

Montanuniversität Leoben

Untersuchung
des Niederdruckaufkohlverhaltens von
korrosionsträgen, randschichthärtbaren
Lagerwerkstoffen für den Einsatz in
Flugzeugtriebwerken



Mein Dank gilt zu allererst meinem Begutachter und Geschäftsführer des Materials Center Leoben ao. Univ.-Prof. Dipl.-Ing. Dr. mont. Reinhold Ebner für die Ermöglichung dieser Diplomarbeit im Rahmen des MCL Werkstoffkompetenz-zentrums Leoben.

Besonderer Dank gebührt Dr. Sven Peissl und Dr. Mario Faleschini, die mir während der vergangenen Monate stets mit Rat und Tat zur Seite gestanden sind und somit wesentlich zum Gelingen dieser Arbeit beigetragen haben.

Danken möchte ich auch Dr. Stefan Marsoner für die aufmerksame Durchsicht dieser Arbeit.

Weiters bedanke ich mich bei der Firma Böhler Edelstahl GmbH & Co KG als meinem Projektauftraggeber für die Bereitstellung der Werkstoffe und die gute Zusammenarbeit.

Ebenso möchte ich mich bei allen Mitarbeitern des MCL Leoben herzlich bedanken, die mir bei der Durchführung der einzelnen Untersuchungen und Messungen behilflich waren.

Leoben, Oktober 2007

Ulrich Schmiedhofer

Die vorliegende Arbeit ist im Rahmen des Kplus Programms am Materials Center Leoben entstanden (Projekt WPD 3). Projektpartner war die Böhler Edelstahl GmbH & Co KG in Kapfenberg.

Ich erkläre an Eides statt, dass diese Arbeit von mir selbstständig und nur unter Verwendung der angegebenen Literatur durchgeführt wurde.

Leoben, Oktober 2007

Ulrich Schmiedhofer

Kurzfassung

Untersuchung des Niederdruckaufkohlverhaltens von korrosionsträgen, randschichthärtbaren Lagerwerkstoffen für den Einsatz in Flugzeugtriebwerken

Moderne Wälzlagerstähle müssen neben guten mechanischen Eigenschaften eine ausreichende Korrosionsträgheit aufweisen, um für einen Einsatz in Flugzeugtriebwerken neuerer Generation in Frage zu kommen. Die Einstellung der gewünschten Materialeigenschaften kann dabei durch eine geeignete Niederdruckaufkohlung erfolgen. Aufgrund ihrer chemischen Zusammensetzung neigen jedoch hochlegierte Stähle während des Aufkohlvorgangs zur Bildung von Karbiden. In der kohlenstoffreichen Randschicht kommt es dabei zur Abbindung des Chroms in Form von chromreichen M_7C_3 -Karbiden, wodurch die Korrosionsträgheit des Werkstoffs abnimmt.

Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurde das Niederdruckaufkohlverhalten der neuen vielversprechenden randschichthärtbaren Lagerwerkstoffe C4+Ni, C5+Ni und C6+Ni untersucht. Dazu wurden fünf verschiedene Niederdruckaufkohlungsversuche durchgeführt, die sich in der Höhe der Prozesstemperatur sowie in der Anzahl und Dauer der einzelnen Kohlungs- beziehungsweise Diffusionsphasen unterscheiden. Das erklärte Ziel der Arbeit lag darin, geeignete Niederdruckaufkohlungsparameter für die drei Versuchslegierungen C4+Ni, C5+Ni und C6+Ni festzulegen, die die Einstellung einer harten und verschleißbeständigen Randschicht ermöglichen, ohne dass es gleichzeitig durch zu starke Chromkarbidausscheidungen im Randbereich zu einem Einbruch in der Korrosionsträgheit der Werkstoffe kommt.

Abstract

Investigation of the low pressure carburizing behaviour of corrosion resistant case hardened bearing steels for the application in aircraft engines

Modern bearing steels need to have good mechanical properties as well as sufficient corrosion resistance in order to be considered for an application in advanced aircraft engines. The desired material properties can be reached by low pressure carburizing. High alloyed steels tend to form carbides during carburizing because of their high content of carbide forming elements. Especially the formation of chromium rich M_7C_3 -carbides in the highly carburized case has a negative influence on the corrosion resistance of the material.

In this diploma thesis the low pressure carburizing behaviour of the new presumptive case hardened bearing steels C4+Ni, C5+Ni and C6+Ni was investigated. For this purpose, five carburizing trials were conducted with different process temperatures and different numbers and lengths of boost and diffusion cycles. The aim of this work was to establish adequate process parameters for the low pressure carburizing treatment of the alloys C4+Ni, C5+Ni and C6+Ni, which allow to create a hard and wear resistant surface layer, but without strong chromium carbide precipitations that could lead to a significant decrease in the material's corrosion resistance.

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung.....	1
2. Strategie	3
3. Theoretische Betrachtungen.....	6
3.1 Grundlagen der Aufkohlung.....	6
3.2 Diffusionsvorgänge bei der Aufkohlung	7
3.2.1 Diffusion als thermisch aktivierter Prozess	7
3.2.2 Mathematische Beschreibung von Diffusionsvorgängen bei der Aufkohlung	9
3.2.3 Abhängigkeit des Diffusionskoeffizienten	10
3.3 Niederdruckaufkohlung.....	12
3.3.1 Niederdruckaufkohlung als Alternative zur konventionellen Gasaufkohlung	12
3.3.2 Steuerung von Niederdruckaufkohlungsprozessen	13
3.3.3 Pyrolysereaktion von Propan und Acetylen	15
3.3.4 Vergleich der Eigenschaften von Propan und Acetylen.....	16
3.3.5 Einfluss von Legierungselementen auf das Aufkohlungsverhalten.....	17
3.3.6 Simulation von Aufkohlungsvorgängen.....	24
3.4 Standardwerkstoffe und Werkstoffkandidaten für randzonenbehandelte Triebwerkslager	32
3.4.1 Standardwerkstoff M50Nil.....	32
3.4.2 CSS-42L und Pyrowear 675	34
3.4.3 C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil	38
4. Untersuchungsmethoden.....	41
4.1 Simulation	41
4.2 Aufkohlung.....	45
4.3 Kohlenstofftiefenprofilmessung.....	46
4.4 Metallographische Untersuchung	47
4.5 Karbidmengenbestimmung.....	49
4.6 Härtmessung	50

5. Darstellung und Diskussion der Ergebnisse	51
5.1 Aufkohlversuch I – Serie K	51
5.1.1 Simulation	52
5.1.1.1 Berechnung der Kohlenstofftiefenprofile.....	52
5.1.1.2 Berechnung der Phasentiefenprofile.....	56
5.1.2 Vergleich von GDOES-Messung und Simulation.....	59
5.1.3 Charakterisierung der Randschicht.....	61
5.1.3.1 Metallographische Charakterisierung	61
5.1.3.2 Karbidmengenbestimmung	64
5.1.3.3 Härte-Tiefenverläufe	67
5.1.4 Zusammenfassung	73
5.2 Aufkohlversuch II - Serie E	73
5.2.1 Simulation	74
5.2.1.1 Berechnung der Kohlenstofftiefenprofile.....	74
5.2.1.2 Berechnung der Phasentiefenprofile.....	76
5.2.2 Charakterisierung der Randschicht.....	77
5.2.2.1 Metallographische Charakterisierung	77
5.2.2.2 Karbidmengenbestimmung	80
5.2.2.3 Härte-Tiefenverläufe	81
5.2.3 Zusammenfassung	83
5.3 Aufkohlversuch III - Serie F	83
5.4 Aufkohlversuch IV - Serie G	85
5.4.1 Simulation	86
5.4.1.1 Berechnung der Kohlenstofftiefenprofile.....	86
5.4.1.2 Berechnung der Phasentiefenprofile.....	89
5.4.2 Vergleich von GDOES-Messung und Simulation.....	91
5.4.3 Charakterisierung der Randschicht.....	92
5.4.3.1 Metallographische Charakterisierung	92
5.4.3.2 Karbidmengenbestimmung	94
5.4.3.3 Härte-Tiefenverläufe	98
5.4.4 Zusammenfassung	104

5.5 Aufkohlversuch V - Serie I	104
5.5.1 Simulation	105
5.5.1.1 Berechnung der Kohlenstofftiefenprofile.....	105
5.5.1.2 Berechnung der Phasentiefenprofile.....	107
5.5.2 Vergleich von GDOES-Messung und Simulation.....	109
5.5.3 Charakterisierung der Randschicht.....	111
5.5.3.1 Metallographische Charakterisierung	111
5.5.3.2 Karbidmengenbestimmung	112
5.5.3.3 Härte-Tiefenverläufe	114
5.5.4 Zusammenfassung	118
5.6 Vergleich der Serien K, G und I	119
6. Zusammenfassung	121
7. Literatur.....	iv

1. Einleitung

Wälzlager in Flugzeugtriebwerken sind extremen Beanspruchungen ausgesetzt. An den Kontaktflächen zwischen Wälzkörpern und Laufbahnen in Wälzlagern treten hohe Hertz'sche Pressungen auf. Gleichzeitig führen immer höhere Betriebsdrehzahlen bei modernen Antriebsaggregaten zu zusätzlichen inneren Beanspruchungen des Lagers in Form von tangentialen Zugspannungen und der Überrollung überlagerten Gleitanteilen, die die Lagerlebensdauer stark herabsetzen. Lagerwerkstoffe müssen deshalb ausgezeichnete Festigkeits- und Zähigkeitseigenschaften bei erhöhten Temperaturen aufweisen, um die Betriebssicherheit der Maschine gewährleisten zu können.

Der Einsatz von Flugzeugen in maritimer Umgebung führt bevorzugt zu einem korrosiven Angriff der Lagerkomponenten durch erhöhte Chloridionenkonzentration und Feuchtigkeit in der Atmosphäre. Während des Betriebs wird die Lageroberfläche durch einen schützenden Ölfilm bedeckt. Bei längeren Aufenthalten von Flugzeugen auf Flughäfen in Meeresnähe oder auf Flugzeugträgern kommt es durch den Triebwerksstillstand zum Abreißen dieses schützenden Ölfilms auf der Lageroberfläche und in der Folge zu einem verstärkten Korrosionsangriff. Triebwerkshersteller fordern deshalb die Entwicklung von Wälzlagerstählen, die neben guten mechanischen Eigenschaften auch eine ausreichende Korrosionsträgheit aufweisen.

Die Einstellung der gewünschten Materialeigenschaften erfolgt bei Stählen in der Regel durch eine geeignete Wärmebehandlung. Wälzlagerstähle werden dementsprechend in zwei Gruppen eingeteilt, nämlich in randschichthärtbare und durchhärtbare Stahlqualitäten. Randschichthärtbare Lagerwerkstoffe sind üblicherweise hochlegierte Einsatzstähle und weisen im Gegensatz zu den durchhärtbaren Stahlqualitäten neben einer harten und verschleißbeständigen Randschicht ein zähes Materialverhalten im Kern auf. Ein typischer Vertreter dieser Gruppe von Stählen ist der M50NiL, der in den Achtziger Jahren des vergangenen

Jahrhunderts entwickelt wurde und bis heute breite Anwendung als konventioneller Lagerwerkstoff zum Einsatz in Flugzeugtriebwerken in der Luftfahrtindustrie findet. Aufgrund des hohen Gehalts an karbidbildenden Legierungselementen neigen diese Stähle beim Aufkohlen, dem ersten Schritt einer Einsatzhärtung, zur Bildung von Karbiden. Im Falle des M50Nil werden im Randbereich M_6C und MC-Karbide ausgeschieden. Liegt im Werkstoff noch zusätzlich ein hoher Chromgehalt vor, kommt es zur Ausscheidung von chromreichen M_7C_3 - oder $M_{23}C_6$ -Karbiden, was zu einer Abnahme der Korrosionsträgheit führt. Die Aufkohlung eines Stahlbauteils führt zu einer gewünschten Anreicherung der Randzone mit Kohlenstoff, was die Randzone härter macht.

Bisher ist es noch nicht gelungen, einen Lagerwerkstoff für Flugzeugtriebwerke herzustellen, der neben hoher Oberflächenhärte und Verschleißbeständigkeit auch ausreichende Korrosionsträgheit und Zähigkeit besitzt. Zur Erreichung dieses Ziels ist eine gemeinsame Optimierung von Material und Aufkohlprozess vorzunehmen, um die richtige Balance zwischen den mechanischen Eigenschaften und den Korrosionseigenschaften zu finden. Aus diesem Grund wurde am Materials Center Leoben im Zuge des Projektes WPD 3 ein neues Legierungskonzept für korrosionsträge, randschichthärtbare Lagerwerkstoffe entwickelt, welches ein optimiertes Aufkohlungsverhalten aufweisen soll. Dieses Legierungskonzept hat zum Ziel, einen Werkstoff zu entwickeln, welcher vergleichbare mechanische Eigenschaften wie der M50Nil aufweist, jedoch mit erhöhter Korrosionsträgheit.

2. Strategie

Im Rahmen dieser Diplomarbeit sollen geeignete Niederdruckaufkohlprozessparameter ermittelt werden, um bei korrosionsträgen Lagerwerkstoffen eine harte und verschleißbeständige Randschicht für den Einsatz in Flugzeugtriebwerken einzustellen. Die Aufkohlparameter sind so zu wählen, dass bei den drei Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil vergleichbare Einhärtetiefen mit dem M50Nil erreicht werden, jedoch möglichst ohne Ausscheidung von chromreichen Karbiden in der Randzone. Ein Einbruch in der Korrosionsbeständigkeit der aufgekohlten Werkstoffe soll so vermieden werden. Gleichzeitig muss der Restaustenitgehalt im oberflächennahen Bereich gering sein.

Die Optimierung des Aufkohlverhaltens der drei Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil erfolgt nach dem in Abbildung 1 dargestellten Schema. In einem ersten Schritt sollen Simulationsberechnungen mittels Dictra durchgeführt und jene Aufkohlparameter bestimmt werden, mit denen ein viel versprechendes Kohlenstofftiefenprofil ausgegeben wird. Anhand dieser ermittelten Aufkohlparameter wird die Niederdruckaufkohlung in einem Vakuumofen realisiert. Nach dem Aufkohlvorgang werden die realen Kohlenstofftiefenprofile durch GDOES-Messungen an den Aufkohldummies bestimmt. Durch den wiederholten Vergleich der Simulationsergebnisse mit den experimentell ermittelten Daten aus den GDOES-Messungen soll eine Anpassung der Simulation an die realen Verhältnisse im Werkstoff erzielt werden, um den Einfluss und die Auswirkungen der Wahl bestimmter Prozessparameter auf die Randschichteigenschaften vorhersagen zu können, um so den Aufkohlprozess sukzessive zu optimieren.

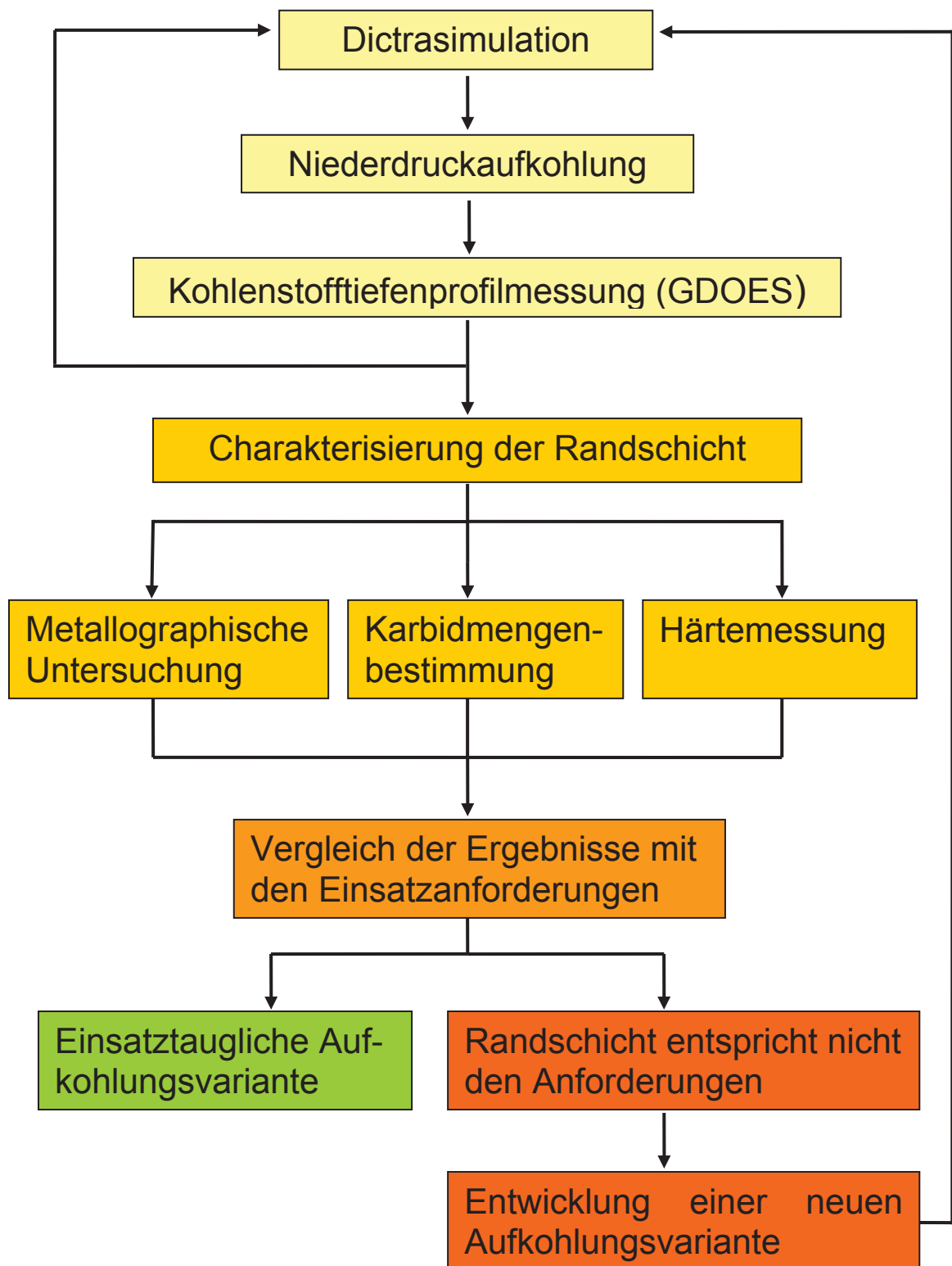


Abbildung 1: Schema zur Optimierung des Aufkohlverhaltens der drei Versuchslegierungen C4+Ni, C5+Ni und C6+Ni.

Bei aussichtsreichen Aufkohlungsvarianten wird nach dem Aufkohlvorgang eine genaue Untersuchung der Randschicht nach folgenden Punkten vorgenommen:

- Metallographische Charakterisierung hinsichtlich der Gefügeausbildung und des Restaustenitgehalts
- Bestimmung der Karbidtypen und der Karbidverteilung mittels Rasterelektronenmikroskopie
- Ermittlung von Härte-Tiefenverläufen

Die Ergebnisse dieser einzelnen Untersuchungen werden dann mit den Simulationsergebnissen und mit dem Anforderungsprofil verglichen, das die potentiellen Lagerwerkstoffe C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil in Bezug auf ihre mechanischen und chemischen Eigenschaften für eine Anwendung in der Praxis erfüllen müssen. Falls die erforderlichen Randschichteigenschaften durch die entsprechende Aufkohlungsvariante nicht eingestellt werden können, sind weitere Veränderungen in der Wahl der Aufkohlparameter vorzunehmen, um eine in Lagern einsatzfähige Kombination von Werkstoff und Aufkohlen zu erreichen. Bei der Entwicklung einer neuen, optimierten Aufkohlungsvariante wird wiederum nach demselben Prozessschema vorgegangen, wie dies in Abbildung 1 dargestellt ist.

3. Theoretische Betrachtungen

3.1 Grundlagen der Aufkohlung

Die Aufkohlung eines Stahlbauteils ist eine thermochemische Behandlung im austenitischen Gefügestand und führt zu einer Anreicherung der Oberfläche mit Kohlenstoff. Der Vorgang findet in einem geeigneten Kohlungsmittel statt, um die chemische Zusammensetzung des Grundwerkstoffs durch Stoffaustausch mit diesem Medium gezielt zu verändern [1].

Grundsätzlich wird zwischen festen, flüssigen und gasförmigen Aufkohlungsmitteln unterschieden. Die einzelnen Aufkohlungsverfahren können dementsprechend in Pulver- oder Granulataufkohlen, Salzbad- und Gasaufkohlen eingeteilt werden [2].

Bei der Aufkohlungstemperatur bildet jedes Kohlungsmittel unabhängig von seinem ursprünglichen Aggregatzustand kohlenstoffhaltige Gase, die sich zersetzen.¹ Bei der konventionellen Gasaufkohlung kommt es bei Berührung dieser Gase mit der erhitzten Stahloberfläche zu chemischen Reaktionen, zum Beispiel zu [3]:



Im austenitischen Zustand besitzt der Stahl aufgrund der größeren Oktaederlücken des kubisch flächenzentrierten Gitters eine höhere Löslichkeit für Kohlenstoff verglichen mit dem Ferrit. Der Zementit (Fe_3C) löst sich auf, und der Kohlenstoff wandert in seiner atomaren Form durch Diffusionsvorgänge tiefer in den Stahl hinein [1, 3].

¹ Im Falle einer Aufkohlung mithilfe von natriumcyanidhaltigen (NaCN) Salzschnmelzen sei anzumerken, dass die in der Schmelze ablaufenden Reaktionen im Einzelnen nicht genau bekannt sind. Es ist somit umstritten, ob der Aufkohlungsvorgang auch hier über die Gasphase stattfindet [2,3].

Die erreichbare Aufkohlungstiefe wird neben dem Kohlungsmittel noch vor allem von der Stahlzusammensetzung, der Aufkohlungstemperatur und der Aufkohlungsdauer beeinflusst. Unter Aufkohlungstiefe wird die Tiefe der aufgekohlten Randschicht eines Werkstücks bis zum Erreichen des Kernkohlenstoffgehalts (Kohlenstoffgehalt vor dem Aufkohlen) verstanden. Am längsten dauert die Aufkohlung in festen Aufkohlungsmitteln. Eine Erhöhung der Aufkohlungstemperatur bewirkt unabhängig vom Ausgangsmittel immer eine Verkürzung der Prozessdauer [3].

3.2 Diffusionsvorgänge bei der Aufkohlung

3.2.1 Diffusion als thermisch aktivierter Prozess

Aufkohlbearbeitungen von Stählen sind mit Diffusionsvorgängen verbunden. Die Diffusion ist ein statistischer Vorgang, bei dem ein makroskopischer Materialfluss durch Wanderung einzelner Atome als Folge eines Konzentrationsgefälles auftritt [4]. Im Sinne des Strebens nach größtmöglicher Entropie versucht jedes System, einen Konzentrationsausgleich innerhalb einer Phase zu erzielen [5].

Die Wahrscheinlichkeit regelloser Atomsprünge, die zur makroskopischen Diffusion führen, nimmt mit steigender Wärmeenergie zu. Dabei führen die Atome Schwingungen um ihre Ruhelage aus, deren Amplitude mit steigender Temperatur größer wird. Wenn ein Atom genügend Schwingungsenergie über Stoßeffekte erhält, kann es unter günstigen Bedingungen seinen Gitterplatz verlassen und auf einen benachbarten Platz springen. Ein Maß für die Wahrscheinlichkeit eines solchen Platzwechsels ist neben der mittleren Schwingungsenergie, die proportional zur Temperatur ist, die Energieschwelle (Aktivierungsenergie), die bei einem Sprung überwunden werden muss. Abbildung 2 zeigt eine schematische Darstellung dieser Potentialbarriere. Ein Atom in der Position m benötigt die Energie Q, um über die Energieschwelle u in die Lage p zu gelangen.

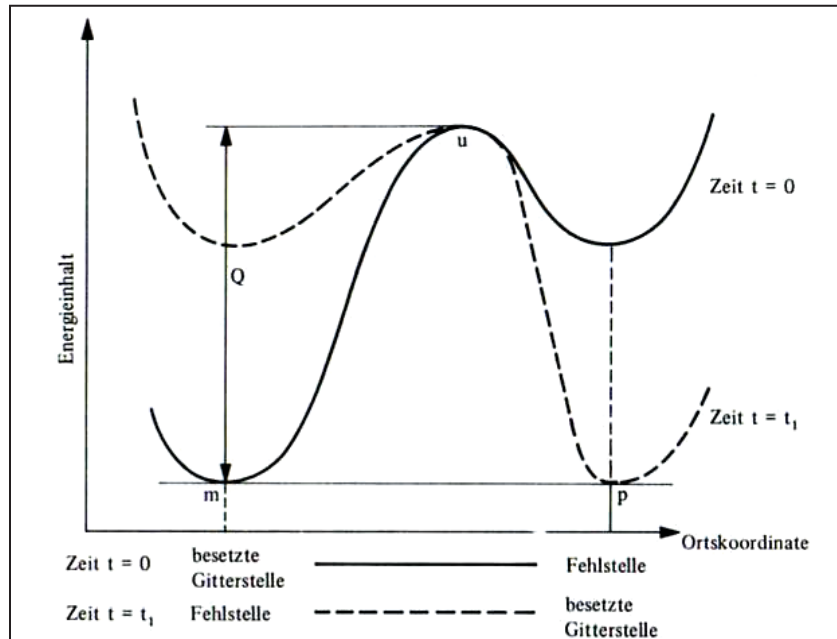


Abbildung 2: Schematische Darstellung zur Erklärung der Aktivierungsenergie bei Diffusionsprozessen in einem Festkörper [4].

In einem Idealkristall ist die Aktivierungsschwelle so groß, dass ein direkter Austausch zweier Atome nach Abbildung 2 unmöglich ist. Ein Realkristall hingegen besitzt eine große Anzahl an Gitterfehlern, die Atomsprünge wesentlich erleichtern können [4].

Diffusion kann sowohl im Kristallinneren als auch entlang von Oberflächen oder Korngrenzen erfolgen. Da das Kristallgitter entlang von Grenzflächen stark gestört ist, gehen Platzwechselforgänge an der Oberfläche beziehungsweise an Korngrenzen wesentlich schneller vonstatten. Obwohl die Geschwindigkeit der Oberflächen- und Korngrenzendiffusion jene der Volumendiffusion bei weitem übertrifft, ist für den gesamten Diffusionsprozess die Volumendiffusion wichtiger, weil die Anzahl der Grenzflächenatome so gering ist, dass diese Atome trotz ihrer hohen Austauschgeschwindigkeit in der Regel nur einen kleinen Beitrag zur Gesamtdiffusion liefern. Außer bei tieferen Temperaturen, wenn die Volumendiffusion praktisch eingefroren ist, kann die Korngrenzendiffusion den Hauptteil des Massetransports übernehmen [4, 6].

3.2.2 Mathematische Beschreibung von Diffusionsvorgängen bei der Aufkohlung

Die häufigste Ursache von Diffusionsvorgängen ist die Existenz von örtlichen Konzentrationsunterschieden innerhalb eines Systems. Als Folge dieses Konzentrationsgradienten kommt es zu Teilchenströmen, die im Sinne des Strebens nach Einstellung des thermodynamischen Gleichgewichts, das durch ein Minimum der freien Enthalpie bestimmt wird, einen Ausgleich in der chemischen Zusammensetzung des Systems herbeiführen [5,6]. Eine mathematische Beschreibung der Teilchenströme kann mithilfe des ersten Fickschen Gesetzes erfolgen. Dieses lautet für den eindimensionalen Fall:

$$j_D = -D \frac{\partial c}{\partial x} \quad (2)$$

Die Diffusionsstromdichte j_D [$\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$] beschreibt die Anzahl der Teilchen, die pro Zeiteinheit durch eine Flächeneinheit fließen. Der Proportionalitätsfaktor D wird als Diffusionskoeffizient bezeichnet und hat die Dimension [cm^2s^{-1}]. Das negative Vorzeichen berücksichtigt, dass der Strom von hoher zu niedriger Konzentration fließt, also dem Konzentrationsgradienten entgegen. Für viele technische Anwendungen ist weniger der Teilchenfluss sondern vielmehr die Konzentrationsänderung in Abhängigkeit von Ort und Zeit von Bedeutung, die durch das zweite Ficksche Gesetz beschrieben wird. Es lautet für den eindimensionalen Fall [6]:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left(D \frac{\partial c}{\partial x} \right) \quad (3)$$

Hängt der Diffusionskoeffizient D nicht von der Konzentration ab, vereinfacht sich die Gleichung drei zu:

$$\frac{\partial c}{\partial t} = D \frac{\partial^2 c}{\partial x^2} \quad (4)$$

Um diese partielle Differentialgleichung zweiter Ordnung lösen zu können, werden Anfangs- und Randbedingungen benötigt. Das sind zum Beispiel die Konzentrationsverteilung vor Beginn der Diffusion und die Konzentration an den Grenzflächen der Probe während des gesamten Diffusionsvorgangs [4]. Im speziellen Fall der Aufkohlung geht die gegenüberliegende Oberfläche der Probe in die Rechnung als unendlich weit entfernt ein, da Aufkohlungen in der Praxis überwiegend an Bauteilen mit gegenüber der Diffusionszone großer Dicke stattfinden [1,4]. Unter diesen Bedingungen ergibt sich schließlich folgende Lösung des zweiten Fickschen Gesetzes, die bei der Aufkohlung von Stahl eine Berechnung der Kohlenstoffkonzentration c im Abstand l von der Oberfläche zur Zeit t ermöglicht:

$$c - c_0 = (c_1 - c_0) \left[1 - \Phi \left(\frac{l}{2\sqrt{Dt}} \right) \right] \quad (5)$$

c_0 bezeichnet die Anfangskonzentration des Kohlenstoffs im Stahl und ist an allen Punkten unterhalb der Oberfläche gleich. c_1 ist die Kohlenstoffkonzentration unmittelbar an der Oberfläche. Sie entspricht dem Sättigungswert des Austenits an Zementit. $\Phi(x)$ bezeichnet das Gaußsche Fehlerintegral und D den Diffusionskoeffizienten des Kohlenstoffs im Austenit [4].

3.2.3 Abhängigkeit des Diffusionskoeffizienten

Der Diffusionskoeffizient D gibt an, wie schnell bei einem vorgegebenen Konzentrationsgefälle der Stofftransport in einer Substanz erfolgt [5]. Er ist von Temperatur, Konzentration, Kristallstruktur und Gefüge abhängig. Der Einfluss der Temperatur lässt sich durch eine Gleichung der Form

$$D = D_0 e^{-Q/RT} \quad (6)$$

darstellen. T ist dabei die Temperatur und R die allgemeine Gaskonstante. Q bezeichnet die Aktivierungsenergie und ist ein Maß für die Höhe der Energieschwelle, die das diffundierende Atom bei seinem Sprung zu einem anderen Gitterplatz überwinden muss (vgl. Abbildung 2). Der „Frequenzfaktor“ D_0 hängt mit der Schwingungsfrequenz der Atome im Kristallgitter zusammen und berücksichtigt, dass ein schneller schwingendes Atom in einer bestimmten Zeitspanne öfter die Möglichkeit hat, auf einen benachbarten Gitterplatz zu springen [4].

Der Diffusionskoeffizient kann sich in binären Legierungssystemen mit der Konzentration verändern. Eine Darstellung der Konzentrationsabhängigkeit des Diffusionskoeffizienten von Kohlenstoff in Austenit bei 930°C zeigt Abbildung 3.

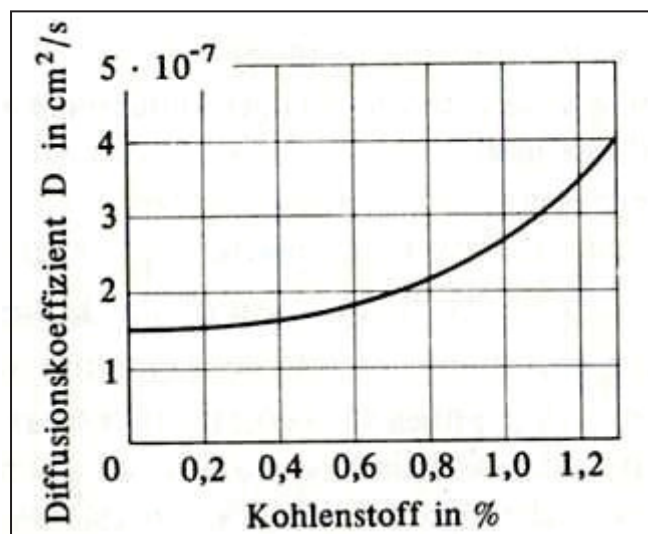


Abbildung 3: Darstellung des Diffusionskoeffizienten von Kohlenstoff in Austenit bei 930°C als Funktion der Kohlenstoffkonzentration [4].

Der Diffusionskoeffizient verändert sich im System Eisen-Kohlenstoff nur geringfügig mit der Konzentration. Dadurch ist der Fehler, der sich ergibt, wenn zur Vereinfachung mit einem konzentrationsunabhängigen Diffusionskoeffizienten gerechnet wird, klein. Im System Gold-Nickel können sich die Diffusionskoeffizienten von goldreichen und nickelreichen Legierungen hingegen um einen Faktor 100 unterscheiden [4]. Außerdem spielt der Atomradius der diffundierenden Atome beim

Stofftransport eine entscheidende Rolle. Kleine, interstitielle Atome wie der Kohlenstoff, wandern wesentlich schneller als große substitutionelle Legierungsatome wie das Chrom [5,6].

3.3 Niederdruckaufkohlung

3.3.1 Niederdruckaufkohlung als Alternative zur konventionellen Gasaufkohlung

Die Niederdruck- oder Vakuumaufkohlung von Stahl ist ein modernes Aufkohlungsverfahren, welches zunehmend bei der Einsatzhärtung stark beanspruchter Bauteile für die Getriebe- und Luftfahrtindustrie eingesetzt wird. Aufgrund der geringen Neigung zur Randoxidation, der gleichmäßigen Aufkohlung komplexer Geometrien und der Möglichkeit der Hochdruckgasabschreckung, die gegenüber der Ölabschreckung Vorteile hinsichtlich des Verzugsverhaltens der Bauteile, der Umweltkonformität sowie der Wirtschaftlichkeit besitzt, stellt die Vakuumtechnik eine wichtige Alternative zur konventionellen Gasaufkohlung dar [7,8]. Der Aufkohlvorgang findet in der Regel bei hohen Temperaturen zwischen 850°C und 1050°C statt. Als Kohlenstoffspendermedien werden üblicherweise Propan oder Acetylen verwendet. Die hohen Prozesstemperaturen ermöglichen neben einer Verringerung der Zyklusdauer gleichzeitig die Einstellung hoher Randkohlenstoffgehalte und Einhärtetiefen. Eine Auflistung der für eine Niederdruckaufkohlung charakteristischen Prozessparameter zeigt Abbildung 4:

◆	Aufkohlungstemperatur	850 – 1050°C
◆	Gasdruck	1 – 30 mbar
◆	Kohlungsgas	Propan/Acetylen
◆	Aufkohlungsdauer	5 min – 20h
◆	Aufkohlungstiefe	0,3 – 3mm

Abbildung 4: Charakteristische Prozessparameter für die Niederdruckaufkohlung von Stahl [9].

Das Verfahren kann in Einkammeranlagen oder bevorzugt in Zwei- und Mehrkammeranlagen durchgeführt werden. Zur Abschreckung werden Stickstoff oder Helium mit Drücken zwischen 10-20 bar verwendet [9].

3.3.2 Steuerung von Niederdruckaufkohlungsprozessen

Im Gegensatz zu konventionellen Gasaufkohlungsprozessen wird bei der Niederdruckaufkohlung ohne sauerstoffhaltige Reaktionsgase gearbeitet [9]. Der Kohlenstoffübergang erfolgt durch eine Pyrolysereaktion des Kohlenstoffträgers (vorwiegend Propan oder Acetylen) an der heißen Bauteiloberfläche. Da es sich bei der Zersetzung um keine Gleichgewichtsreaktion handelt, ist auch kein C-Pegel² definierbar, der zu einer Kohlenstoff-Gleichgewichtskonzentration im Bauteil führt [10]. Die Verfahrenskontrolle erfolgt deshalb über die Steuerung von Druck oder Durchflussmenge des Kohlengases [1, 22].

Die entscheidende Kenngröße für den Kohlenstoffübergang bei der Niederdruckaufkohlung ist die Kohlenstoff-Massenstromdichte, die als jene Kohlenstoffmenge definiert ist, die pro Zeit- und Flächeneinheit in den Werkstoff eindiffundiert [9]. Übersteigt die Kohlenstoff-Massenstromdichte an der Grenzfläche zwischen Gas und Werkstück das Kohlenstoff-Aufnahmevermögen der austenitischen Matrix, dann kommt es zunächst zur Karbidbildung und in weiterer Folge zur Abscheidung von Ruß auf der Bauteiloberfläche. Die Prozessführung der gesteuerten Aufkohlung wirkt einer Überkohlung entgegen, indem der Kohlensvorgang meistens nach wenigen Minuten unterbrochen und eine Diffusionsphase angeschlossen wird, in der das Prozessgas durch Evakuieren aus der Anlage entfernt wird und der Kohlenstoff in den Grundwerkstoff eindiffundieren kann [10, 23, 24]. In Abbildung 5 sind der Prozessablauf sowie die zwei verschiedenen Möglichkeiten der Prozessführung bei der Niederdruckaufkohlung schematisch dargestellt [10]. Eine Möglichkeit ist, die Begasungsmenge m mit

² Der Kohlenstoffpegel (C-Pegel) ist derjenige Kohlenstoffgehalt in Masseprozent, den eine Probe aus Reineisen innerhalb des homogenen Austenitgebiets bei einer gegebenen Temperatur im Gleichgewicht mit dem umgebenden Medium annimmt [2].

fortschreitender Behandlungsdauer t abzusenken (Prozessvariante I in Abbildung 5) beziehungsweise bei konstanter Begasungsmenge die Diffusionszeiten zwischen den Kohlunspulsen zu verlängern (Prozessvariante II in Abbildung 5).

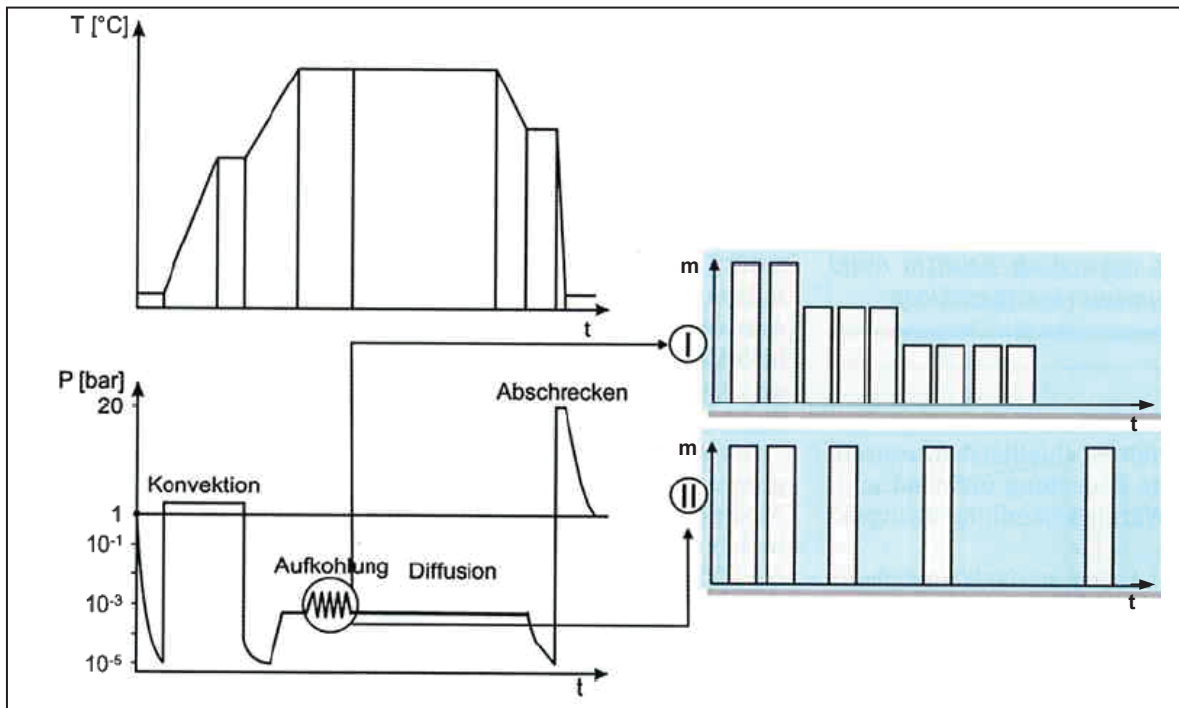


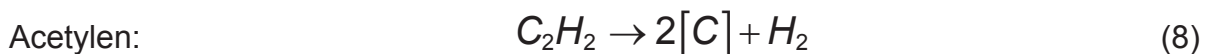
Abbildung 5: Graphische Darstellung des Prozessablaufs und der zwei verschiedenen Varianten der Prozesssteuerung bei der Niederdruckaufkohlung – m bezeichnet die Begasungsmenge und t die Zeit [10].

Der Aufkohlvorgang kann mit Hilfe von Computerprogrammen simuliert werden. Somit können im Voraus optimale Begasungsmengen beziehungsweise Kohlun- und Diffusionszeiten ermittelt werden. Obwohl diese Prozesssteuerung sehr zuverlässig arbeitet, stellt das Verfahren eine gewisse Beschränkung bei der Prozessüberwachung und Qualitätssicherung dar, da keine In-situ- Kontrolle des Aufkohlvorgangs möglich ist. Aus diesem Grund wurde erst vor kurzem ein Niederdruck- Kohlunssensor entwickelt, der den Umsetzungsgrad der Acetylenpyrolyse durch Messung der Wasserstoffkonzentration im Reaktionsraum bestimmt. Die Zersetzung des Acetylen hängt in erheblichem Umfang von der Chargenoberfläche, der Begasungsmenge und der Behandlungstemperatur ab [10]. Es zeigt sich ein gewisser Anstieg der mittleren Wasserstoffkonzentration (und somit des Umsetzungsgrads) mit zunehmender Aufkohlungstemperatur und abnehmender

Begasungsmenge, was durch die längere Verweilzeit des Gases in der Anlage erklärt werden kann [9, 10]. Der Wasserstoff-Sensor erlaubt somit eine In-Situ Messung des Aufkohlungsprozesses mit Acetylen³ und kann zur verbesserten Prozesskontrolle und Regelung der erforderlichen Acetylen-Begasungsmenge eingesetzt werden [10].

3.3.3 Pyrolysereaktion von Propan und Acetylen

Bei der Niederdruckaufkohlung erfolgt der Kohlenstoffübergang durch eine Pyrolysereaktion der Kohlenstoffträger (vorwiegend Propan und Acetylen) an der heißen Werkstückoberfläche [10]. Dabei zersetzen sich die beiden Kohlenwasserstoffe unter Bildung von atomarem Kohlenstoff, der in das Metall eindiffundiert. Die Pyrolysereaktionen können wie folgt beschrieben werden [1, 11]:



Aus Gleichung (7) wird ersichtlich, dass sich pro sieben zerfallene Propanmoleküle zehn Kohlenstoffatome bilden. Neben dem atomaren Kohlenstoff entstehen weiters die Gase Ethen, Methan und Wasserstoff. Die Reaktion ist volumenvergrößernd, da aus sieben Mol Propan insgesamt zwanzig Mol Produktgas entstehen. Acetylen zerfällt entsprechend Gleichung (8), sodass pro Acetylenmolekül zwei Kohlenstoffatome und ein Wasserstoffmolekül hervorgehen. Diese Reaktion ist volumenerhaltend, da sich aus einem Mol Acetylen genau ein Mol Wasserstoff bildet. Die Niederdruckaufkohlung wird in beiden Fällen von Nebenreaktionen begleitet, bei denen höherwertige Kohlenwasserstoffe und Ruß gebildet werden. Diese Nebenreaktionsprodukte sind aber aufgrund der geringen entstehenden Mengen

³ Bei der Propanpyrolyse ergaben sich hingegen weitgehend prozessunabhängige, konstante Wasserstoff-Messwerte, die keine signifikante Abhängigkeit von den Prozessparametern zeigen und derzeit keine Regelmöglichkeit mittels Wasserstoff-Sensor zulassen [10].

hinsichtlich der Aufkohlungswirkung und der Zusammensetzung der Gasphase vernachlässigbar [11].

3.3.4 Vergleich der Eigenschaften von Propan und Acetylen

Die Verwendung von Acetylen als Kohlungsgas bei der Niederdruckaufkohlung zeigt deutliche verfahrenstechnische und qualitative Vorteile gegenüber der Verwendung von Propan. Acetylen besitzt von allen Kohlenwasserstoffen, die beim Vakuumaufkohlen zum Einsatz kommen, den höchsten Kohlenstoffanteil. Die hohe Kohlenstoffverfügbarkeit dieses Gases führt zu hohen Kohlenstoffströmen und in weiterer Folge zu einer raschen und gleichmäßigen Aufkohlung des Werkstücks. Die Rußbildung und damit die Häufigkeit der Ofenwartung fällt bedingt durch die sehr niedrigen Drücke mit Acetylen geringer aus als mit Propan [12]. Speziell bei sehr komplexen Geometrien, wie zum Beispiel Sacklochbohrungen, werden mit Acetylen deutlich größere Eindringtiefen erreicht. Dieser Umstand kann durch den relativ hohen Diffusionskoeffizienten des Acetylens in einem Acetylen-Wasserstoff-Gemisch erklärt werden. Er ist ungefähr dreimal größer als der Diffusionskoeffizient von Propan in dem bei der Niederdruckaufkohlung entstehenden Gemisch aus Wasserstoff, Methan und Ethen. Außerdem wird das Eindringen von Propan in Sacklochbohrungen dadurch erschwert, dass die Zerfallsreaktion von Propan volumenvergrößernd ist und sich somit eine Strömungsgeschwindigkeit aus der Sacklochbohrung heraus ergibt [11].

