe (max. 200 °C) angelassen. Zusätzlich sind die im Rahmen dieser Arbeit erstellten Dauerfestigkeiten der untersuchten Dichten dargestellt. Darüber hinaus wurde die Dauerfestigkeit des aufgekohlt und gehärteten, jedoch nicht angelassenen Zustandes, von Nusskern [130] dargestellt. Die Beschreibung der resultierenden Beanspruchbarkeit der einsatzgehärteten Zustände in Abhängigkeit der Beanspruchbarkeit des Sinterzustandes kann nach Schneider [70] durch die Gleichung

$$\alpha_K(\sigma_m + \sigma_a)_{\text{einsatzgehärtet}} = K \cdot (\alpha_K(\sigma_m + \sigma_a)_{\text{gesintert}})^q \quad (7.2)$$

erfolgen, unter Berücksichtigung der Oberspannung $\sigma_m + \sigma_a$ und des Kerbfaktors α_K , mit den einheitenlosen Koeffizienten für aufgekohlte Zustände mit $K_C = 10,994$ und $q_C = 0,656$, sowie für das Carbonitrieren durch $K_{C+N} = 2,988$ und $q_{C+N} = 0,95$. Die Ergebnisse dieser Arbeit fallen sehr gut in die o.g. Beschreibung für carbonitrierte Zustände. Dabei liegen die Ergebnisse an der oberen Grenze der berichteten Dauerfestigkeiten aufgekohlter Zustände und gleichzeitig zentral in der Erwartung der Dauerfestigkeit für carbonitrierte Zustände. Erwähnt werden sollte jedoch, dass die Literaturdaten der Dauerfestigkeiten von nicht gewalzten Zuständen stammen. Aufgrund dessen sollten die vorliegenden, nachverdichteten Bauteile eine zusätzliche Steigerung der Beanspruchbarkeit aufweisen. Merkel [64] trennte die Beiträge der Zunahme der Beanspruchbarkeit durch eine Festwalzbehandlung von PM-Bauteilen nach Verdichtung, Verfestigung und Eigenspannungen. Hierbei spielt die Verdichtung, im Verhältnis zur Verfestigung, nur eine untergeordnete Rolle.

Nun soll die Frage diskutiert werden, inwiefern eine Erhöhung der Druckeigenspannung eine Verbesserung der Ermüdungseigenschaften bewirkt. Die von Merkel diskutierten Gesetzmäßigkeiten wurden in PM-Bauteilen gesinterter Mikrostruktur untersucht, die i.d.R. eine ferritisch-perlitische Mikrostruktur aufweisen. Damit einhergehend weist der Grundwerkstoff ein

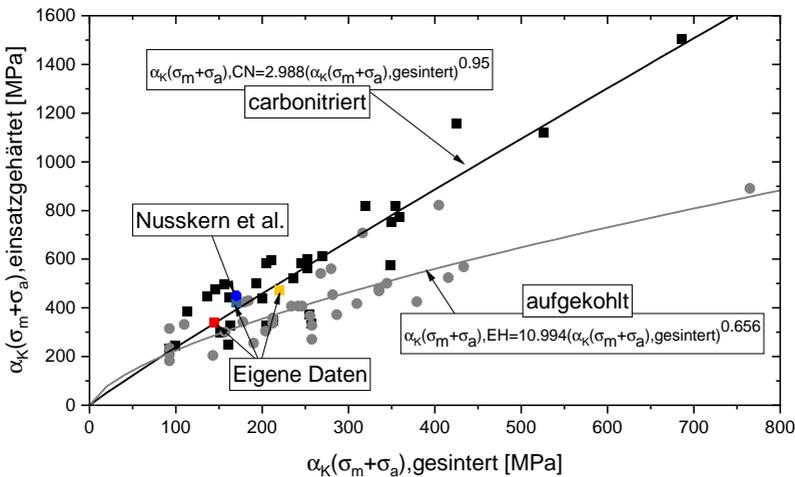


Abb. 7.6: Verhältnis der Beanspruchbarkeitsgrenze in Abhängigkeit des Kerbfaktors K_t und der Oberspannung $\sigma_m + \sigma_a$ von einsatzgehärteten (Ordinate) im Verhältnis zu ihren jeweiligen gesinterten (Grund-)Zuständen (Abszisse), digitalisiert nach [70]. Ergänzt wurden die Beanspruchbarkeiten der carbonitrierten Zustände dieser Arbeit [101] sowie von [130]. Das Farbschema der eigenen Daten ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$.

vergleichsweise geringes Festigkeitsniveau auf. Offen bleibt, inwieweit eine Übertragung auf gehärtete Randschichtzustände erfolgen kann.

Da zur Quantifizierung des Beitrags der Steigerung der Beanspruchbarkeit die Kenntnis des Eigenspannungszustandes notwendig ist, kann hier nur auf die Dissertation von Nusskern zurückgegriffen werden. Im einsatzgehärteten Zustand an Fe-0,85Mo der Dichte $7,2 \text{ g/cm}^3$ konnte bei einem Lastverhältnis $R_D = -1$ eine Dauerfestigkeit von $R_D = 475 \text{ MPa}$ erreicht werden. Aufgrund identischer Festwalzbehandlung und Ausgangsdichte kann hier direkt ein Rückschluss des Randschichtzustandes auf die Dauerfestigkeit gezogen werden. In den gehärteten (und nicht angelassenen) Zuständen wurden Druckeigenspannungen von bis zu -450 MPa berichtet. Aus dem Diagramm zeigt sich dabei eine Verbesserung der ertragbaren Oberspannung von ca. 50 MPa . Vergleicht man die Eigenspannungen vor und nach der An-

lasswärmebehandlungen dieser Arbeit (Kapitel 6), zeigt sich eine Reduktion der Eigenspannung von über -300 MPa auf ca. -150 MPa, begleitet von einer Abnahme der Härte von 1000 HV_{0,1} auf ca. 800 HV_{0,1}. Daraus kann die Vermutung aufgestellt werden, dass die Reduktion der Härte und Druckeigenspannungen zu einer deutlichen Reduktion der Ermüdungsfestigkeit führt. Da einsatzgehärtete Bauteile jedoch in der Regel immer angelassen werden, muss hier gewissermaßen die Frage gestellt werden, inwieweit eine Optimierung der nach dem Härten vorliegenden Eigenspannungszustände zielführend ist, solange die Veränderung des Eigenspannungszustandes durch die Anlasswärmebehandlung unberücksichtigt bleibt.

8 Zusammenfassung

Das Ziel dieser Arbeit umfasst die Beschreibung der Prozesskette des Carbonitrierens von pulvermetallurgisch randschichtverdichteten PM-Bauteilen in Abhängigkeit der Dichte und die Vorhersage des resultierenden Randschichtzustandes. Zu diesem Zweck wurde die Prozesskette simulativ in zwei Teilprozessen umgesetzt, erstens dem Massentransport und zweitens der anschließenden Abschrecksimulation. Die Modellierung beider Teilprozesse wurde an einer Vielzahl von experimentellen Zuständen validiert. Die Vorhersage der Elementgradienten des Kohlen- und Stickstoffs können in einem Vertrauensbereich von $\pm 10\%$ prognostiziert werden. Zur vollumfänglichen Charakterisierung des Randschichtzustandes wurden Härte-, Restaustenit- und Eigenspannungstiefenverläufe in Abhängigkeit der Dichte analysiert. Dabei können die Härte- und Restaustenittiefenverläufe mit einem Vertrauensbereich von $\pm 20\%$ vorhergesagt werden. Es sollte erwähnt werden, dass sich etwaige Abweichungen der Vorhersage des Elementtiefenverlaufs als Fehlerkette auf die Vorhersage der Randschichtzustände auswirken.

Aufgrund der Anlasswärmebehandlung zeigte sich eine signifikante Veränderung der Eigenspannungen, die durch die Abschreckwärmebehandlung nicht abgebildet werden kann. Die Validierung konnte folglich nur an einem gehärteten Zustand pro untersuchter Dichte erfolgen. Durch die Analyse der Veränderung des Randschichtzustandes vor und nach der Anlasswärmebehandlung kann eine plausible Erklärung der Abweichung der Simulation zum Experiment gegeben werden. In weiterführenden Untersuchungen sollte dabei der Effekt der Randschichtstabilität beim Anlassen in Abhängig-

keit des Kohlen- und Stickstoffs abgebildet werden, sodass simulativ eine gesamtheitliche Betrachtung des Carbonitrierens erfolgen kann.

Durch die Erweiterung der Materialmodelle auf Stickstoff, sowie auch auf den technisch relevanten Bereich der Dichte, können zukünftig Vorhersagen der Bauteilzustände durch das erstellte Simulationsmodell getroffen werden. Somit wurde ein hilfreiches Werkzeug bei zukünftiger Prozess- und/oder Bauteilauslegung erstellt.