Ein Nachteil bei der Verwendung von Acetylen als Kohlungsmedium ist im Bereich der strengen Sicherheitsvorkehrungen zu sehen. Das Acetylenmolekül besteht aus zwei Kohlenstoffatomen, die über eine Dreifachbindung zusammenhängen und zwei symmetrisch angeordneten Wasserstoffmolekülen. Die Dreifachbindung bedingt die Gefahr dieses Gases, da sie zu einem exothermen Selbstzerfall bei plötzlicher Energieeinbringung, zum Beispiel durch einen Druckstoß oder eine rasche Temperaturerhöhung, neigt [12]. Aufgrund seiner Stoß- und Druckempfindlichkeit kann Acetylen daher nicht wie Propan oder die meisten anderen handelsüblichen Gase in flüssiger Form in Druckflaschen oder Tanks transportiert und gelagert

werden, sondern muss in geeigneten Lösungsmitteln (zum Beispiel Aceton) gelöst werden [11]. Der Gaspreis von Acetylen ist etwa dreimal so hoch wie jener von Propan. Dabei muss aber berücksichtigt werden, dass für die Aufkohlung eine geringere Menge an Acetylen benötigt wird. Tabelle 1 zeigt zusammenfassend eine Gegenüberstellung einiger Eigenschaftsmerkmale von Propan und Acetylen bei der Niederdruckaufkohlung [12]:

Tabelle 1: Vergleich zwischen dem Einsatz von Propan und Acetylen bei der Niederdruckaufkohlung [12].

Merkmale	Propan	Acetylen
Brennbar	Ja	Ja
Dichte	Schwerer als Luft	Leichter als Luft
Verfügbarkeit	Gut	Gut
Kohlenstoffausbeute	Normal	Höher
Chargendichte	Normal	Höher
Komplexe Teile	Schwierig	Einfach
Rußbildung	Normal	Geringer
Ofenwartung	Normal	Geringer
Gaspreis	Normal	3 x höher
Gasverbrauch	Normal	Hälfte
Anteilige Gaskosten	Sehr gering	Sehr gering
Abgas	Brennbar	Brennbar

3.3.5 Einfluss von Legierungselementen auf das Aufkohlungsverhalten

Das Aufkohlverhalten von Stahl wird durch die Anwesenheit von Legierungselementen beeinflusst. Sie verändern die Aktivität des Kohlenstoffs und beeinflussen somit die Kohlenstoffaufnahme am Rand und in weiterer Folge auch das Kohlenstofftiefenprofil. Bei der Wirkungsrichtung ist zwischen aktivitätserhöhenden (löslichkeitsverringern) und aktivitätserniedrigenden (löslichkeitsfördernden) Elementen zu unterscheiden. In Abbildung 6 wird der

prinzipielle Zusammenhang zwischen Kohlenstoffaktivität a_C und Kohlenstoffkonzentration C_C (Masse-%) für konstante Temperatur veranschaulicht. Bild 6a zeigt, wie durch die aktivitätserhöhenden Elemente Silizium, Nickel, Kobalt und Kupfer die Aktivitätskurve des Kohlenstoffs im unlegierten Austenit

$$\lg a_C = 2300/T + 0,15 * \%C + \lg(\%C) - 2,21 \quad (9)$$

nach links zu geringeren Kohlenstoffkonzentrationen und umgekehrt durch aktivitätserniedrigende Elemente, wie zum Beispiel Mangan, Chrom, Vanadium, Titan, Molybdän und Wolfram, nach rechts zu höheren Kohlenstoffgehalten verschoben wird. Werden also unterschiedlich legierte Eisenwerkstoffe bei konstanter Temperatur und gleichem C-Pegel aufgekühlt, stellen sich je nach Zusammensetzung unterschiedliche Randkohlenstoffgehalte und entsprechende Verläufe der Kohlungskurven ein.

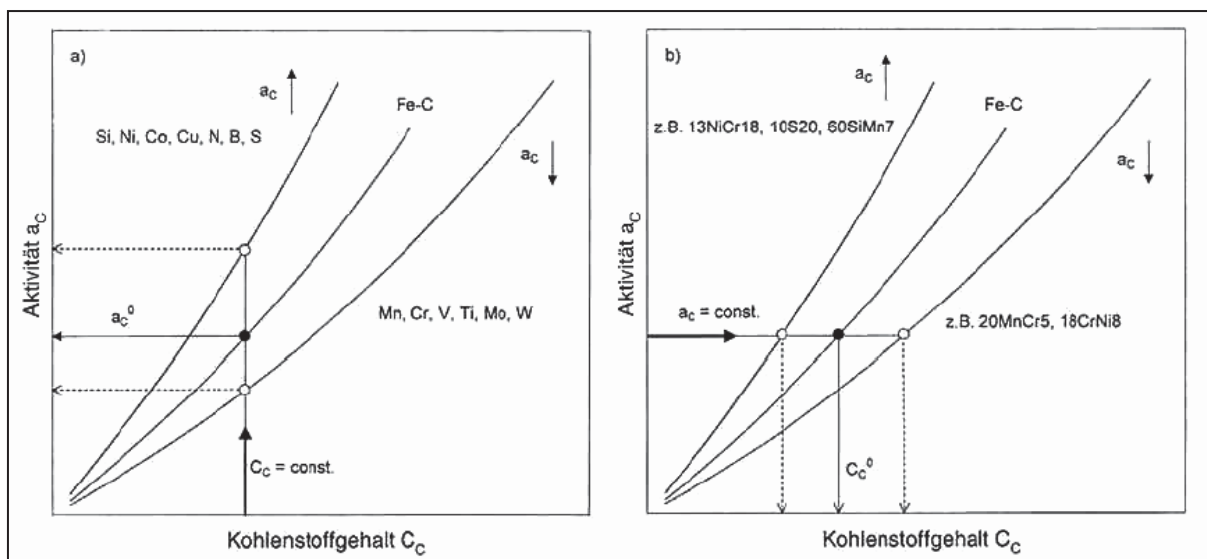


Abbildung 6: Veränderung der Aktivität von Kohlenstoff im Austenit durch aktivitätserhöhende und -erniedrigende Legierungselemente (schematisch) [13].

- a) Aktivitäten für gleichen Kohlenstoffgehalt
- b) Kohlenstoffgehalt für gleiche Aktivität

Nach der jeweiligen Summenwirkung der Elemente kann die Aktivitätskurve eines Stahls links oder rechts von der Bezugsaktivitätskurve für den unlegierten Austenit verlaufen (Bild 6b). Im Stahl 13NiCr18 beispielsweise überwiegt die Wirkung des

aktivitätserhöhenden Elements Nickel. Bei konstanter Aktivität stellt sich im Gleichgewicht ein niedrigerer Kohlenstoffgehalt als im unlegierten Stahl ein. Umgekehrt sind die Verhältnisse für den Stahl 18CrNi8. Hier überwiegt die Aktivitätserniedrigung durch Chrom, sodass sich gegenüber dem unlegierten Stahl ein höherer Kohlenstoffgehalt für die gleiche Aktivität ergibt.

Der gesetzmäßige Einfluss von aktivitätserhöhenden und aktivitätserniedrigenden Elementen wird nicht nur im Randkohlenstoffgehalt sondern auch im Verlauf der Kohlunkurve sichtbar. Als Beispiel veranschaulicht Abbildung 7 die Kohlenstoff-tiefenprofile eines unlegierten (C15) und eines niedriglegierten Stahls (16MnCr15), die beide mit Propan bei 960°C 6,5 Stunden gasaufgekocht wurden. So verläuft die Kurve des Stahles 16MnCr15 deutlich über der des unlegierten Stahls C15. *Schröter und Spengler* [13] führen dieses Ergebnis auf die aktivitätserniedrigende Wirkung von Chrom und Mangan zurück. Einschränkend muss aber festgehalten werden, dass der Verlauf der beiden Kohlunkurven auch entscheidend von Pyrolysereaktionen in der Gasatmosphäre und der Diffusion des Kohlenstoffs in den Stahl beeinflusst wird.

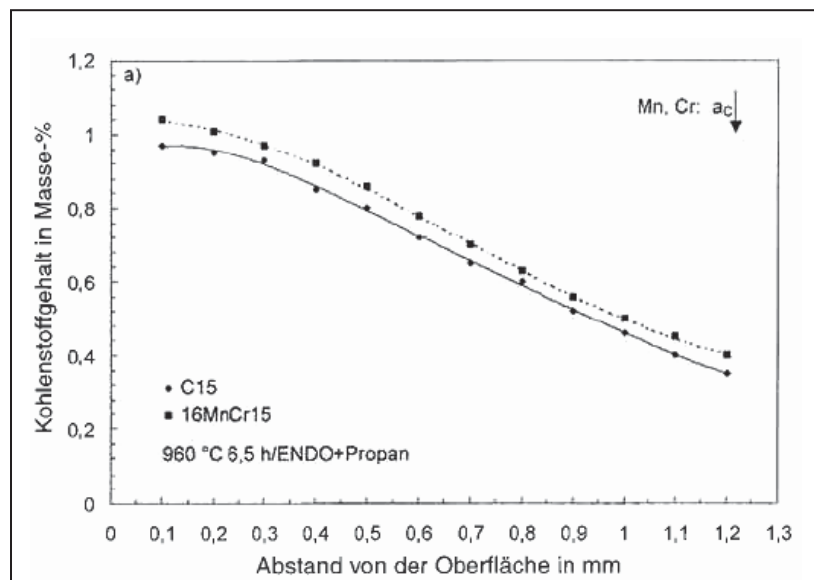


Abbildung 7: Gegenüberstellung des Verlaufs der Kohlunkurven eines unlegierten (C15) und eines niedriglegierten Stahls (16MnCr15) [13].

Als praktische Kenngröße für den summarischen Legierungseinfluss dient der Legierungsfaktor k_L , der für einen legierten Eisenwerkstoff mit bekannter chemischer Zusammensetzung nach folgender allgemeinen Beziehung berechnet werden kann [13]:

$$\lg[C_0/C_L] = \pm o_C^{X1} * C_{X1} \pm o_C^{X2} * C_{X2} \pm \dots \pm o_C^{Xi} * C_{Xi} = 1/k_L \quad (10)$$

Dabei bedeuten:

C_L	Kohlenstoffgehalt im legierten Stahl in [Mass.-%]
C_0	Sich einstellende Kohlenstoffkonzentration in [Mass.-%] in Reineisen, entspricht dem C-Pegel bei der Gasaufkohlung
$o_C^{X1...i}$	Wirkungsparameter des Kohlenstoffs für die Legierungselemente $X_{1...i}$ [Bezugsbasis für X: Molenbruch N_X]
$C_{X1...i}$	Gehalte der Legierungselemente $X_{1...i}$ in [Mass.-%]
k_L	Legierungsfaktor [-]

In der Literatur bestehen unterschiedliche Angaben zu den Wirkungsparametern o_C^X der einzelnen Legierungselemente. Beispielhaft sei auf die Ergebnisse der Arbeiten von *Houdremont* und *Neumann* verwiesen [13, 14, 15].

Der Einfluss des Basiskohlenstoffgehalts und des Chromgehalts auf die Massenzunahme während der Niederdruckaufkohlung mit Acetylen wurde anhand von drei verschiedenen Modelllegierungen von *Steinbacher et altera* untersucht [16]. Die wesentlichen Komponenten der Legierungen sind:

- „15Cr12“: circa 0,15 Masseprozent Kohlenstoff und circa 3 Masseprozent Chrom
- „30Cr12“: circa 0,30 Masseprozent Kohlenstoff und circa 3 Masseprozent Chrom
- „30Cr6“ : circa 0,30 Masseprozent Kohlenstoff und circa 1,5 Masseprozent Chrom

In Abbildung 8 sind die Massenzunahmeverläufe der drei verschiedenen Werkstoffe dargestellt. Aufgrund seines höheren Basiskohlenstoffgehalts kann der 30Cr12 bei gleichem Kohlenstoffübergang weniger Kohlenstoff aufnehmen verglichen mit dem 15Cr12. Der Einfluss des Chromgehalts wird durch den Vergleich der beiden Stähle 30Cr12 und 30Cr6 sichtbar. Der höhere Chromgehalt des 30Cr12 führt zu einer Verlangsamung der Diffusion des Kohlenstoffs in die Tiefe und damit zu einer geringeren Kohlenstoffaufnahme. Weiterhin steigt das Risiko einer Zementit - und Sonderkarbidbildung an der Oberfläche an. Die Abbindung des freien Kohlenstoffs in Form von Karbiden führt zusätzlich zur langsameren Diffusion zu kleineren, erreichbaren Einhärtetiefen [16, 17].

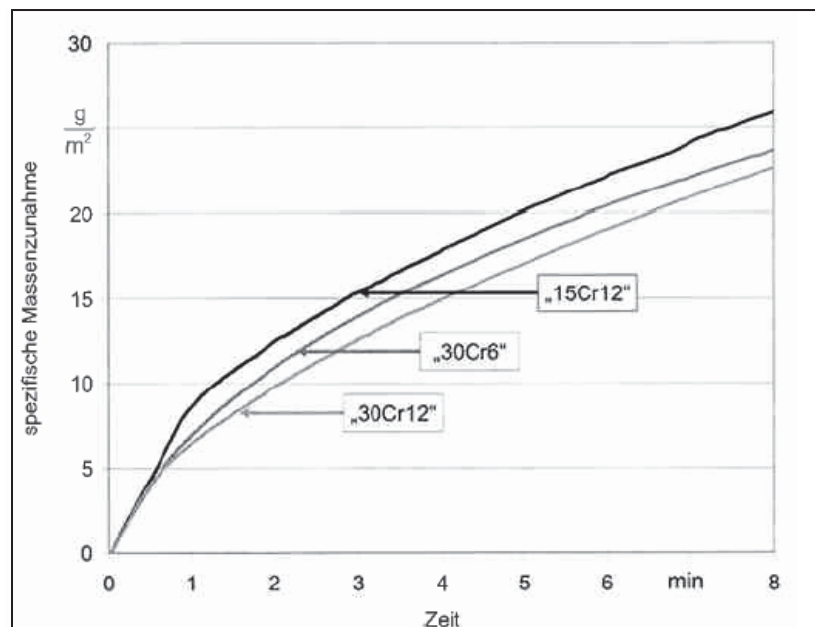


Abbildung 8: Änderung der spezifischen Massenzunahme in Abhängigkeit vom Basiskohlenstoffgehalt und dem Chromgehalt einer Legierung: 1050°C, 360l/(m²/h), Acetylen, 5mbar [16].

Eine kurze Zusammenfassung der Kriterien zur Beurteilung des Einflusses von Legierungselementen auf das Aufkohlen und Härten von Stählen zeigt Abbildung 9. Dabei sind die betrachteten Elemente nach steigender Ordnungszahl im Periodensystem angeordnet [13]. Dieser Vergleich hinsichtlich der Wirkung der verschiedenen Legierungselemente auf Randkohlenstoffgehalt, Kohlenstoffeindringtiefe, Einsatzhärtungstiefe, Gefügeausbildung und

Überhitzungsempfindlichkeit beruht auf Versuchsergebnissen, die *Houdremont* und *Schrader* [14] beim Einsetzen von verschiedenen Stählen in Holzkohle-Bariumkarbonat-Pulver gewonnen hatten.

Atomschale	3p				3d							4d	5d
Element	Al	Si	P	S	Ti	V	Cr	Mn	Co	Ni	Cu	Mo	W
Ordnungszahl	13	14	15	16	22	23	24	25	27	28	29	42	74
Kriterien													
Randkohlenstoffgehalt	↓	↓↓	↓	↓	↑↑	↑	↑↑	↔	↓	↓	↓	↑↑	↑
Korngröße	↑↑	↓	↔	↓	↓↓	↓↓	↑↑	↓	↓	↓	↓	↓↓	↓↓
Randcarbide, Zementitnetz					•		•		•		•	•	•
Graphitbildung, Fe ₃ C-Zerfall	•	•								•			
Kohlenstoffeindringtiefe	↓	↓↓	↓	↔	↓	↓	↓	↔	↔	↓	↓	↔	↓
Einsatzhärtungstiefe	↓	↓	↔	↔	↓	↓	↑	↑	↓↓	↑	↑	↑	↑

↓↓; ↑↑ ... erhebliche Erniedrigung, Steigerung; ↓; ↑ ... Erniedrigung, Erhöhung
↔ ... keine Wirkung nachgewiesen; •... stark fördernd, • ... fördernd

Abbildung 9: Einfluss von Legierungselementen auf die Kriterien der Einsatz-Härtbarkeit beim Aufkohlen und Härten von Stählen [13].

Alle sonderkarbidbildenden Legierungselemente wie Chrom, Molybdän, Wolfram, Vanadin und Titan verursachen, wie die Versuche von *Houdremont* und *Schrader* [14] zeigten, eine Erhöhung des Randkohlenstoffgehalts, dagegen Zusätze von Silizium, Aluminium, Nickel, Kobalt und Kupfer sowie Verunreinigungen durch Phosphor und Schwefel eine Verringerung. Als Randkohlenstoffgehalt wurde der in den Randzonen ermittelte höchste Kohlenstoffgehalt bezeichnet, da hierdurch angegeben wird, welche Anreicherung an Kohlenstoff bei der Aufkohlung im besten Fall erreicht werden kann. Die am äußersten Rand vorhandenen etwas niedrigeren Werte, die durch eine Entkohlung zu erklären sind, wurden außer Acht gelassen.

Die Kohlenstoffeindringtiefe wird bei der Mehrzahl der untersuchten Legierungselemente herabgesetzt. Silizium behindert das Vordringen des Kohlenstoffs in stärkstem Maße, während bei den übrigen Elementen wie Mangan, Kobalt und Molybdän überhaupt kein nennenswerter Einfluss, bei Aluminium, Phosphor, Titan, Vanadium, Chrom, Nickel, Kupfer und Wolfram nur eine geringfügige Verminderung der Eindringtiefe vorliegt. Eine geringfügige Abnahme oder das Gleichbleiben der Kohlenstoffeindringtiefe bei karbidbildenden Legierungselementen, wie bei Chrom, Molybdän und Wolfram kann dadurch erklärt werden, dass die Karbidbildung auf den oberflächennahen Bereich beschränkt ist, wo genügend Kohlenstoff für eine Karbidbildung zur Verfügung steht. Das Diffusionsvermögen des Kohlenstoffs in tieferen Bereichen der Randschicht wird durch Wechselwirkung des Kohlenstoffs mit den gelösten karbidbildenden Elementen gebremst. Im Gegensatz dazu liegt beispielsweise Silizium im Stahl in gelöster Form vor und beeinträchtigt damit das Diffusionsvermögen des Kohlenstoffs sowohl am Rand als auch im Kern der Probe gleichermaßen. Zusätzlich stellt sich bei Siliziumstählen aufgrund der aktivitätserhöhenden Wirkung des Siliziums ein niedriger Randkohlenstoffgehalt ein. Als Folge des kleineren Konzentrationsgefälles zwischen Rand und Kern und des eingeschränkten Diffusionsvermögens durch gelöste Siliziumatome werden bei Siliziumstählen in der Regel deutlich geringere Kohlenstoffeindringtiefen erreicht.

Kornverfeinernd bei Zementationsüberhitzung wirken Zusätze von Silizium, Schwefel, Mangan, Kobalt, Nickel und Kupfer. Besonders stark ist die Kornverfeinerung bei einigen karbidbildenden Elementen, wie bei Titan, Vanadin, Molybdän und Wolfram infolge einer Behinderung des Kornwachstums und der Keimwirkung durch Karbidausscheidungen. Während sich Stähle mit erhöhtem Phosphorgehalt ähnlich verhalten wie die unlegierten Stähle, verursacht ein Aluminium- oder Chromgehalt eine starke Kornvergrößerung [14]. Aluminium liegt im Stahl entweder im gelösten Zustand oder bei Anwesenheit von Stickstoff beziehungsweise Sauerstoff in Form von groben Nitriden beziehungsweise Oxiden vor. In beiden Fällen ist keine korngrenzenbremsende Wirkung zu erwarten. Bei Chrom hingegen übt die Höhe des Legierungsgehalts einen entscheidenden Einfluss

auf das Kornwachstum aus. Da Chrom ein schwacher Karbidbildner ist, wird erst bei genügend hohen Chromgehalten (mindestens 1,5 Mass.-% Chrom) eine Behinderung des Kornwachstums durch Karbidausscheidungen erzielt.

In der Gefügeausbildung fällt speziell bei Titan-, Chrom-, Molybdän- und Wolframstählen, entsprechend ihrer Neigung zur Bildung beständiger Sonderkarbide und den erhöhten Randkohlenstoffgehalten, eine Anhäufung von Randkarbiden auf, während bei Aluminium-, Silizium- und Nickelstählen eine Zementitzersetzung unter Graphitabscheidung zu beobachten ist [14].

In der Einsatzhärtungstiefe kommt neben dem Einfluss der Legierungselemente auf die Kohlenstoffeindringtiefe auch deren Einfluss auf die Härtebarkeit zum Ausdruck. Aus diesem Grund wird vielfach, so bei den Chrom, Mangan, Nickel, Kupfer, Molybdän und Wolfram enthaltenden Stählen (bei dem letztgenannten Wolfram nur für einen hohen Gehalt von über fünf Prozent), trotz Verringerung der Kohlenstoffeindringtiefe als Folge des Entzugs von Härtungskohlenstoff durch Abbindung zu stabilen Karbiden eine Erhöhung der Einsatzhärtungstiefe erreicht. Beeinträchtigend bis zum vollkommenen Fehlen einer Härteschicht bei einem Legierungsgehalt von sechs Prozent wirkt der Kobaltzusatz. Die Legierungselemente Aluminium, Silizium, Titan und Vanadium führen im Allgemeinen zu einer Herabsetzung sowohl der Kohlenstoffeindringtiefe als auch der Einsatzhärtungstiefe [14].

3.3.6 Simulation von Aufkohlungsvorgängen

Bei der Niederdruckaufkohlung kann der Aufkohlvorgang durch geeignete Diffusionsrechenprogramme simuliert werden. Die Simulation erlaubt die Auswahl und Einstellung optimaler Prozessparameter und basiert auf folgenden vier Annahmen [18, 19]:

- Kontinuierliche Begasung der Werkstückoberfläche während der Kohlunugszyklen
- Konstante Zusammensetzung der Gasatmosphäre während eines Kohlunugszyklus
- Freisetzung von Kohlenstoffatomen als Ergebnis von Pyrolysureaktionen an der Werkstückoberfläche
- Eindiffusion von Kohlenstoff gemäß den Fickschen Gesetzen

Trotz kontinuierlicher Verbesserungen im Bereich der mathematischen Modellierung können Abweichungen zwischen gemessenen und simulierten Kohlenstofftiefenverläufen auftreten. Die Ursachen für eventuelle Unterschiede in den Ergebnissen von Simulation und Messung können vielfältig sein, da es sich bei der Aufkohlung in einer Gasatmosphäre um einen sehr komplexen, thermochemisch inversen Prozess handelt, bei dem der Stoffumsatz in folgenden Teilschritten erfolgt [1, 20, 21]:

1. Chemische Reaktionen in der homogenen Gasphase
2. Stofftransport in der Gasphase durch Konvektion und Diffusion
3. Diffusion durch die Strömungsgrenzschicht⁴ an der Stahloberfläche
4. Phasengrenzflächenreaktion an der Stahloberfläche mit Adsorption und Desorption
5. Kohlenstoffübertragung durch die Phasengrenze Gas – Festkörper
6. Kohlenstofftransport durch die Deckschicht⁵
7. Diffusion des Kohlenstoffs im Stahl
8. Chemische Reaktionen des Kohlenstoffs im Stahl

Die Reaktionen in der Gasatmosphäre und an der Oberfläche werden von der Zusammensetzung des Gasgemisches bestimmt. Der Stofftransport in der Atmosphäre sowie die Diffusion der Reaktionsprodukte durch die Strömungsgrenzschicht zum Stahl erfolgen abhängig vom Druckunterschied im Gas

⁴ Grenzt ein ruhender Festkörper an ein bewegtes umgebendes Wirkmedium, dann bildet sich in diesem Fluid eine Strömungsgrenzschicht aus.

⁵ Bei der konventionellen Gasaufkohlung können Verzunderung und Randoxidation zur Ausbildung von Deckschichten führen, die den Kohlenstoffmassenstrom behindern würden.

und an der Oberfläche. Der Transport im Gasgemisch wird durch Transportkoeffizienten und -gleichungen beschrieben. Da diese Teilschritte (Nummer 2, 3) nicht geschwindigkeitsbestimmend sind, spielen sie deshalb im Modell des Gesamtprozesses nur eine untergeordnete Rolle [1, 20].

Die Teilschritte drei bis fünf kennzeichnen gemeinsam den Kohlenstoffübergang. Bei den chemischen Reaktionen des Kohlenstoffs im Stahl, die gleichzeitig mit der Diffusion ablaufen können, sind die Ausscheidung (Überkohlung) beziehungsweise Auflösung von Karbiden gemeint [1]. Die Simulation berücksichtigt nämlich nicht das Auftreten von Kohlenstoffablagerungen an der Werkstückoberfläche in Folge einer Überschreitung des maximalen Kohlenstofflösungsvermögens im Austenit durch zu lange Kohlunzyklen. Insbesondere bei legierten Stählen kommt es im Zuge einer Aufkohlung bevorzugt zur Bildung von Karbidausscheidungen und somit in weiterer Folge zu einer Behinderung der Eindiffusion des atomaren Kohlenstoffs. Auch dieser Umstand geht in die Berechnungen nicht ein [18].

Meistens bestimmen die Teilschritte vier und sechs, gegebenenfalls zusammen mit Nummer sieben, gekoppelt die Geschwindigkeit des Gesamtprozesses [1]. Während die Diffusion des Kohlenstoffs in das Metall durch die entsprechenden Diffusionskoeffizienten und Diffusionsgleichungen beschrieben wird, kann der Ablauf von chemischen Oberflächenreaktionen durch Geschwindigkeitskonstanten und durch Geschwindigkeitsgleichungen beschrieben werden, die die Abhängigkeit der Reaktionsgeschwindigkeit von den Partialdrücken der Gase und der Aktivität oder der Konzentration des Kohlenstoffs angeben. Die Geschwindigkeitskonstante k einer Reaktion ist nach der Arrhenius-Gleichung

$$k = A * \exp(-E_a / RT) \quad (11)$$

von der Temperatur abhängig. Dabei stellt E_a die Aktivierungsenergie der Reaktion und R die allgemeine Gaskonstante dar. A wird als präexponentieller Faktor oder Frequenzfaktor bezeichnet. Die Geschwindigkeit der meisten Reaktionen nimmt demnach mit steigender Temperatur zu [20]. Die Arrhenius-Gleichung behält ihre Form von Gleichung (11) solange bei, solange die exponentielle

Temperaturabhängigkeit über die Temperaturabhängigkeit des präexponentiellen Faktors dominiert [44].

Aus den Geschwindigkeitsgleichungen, der Kinetik, können Schlüsse auf den atomistischen Ablauf und den Mechanismus von heterogenen Reaktionen in der Gasphase beim Aufkohlvorgang gezogen werden. Grundsätzlich übt die Kinetik der Oberflächenreaktionen (Kohlenstoffübertritt) einen geringeren Einfluss auf den Zeitablauf der Aufkohlung aus als die Diffusion. Nur bei kurzen Aufkohlungszeiten (typisch für die Niederdruckaufkohlung) ist die chemische Oberflächenreaktion entscheidend für den gesamten Prozessablauf [1,20].

In Abbildung 10 sind die einzelnen Teilvorgänge, die bei der Aufkohlung eines Stahls in einem $\text{CH}_4\text{-H}_2$ -Gemisch an der Metalloberfläche ablaufen, schematisch dargestellt. Die angegebene Vielzahl von Teilschritten macht deutlich, dass es sehr schwierig ist, daraus den für die Gesamtreaktionsgeschwindigkeit verantwortlichen langsamsten Teilschritt zu bestimmen [20, 21].

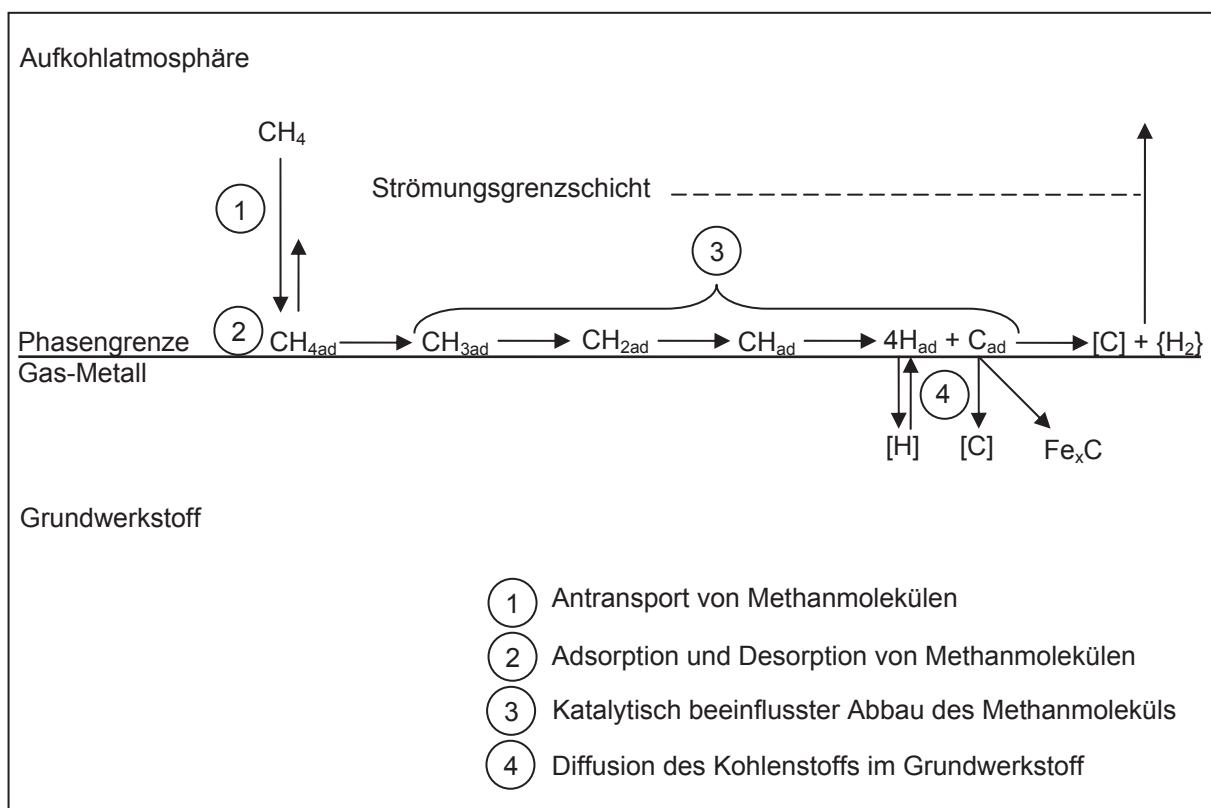


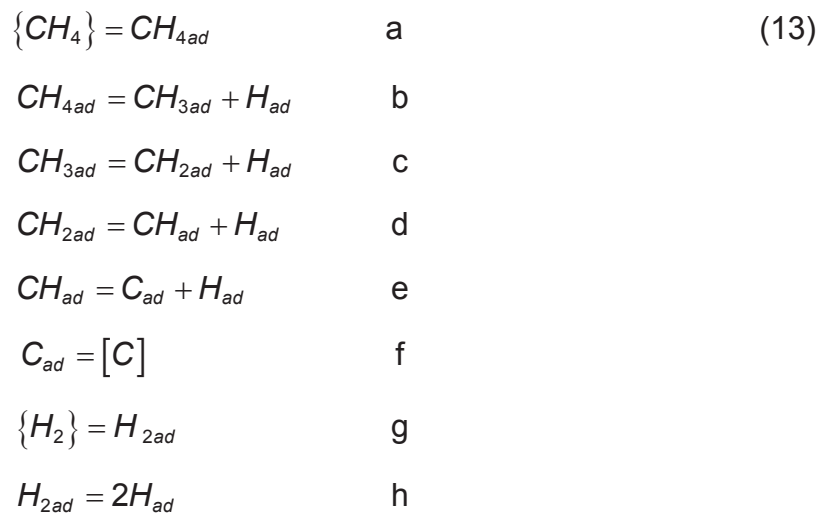
Abbildung 10: Schematische Darstellung der einzelnen Teilvorgänge bei der Gasaufkohlung von Eisen in einem $\text{CH}_4\text{-H}_2$ -Gemisch [20,21].

Im speziellen Fall der Aufkohlung von Eisen in einem CH₄-H₂-Gemisch ist nicht die Diffusion, sondern die chemische Oberflächenreaktion bestimmend für den gesamten Prozessablauf. Die chemische Oberflächenreaktion setzt sich in diesem konkreten Beispiel aus mehreren Teilschritten zusammen, die im Folgenden nun formelmäßig dargestellt werden.

Bei der langsamen Aufkohlung von Eisen in einem CH₄-H₂-Gemisch zerfällt Methan gemäß der Reaktionsgleichung



in Kohlenstoff und Wasserstoff. Dabei erfolgt die Abspaltung der H-Atome vom CH₄ schrittweise, und zwar in folgender Reaktionsfolge [20]:



Die Reaktionsfolge umfasst demnach Adsorptions-Desorptionsvorgänge, wie die Schritte a, f und g, und Dissoziations-Rekombinationsschritte, wie die Reaktionen b bis e sowie h. Neben Adsorption und Desorption der Moleküle müssen bei der Dehydrierung der Kohlenstoffatome noch der Ein- und Austritt der Atome durch die Metalloberfläche und Reaktionen von adsorbierten Molekülen und Radikalen berücksichtigt werden [20].

Bei der Adsorption und Desorption von CH₄ und H₂ handelt es sich um eine physikalische Adsorption des Moleküls, das nach einem Stoß aus der Gasphase kurz an der Oberfläche haftet und in Energieaustausch mit der Festkörperoberfläche tritt [20]. Die Geschwindigkeit, mit der eine Metalloberfläche von einem Adsorbat bedeckt wird, hängt davon ab, wie schnell das Substratmaterial die Energie eines auf die Oberfläche auftreffenden Teilchens in thermische Bewegung seines Gitters umwandeln kann. Wenn die Energie nicht schnell verteilt wird, dann wird das Teilchen während seiner Wanderung über die Metalloberfläche bald durch eine Schwingung der Atome in der Oberfläche in die Gasphase zurückgestoßen werden. In der Regel wird bei thermochemischen Prozessen wie der Aufkohlung oder Aufstickung von Eisen nur ein Bruchteil der auf die Metalloberfläche treffenden Teilchen adsorbiert, ein anderer Bruchteil wird elastisch reflektiert [20, 44]. Die Adsorptionsrate R_{ads} , also die Anzahl der Teilchen, die pro Zeit- und Flächeneinheit während des Aufkohlvorgangs in einer Gasatmosphäre an der Metalloberfläche adsorbiert werden, kann mit Hilfe von Gleichung 14 beschrieben werden [43]:

$$R_{ads} = \frac{f(\theta) * P}{\sqrt{2\pi mkT}} \exp(-E_{ads} / RT) \quad (14)$$

Dabei bedeuten:

R_{ads}	Adsorptionsrate [Moleküle m ⁻² s ⁻¹]
$f(\theta)$	Bedeckungsgrad [-]
P	Gasdruck [Nm ⁻²]
m	Masse eines Moleküls [kg]
k	Boltzmannkonstante [JK ⁻¹]
T	Temperatur [K]
E_{ads}	Aktivierungsenergie für die Adsorption [Jmol ⁻¹]
R	Gaskonstante [JK ⁻¹ mol ⁻¹]

Die Adsorptionsrate hängt demnach von wichtigen Einflussfaktoren wie dem Bedeckungsgrad, dem Gasdruck und der Aufkohlungstemperatur ab. Sie ist gemäß Gleichung (14) umso größer, je höher der Gasdruck und der Bedeckungsgrad sind beziehungsweise je geringer die Aufkohlungstemperatur ist. Der Bedeckungsgrad wird wiederum vom Gasdruck und von Desorptionsvorgängen an der Metalloberfläche beeinflusst. Er ist umso größer, je höher der Anteil der Stöße aus der Gasphase ist, die zu einer Adsorption der auftreffenden Teilchen führen, beziehungsweise je weniger adsorbierte Moleküle wieder desorbiert werden. Für die Haftzeiten der adsorbierten Gasmoleküle auf der Metalloberfläche wird dabei eine statistische Verteilung angenommen. Der Mittelwert τ heißt mittlere Verweilzeit und kann folgendermaßen berechnet werden [49]:

$$\tau = \tau_0 \exp \left\{ \frac{E_{des}}{RT} \right\} \quad (15)$$

Dabei bedeuten:

τ	Mittlere Verweilzeit [s]
τ_0	entspricht der Schwingungsdauer von Festkörperatomen [s]
E_{des}	Desorptionsenergie [Jmol^{-1}]
T	Temperatur des Adsorbanten [K]
R	Gaskonstante [$\text{JK}^{-1}\text{mol}^{-1}$]

τ_0 ist circa 10^{-13} s. Adsorptionsvorgänge sind exotherm, deshalb muss die gleiche Energie wieder zugeführt werden, um Adsorbat und Adsorbens wieder zu trennen (= Desorptionsenergie). Die Werte für die Desorptionsenergien liegen in der Größenordnung wie die Verdampfungswärmen der Adsorbatmoleküle. Die mittlere Verweilzeit der Adsorbatmoleküle auf dem Adsorbens nimmt gemäß Gleichung (15) mit zunehmender Temperatur des Adsorbanten exponentiell ab.

Unter der Voraussetzung, dass die Desorptionsrate R_{des} , also die Anzahl der Gasmoleküle, die pro Zeit und Flächeneinheit von der Metalloberfläche desorbiert

werden, proportional zu $1/\tau$ und zur adsorbierten Menge gesetzt werden darf, gilt folgender formelmäßiger Zusammenhang [49]:

$$R_{des} = \frac{\partial \tilde{n}}{\partial t} = \frac{\tilde{n}}{\tau} \quad (16)$$

Dabei bedeuten:

\tilde{n}	Oberflächendichte der Adsorbatmoleküle [m^{-2}]
R_{des}	Desorptionsrate [$\text{Moleküle m}^{-2} \text{s}^{-1}$]
τ	Mittlere Verweilzeit [s]

Die Anzahl einer Lage von Molekülen, die auf einer glatten Oberfläche Platz hat (Monoschicht oder Monolage), kann größenordnungsmäßig abgeschätzt werden. Bei einem Moleküldurchmesser von circa $1\text{\AA} = 10^{-10}\text{m}$ haben auf 1m^2 etwa 10^{20} Moleküle ($10^{10} \cdot 10^{10}$) Platz. Da die Moleküle größer als 1\AA sind, wird allgemein mit $10^{19}/\text{m}^2$ oder $10^{15}/\text{cm}^2$ gerechnet. Die oben angegebenen Formeln beruhen auf einer vereinfachten Modellvorstellung und sind nützlich für das grundsätzliche Verständnis von Ad- und Desorption. Normalerweise ist jedoch eine Metalloberfläche nicht nur von einer Monoschicht, sondern je nach Vorgeschichte von etlichen Adsorptionsschichten aus Gasen und Dämpfen bedeckt. Zusätzlich ist die Adsorptionsenergie auf einem Adsorbens nicht konstant. Deswegen sollte bei Verwendung dieser Formeln für Berechnungen eine kritische Betrachtung der Ergebnisse nicht unterbleiben [49].

3.4 Standardwerkstoffe und Werkstoffkandidaten für randzonenbehandelte Triebwerkslager

3.4.1. Standardwerkstoff M50Nil

Der M50Nil ist ein hochlegierter Einsatzstahl, der in den Achtziger Jahren des vergangenen Jahrhunderts entwickelt wurde und aufgrund seiner guten Festigkeits- und Zähigkeitseigenschaften bei erhöhten Temperaturen heute eine breite Anwendung als Lagerwerkstoff in der Flugzeugindustrie findet. Seine genaue chemische Zusammensetzung kann Tabelle 2 entnommen werden [25]:

Tabelle 2: Legierungszusammensetzung des M50Nil [Mass.-%] [25].

	C	Cr	Mo	V	Ni	Si	Mn	S	P
M50Nil	0,14	4,07	4,28	1,21	3,53	0,22	0,3	0,002	0,007

Der M50Nil weist im Vergleich zum konventionell durchgehärteten Wälzlagerstahl M50 neben einem geringeren Kohlenstoffgehalt einen erhöhten Nickelgehalt auf [25,26]. Aufgrund des niedrigen Chromgehalts ist aber keine Korrosionsträgheit des M50Nil gegeben [31].

Wälzlager in Flugtriebwerken stellen eine besonders anspruchsvolle Gruppe von Maschinenelementen dar. Die komplexen Beanspruchungsbedingungen erfordern hohe Überrollfestigkeiten, Verschleißbeständigkeit, Warmfestigkeit und Maßstabilität der einzelnen Lagerkomponenten. Antriebsaggregate neuerer Generationen zeichnen sich nun darüber hinaus durch deutlich gesteigerte Betriebsdrehzahlen aus, die zu zusätzlichen inneren Beanspruchungen im Lager aufgrund der nicht mehr vernachlässigbaren Fliehkräfte führen [25].

Mechanisches Versagen von Wälzlagern steht in ursächlichem Zusammenhang mit der Wirkung zyklischer Hertz'scher Beanspruchungen auf das Werkstoffgefüge. Bei höheren Betriebsdrehzahlen treten zusätzlich tangentielle Zugspannungen auf. Diese kombinierte Beanspruchung führt zu einer Verringerung der Ermüdungslebensdauer

und kann plötzliche Brüche von Lagerringen verursachen. Deshalb sind bei Stählen für Flugtriebwerkslager auch die bruchmechanischen Eigenschaften, wie zum Beispiel Bruchzähigkeit und Rissbildungsneigung, von größter Bedeutung [27]. Durch eine geeignete Randschichtbehandlung (Aufkohlen) der randschichthärtbaren Stähle (M50Nil) werden im Randbereich die für die Überrollung erforderliche Härte und Festigkeitseigenschaften eingestellt. Im nicht aufgekohlten Kern bleiben hingegen die guten Zähigkeitseigenschaften auch nach der Einsatzhärtung bestehen. Das hat den Vorteil, dass das Risswachstum der im Randbereich gebildeten Risse in den Kern gebremst wird. Beim M50Nil liegen die Bruchzähigkeitswerte bei $60 \text{ [MPa}\sqrt{\text{m}}]$ im Kern und $18 \text{ [MPa}\sqrt{\text{m}}]$ im Randbereich [45]. (Als Wert für die Bruchzähigkeit des M50Nil im Randbereich wurde die Bruchzähigkeit des durchgehärteten M50 herangezogen).

Die Ausbildung von Druckeigenstressungen an der Oberfläche kann auf den Temperaturgradienten zwischen Rand und Kern zurückgeführt werden, der sich bei einer Einsatzhärtung während des Abkühlvorgangs einstellt. Zusätzlich wird der Aufbau von Spannungen durch das unterschiedliche Umwandlungsverhalten in Randschicht und Kern beeinflusst. Dieser Umstand hängt mit dem unterschiedlichen Kohlenstoffgehalt in diesen beiden Bereichen zusammen. Infolge einer Aufkohlung ist der Kohlenstoffgehalt am Rand wesentlich höher und nimmt mit zunehmender Entfernung von der Oberfläche ab. Bei der anschließenden Abkühlung von der Austenitisierungstemperatur kommt es zur Phasenumwandlung von Austenit zu Martensit, die gleichzeitig auch mit einer Volumenausdehnung verbunden ist. Aufgrund des höheren Kohlenstoffgehalts setzt die Martensitbildung in der Randschicht erst bei tieferen Temperaturen ein als im Kern. Die Volumenausdehnung des Kerns wird damit für kurze Zeit durch die angrenzenden Randbereiche behindert. Dies führt zum Aufbau von Eigenstressungen [28].

Der M50Nil neigt, wie andere hochlegierte, warmfeste Einsatzstähle, beim Aufkohlen zur Bildung von Karbiden. Im Gegensatz zum konventionellen Wälzlagerstahl M50 weist der einsatzgehärtete Stahl M50Nil eine wesentlich feinere Karbidverteilung im Randschichtgefüge auf. Diese stellt neben der Kernzähigkeit und den vorteilhaften

Eigenspannungsverläufen eine weitere Ursache für die Lebensdauererlängerung bei Überrollversuchen mit M50NiL dar. Die Karbidbildung in der Randzone erfolgt bei einsatzgehärteten Werkstoffen durch Diffusion des Kohlenstoffs in den Stahl. Beim durchgehärteten Stahl M50 überwiegen dagegen relativ grobe Primärkarbide, die durch Erstarrung aus der Schmelze entstehen. [25, 28, 29, 30].