8.1 Materialverhalten durchgreifend carbonitrierter PM-Bauteile

Insgesamt wurden sechs verschiedene chemische Zusammensetzungen in jeweils drei Dichten ($6,9 \text{ g/cm}^3$, $7,2 \text{ g/cm}^3$ und $7,35 \text{ g/cm}^3$) als Untersuchungspunkte der Auswirkungen der Elemente Kohlen- und Stickstoff auf das metallurgisch-thermomechanische Materialverhaltens (siehe Abschnitt 5.3.3 und [107]) untersucht. Dazu wurden für alle Chargen Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramme erstellt und die Abhängigkeiten modelliert. Hierbei wurde herausgefunden, dass im Vergleich zum Kohlenstoff der Anteil an Stickstoff einen weniger stark ausgeprägten Effekt der Austenitstabilisierung zeigt. Durch die Vereinheitlichung der Auswirkungen des Stickstoffs auf den Effekt des Kohlenstoffs konnte eine vereinfachte Formulierung zur Abbildung der metallurgischen Gesetzmäßigkeiten erfolgen. Die ZTU konnten durch eine gesamtheitliche Modellierung in Abhängigkeit des ternären Phasenraumes Fe-C-N beschrieben werden. Die Untersuchungen der martensitischen Umwandlung zeigten keine Auswirkungen der Porosität auf die Umwandlungskinetik und sind dabei im Einklang mit den Befunden der Untersuchungen der ZTU-Diagramme.

Bei der Auswertung der martensitischen Abschreckversuche zeigte sich jedoch ein neuartiger Effekt, der sich auf die Höhe des Volumensprunges der martensitischen Umwandlung in Abhängigkeit der untersuchten Dichte auswirkt. Durch Untersuchungen an nachverdichteten Proben konnte dieser

Effekt bestätigt werden. Eine vollumfängliche Analyse und Modellierung konnte aufgrund geringer Datenmenge nicht erfolgen. Auch die Untersuchung der Umwandlungsplastizität in Abhängigkeit der Dichte zeigte interessante Erkenntnisse, die in Wechselwirkung mit dem vorher diskutierten Volumensprung zu stehen scheinen (siehe Abschnitt 5.3.5 und [101]). Erste Untersuchungen der Veränderung der Porosität in Abhängigkeit der Umwandlungsplastizität zeigten eine Reduktion der Porosität. Hierbei sollte in weiterführenden Arbeiten die Wechselwirkung aus Umwandlungsplastizität einerseits, und plastische Verformung poröser Bauteilbereiche andererseits, näher beleuchtet werden.

Die mechanische Analyse einsatzgehärteter, pulvermetallurgischer Proben stellt eine Herausforderung aufgrund des Zielkonfliktes zwischen repräsentativem Volumenelement zum einen und chemischer Homogenität zum anderen dar. Hierzu wurde zu Lasten der Repräsentativität der Porosität eine dünnwandige Probengeometrie gewählt, sodass ein chemisch homogener Zustand innerhalb der Probe gewährleistet werden kann. Dies führt jedoch zu schwankenden Ergebnissen in der Bestimmung mechanischer Kennwerte. Dabei ist vor allem die Zug-Druck-Anisotropie zu berücksichtigen. Durch eine entwickelte Auswertemethodik konnten mechanische Kennwerte der unter Druckbelastung durchgeführten Versuche auf die versagenskritischeren mechanischen Kennwerte unter Zugbelastung projiziert werden.

8.2 Diffusion in gradiert porösen Bauteilen

Durch Untersuchungen an festgewalzten und folglich gradiert porösen Bauteilen konnten die lokalen Diffusionskoeffizienten in Abhängigkeit der untersuchten Dichten abgeschätzt werden (siehe Abschnitt 5.2.4 und [100]). Durch die unterschiedlich verdichteten Bereiche konnte eine additive Verknüpfung der Diffusionsanteile der Volumen- und Porendiffusion erstellt und anhand von weiteren Carbonitrier-Zuständen validiert werden. Die Po-

rendiffusion wurde als Sprungfunktion in Abhängigkeit des aus der Literatur bekannten Überganges von geschlossener zu offener Porosität modelliert. Die Volumendiffusion zeigte vor allem in den oberflächennahen, näherungsweise voll verdichteten Bereichen eine Abhängigkeit von der untersuchten Nennichte. Hierbei ist davon auszugehen, dass die noch vorhandenen Poren eine rissförmige Morphologie aufweisen und die Volumendiffusion weiterhin signifikant behindern. Durch eine Formulierung in Abhängigkeit der Ausgangsdichte konnte insgesamt eine gute Abbildung verschiedener Prozesskombinationen gewährleistet werden. Dabei zeigte die Simulation auch bei mehrstufigen Prozessen unterschiedlicher Temperatur und Elementpegel eine robuste Vorhersage in einem Streuband von $\pm 10\%$.

8.3 Randschichtzustände carbonitrierter Bauteile

Anhand der untersuchten Chargen konnten im Prozessfenster des Carbonitrierens bis 1,0 Ma-%C und 0,4 Ma-%N Restaustenitgehalte bis ca. 30 Vol-% und Härten von 800 HV_{0,1} bis über 1000 HV_{0,1} festgestellt werden. Simulativ konnte durch die direkte Korrelation der aus dem Diffusionsprozess bestimmten Elementtiefenverläufe der Restaustenit und die Härte bis auf eine Genauigkeit von $\pm 20\%$ bestimmt werden [124]. Dabei zeigten sich, im Vergleich zu typischen Einsatzstählen wie 20MnCr5 und 18CrNiMo7-6, keine Restaustenitgehalte von über 50 Vol-%. Aus der Sensitivitätsstudie konnte jedoch der Effekt auf die Legierungszusammensetzung zurückgeführt werden, da bei steigendem Anteil an Legierungselementen die Martensit-Starttemperatur weiter reduziert wird und folglich der Restaustenit signifikant zunimmt. Im gehärteten Zustand konnten Druckeigenspannungen von bis zu -300 MPa experimentell ermittelt und simulativ vorhergesagt werden. Durch die Analyse einer nachträglichen Anlasswärmebehandlung konnte der signifikante Abbau der Eigenspannungen randschichtnah experimentell bestimmt werden. Da die Wärmebehandlungssimulation das Abschrecken

abbildet, konnten die Randschichtzustände im angelassenen Zustand nicht zur Validierung herangezogen werden.

8.4 Ermüdungsverhalten carbonitrierter Bauteile

Zur Untersuchung des Ermüdungsverhaltens wurden momentenkontrollierte Versuche unter Zugschwellbelastung durchgeführt (siehe Kapitel 7 und [101]). Dabei zeigten die carbonitrierten Zustände eine signifikante Verbesserung zum gesinterten Zustand und eine vergleichbare bzw. eine leicht höhere Lebensdauer wie aufgekohlte Varianten. Hierbei konnte durch das Einbringen von Stickstoff keine Erhöhung der Dauerfestigkeit erzielt werden. Bei der Untersuchung der Bruchflächen konnten aufgrund der zerklüfteten Bruchfläche pulvermetallurgischer Proben der Ort der Initiierung nicht identifiziert werden. Die Bruchfläche kann jedoch in zwei Teilbereiche eingeteilt werden, in der gehärteten und verfestigten Randschicht wurde ein intergranulares Bruchbild festgestellt, während im Kernbereich ein duktiler Bruch durch Wabenbildung erkennbar ist. Die Untersuchung der Randschichtstabilität zeigte keine Veränderung des Restaustenit- und Eigenspannungszustandes bis zu Spannungsamplituden in Höhe der jeweiligen Dauerfestigkeit.

Abbildungsverzeichnis

2.1	Diffusionsmechanismen und -wege beim Materialtransport im Sinterprozess, basierend auf einem Zweiteilchenmodell, nach Beiss [4].	5
2.2	Anteile an offener Porosität von PM-Stählen, in Abhängigkeit der Gesamtporosität. Die Versuche sind an Reineisen und Fe-0,85Mo durchgeführt worden und wurden digitalisiert aus [2, 8] übernommen. Mit zunehmender Porosität nimmt der Anteil an offener Porosität deutlich zu.	7
2.3	Kunstharzreplika der Porenstruktur von Sintereisen der Dichte $6,8 \text{ g/cm}^3$ [3]. Das Kunstharz wurde eingegossen und die Eisenmatrix mittels Ätzung entfernt.	8
2.4	Kinetik des Stoffüberganges von Atmosphärenpotential bis in das Materialvolumen, nach [15].	10
2.5	Fallbeispiele in Abhängigkeit der Größenverhältnisse des Stoffübergangs- β und Diffusionskoeffizienten D nach [16].	11
2.6	Experimentelle Kohlenstofftiefenverläufe verschiedener Dichte- bzw. Porositätsgrade bei 2 h Aufkohldauer und konstanten Kohlenstoffpegeln $C_p = 0,5 \text{ Ma-}\%$ und $C_p = 1,0 \text{ Ma-}\%$, digitalisiert nach Krave [26].	16

2.7	Exponentiell steigender, relativer Diffusions-Multiplikator mit sinkender Sinterdichte, nach Eck et al. [33] und Nusskern [6]. Der relative Diffusionskoeffizient ist bezogen auf den Diffusionskoeffizienten in Reineisen bei jeweiliger Aufkohltemperatur. Die Bestimmung erfolgte durch Abgleich der Einsatzhärtetiefe mit simulativen Verläufen. Die Proben der jeweiligen Dichte wurden 30 min bei 870 °C mit $C_p = 0,8\text{Ma-\%}$ aufgekocht und anschließend in Öl abgeschreckt. Die Prozessparameter von Nusskern wurden 4 h bei 870 °C mit $C_p = 0,8\text{Ma-\%}$ aufgekocht und ebenfalls in Öl abgeschreckt.	18
2.8	Eisen-Stickstoff-Zustandsdiagramm nach Wriedt [36].	20
2.9	Zustandsdiagramm Fe-C mit Stickstoff-Isolinien zur Darstellung der Verschiebung der Phasengrenzen, digitalisiert nach Prenosil [38].	21
2.10	Schematischer Verlauf des Wärmeübergangskoeffizienten eines Härteöls in Abhängigkeit der Temperatur. Die Schemaskizzen sind zur Veranschaulichung aus [16] entnommen.	24
2.11	Zeit-Temperatur-Umwandlungsdiagramme von 16MnCr5 und aufgekohlte Zustände 50MnCr5 und 100MnCr5 [43].	26
2.12	Entwicklung des Restaustenitanteils in Abhängigkeit der gelösten Legierungselemente in At-% verschiedener Autoren [45, 46, 47, 48, 49, 50].	27
2.13	Härte des martensitischen Gefüges in Abhängigkeit der gelösten Legierungselemente in At-%, Ergebnisse digitalisiert von [46, 51, 52].	28
2.14	Visualisierung der Eigenspannungsentwicklung beim Abschrecken zwischen Rand und Kern nach [56] für den Fall, dass die Umwandlung zuerst im Kern und anschließend an der Oberfläche auftritt. Dabei entspricht $t_{c,i}$ dem Umwandlungsbeginn des Kerns und $t_{s,i}$ dem Umwandlungsbeginn des Randes.	31

2.15	Visualisierung der Eigenspannungsentwicklung beim Abschrecken zwischen Rand und Kern nach [56] für den Fall dass die Umwandlung am Rand vor der Umwandlung im Kern stattfindet. Dabei entspricht $t_{c,i}$ dem Umwandlungsbeginn des Kerns und $t_{s,i}$ dem Umwandlungsbeginn des Randes.	32
2.16	Einfluss der äußeren Kerbwirkung auf Sinterstähle und unlegierte Baustähle, nach DIN 30912-6 [63].	35
2.17	Aus der Biegebeanspruchung umgerechnete Randspannungswöhlerkurven, getestet in Zug-Druck-Wechselbeanspruchung ($R = -1$), für die Werkstoffe Fe-1,5Cu und Fe-2Cu-2,5Ni, in Abhängigkeit der Randschichtzustände. Die mittlere Dichte betrug $7,2 \text{ g/cm}^3$. Die Daten sind der Arbeit von Steindorf [61] entnommen.	39
2.18	Verhältnis der Beanspruchbarkeitsgrenze in Abhängigkeit des Kerbfaktors K_t und der Oberspannung $\sigma_m + \sigma_a$ von einsatzgehärteten (Ordinate) im Verhältnis zu ihren jeweiligen gesinter-ten (Grund-)Zuständen (Abszisse), digitalisiert nach [70]. Hierbei zeigen carbonitrierte Bauteilzustände eine deutlich höhere Steigerung der Beanspruchbarkeit im Vergleich zu aufgekohl-ten Zuständen.	40
3.1	Schema der 2D-Diffusionsmatrix. Der Abstand zwischen dem Block auf der Hauptdiagonalen zu den Nebendiagonalen wird durch die Menge an Knoten in x -Richtung N_x definiert.	46
3.2	Schema der Verwendung von Geisterknoten. Der Fluss J_β entspricht dem aus dem Stoffübergang berechneten Fluss. Hierbei wird die Konzentration im Knoten c_{i-1} so variiert, dass sich der Stoffstrom über das Fick'sche Gesetz $J_\beta = J_D$ einstellt.	47
3.3	Phänomenologische Mechanismen und deren Wechselwirkungen.	50
3.4	Schema des Treppenstufenverfahrens für eine kontiuierliche Abkühlung mit Phasenumwandlung, nach [55].	56

4.1	Lichtmikroskopische Mikrostrukturaufnahmen des vorliegenden ferritisch-perlitischen Grundgefüges verschiedener Dichten des Werkstoffs Fe-0,85Mo+0,3C.	60
4.2	Geometrie der Scheibenprobe nach dem Sintern.	61
4.3	Probengeometrie für dilatometrische Versuche.	61
4.4	Modifizierte Probengeometrie für den Zugversuch von Sintermetallen, angelehnt an DIN EN ISO 2740. Aufgrund der hohen Festigkeiten und des vergleichsweise kleinen Einspannquerschnittes musste die Messstrecke verkleinert werden. Die abgesetzte, parallele Messstrecke wurde nach der Wärmebehandlung mittels Funkenerosion erzeugt.	62
4.5	Probengeometrie für den Ermüdungsversuch von Sintermetallen nach DIN EN ISO 3928.	63
4.6	Links: Schematische CN-Kombinationen von carbonitrierten Zuständen, entnommen aus dem Carbozahn-Bericht [57]. Rechts: das dazugehörige Elementiefenprofil, dargestellt in Abhängigkeit von Kohlen- und Stickstoff. Die schwarzen Punkte entsprechen den ausgewählten und untersuchten Zuständen. Die Carbonitriervariante CN5 mit hohen Anteilen an C und N führt zu deutlich reduzierter Randschichthärte aufgrund hoher Restaustenitgehalte.	65
4.7	Schema der Festwalzbehandlung auf den Stirnflächen der a) Scheiben- und b) Wechselbiegeprobe.	69
4.8	Visualisierung der Auswertung der Porositätsverteilung vom Grauwertbild zum modellierten Porositätstiefenverlauf mittels Boltzmannfunktion.	71
4.9	Schemaskizze des Messaufbaus für spannungsfreie Dilatometrie.	72
4.10	Schemaskizze des Messaufbaus der Druck-Dilatometrie.	73

4.11	Druckversuche unterschiedlicher Temperaturen martensitisch eingestellter Dilatometerproben aus 42CrMo4. Als Stempelmaterial wurde Siliziumnitrid verwendet. Die Referenzdaten sind [91] entnommen.	74
5.1	Vergleich der Analysewerte gemessener Dichte des archimedischen Prinzip und der Bestimmung über die geometrischen Abmaße. Bei sinkender Dichte zeigt sich die Beeinflussung der offenen Porosität bei Verwendung des archimedischen Prinzips. . .	79
5.2	Mikroskopische Aufnahmen des Randschichtquerschnitts von festgewalzten Proben in Abhängigkeit der Tiefe, nach [100]. Die Oberseite wurde festgewalzt. Von links nach rechts: 6,9 g/cm ³ , 7,2 g/cm ³ und 7,35 g/cm ³	82
5.3	Verteilung der Porosität einer festgewalzten Probe in Abhängigkeit der Tiefe, nach [101]. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: 6,9 g/cm ³ , blau: 7,2 g/cm ³ , gelb: 7,35 g/cm ³ . . .	83
5.4	Ofenprotokoll mit den relevanten Prozessgrößen Temperatur (rot), C-Pegel (schwarz) und N-Pegel (grau) der Chargen 1689 und 1691, carbonitriert bei 850 °C mit $C_p = 0,75 \text{ Ma-}\%$ und $N_p = 0,19 \text{ Ma-}\%$ bzw. $N_p = 0,62 \text{ Ma-}\%$	84
5.5	Experimentelle (Punkte) und simulierte (Linien) Elementtiefenverläufe der festgewalzten Bauteile unterschiedlicher Nenn-dichte, in Abhängigkeit der Prozesskombinationen aus C_p , N_p , T , nach [101]. Die zugehörigen Prozessparameter sind im jeweiligen Diagramm abgebildet. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: 6,9 g/cm ³ , blau: 7,2 g/cm ³ , gelb: 7,35 g/cm ³	90

-
- 5.6 Modellerte Funktionsverläufe für $\Psi_{vol}(p_0)$ und $\Psi_{pore}(p)$ in Abhängigkeit der Porosität. Die Parameterwahl kann Gl. 5.9 und Gl. 5.10 entnommen werden. Die Bestimmung der experimentellen Datenpunkte erfolgt über die Abschätzung des Diffusionskoeffizienten anhand der Steigung des chemischen Gradienten. 93
- 5.7 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahme der geschliffenen und thermisch geätzten Sinterprobe der Dichte $6,9 \text{ g/cm}^3$. Die Aufnahme wurde binarisiert um einen besseren Kontrast der Korngrenzen zu erzielen. 95
- 5.8 Resultierende Längenänderung bei mehrfacher Austenitisierung mit zunehmender Haltedauer, in Abhängigkeit der untersuchten Dichten. 97
- 5.9 Martensitstarttemperatur der untersuchten Chargen in Abhängigkeit der Porosität und der effektiven Wirkkonzentration $c_{eff} = c_C + 0,25c_N$ nach [107]. Rechteckige Symbole stehen für kohlenstoffhaltige und runde Symbole für kohlen- und stickstoffhaltige Zustände. Die offenen Symbole sind Versuche aus einer nachträglichen Untersuchung und untermauern die Anwendbarkeit des Modells. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$, grün: $7,75 \text{ g/cm}^3$. Die schwarzen Symbole sind die aus den Dichten gemittelten Werte. 100
- 5.10 Resultierende Volumenanteile des Restaustenits in Abhängigkeit der effektiven Wirkkonzentration c_{eff} nach [107] (geschlossene Symbole). Die offenen Symbole sind digitalisierte Daten verschiedener Autoren [48, 50, 47, 109]. Die gestrichelte Linie entspricht der Modellierungsfunktion aus M_s und k . Die 60°C Linie visualisiert die resultierenden Anteile an Restaustenit bei Zieltemperatur 60°C , gleiches gilt für die Menge an Restaustenit bei Zieltemperatur 20°C 103