3.4.2 CSS-42L und Pyrowear 675

Der Einsatz von Flugzeugen in maritimer Umgebung führt durch die Einwirkung von Feuchtigkeit und erhöhten Chloridkonzentrationen zum Versagen der einzelnen Lagerkomponenten durch Korrosion. Speziell bei Stillstand des Triebwerks kommt es zum Abreißen des schützenden Ölfilms auf der Werkstoffoberfläche und in weiterer Folge zu einem verstärkten Korrosionsangriff. Triebwerkshersteller fordern deshalb die Entwicklung von neuen Wälzlagerwerkstoffen, die neben guten mechanischen Eigenschaften auch eine ausreichende Korrosionsträgheit besitzen [31].

Der CSS-42L und der Pyrowear 675 sind hochlegierte, aufkohlbare Stahlqualitäten, die hohe Oberflächenhärte und Verschleißbeständigkeit mit gleichzeitig ausreichender Korrosionsträgheit vereinen sollen. Ihre genaue chemische Zusammensetzung kann Tabelle 3 entnommen werden [32, 33]:

Tabelle 3: Legierungszusammensetzung des CSS-42L und des Pyrowear 675 [Mass.-%][32, 33].

	C	Si	Mn	Cr	V	Ni	Mo	Co	Nb
CSS-42L	0,13	0,15	0,16	13,80	0,60	2,10	4,70	12,50	0,04
Pyrowear 675	0,07	0,40	0,65	13,00	0,60	2,60	1,80	5,40	-

Der Einfluss der einzelnen Legierungselemente in den beiden Werkstoffen ist komplex und vielschichtig. Chrom, Molybdän und Vanadium sind allesamt starke Karbidbildner und sorgen für die notwendige Festigkeit, Warmhärte und Verschleißbeständigkeit der Stähle. Zur Vermeidung von Deltaferrit im Kern ist es erforderlich, Nickel hinzuzulegieren. Nickel ist neben Kobalt ein starker Austenitbildner und erhöht gleichzeitig die Bruchzähigkeit der Werkstoffe. Im

Gegensatz zu Kobalt bewirkt Nickel auch eine Herabsetzung der Martensitstarttemperatur und somit einen erhöhten Restaustenitanteil im martensitischen Gefüge. Eine entscheidende Rolle für die Korrosionsträgheit der beiden Werkstoffe spielt der hohe Chromgehalt von nahezu 14%. Im Zuge einer Aufkohlbearbeitung kommt es in der kohlenstoffreichen Randschicht verstärkt zur Abbindung des Chroms in Form von chromreichen Karbiden, wodurch die Korrosionsträgheit der beiden Stähle jedoch abnimmt [32, 33].

Die chemischen und mechanischen Eigenschaften von hochlegierten, aufkohlbaren Stahlqualitäten werden im großen Ausmaß von ihrer Wärmebehandlung beeinflusst. Eine besondere Schwierigkeit liegt in der Wahl der richtigen Aufkohlparameter. Dabei muss ein Kompromiss gefunden werden, um die gegenläufigen Forderungen nach hoher Oberflächenhärte und hohem Verschleißwiderstand auf der einen Seite beziehungsweise nach ausreichender Zähigkeit und Korrosionsträgheit auf der anderen Seite zu verbinden. In Tabelle 4 sind die Wärmebehandlungszyklen des CSS-42L und des Pyrowear 675 gegenübergestellt. Bei der konventionellen Gasaufkohlung des Pyrowear 675 bildet sich aufgrund der sauerstoffhaltigen Atmosphäre und des hohen Chromgehalts dieses Stahles eine dichte Cr_xO_y -Schicht auf der Werkstoffoberfläche aus, die die Eindiffusion des Kohlenstoffs stark behindert. Durch eine geeignete Wärmebehandlung an Luft (Voroxydation) vor dem eigentlichen Aufkohlungsprozess kann dieser Effekt vermieden werden. Die Voroxydation führt zur Bildung einer deutlich poröseren Oxidschicht, sodass der Kohlenstoffeintritt in das Material wesentlich erleichtert wird [32, 33].

Tabelle 4: Wärmebehandlungszyklen der beiden Wälzlagerstähle CSS-42L und Pyrowear 675 [32, 33].

CSS- 42L	Pyrowear 675
Vakuumaufkohlung	Konventionelle Gasaufkohlung
Aufkohlen bei 954°C (Zeit abhängig von Einhärtetiefe)	Voroxidieren bei 1038°C (1/2h) Abkühlen an Luft
Austenitisieren bei 1093°C-1121°C (45 min)	Aufkohlen bei 871°C (24h) Abschrecken in Öl
Abschrecken in Öl oder Gas auf 66°C Abkühlung auf Raumtemperatur	Weichglühen bei 649°C (12h) Abkühlen an Luft
Tiefkühlen bei -79°C (wenn nötig auch tiefer)	Normalglühen (1/2h) Abkühlen an Luft (2 Zyklen)
Anlassen bei 496°C (2h)	Austenitisieren bei 1038°C (15min) Abschrecken auf 204°C Abkühlen an Luft
Tiefkühlen (1h)	Tiefkühlen bei 73°C (1h) Aufwärmen an Luft
Anlassen bei 496°C (2h)	Anlassen bei 316°C (2 x 2h)

Nach der Wärmebehandlung des CSS-42L stellt sich ein sehr komplexes Werkstoffgefüge ein, wobei große Unterschiede in der Mikrostruktur zwischen Randzone und Kern auftreten. Die kohlenstoffreiche und gleichzeitig sehr harte Randschicht besteht aus einer martensitischen Matrix, in der fein verteilte, sphärische Karbide eingebettet sind. An diese Randschicht schließt eine weiche Zone an, die große Mengen an Restaustenit aufweist und daher eine deutlich geringere Härte besitzt. Das Kerngefüge besteht aus kohlenstoffarmem Martensit und verfügt über ausgezeichnete Zähigkeitseigenschaften. In Abbildung 11 sind der Härte-Tiefenverlauf und drei Gefügebilder des CSS-42L nach einer Aufkohl- und Wärmebehandlung dargestellt. Die Gefügausschnitte stammen aus verschiedenen

Abständen von der Oberfläche, wie im Diagramm ersichtlich ist. Die Anlasstemperatur war 500°C [32].

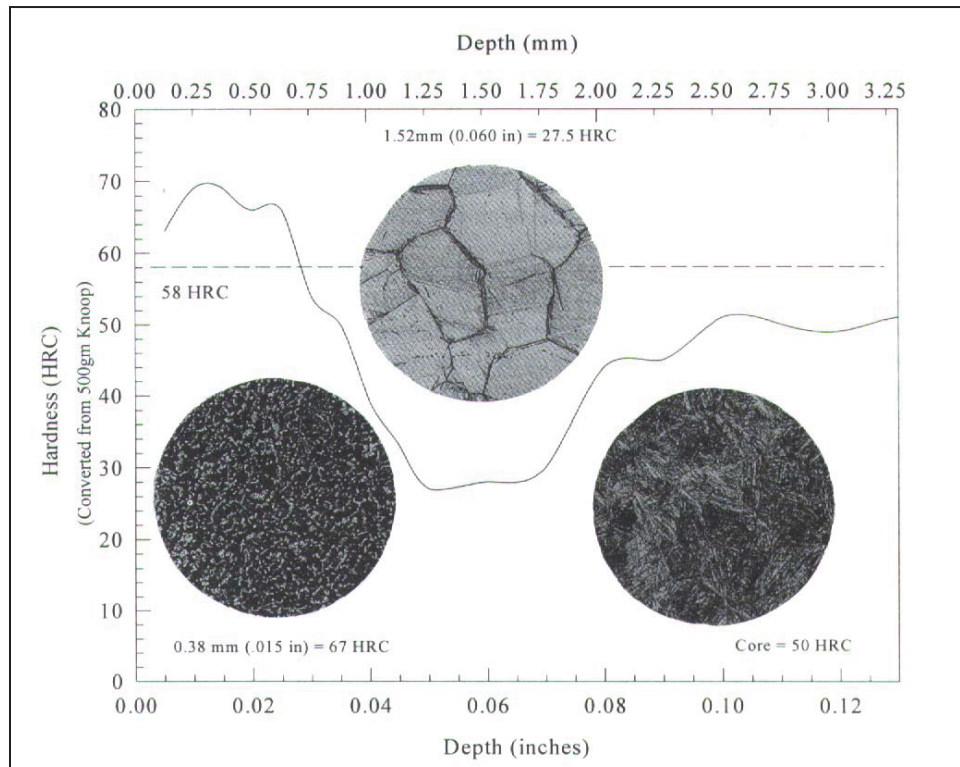


Abbildung 11: Härte-Tiefenverlauf und Gefüge des CSS-42L nach Aufkohlung und Wärmebehandlung [32].

Die Wahl der Anlasstemperatur übt einen großen Einfluss auf das Korrosionsverhalten des CSS-42L und des Pyrowear 675 aus. Durch das Anlassen kommt es zur Ausscheidung von chromreichen Sekundärhärtekarbiden und in weiterer Folge zu einer Verringerung der Korrosionsträgheit der beiden Werkstoffe. Im Rahmen der Diplomarbeit von *Paulitsch* [34] wurde untersucht, ob bei beiden Stahlqualitäten durch Anlassen bei Temperaturen unterhalb des Sekundärhärtemaximums verbesserte Korrosionseigenschaften mit gleich bleibenden mechanischen und tribologischen Eigenschaften erzielt werden können. Die Ergebnisse der Arbeit zeigen, dass weder der CSS-42L noch der Pyrowear 675 im vorliegenden Zustand als wirklich korrosionsträger Lagerwerkstoff für einen Einsatz in Flugzeugtriebwerken in Frage kommt. Der CSS-42L scheidet, unabhängig von der Wahl der Anlasstemperatur, aufgrund des hohen Restaustenitanteils in einer

Tiefe von 0,55-1,5mm und den daraus resultierenden Zugeigenspannungen aus. Der Pyrowear 675 zeigt bei Anlasstemperaturen oberhalb des Sekundärhärtemaximums keine ausreichende Korrosionsträgheit und weist bei Anlasstemperaturen unterhalb des Sekundärhärtemaximums zu geringe Einhärtetiefen auf. Zum Erreichen der gewünschten Eigenschaftskombinationen ist es somit in Zukunft erforderlich, eine gemeinsame Optimierung von Material und Aufkohlprozess durchzuführen [34].

3.4.3 C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil

Im Zuge des Projektes WPD 3 wurden am MCL Leoben neue, korrosionsträge, randschichthärtbare Lagerwerkstoffe entwickelt, die ein optimiertes Aufkohlungsverhalten aufweisen sollen. Die chemische Zusammensetzung der drei Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil kann Tabelle 5 entnommen werden:

Tabelle 5: Chemische Zusammensetzung der Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil [Mass.-%][41].

	C	Cr	Mo	V	Ni	Si	Mn
C4+Nil	0,23	9,95	1,97	1,97	3,51	0,11	0,20
C5+Nil	0,30	11,98	2,00	1,96	3,56	0,15	0,20
C6+Nil	0,30	10,20	2,00	3,00	3,60	0,10	0,20

Als Basis für die Legierungsentwicklung des C4+Nil wurden thermodynamische Simulationen des Aufkohlvorgangs an den bereits bestehenden Stahlqualitäten CSS-42L und Pyrowear 675 mit Hilfe des Softwarepakets Dictra durchgeführt. Neben den Kohlenstofftiefenprofilen wurden gleichzeitig auch die Phasentiefenprofile der beiden, bereits am Markt zur Verfügung stehenden Werkstoffe ermittelt. Durch wiederholten Vergleich der Simulationsergebnisse mit den experimentell ermittelten Daten konnte eine Anpassung der Simulation an die realen Aufkohlungsverhältnisse über die Veränderung der Kohlenstoffaktivität erreicht werden. Bei der Simulation mit Dictra kann über die Kohlenstoffaktivität die Höhe des ausgegebenen Randkohlenstoffgehalts eingestellt werden [41].

Die Ausgangszusammensetzung für die Berechnung des C4+Nil war die des so genannten C4+, welche Tabelle 6 entnommen werden kann [41]:

Tabelle 6: Chemische Zusammensetzung der durchhärtbaren, korrosionsträgen Stahlqualität C4+ [Mass.-%] [41].

	C	Cr	Mo	V
C4+	0,85	10	3	2,5

Zur Vermeidung von Deltaferrit im Kern war es erforderlich, beim C4+Nil Nickel mit 3,5 Mass.-% hinzuzulegieren. Weiters wurde der Elementgehalt der karbidbildenden Elemente gegenüber dem C4+ reduziert. Im Vergleich zu den beiden Werkstoffen CSS-42L und Pyrowear 675 war beim C4+Nil ein höherer Kohlenstoffgehalt im Kern anzustreben, um den ferritstabilisierenden Elementen Chrom, Molybdän und Vanadin entgegenzuwirken.

In Abbildung 12 ist ein Kohlenstofftiefenprofil des C4+Nil dargestellt, das für eine Diffusionstemperatur von 900°C und eine Diffusionszeit von 30 h berechnet wurde. Als Wert für die Kohlenstoffaktivität wurde 0,13 eingesetzt.

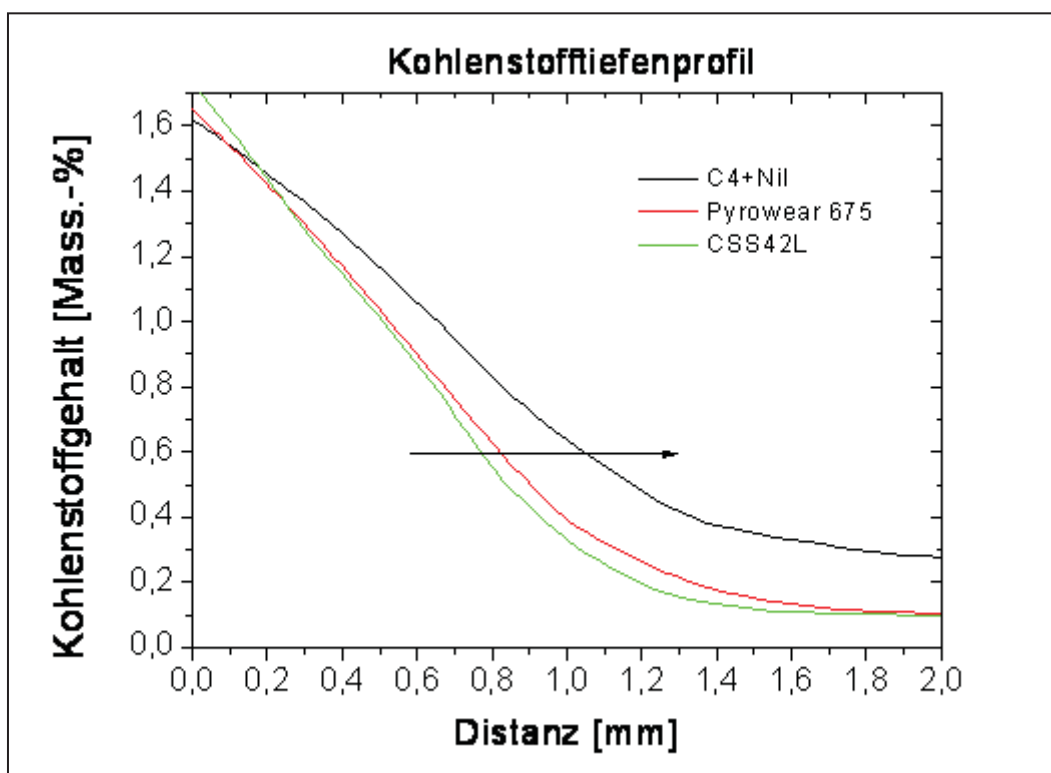


Abbildung 12: Mittels Dictra ermittelte Kohlenstofftiefenprofile der randschichthärtbaren Stahlqualitäten C4+Nil, CSS-42L und Pyrowear 675 [41].

Für die Werkstoffe Pyrowear 675, CSS-42L und C4+Nil wurden mit diesen Randbedingungen die jeweiligen Kohlenstofftiefenprofile ermittelt. Durch Vergleich der drei Kurven wird ersichtlich, dass beim C4+Nil bei gleich gewählten Aufkohlparametern eine größere Aufkohlungstiefe erzielt werden kann [41].

Der C5+Nil stellt eine abgewandelte Variante des C4+Nil dar, bei dem der Chromgehalt auf 12 Mass.-% erhöht wurde. Damit soll der Einfluss des Chroms in der Werkstoffmatrix auf das Aufkohlverhalten abgeschätzt werden können. Um das Auftreten von Deltaferrit im Kerngefüge zu vermeiden, wurde gleichzeitig der Ausgangskohlenstoffgehalt im Werkstoff erhöht.

Mit der Versuchslegierung C6+Nil wurde dagegen versucht, den Einfluss einer Erhöhung des MC Primärkarbidanteils auf das Aufkohlungsverhalten abzuschätzen. Zu diesem Zwecke wurden im Vergleich zum C4+Nil der Vanadengehalt und der Kohlenstoffgehalt erhöht [41].

4. Untersuchungsmethoden

4.1 Simulation

Die richtige Wahl der Aufkohlparameter hat einen großen Einfluss auf die Eigenschaften der Randschicht und ist daher von großer Bedeutung für die Einsetzbarkeit des Werkstoffs. Bei der Niederdruckaufkohlung wird der Aufkohlvorgang üblicherweise im Voraus durch Diffusionsrechenprogramme simuliert, um optimale Prozessparameter einzustellen, um in weiterer Folge ein zufrieden stellendes Aufkohlergebnis zu erzielen.

Bei konventionellen Ofensimulationsprogrammen wird gewöhnlich der Diffusionskoeffizient D_γ von Kohlenstoff in austenitischem Reineisen (binäres System Fe-C) zur Berechnung von Kohlenstofftiefenprofilen auch in niedriglegierten Einsatzstählen herangezogen. In der Literatur sind zahlreiche Angaben zu D_γ verfügbar, die sich aber teilweise stark voneinander unterscheiden. Die bedeutsame Frage, inwieweit Legierungselemente selbst in geringer Konzentration um 1 Mass.-% neben der Aktivität auch den Diffusionskoeffizienten von Kohlenstoff in Austenit beeinflussen, ist unter Fachleuten seit über einem halben Jahrhundert umstritten. Etliche Autoren bezweifeln eine solche Wirkung und sprechen sich dafür aus, die Tiefenprofilvorhersage und Prozessregelung der Aufkohlung auf Basis der an reinem Eisen, das heißt im binären System Fe-C, gewonnenen Werte durchzuführen. Andererseits sind jedoch ebenso zahlreiche Arbeiten verfügbar, die diesen Einfluss hervorheben und entsprechende Tendenzen oder sogar Formeln publizieren [1]. Unter international renommierten Stahlexperten vertritt vor allem *Eckstein* [21] die Auffassung, dass Legierungselemente X_i auch in kleinen Konzentrationen c_{X_i} um und unter 1 Mass.-% den Diffusionskoeffizienten von Kohlenstoff in der Austenitphase merklich verändern [1,21]:

$$D_\gamma(c_C, c_{X_i}, T) = D_0(c_C, c_{X_i}) * \exp\left(-\frac{\Delta E_D(c_C, c_{X_i})}{R * T}\right) \quad (17)$$

Die Abhängigkeiten beziehen sich also auf den Frequenzfaktor D_0 und die Aktivierungsenergie ΔE_D :

$$D_0 = 0,039925 + 0,3738c_C + 0,01618c_{Ni} + 0,014c_{Mn} + 0,095c_{Cr} + 1,026c_{Mo} + 0,0444c_{Si} \quad (18)$$

$$\Delta E_D = 153512,92 - 37102,34c_C - 368,43c_{Ni} + 1046,67c_{Mn} + 12350,70c_{Cr} + 11396,14c_{Mo} + 1699,79c_{Si} \quad (19)$$

Die Konzentrationen c_C und c_{xi} von Kohlenstoff beziehungsweise den angegebenen Legierungselementen sind in Mass.-% einzusetzen. Mit R und T werden die allgemeine Gaskonstante und die Temperatur bezeichnet.

Aus einer Arbeit von *Hajduga* und *Kucera* [39] stammt Abbildung 13, die speziell den Einfluss des Legierungselementes Chrom auf den Diffusionskoeffizienten von Kohlenstoff in Austenit D_γ bei einer Temperatur von 900°C genauer zeigt. Demnach führt die angenommene, für entsprechende niedriglegierte Einsatzstähle typische Zugabe von 1,5 Mass.-% Chrom zu einer Senkung des Diffusionskoeffizienten um etwa 30% [1, 39].

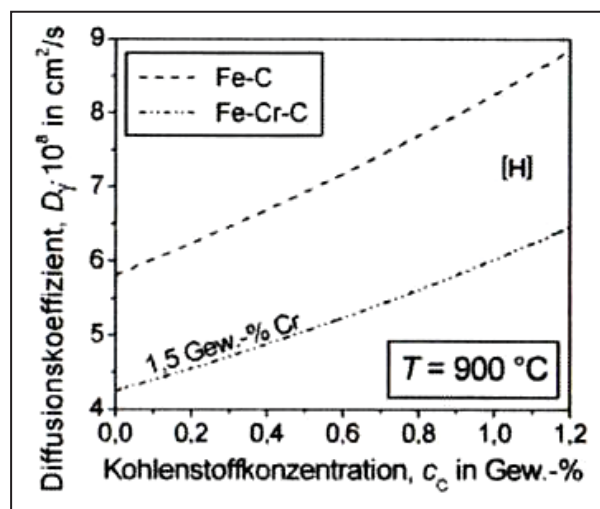


Abbildung 13: Einfluss von Chrom auf den Diffusionskoeffizienten D_γ [1, 39].

Die drei Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil weisen einen relativ hohen Legierungsgehalt an Chrom, Molybdän und Vanadium auf. Ihre genaue chemische Zusammensetzung kann Tabelle 5 entnommen werden. Im Zuge der Aufkohlung bilden diese Elemente Sonderkarbide, die die Eindiffusion des Kohlenstoffs in den Stahl verringern. Somit ist bei diesen drei Werkstoffen ein Einfluss der Legierungszusätze auf das Diffusionsvermögen des Kohlenstoffs in der Austenitphase zu erwarten. Bei dem verfügbaren, konventionellen Ofensimulationsprogramm wird die Wirkung von Legierungselementen auf die Diffusion des Kohlenstoffs in Form einer Sonderkarbidbildung nicht berücksichtigt. Die Legierungsgrenzen für eine Simulation mit der konventionellen Ofensoftware liegen für Kohlenstoff bei 0,3 Mass.-% und für die karbidbildenden Elemente Chrom, Molybdän und Vanadium bei 2,15 Mass.-% für Chrom, 0,45 Mass.-% für Molybdän und 0,10 Mass.-% für Vanadium. Da sowohl der Chrom-, als auch der Molybdän- und Vanadiumgehalt des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil deutlich über diesen Grenzwerten liegen, sind keine realistischen Berechnungen für diese drei Legierungen mit der konventionellen Ofensoftware möglich. Aus diesem Grund ist bei hochlegierten Einsatzstählen eine Simulation mittels Dictra erforderlich, um geeignete Prozessparameter für die Niederdruckaufkohlung zu definieren.

Dictra ist ein Softwarepaket, das unter anderem für die Simulation von Aufkohlungsvorgängen konzipiert wurde. Das Programm ermöglicht die numerische Lösung von Diffusionsgleichungen für Mehrkomponentensysteme auf Basis der Fickschen Gesetze. Die Berechnung der Phasenausscheidungen erfolgt über thermodynamische Gleichgewichtsberechnungen [40]. Im Fall einer Aufkohlung der drei Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil kann der Simulation jenes Modell zugrunde gelegt werden, das in Abbildung 14 schematisch dargestellt ist. Darin wird an der linken Grenzfläche des Systems ein Kohlenstoffdepot mit einer gewissen Aktivität der Kohlenstoffatome angenommen. Dieser Kohlenstoff diffundiert in den Austenit ein und bildet mit den in der Stahlmatrix vorhandenen Karbidbildnern Chrom, Molybdän und Vanadium Karbide [41].

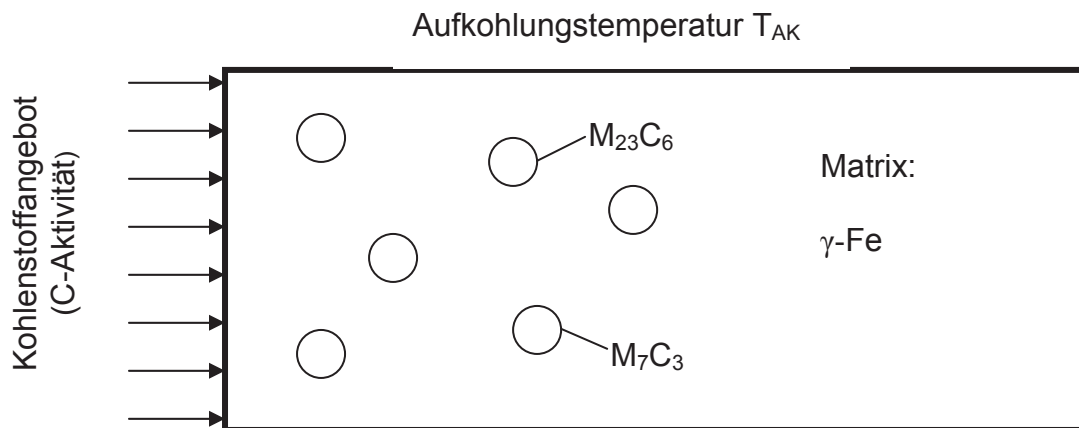


Abbildung 14: Der Simulation zugrunde gelegtes Modell bei der Aufkohlung der drei Versuchslegierungen C4+Ni, C5+Ni und C6+Ni [41].

Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurden vor Beginn eines jeden Aufkohlungsvorgangs zunächst thermodynamische Simulationen mittels Dictra durchgeführt, um geeignete Aufkohlparameter für eine anschließende Niederdruckaufkohlung der drei Versuchslegierungen C4+Ni, C5+Ni und C6+Ni im Vakuumofen festzulegen. Als Simulationswerkzeuge wurden Dictra, Version 23 und Thermocalc, Version Q eingesetzt. Die verwendeten Datenbanken waren TCFE 3 (Dictra und Thermocalc) und die Mobilitätsdatenbank Mob2 (Dictra). Neben den Kohlenstofftiefenprofilen wurden gleichzeitig die Phasentiefenprofile der drei Versuchslegierungen C4+Ni, C5+Ni und C6+Ni für jeden einzelnen Kohlungs- und Diffusionsschritt bei Aufkohlungstemperaturen von 900°C – 1150° ermittelt. Die Berechnung der Kohlenstofftiefenprofile erlaubt eine Abschätzung des Randkohlenstoffgehalts und der Einhärtetiefe, die sich im Zuge einer Aufkohlung nach den gewählten Prozessparametern im Werkstoff einstellen. Dagegen ermöglicht die Bestimmung der Phasentiefenprofile eine grobe Abschätzung der Karbidmengen sowie eine Identifikation der auftretenden Karbidtypen. Als Startwert wurde die Kohlenstoffaktivität für alle Simulationsrechnungen auf den Wert eins gesetzt. Durch wiederholten Vergleich der Simulationsergebnisse mit den experimentell ermittelten Daten aus den GDOES-Messungen konnte eine Anpassung der Simulation an die realen Verhältnisse im Werkstoff über die Veränderung der Kohlenstoffaktivität erreicht werden.

4.2 Aufkohlung

Die Niederdruckaufkohlung der zylindrischen Proben fand bei Prozesstemperaturen von 1000°C, 1050°C und 1100°C und Drücken von 5 mbar beziehungsweise 7 mbar in einem horizontalen Einkammervakuumofen der Firma Systherms vom Typ VWC 446-15 am MCL Leoben statt [35]. Als Kohlenstoffspendermedium fungierte ein Gasgemisch aus Acetylen, Ethen und Wasserstoff. Bei der Niederdruckaufkohlung wird nach jeder Kohlungsperiode das Prozessgas aus dem Ofenraum abgepumpt und eine Diffusionsperiode angeschlossen, in der der Kohlenstoff in das Material eindiffundieren kann. Die Prozesssteuerung erfolgte über ein variables Puls-Pause-Verhältnis, das heißt, dass nach jedem Kohlungspuls die anschließende Diffusionsdauer verlängert wird, um eine Russabscheidung auf der Probenoberfläche zu vermeiden. Die Dauer der Kohlungs- und Diffusionszeiten wurde mittels Simulationsrechnung ermittelt. In Abbildung 15 ist der horizontale Einkammervakuumofen samt dazugehörigem Schema der Prozessführung mit einem variablen Puls-Pause-Verhältnis dargestellt [10, 35]:

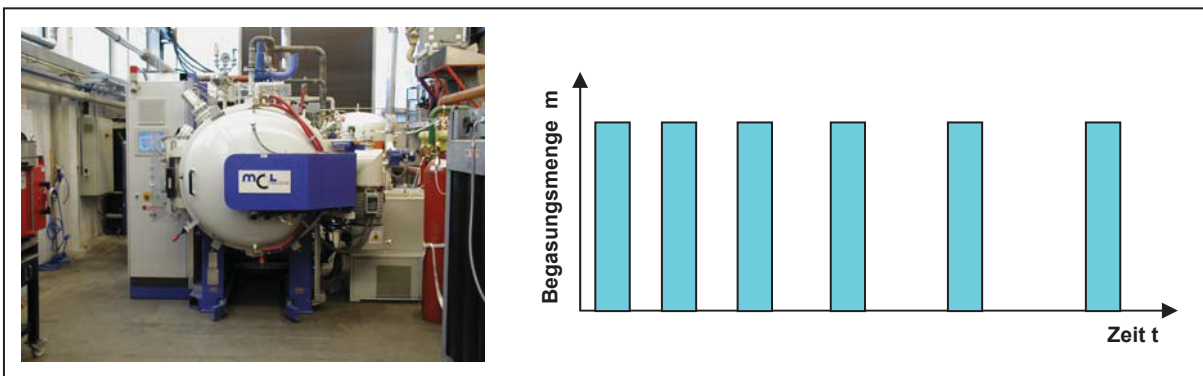


Abbildung 15: Horizontaler Einkammervakuumofen samt dazugehörigem Schema der Prozessführung mit einem variablen Puls-Pause-Verhältnis [10, 35].

Bei allen Aufkohlversuchen wurde im Ofen eine Stange mit 80 mm Durchmesser und 1m Länge als Blindmaterial zur Minimierung des Nachaufkohlens während der Diffusionsschritte mitchargiert. Nach dem Aufkohlvorgang erfolgte schließlich eine Hochdruckgasabschreckung der Proben in Stickstoff bei einem Druck von 15 bar.

4.3 Kohlenstofftiefenprofilmessung

Die realen Kohlenstofftiefenverläufe wurden an den Aufkohldummies mit Hilfe der Glimmentladungsspektrometrie (GDOES) bestimmt, die heutzutage eine etablierte Methode zur Untersuchung und Charakterisierung von Oberflächen und Grenzschichten darstellt. Die Messungen erfolgten an einer Anlage der Firma Horiba Jobin Yvon vom Typ GD-Profilier HR am MCL Leoben. Im folgenden Abschnitt wird das Grundprinzip einer GDOES-Messung kurz erläutert:

Bei der optischen Emissionsspektrometrie mit der Glimmlampe (**G**low **D**ischarge **O**ptical **E**mission **S**pectroscopy) wird durch Anlegen einer hohen Spannung zwischen Anode und Kathode (Probe) eine Edelgasentladung in der Analysechamber gezündet und somit ein Plasma erzeugt. Die Ionen aus der Gasatmosphäre werden in einem besonders starken elektrischen Feld zur Probe hin beschleunigt und bewirken durch Impuls- und Energieübertragung das Herausschlagen von Atomen aus der Probenoberfläche. Die abgetragenen Atome bzw. Ionen werden dann im Plasma angeregt. Die dabei emittierte optische Strahlung wird mit Hilfe eines Gitterspektrometers spektral zerlegt und anschließend durch Photomultiplier, die entweder beweglich oder fest auf einem Rowlandkreis angeordnet sind, detektiert. Da für jedes Element ein spezifisches Emissionsspektrum existiert, ist sowohl eine qualitative als auch eine quantitative (bei entsprechender Kalibrierung) Elementanalyse möglich. Aufgrund des ständig stattfindenden Probenabtrags kann das Verfahren auch für die Tiefenprofilanalyse verwendet werden [36, 37]. In Abbildung 16 ist der grundlegende Aufbau eines Glow Discharge Optical Emission Spektrometers schematisch dargestellt. Das Gerät besteht immer aus einer Glimmentladungsquelle sowie einem oder mehreren Spektrometern [38].

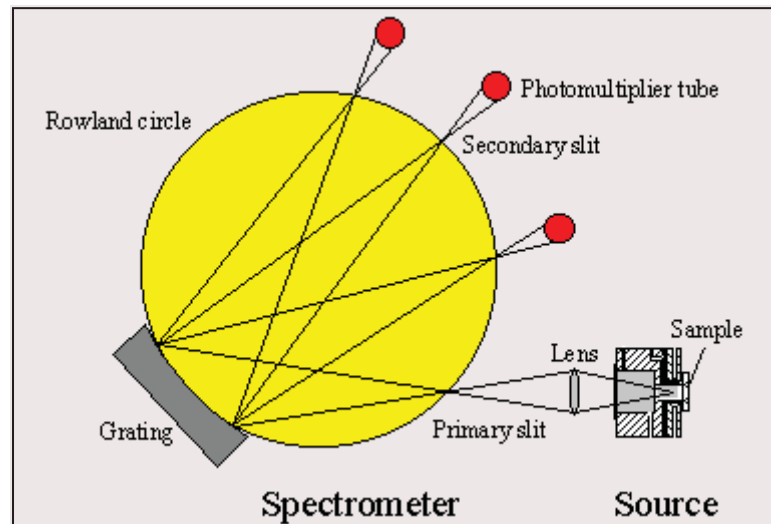


Abbildung 16: Schematische Darstellung des grundlegenden Aufbaus eines Glow Discharge Optical Emission Spectrometers [38].

Die Messung der realen Kohlenstofftiefenprofile mittels GDOES ermöglicht einen Vergleich mit den Simulationsergebnissen und eine Beurteilung der Aufkohlungswirkung. Bei großen Abweichungen zwischen den simulierten und gemessenen Kohlenstofftiefenprofilen wurde eine schrittweise Annäherung der beiden Verläufe durch Anpassung der Kohlenstoffaktivität in der Berechnung vorgenommen. Auf diesem Wege wurde der Aufkohlprozess durch wiederholten Vergleich der beiden Kurven sukzessive optimiert.

4.4 Metallographische Untersuchung

Nach der Aufkohlung der Aufkohldummies wurde eine metallographische Untersuchung vorgenommen, um die Gefügeausbildung in der Randschicht und die mittlere lineare Korngröße zu bestimmen. Dabei wurde immer jeweils ein Querschliff des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil pro Aufkohlungsvariante angefertigt. Die Ätzung der Proben erfolgte mit drei verschiedenen Ätzmitteln, deren genaue chemische Zusammensetzung in Tabelle 7 wiedergegeben ist. In den meisten Fällen konnte mit der Kalling II Lösung ein zufrieden stellendes Ergebnis erreicht werden. Die V2A Lösung wurde bereits nach dem ersten Aufkohlungsversuch getestet. Sie lieferte

kein brauchbares Ergebnis und wurde daher für alle weiteren Versuche nicht mehr verwendet. Aus Gründen der Vollständigkeit ist ihre chemische Zusammensetzung trotzdem in Tabelle 7 erfasst. Die W2 Lösung fand ein einziges Mal Anwendung, und zwar als es die Proben zu ätzen galt, die nach den Prozessparametern des ersten Aufkohlversuchs (Serie K) bei 1000°C aufgekohlt wurden.

Tabelle 7: Chemische Zusammensetzung der Ätzmittel Kalling II, W2 und V2A [46].

Ätzmittel	Chemische Zusammensetzung
Kalling II	100ml Ethanol 96%ig 100ml HCl 32%ig 5g Kupfer(II)- Chlorid
W2	100ml H ₂ O 60ml HCl 16g Eisen(III)chlorid 9g Ammoniumperoxidsulfat
V2A	100ml dest. H ₂ O 100ml HCl 32%ig 100ml HNO ₃ 65%ig

Die Bestimmung der mittleren Korngröße erfolgte mit Hilfe des quantitativen Bildanalysesystems *Analysis*. Dazu sei die schrittweise Vorgehensweise kurz in drei Punkten zusammengefasst:

- Einzeichnung dreier horizontaler Linien im Schlibfbild
- Bestimmung der Abstände zwischen den Schnittpunkten der Messlinien mit den Korngrenzen
- Bildung eines Mittelwerts aus der Summe dieser Einzelmessungen

Für die Anfertigung der metallographischen Schliffe und deren genaue Untersuchung hinsichtlich Gefügestruktur und Korngröße wurden mehrere technische Hilfsmittel verwendet, die in Abbildung 17 zusammenfassend dargestellt sind. Bild 17a zeigt die Grobtrennmaschine, mit der die aufgekohlten Proben geschnitten wurden, und Bild 17b zeigt das Gerät zum Warmeinbetten der Schliffe. In Bild 17c ist die Schleif- und Poliereinrichtung zu sehen. Bild 17d zeigt das Lichtmikroskop, das gleichzeitig über ein System zur digitalen Bildaufzeichnung verfügt und mit dessen Hilfe mehrere

Bilder sowohl im Rand- als auch im Kernbereich der Proben aufgenommen wurden [35].



4.5 Karbidmengenbestimmung

Die Karburierung von hochlegierten Stählen ist in der Regel mit einer Karbidbildung in der aufgekohlten Randzone verbunden. Durch die Abbindung des Elements Chrom in Form von chromreichen M_7C_3 - oder $M_{23}C_6$ -Karbiden kommt es zu einer gravierenden Verringerung der Korrosionsträgheit des Lagerwerkstoffs. Die Anzahl und Art der Karbide, die sich im Zuge einer Aufkohlung bevorzugt im oberflächennahen Bereichen ausscheiden, üben daher einen großen Einfluss auf die chemischen Eigenschaften eines randschichtgehärteten Lagerwerkstoffs aus.

Im Rahmen der Untersuchungen zur Charakterisierung aussichtsreicher Aufkohlungsvarianten wurden die eingebetteten Querschliffe der Aufkohldummies mit Hilfe der Rasterelektronenmikroskopie (REM) am Department für Metallkunde und Werkstoffprüfung der Montanuniversität Leoben analysiert und eine Identifikation der auftretenden Karbidtypen vorgenommen. Zusätzlich wurden mehrere REM-Bilder im Rand- und Kernbereich der aufgekohlten Proben aufgenommen und anschließend der Volumenanteil der Karbidmengen mittels des Programms *Analysis* ausgewertet.

Die Messergebnisse wurden anschließend mit den Ergebnissen aus der Simulation mit Thermocalc verglichen, in der die Karbidmengen anhand der Daten (Kohlenstoffgehalte) aus der GDOES-Messung errechnet wurden.

4.6 Härtemessung

Härte und Verschleißwiderstand eines Werkstoffs spielen eine entscheidende Rolle für seine Anwendung in Lagern für Flugzeugtriebwerke. Dabei liegt die untere Schranke für die Härte von Lagerwerkstoffen in der Flugzeugindustrie bei rund 60 HRC oder 718 HV. Im Zuge des Aufkohlvorgangs soll eine harte und verschleißbeständige Randschicht eingestellt werden. Ein Maß für die Größe dieser Randschicht stellt die Einhärtetiefe dar. Sie kann durch die Messung von Härte-Tiefenverläufen bestimmt werden. Gleichzeitig erlaubt die Kenntnis der Einhärtetiefe einen Rückschluss auf die Aufkohlwirkung und somit eine Beurteilung der Wahl der Aufkohlparameter.

Die Härte-Tiefenverläufe [HV1] wurden mit Hilfe der halbautomatischen Härteprüfmaschine Zwick BZ1.5/TS2 und dem PC-Programm Zwick Test Expert an den eingebetteten Querschliffen der Aufkohldummies aufgenommen. Als Eindringkörper diente eine Vickersdiamantpyramide. Das Gerät befindet sich am MCL Leoben und ist in Abbildung 18 dargestellt [35]:

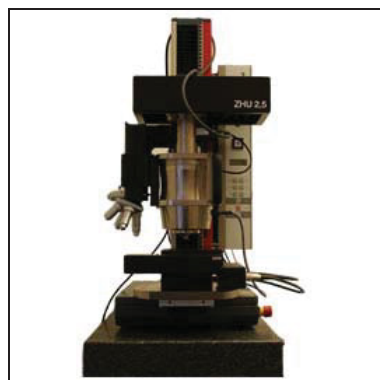


Abbildung 18: Instrumentiertes Kleinlast- und Makrohärteprüfgerät (5-2500N) mit automatischem XY-Prüftisch [35].

5. Darstellung und Diskussion der Ergebnisse

Das Aufkohlverhalten der drei Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil wurde anhand der in Kapitel 2 beschriebenen Strategie genauer untersucht. Insgesamt wurden fünf verschiedene Aufkohlungsversuche durchgeführt, die sich in der Wahl der Prozessstemperatur sowie in der unterschiedlichen Anzahl und Dauer der einzelnen Kohlungs- beziehungsweise Diffusionsphasen unterscheiden. Im folgenden Abschnitt werden die Ergebnisse der einzelnen Aufkohlversuche präsentiert und auf die Vorgänge, die hinter den etwaigen Veränderungen in der Prozessführung bei der Niederdruckaufkohlung stehen, näher eingegangen.

5.1 Aufkohlversuch I – Serie K

Der erste Aufkohlversuch an den zylindrischen Proben der drei Stahlqualitäten C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil wurde nach den Prozessparametern der Serie K durchgeführt, die den Ausgangspunkt für alle weiteren Entwicklungen in der Prozessführung darstellt:

6/5 + 3/5 + 3/10 + 3/15 + 3/90 + 3/220
--

Prozesstemperatur: 1000°C

Der Zahlenwert vor dem Trennstrich bezeichnet immer die Dauer des Kohlungspulses t_k in Minuten, der Wert dahinter gibt die Zeitdauer des Diffusionsschritts t_{diff} an, ebenfalls in Minuten. Insgesamt setzt sich der Prozess somit aus sechs Kohlungs- und sechs Diffusionszyklen zusammen. Die Bezeichnung der Serie geht auf Herrn Maciej Korecki von der Firma Secowarwick zurück, der bereits empirische Erfahrungen auf dem Gebiet der Karburierung von hochlegierten Stählen sammeln konnte und auf dessen Empfehlung hin diese Prozessparameter stammen.

5.1.1 Simulation

5.1.1.1 Berechnung der Kohlenstofftiefenprofile

Vor dem ersten Aufkohlungsversuch wurden thermodynamische Simulationen mittels Dictra durchgeführt. Sie erlauben eine Abschätzung der Einhärtetiefe und des Randkohlenstoffgehalts. Die bei einer Temperatur von 1000°C berechneten Kohlenstofftiefenprofile für die drei Werkstoffe C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil sind in den Abbildungen 19-21 dargestellt. Als Startwert wurde die Kohlenstoffaktivität auf den Wert eins gesetzt.

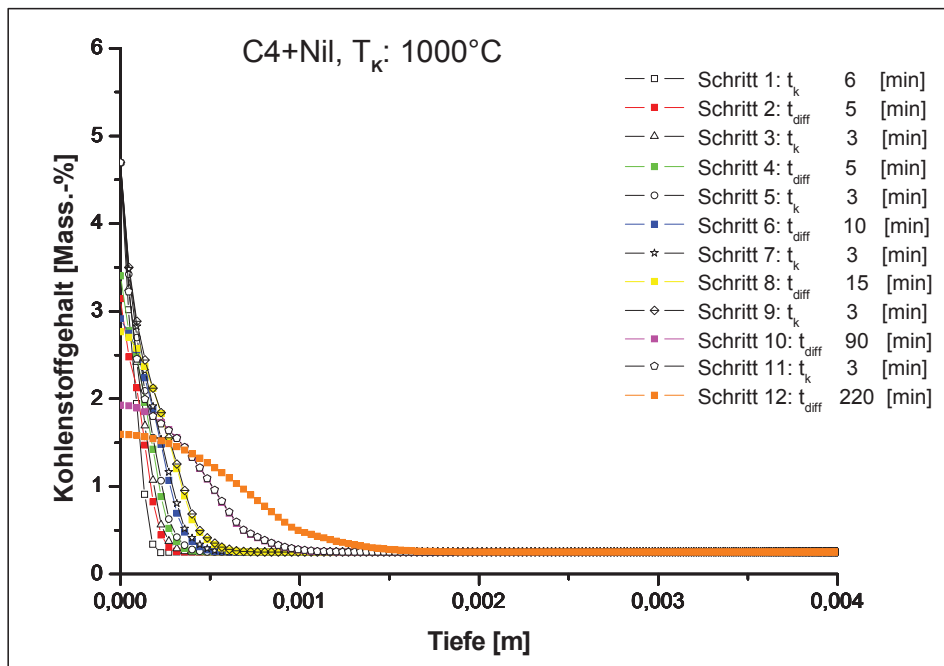


Abbildung 19: Berechnete Kohlenstofftiefenprofile des C4+Nil bei einer Temperatur von 1000°C und einer Kohlenstoffaktivität von 1.