- 5.11 Resultierender Volumensprung $\Delta V_{\gamma \rightarrow \alpha}$, ausgewertet bei der jeweiligen M_S -Temperatur, korrigiert um den nicht umgewandelten Anteil Restaustenit nach [107]. Rechtecke: aufgekohlte Zustände, Kreise: carbonitrierte Zustände. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$. Nachträgliche Versuche der Dichte $7,75 \text{ g/cm}^3$ (grün) konnten den Einfluss der Dichte bestätigen. Die gestrichelten Linien entsprechen dem Modell nach Gl. 5.17 und 5.18. Als Referenz sind als schwarze Linien die röntgenographisch ermittelten Volumensprünge aus Literaturdaten angegeben [110, 111, 112]. 105
- 5.12 Ergebnisse der Makro- (HV10) und Mikrohärtmessung (HV0,1) der martensitischen Zustände in Abhängigkeit der gelösten Legierungselemente nach [107]. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$. Die schwarze Linie ist durch Gl. 5.19 und die farbigen Linien durch Gl. 5.20 definiert. 107
- 5.13 Mikrohärt in Abhängigkeit der Abkühlbedingungen. Farbige sind die mit 500 K/s auf 20°C abgeschreckten Martensitproben dargestellt. Rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$. Schwarz sind die durch Temperaturführung analog der Ölabschreckung abgekühlten Proben auf 60°C , mit direkter Anlassbehandlung im Anschluss dargestellt. 109
- 5.14 Rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen verschiedener Gefügestände der Chargen Fe-0,79C-0N (C) und Fe-0,50C-0,17N (C+N). Anhand der vereinzelt Karbidinseln lässt sich der Bainit identifizieren, während der Perlit eine streifenförmige Morphologie aufweist. 111

5.15	Darstellung (a) und Abgleich der Übereinstimmung (b) der experimentellen und modellierten Temperatur-Umwandlungsgrenzen martensitischer, bainitischer und ferritisch-perlitischer Umwandlung.	113
5.16	Isotherme ZTU-Schaubilder verschiedener Kohlen- und Stickstoffkonzentrationen der Dichte $\rho = 7,2 \text{ g/cm}^3$ nach Austenitierung bei 940°C . a) Fe-0,5C-0,17N, b) Fe-0,58C-0N, c) Fe-0,63C-0,11N, d) Fe-0,8C-0,32N, e) Fe-0,8C-0N, f) Fe-1,05C-0,38N.	116
5.17	Isotherme Zeit-Temperatur-Umwandlungsschaubilder verschiedener Kohlen- und Stickstoffkonzentrationen nach Austenitierung bei 940°C , in Abhängigkeit der untersuchten Nenn-dichte. Rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$. a) Fe-0,58C-0N, b) Fe-0,63C-11N, c) Fe-0,8C-0N, d) Fe-0,8C-0,3N.	118
5.18	Exemplarische Darstellung der Übereinstimmung zwischen der experimentellen und modellierten Bainitkinetik für Fe-0,8C-0,32N.	120
5.19	Zeit-Temperatur-Umwandlungs-Diagramme der untersuchten chemischen Zusammensetzungen (a-f) der Dichte $\rho = 7,2 \text{ g/cm}^3$, Abgleich der Übereinstimmung der experimentellen Daten (Punkte) mit der modellhaften Beschreibung (Linien).	123
5.20	Ergebnisse der Mikrohärtmessung der isotherm gebildeten Gefügebestandteile in Abhängigkeit der gelösten Legierungselemente der Dichte $7,2 \text{ g/cm}^3$. Hierbei zeigt sich keine Abhängigkeit der Legierungszusammensetzung auf die resultierende Härte, aber eine deutliche Abhängigkeit der Bildungstemperatur.	125
5.21	Dilatationskurven der umwandlungsplastischen Druckversuche der Probedichten, aufgeschlüsselt nach der aufgetragenen Spannung, nach [101].	127

5.22	Exemplarische Bestimmung der resultierenden umwandlungsplastischen Dehnungen für die vier untersuchten Probandichten. Rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$, grün: $7,75 \text{ g/cm}^3$. Hierbei deutet sich der Einfluss der Höhe des Volumensprunges der spannungsfreien Messung in Abhängigkeit der Dichte an [101].	128
5.23	Auswertung der umwandlungsplastischen Dehnungen in Abhängigkeit der Probandichten und der angelegten Spannung. Der K-Faktor wurde bis 150 MPa (ca. 60% Streckgrenze) modelliert (durchgezogene Linie), zusätzlich ist die Prognose des Modells nach Leblond durch gestrichelte Linien dargestellt, nach [101].	129
5.24	Wärmeleitfähigkeit von Fe-0.85Mo (Astaloy 85Mo) in Abhängigkeit der Temperatur, experimentelle Daten von Gierl et al. [122], dargestellt mit den modellierten Wärmeleitfähigkeiten in Abhängigkeit der Porosität und Temperatur.	132
5.25	Gemessene Wärmekapazitäten von Trapp [118] in Abhängigkeit des Kohlenstoffgehalts an 20MnCr5, 50MnCr5 und 80MnCr5, sowie Vergleichswerte von Richter [120].	134
5.26	Phasenspezifische thermische Ausdehnungskoeffizienten in Abhängigkeit der untersuchten Dichte und des Kohlenstoffgehalts, nach Nusskern [6].	136
5.27	Experimentell bestimmte Elastizitätsmoduln nach Nusskern [6] in Abhängigkeit der Temperatur für einen Kohlenstoffgehalt von $c_C = 0,25 \text{ Ma-\%}$ und der Probandichten, überlagert mit den modellierten Elastizitätsmoduln. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$, grün: $7,75 \text{ g/cm}^3$	138

- 5.28 Spannungs-Dehnungs-Kurven einsatzgehärteter Zustände (a-c) unter Zugbelastung. Durch die offene Porosität und die gleichzeitig langen Carbonitrier-Prozesszeiten (6-7h) kann von einer chemisch homogenen Mikrostruktur ausgegangen werden. Abbildung d) visualisiert die aus Abb. a-c) ausgewerteten $R_{p0,01}$ -Dehngrenzen. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$ 140
- 5.29 Exemplarische Spannungs-Dehnungs-Kurven dilatometrischer Druckversuche des a): Grundzustandes und b)-d): einsatzgehärteter Zustände unter Druckbelastung bei Raumtemperatur. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$ 142
- 5.30 Schematische Darstellung der Auswertung dilatometrischer Druckversuche. Zur besseren Handhabbarkeit wurde eine mathematische Funktion verwendet, diese wurde anschließend abgeleitet. Der Wendepunkt der Kurve bzw. das Maximum der Ableitung definiert die Streckgrenze. 143
- 5.31 Vergleich aller Streckgrenzen-Auswertungen aus Zug- und Druckversuchen sowie von Nusskern [6] (offene Symbole). 144
- 5.32 Chargenunabhängige Auswertung der Bainit-Streckgrenzen in Abhängigkeit der Versuchstemperatur. Hierbei entspricht die Prüftemperatur auch der isothermen Umwandlungstemperatur des Bainits. 146
- 5.33 Dehngrenzen von unterkühltem Austenit verschiedener Legierungen, in Abhängigkeit der Temperatur. Die Dehngrenzen niedriglegierter Stähle sind näherungsweise unabhängig von ihrer Zusammensetzung. Die Literaturdaten sind [118, 117, 121, 123] entnommen. 148

6.1	Schematische Darstellung des Simulationsframeworks, v.l.n.r.: Einlesen bzw. Übertragen der Prozessdaten in die Massentransportsimulation, Berechnung der resultierenden C- und N-Verläufe in Abhängigkeit der Prozessdaten, automatische Übertragung der Verläufe in das FE-Modell, Wärmebehandlungssimulation des Abschreckens mittels FEM.	149
6.2	Reduktion der simulativen Problemgröße durch Ausnutzung der Symmetriebedingungen. In allen drei Raumrichtungen konnte jeweils die Hälfte der Probe vernachlässigt werden. Zusätzlich wird die Länge reduziert, um die Berechnungszeit deutlich einzuschränken. Die Wärmeabfuhr erfolgt über die zwei Außenflächen, die Elementtiefenverläufe sowie die Porosität werden in Abhängigkeit der z-Koordinate flächig eingebracht.	150
6.3	Porositätstiefenverläufe nach dem Festwalzprozess in Abhängigkeit der Tiefe. Pro Dichte wurden drei Tiefenverläufe experimentell aufgenommen und modellhaft mittels Boltzmann-Fit beschrieben. Die Modellierung der Tiefenverläufe erfolgt über diese drei Bereiche, im Übergangsbereich mit einer linearen Zunahme in Abhängigkeit der Übergangstiefe x_{trans} , nach [124]. . .	152
6.4	Verifikation der Finiten-Differenzen-Methode: Simulierte Kohlenstofftiefenverläufe der FEM (Linien) und der FDM (gestrichelt), fablich kodiert in Abhängigkeit der Lösungssoftware. Die Lösungen sind kongruent.	154
6.5	Validierung der prognostizierten (Linien) und experimentellen (Punkte) Elementtiefenverläufe der Validierungszustände in Abhängigkeit der Dichte: 6,9 g/cm ³ (rot), 7,2 g/cm ³ (blau) und 7,35 g/cm ³ (gelb) nach [101].	158
6.6	Digitalisierte Wärmeübergangskoeffizienten für Durixol W72 bei einer Badtemperatur 60 °C und 0,6 m/s Ölbadgeschwindigkeit (nach Leibniz-IWT Bremen), sowie für Wasser bei 23 °C nach Hasan et al. [125].	160