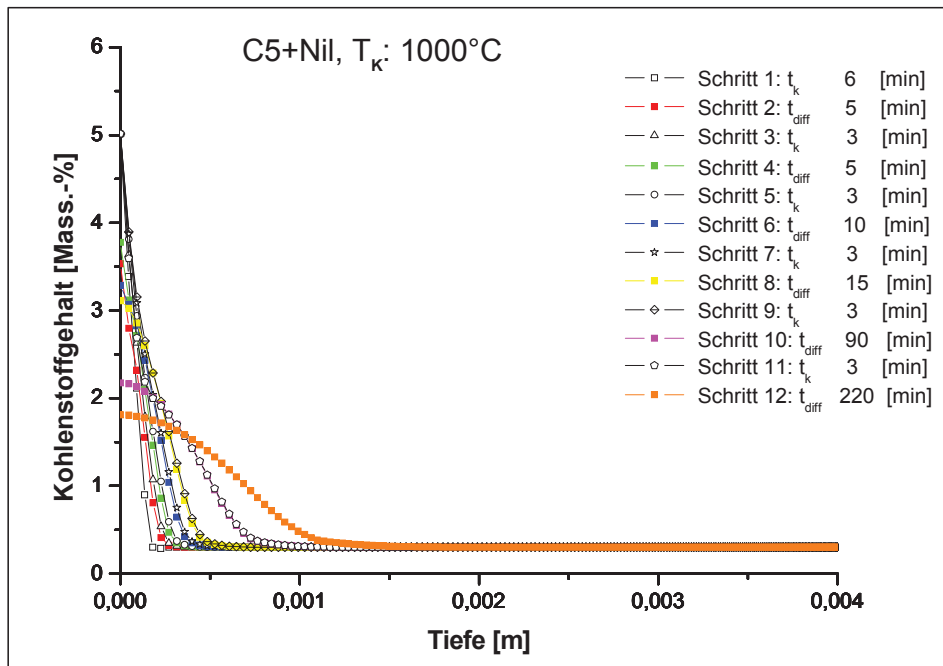


Abbildung 20: Berechnete Kohlenstofftiefenprofile des C5+Ni bei einer Temperatur von 1000°C und einer Kohlenstoffaktivität von 1.

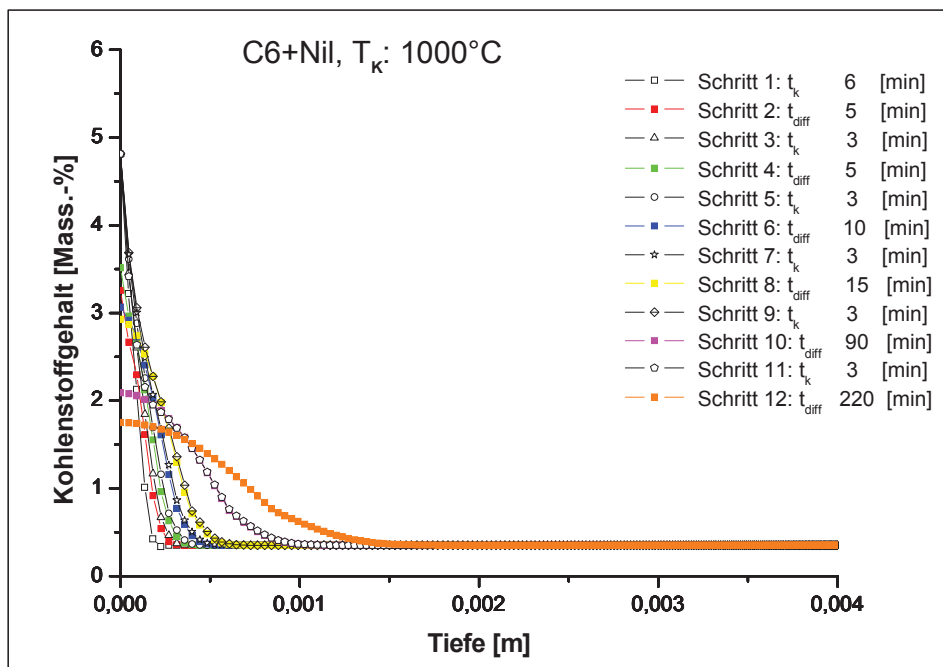


Abbildung 21: Berechnete Kohlenstofftiefenprofile des C6+Ni bei einer Temperatur von 1000°C und einer Kohlenstoffaktivität von 1.

Der Randkohlenstoffgehalt liegt beim C4+Nil laut Simulation mit Dictra bei etwa 1,6 Mass.-% und damit ein wenig unter den Werten für den C5+Nil und C6+Nil, wie aus den Abbildungen 19-21 ersichtlich ist. Die höheren Randkohlenstoffgehalte des C5+Nil und C6+Nil können auf den höheren Legierungsgehalt an Chrom und Vanadium in diesen beiden Werkstoffen zurückgeführt werden. Beide Legierungselemente wirken aktivitätserniedrigend (löslichkeitsfördernd), das heißt sie setzen die Aktivität des Kohlenstoffs herab und beeinflussen somit die Kohlenstoffaufnahme am Rand positiv, das heißt es wird mehr Kohlenstoff aufgenommen. Trotz des höheren Randkohlenstoffgehalts wird speziell beim C5+Nil eine tendenziell geringere Aufkohltiefe vorhergesagt als im Vergleich zum C4+Nil. Die Ursache hierfür könnte im höheren Chromgehalt des C5+Nil zu sehen sein. Der höhere Chromgehalt führt zu einer Verlangsamung der Diffusion von Kohlenstoff in den Stahl. Gleichzeitig neigt Chrom zur Bildung von Sonderkarbiden. Die Abbindung des Kohlenstoffs in Form von Karbiden führt in weiterer Folge zu geringeren Aufkohltiefen. Um den Einfluss der Höhe des Chromgehalts auf die Diffusion des Kohlenstoffs genauer beurteilen zu können, wurden in einer Simulation mit Dictra die Diffusionskoeffizienten des Kohlenstoffs (D_C) und des Chroms (D_{Cr}) im Kernmaterial bei einer Aufkohlungstemperatur von 1000°C für alle drei Versuchslegierungen ermittelt. Die Ergebnisse der Berechnungen sind in Tabelle 8 aufgelistet.

Tabelle 8: Gegenüberstellung der Diffusionskoeffizienten von Kohlenstoff und Chrom, die bei einer Aufkohlungstemperatur von 1000°C für die Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil berechnet wurden.

	$D_C [m^2s^{-1}]$	$D_{Cr} [m^2s^{-1}]$
C4+Nil	$1,56 \cdot 10^{-11}$	$2,23 \cdot 10^{-16}$
C5+Nil	$1,44 \cdot 10^{-11}$	$2,09 \cdot 10^{-16}$
C6+Nil	$1,57 \cdot 10^{-11}$	$2,24 \cdot 10^{-16}$

Der Diffusionskoeffizient des Chroms ist demnach um fünf Größenordnungen kleiner als der Diffusionskoeffizient des Kohlenstoffs. Dieser Umstand hängt mit den unterschiedlichen Atomradien der beiden Elemente zusammen. Aufgrund ihres kleineren Atomradius können interstitielle Kohlenstoffatome schneller diffundieren als

große, substitutionelle Chromatome. Im Vergleich zu den beiden anderen Werkstoffen weist der C5+Nil die niedrigsten Werte für die Diffusionskoeffizienten von Chrom und Kohlenstoff auf. Durch den höheren Chromgehalt des C5+Nil wird die Diffusion von Kohlenstoff- und Chromatomen im Kristallgitter erschwert. Die Unterschiede sind allerdings gering.

In zahlreichen weiteren Simulationen sollte der Einfluss der Kohlungetemperatur auf die Diffusion des Kohlenstoffs genauer untersucht werden. Dazu wurden die Kohlenstofftiefenprofile des C4+Nil im Temperaturbereich von 900-1150°C für den letzten Diffusionsschritt (Schritt 12) berechnet. Die Kohlenstoffaktivität wurde auf den Wert 1 gesetzt. Exemplarisch wird anhand des C4+Nil der Einfluss der Kohlungetemperatur T_K auf das Kohlenstofftiefenprofil in Abbildung 22 dargestellt.

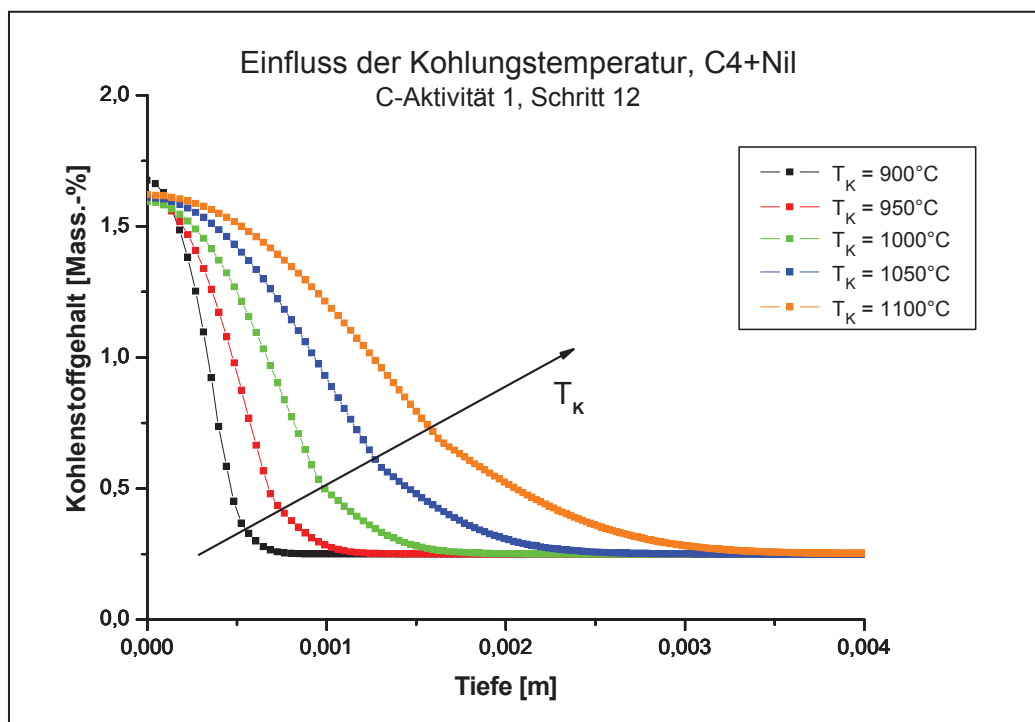


Abbildung 22: Einfluss der Kohlungetemperatur T_K auf das Kohlenstofftiefenprofil des C4+Nil.

Während die Einhärtetiefe mit steigender Aufkohlungetemperatur zunimmt, bleibt die Höhe des Randkohlenstoffgehalts laut Simulation mit Dictra von einer Temperaturerhöhung nahezu unbeeinflusst.

5.1.1.2 Berechnung der Phasentiefenprofile

Neben den Kohlenstofftiefenprofilen wurden gleichzeitig auch die Phasentiefenprofile für jeden einzelnen Kohlungs- und Diffusionsschritt errechnet, um eine Abschätzung der Karbidmengen und der auftretenden Karbidtypen vornehmen zu können. In den Abbildungen 23-25 sind die bei einer Temperatur von 1000°C berechneten Phasentiefenprofile der drei Werkstoffe C4+NiL, C5+NiL und C6+NiL für den letzten Diffusionsschritt (Schritt 12) dargestellt. Als Startwert wurde die Kohlenstoffaktivität auf den Wert eins gesetzt.

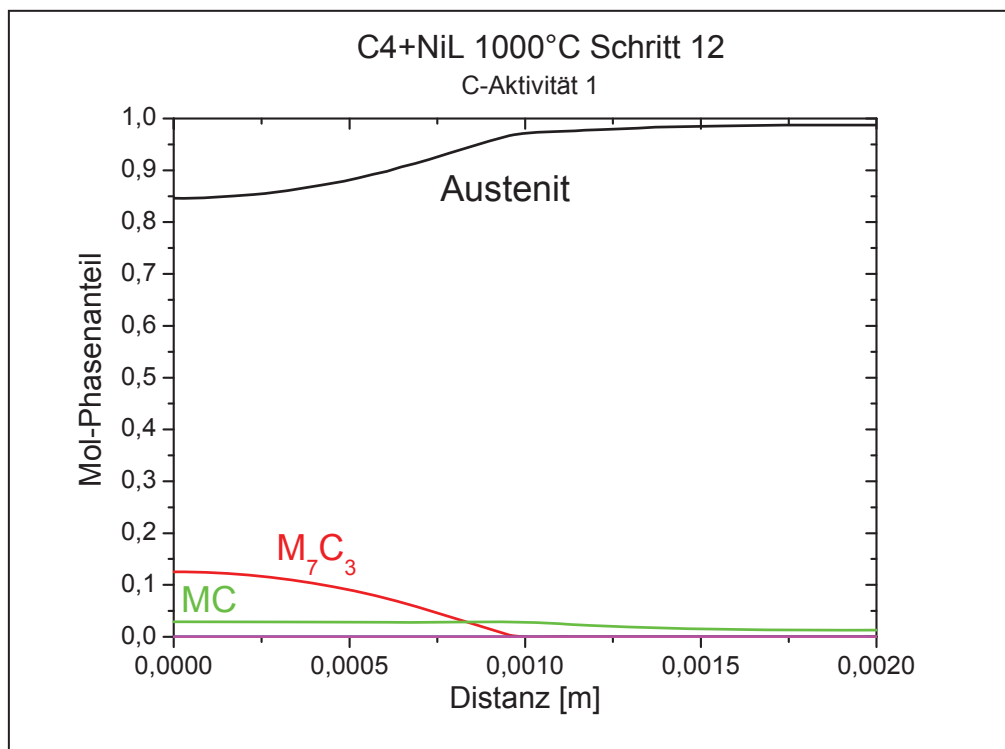


Abbildung 23: Berechnetes Phasentiefenprofil des C4+NiL bei einer Temperatur von 1000°C und einer Kohlenstoffaktivität von 1.

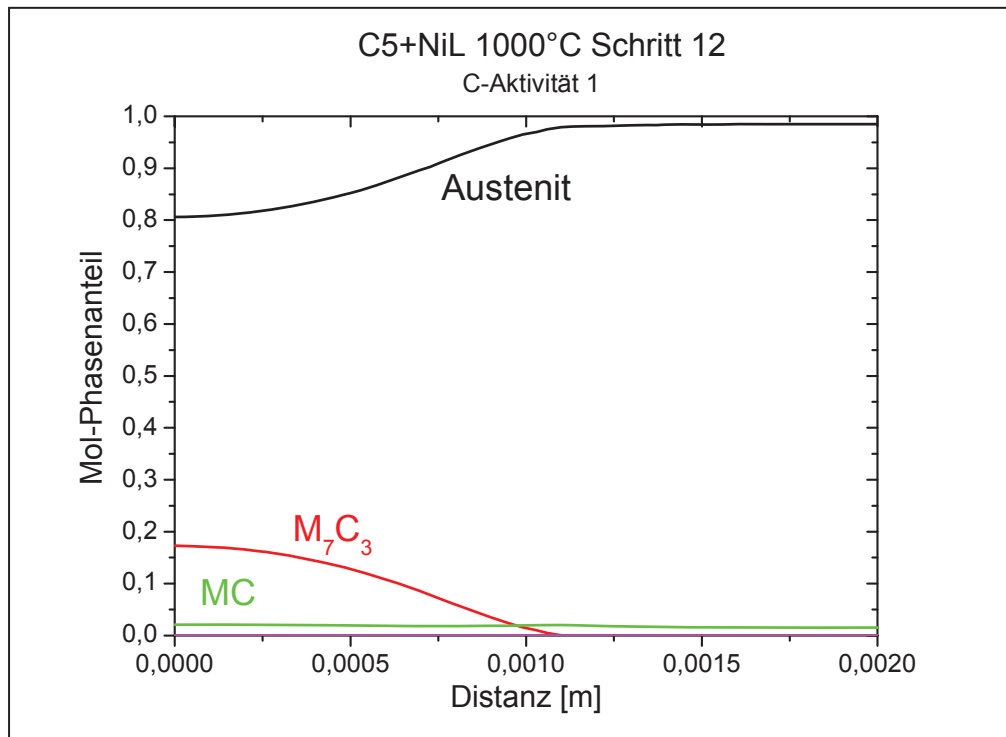


Abbildung 24: Berechnetes Phasentiefenprofil des C5+NiL bei einer Temperatur von 1000°C und einer Kohlenstoffaktivität von 1.

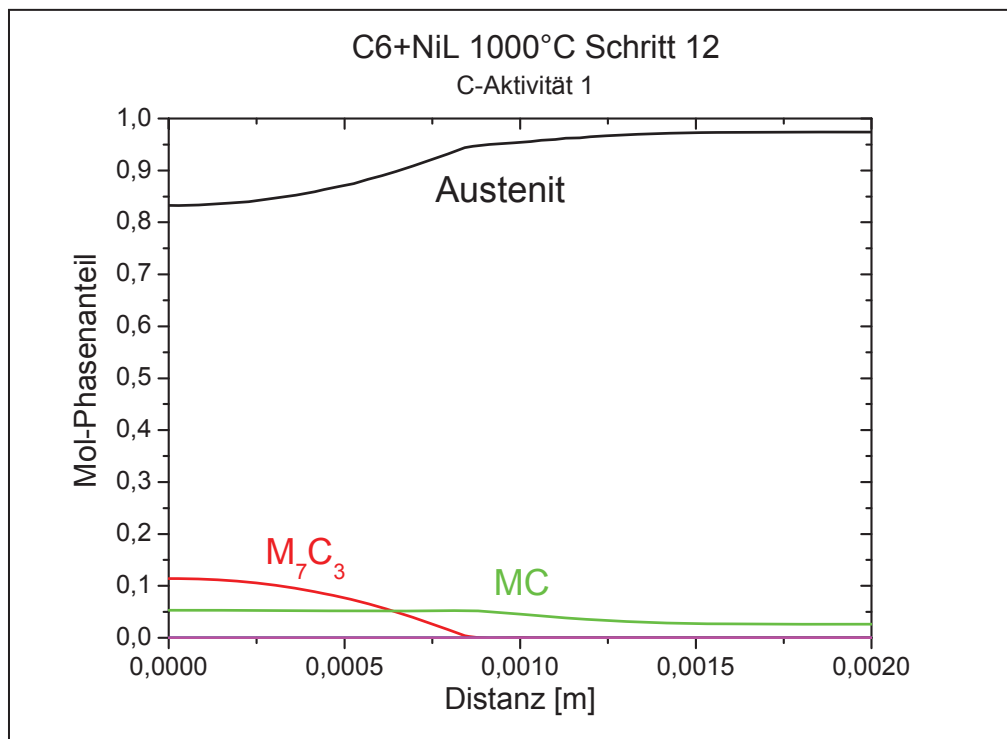


Abbildung 25: Berechnetes Phasentiefenprofil des C6+NiL bei einer Temperatur von 1000°C und einer Kohlenstoffaktivität von 1.

Wie aus den Abbildungen 23-25 hervorgeht, ist der Karbidanteil in der austenitischen Matrix bei allen drei Werkstoffen relativ hoch. Im Randbereich treten aufgrund des hohen Kohlenstoffangebots verstärkt chromreiche M_7C_3 -Karbide auf. Während der Gehalt dieser M_7C_3 -Karbide mit zunehmender Entfernung von der Oberfläche kontinuierlich abnimmt, verbleibt der MC-Karbidanteil bei allen drei Legierungen auf einem nahezu konstant niedrigen Niveau. Ein Auftreten von M_6C -Karbiden ist laut Simulation in keinem Bereich der Randschicht zu erwarten. Im Vergleich zum C4+NiL weist der C5+NiL einen höheren Gehalt an M_7C_3 -Karbiden in der Randzone auf. Dieser Umstand hängt vermutlich mit dem höheren Chromgehalt des C5+NiL in der Werkstoffmatrix zusammen.

Durch eine GDOES-Messung konnte eine Anpassung der Kohlenstoffaktivität auf den Wert 0,6 vorgenommen werden (vgl. Kapitel 5.1.2). Zum Vergleich ist in Abbildung 26 das simulierte Phasentiefenprofil des C4+NiL bei einer Temperatur von 1000°C und einer Kohlenstoffaktivität von 0,6 dargestellt.

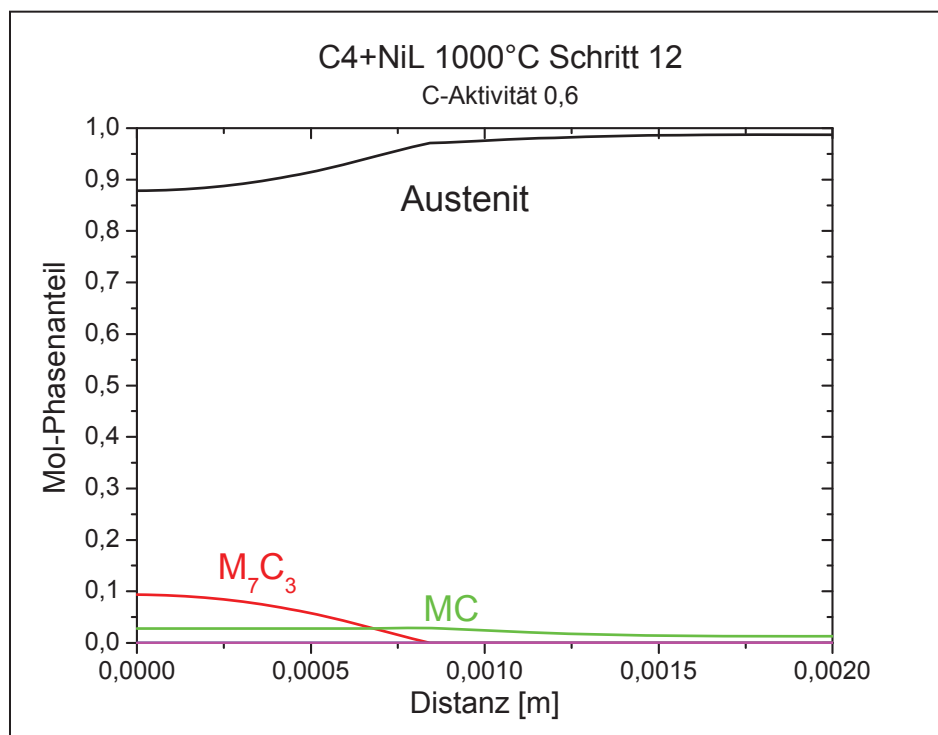


Abbildung 26: Berechnetes Phasentiefenprofil des C4+NiL bei einer Temperatur von 1000°C und einer Kohlenstoffaktivität von 0,6.

Darin wird ein etwas kleinerer M_7C_3 -Karbidgehalt vorhergesagt als bei der Simulation zuvor mit der Kohlenstoffaktivität 1 (vgl. Abbildung 23). Mit dem Auftreten von M_7C_3 -Karbiden ist bis zu einer Tiefe von 0,8 mm der Randschicht zu rechnen. Der MC-Karbidgehalt bewegt sich wieder auf konstant niedrigem Niveau.

Der Einfluss der Temperatur auf die Karbidmenge war auch hier Gegenstand weiterer Untersuchungen. Zu diesem Zweck wurden drei Phasentiefenprofile des C4+Nil bei Temperaturen von 900°C, 1000°C, und 1100°C für den letzten Diffusionsschritt (Schritt 12) ermittelt. Die Kohlenstoffaktivität wurde bei den Berechnungen auf den Wert 1 gesetzt. Exemplarisch wird anhand des C4+Nil der Einfluss der Temperatur auf das Phasentiefenprofil in Abbildung 27 dargestellt.

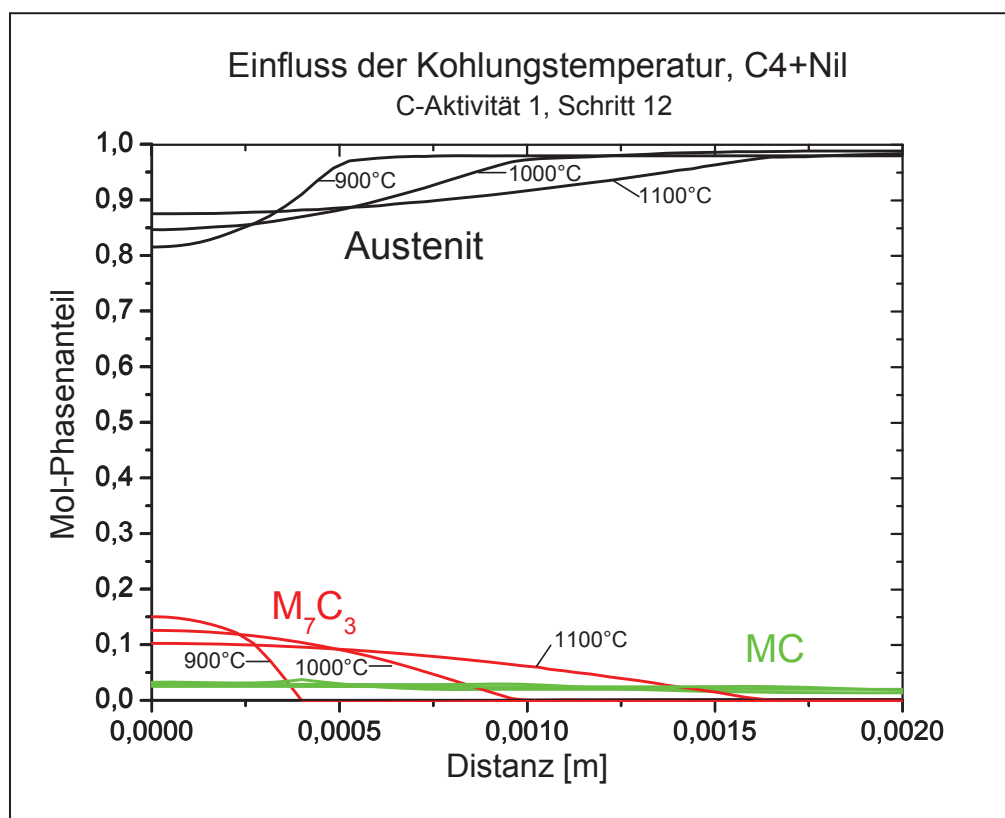


Abbildung 27: Einfluss der Kohltemperatur auf das Phasentiefenprofil des C4+Nil.

Demnach kommt es mit steigender Aufkohltemperatur zu keiner Auflösung der chromreichen M_7C_3 -Karbidarten. Während der MC-Karbidgehalt bei allen drei Temperaturen auf etwa gleich hohem Niveau bleibt, nimmt der Anteil an M_7C_3 -

Karbiden im Randbereich mit zunehmender Temperatur geringfügig ab. Auffallend ist, dass bei der hohen Aufkohlungstemperatur von 1100°C durch die Kalkulation ein Auftreten von M_7C_3 -Karbiden bis zu einer Tiefe von 1,5 mm vorausgesagt wird. Aufgrund der höheren Aufkohlungstemperaturen kommt es zu einer schnelleren Eindiffusion des Kohlenstoffs in das Material und in weiterer Folge zu größeren erreichbaren Aufkohltiefen. Der damit verbundene Anstieg des Kohlenstoffgehalts in tieferen Bereichen der Randschicht kann auch dort zu einer Bildung von M_7C_3 -Karbiden führen. Für den Fall, dass nach dem Aufkohlvorgang eine Austenitisierungsphase bei Austenitisierungstemperaturen zwischen 1140°C und 1170°C angeschlossen wird, sagen Berechnungen mit Thermocalc abhängig vom Kohlenstoffgehalt eine nahezu vollständige Auflösung der M_7C_3 -Karbide voraus. Die MC-Karbide bleiben hingegen auch bei sehr hohen Austenitisierungstemperaturen bestehen.

5.1.2 Vergleich von GDOES-Messung und Simulation

Eine GDOES-Messung an einer nach den Prozessparametern der Serie K aufgekohlten C4+Nil Probe lieferte das in Abbildung 28 rot dargestellte Kohlenstofftiefenprofil. Der Kohlenstoffgehalt im Randbereich wird in einer Dictra-Berechnung mit der Kohlenstoffaktivität 1 überschätzt. Durch eine schrittweise Verringerung der Aktivität in den weiteren Berechnungen konnte der simulierte Verlauf schließlich dem realen Kohlenstofftiefenprofil angenähert werden (vgl. Abbildung 28). Eine vollständige Übereinstimmung in den Ergebnissen von Simulation und Messung konnte jedoch bei keiner Kalkulation erzielt werden. Die beste Annäherung des simulierten Verlaufs an die realen Verhältnisse in der Randschicht ist bei der Simulation mit einer Kohlenstoffaktivität von 0,6 gegeben.

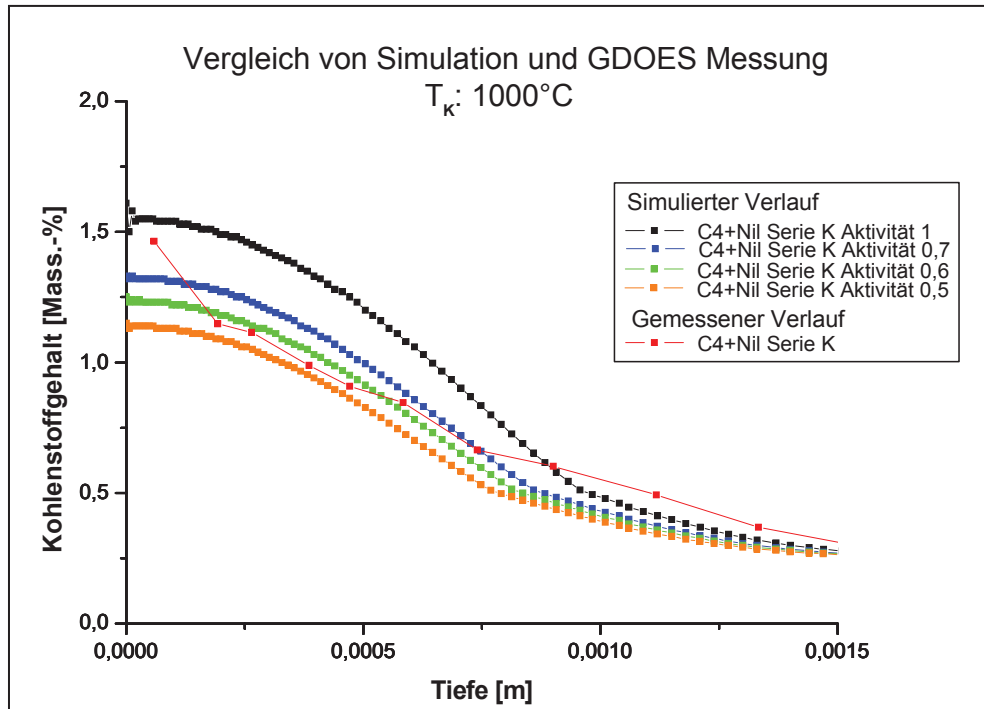


Abbildung 28: Vergleich des realen mit mehreren simulierten Kohlenstofftiefenprofilen des C4+Nil bei einer Prozesstemperatur von 1000°C und unterschiedlichen Kohlenstoffaktivitäten von 1, 0,7, 0,6 und 0,5.

5.1.3 Charakterisierung der Randschicht

5.1.3.1 Metallographische Charakterisierung

Die Beurteilung der Gefügestruktur erfolgte anhand von Querschliffen, die aus den aufgekohlten Proben des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil angefertigt wurden. Exemplarisch wird in Abbildung 29 ein Ausschnitt aus der aufgekohlten Randschicht der C4+Nil Probe dargestellt. Das Randschichtgefüge besteht demnach aus einer martensitischen Matrix, in der fein verteilte Karbide eingebettet sind. Das Auftreten einer feinen Karbidverteilung in der Randzone ist charakteristisch für randschichtgehärtete Lagerwerkstoffe und hängt mit dem Umstand zusammen, dass die Karbide nicht durch Erstarrung aus der Schmelze sondern über Diffusionsvorgänge des Kohlenstoffs in den Stahl gebildet werden.

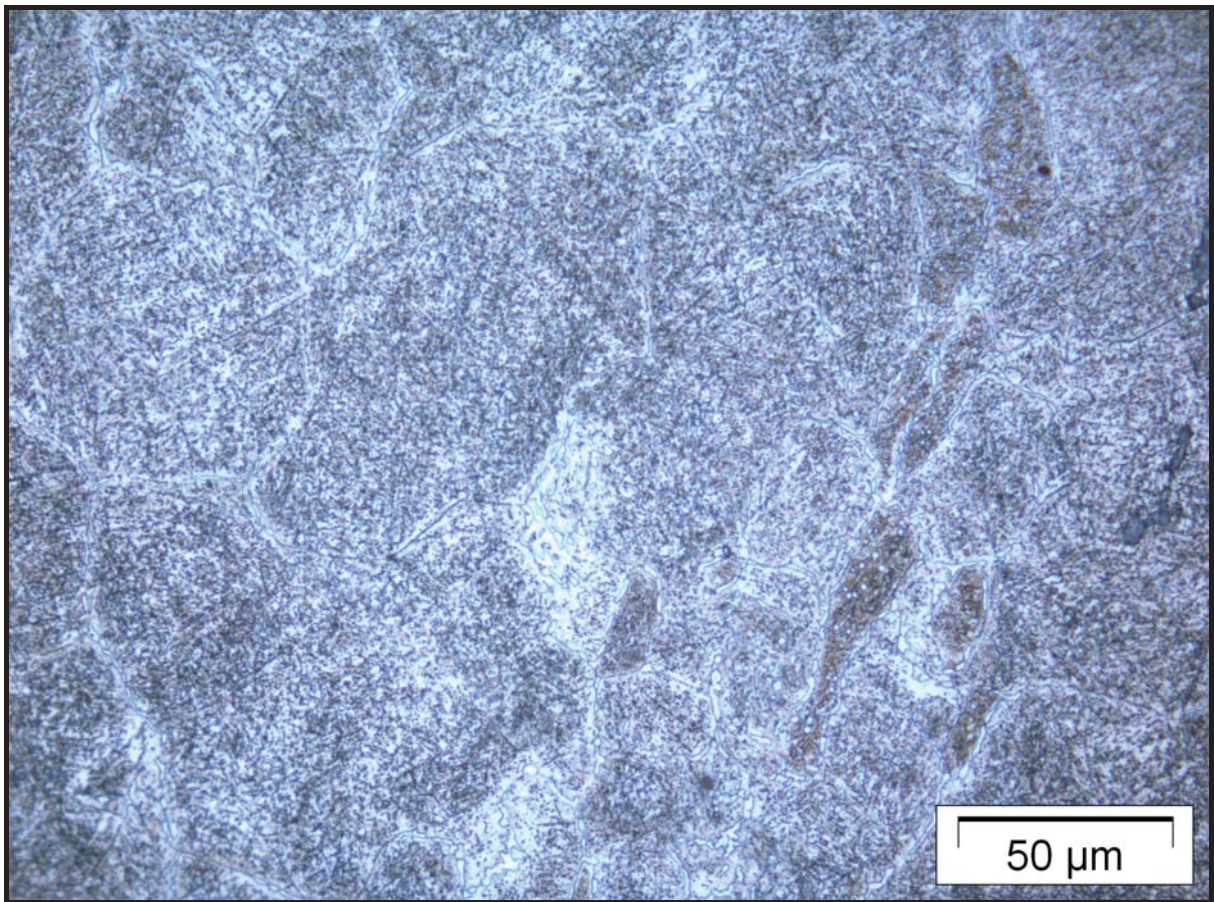


Abbildung 29: Gefügestruktur in der Randschicht einer nach den Prozessparametern der Serie K aufgekohlten C4+Ni Probe, W2 Ätzung.

Bei genauer Betrachtung des Schlibbildes in Abbildung 29 lassen sich zahlreiche Karbide erkennen, die speziell entlang der ehemaligen Austenitkorngrenzen ausgeschieden wurden. Die bevorzugte Ausbildung von Korngrenzenkarbiden kann auf die hohe Fehlstellendichte des Kristallgitters im Bereich von Grenzflächen zurückgeführt werden. Durch die große Anzahl an Gitterfehlern im Bereich von Korngrenzen wird die Diffusion großer substitutioneller Legierungsatome, wie zum Beispiel Chrom, Vanadium und Molybdän, wesentlich erleichtert.

Einen kurzen Überblick über die Gefügeausbildung im Randbereich aller drei Legierungen C4+Ni und C5+Ni und C6+Ni gibt Abbildung 30. Darin sind neun lichtmikroskopische Aufnahmen aus unterschiedlichen Tiefen der aufgekohlten Randschicht (Randzone, 0,25 mm Tiefe und 0,5 mm Tiefe) zusammenfassend dargestellt.

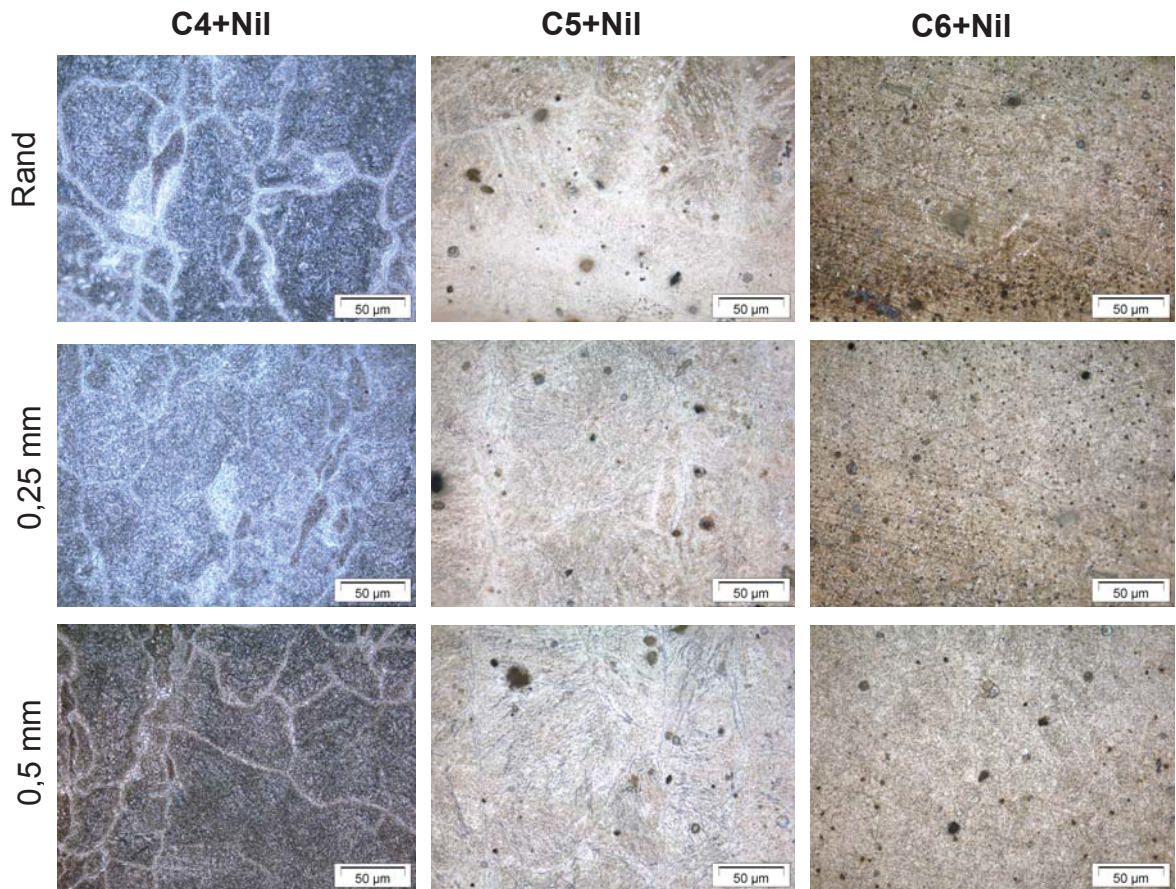


Abbildung 30: Lichtmikroskopische Aufnahmen aus dem Randschichtbereich der drei Versuchslegierungen C4+NiI, C5+NiI und C6+NiI, W2 Ätzung.

Bei allen drei Werkstoffen stellt sich nach dem Aufkohlvorgang ein martensitisches Randschichtgefüge ein, in dem feine Karbidausscheidungen eingebettet sind. Der Gehalt an Korngrenzenkarbiden nimmt bei allen drei Legierungen mit zunehmender Tiefe der Randschicht ab, wie aus den Schlifffildern in Abbildung 30 hervorgeht. Die Abnahme des Karbidanteils vom Rand zum Kern hin kann auf das sinkende Kohlenstoffangebot in tieferen Bereichen der Randschicht zurückgeführt werden. Auffallend ist, dass der C6+NiI ein feineres Randschichtgefüge aufweist als die beiden anderen Legierungen C4+NiI und C5+NiI. Dieser Umstand dürfte mit dem höheren Basiskohlenstoffgehalt und dem höheren Vanadinegehalt des C6+NiI zusammenhängen.

Nach genauer Analyse der Gefügestruktur aller drei Werkstoffe wurde die mittlere Korngröße zunächst nur in der Randschicht der aufgekohlten C4+NiI Probe ermittelt.

Die Messung der mittleren Korngröße mit Hilfe des Softwarepakets Analysis lieferte für den C4+Nil folgende Ergebnisse:

Tabelle 9: Mittlere Korngröße des C4+Nil in der aufgekohlten Randschicht der C4+Nil Probe.

Tiefe [mm]	Mittlere Korngröße [μm]	Standardabweichung [μm]
Rand	40,38	$\pm 24,43$
0,25	32,83	$\pm 21,49$
0,50	30,83	$\pm 19,68$

Die Messergebnisse weisen auf eine geringfügige Abnahme der mittleren Korngröße in zunehmender Tiefe der Randschicht hin. Die Differenz zwischen den drei Messwerten liegt im Bereich der Schwankungsbreite von statistischen Auswertungen.

5.1.3.2 Karbidmengenbestimmung

Eine genaue Bestimmung der auftretenden Karbidtypen in den drei Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil erfolgte mit Hilfe der Rasterelektronenmikroskopie. Neben MC-Karbiden (dunkelgrau) konnten weiters chromreiche M_7C_3 -Karbide (hellgrau) in der Randschicht identifiziert werden, womit sich die in der Messung gefundenen Karbidtypen mit jenen der Simulation decken. Zusätzlich wurden mehrere Bilder in unterschiedlicher Tiefe der aufgekohlten C4+Nil Probe aufgenommen und anschließend der Volumenanteil der Karbidmengen im Programm Analysis berechnet. In Abbildung 31 sind vier REM-Aufnahmen der bei 1000°C aufgekohlten C4+Nil Probe dargestellt. Bild 31a stammt direkt aus der Randzone, Bild 31b, Bild 31c und Bild 31d zeigen einen Ausschnitt aus einer Tiefe von 200, 300 und 400 μm . Die hellen Bereiche entsprechen den M_7C_3 -Karbiden, die dunklen Bereiche den MC-Karbiden. Aufgrund der größeren Masse werden an den chromreichen M_7C_3 -Karbiden mehr Elektronen rückgestreut als an den leichteren MC-Karbiden, sodass die M_7C_3 -Karbide gegenüber den MC-Karbiden in den REM-Aufnahmen heller erscheinen.

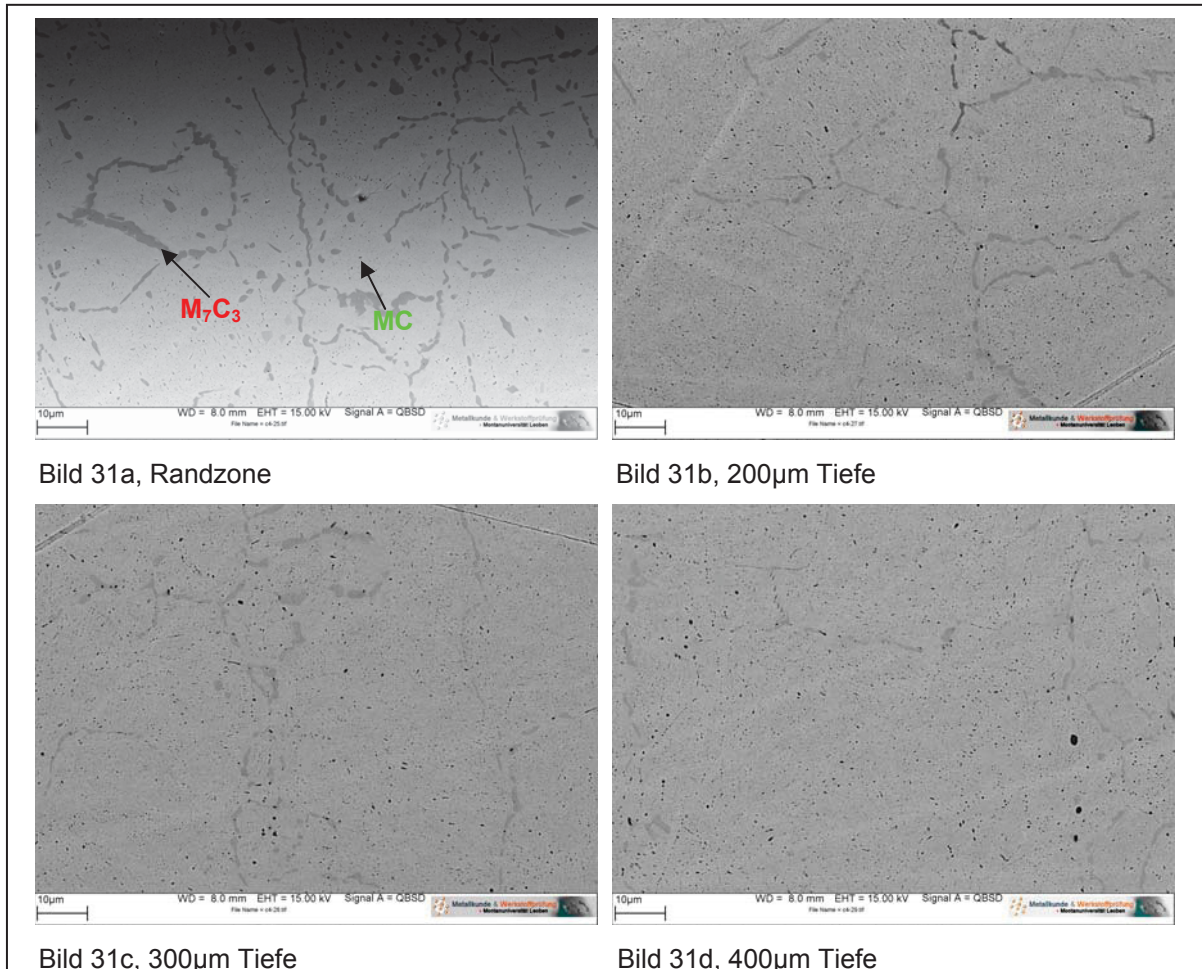


Abbildung 31: REM-Aufnahmen einer aufgekohlten C4+Ni Probe aus unterschiedlichen Tiefen der Randschicht - a) Randzone b) 200µm Tiefe c) 300µm Tiefe d) 400µm Tiefe.

Die Berechnung der einzelnen Karbidmengen mit Hilfe des Softwarepaketes Analysis lieferte für die in Abbildung 31 dargestellten Bilder folgende Ergebnisse:

Tabelle 10: Karbidanteile an M_7C_3 - und MC-Karbid in der aufgekohlten Randschicht und im Kern der C4+Ni Probe.

	Tiefe [μm]	Volumenanteil M_7C_3 [%]	Volumenanteil MC [%]
Bild 31a	Rand	9,01	0,87
Bild 31b	200	3,86	0,89
Bild 31c	300	3,31	1,12
Bild 31d	400	2,03	1,59
-	Kern	0	0,76

Erwartungsgemäß nimmt also der Anteil der chromreichen M_7C_3 -Karbide vom Rand zum Kern hin aufgrund des sinkenden Kohlenstoffangebots stark ab. Bei den MC-Karbiden ist ein gegenläufiger Trend zu erkennen, aber in einem weit geringeren Ausmaße.

Zum Vergleich wurden die Karbidmengen auch mit Hilfe von Thermocalc berechnet, unter der Annahme, dass sich ein Gleichgewicht einstellt. Für die Kalkulation wurden die Daten (Kohlenstoffgehalt) aus der GDOES-Messung herangezogen. In Abbildung 32 sind gemessene und berechnete Karbidverteilung einer C4+NiI Probe gegenübergestellt. (Im Bereich von 0,4 mm - 2 mm Tiefe der Randschicht standen keine Messdaten für eine bildanalytische Auswertung der Karbidmengen zur Verfügung. Die strichlierte orange Linie stellt einen hypothetischen Verlauf der M_7C_3 -Karbidverteilung dar).

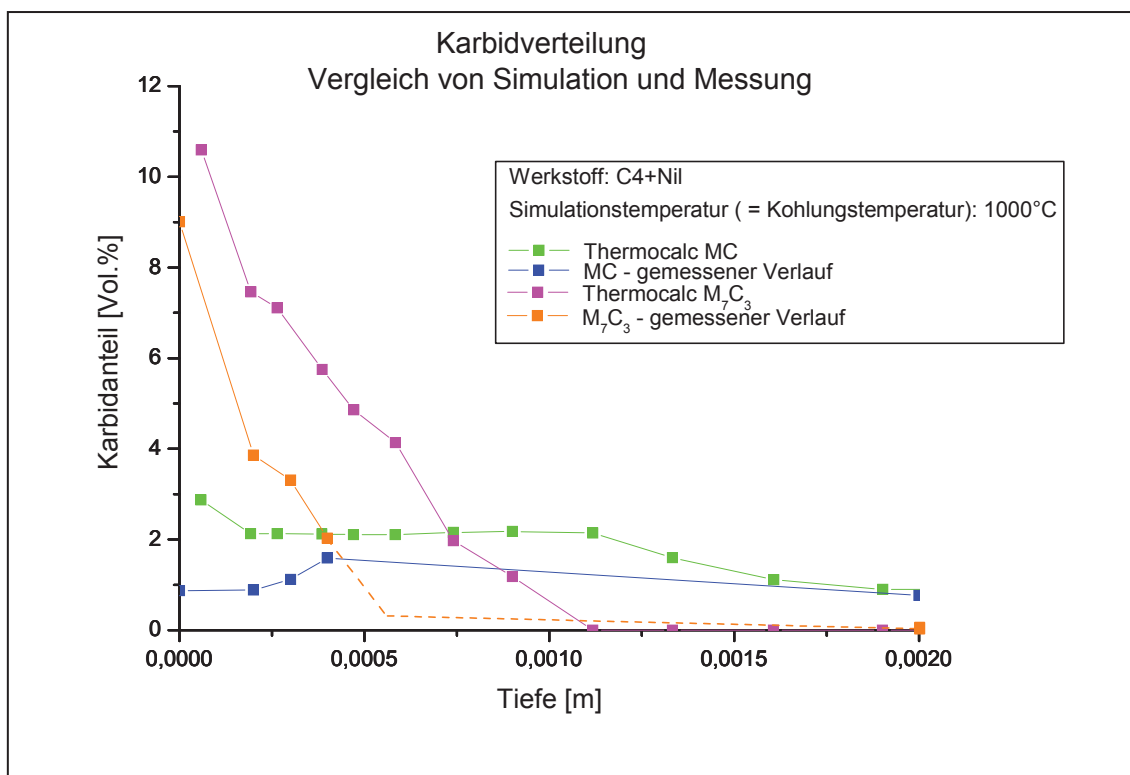


Abbildung 32: Graphische Darstellung der Karbidverteilung einer aufgekohlten C4+NiI Probe – Vergleich der Thermocalcberechnung und der Messung.

Die Thermocalc-Simulation überschätzt die Karbidmengen verglichen mit der bildanalytischen Auswertung. Eine mögliche Erklärung für die Abweichungen von Simulation und Messung könnte darin liegen, dass Thermocalc im

thermodynamischen Gleichgewicht rechnet. In der Realität wird jedoch aufgrund der endlichen Aufkohl- beziehungsweise Diffusionszeiten das Gleichgewicht nicht erreicht. Der geschwindigkeitsbestimmende Faktor bei der Karbidausscheidung ist die Diffusion der großen, substitutionellen Legierungsatome. Aufgrund des größeren Atomradius diffundieren beispielsweise Chromatome wesentlich langsamer als kleine, interstitielle Kohlenstoffatome. Aus den niedrigeren Diffusionsgeschwindigkeiten der Chromatome folgt, dass diese wesentlich kürzere Diffusionswege zurücklegen können und daher im Realfall längere Zeiten für die Karbidausscheidung benötigt werden.

5.1.3.3 Härte-Tiefenverläufe

Die Messung der Härte-Tiefenverläufe erfolgte an Aufkohldummies des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil zu jeweils unterschiedlichen Zeitpunkten in einer Wärmebehandlungsabfolge aus Aufkohlen, Härten, Tiefkühlen und Anlassen. In den Abbildungen 33, 35 und 36 sind diese Härte-Tiefenverläufe dargestellt. Zum besseren Überblick wird in den Abbildungen 33, 35 und 36 auch das entsprechende Wärmebehandlungsschema gezeigt, das den jeweiligen Wärmebehandlungszustand der Proben vor der Härtemessung angibt. Nach dem Aufkohlen und Härten erfolgte eine Hochdruckgasabschreckung der Proben in Stickstoff bei einem Druck von 15 bar. Die Abkühlraten betragen 167°C/min nach dem Aufkohlen und 183°C/min nach dem Härten.

In den Härte-Tiefenprofilen, die direkt nach dem Aufkohlvorgang gemessen wurden, wird bei allen drei Werkstoffen eine Härteabnahme vom Rand zum Kern hin beobachtet, wie aus den Kurven in Bild 33b hervorgeht. Eine Aufkohlwirkung hat somit stattgefunden, aber in einem zu geringen Ausmaße, da die Einhärtetiefe bei allen drei Versuchslegierungen mit circa 1,5 mm zu gering ist. Die Härtewerte des C4+Nil liegen im Randbereich geringfügig unter den Härtewerten des C5+Nil und C6+Nil. Die geringfügig höhere Härte des C5+Nil und C6+Nil in der Randzone hängt vermutlich mit dem höheren Chrom- beziehungsweise Vanadinegehalt dieser beiden

Werkstoffe zusammen. Beide Elemente haben eine hohe Affinität zu Kohlenstoff und bilden vermehrt Sonderkarbide.

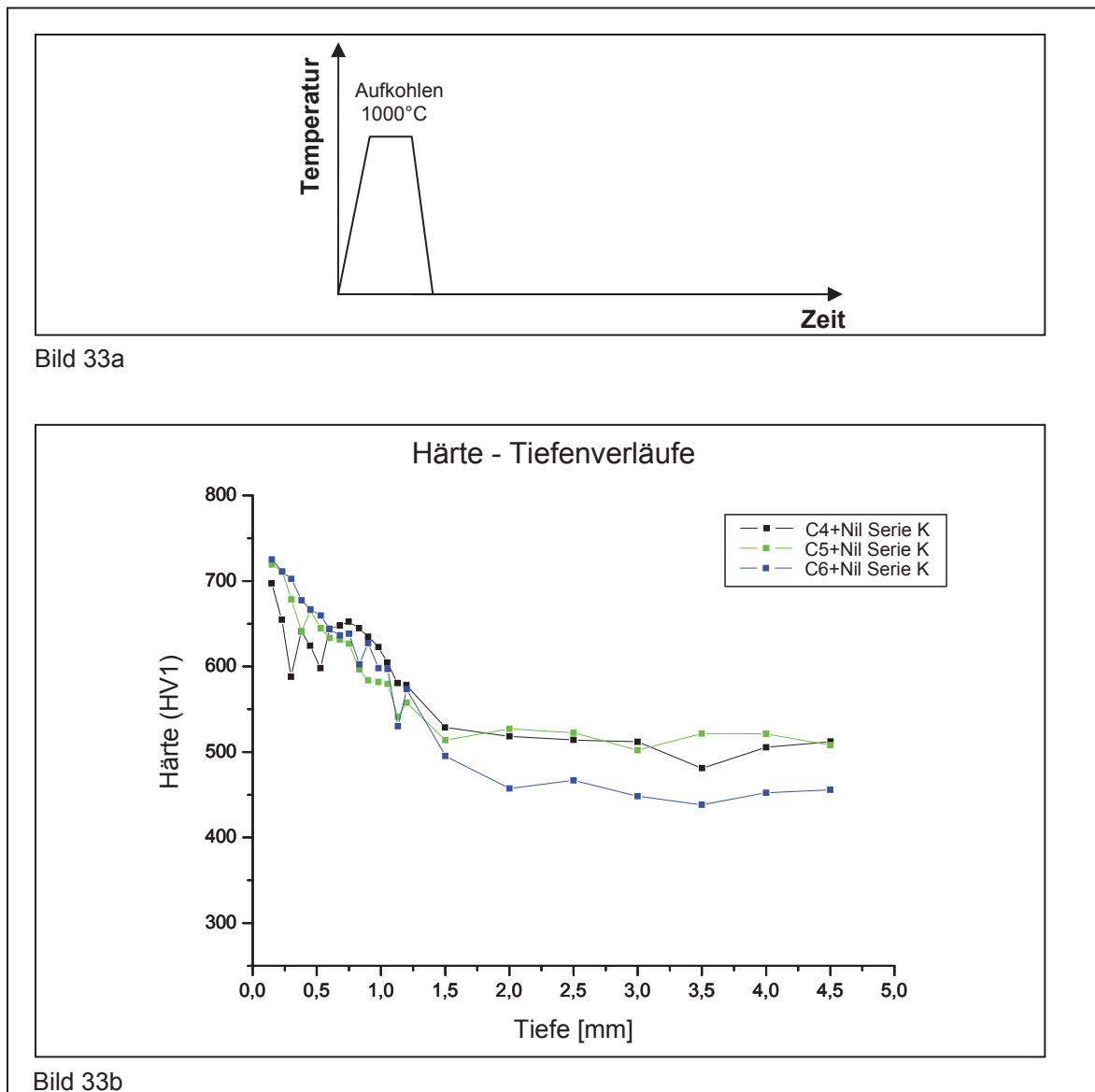


Abbildung 33: Graphische Darstellung der an den Aufkohldummies des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil gemessenen Härte-Tiefenverläufe zum Zeitpunkt nach der Aufkohlung - das Wärmebehandlungsschema gibt den Wärmebehandlungszustand der Proben an.

- a) Wärmebehandlungsschema
- b) Härte-Tiefenverläufe

Aufgrund der zu geringen Härte nach dem Aufkohlvorgang wurden die Proben in einem weiteren Wärmebehandlungsschritt erneut gehärtet und anschließend jene Härte-Tiefenverläufe an den Proben gemessen, die in Bild 35b dargestellt sind.

Anstatt eines Härteanstiegs, der bei einer Erhöhung der Härtetemperatur erwartet werden könnte, zeigte sich aber bei allen drei Werkstoffen ein deutlicher Härteeinbruch im Randschichtbereich, der bis zu einer Tiefe von etwa 1,25 mm reicht. Dieser Härteabfall wird auf die Bildung von weichem Restaustenit im Randschichtgefüge zurückgeführt. In Abbildung 34 sind sechs lichtmikroskopische Aufnahmen aus dem Rand- und Kernbereich der aufgekohlten und zweifach gehärteten Proben dargestellt. Darin zeigt sich bei allen drei Werkstoffen ein deutlicher Unterschied zwischen dem Randschichtgefüge und dem Kerngefüge. Das Randschichtgefüge weist neben Martensit auch Karbide auf. Der Restaustenit wird in den hellen Gefügebereichen (vgl. Abbildung 34, obere Reihe) vermutet.

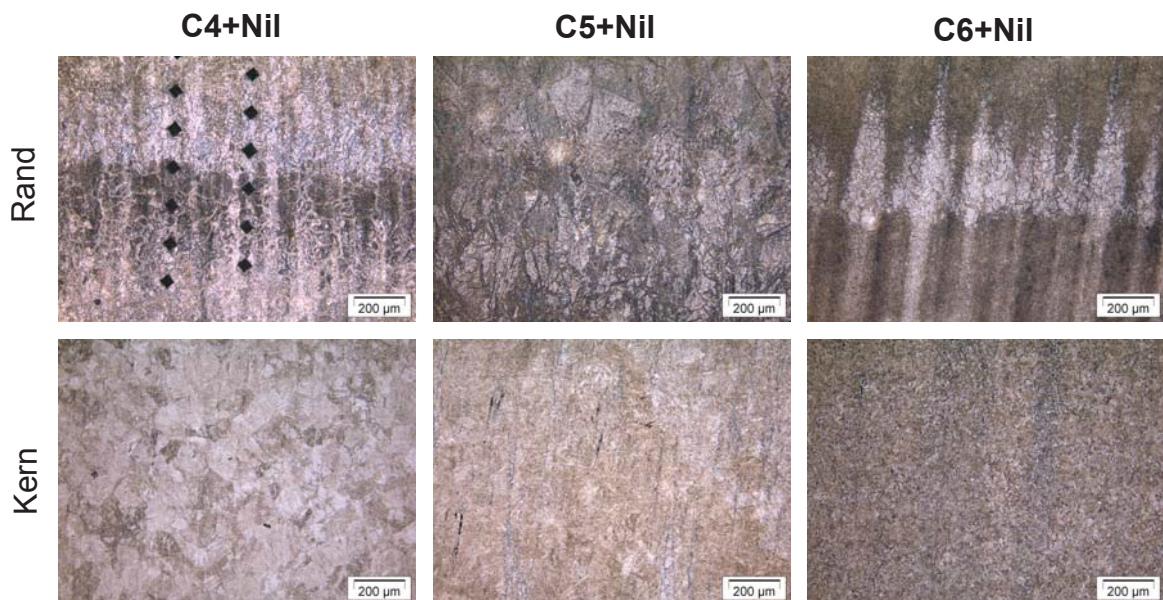


Abbildung 34: Lichtmikroskopische Aufnahmen aus der Randzone und dem Kernbereich der aufgekohlten und zweifach gehärteten Proben der drei Versuchslegierungen C4+NiI, C5+NiI und C6+NiI, Kalling II Ätzung.

Dieser Restaustenitanteil im Randschichtgefüge hängt mit der hohen Austenitisierungstemperatur von 1140°C zusammen. Aufgrund der höheren Austenitisierungstemperatur geht mehr Kohlenstoff in Lösung, sodass bei anschließender rascher Abkühlung die Martensitstarttemperatur zu niedrigeren Temperaturen verschoben wird. Da der Kohlenstoffgehalt im Randbereich deutlich höher ist, kommt es dort zu keiner vollständigen Umwandlung des Austenit in Martensit. Die Kernhärte liegt beim C4+NiI und C5+NiI mit etwa 55 HRC

(rund 600 HV) auf einem deutlich höheren Niveau als bei der Direkthärtung aus der Aufkohlwärme.

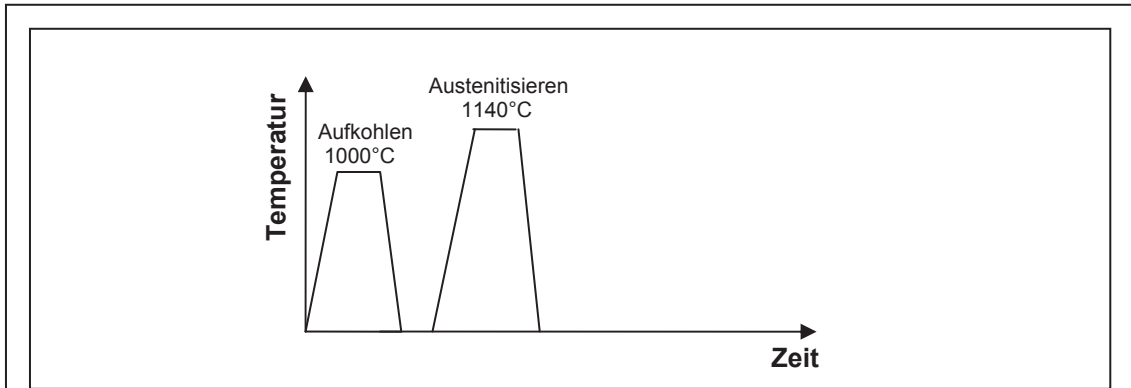


Bild 35a

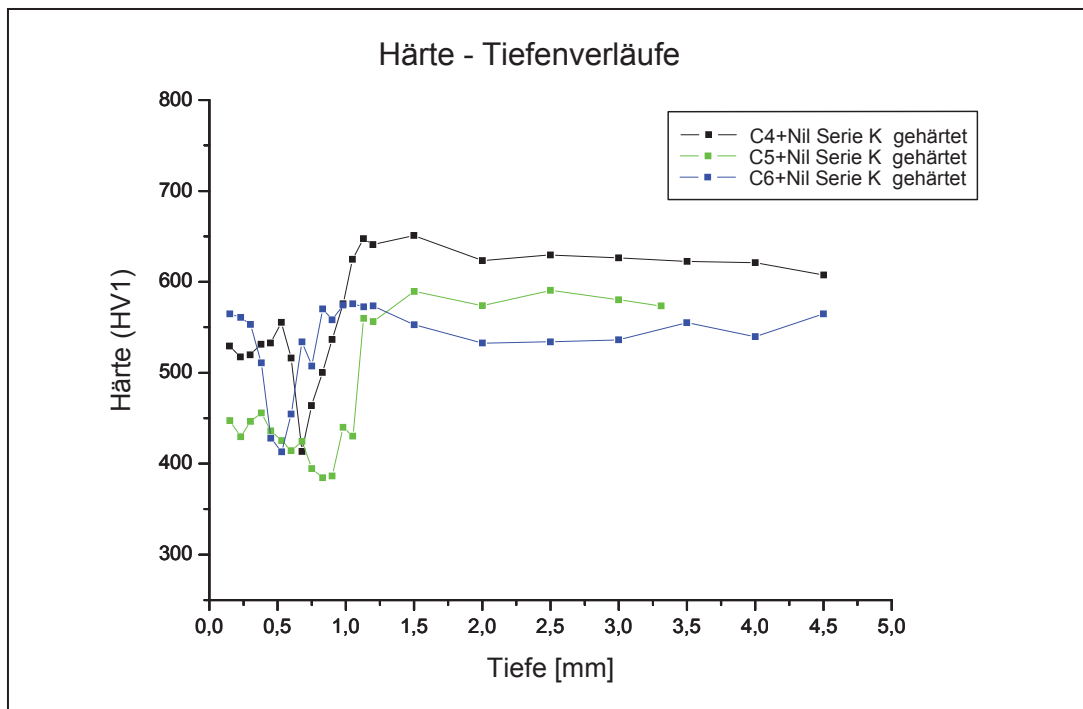


Bild 35b

Abbildung 35: Graphische Darstellung der an den Aufkohldummies des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil gemessenen Härte-Tiefenverläufe zum Zeitpunkt nach dem erneuten Härten- das Wärmebehandlungsschema gibt den Wärmebehandlungszustand der Proben an.

- a) Wärmebehandlungsschema
- b) Härte-Tiefenverläufe

In einem weiteren Wärmebehandlungsschritt wurden die aufgekohlten und gehärteten Proben des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil tiefgekühlt und danach je dreimal

bei einer Temperatur von 400°C angelassen, um den vermuteten Restaustenitanteil im Randschichtgefüge zu beseitigen und ein feines martensitisches Gefüge mit hoher Härte im Randbereich einzustellen. Nach dieser letzten Wärmebehandlungssequenz wurden jene Härte-Tiefenverläufe an den Proben des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil gemessen, die nun in Bild 36b dargestellt sind.

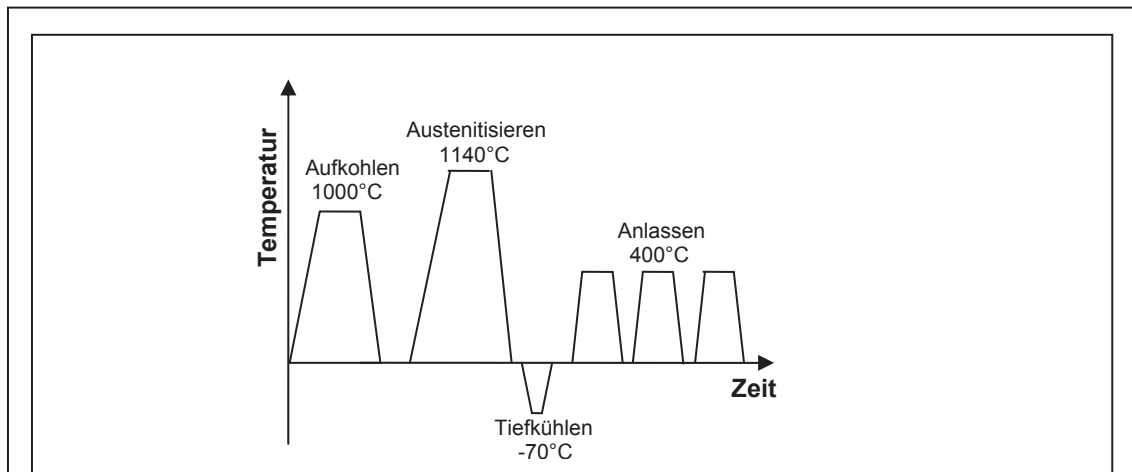


Bild 36a

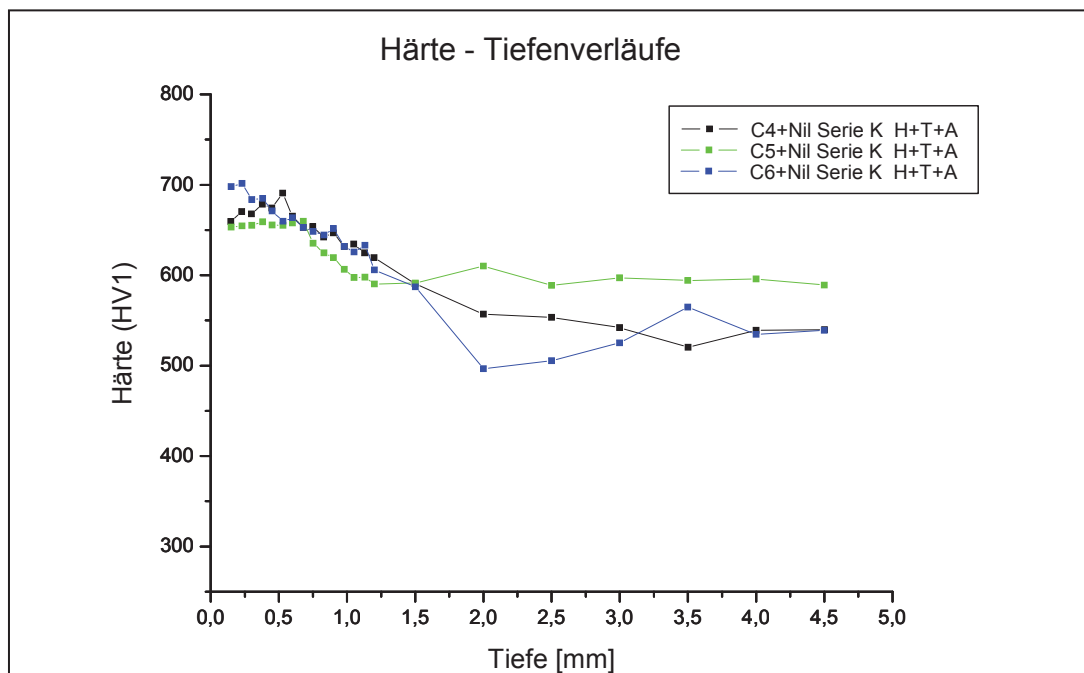


Bild 36b

Abbildung 36: Graphische Darstellung der an den Aufkohldummies des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil gemessenen Härte-Tiefenverläufe zum Zeitpunkt nach der letzten Anlassbehandlung- das Wärmebehandlungsschema gibt den Wärmebehandlungszustand der Proben an.

- a) Wärmebehandlungsschema
- b) Härte-Tiefenverläufe

Die Einhärtetiefe liegt bei allen drei Legierungen bei etwa 1,5 mm. Die Härtewerte im Randbereich pendeln zwischen 650 HV (C4+Nil und C5+Nil) und 700 HV (C6+Nil). Im Vergleich zu den direkt nach dem Aufkohlvorgang gemessenen Härte-Tiefenverläufen wird nun am Ende der Wärmebehandlungsabfolge ein deutlich kleinerer Härtegradient zwischen Rand und Kernbereich festgestellt. Der kleinere Härtegradient ist auf die höheren Kernhärtewerte bei allen drei Werkstoffen zurückzuführen, während die Härtewerte im Randschichtbereich auf etwa gleichem Niveau wie bei der Messung direkt nach der Aufkohlbehandlung liegen. Die Ursache für die höhere Kernhärte könnte mit dem Umstand zusammenhängen, dass bei einer erhöhten Austenitisierungstemperatur von 1140°C mehr Kohlenstoff in Lösung geht und sich in der Folge bei anschließender rascher Abkühlung ein hartes, kohlenstoffreiches martensitisches Gefüge im Kern einstellt. In Abbildung 37 sind sechs lichtmikroskopische Aufnahmen aus der Randzone sowie aus dem Kern der C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil Proben dargestellt, die nach der Aufkohlung ein zweites Mal gehärtet, tiefgekühlt und angelassen wurden.

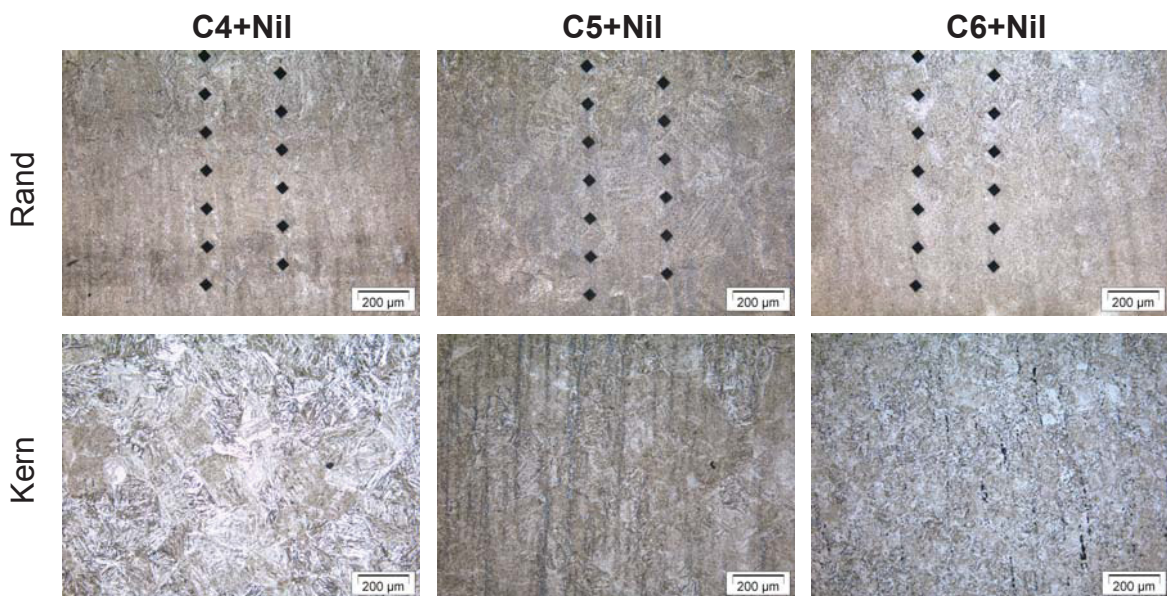


Abbildung 37: Lichtmikroskopische Aufnahmen aus der Randzone und dem Kern von C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil Proben, die nach der Aufkohlung erneut gehärtet, tiefgekühlt und angelassen wurden, Kalling II Ätzung.

Darin zeigt sich, dass der vermutete Restaustenitanteil im Randschichtgefüge durch die zusätzliche Tiefkühl- und Anlassbehandlung beseitigt werden konnte.

5.1.4 Zusammenfassung

Die entscheidenden Aussagen aller in Kapitel 5.1 durchgeführten Simulationen und Messungen können grob in vier Punkten zusammengefasst werden:

- Hoher Randkohlenstoffgehalt, gebunden in Karbiden
- Geringe Einhärtetiefe
- Hoher Gehalt an chromreichen M_7C_3 -Karbiden in der Randschicht
- Härte <60HRC

Die Ergebnisse der Aufkohlung nach den Prozessparametern der Serie K sind für die vorliegenden Werkstoffe noch nicht optimal. Aufgrund des hohen Karbidanteils an chromreichen M_7C_3 -Karbiden in der Randschicht ist vermutlich nach dem Aufkohlvorgang keine ausreichende Korrosionsträgheit der drei Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil mehr gegeben. Weiters konnte beim ersten Aufkohlversuch die erforderliche Mindesthärte von 60 HRC trotz mehrmaliger Wärmebehandlung in kaum einem Bereich der Randschicht eingestellt werden. Die Einhärtetiefe war mit 1,5 mm zu klein. Im Verlauf der weiteren Prozessführung bei der Niederdruckaufkohlung müssen also die Aufkohlparameter weiter optimiert werden, um eine in Lagern einsatzfähige Kombination von Werkstoff und Aufkohlen zu erreichen.

5.2 Aufkohlversuch II - Serie E

Das hohe Kohlenstoffangebot im Randbereich verursachte beim ersten Aufkohlversuch ein verstärktes Auftreten von chromreichen Karbidausscheidungen in der Randschicht, was einen Abfall in der Korrosionsträgheit der Werkstoffe C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil bedingt. Gleichzeitig war die erreichte Einhärtetiefe zu gering. Deshalb wurden beim zweiten Aufkohlversuch mehrere Veränderungen in der Wahl

der Prozessparameter vorgenommen, um die Eigenschaften der Randschicht zu optimieren. Durch eine Erhöhung der Kohlungetemperatur auf 1100°C und eine Verlängerung der Diffusionszeiten um 100% gegenüber der Serie K sollte der Randkohlenstoffgehalt stark abgesenkt und die Karbidbildung im Randbereich verringert werden. Die Auswirkungen dieser beiden Maßnahmen auf die Höhe des Randkohlenstoffgehalts wurden zunächst durch thermodynamische Simulationen mittels Dictra abgeschätzt. Aufgrund des laut Simulation immer noch zu hohen Kohlenstoffangebots am Rand wurde daher in einem weiteren Schritt noch zusätzlich die Dauer der Kohlungetpulse verkürzt, sodass die zweite Aufkohlung im Vakuumofen schließlich nach folgenden Prozessparametern durchgeführt wurde:

$2/10 + 1/10 + 1/20 + 1/30 + 1/180 + 1/440$	Prozesstemperatur: 1100°C
---	---------------------------

Die Serienbezeichnung für den zweiten Aufkohlversuch lautet Serie E.

5.2.1 Simulation

5.2.1.1 Berechnung der Kohlenstofftiefenprofile

Vor Beginn des zweiten Aufkohlungsversuchs wurden zuerst die Kohlenstofftiefenprofile des C4+Nil bei einer Temperatur von 1100°C berechnet, um die Einhärtetiefe und die Höhe des Randkohlenstoffgehalts bei der Niederdruckaufkohlung nach den Prozessparametern der Serie E abzuschätzen. Als Startwert wurde die Kohlenstoffaktivität auf den Wert eins gesetzt. Das Ergebnis der Kalkulation mit Dictra ist in Abbildung 38 graphisch dargestellt.

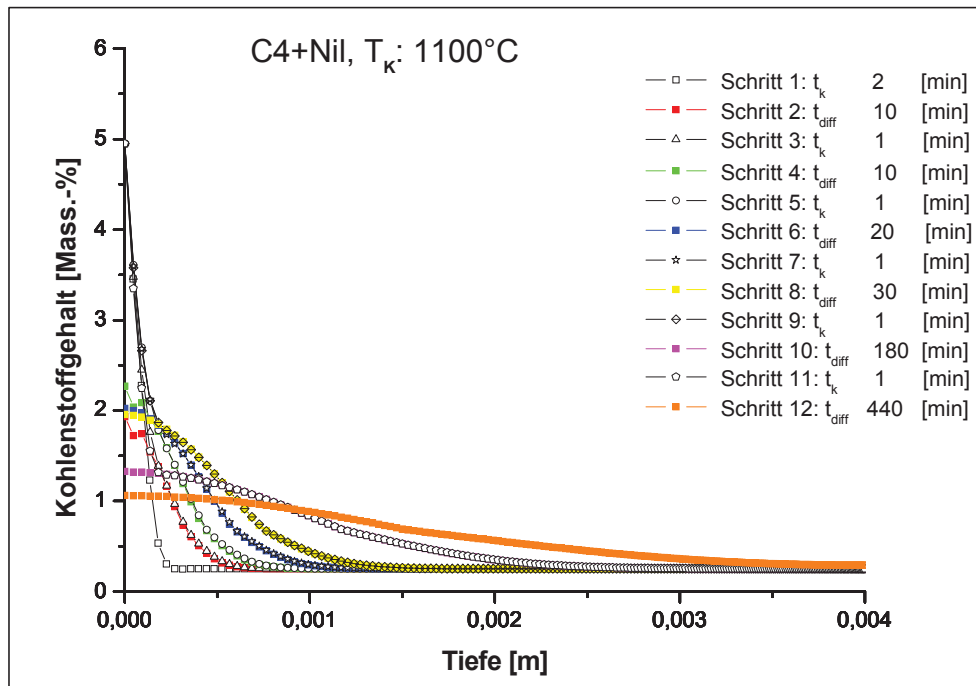


Abbildung 38: Berechnete Kohlenstofftiefenprofile des C4+Nil bei einer Temperatur von 1100°C und einer Kohlenstoffaktivität von 1.

Die Simulation sagt demnach für eine Aufkohlung mit den Prozessparametern der Serie E neben einer steigenden Aufkohlungstiefe einen deutlichen Abfall in der Höhe des Randkohlenstoffgehalts im Vergleich zur Serie K voraus. Dieser Umstand hängt zum einen mit der hohen Aufkohlungstemperatur von 1100°C zusammen. Durch die hohe Kohlungetemperatur wird die Eindiffusion der Kohlenstoffatome in den Stahl beschleunigt, sodass weniger Kohlenstoff am Rand angehäuft wird. Als Folge des rascheren Abtransports des Kohlenstoffs von der Oberfläche kommt es zu weniger Karbidausscheidungen im Randbereich und zu größeren erreichbaren Aufkohlungstiefen. Die Vermeidung einer zu starken Kohlenstoffanreicherung im Randbereich wird auf der anderen Seite auch durch eine Herabsetzung der Kohlungetmenge und durch eine Erhöhung der Diffusionszeit zwischen den Kohlungetperioden gefördert.

5.2.1.2 Berechnung der Phasentiefenprofile

Neben den Kohlenstofftiefenverläufen wurde gleichzeitig ein Phasentiefenprofil des C4+NiL für den letzten Diffusionsschritt erstellt, um eine grobe Abschätzung der Karbidmengen sowie eine Identifikation der auftretenden Karbidtypen vornehmen zu können. Abbildung 39 zeigt das bei einer Temperatur von 1100°C und bei einer Kohlenstoffaktivität von 1 berechnete Phasentiefenprofil des C4+NiL.

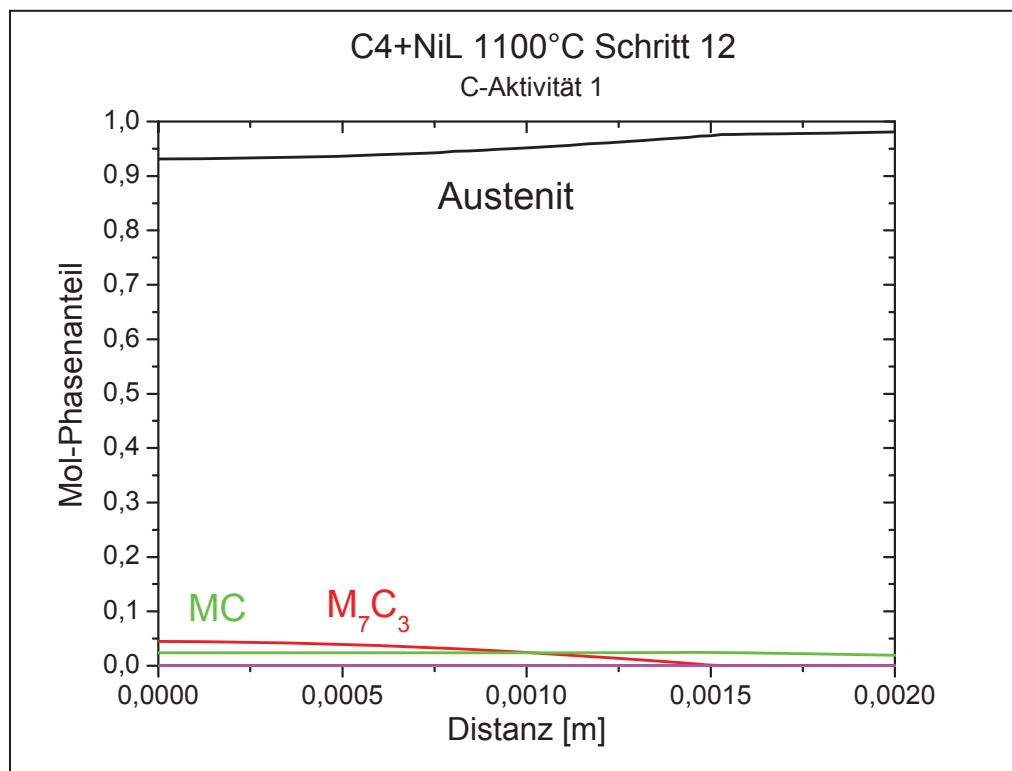


Abbildung 39: Berechnetes Phasentiefenprofil des C4+NiL bei einer Temperatur von 1100°C und einer Kohlenstoffaktivität von 1.

Demnach ist laut Dictra mit einem Auftreten von M₇C₃-Karbiden und MC-Karbiden in der Randschicht der aufgekohlten C4+NiL-Probe zu rechnen. Im Unterschied zum ersten Aufkohlversuch wird nun ein deutlich geringerer Anteil an chromreichen M₇C₃-Karbiden durch die Simulation vorhergesagt, während der MC-Karbidanteil etwa auf ein gleich hohes Niveau wie beim ersten Aufkohlungsversuch geschätzt wird (vgl. Abbildung 23). Diese deutliche Abnahme des M₇C₃-Karbidanteils in der Randschicht kann auf das kleinere Kohlenstoffangebot in der Randzone zurückgeführt werden, da beim zweiten Aufkohlungsversuch die Kohlmenge durch eine Reduktion der

Kohlungsperioden herabgesetzt wurde. Zusätzlich führt die höhere Prozesstemperatur bei der Serie E zu einem geringeren Kohlenstoffgehalt im Randbereich und damit zu weniger Karbidausscheidungen in der Randschicht. Aus Abbildung 39 ist weiters ersichtlich, dass der M_7C_3 -Karbidgehalt aufgrund des sinkenden Kohlenstoffangebots mit zunehmender Entfernung von der Oberfläche abnimmt. Im Gegensatz zu den M_7C_3 -Karbiden, die bei einer Tiefe von 1,5 mm der Randschicht verschwinden, bleibt der MC-Karbidgehalt bis in den Kernbereich auf konstant niedrigem Niveau bestehen.

5.2.2 Charakterisierung der Randschicht

5.2.2.1 Metallographische Charakterisierung

Die Untersuchung der Gefügeausbildung in der Randschicht erfolgte anhand von Querschliffen, die aus den Aufkohldummies der drei Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil angefertigt wurden. Bei allen drei Werkstoffen konnten keine Gefügeunterschiede zwischen Rand- und Kernbereich festgestellt werden, sodass die Vermutung nahe liegt, dass bei diesem Aufkohlversuch entweder nur eine sehr kleine oder überhaupt keine Aufkohlwirkung stattgefunden hat. In Abbildung 40 sind die Schlibfbilder einer C4+Nil Probe zu sehen, die nach den Prozessparametern der Serie E aufgekohlt wurde. Bild 40a stammt direkt aus der Randzone, Bild 40b aus einer Tiefe von 0,5 mm. Bild 40c zeigt einen Ausschnitt aus dem Kernbereich der Probe.



Abbildung 40: Lichtmikroskopische Aufnahmen im Randbereich und im Kern einer nach den Prozessparametern der Serie E aufgekohlten C4+Nil Probe, Kalling II Ätzung.

Das Randschichtgefüge scheint demnach von der Aufkohlung unbeeinflusst zu sein. Somit stimmen in diesem Fall die viel versprechenden Ergebnisse aus der Simulation mit den realen Verhältnissen im Werkstoff nicht überein.

Eine mögliche Ursache für die mangelnde Aufkohlwirkung beim zweiten Aufkohlversuch könnte in den rigiden Maßnahmen der Prozessführung zur Verringerung des Randkohlenstoffgehalts liegen. Aufgrund der starken Reduktion der Kohlungsperioden könnte das Kohlenstoffangebot an der Grenzfläche zwischen Gas und Werkstoff so stark gesunken sein, dass nur eine minimale Eindiffusion von Kohlenstoff in den Stahl stattgefunden hat.

Eine andere mögliche Erklärung für das nicht vorhandene Aufkohlverhalten beim zweiten Aufkohlungsversuch könnte in der Ausbildung einer dichten Cr_xO_y -Schicht an der Werkstoffoberfläche liegen, die bei der Simulation nicht berücksichtigt wird. Bei eventuellen Lufteinschlüssen in der Vakuumatmosphäre reagieren Chromatome mit den Sauerstoffatomen aus der Luft und bilden eine festhaftende, undurchlässige Oxidschicht auf der Stahloberfläche. Gegen diese Theorie einer Oxidschichtbildung spricht jedoch die Arbeit von *Yin* [47], in der das Aufkohlverhalten des rostfreien Stahls 310SS (310 stainless steel) in einem Gasgemisch aus CH_4/H_2 untersucht wird. Bei Aufkohlungstemperaturen im Bereich von 800-1000°C bildet sich nach *Yin* eine schützende Oxidschicht auf der Werkstoffoberfläche, die die Eindiffusion des Kohlenstoffs stark behindert. Ab Temperaturen von 1000°C sinkt jedoch der Sauerstoffpartialdruck in der Gasatmosphäre unter den Wert des Dissoziationsdrucks des Chromoxides (Cr_2O_3) ab. Die Chromoxidschicht wird thermodynamisch instabil und löst sich auf. Bei Aufkohlungstemperaturen über 1000°C bildet sich bevorzugt eine thermodynamisch stabile Chromkarbidschicht (Cr_7C_3 oder Cr_3C_2) auf der Metalloberfläche aus, die eine Eindiffusion des Kohlenstoffs in das Material ermöglicht [47].