- 6.7 Experimentelle (Punkte) und simulative (Linien) Härte- und Restaustenittiefenverläufe der einsatzgehärteten Zustände, in Abhängigkeit der Dichte: 6,9 g/cm³ (rot), 7,2 g/cm³ (blau) und 7,35 g/cm³ (gelb), nach [124]. 162
- 6.8 Eigenspannungskomponenten der Knochenprobe sowie der reduzierten Geometrie, nach der Wärmebehandlung des Zustands CN4 der Dichte 7,2 g/cm³. Die Auswertung erfolgte entlang des Pfades der Symmetriekante (siehe schwarzer Pfeil). 164
- 6.9 Veranschaulichung des Biegebalkens und der Eigenspannungsumlagerung vor (oben) und nach (unten) Abtrag des Materials von 0,5 mm. Die Darstellung der Verschiebung des Bauteils ist um Faktor 20 erhöht. 166
- 6.10 Darstellung der sukzessiven Eigenspannungsumlagerung des Biegebalkens bei zunehmendem Materialabtrag. Linien: Eigenspannung im Ausgangszustand (Sim), Punkte: durch Materialabtrag umgelagerte Spannung an der jeweiligen Abtragstiefe (Sim+EP). 167
- 6.11 Experimentelle (Punkte) Eigenspannungstiefenverläufe nach dem Carbonitrieren im gehärteten und angelassenen Zustand, und simulative (Linien) Eigenspannungstiefenverläufe nach dem Carbonitrieren im gehärteten Zustand. Die Umlagerung der Eigenspannungen durch Materialabtrag wurde nicht berücksichtigt. 169
- 6.12 Experimentelle (Punkte) und simulative (Linien) Eigenspannungstiefenverläufe nach dem Carbonitrieren im gehärteten (Q1+Q2) und angelassenen Zustand (QT1). Die Umlagerung der Eigenspannungen durch den Materialabtrag wurde simulativ berücksichtigt. 170

6.13	Simulierte zeitliche Entwicklung der Phasen und Spannungen in Abhängigkeit der Abschrecktemperatur, nach [124]. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$. Bereich I: Beginn der Abkühlung ohne signifikante Spannungen. Bereich II: Aufbau thermischer Spannungen, Bereich III: Beginn der Umwandlung des Kernbereiches, Bereich IV: Beginn der Umwandlung des Randbereiches.	172
6.14	Zeitliche Entwicklung der Axialspannungen an der Oberfläche in $50 \mu\text{m}$ Tiefe, in Abhängigkeit der Umwandlungsplastizität, nach [124].	174
6.15	Regressionsplot der simulierten und experimentellen Kohlenstoff-Datenpunkte nach [101]. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$. . .	176
6.16	Regressionsplots der experimentellen und dazugehörigen simulativen Wertepaare, nach [124]. Das Farbschema ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9 \text{ g/cm}^3$, blau: $7,2 \text{ g/cm}^3$, gelb: $7,35 \text{ g/cm}^3$	177
6.17	Veränderung des Randschichtzustandes in Abhängigkeit der Variation von $\pm 20\%$ der jeweiligen Materialparameter, a) Martensitstarttemperatur M_S , b) Martensit-Vorfaktor k , c) Umwandlungsplastizitätskonstante des Martensits K_M , d) E-Moduln kubisch raumzentrierter Phasen E_{krz}	183
6.18	Variation des Wärmeüberganges (links) sowie die resultierenden Temperatur- und Spannungsverläufe innerhalb des Bauteils (rechts).	185
6.19	Randschichtzustand nach Erreichen der jeweiligen finalen Abschrecktemperatur.	186
6.20	Variation des Grundkohlenstoffgehalts c_s bei gleichbleibenden Prozessparametern, a) resultierende Elementiefenverläufe und b) Randschichtzustand nach der Wärmebehandlung.	187

- 6.21 Variation des Kohlenstoffpegels C_p bei gleichbleibenden Prozessparametern, a) resultierende Elementtiefenverläufe und b) Randschichtzustand nach der Wärmebehandlung. 188
- 7.1 Spannungswöhlerkurven mit fiktiver Randspannung der carbonitrierten Zustände der Dichte $6,9\text{g/cm}^3$ über der Bruchlastspielzahl, nach [128]. 192
- 7.2 Spannungswöhlerkurven mit fiktiver Randspannung der carbonitrierten Zustände der Dichte $7,2\text{g/cm}^3$ über der Bruchlastspielzahl, nach [128]. 193
- 7.3 Spannungswöhlerkurven mit fiktiver Randspannung der carbonitrierten Zustände der Dichte $7,35\text{g/cm}^3$ über der Bruchlastspielzahl, nach [128]. 194
- 7.4 Stabilität der Randschichtzustände, vor- und nach der zyklischen Beanspruchung. Die untersuchten Zustände nach der zyklischen Beanspruchung sind Durchläufer nach $2 \cdot 10^6$ Lastzyklen bei ihrer jeweiligen Dauerfestigkeit. Oben: Restaustenit, unten: Eigenspannungen, nach [128]. 196
- 7.5 Charakteristika der Bruchflächen carbonitrierter PM-Bauteile, nach [128]. Oben: Intergranulares Risswachstum der carbonitrierten Randschicht, unten: duktiles transgranulares Risswachstum des Kernbereichs. Die Pfeile deuten die Orte an, die dem jeweiligen Risswachstumsmechanismus unterlagen. . . . 197
- 7.6 Verhältnis der Beanspruchbarkeitsgrenze in Abhängigkeit des Kerbfaktors K_t und der Oberspannung $\sigma_m + \sigma_a$ von einsatzgehärteten (Ordinate) im Verhältnis zu ihren jeweiligen gesinteren (Grund-)Zuständen (Abszisse), digitalisiert nach [70]. Ergänzt wurden die Beanspruchbarkeiten der carbonitrierten Zustände dieser Arbeit [101] sowie von [130]. Das Farbschema der eigenen Daten ist in Abhängigkeit der Dichte, rot: $6,9\text{g/cm}^3$, blau: $7,2\text{g/cm}^3$, gelb: $7,35\text{g/cm}^3$ 200

Tabellenverzeichnis

4.1	Chemische Zusammensetzung von Astaloy 85 in Ma-%	59
4.2	Untersuchte Kombinationen durchgreifend carbonitrierter Zustände und der jeweiligen Dichten. Die letzte Charge wurde nachträglich zur Untersuchung der Umwandlungsplastizität hinzugefügt, weshalb nur in dieser die zusätzliche Dichte von $7,75 \text{ g/cm}^3$ zur Verfügung steht.	67
4.3	Einstufige Prozessführung der Carbonitrier-Testverläufe mit Variation der Elementpegel (C_p, N_p) und der Temperatur, dick markiert sind die jeweils variierten Prozessgrößen.	68
4.4	Ein- bzw. zweistufige Carbonitrier-Prozessführung. Im Fall von zwei angegebenen Zeiten wurde der Prozess zweistufig durchgeführt.	69
5.1	Vergleich der Nenndichten zu den experimentell ermittelten Dichten und die daraus berechneten Anteile der Porosität. Als Materialdichte wird $\rho = 7,85 \text{ g/cm}^3$ angenommen.	80
5.2	Geometrische sowie diffusiv effektive Wirkfläche der Dilatometerproben nach dem BET-Verfahren.	81
5.3	Abhängigkeit der metallurgischen Materialparameter von Kohlenstoff, Stickstoff und der Porosität. Die Symbolik visualisiert ob ein für die Abschrecksimulation signifikanter Effekt vorhanden und modellhaft berücksichtigt » $\sqrt{\quad}$ « ist, vorhanden und vernachlässigt »($\sqrt{\quad}$)« ist oder ein Effekt insignifikant bzw. unbekannt » X « ist.	94

5.4	Bestimmte Austenitkorngrößen nach dem thermischem Ätzen, ermittelt nach DIN EN ISO 643.	95
5.5	Anteil an Kohlenstoff in dilatometrischen Proben verschiedener Dichte, im carbonitrierten Anlieferungszustand und nach den Austenitisierungszyklen (Gesamtaustenitisierungszeit 10 min).	98
5.6	Mittelwerte aus drei Messungen der Trägerheißgasextraktion der untersuchten Probendichten mit entsprechenden Kohlen- und Stickstoffkonzentrationen (Abweichungen $\leq 0,02$ Ma-%). Zusätzlich sind die bestimmten Martensitstarttemperaturen und Streckgrenze bei 300 °C dargestellt.	126
5.7	Abhängigkeit der thermischen Materialparameter von Kohlenstoff, Stickstoff und der Porosität. Die Symbolik visualisiert ob ein für die Abschrecksimulation signifikanter Effekt vorhanden und modellhaft berücksichtigt »√« ist, vorhanden und vernachlässigt »(√)« ist oder ein Effekt insignifikant bzw. unbekannt »X« ist.	131
5.8	Modellierte thermische Ausdehnungskoeffizienten in Abhängigkeit der betrachteten Phasen bzw. Gefüge, mit der Temperatur T in °C.	136
5.9	Abhängigkeit der mechanischen Materialparameter von Kohlenstoff, Stickstoff und der Porosität. Die Symbolik visualisiert ob ein für die Abschrecksimulation signifikanter Effekt vorhanden und modellhaft berücksichtigt »√« ist, vorhanden und vernachlässigt »(√)« ist oder ein Effekt insignifikant bzw. unbekannt »X« ist.	137
6.1	Carbonitrier-Bedingungen der untersuchten Bauteilzustände. Im Fall von zwei angegebenen Zeiten wurde der Prozess zweistufig durchgeführt.	156