Eine weitere Ursache für die fehlende Aufkohlwirkung bei einer Karburierung nach den Prozessparametern der Serie E könnte in der Gaskinetik des Aufkohlvorgangs zu suchen sein. Im Kapitel 3.3.6 ist speziell auf die zahlreichen, sehr komplexen, chemischen Oberflächenreaktionen eingegangen worden, die während des Aufkohlvorgangs in einem Gemisch aus CH_4/H_2 in der Gasphase und an der Metalloberfläche ablaufen. Eine entscheidende Rolle für die Aufkohlwirkung des

Gases spielt das Ad- und Desorptionsverhalten der Gasmoleküle, das neben dem Gasdruck vor allem auch von der Aufkohlungstemperatur beeinflusst wird. Nach Gleichung (14) nimmt die Adsorptionsrate, also die Anzahl der Teilchen, die pro Zeit- und Flächeneinheit auf einer Metalloberfläche adsorbiert werden, mit zunehmender Temperatur ab. Die Abnahme der Adsorptionsrate mit steigender Temperatur hängt vermutlich mit der mittleren Verweildauer der Gasmoleküle auf der Metalloberfläche zusammen. Aufgrund ihrer größeren kinetischen Energie bleiben die Gasmoleküle bei höheren Aufkohlungstemperaturen weniger lange auf der Metalloberfläche haften als bei niedrigeren Aufkohlungstemperaturen (vgl. Formel 15). Je mehr und je schneller bereits adsorbierte Gasmoleküle von der Metalloberfläche wieder desorbiert werden, desto geringer wird der Aufspaltungsgrad und in weiterer Folge die Kohlenstoffmenge sein, die für eine Eindiffusion in den Stahl zur Verfügung steht. Demnach könnte also eine Erhöhung der Aufkohlungstemperatur von 1000°C auf 1100°C der Grund dafür sein, dass beim zweiten Aufkohlversuch keine Aufkohlwirkung erzielt werden konnte.

Neben der Gefügeuntersuchung wurde gleichzeitig eine Bestimmung der mittleren Korngröße an der C4+Nil Probe vorgenommen, um den Einfluss der hohen Aufkohlungstemperatur von 1100°C auf das Kornwachstum zu untersuchen. Die Messung der mittleren Korngröße mit Hilfe des Softwarepakets Analysis lieferte für den C4+Nil folgende Ergebnisse:

Tabelle 11: Mittlere Korngröße, gemessen in 0,5 mm Tiefe der aufgekohlten C4+Nil Probe.

Tiefe [mm]	Mittlere Korngröße [μm]	Standardabweichung [μm]
0,5	35,30	$\pm 26,74$
0,5	57,52	$\pm 26,87$
0,5	62,81	$\pm 31,39$

Es ist also ein geringfügiger Anstieg der mittleren Korngröße mit einer Erhöhung der Kohlungstemperatur auf 1100°C verbunden. Diese Zunahme entspricht den Erwartungen. Eine „Kornexplosion“ konnte jedoch in keinem Bereich der Probe festgestellt werden.

5.2.2.2 Karbidmengenbestimmung

Eine genaue Analyse der auftretenden Karbidtypen in den drei Versuchslegierungen C4+NiI, C5+NiI und C6+NiI erfolgte mit Hilfe der Rasterelektronenmikroskopie. Dabei konnten keine M_7C_3 -Karbide mehr nachgewiesen werden. Dieses Ergebnis unterscheidet sich somit deutlich von jenem der Simulation. In der Berechnung wurde nur eine Abnahme der Konzentration, aber keine vollständige Auflösung der chromreichen M_7C_3 -Karbide in der Randzone bei einer Kohlungstemperatur von 1100°C vorhergesagt. Die Bestimmung der Karbidmengen erfolgte an vier REM-Aufnahmen, die in unterschiedlicher Tiefe der aufgekohlten C4+NiI Probe aufgenommen wurden und in Abbildung 41 dargestellt sind. Bild 41a stammt direkt aus der Randzone, Bild 41b und 41c geben einen Ausschnitt aus einer Tiefe von 500 und 1000 μm wieder, Bild 41d zeigt den Karbidgehalt im Kern. Die dunklen Bereiche sind die MC-Karbidausscheidungen.

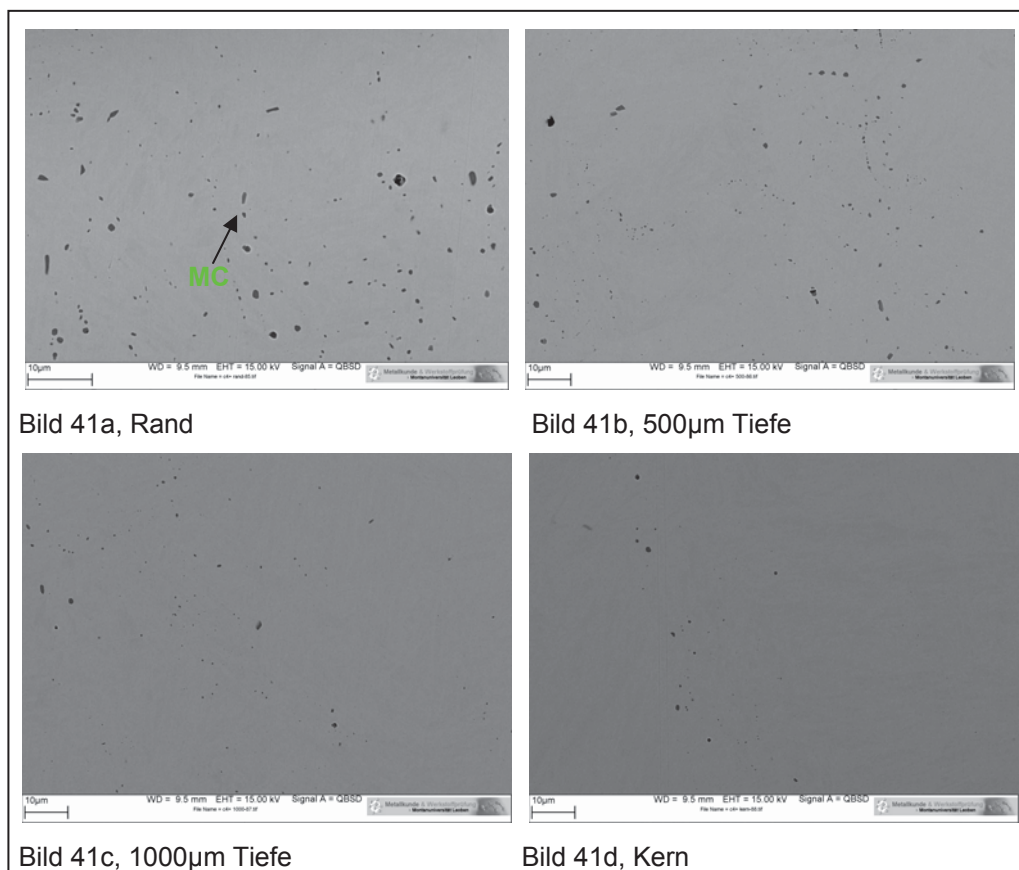


Abbildung 41: REM-Aufnahmen einer aufgekohlten C4+NiI Probe aus unterschiedlichen Tiefen der Probe – a) Rand b) 500 μm Tiefe c) 1000 μm Tiefe d) Kern

Die Berechnung der einzelnen Karbidmengen mit Hilfe des Softwarepakets Analysis lieferte für die in Abbildung 41 dargestellten REM-Bilder folgende Ergebnisse:

Tabelle 12: Karbidanteile an M_7C_3 - und MC-Karbidem im Randbereich und im Kern der C4+Nil Probe

	Tiefe [μm]	Volumenanteil M_7C_3 [%]	Volumenanteil MC [%]
Bild 41a	Rand	0	1,42
Bild 41b	500	0	0,76
Bild 41c	1000	0	0,26
Bild 41d	Kern	0	0,25

Erwartungsgemäß nimmt der Anteil der MC-Karbidem vom Rand zum Kern hin ab. Diese Abnahme des MC-Karbidanteils lässt darauf schließen, dass eine minimale Aufkohlung im Randbereich stattgefunden hat. Das Kohlenstoffangebot im Randbereich war aber für die Bildung von M_7C_3 -Karbidem anscheinend zu gering. Aufgrund des geringen Karbidanteils sind bei einer Aufkohlung nach den Prozessparametern der Serie E somit keine negativen Auswirkungen auf die Korrosionsträgheit für den C4+Nil zu erwarten. Aufgrund des höheren Basiskohlenstoffgehalts und des höheren Chrom- beziehungsweise Vanadinegehalts wird bei den Werkstoffen C5+Nil und C6+Nil ein höherer Karbidanteil im Randschichtgefüge erwartet. Ein bildanalytischer Beweis für diese Vermutung fehlt aber, da wegen der schwachen Aufkohlwirkung keine weiteren REM-Analysen an den Proben des C5+Nil und C6+Nil durchgeführt wurden.

5.2.2.3 Härte-Tiefenverläufe

In einem weiteren Schritt wurden die Härte-Tiefenverläufe an den aufgekohlten Proben des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil bestimmt. Die Ergebnisse der Härtemessung sind in Abbildung 42b graphisch dargestellt. Die erforderliche Mindesthärte von 60 HRC oder 718HV wurde von keinem der drei Werkstoffe erreicht. Weiters konnte bei allen drei Legierungen kein gravierender Härteunterschied zwischen Rand- und

Kernbereich festgestellt werden. Dies ist ein weiteres Indiz dafür, dass bei diesen Prozessparametern nur eine minimale Aufkohlung stattgefunden hat.

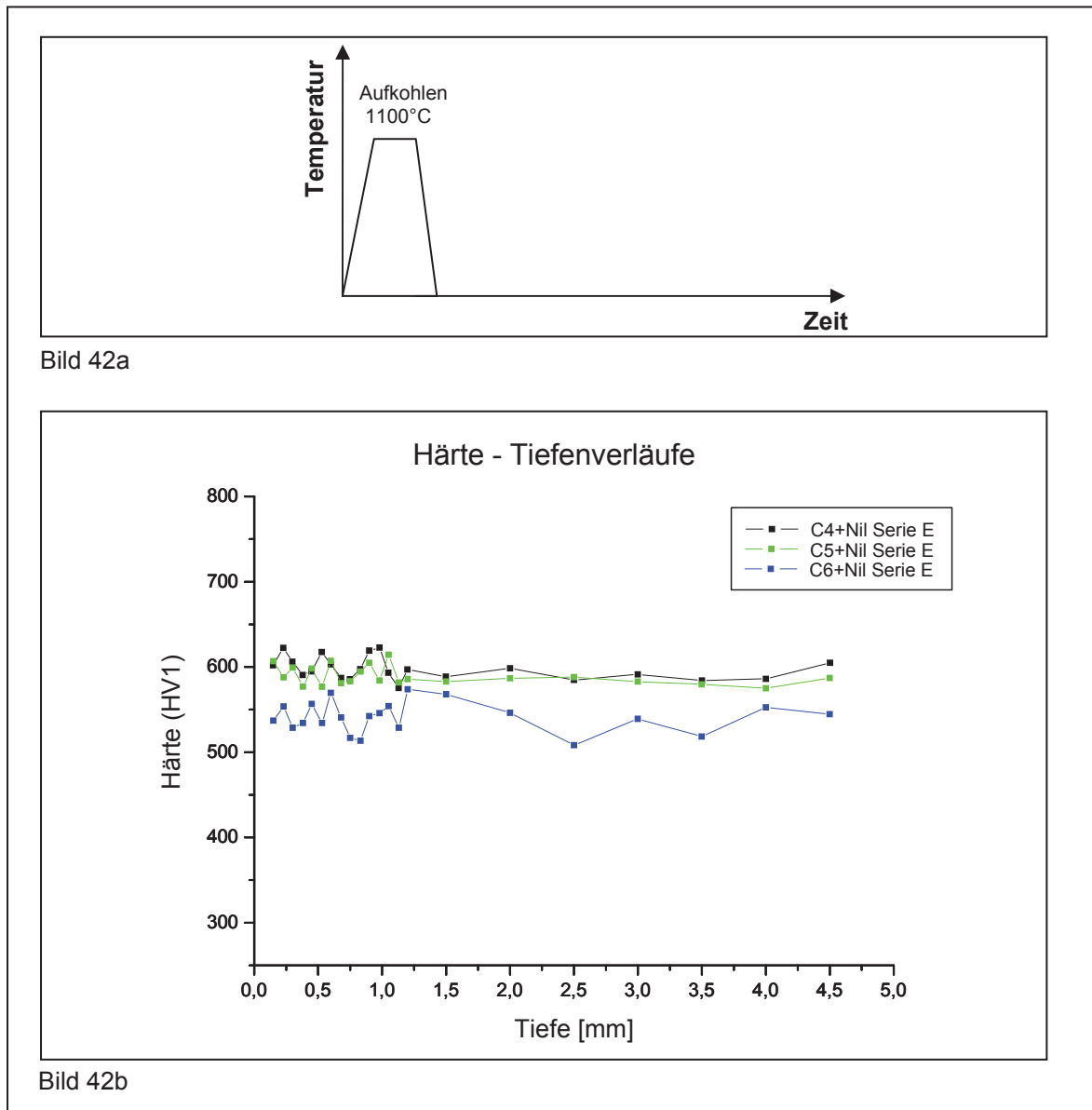


Abbildung 42: Graphische Darstellung der an den Aufkohldummies des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil gemessenen Härte-Tiefenverläufe zum Zeitpunkt nach der Aufkohlung - das Wärmebehandlungsschema gibt den Wärmebehandlungszustand der Proben an.

- a) Wärmebehandlungsschema
- b) Härte-Tiefenverläufe

5.2.3 Zusammenfassung

Die entscheidenden Aussagen aller in Kapitel 5.2 „Aufkohlversuch II - Serie E“ durchgeführten Simulationen und Messungen können grob in fünf Punkten zusammengefasst werden:

- Sehr geringe Aufkohlwirkung
- Geringfügiger Anstieg der mittleren Korngröße
- Sehr niedriger Karbidgehalt
- Härte $\ll 60\text{HRC}$
- Große Differenzen zwischen Simulation und Messung

Der Aufkohlversuch nach den Prozessparametern der Serie E brachte nicht die gewünschten Ergebnisse mit sich. Obwohl die Simulationen mit Dictra viel versprechende Einhärtetiefen und Randkohlenstoffgehalte vorhersagten, blieb die Aufkohlwirkung während des gesamten Aufkohlvorgangs minimal. Damit scheidet diese Aufkohlungsvariante nach den Prozessparametern der Serie E trotz der sich einstellenden günstigen Karbidverteilung im Rand- und Kernbereich der Proben für eine zukünftige Anwendung in der Praxis aus. Zusätzlich konnte bei keinem der drei Werkstoffe C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil eine Härte von 60 HRC im Randbereich eingestellt werden, die für den Einsatz als Lagerwerkstoff in Flugzeugtriebwerken erforderlich wäre. Diese Ergebnisse des zweiten Aufkohlversuchs zeigen also, dass weiterhin großer Handlungsbedarf in der Prozessführung besteht, um im Zuge einer Niederdruckaufkohlung eine Randschicht mit zufrieden stellenden mechanischen und chemischen Eigenschaften bei den Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil einzustellen.

5.3 Aufkohlversuch III - Serie F

Der dritte Aufkohlversuch wurde nach den Prozessparametern der Serie F durchgeführt. Die Serie F wurde zeitgleich mit der Serie E als Reaktion auf die vielen

Karbidausscheidungen in der Randschicht und der geringen Einhärtetiefe nach dem ersten Aufkohlungsversuch (Serie K) entwickelt. Sie stellt im Vergleich zur Serie E eine verschärfte Abwandlung dar, da die Diffusionszeit noch stärker erhöht und die Kohlungsmenge über die Anzahl und Dauer der Kohlungspulse noch stärker verringert wurde verglichen mit der Serie E. Grundsätzlich aber liefen die vorgenommenen Änderungen in der Wahl der Prozessparameter bei den Serien E und F in die gleiche Richtung. Deshalb ist es auch nicht weiter verwunderlich, dass sehr große Ähnlichkeiten in den Ergebnissen des zweiten und dritten Aufkohlungsversuchs bestehen. Da bei dieser Aufkohlungsvariante nach den Prozessparametern der Serie F keine neuen Erkenntnisse für den weiteren Verlauf der Prozessführung bei der Niederdruckaufkohlung gewonnen werden konnten, wird auf eine detaillierte Auflistung der Simulations- und Messergebnisse verzichtet und im folgenden nur eine kurze Zusammenfassung der wichtigsten Prozess- Daten und Aussagen gegeben:

Der dritte Aufkohlversuch wurde nach den Prozessparametern der Serie F durchgeführt, die folgendermaßen lauten:

$1/60 + 1/120 + 1/240 + 1/480$	Prozesstemperatur: 1100°C
--------------------------------	---------------------------

Die wichtigsten Aussagen aller durchgeführten Simulationen und Messungen können grob in fünf Punkten zusammengefasst werden:

- Sehr geringe Aufkohlwirkung
- Anstieg der mittleren Korngröße
- Sehr niedriger Karbidgehalt
- Härte $\ll 60\text{HRC}$
- Große Differenzen zwischen Simulation und Messung

Im Vergleich zum zweiten Aufkohlversuch nach den Prozessparametern der Serie E wurde ein stärkerer Anstieg der mittleren Korngröße im Randschichtgefüge der C4+NiI Probe festgestellt. Die Messergebnisse sind in Tabelle 13 aufgelistet:

Tabelle 13: Mittlere Korngröße, gemessen in 0,5 mm Tiefe der aufgekohlten C4+Nil Probe.

Tiefe [mm]	Mittlere Korngröße [μm]	Standardabweichung [μm]
0,5	100,14	$\pm 53,92$
0,5	54,80	$\pm 35,95$
0,5	43,83	$\pm 18,23$

Das stärkere Kornwachstum wird auf die deutlich längeren Diffusionszyklen beim dritten Aufkohlversuch zurückgeführt.

Im Allgemeinen scheidet die Aufkohlungsvariante nach den Prozessparametern der Serie F für eine zukünftige Anwendung in der Praxis aufgrund der minimalen Aufkohlwirkung während des gesamten Aufkohlvorgangs aus. Bei allen drei Werkstoffen konnte im Zuge dieser Aufkohlbehandlung keine viel versprechende Randschicht mit ausreichend guten mechanischen Eigenschaften eingestellt werden, sodass neuerliche Veränderungen in der Prozessführung unumgänglich sind.

5.4 Aufkohlversuch IV - Serie G

Die Ergebnisse der Aufkohlversuche zwei und drei führten aufgrund der mangelnden Aufkohlwirkung zu der Annahme, dass während der gesamten Prozessdauer nicht genügend Kohlenstoff für die Eindiffusion in den Werkstoff an der Grenzfläche zwischen Probe und Gas zur Verfügung stand. Zur weiteren Optimierung des Aufkohlverhaltens der drei potentiellen Lagerwerkstoffe C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil wurden deshalb in einem weiteren Schritt der Prozessführung bei der Niederdruckaufkohlung die Prozessparameter der Serie G entwickelt, anhand derer der vierte Aufkohlungsversuch eingetaktet wurde. Sie lauten folgendermaßen:

$6/5 + 3/5 + 3/10 + 3/15 + 3/90 + 3/220$
--

Prozesstemperatur: 1100°C

Die Serie G ist eine Abwandlung der Serie K und unterscheidet sich von dieser in der Höhe der Aufkohlungstemperatur. Ein Anstieg des Kohlenstoffgehalts an der Grenzfläche von Probe und Gas wird in Bezug auf die Serien E und F über eine Erhöhung der Anzahl (nur bei Serie F) und Dauer der Kohlungspulse, beziehungsweise über eine Verkürzung der Diffusionszyklen zu erreichen versucht. Die höhere Prozesstemperatur soll eine rasche Eindiffusion des Kohlenstoffs in den Werkstoff gewährleisten.

Bei der Serie K traten starke Karbidausscheidungen im Randschichtgefüge als Folge eines zu großen Kohlenstoffangebots an der Grenzfläche zwischen Probe und Gas auf, was zu einer Absenkung des Chromgehalts in der Matrix führt. Die höhere Prozesstemperatur von 1100°C im Falle der Serie G sollte sowohl für einen rascheren Abtransport des Kohlenstoffs von der Werkstoffoberfläche als auch für größere Einhärtetiefen wegen der höheren Diffusionsgeschwindigkeit des Kohlenstoffs bei der höheren Aufkohlungstemperatur von 1100°C sorgen. Je weniger Kohlenstoff im oberflächennahen Bereich angehäuft wird, desto geringer fällt der Anteil der Karbidausscheidungen in der Randschicht aus.

5.4.1 Simulation

5.4.1.1 Berechnung der Kohlenstofftiefenprofile

Vor Beginn des Aufkohlversuchs wurden zunächst die Kohlenstofftiefenprofile des C4+Ni bei einer Temperatur von 1100°C und einer Kohlenstoffaktivität von 1 berechnet. Das Ergebnis dieser Kalkulation ist in Abbildung 43 graphisch dargestellt.

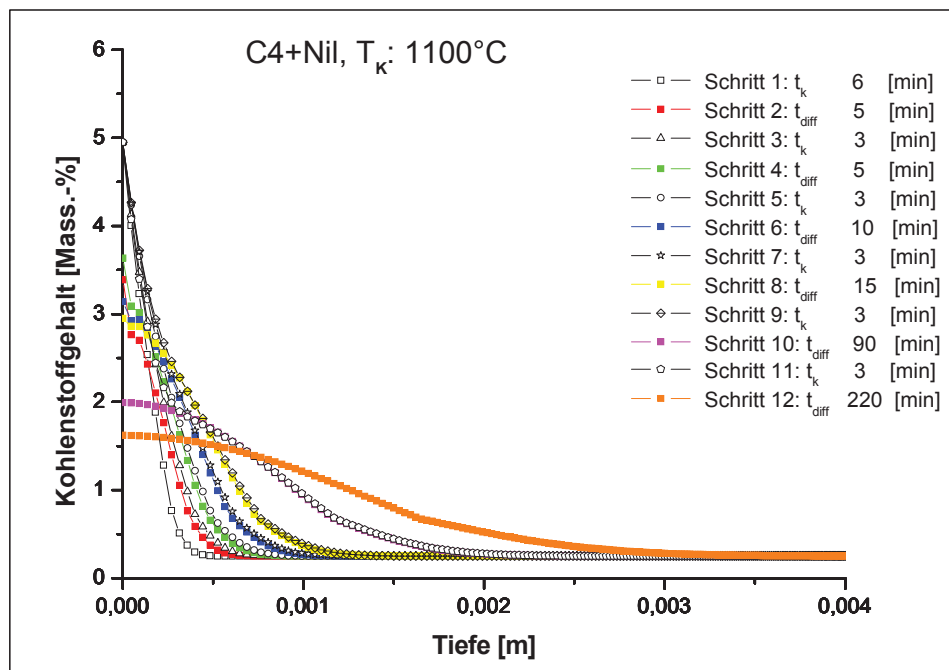


Abbildung 43: Berechnete Kohlenstofftiefenprofile des C4+Ni bei einer Temperatur von 1100°C und einer Kohlenstoffaktivität von 1.

Demnach sagt die Simulation für eine Aufkohlung nach den Prozessparametern der Serie G eine Aufkohlungstiefe von rund 3 mm voraus. Ein direkter Vergleich mit dem bei 1000°C berechneten Kohlenstofftiefenprofil des C4+Ni in Kapitel 5.1.1.1 - Abbildung 19 zeigt, dass dies in etwa einer Verdopplung entspricht. Eine Erhöhung der Aufkohltemperatur um 100°C führt also laut Dictra zu einer deutlich höheren Aufkohlungstiefe. Der Randkohlenstoffgehalt befindet sich bei beiden Berechnungen auf circa gleich hohem Niveau.

Eine GDOES-Messung an einer nach den Prozessparametern der Serie G aufgekohlten C4+Ni Probe lieferte das in Kapitel 5.4.2 - Abbildung 47 rot dargestellte reale Kohlenstofftiefenprofil. Die Messung ergab deutlich höhere Kohlenstoffgehalte im Randbereich als im Kern, sodass bei diesem Aufkohlversuch mit Sicherheit eine Aufkohlwirkung stattgefunden hat. Nach Durchführung mehrerer Berechnungen mit unterschiedlichen Aktivitäten konnte schließlich bei einer Kohlenstoffaktivität von 0,2 eine Übereinstimmung der Ergebnisse von Simulation und Messung erzielt werden.

In Abbildung 44 sind die simulierten Kohlenstofftiefenprofile bei einer Temperatur von 1100°C und einer Kohlenstoffaktivität von 0,2 zum Vergleich dargestellt.

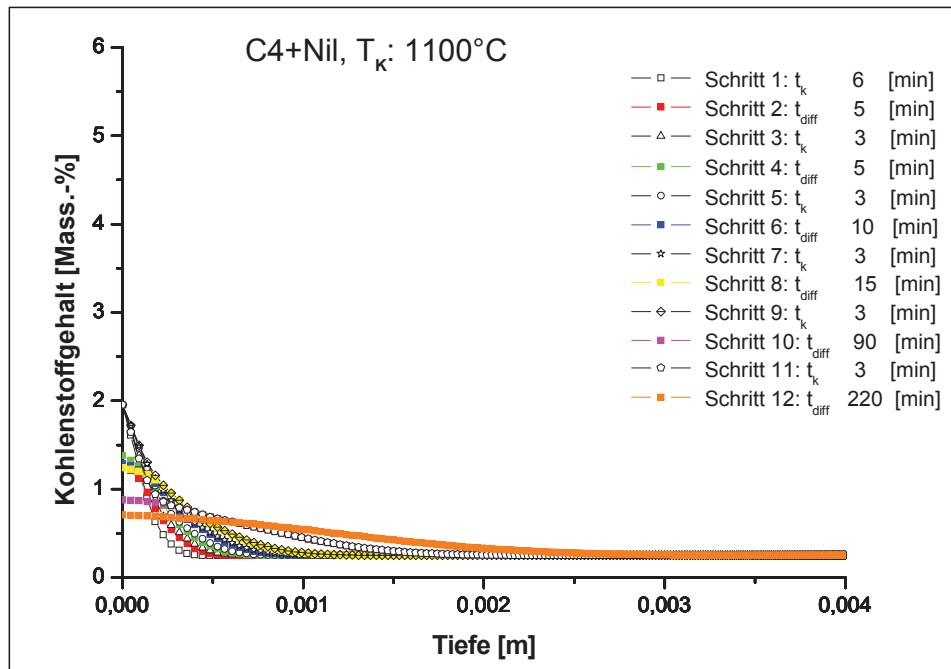


Abbildung 44: Berechnete Kohlenstofftiefenprofile des C4+Nil bei einer Temperatur von 1100°C und einer Kohlenstoffaktivität von 0,2.

Darin wird wiederum eine Aufkohlungstiefe von rund 3 mm vorhergesagt. Der Randkohlenstoffgehalt wird jedoch mit etwa 0,8 Mass.-% deutlich niedriger eingeschätzt als bei der Simulation mit der Kohlenstoffaktivität 1. Ein Randkohlenstoffgehalt von 0,8 Mass.-% entspricht dem durchschnittlichen Kohlenstoffgehalt der durchhärtbaren Stahlqualität C4+. Aufgrund dieser viel versprechenden Daten aus dem Kohlenstofftiefenprofil wurde ein günstiges Aufkohlergebnis im Hinblick auf die Karbidverteilung in der Randschicht und auf die Einhärtetiefe bei einer Aufkohlung nach den Prozessparametern der Serie G erwartet.

5.4.1.2 Berechnung der Phasentiefenprofile

Gleichzeitig wurden die Phasentiefenprofile des C4+NiL bei einer Temperatur von 1100°C und einer Kohlenstoffaktivität von 1 beziehungsweise 0,2 für den letzten Diffusionsschritt berechnet. Die Ergebnisse der beiden Kalkulationen sind in den Abbildungen 45 und 46 graphisch dargestellt.

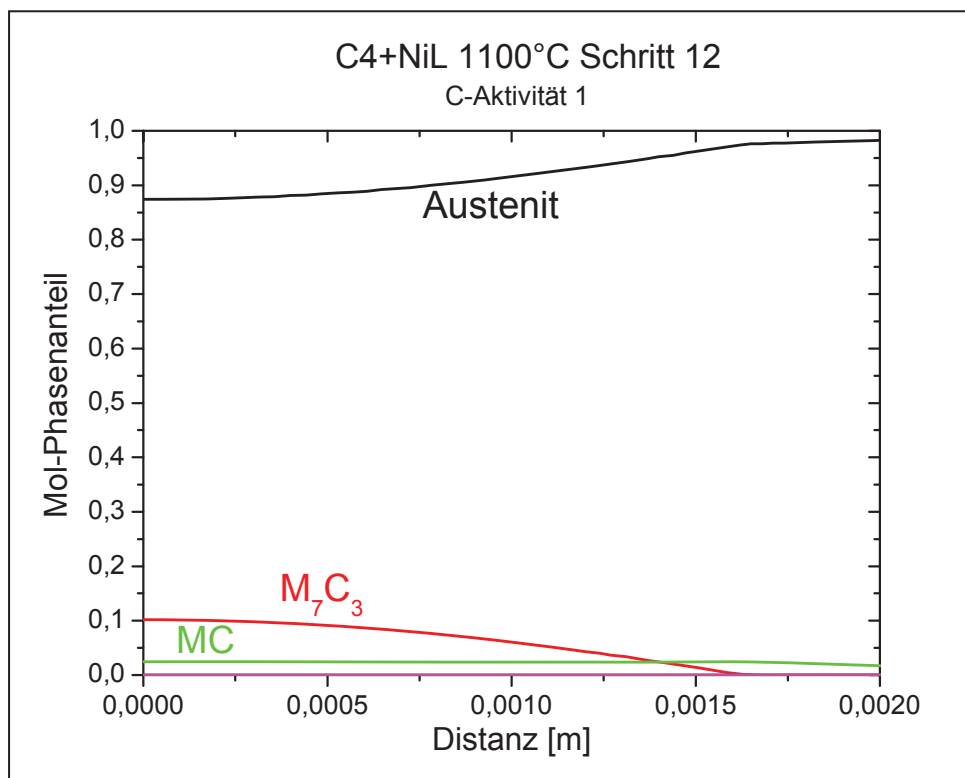


Abbildung 45: Berechnetes Phasentiefenprofil des C4+NiL bei einer Temperatur von 1100°C und einer Kohlenstoffaktivität von 1.

Im Unterschied zur ersten Aufkohlung nach den Prozessparametern der Serie K wird nun in diesem Fall bei der Simulation mit der Kohlenstoffaktivität 1 ein Auftreten der chromreichen M₇C₃-Karbide bis in eine Tiefe von rund 1,6 mm der Randschicht vorhergesagt. Dagegen soll der MC-Karbidanteil von einer Temperaturerhöhung um 100°C nahezu unbeeinflusst bleiben und bis zu einer Tiefe von 2 mm der Randschicht nahezu konstant verlaufen. Der Gesamtkarbidanteil an M₇C₃- und MC-Karbiden in der Randzone wird von Dictra auf etwa 12% geschätzt und liegt damit in

ähnlicher Größenordnung wie bei der Kalkulation vor dem ersten Aufkohlungsversuch (vgl. Abbildung 23).

Durch eine GDOES-Messung, die nach der Aufkohlung durchgeführt wurde, konnte schließlich eine Anpassung der Kohlenstoffaktivität auf den Wert 0,2 vorgenommen werden. In Abbildung 46 ist das simulierte Phasentiefenprofil des C4+NiL bei einer Temperatur von 1100°C und einer Kohlenstoffaktivität von 0,2 zum Vergleich dargestellt. Darin wird kein M_7C_3 -Karbidanteil im Randbereich mehr ausgegeben. Der MC-Karbidanteil bewegt sich konstant auf etwa gleich niedrigem Level wie bei der Simulation zuvor mit der Kohlenstoffaktivität 1.

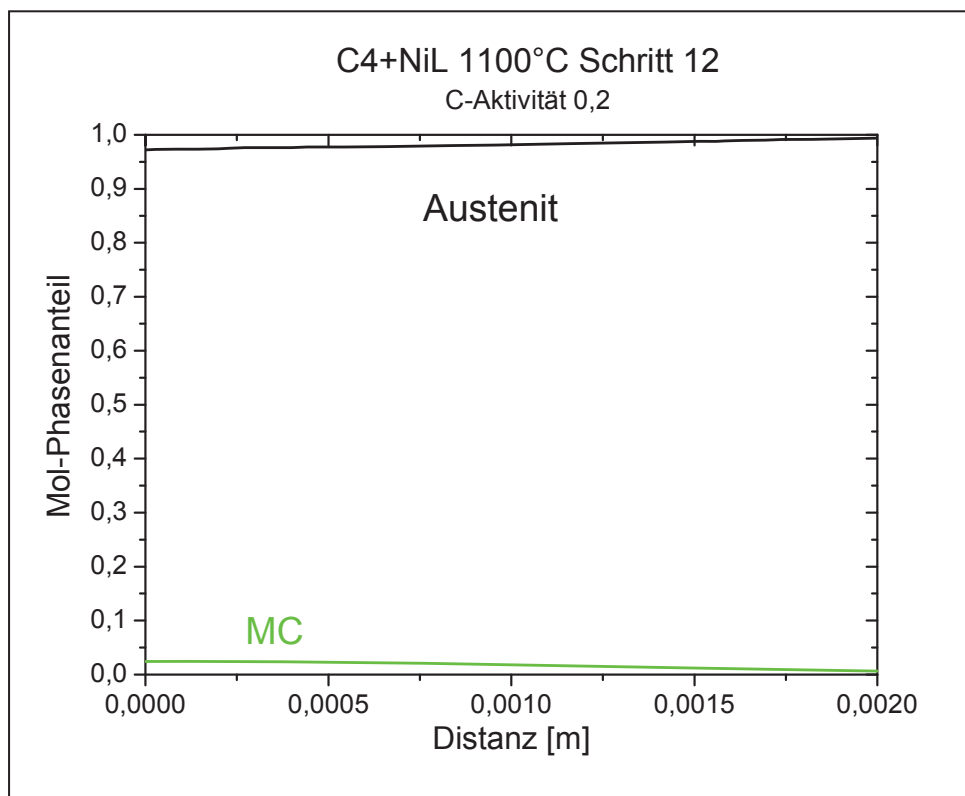


Abbildung 46: Berechnetes Phasentiefenprofil des C4+NiL bei einer Temperatur von 1100°C und einer Kohlenstoffaktivität von 0,2.

5.4.2 Vergleich von GDOES-Messung und Simulation

Eine GDOES-Messung an der nach den Prozessparametern der Serie G aufgekohlten C4+Nil Probe lieferte das in Abbildung 47 rot dargestellte Kohlenstofftiefenprofil.

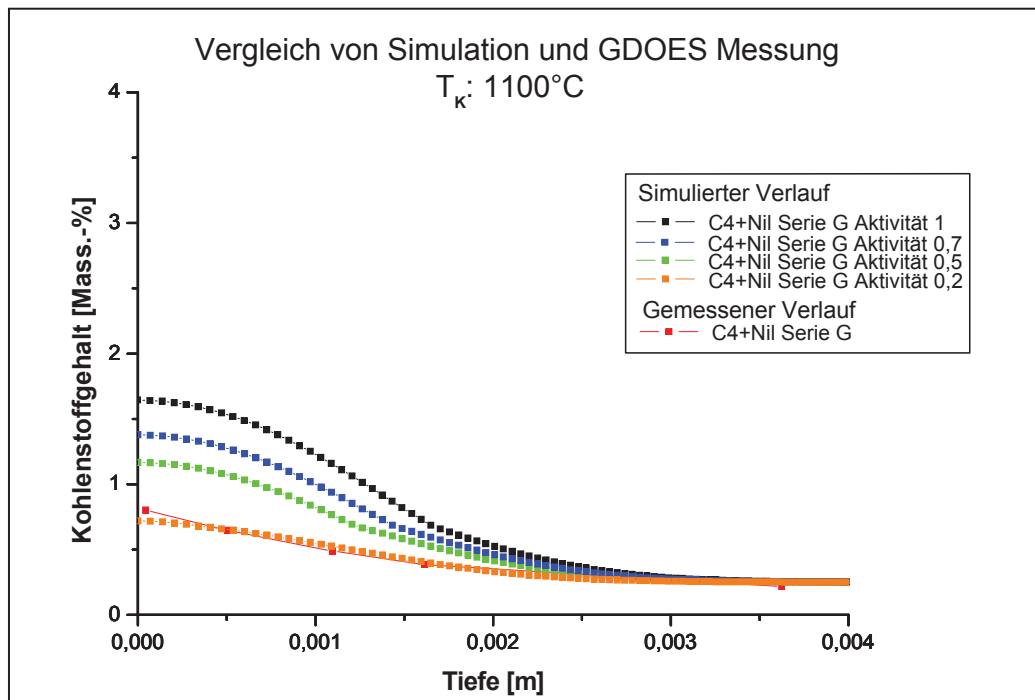


Abbildung 47: Vergleich des realen mit mehreren simulierten Kohlenstofftiefenprofilen des C4+Nil bei einer Prozesstemperatur von 1100°C und unterschiedlichen Kohlenstoffaktivitäten von 1, 0,7, 0,5 und 0,2.

Demnach ist der Kohlenstoffgehalt am Rand mit rund 0,8 Mass.-% am höchsten und nimmt mit zunehmender Entfernung von der Oberfläche kontinuierlich ab, bis der Kernkohlenstoffgehalt des C4+Nil von 0,25 Mass.-% in einer Tiefe von rund 3 mm erreicht wird. Wie bereits vorher erwähnt, ist die beste Übereinstimmung des realen Kohlenstofftiefenprofils mit der Simulation bei einer gewählten Kohlenstoffaktivität von 0,2 gegeben (vgl. Abbildung 47). Der Kohlenstoffgehalt im Randbereich wird in der Berechnung mit der Kohlenstoffaktivität 1 (schwarzes Kohlenstofftiefenprofil in Abbildung 47) stark überschätzt. Durch eine schrittweise Verringerung der Aktivität in den weiteren Kalkulationen konnte jedoch der simulierte Verlauf dem realen Kohlenstofftiefenprofil angenähert werden. Eine sehr gute Übereinstimmung in den

Ergebnissen von Simulation und Messung konnte schließlich bei der Kalkulation mit der Kohlenstoffaktivität von 0,2 erzielt werden.

Trotz der höheren Aufkohlungstemperatur von 1100°C wird somit beim vierten Aufkohlungsversuch mit dem Wert 0,2 eine deutlich niedrigere Kohlenstoffaktivität festgestellt als beim ersten Aufkohlversuch (Serie K) mit dem Wert 0,6. Aus diesem Grund muss im Temperaturbereich zwischen 1000 und 1100°C ein Effekt eingetreten sein, durch den das Aufkohlverhalten stark beeinflusst wird. Es wird vermutet, dass die niedrigere Kohlenstoffaktivität bei 1100°C mit dem Ad- und Desorptionsverhalten der Gasmoleküle zusammenhängt (vgl. Kapitel 5.2.2.1 Seite 78,79).

5.4.3 Charakterisierung der Randschicht

5.4.3.1 Metallographische Charakterisierung

Zur Charakterisierung der Randschicht wurden in einem ersten Schritt Querschliffe aus den Aufkohldummies des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil angefertigt und die Gefügestruktur der drei Legierungen genauer untersucht. Dabei wurde bei allen drei Werkstoffen ein martensitisches Randschichtgefüge mit Karbiden an den ehemaligen Austenitkorngrenzen festgestellt. In Abbildung 48 sind zwölf lichtmikroskopische Aufnahmen der drei Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil dargestellt. Die Bilder zeigen Ausschnitte aus dem Rand- sowie aus dem Kernbereich der aufgekohlten Proben. Bei genauer Betrachtung der aus der Randschicht stammenden Bilder sind die Karbidausscheidungen an den ehemaligen Austenitkorngrenzen deutlich sichtbar. Während das Gefüge des C4+Nil in 0,5 mm Tiefe der Randschicht schon große Ähnlichkeit mit dem Kerngefüge aufweist, wird beim C5+Nil und C6+Nil ein deutlicher Unterschied zwischen den Gefügebildern aus 0,5 mm Tiefe der Randschicht und dem Kern in Hinblick auf die Anzahl der Karbidausscheidungen festgestellt. Aufgrund des höheren Chrom- beziehungsweise Vanadinegehalts des C5+Nil und C6+Nil kann bei diesen beiden Werkstoffen auch ein

größerer Karbidanteil im Randschichtgefüge erwartet werden, verglichen mit dem C4+Nil.

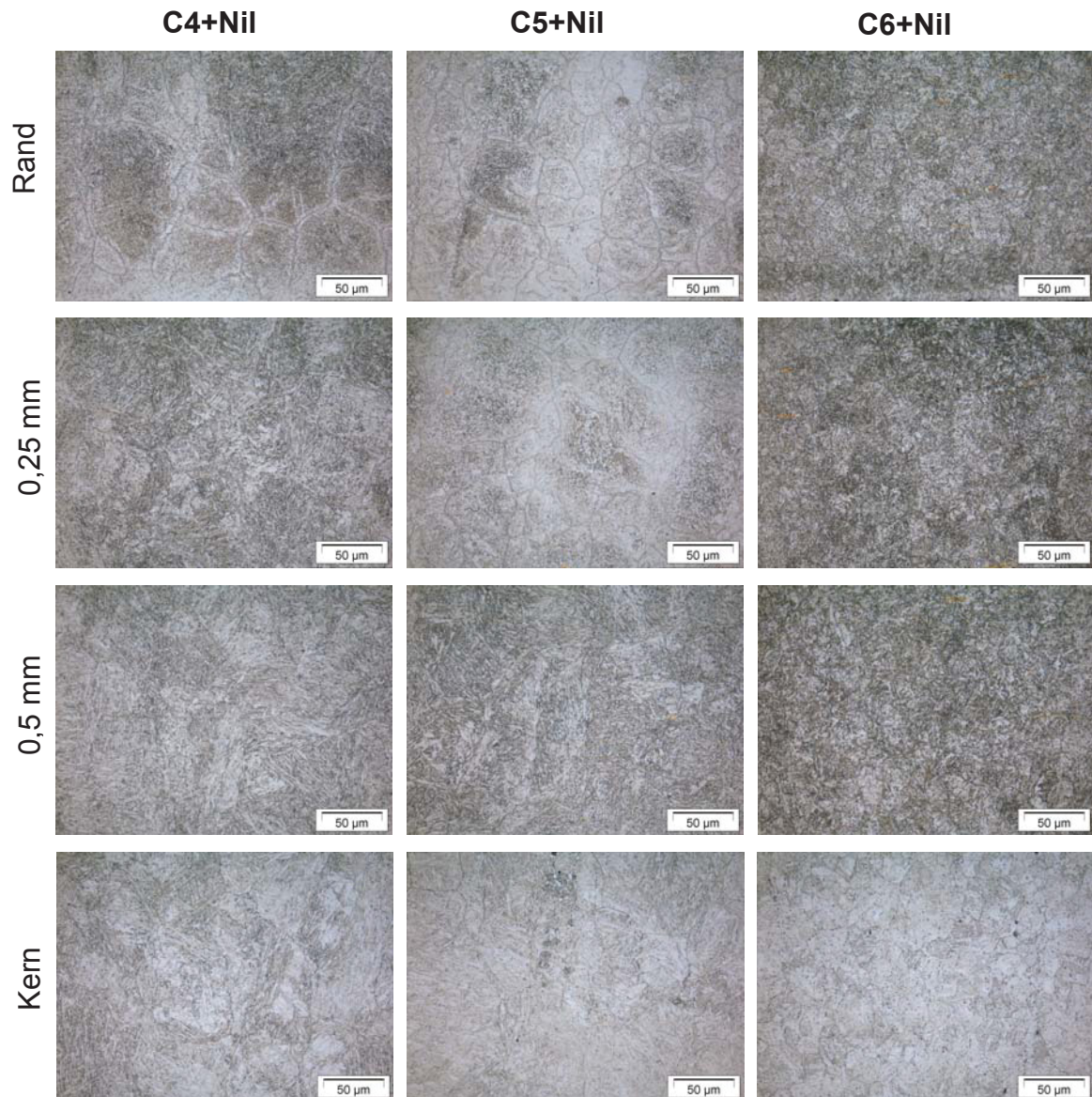


Abbildung 48: Lichtmikroskopische Aufnahmen aus dem Rand- und Kernbereich der drei Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil, Kalling II Ätzung.

In einem weiteren Schritt wurde die Bestimmung der mittleren Korngröße an den aufgekohlten Proben des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil vorgenommen, um den Einfluss der hohen Aufkohlungstemperatur von 1100°C auf das Kornwachstum zu

untersuchen. Dabei lieferte die Messung der mittleren Korngröße mit Hilfe des Softwarepakets Analysis folgende Ergebnisse:

Tabelle 14: Mittlere Korngröße in der aufgekohlten Randschicht und im Kern der drei Versuchslegierungen C4+NiI, C5+NiI und C6+NiI.

Werkstoff	Tiefe [mm]	Mittlere Korngröße [μm]	Standardabweichung [μm]
C4+NiI	Rand	34,61	$\pm 20,60$
	0,5	29,37	$\pm 13,56$
	Kern	17,68	$\pm 13,02$
C5+NiI	Rand	33,81	$\pm 19,26$
	0,5	27,89	$\pm 20,50$
	Kern	26,51	$\pm 18,04$
C6+NiI	Rand	10,26	$\pm 5,49$
	0,5	9,54	$\pm 5,89$
	Kern	11,04	$\pm 8,83$

Obwohl bei der Serie G die Prozesstemperatur auf 1100°C angehoben wurde, konnte im Vergleich zum ersten Aufkohlversuch nach den Prozessparametern der Serie K keine Kornvergrößerung festgestellt werden. Dieses Ergebnis unterscheidet sich somit von den Ergebnissen früherer Aufkohlungen bei 1100°C (Serien E und F), bei denen ein Anstieg der mittleren Korngröße mit zunehmender Kohlungetemperatur beobachtet wurde. Die unterschiedlichen Messergebnisse bei den Serien E, F und G hängen vermutlich mit dem unterschiedlichen Kohlenstoffangebot im Randbereich zusammen. Durch die Kohlenstoffatome werden die Korngrenzen festgehalten und somit das Kornwachstum behindert. Aufgrund der längeren Kohlungetzyklen diffundieren bei einer Aufkohlung nach den Prozessparametern der Serie G mehr Kohlenstoffatome entlang der Korngrenzen in das Material ein als bei einer Aufkohlung nach den Prozessparametern der Serien E und F.

5.4.3.2 Karbidmengenbestimmung

Eine genaue Analyse der auftretenden Karbidtypen im Randschichtgefüge erfolgte mit Hilfe der Rasterelektronenmikroskopie. Neben MC-Karbiden konnten weiters chromreiche M_7C_3 -Karbide in der Randschicht identifiziert werden. Dieses Ergebnis

unterscheidet sich somit deutlich von jenem der Simulation. In der Berechnung mit der Kohlenstoffaktivität 0,2 (vgl. Abbildung 46) wurde nämlich eine vollständige Auflösung der chromreichen M_7C_3 -Karbide in der Randzone vorhergesagt. Zur Bestimmung der einzelnen Karbidmengen wurden mehrere Bilder in unterschiedlicher Tiefe der bei 1100°C aufgekohten Proben des C4+Ni, C5+Ni und C6+Ni aufgenommen und anschließend mit Hilfe des Softwarepakets Analysis ausgewertet. In Abbildung 49 sind neun REM-Aufnahmen der drei Versuchslegierungen C4+Ni, C5+Ni und C6+Ni zu sehen.

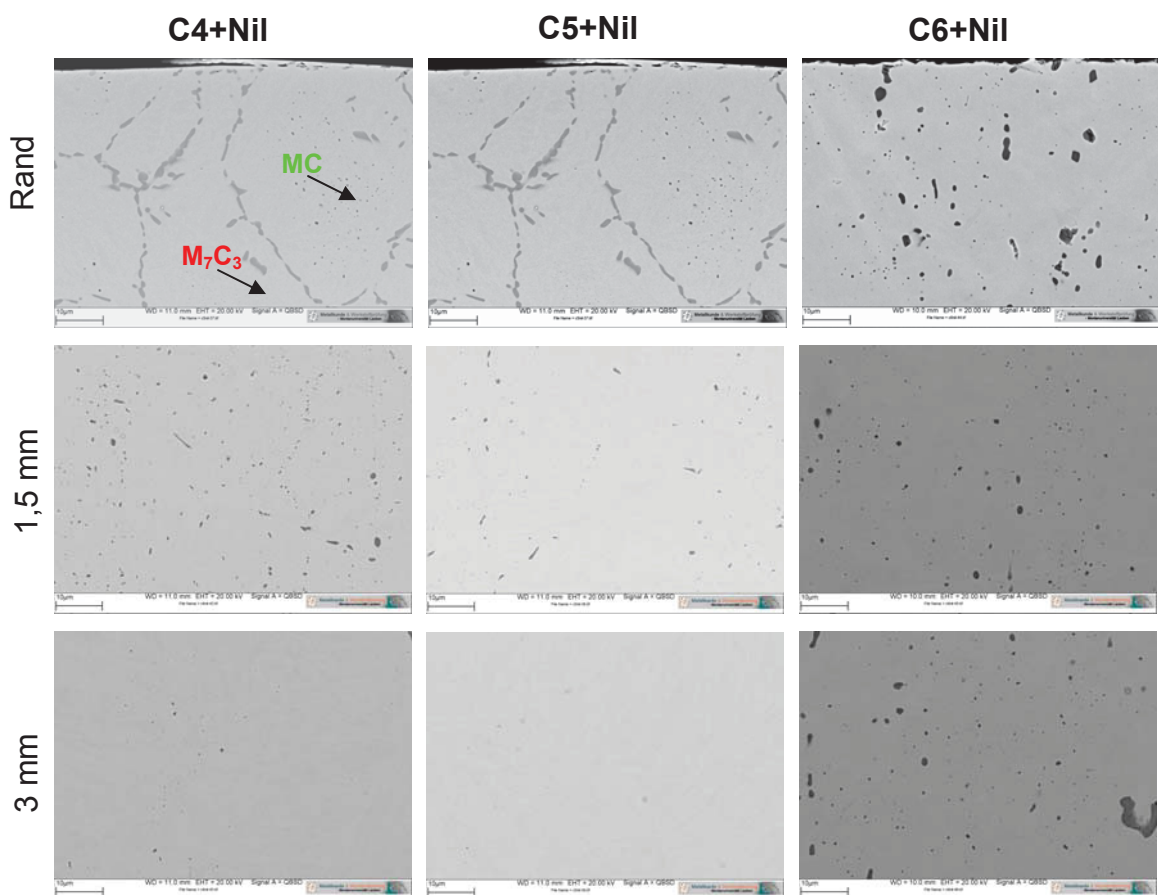


Abbildung 49: REM-Aufnahmen aus der Randzone sowie aus einer Tiefe von 1,5 mm und 3 mm der bei 1100°C aufgekohten Proben des C4+Ni, C5+Ni und C6+Ni.

Die Bilder stammen direkt aus der Randzone sowie aus einer Tiefe von 1,5 mm beziehungsweise 3 mm. Die grauen, vorwiegend an Korngrenzen ausgeschiedenen Phasen in den REM-Aufnahmen sind die M_7C_3 -Karbide, während die punktförmigen, dunklen Bereiche die MC-Karbide darstellen.

Die Berechnung der einzelnen Karbidmengen mit Hilfe des Softwarepakets Analysis lieferte für die in Abbildung 50 dargestellten REM-Bilder folgende Ergebnisse:

Tabelle 15: Karbidanteile an M_7C_3 - und MC-Karbid in der Randzone sowie in einer Tiefe von 1,5 mm und 3 mm der aufgekohlten Proben des C4+Ni, C5+Ni und C6+Ni.

Werkstoff	Tiefe [mm]	Volumenanteil M_7C_3 [%]	Volumenanteil MC [%]
C4+Ni	Rand	3,19	0,34
	1,5	0	1,35
	3,0	0	0,18
C5+Ni	Rand	4,21	0,15
	1,5	0	0,50
	3,0	0,07	0,01
C6+Ni	Rand	0	3,14
	1,5	0,03	1,21
	3,0	0,07	2,42

Erwartungsgemäß nimmt also der Anteil der chromreichen M_7C_3 -Karbid bei den beiden Werkstoffen C4+Ni und C5+Ni vom Rand zum Kern hin aufgrund des sinkenden Kohlenstoffangebots ab. Der höhere M_7C_3 -Karbidanteil des C5+Ni im Randbereich kann auf seinen höheren Chromgehalt gegenüber dem C4+Ni zurückgeführt werden. Im Vergleich zur Serie K (9,01 Vol.-%) befindet sich der M_7C_3 -Karbidanteil des C4+Ni in der Randzone mit rund 3,2 Vol.-% auf wesentlich niedrigerem Niveau. Auffallend ist, dass beim C6+Ni kein Auftreten von chromreichen M_7C_3 -Karbid in der Randzone festgestellt werden konnte. Dafür weist der C6+Ni jedoch mit 3,14 Vol.-% den höchsten MC-Karbidanteil aller drei Werkstoffe in der Randschicht auf. Dieser Umstand könnte mit dem höheren Vanadiumgehalt des C6+Ni zusammenhängen. Nachdem Vanadium ein stärkerer Karbidbildner ist als Chrom, wird der verfügbare Kohlenstoff in der Randschicht zunächst in Form von Vanadiumkarbid (MC-Karbid) abgebunden. Aufgrund der bevorzugten Abbindung des Vanadiums sind günstigere Korrosionseigenschaften des C6+Ni zu erwarten.

In einem weiteren Schritt wurden die Karbidmengen auch mit Hilfe von Thermocalc berechnet und die Ergebnisse der Simulation mit jenen der Messung verglichen. In Abbildung 50 sind die gemessene und berechnete Karbidverteilung einer C4+Ni

Probe gegenübergestellt. (Im Bereich zwischen der Oberfläche und 1,5 mm Tiefe der Randschicht standen keine Messdaten für eine bildanalytische Auswertung der Karbidmengen zur Verfügung. Die strichlierte orange Linie stellt einen hypothetischen Verlauf der M_7C_3 -Karbidverteilung dar).

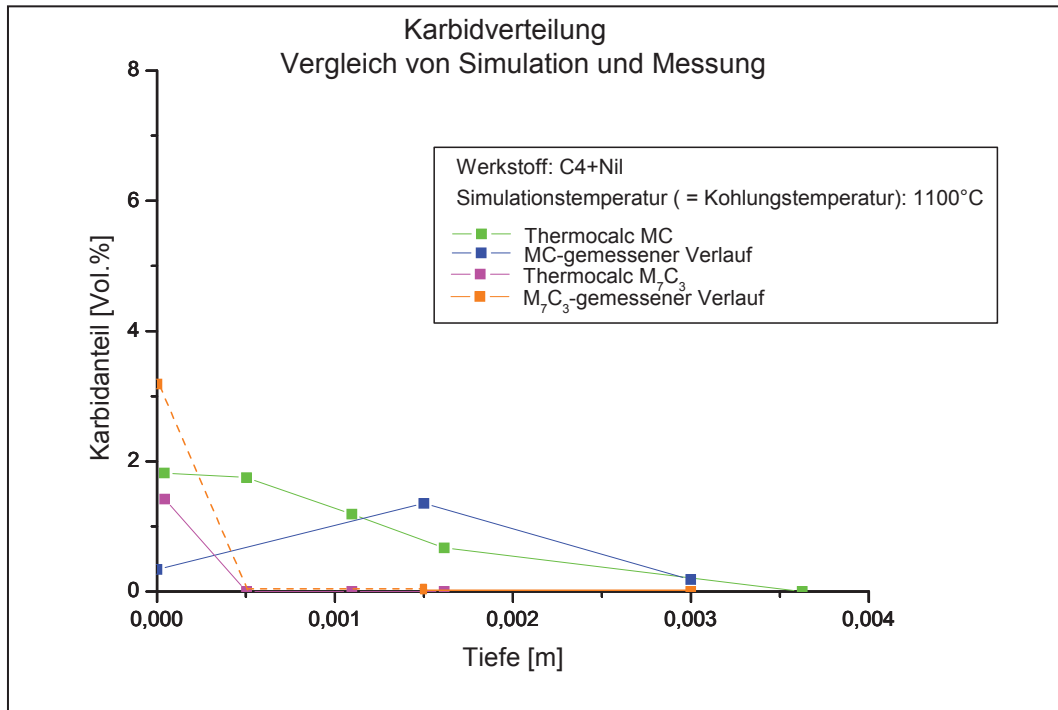


Abbildung 50: Graphische Darstellung der Karbidverteilung einer aufgekohlten C4+NiL Probe – Vergleich von Simulation und Messung.

Demnach liegen alle Messwerte bis auf eine einzige Ausnahme unter den Werten der Simulation. Eine mögliche Erklärung für die Überschätzung der Karbidanteile durch die Simulation könnte darin liegen, dass Thermocalc im Gleichgewicht rechnet. In der Realität wird jedoch aufgrund der endlichen Aufkohl- beziehungsweise Diffusionszeiten das Gleichgewicht nicht erreicht. Gleichzeitig wird bei der Simulation das Auftreten von Korngrenzenkarbiden nicht ausreichend berücksichtigt. Im Realfall scheiden sich weniger Karbide im Kristallinneren aus als durch die Kalkulation mit Thermocalc vorhergesagt wird, da ein Teil der eindiffundierenden Kohlenstoffatome bereits an den Korngrenzen von Legierungsatomen eingefangen und als M_7C_3 -Karbide abgebunden werden.

5.4.3.3 Härte-Tiefenverläufe

Die Messung der Härte-Tiefenverläufe erfolgte an Aufkohldummies des C4+Ni, C5+Ni und C6+Ni zu drei verschiedenen Zeitpunkten in einer Wärmebehandlungsabfolge aus Aufkohlen, Härten, Tiefkühlen und Anlassen. In den Abbildungen 51, 52 und 54 sind diese Härte-Tiefenverläufe graphisch dargestellt. Zum besseren Überblick wird in den Abbildungen 51, 52 und 54 auch das entsprechende Wärmebehandlungsschema gezeigt, das den jeweiligen Wärmebehandlungszustand der Proben vor der Härtemessung angibt. Nach dem Aufkohlen und Härten erfolgte eine Hochdruckgasabschreckung der Proben in Stickstoff bei einem Druck von 15 bar. Die Abkühlraten betragen 167°C/min nach dem Aufkohlen und 183°C/min nach dem Härten.

In den Härte-Tiefenprofilen, die direkt nach dem Aufkohlvorgang gemessen wurden, konnte bei allen drei Werkstoffen kein signifikanter Härteunterschied zwischen Rand- und Kernbereich festgestellt werden, wie aus den Kurven in Bild 51b hervorgeht. Die relativ konstanten Härtewerte über die Tiefe deuten auf ein mangelhaftes Aufkohlverhalten hin. Aufgrund der viel versprechenden Ergebnisse aus der GDOES-Messung muss aber eine Aufkohlwirkung stattgefunden haben, sodass die Ursachen für die zu niedrigen Härtewerte in der geringen Abschreckintensität bei der Hochdruckgasabschreckung vermutet wurden. Gegenüber der hohen Abschreckintensität von Fluiden wird nämlich der für eine ausreichende Kernhärte notwendige Wärmeübergangskoeffizient beim Gasabschrecken eines Bauteils nur sehr schwer erreicht [42].

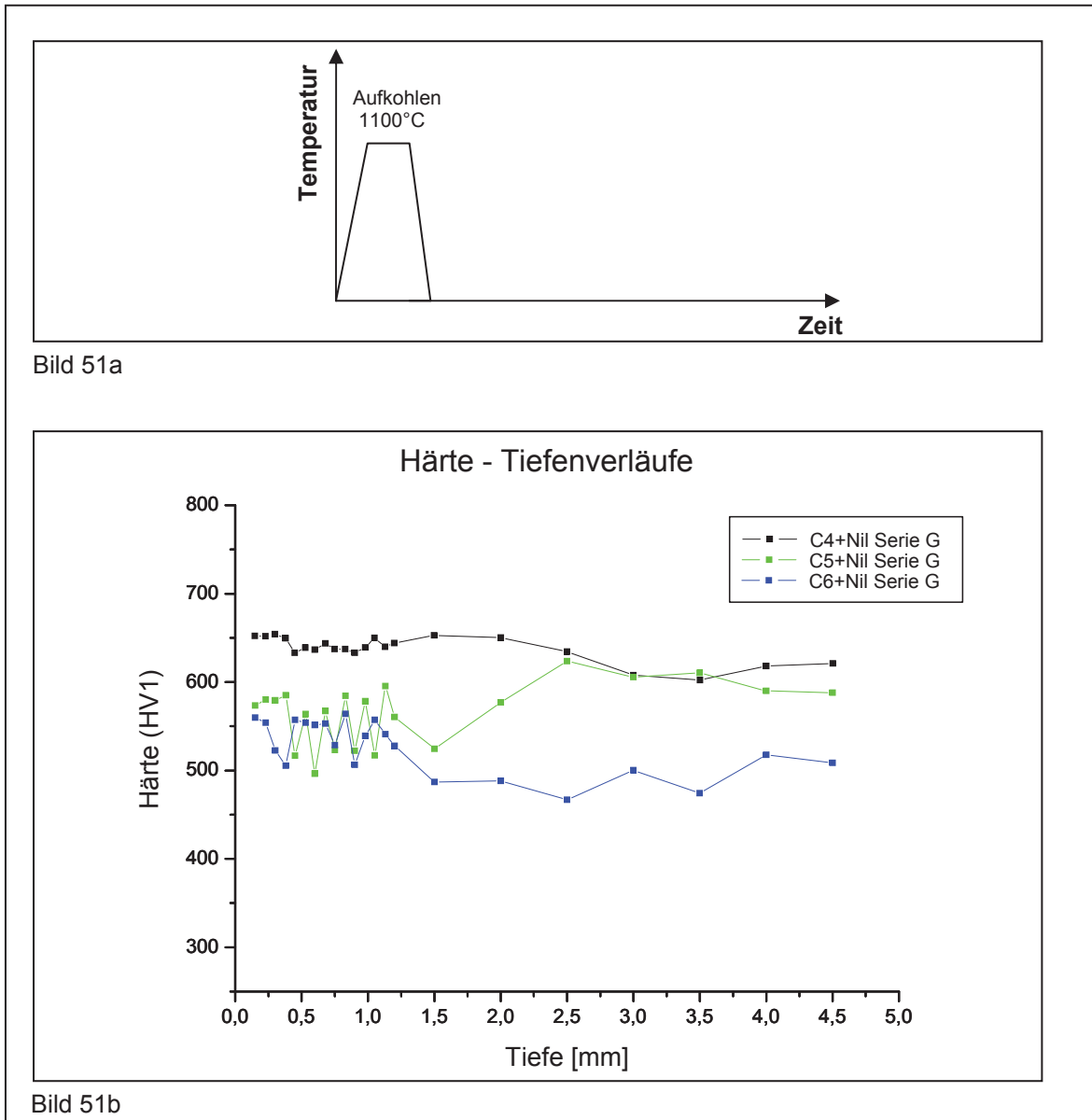


Abbildung 51: Graphische Darstellung der an den Aufkohldummies des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil gemessenen Härte-Tiefenverläufe zum Zeitpunkt nach der Aufkohlung- das Wärmebehandlungsschema gibt den Wärmebehandlungszustand der Proben an.

- a) Wärmebehandlungsschema
- b) Härte-Tiefenverläufe

Aufgrund der zu geringen Härte nach dem Aufkohlvorgang wurden die Proben in einem weiteren Wärmebehandlungsschritt erneut gehärtet und anschließend jene Härte-Tiefenverläufe an den Proben gemessen, die in Bild 52b dargestellt sind.

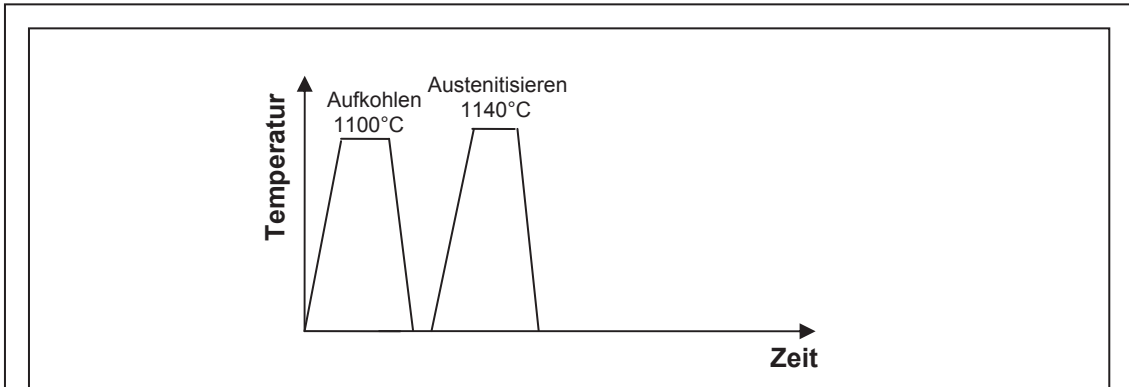


Bild 52a

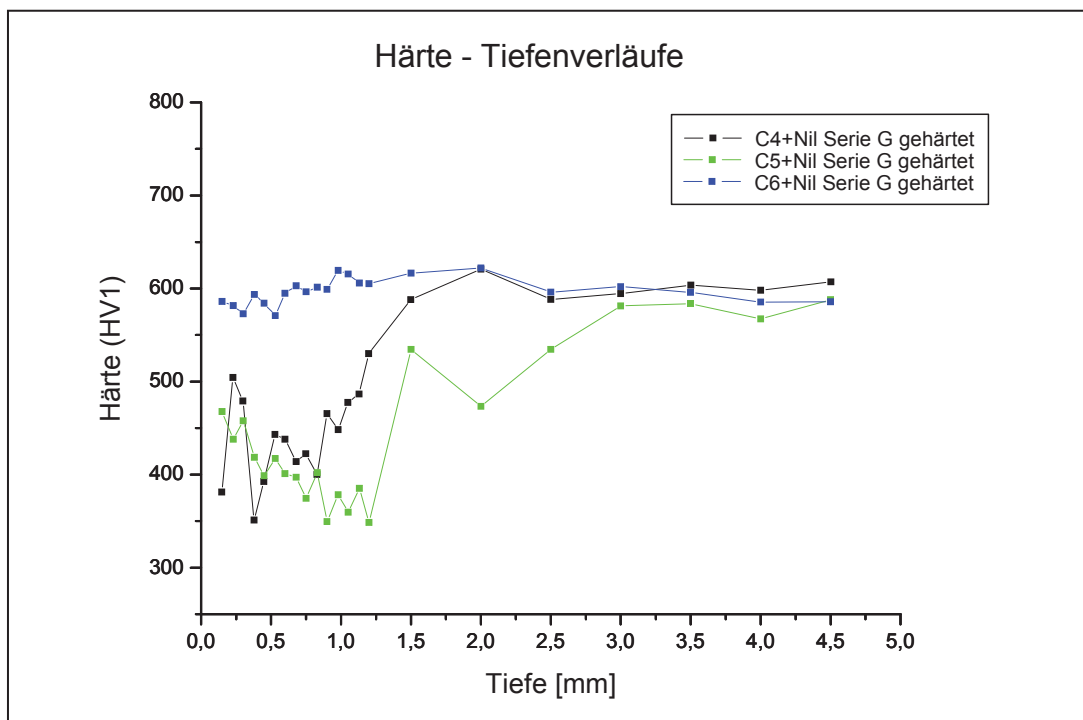


Bild 52b

Abbildung 52: Graphische Darstellung der an den Aufkohldummies des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil gemessenen Härte-Tiefenverläufe zum Zeitpunkt nach dem erneuten Härten- das Wärmebehandlungsschema gibt den Wärmebehandlungszustand der Proben an.

- a) Wärmebehandlungsschema
- b) Härte-Tiefenverläufe

Anstatt eines Härteanstiegs, der bei einer Erhöhung der Härtetemperatur erwartet werden könnte, zeigte sich bei den zwei Werkstoffen C4+Nil und C5+Nil ein Härteeinbruch im Randschichtbereich, der bis zu einer Tiefe von rund 2 mm reicht. Dieser Härteabfall wird auf Restaustenit im Randschichtgefüge zurückgeführt. In

Abbildung 53 sind sechs lichtmikroskopische Aufnahmen aus dem Rand- und Kernbereich der aufgekohlten und zweifach gehärteten Proben dargestellt. Der Restaustenit wird in den hellen Gefügebereichen (vgl. Abbildung 53, obere Reihe) vermutet.

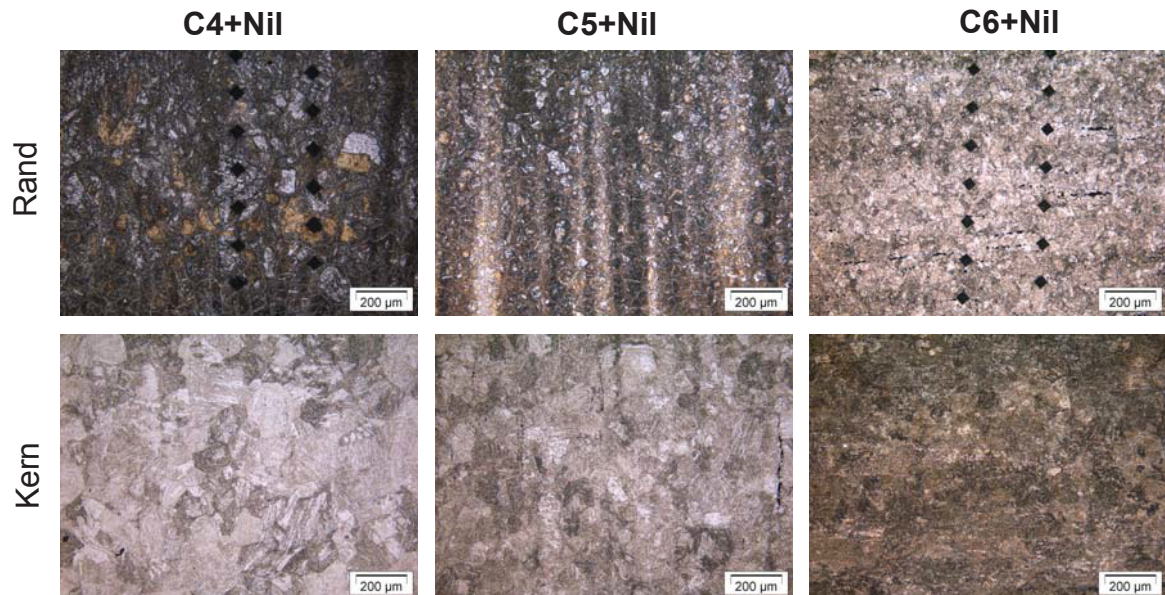


Abbildung 53: Lichtmikroskopische Aufnahmen aus der Randzone und dem Kernbereich der aufgekohlten und zweifach gehärteten Proben der drei Versuchslegierungen C4+NiI, C5+NiI und C6+NiI, Kalling II Ätzung.

Die Bildung von weichem Restaustenit hängt mit der hohen Austenitisierungstemperatur von 1140°C zusammen. Aufgrund der höheren Austenitisierungstemperatur geht mehr Kohlenstoff in Lösung, sodass bei anschließender rascher Abkühlung die Martensitstarttemperatur zu niedrigeren Temperaturen verschoben wird. Da der Kohlenstoffgehalt im Randbereich deutlich höher ist, kommt es dort zu keiner vollständigen Umwandlung des Austenit in Martensit. Beim Kurvenlauf des C6+NiI ist weder ein Härteanstieg noch ein derartiger Härteeinbruch im Randschichtgefüge wie beim C4+NiI und C5+NiI zu erkennen. Die Kernhärte liegt aber auf deutlich höherem Niveau als bei der Messung zuvor an der Probe, die direkt aus der Aufkohlwärme gasabgeschreckt wurde. Aus diesem Grund wird im Randschichtgefüge des C6+NiI ein kleinerer Restaustenitanteil vermutet als bei den beiden anderen Werkstoffen (vgl. Abbildung 53).

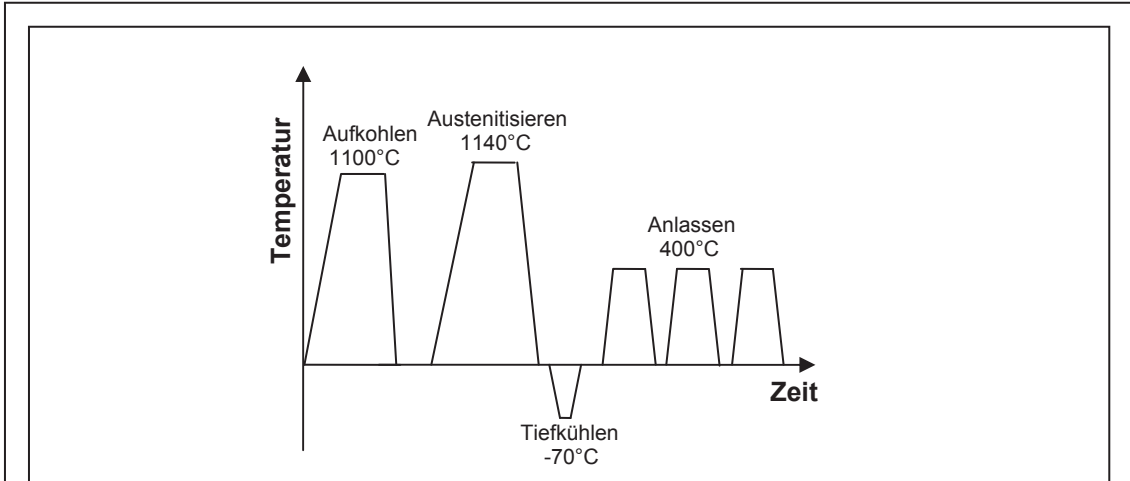


Bild 54a

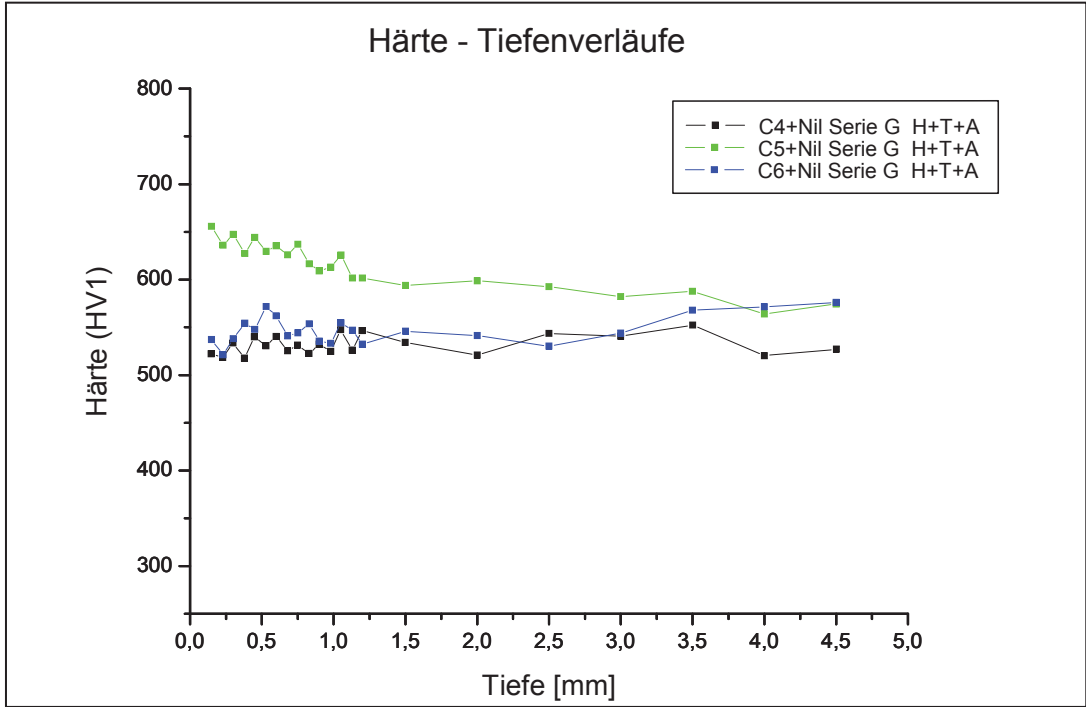


Bild 54b

Abbildung 54: Graphische Darstellung der an den Aufkohldummies des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil gemessenen Härte-Tiefenverläufe zum Zeitpunkt nach der letzten Anlassbehandlung- das Wärmebehandlungsschema gibt den Wärmebehandlungszustand der Proben an.
a) Wärmebehandlungsschema
b) Härte-Tiefenverläufe

In einem weiteren Wärmebehandlungsschritt wurden die aufgekohlten und erneut gehärteten Proben des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil tiefgekühlt und danach angelassen, um den vermuteten Restaustenitanteil im Randschichtgefüge zu

beseitigen und ein feines martensitisches Gefüge mit hoher Härte im Randbereich einzustellen. Nach dieser letzten Wärmebehandlungssequenz wurden dann jene Härte- Tiefenverläufe an den Proben des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil gemessen, die nun in Bild 54b dargestellt sind. Der Grenzwert von 60 HRC oder 718 HV wurde von keinem der drei Werkstoffe in der Randschicht erreicht. Während beim C5+Nil ein kleiner Härtegradient zwischen Rand- und Kernbereich beobachtet wird, verlaufen die Kurven für den C4+Nil und C6+Nil bis in eine Tiefe von 4,5 mm auf einem konstanten Härteniveau von rund 550 HV. Im Vergleich zu den direkt nach dem Aufkohlvorgang und erneuten Härten gemessenen Härte-Tiefenverläufen liegen die Härtewerte des C4+Nil und C5+Nil deutlich höher, da der vermutete Restaustenitanteil im Randschichtgefüge durch die Tiefkühl- und Anlassbehandlung beseitigt werden konnte. Lichtmikroskopische Aufnahmen in Abbildung 55 zeigen, dass bei den beiden Werkstoffen C4+Nil und C6+Nil das Gefüge im Randbereich dem Kerngefüge sehr ähnlich ist. Dies ist ein weiteres Indiz dafür, dass die Aufkohlwirkung während des gesamten Aufkohlvorgangs zu schwach war.

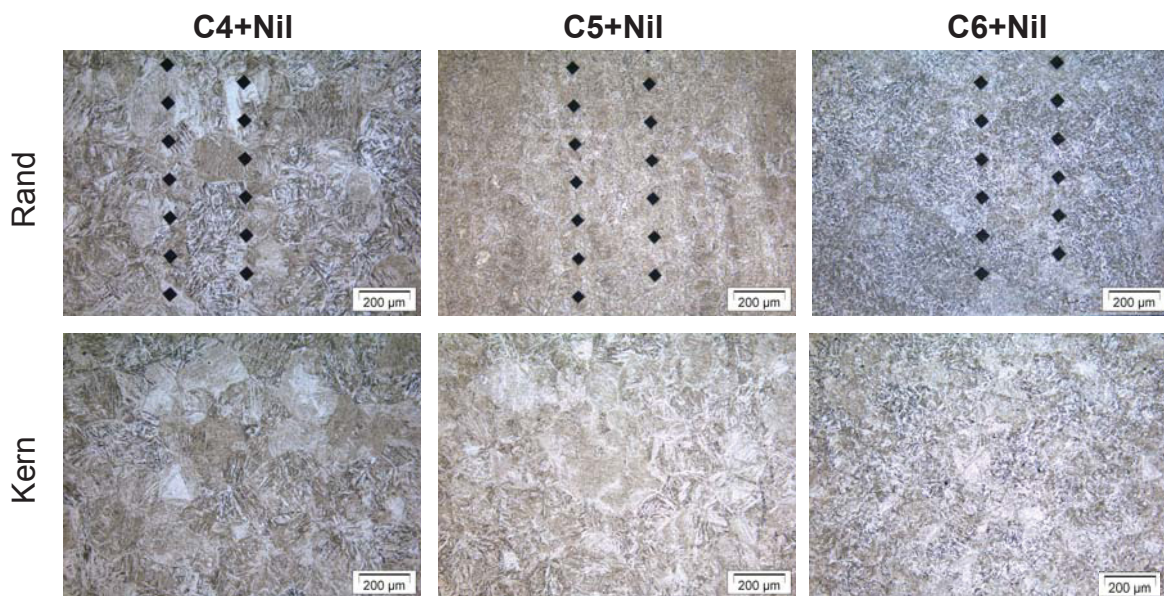


Abbildung 55: Lichtmikroskopische Aufnahmen aus der Randzone und dem Kern von C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil Proben, die nach der Aufkohlung erneut gehärtet, tiefgekühlt und angelassen wurden, Kalling II Ätzung.

5.4.4 Zusammenfassung

Die entscheidenden Aussagen aller in Kapitel 5.4 „Aufkohlversuch IV – Serie G“ durchgeführten Simulationen und Messungen können grob in vier Punkten zusammengefasst werden:

- Zu geringe Aufkohlwirkung
- Mittlerer Karbidgehalt
- Kein Anstieg der mittleren Korngröße
- Härte <60HRC

Die Ergebnisse des vierten Aufkohlversuchs nach den Prozessparametern der Serie G sind zwar ein wenig besser als die Resultate der bisherigen Aufkohlversuche aber noch keinesfalls optimal. Trotz mehrmaliger Wärmebehandlung konnte auch dieses Mal die erforderliche Mindesthärte von 60 HRC in keinem Bereich der Randschicht eingestellt werden, sodass diese Aufkohlungsvariante für eine Anwendung in der Praxis ausscheidet. Die Ursachen für die niedrigen Härtewerte in der Randschicht konnten nicht eindeutig geklärt werden. Von einer potentiellen Oxidschichtbildung bis hin zu einem schwachem Adsorptionsverhalten der Gasmoleküle bei einer Aufkohlungstemperatur von 1100°C stehen einige Vermutungen im Raum, die aber erst durch weitere Messungen bestätigt werden müssten. Aufgrund der zu geringen Aufkohlwirkung sind somit neuerliche Veränderungen in der Prozessführung bei der Niederdruckaufkohlung vorzunehmen, um an den drei Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil eine Randschicht mit ausreichend guten mechanischen und chemischen Eigenschaften einzustellen.

5.5 Aufkohlversuch V - Serie I

Beim vierten Aufkohlversuch (Serie G) wurde zwar eine Aufkohlwirkung erzielt, wie die GDOES-Messung in Abbildung 47 belegt, diese war aber zu schwach, sodass

kein zufrieden stellendes Aufkohlergebnis in Hinblick auf die Härtewerte im Randschichtbereich erzielt werden konnte. Das mangelnde Aufkohlverhalten wurde auf eine höhere Desorptionsrate der Gasmoleküle bei einer Aufkohlungstemperatur von 1100°C zurückgeführt. Da beim ersten Aufkohlversuch (Serie K), der bei einer Prozesstemperatur von 1000°C stattgefunden hat, eine ausreichende Aufkohlwirkung festgestellt wurde, muss zwischen 1000°C und 1100°C ein kritischer Temperaturbereich liegen, ab dem das Aufkohlverhalten der drei Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil stark verschlechtert wird. Um diesen Temperaturbereich zu finden, wurden in einem weiteren Schritt der Prozessführung bei der Niederdruckaufkohlung die Prozessparameter der Serie I entwickelt, die folgendermaßen lauten:

$6/5 + 3/5 + 3/10 + 3/15 + 3/90 + 3/220$	Prozesstemperatur: 1050°C
--	---------------------------

5.5.1 Simulation

5.5.1.1 Berechnung der Kohlenstofftiefenprofile

Um die Höhe des Randkohlenstoffgehalts und die Einhärtetiefe bei einer Aufkohlung nach den Prozessparametern der Serie I abzuschätzen, wurden zunächst die Kohlenstofftiefenprofile für den C4+Nil für jeden einzelnen Kohlungs- und Diffusionsschritt mit einer Kohlenstoffaktivität 1 berechnet. Das Ergebnis dieser Kalkulation ist in Abbildung 56 graphisch dargestellt. Während sich der Randkohlenstoffgehalt mit 1,6 Mass.-% in etwa auf gleichem Level wie bei der Serie K und der Serie G bewegt, liegt die Aufkohlungstiefe mit etwas mehr als 2 mm zwischen den Ergebnissen der beiden anderen Serien, bei denen eine Aufkohlungstiefe von 1,5 mm für die Serie K und 3 mm für die Serie G vorhergesagt wurden (vgl. Abbildung 19 und 43).

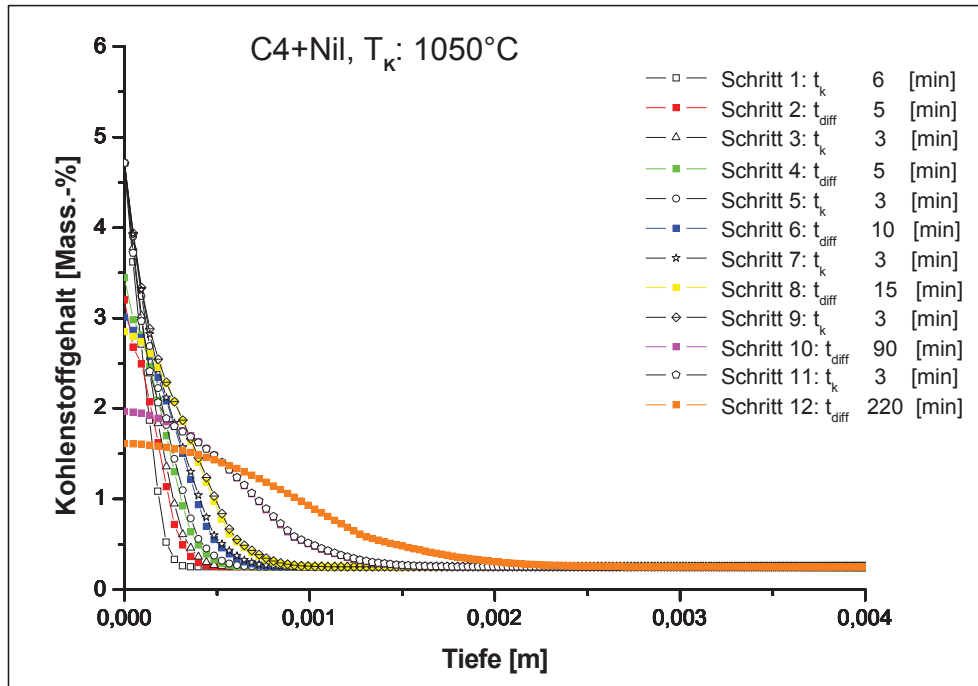


Abbildung 56: Berechnete Kohlenstofftiefenprofile des C4+Nil bei einer Temperatur von 1050°C und einer Kohlenstoffaktivität von 1.

Eine GDOES-Messung an einer nach den Prozessparametern der Serie I aufgekohlten C4+Nil Probe lieferte das in Kapitel 5.5.2 – Abbildung 60 rot dargestellte reale Kohlenstofftiefenprofil. Die Messung ergab deutlich höhere Kohlenstoffgehalte im Randbereich als im Kern, sodass bei diesem Aufkohlversuch eine Aufkohlwirkung stattgefunden haben muss. Nach Durchführung mehrerer Berechnungen mit unterschiedlichen Aktivitäten konnte schließlich bei einer Kohlenstoffaktivität von 0,4 eine gute Übereinstimmung der Ergebnisse von Simulation und Messung erzielt werden. In Abbildung 57 sind die simulierten Kohlenstofftiefenprofile bei einer Temperatur von 1050°C und einer Kohlenstoffaktivität von 0,4 zum Vergleich dargestellt. Darin wird wiederum eine Aufkohlungstiefe von etwas mehr als 2 mm vorhergesagt. Der Randkohlenstoffgehalt wird aber mit etwa 1,1 Mass.-% deutlich niedriger eingeschätzt als bei der Simulation mit der Kohlenstoffaktivität 1. Ein Randkohlenstoffgehalt von 0,8 Mass.-% entspricht dem durchschnittlichen Kohlenstoffgehalt der durchhärtbaren Stahlqualität C4+.

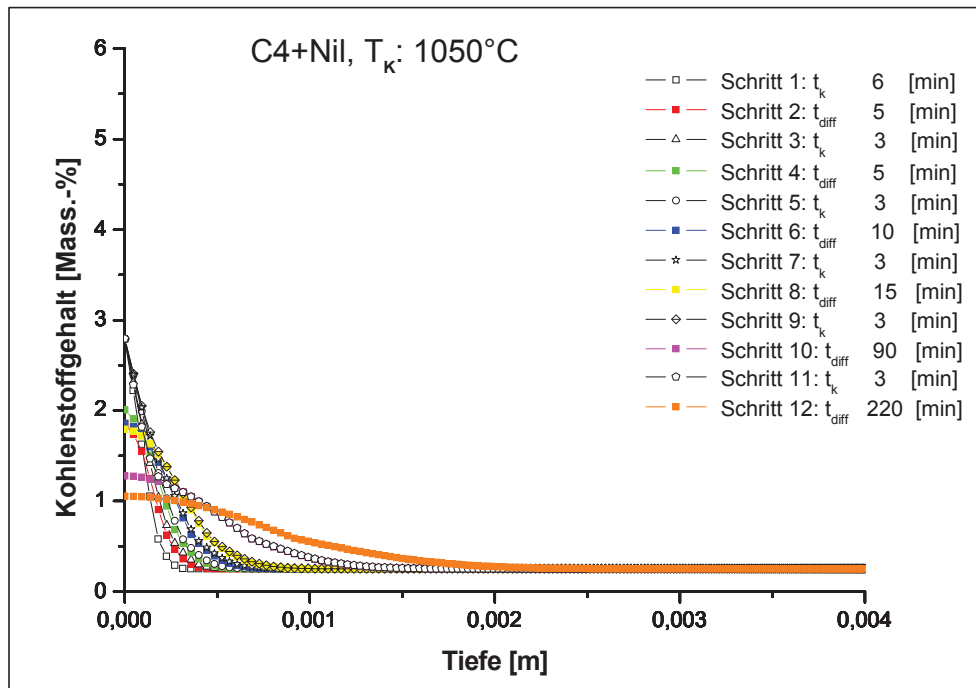


Abbildung 57: Berechnete Kohlenstofftieftiefenprofile des C4+Nil bei einer Temperatur von 1050°C und einer Kohlenstoffaktivität von 0,4.

5.5.1.2 Berechnung der Phasentiefenprofile

Gleichzeitig wurden die Phasentiefenprofile des C4+Nil bei einer Temperatur von 1100°C und einer Kohlenstoffaktivität von 1 beziehungsweise 0,4 für den letzten Diffusionsschritt berechnet. Die Ergebnisse der beiden Simulationen sind in den Abbildungen 58 und 59 graphisch dargestellt. Im Unterschied zu den früheren Aufkohlungen nach den Prozessparametern der Serien K und G wird nun in diesem Fall bei der Simulation mit der Kohlenstoffaktivität 1 ein Auftreten der chromreichen M_7C_3 -Karbide bis in eine Tiefe von rund 1,25 mm der Randschicht vorhergesagt. Erwartungsgemäß liegt dieser Wert genau zwischen den Ergebnissen der Serien K und G, bei denen laut Dictra mit einem Auftreten von M_7C_3 -Karbiden bis in eine Tiefe von 0,9 mm bei der Serie K und 1,6 mm bei der Serie G zu rechnen ist (vgl. Abbildung 23 und 45). Der MC-Karbidanteil verläuft bei der Serie I wie auch bei den beiden anderen Serien auf konstant niedrigem Niveau. Der Gesamtkarbidanteil an

M_7C_3 - und MC-Karbiden in der Randzone wird bei der Serie I von Dictra auf etwa 14 Vol.-% geschätzt. Dieser Wert liegt damit zwischen den Ergebnissen der Serien K und G, bei denen einen Gesamtkarbidanteil von 15 Vol.-% für die Serie K und 13 Vol.-% für die Serie G berechnet wurden (vgl. Abbildungen 23, 45).