6.2	Materialparameter und deren Sensitivität auf die Axialeigen- spannungen $\Delta\sigma/\sigma_0$. Die relative Differenz bezieht sich Höhe der Eigenspannungen σ_0 im Referenzzustand.	181
-----	---	-----

Literaturverzeichnis

- [1] W. Schatt: *Pulvermetallurgie: Technologien und Werkstoffe*. VDI-Buch. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2007.
- [2] H. Danninger, M. Dlapka: “Heat Treatment of Sintered Steels – what is different?” *HTM Journal of Heat Treatment and Materials* **73**, 117–130, 2018.
- [3] H. Danninger, H. Altena: “Wärmebehandlung von Sinterstahl-Präzisionsteilen.” *BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte* **150**, 77–81, 2005.
- [4] P. Beiss: *Pulvermetallurgische Fertigungstechnik*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2013.
- [5] F. Klocke: *Fertigungsverfahren 5: Gießen, Pulvermetallurgie, Additive Manufacturing*. VDI-Buch. Springer Vieweg, Berlin and Heidelberg, 2015.
- [6] P. Nußkern: *Prozesssimulation der Herstellung einsatzgehärteter pulvermetallurgischer Bauteile*. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Karlsruhe, 2013.
- [7] DIN 30910-4: *Sintermetalle - Werkstoff-Leistungsblätter (WLB) - Teil 4: Sintermetalle für Formteile*. Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2010.
- [8] A. Hadrboletz, B. Weiss: “Fatigue behaviour of iron based sintered material: a review.” *International Materials Reviews* **42**, 1–44, 1997.

- [9] M. Dlapka, H. Danninger, C. Gierl, B. Lindqvist: “Defining the pores in PM components.” *Metal Powder Report* **65**, 30–33, 2010.
- [10] DIN EN ISO 2738: *Sintermetalle, ausgenommen Hartmetalle: Bestimmung der Dichte, des Tränkstoffgehaltes und der offenen Porosität*. Beuth Verlag GmbH, Berlin, 1999.
- [11] DIN 17022-1: *Wärmebehandlung von Eisenwerkstoffen - Verfahren der Wärmebehandlung - Teil 1: Härten, Bainitisieren, Anlassen und Vergüten von Bauteilen*. Beuth Verlag GmbH, Berlin, 1994.
- [12] V. Läßle: *Wärmebehandlung des Stahls: Grundlagen, Verfahren und Werkstoffe*. Bibliothek des technischen Wissens. Verl. Europa-Lehrmittel, Haan-Gruiten, 2006.
- [13] R. Chatterjee-Fischer, O. Schaaber: “Einige Betrachtungen zum Karbonitrieren im Gas, I: Das Verhalten des Stickstoffs.” *HTM Journal of Heat Treatment and Materials* **24**, 121–124, 1969.
- [14] R. Chatterjee-Fischer, O. Schaaber: “Einige Betrachtungen zum Karbonitrieren im Gas, III: Zusammenhang zwischen Kenngröße und Karbonitrieratmosphäre.” *HTM Härt.-Tech. Mitt* **26**, 108–110, 1971.
- [15] J. Gegner: *Komplexe Diffusionsprozesse in Metallen: Experimentelle Analyse und mathematische Simulation der Randentkohlung und Gasaufkohlung, inneren Oxidation und Sauerstoffsegregation an Metall-Oxid-Phasengrenzen ; mit 10 Tabellen*. expert-Verl., Renningen, 2006.
- [16] H.-W. Zoch, G. Spur: *Handbuch Wärmebehandeln und Beschichten*. Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG, München, 2015.
- [17] M. G. Skalecki, H. Klümper-Westkamp, M. Steinbacher, H.-W. Zoch: “Alloying Factors and Parameter of Alloying Elements for Carbon and Nitrogen Uptake during Carbonitriding as Basis for Simulation.” *HTM Journal of Heat Treatment and Materials* **73**, 80–95, 2018.

- [18] M. G. Skalecki, H. Klümper-Westkamp, M. Steinbacher, H.-W. Zoch: “Solubility of Carbon and Nitrogen and Precipitation of Carbides and Nitrides during Carbonitriding as Basis for Simulation.” *HTM Journal of Heat Treatment and Materials* **74**, 215–227, 2019.
- [19] M. G. Skalecki, H. Klümper-Westkamp, K.-M. Winter, H.-W. Zoch: “Controlled Carbonitriding and Simulation of Carbonitriding Process.” *HTM Journal of Heat Treatment and Materials* **75**, 105–120, 2020.
- [20] J. Slycke, T. Ericsson: “Void formation in austenite grain boundaries during carbonitriding.” *Heat Treatment* **81**, 185–192, 1981.
- [21] K.-M. Winter: “Independently Controlled Carbon and Nitrogen Potential: A New Approach to Carbonitriding Process.” *Journal of Materials Engineering and Performance* **22**, 1945–1956, 2013.
- [22] E. J. Mittemeijer, J. Slycke: “Chemical potentials and activities of nitrogen and carbon imposed by gaseous nitriding and carburising atmospheres.” *Surface Engineering* **12**, 152–162, 1996.
- [23] V. A. Munts, A. P. Baskakov: “Rate of carburizing of steel.” *Metal Science and Heat Treatment* **22**, 358–360, 1980.
- [24] H. K. D. H. Bhadeshia: “Diffusion of carbon in austenite.” *Metal Science* **15**, 477–480, 1981.
- [25] L. Hagymási: *Modellierung der Stoffübertragung beim Niederdruck-carbonitrieren mit Ammoniak und Acetylen*. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Karlsruhe, 2016.
- [26] T. J. Krave: “Carburization as a function of density and carbon potential.” *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials 1997* **1**, 6, 1997.
- [27] H. Altena, H. Danninger: “Wärmebehandlung von Sinterstahl-Präzisionsteilen: II. Prozess- und Anlagentechnik.” *BHM Berg- und Hüttenmännische Monatshefte* **150**, 170–175, 2005.

- [28] J. Kowakewski, K. Kucharski: “Vacuum Carburizing System for Powdered Metal Parts & Components.” In “Proceedings of the Korean Powder Metallurgy Institute Conference,” 1018–1021. Korean Powder Metallurgy Institute, Busan, Korea, 2006.
- [29] A. Gallo, S. Ciambellini, A. Elia: “The apparent diffusion coefficient of carbon in sintered iron during the gas carburizing process.” *PMI. Powder metallurgy international* **16**, 177–179, 1984.
- [30] K. Widanka: “Effect of interconnected porosity on carbon diffusion depth in vacuum carburising process of iron compacts.” *Powder Metallurgy* **53**, 318–322, 2010.
- [31] M. Rosso, G. Scavino, G. L’Esperance, B. D. Hong, A. de Rege, P. Miele: “Carbon and nitrogen diffusion in Ni, Mo, Mn alloyed P/M steels subjected to gaseous and plasma case-hardening treatments.” *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials 1997* **1**, 6, 1997.
- [32] T. Prucher: “Carburizing of iron based P/M components.” In “20 th ASM Heat Treating Society Conference,” 994–998. St. Louis, MS, USA, 2000.
- [33] S. Eck, A. Ishmurzin, T. Wlanis, R. Ebner: “A finite element model for carburisation of surface densified PM components.” *Int. J. Computational Materials Science and Surface Engineering* **5**, 16–30, 2012.
- [34] H.-J. Bargel, G. Schulze: *Werkstoffkunde*. Springer-Lehrbuch. Springer Vieweg, Berlin, 2018.
- [35] E. Fuhrmann: *Einführung in die Werkstoffkunde und Werkstoffprüfung: Aufbau, Behandlung, Eigenschaften*. Expert, Renningen, 2003.
- [36] H. A. Wriedt, N. A. Gokcen, R. H. Nafziger: “The Fe-N (Iron-Nitrogen) system.” *Bulletin of Alloy Phase Diagrams* **8**, 355–377, 1987.

- [37] E. Houdremont: *Handbuch der Sonderstahlkunde*. Springer, Berlin, 1956.
- [38] B. Prensil: "Eigenschaften von durch Diffusion des Kohlenstoffs und Stickstoffs im Austenit entstehenden carbonitrierten Schichten. 2: Die Martensitumwandlung des Fe-CN-Austenits." *HTM Härt.-Tech. Mitt* **21**, 1966.
- [39] E. Prensil: "Mechanische Eigenschaften Karbonitrierter Stähle: II: Die Dauerfestigkeit Karbonitrierter Stäle, Die Beziehung Zwischen dem Restaustenitgehalt in Karbonitrierten Schichten und der Dauerfestigkeit." *HTM Härt.-Tech. Mitt* 271, 1966.
- [40] G. Spur, T. Stöferle: *Handbuch der Fertigungstechnik IV/2. Wärmebehandeln. Abtragen, Beschichten und Wärmebehandeln*. Hanser, München, 1987.
- [41] A. Diemar: *Simulation des Einsatzhärtens und Abschätzung der Dauerfestigkeit einsatzgehärteter Bauteile*. Dissertation, Bauhaus-Universität Weimar, Weimar, 2007.
- [42] V. S. Warke: *Predicting the Response of Powder Metallurgy Steel Components to Heat Treatment*. Dissertation, Worcester Polytechnic Institute, Worcester, 2008.
- [43] G. E. Totten, M. A. H. Howes, T. Inoue: *Handbook of residual stress and deformation of steel*. ASM International, Materials Park, OH, 2002.
- [44] B. C. Muddle, J. F. Nie: "Martensite." In K. H. J. Buschow, editor, "Encyclopedia of materials," 5189–5193. Elsevier, Amsterdam, 2001.
- [45] L. Cheng, A. Böttger, T. de Keijser, E. J. Mittemeijer: "Lattice parameters of iron-carbon and iron-nitrogen martensites and austenites." *Scripta Metallurgica et Materialia* **24**, 509–514, 1990.

- [46] T. Tsuchiyama, K. Inoue, K. Hyodo, D. Akama, N. Nakada, S. Takaki, T. Koyano: "Comparison of Microstructure and Hardness between High-carbon and High-nitrogen Martensites." *ISIJ International* **59**, 161–168, 2019.
- [47] A. R. Marder, G. Krauss: "The morphology of martensite in iron-carbon alloys." *Trans. ASM* **60**, 651–660, 1967.
- [48] C. S. Roberts: "Effect of Carbon on the Volume Fractions and Lattice Parameters Of Retained Austenite and Martensite." *JOM* **5**, 203–204, 1953.
- [49] R. A. Grange, C. R. Hribal, L. F. Porter: "Hardness of tempered martensite in carbon and low-alloy steels." *Metallurgical Transactions A* **8**, 1775–1785, 1977.
- [50] H. W. King, S. G. Glover: "A resistometric study of the first stage of tempering in plain carbon steels." *J. Iron and Steel Inst.* **193**, 123, 1959.
- [51] G. Krauss: "Martensite in steel: strength and structure." *Materials Science and Engineering: A* **273-275**, 40–57, 1999.
- [52] M. Chiba, G. Miyamoto, T. Furuhashi: "Microstructure of pure iron treated by nitriding and quenching process." *Journal of the Japan Institute of Metals* **76**, 256–264, 2012.
- [53] M. Habschied, B. de Graaff, A. Klumpp, V. Schulze: "Fertigung und Eigenspannungen*." *HTM Journal of Heat Treatment and Materials* **70**, 111–121, 2015.
- [54] P. J. Withers, H. K. D. H. Bhadeshia: "Residual stress. Part 2 – Nature and origins." *Materials Science and Technology* **17**, 366–375, 2001.
- [55] G. E. Totten, editor: *Steel heat treatment handbook*. CRC Taylor & Francis, Boca Raton, 2007.

- [56] B. Liščić, editor: *Quenching theory and technology*. CRC Press and IFHTSE, Boca Raton, Fla. and Zurich, 2010.
- [57] S. Lombardo, M. Steinbacher: *Carbozahn : Carbonitrieren von verzahnten Getriebebauteilen ; FVA-Abschlussbericht Forschungsvorhaben Nr. 513 I*. Forschungsvereinigung Antriebstechnik (FVA), Frankfurt, 2011.
- [58] M. Steinbacher, F. Hoffmann, H.-W. Zoch, S. Lombardo, T. Tobie: “Neue Randschichtgefüge carbonitrierter Bauteile und deren Festigkeitseigenschaften.” *HTM Journal of Heat Treatment and Materials* **70**, 201–217, 2015.
- [59] P. Saddei: *Gefügebau und mechanische Eigenschaften nach Einsatzhärten außerhalb des üblichen Parameterfeldes*. Dissertation, Universität Bremen, Bremen, 2019.
- [60] R. J. Katemi: *Influence of Carbonitriding Process on Phase Transformation During Case Hardening, Retained Austenite and Residual Stresses*. Dissertation, Universität Bremen, Bremen, 2019.
- [61] H. Steindorf: *Schwing- und Wälzfestigkeitseigenschaften von Sinterstählen unter optimierten Festwalzbedingungen*. Dissertation, Techn. Hochschule Darmstadt, Düsseldorf, 1991.
- [62] M. Hajeck, C. Broeckmann, P. Beiss: *Zahnfußtragfähigkeit pulvermetallurgisch hergestellter Zahnräder*. Dissertation, RWTH Aachen, Aachen, 2018.
- [63] DIN 30912-6: *Sintermetalle, Sinter-Richtlinien (SR): Schwingfestigkeit von Sinterstählen*. Beuth Verlag GmbH, Berlin, 1990.
- [64] J. Merkel: *Untersuchungen zum Einfluss von Kugelstrahl- und Festwalzbehandlungen auf den Randschichtzustand und die Schwingfestigkeit von Sintereisenwerkstoffen*. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Karlsruhe, 2009.

- [65] E. Broszeit, H. Steindorf, editors: *Mechanische Oberflächenbehandlung : Festwalzen, Kugelstrahlen, Sonderverfahren*. DGM-Informationsges., Verl., Oberursel, 1989.
- [66] T. Frech, P. Scholzen, C. Löpenhaus, F. Klocke: "Influence of Different Manufacturing Processes on Properties of Surface-Densified PM Gears." In "7th WZL Gear Conference in the USA," 4–1. Ann Arbor, MI, USA, 2017.
- [67] F. Klocke, C. Löpenhaus, T. Frech: "Densifying PM gears by shot peening." In "European Congress and Exhibition on Powder Metallurgy. European PM Conference Proceedings," 1–6. Hamburg, Germany, 2016.
- [68] F. Klocke, C. Broeckmann, C. Löpenhaus, A. Bezold, T. Frech, M. Hajeck, P. Scholzen, C. Gebhardt: "High-strength gears produced by powder metallurgical processes." *Industrial Lubrication and Tribology* **72**, 723–728, 2019.
- [69] S. Seyedi: *Schwingfestigkeit einsatzgehärteter Sinterstähle*. Dissertation, Universität Karlsruhe, Karlsruhe, 2006.
- [70] M. Schneider, E. Ernst: "An Empirical Surface Treatment Influence Factor Model for PM Steels." In "European Congress and Exhibition on Powder Metallurgy. European PM Conference Proceedings," 1–7. Hamburg, Germany, 2016.
- [71] H. Oertel, E. Laurien, editors: *Numerische Strömungsmechanik: Grundgleichungen, Lösungsmethoden, Softwarebeispiele*. Vieweg-Teubner Verlag, Wiesbaden, 2003.
- [72] J. H. Ferziger, M. Perić, R. L. Street: *Numerische Strömungsmechanik*. Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2020.
- [73] S. Sjöström: "Interactions and constitutive models for calculating quench stresses in steel." *Materials Science and Technology* **1**, 823–829, 1985.

- [74] M. Wolff, M. Böhm, B. Suhr: “Comparison of different approaches to transformation-induced plasticity in steel.” *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* **40**, 454–459, 2009.
- [75] J. C. Simo, T. J. R. Hughes: *Computational Inelasticity*, volume 7 of *Interdisciplinary Applied Mathematics*. Springer-Verlag New York Inc, New York, NY, 1998.
- [76] M. Avrami: “Kinetics of Phase Change. I General Theory.” *The Journal of Chemical Physics* **7**, 1103–1112, 1939.
- [77] M. Avrami: “Kinetics of Phase Change. II Transformation–Time Relations for Random Distribution of Nuclei.” *The Journal of Chemical Physics* **8**, 212–224, 1940.
- [78] M. Avrami: “Granulation, Phase Change, and Microstructure Kinetics of Phase Change. III.” *The Journal of Chemical Physics* **9**, 177–184, 1941.
- [79] A. N. Kolmogorov: “On the Statistical Theory of Metal Crystallization.” *Izv. Akad. Nauk SSSR, Ser. Math* **1**, 335–360, 1937.
- [80] J. M. Damon, S. Dietrich, S. Gorantla, U. Popp, B. Okolo, V. Schulze: “Process porosity and mechanical performance of fused filament fabricated 316L stainless steel.” *Rapid Prototyping Journal* **25**, 1319–1327, 2019.
- [81] S. M. C. van Bohemen, J. Sietsma: “Modeling of isothermal bainite formation based on the nucleation kinetics.” *International Journal of Materials Research* **99**, 739–747, 2008.
- [82] D. P. Koistinen, R. E. Marburger: “A general equation prescribing the extent of the austenite-martensite transformation in pure iron-carbon alloys and plain carbon steels.” *Acta Metallurgica* **7**, 59–60, 1959.
- [83] C. H. Gür, J. Pan, editors: *Handbook of thermal process modeling of steels*. CRC Press, Boca Raton, 2009.

- [84] DIN EN ISO 2740: *Sintermetalle, ausgenommen Hartmetalle: Zugprobestäbe*. Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2009.
- [85] DIN EN ISO 3928: *Sintermetallwerkstoffe, ausgenommen Hartmetalle: Probekörper für die Ermüdungsprüfung*. Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2017.
- [86] ASTM Standard E09-19: “Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature.”, West Conshohocken, PA, 2019.
- [87] B. Schwarz, H. Göhring, S. R. Meka, R. E. Schacherl, E.-J. Mittereijer: “Pore formation upon nitriding iron and iron-based alloys: the role of alloying elements and grain boundaries.” *Metallurgical and Materials Transactions A* **45**, 6173–6186, 2014.
- [88] ASTM Standard B925: “Practices for Production and Preparation of Powder Metallurgy (PM) Test Specimens.”, West Conshohocken, PA, 2015.
- [89] S. Brunauer, P. H. Emmett, E. Teller: “Adsorption of Gases in Multimolecular Layers.” *Journal of the American Chemical Society* **60**, 309–319, 1938.
- [90] ASTM Standard D4780-12: “Test Method for Determination of Low Surface Area of Catalysts and Catalyst Carriers by Multipoint Krypton Adsorption.”, West Conshohocken, PA, 2017.
- [91] D. Kaiser: *Experimentelle Untersuchung und Simulation des Kurzzeitanlassens unter Berücksichtigung thermisch randschichtgehärteter Zustände am Beispiel von 42CrMo4*. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Karlsruhe, 2019.
- [92] C. García de Andres, M. Bartolomé, C. Capdevila, D. San Martín, F. Caballero, V. López: “Metallographic techniques for the determination of the austenite grain size in medium-carbon microalloyed steels.” *Materials Characterization* **46**, 389–398, 2001.

- [93] C. García de Andres, F. Caballero, C. Capdevila, D. San Martín: “Revealing austenite grain boundaries by thermal etching: advantages and disadvantages.” *Materials Characterization* **49**, 121–127, 2002.
- [94] DIN EN ISO 643: *Stahl - Mikrophotographische Bestimmung der erkennbaren Korngröße*. Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2020.
- [95] DIN EN ISO 6507-1: *Metallische Werkstoffe - Härteprüfung nach Vickers*. Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2018.
- [96] DIN EN ISO 4507: *Sinter-Eisenwerkstoffe, aufgekohlt oder karbonisiert: Bestimmung und Prüfung der Einsatzhärtungstiefe durch Messung der Mikrohärt*. Beuth Verlag GmbH, Berlin, 2007.
- [97] B. Eigenmann, E. Macherauch: “Röntgenographische Untersuchung von Spannungszuständen in Werkstoffen.” *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* **26**, 148–160, 1995.
- [98] G. Klages: “Landolt–Börnstein, Zahlenwerte und Funktionen aus Naturwissenschaft und Technik. Neue Serie, Gruppe ÜI: Kristall- und Festkörperphysik. Band 1: Elastische, piezoelektrische, piezooptische und elektrooptische Konstanten von Kristallen.” *Berichte der Bunsengesellschaft für physikalische Chemie* **70**, 935, 1966.
- [99] G. Faninger, U. Hartmann: “Physikalische Grundlagen der quantitativen roentgenographischen Phasenanalyse (RPA).” *HTM Härt.-Tech. Mitt* **27**, 233–244, 1972.
- [100] J. M. Damon, H. Surm, P. Saddei, S. Dietrich, V. Schulze: “Experimental and Numerical Investigation of the Surface Layer Conditions after Carbonitriding of Powder Metallurgical Steels. Part 1: Diffusion in Components of Graded Porosity.” *HTM Journal of Heat Treatment and Materials* **76**, 36–57, 2021.

- [101] J. M. Damon, S. Dietrich, V. Schulze: “Transformation Plasticity in Carbonitrided Steels: Quantification of plasticity effects in dependence of carbon, nitrogen and density: Special Issue of ECHT21 and QDE21 Online Conference.” *HTM Journal of Heat Treatment and Materials* **76**, 458–477, 2021.
- [102] J. M. Damon, S. Dietrich, F. Vollert, J. Gibmeier, V. Schulze: “Process dependent porosity and the influence of shot peening on porosity morphology regarding selective laser melted AlSi10Mg parts.” *Additive Manufacturing* **20**, 77–89, 2018.
- [103] K. Rimmer, E. Schwarz-Bergkamp, J. Wunning: “Surface Reaction Rate in Gas Carburizing.” *HTM Här.-Tech. Mitt* **30**, 152–160, 1975.
- [104] H.-J. Eckstein, R. Bernst, editors: *Technologie der Wärmebehandlung von Stahl: Mit 86 Tabellen*. Dt. Verl. für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1987.
- [105] J. Slycke, T. Ericsson: “A study of reactions occurring during the carbonitriding process.” *Journal of Heat Treating* **2**, 3–19, 1981.
- [106] E. J. Mittemeijer: *Fundamentals of Materials Science: The Microstructure-Property Relationship Using Metals as Model Systems*. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2011.
- [107] J. M. Damon, S. Dietrich, V. Schulze: “Implications of carbon, nitrogen and porosity on the gamma-alpha’ martensite phase transformation and resulting hardness in PM-steel Astaloy 85Mo.” *Journal of Materials Research and Technology* **9**, 8245–8257, 2020.
- [108] S. van Bohemen, J. Sietsma: “Martensite Formation in Partially and Fully Austenitic Plain Carbon Steels.” *Metallurgical and Materials Transactions A* **40**, 1059–1068, 2009.
- [109] K. Ouda, H. Danninger, C. Gierl-Mayer: “Magnetic measurement of retained austenite in sintered steels – benefits and limitations.” *Powder Metallurgy* **61**, 358–368, 2018.

- [110] J. M. Moyer, G. S. Ansell: "The volume expansion accompanying the martensite transformation in iron-carbon alloys." *Metallurgical Transactions A* **6**, 1785–1791, 1975.
- [111] H. J. Goldschmidt: "Advances in X-ray Analysis." *Plenum Press* **5**, 191–212, 1962.
- [112] J. H. Hollomon, L. D. Jaffe: "Time-Temperature Relations in Tempering Steel." *Trans. AIME* **162**, 223–249, 1945.
- [113] H. K. D. H. Bhadeshia, D. V. Edmonds: "The mechanism of bainite formation in steels." *Acta Metallurgica* **28**, 1265–1273, 1980.
- [114] V. S. Warke, R. D. Sisson, M. M. Makhlof: "The effect of porosity on the austenite to bainite transformation in powder metallurgy steels." *Journal of Materials Research* **24**, 3213–3219, 2009.
- [115] J. A. Nelder, R. Mead: "A Simplex Method for Function Minimization." *The Computer Journal* **7**, 308–313, 1965.
- [116] J. B. Leblond, J. Devaux, J. C. Devaux: "Mathematical modelling of transformation plasticity in steels I: Case of ideal-plastic phases." *International Journal of Plasticity* **5**, 551–572, 1989.
- [117] U. Ahrens: *Beanspruchungsabhängiges Umwandlungsverhalten und Umwandlungsplastizität niedrig legierter Stähle mit unterschiedlich hohen Kohlenstoffgehalten*. Dissertation, Universität Paderborn, Paderborn, 2003.
- [118] N. Trapp: *Methoden und Strategien zur Simulation der Wärmebehandlung komplexer Bauteile aus 20 MnCr 5*. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Karlsruhe, 2010.
- [119] G. Gottstein: *Physikalische Grundlagen der Materialkunde*. Springer-Lehrbuch. Springer-Verlag Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2007.

- [120] F. Richter: “Die wichtigsten physikalischen Eigenschaften von 52 Eisenwerkstoffen. Stahleisen-Sonderbericht Heft 8.” *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* **5**, 232, 1974.
- [121] M. Schwenk: *Numerische Modellierung der induktiven Ein- und Zweifrequenzrandschichthärtung*. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Karlsruhe, 2012.
- [122] C. Gierl, H. Danninger, M. Silva, J. Schmidt, E. Specht, European Powder Metallurgy Association: “Thermophysical Properties of Sintered Steels - Effect of Porosity and Composition.” In “World powder metallurgy congress & exhibition,” Proceedings of the Powder Metallurgy World Congress & Exhibition, 41–50. European Powder Metallurgy Association, Shrewsbury, 2010.
- [123] M. Ehlers, J. Güttler, J. Schwarzer: “Computer Aided Simulation of Heat Treatment (C.A.S.H.) *.” *HTM Härt.-Tech. Mitt* **61**, 5–9, 2006.
- [124] J. M. Damon, S. Pulvermacher, S. Dietrich, V. Schulze: “Experimental and Numerical Investigation of the Surface Layer Conditions after Carbonitriding of Powder Metallurgical Steels. Part 2: Surface layer states in components of graded porosity.” *HTM Journal of Heat Treatment and Materials* **76**, 273–297, 2021.
- [125] H. S. Hasan, M. J. Peet, J. M. Jalil, H. K. D. H. Bhadeshia: “Heat transfer coefficients during quenching of steels.” *Heat and Mass Transfer* **47**, 315–321, 2011.
- [126] J. Vatauvuk, M. Z. Di Monte, A. A. Couto: “The Effect of Core and Carburized Surface Microstructural Stability on Residual Stress Evolution during Tempering.” *Journal of ASTM International* **6**, 101881, 2009.
- [127] F. Mühl, J. M. Damon, S. Dietrich, V. Schulze: “Simulation of induction hardening: Simulative sensitivity analysis with respect to mate-

- rial parameters and the surface layer state.” *Computational Materials Science* **184**, 109916, 2020.
- [128] J. M. Damon, E. Jung, M. Zürn, S. Dietrich, V. Schulze: “High-cycle fatigue and surface layer stability of case-hardened PM-steels with graded porosity.” *Powder Metallurgy* **65**, 262–272, 2021.
- [129] F. Klubberg, H. J. Schäfer, M. Hempen, P. Beiss: “Empirical relationship between pulsating and fully reversed fatigue strength amplitudes.” *Fatigue damage of materials: Experiment and analysis* **1**, 255–365, 2003.
- [130] P. Nusskern, J. Hoffmeister, V. Schulze: “Powder Metallurgical Components: Improvement of Surface Integrity by Deep Rolling and Case Hardening.” *Procedia CIRP* **13**, 192–197, 2014.