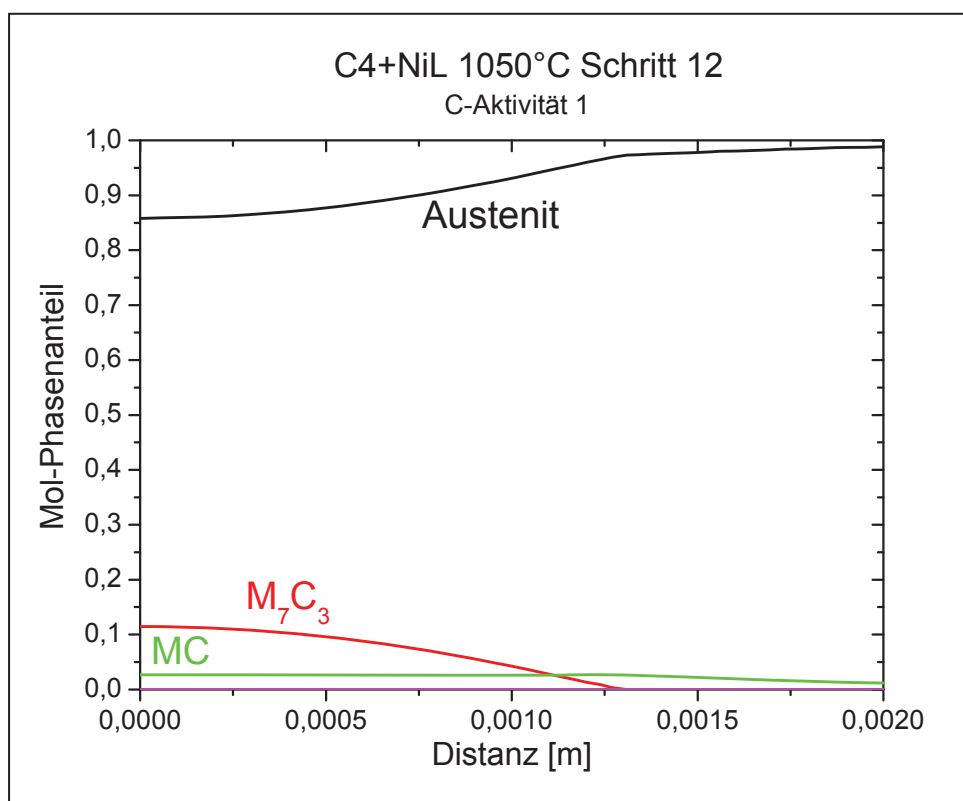


Abbildung 58: Berechnetes Phasentiefenprofil des C4+NiL bei einer Temperatur von 1050°C und einer Kohlenstoffaktivität von 1.

Durch eine GDOES-Messung, die nach der Aufkohlung durchgeführt wurde, konnte schließlich eine Anpassung der Kohlenstoffaktivität auf den Wert 0,4 vorgenommen werden. In Abbildung 59 ist das simulierte Phasentiefenprofil des C4+NiL bei einer Temperatur von 1050°C und einer Kohlenstoffaktivität von 0,4 zum Vergleich dargestellt. Demnach ist mit einem Auftreten von M_7C_3 -Karbiden nur mehr bis in eine Tiefe von 0,9 mm der Randschicht zu rechnen. Der MC-Karbidanteil bewegt sich wieder auf konstant niedrigem Level wie bei der Simulation zuvor mit der Kohlenstoffaktivität 1. Der Gesamtkarbidanteil am Rand wird bei der Simulation mit der Kohlenstoffaktivität 0,4 auf rund 8 Vol.-% geschätzt.

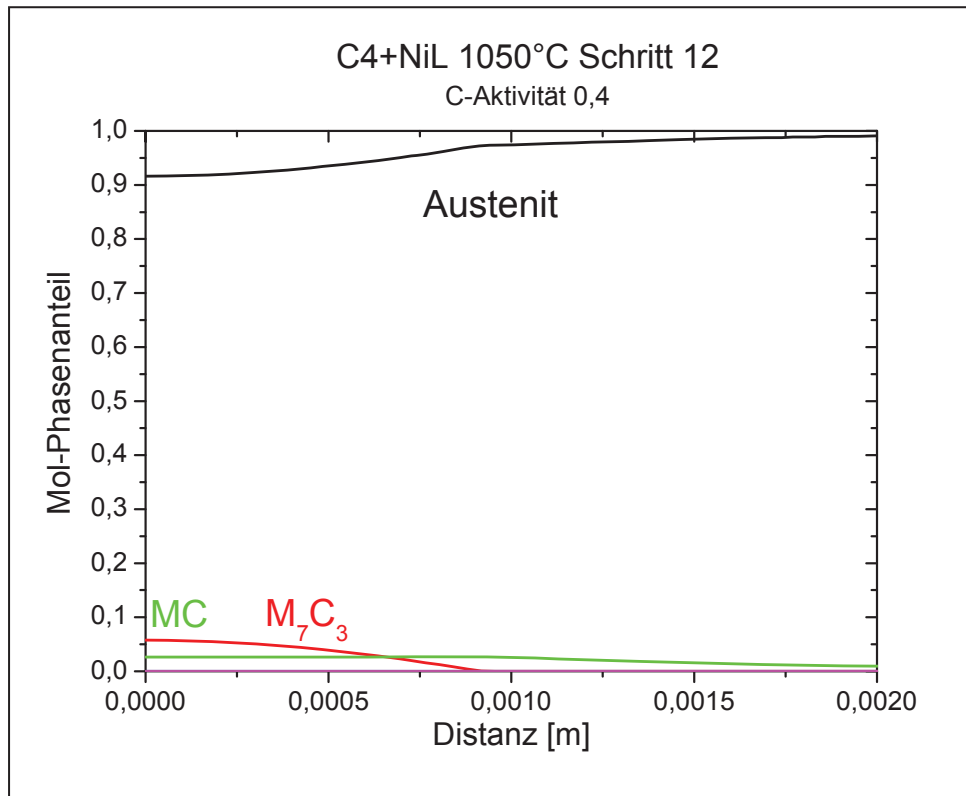


Abbildung 59: Berechnetes Phasentiefenprofil des C4+NiL bei einer Temperatur von 1050°C und einer Kohlenstoffaktivität von 0,4.

5.5.2 Vergleich von GDOES-Messung und Simulation

Eine GDOES-Messung an der nach den Prozessparametern der Serie I aufgekohlten C4+NiL Probe lieferte das in Abbildung 60 rot dargestellte Kohlenstofftiefenprofil. Demnach ist der Kohlenstoffgehalt am Rand mit rund 1,46 Mass.-% am höchsten und nimmt mit zunehmender Entfernung von der Oberfläche kontinuierlich ab, bis der Kernkohlenstoffgehalt des C4+NiL von 0,25 Mass.-% in einer Tiefe von rund 2,5 mm erreicht wird. Wie bereits vorher erwähnt, ist die beste Übereinstimmung des realen Kohlenstofftiefenprofils mit der Simulation bei einer gewählten Kohlenstoffaktivität von 0,4 gegeben (vgl. Abbildung 60). Der Kohlenstoffgehalt im Randbereich wird in der Berechnung mit der Kohlenstoffaktivität 1 (schwarzes Kohlenstofftiefenprofil in Abbildung 60) überschätzt. Durch eine schrittweise Verringerung der Aktivität in den weiteren Kalkulationen konnte der simulierte Verlauf dem realen Kohlenstofftiefenprofil angenähert werden. Eine vollständige Übereinstimmung in den

Ergebnissen von Simulation und Messung konnte jedoch bei keiner Kalkulation erzielt werden. Die beste Annäherung des simulierten Verlaufs an die realen Verhältnisse in der Randschicht ist bei der Simulation mit der Kohlenstoffaktivität von 0,4 gegeben.

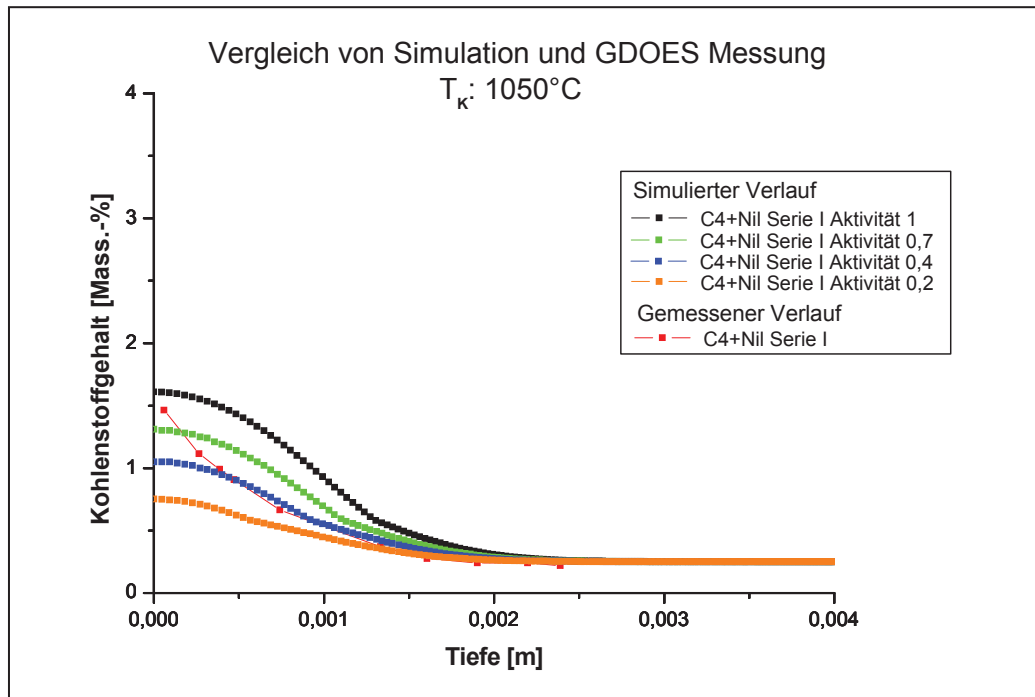


Abbildung 60: Vergleich des realen mit mehreren simulierten Kohlenstofftiefenprofilen des C4+Nil bei einer Prozesstemperatur von 1050°C und unterschiedlichen Kohlenstoffaktivitäten von 1, 0,7, 0,4 und 0,2.

Bei einer Aufkohlungstemperatur von 1050°C wird mit dem Wert 0,4 eine niedrigere Kohlenstoffaktivität festgestellt als beim ersten Aufkohlversuch (Serie K) mit dem Wert 0,6. Im Vergleich zum vierten Aufkohlungsversuch (Serie G), der bei einer Prozesstemperatur von 1100°C stattgefunden hat und bei dem eine Kohlenstoffaktivität von 0,2 ermittelt wurde, ist dieser Wert (0,4) jedoch höher. Mit steigender Aufkohlungstemperatur kommt es also zu einem Absinken der Kohlenstoffaktivität und damit zu einer Reduktion der Kohlenstoffaufnahme im Randbereich. Dieser Umstand hängt vermutlich mit dem Ad- und Desorptionsverhalten der Gasmoleküle zusammen.

5.5.3 Charakterisierung der Randschicht

5.5.3.1 Metallographische Charakterisierung

Zur Charakterisierung der Randschicht wurden Querschliffe aus den Aufkohldummies des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil angefertigt und die Gefügestruktur der drei Legierungen genauer untersucht. Dabei wurde bei allen drei Werkstoffen ein martensitisches Randschichtgefüge mit Karbiden an den ehemaligen Austenitkorngrenzen festgestellt. In Abbildung 61 sind drei lichtmikroskopische Aufnahmen der Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil dargestellt, die direkt aus der Randzone der aufgekohlten Proben stammen. Bei genauer Betrachtung der Bilder sind die Karbidausscheidungen an den ehemaligen Austenitkorngrenzen deutlich sichtbar. Im Vergleich zu der früheren Aufkohlung nach den Prozessparametern der Serie G wird in diesem Fall bei allen drei Werkstoffen ein höherer Karbidanteil im Randschichtgefüge beobachtet (vgl. Abbildung 48).

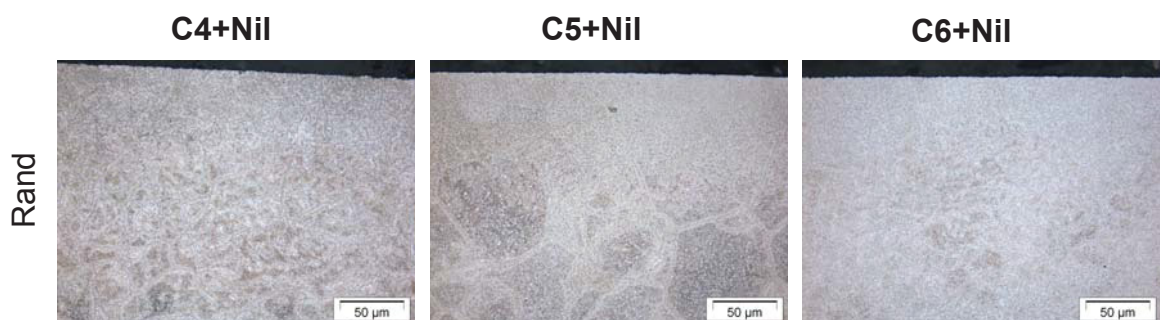


Abbildung 61: Lichtmikroskopische Aufnahmen aus der Randzone der drei Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil, Kalling II Ätzung.

Das Randschichtgefüge des C5+Nil und C6+Nil ist eine Spur feiner, verglichen mit jenem des C4+Nil. Dies hängt vermutlich mit dem höheren Chrom- beziehungsweise Vanadinegehalt des C5+Nil und C6+Nil zusammen. Beide Elemente bilden Sonderkarbide, die das Kornwachstum behindern. Auf eine genaue Bestimmung der mittleren Korngröße wurde bei der Serie I jedoch verzichtet, da bereits bei der höheren Aufkohlungstemperatur von 1100°C (vgl. Serie G) kein gravierendes Kornwachstum festgestellt werden konnte.

5.5.3.2 Karbidmengenbestimmung

Eine genaue Analyse der auftretenden Karbidtypen im Randschichtgefüge erfolgte mit Hilfe der Rasterelektronenmikroskopie. Neben MC-Karbiden konnten weiters chromreiche M_7C_3 -Karbide in der Randschicht identifiziert werden, womit sich die Ergebnisse der Messung mit jenen der Simulation decken. Zur Bestimmung der einzelnen Karbidmengen wurden mehrere Bilder in unterschiedlicher Tiefe der bei 1050°C aufgekohlten Proben des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil aufgenommen und anschließend mit Hilfe des Softwarepakets Analysis ausgewertet. In Abbildung 62 sind neun REM-Aufnahmen der drei Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil zu sehen.

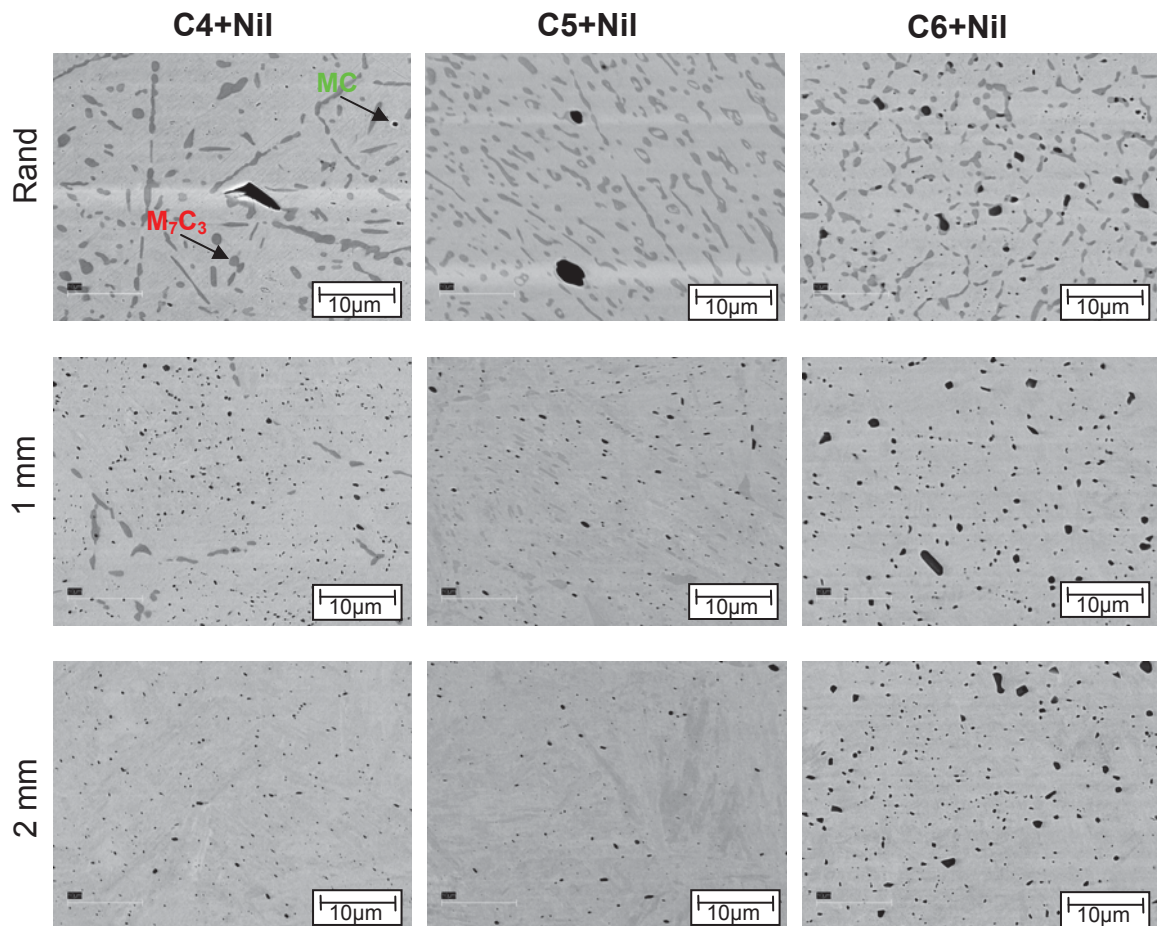


Abbildung 62: REM-Aufnahmen aus der Randzone sowie aus einer Tiefe von 1 mm und 2 mm der bei 1050°C aufgekohlten Proben des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil.

Die Bilder stammen direkt aus der Randzone sowie aus einer Tiefe von 1 mm beziehungsweise 2 mm. Die helleren, in die Länge gezogenen Bereiche in den REM-Aufnahmen sind die M_7C_3 -Karbide, während die punktförmigen, dunklen Bereiche die MC-Karbide darstellen.

Die Berechnung der einzelnen Karbidmengen mit Hilfe des Softwarepakets Analysis lieferte für die in Abbildung 62 dargestellten REM-Bilder folgende Ergebnisse:

Tabelle 16: Karbidanteile an M_7C_3 - und MC-Karbid in der Randzone sowie in einer Tiefe von 1,0 mm und 2 mm der aufgekohlten Proben des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil.

Werkstoff	Tiefe [mm]	Volumenanteil M_7C_3 [%]	Volumenanteil MC [%]
C4+Nil	Rand	10,82	0,78
	1,0	3,56	1,33
	2,0	0,78	0,53
C5+Nil	Rand	10,58	1,06
	1,0	4,98	1,03
	2,0	0,85	0,58
C6+Nil	Rand	13,52	1,94
	1,0	1,66	2,87
	2,0	0,79	2,92

Demnach liegt der M_7C_3 -Karbidanteil in der Randzone der C4+Nil Probe bei 10,82 Vol.-% und damit knapp 2 Vol.-% über dem Wert, der bei der Auswertung der Serie K (9,01 Vol.-%) ermittelt wurde. Dieses Ergebnis ist sehr überraschend und widerspricht nicht nur den Erwartungen aus der Simulation sondern auch den Daten aus der GDOES-Messung. Mit Hilfe von GDOES wurde in den bei 1000°C und 1050°C aufgekohlten C4+Nil Proben ein Randkohlenstoffgehalt von 1,6 Mass.% (Serie K) beziehungsweise 1,46 Mass.% (Serie I) gemessen. Aufgrund des niedrigeren Randkohlenstoffgehalts ist aber bei einer Aufkohlung nach den Prozessparametern der Serie I mit weniger Karbidausscheidungen in der Randschicht zu rechnen als bei einer Aufkohlung nach den Prozessparametern der Serie K. Deshalb lässt sich das Ergebnis der Auswertung mit Analysis nur sehr schwer nachvollziehen. Im Allgemeinen muss aber bei der Karbidmengenbestimmung mit Analysis eine statistische Schwankungsbreite von

2-3 Prozentpunkten berücksichtigt werden. Da beide berechneten Werte für den M_7C_3 -Karbidgehalt in der Randzone der C4+Nil Proben (9,01 Vol.-% für die Serie K und 10,82 Vol.-% für die Serie I) im Bereich dieser statistischen Schwankungsbreite liegen, sollte dem Ergebnis der Auswertung mit Analysis nicht allzu große Bedeutung beigemessen werden. Eine detaillierte Beurteilung der Aussagekraft obiger Messergebnisse wäre aber erst nach der Durchführung einer geeigneten Korrosionsprüfung möglich, weil das Korrosionsverhalten aller drei Werkstoffe entscheidend von der Anzahl der Karbidausscheidungen in der Randschicht beziehungsweise von ihrem Matrixchromgehalt beeinflusst wird.

5.5.3.3 Härte-Tiefenverläufe

Die Messung der Härte-Tiefenverläufe erfolgte an Aufkohldummies des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil zu zwei verschiedenen Zeitpunkten in einer Wärmebehandlungsabfolge aus Aufkohlen, Härten, Tiefkühlen und Anlassen. In den Abbildungen 63 und 65 sind diese Härte-Tiefenverläufe graphisch dargestellt. Zum besseren Überblick wird in den Abbildungen 63 und 65 auch das entsprechende Wärmebehandlungsschema gezeigt, das den jeweiligen Wärmebehandlungszustand der Proben vor der Härtemessung angibt. Nach dem Aufkohlen und Härten erfolgte eine Hochdruckgasabschreckung der Proben in Stickstoff bei einem Druck von 15 bar. Die Abkühlraten betragen $167^\circ\text{C}/\text{min}$ nach dem Aufkohlen und $183^\circ\text{C}/\text{min}$ nach dem Härten.

In den Härte-Tiefenprofilen, die direkt nach dem Aufkohlvorgang gemessen wurden, wird bei allen drei Werkstoffen ein signifikanter Härteunterschied zwischen Rand- und Kernbereich beobachtet, wie aus den Kurven in Bild 63b hervorgeht. Während der C4+Nil nach der Aufkohlung einen Härteeinbruch in einer Tiefe von circa 0,2 – 1,2 mm Tiefe der Randschicht erfährt, zeigt sich beim C5+Nil und C6+Nil eine langsame, aber kontinuierliche Abnahme der Härte vom Rand zum Kern hin.

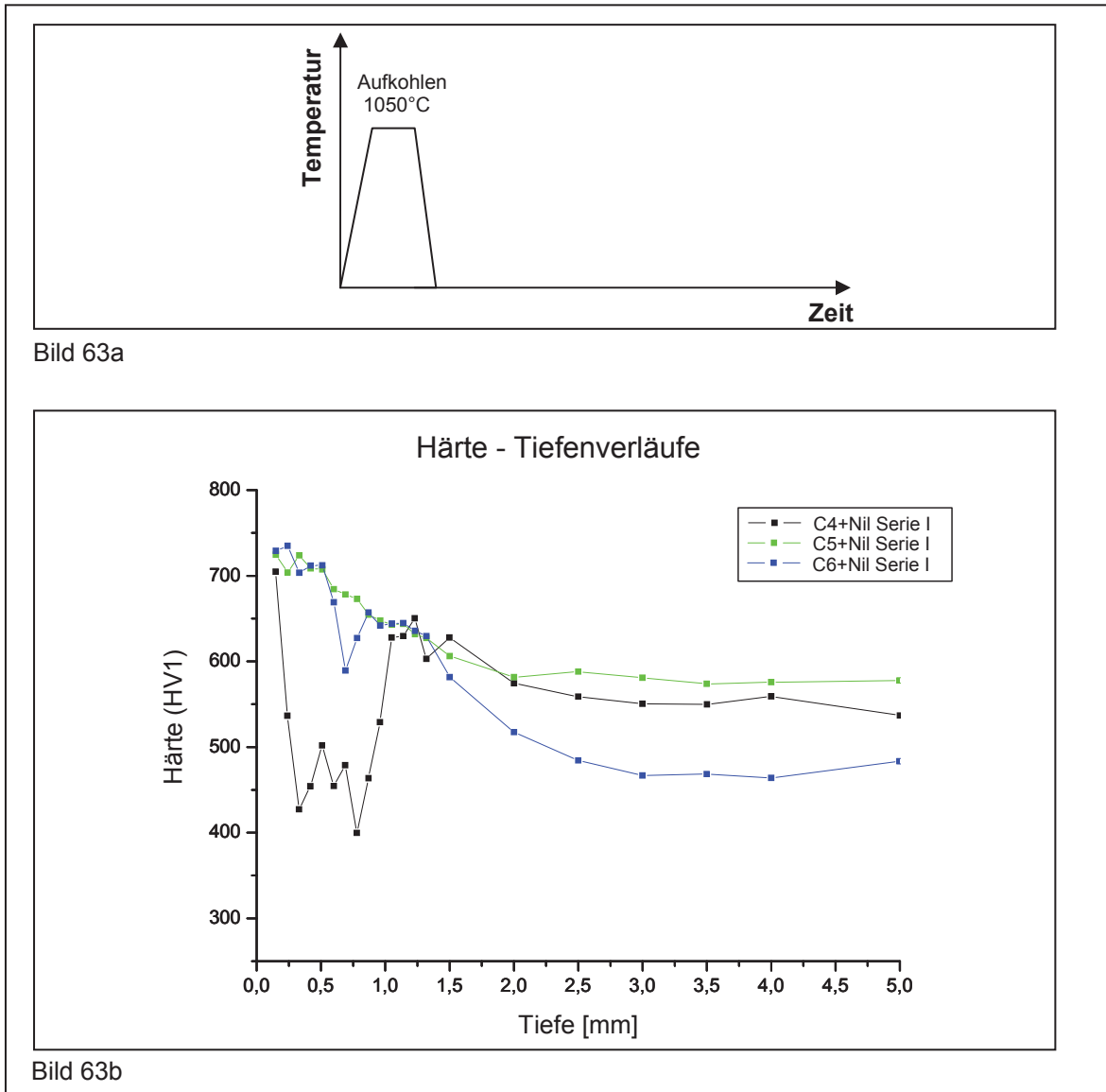


Abbildung 63: Graphische Darstellung der an den Aufkohldummies des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil gemessenen Härte-Tiefenverläufe zum Zeitpunkt nach der Aufkohlung- das Wärmebehandlungsschema gibt den Wärmebehandlungszustand der Proben an.

- a) Wärmebehandlungsschema
b) Härte-Tiefenverläufe

Der starke Härteabfall des C4+Nil wird auf die Bildung von weichem Restaustenit im Randschichtgefüge zurückgeführt. In Abbildung 64 sind drei lichtmikroskopische Aufnahmen dargestellt, die direkt aus dem Randbereich der aufgekohlten Proben stammen. Der Restaustenit wird in den hellgelben Bereichen im Randschichtgefüge des C4+Nil vermutet (vgl. Abbildung 64).

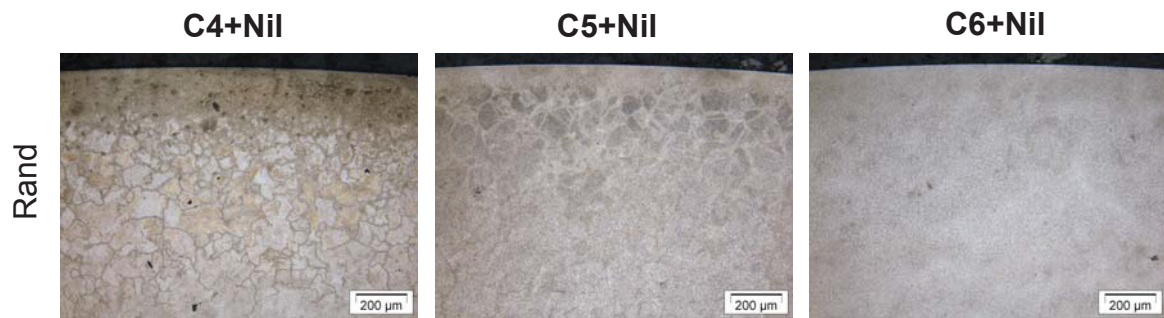


Abbildung 64: Lichtmikroskopische Aufnahmen aus der Randzone der aufgekohlten Proben der drei Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil, Kalling II Ätzung.

Um den Restaustenitanteil im Randschichtgefüge des C4+Nil zu beseitigen und die Kernhärte aller drei Werkstoffe noch ein wenig anzuheben, wurden die aufgekohlten Proben in einem weiteren Wärmebehandlungsschritt erneut gehärtet, anschließend tiefgekühlt und zuletzt je zweimal bei einer Temperatur von 400°C angelassen. Nach dieser letzten Wärmebehandlungssequenz wurden schließlich jene Härte-Tiefenverläufe an den Proben des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil gemessen, die nun in Bild 65b dargestellt sind. In den Kurvenverläufen zeigt sich bei allen drei Werkstoffen eine kontinuierliche Abnahme der Härte vom Rand zum Kern hin. Die Härtewerte in der Randzone pendeln zwischen 660 HV für den C4+Nil und C5+Nil beziehungsweise 700 HV für den C6+Nil. Sie liegen damit etwas unter den Werten (700 HV - 730 HV), die die Messung zuvor an den direkt aus der Aufkohlwärme abgeschreckten Proben ergeben hatte (vgl. Abbildung 63b). Die Kernhärte konnte durch die zwei zusätzlichen Wärmebehandlungsschritte vor allem beim C6+Nil erhöht werden. Bei allen drei Werkstoffen wird eine Einhärtetiefe von circa 2,5 mm festgestellt. Ein Härteeinbruch im Randschichtbereich des C4+Nil ist anhand des Kurvenlaufs in Abbildung 65b keiner mehr zu erkennen. Der vermutete Restaustenitanteil im Randschichtgefüge dürfte somit durch die zusätzliche Tiefkühl- und Anlassbehandlung zum größten Teil beseitigt worden sein, wie lichtmikroskopische Aufnahmen aus dem Randbereich der Proben in Abbildung 66 bestätigen.

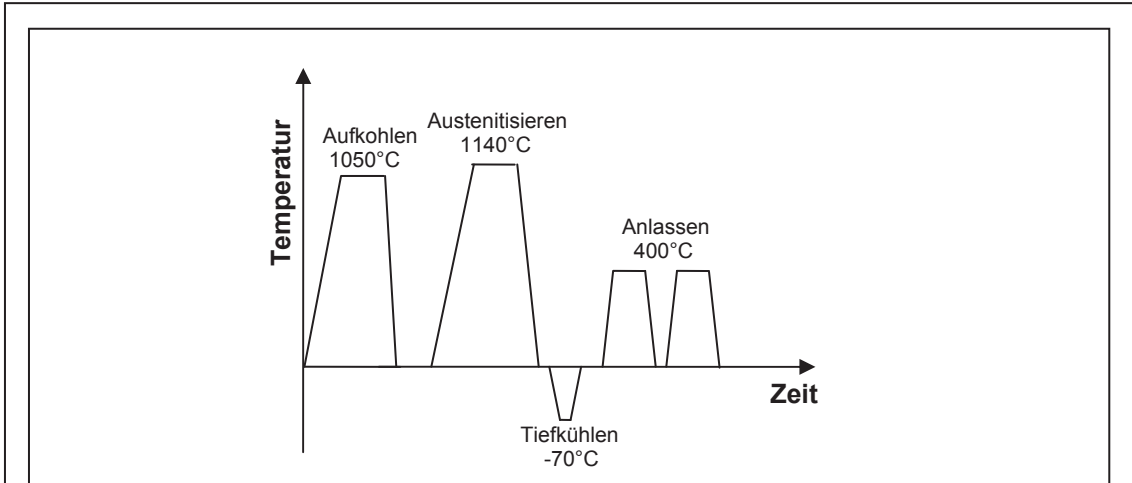


Bild 65a

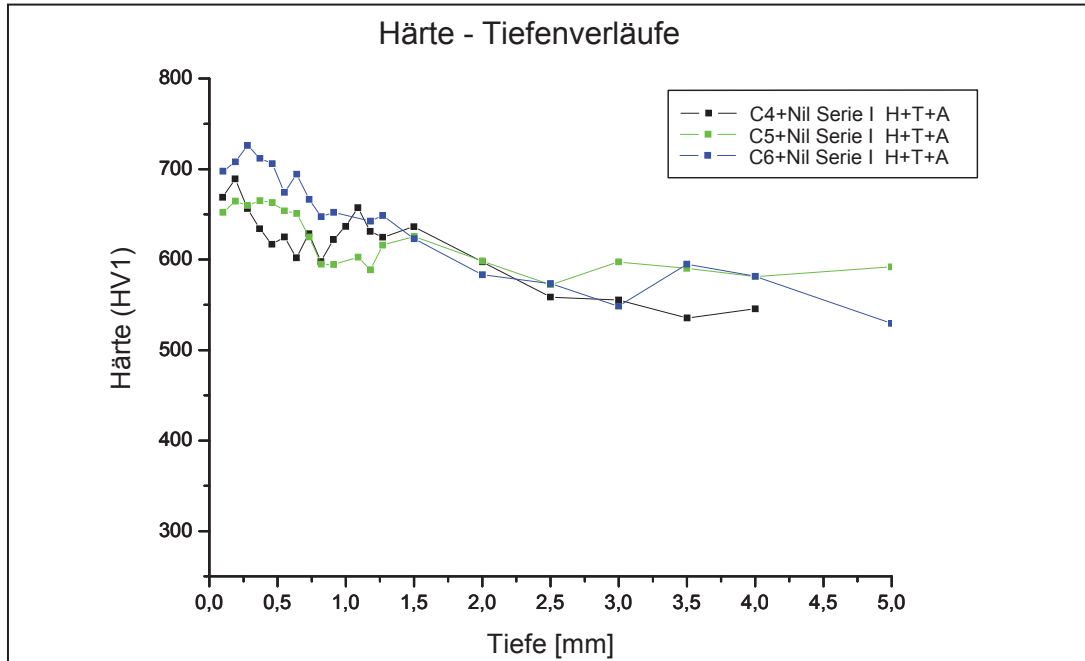


Bild 65b

Abbildung 65: Graphische Darstellung der an den Aufkohldummies des C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil gemessenen Härte-Tiefenverläufe zum Zeitpunkt nach der letzten Anlassbehandlung- das Wärmebehandlungsschema gibt den Wärmebehandlungszustand der Proben an.

- a) Wärmebehandlungsschema
- b) Härte-Tiefenverläufe

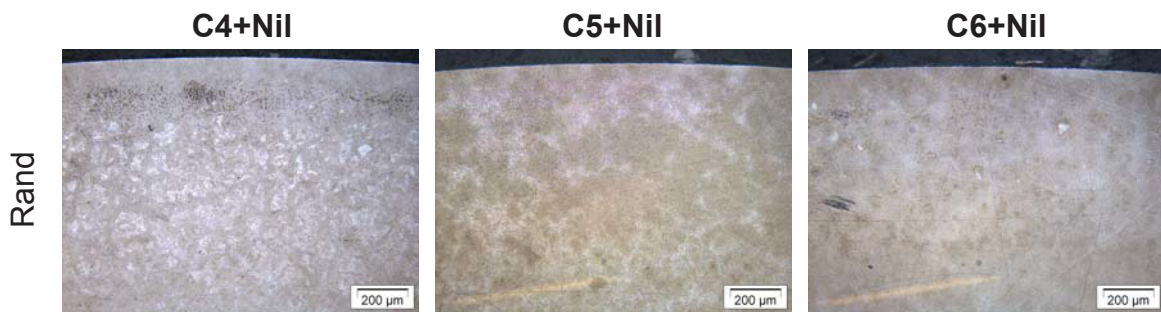


Abbildung 66: Lichtmikroskopische Aufnahmen aus der Randzone der C4+Ni, C5+Ni und C6+Ni Proben, die nach der Aufkohlung erneut gehärtet, tiefgekühlt und angelassen wurden, Kalling II Ätzung.

5.5.4 Zusammenfassung

Die entscheidenden Aussagen aller in Kapitel 5.5 durchgeführten Simulationen und Messungen können grob in vier Punkten zusammengefasst werden:

- Hoher Randkohlenstoffgehalt, teilweise gebunden in Karbiden
- Mittlere Einhärtetiefe
- Hoher Gehalt an chromreichen M_7C_3 -Karbiden in der Randschicht
- Härte $\geq 60\text{HRC}$

Durch eine Aufkohlung nach den Prozessparametern der Serie I konnten bei allen drei Legierungen zufrieden stellende mechanische Eigenschaften in der Randschicht eingestellt werden. Die Härtewerte im Randbereich lagen knapp unter (C4+Ni) beziehungsweise über der erforderlichen Mindesthärte von 60 HRC (C5+Ni und C6+Ni) und die Einhärtetiefe betrug 2,5 mm. Im Hinblick auf die chemischen Eigenschaften wird jedoch durch den relativ hohen M_7C_3 -Karbidanteil in der aufgekohlten Randschicht ein negativer Einfluss auf die Korrosionsträgheit der drei Werkstoffe erwartet. Bevor deshalb die Einsatztauglichkeit dieser Aufkohlungsvariante beurteilt werden kann, müssten die aufgekohlten Proben zuvor noch einer geeigneten Korrosionsprüfung unterzogen werden. Sollte diese Korrosionsprüfung einen Einbruch in der Korrosionsträgheit der Werkstoffe ergeben, wären neuerliche Veränderungen in der Prozessführung bei der

Niederdruckaufkohlung vonnöten, um eine Randschicht mit guten mechanischen und chemischen Eigenschaften an den Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil einzustellen.

5.6 Vergleich der Serien K, G und I

Im Zuge dieser Diplomarbeit wurden drei Niederdruckaufkohlversuche durchgeführt, die sich in ihren Prozessparametern nur in der Höhe der Aufkohlungstemperatur voneinander unterscheiden. Bei diesen drei Aufkohlungen wurden jeweils stark unterschiedliche Aufkohlungsergebnisse erzielt. Somit steht außer Zweifel, dass das Niederdruckaufkohlverhalten der drei Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil entscheidend von der Höhe der Aufkohlungstemperatur beeinflusst wird. Um diesen Einfluss der Aufkohlungstemperatur näher zu verdeutlichen, sind in Tabelle 17 die wichtigsten Messergebnisse der Aufkohlversuche I, IV und V (Serien K, I, und G) für den C4+Nil gegenübergestellt. Zusätzlich wird in Tabelle 17 der Diffusionskoeffizient des Kohlenstoffs im Kernmaterial des C4+Nil angegeben. Die Berechnung des Diffusionskoeffizienten bei den drei verschiedenen Aufkohlungstemperaturen von 1000°C, 1050°C und 1100°C erfolgte mit Dictra.

Tabelle 17: Gegenüberstellung einiger wichtiger Kalkulations- und Messergebnisse aus den Niederdruckaufkohlversuchen I, IV und V, die den Einfluss der Höhe der Aufkohlungstemperatur auf das Niederdruckaufkohlverhalten der drei Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil am Beispiel der Daten für den C4+Nil verdeutlichen sollen.

	Serie K (1000°C)	Serie I (1050°C)	Serie G (1100°C)
Randkohlenstoffgehalt [Mass.%]	1,60	1,46	0,80
Kohlenstoffaktivität [-]	0,6	0,4	0,2
Diffusionskoeffizient von C [m^2s^{-1}]	$1,56 \cdot 10^{-11}$	$2,82 \cdot 10^{-11}$	$4,86 \cdot 10^{-11}$
Einhärtetiefe [mm]	1,5	2,5	3,0
M ₇ C ₃ -Karbidanteil am Rand [Vol.-%]	9,01	10,82	3,01

Bei der Niederdruckaufkohlung der drei Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil wurde mit zunehmender Kohlungstemperatur ein Absinken des Randkohlenstoffgehalts und der Kohlenstoffaktivität beobachtet. Die Abnahme des Randkohlenstoffgehalts von 1,6 Mass.% auf 1,46 Mass.% beziehungsweise 0,8 Mass.% (Daten für den C4+Nil) kann auf die höhere Desorptionsrate bei Aufkohlungstemperaturen von 1050°C beziehungsweise 1100°C zurückgeführt werden, die für ein geringeres Kohlenstoffangebot an der Oberfläche sorgt. Zusätzlich übt die Diffusionsgeschwindigkeit des Kohlenstoffs einen Einfluss auf die Höhe des Randkohlenstoffgehalts aus (vgl. Werte für den Diffusionskoeffizienten in Tabelle 17). Durch eine höhere Aufkohlungstemperatur wird die Eindiffusion der Kohlenstoffatome in den Stahl beschleunigt, sodass weniger Kohlenstoff am Rand angehäuft werden kann. Als Folge des rascheren Abtransports des Kohlenstoffs von der Oberfläche kommt es auch zu weniger Karbidausscheidungen im Randbereich und zu größeren erreichbaren Einhärtetiefen. Im Fall der Aufkohlung nach den Prozessparametern der Serie I (1050°C) wurde jedoch in der Randzone der C4+Nil Probe ein ungewöhnlich hoher M_7C_3 -Karbidgehalt von 10,82 Vol.-% errechnet. Dieser Wert liegt mit knapp 2 Vol.-% über dem Wert, der bei der Auswertung der Serie K (9,01 Vol.-%) ermittelt wurde. Aufgrund des niedrigeren Randkohlenstoffgehalts sollten aber bei einer Aufkohlung nach den Prozessparametern der Serie I weniger Karbidausscheidungen in der Randschicht auftreten als bei einer Aufkohlung nach den Prozessparametern der Serie K. Da aber die Differenz zwischen beiden Werten für den M_7C_3 -Karbidgehalt in der Randschicht im Bereich der Schwankungsbreite von statistischen Auswertungen mit Analysis liegt, wurde diesem Ergebnis eher eine untergeordnete Rolle beigemessen. Ungewöhnlich erscheint auch die Abnahme der Kohlenstoffaktivität von 0,6 bei einer Aufkohlungstemperatur von 1000°C auf 0,4 beziehungsweise 0,2 bei Aufkohlungstemperaturen von 1050°C und 1100°C. Dieser Umstand kann durch das Ad- und Desorptionsverhalten der Gasmoleküle erklärt werden. Die mittlere Aufenthaltsdauer von bereits adsorbierten Gasmolekülen auf einer Metalloberfläche nimmt mit zunehmender Aufkohlungstemperatur exponentiell ab (vgl. Gleichung (15)). Je schneller die Gasmoleküle wieder desorbiert werden, desto geringer ist der Aufspaltungsgrad und in weiterer Folge die Kohlenstoffmenge, die für eine Eindiffusion in den Werkstoff zur Verfügung steht.

6. Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Diplomarbeit wurde das Niederdruckaufkohlverhalten der drei Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil näher untersucht. Bei den genannten Legierungen handelt es sich um korrosionsträge, randschichthärtbare Lagerwerkstoffe, die für einen potentiellen Einsatz in Flugzeugtriebwerken konzipiert wurden. Aufgrund ihrer chemischen Zusammensetzung neigen hochlegierte Stahlqualitäten während einer Niederdruckaufkohlbehandlung zur Bildung von Karbiden. In der kohlenstoffreichen Randschicht kommt es dabei zur Abbindung des Chroms in Form von chromreichen Karbiden, wodurch die Korrosionsträgheit des Werkstoffs abnimmt. Das erklärte Ziel der Arbeit lag nun darin, eine geeignete Niederdruckaufkohlungsvariante für die drei Versuchslegierungen C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil zu finden, die die Einstellung einer harten und verschleißbeständigen Randschicht ermöglicht, ohne dass es gleichzeitig durch zu starke Karbidausscheidungen im Randbereich zu einem Einbruch in der Korrosionsträgheit der Werkstoffe kommt. Um diese Zielsetzung zu erreichen, wurden insgesamt fünf verschiedene Niederdruckaufkohlversuche durchgeführt, die sich in der Höhe der Prozesstemperatur sowie in der unterschiedlichen Anzahl und Dauer der einzelnen Kohlungs- beziehungsweise Diffusionsphasen unterscheiden. In Abbildung 67 sind alle Prozessparameter im Detail aufgelistet, anhand derer die einzelnen Niederdruckaufkohlversuche eingetaktet wurden. Die Serienbezeichnungen stehen in keinem engeren Kontext mit der Wahl der Prozessparameter, sondern wurden aus rein formalen Gründen eingeführt.

Der erste Niederdruckaufkohlversuch wurde nach den Prozessparametern der Serie K durchgeführt, die den Ausgangspunkt für alle weiteren Entwicklungen in der Prozessführung darstellte. Das hohe Kohlenstoffangebot im Randbereich verursachte beim ersten Niederdruckaufkohlversuch ein verstärktes Auftreten von Karbidausscheidungen in der Randschicht, sodass nach dem Aufkohlvorgang ein Abfall in der Korrosionsträgheit der Werkstoffe C4+Nil, C5+Nil und C6+Nil befürchtet wurde. Weiters konnte die erforderliche Mindesthärte von 60 HRC in keinem Bereich

<ul style="list-style-type: none"> • <u>Niederdruckaufkohlversuch 1:</u> 6/5 + 3/5 + 3/10 + 3/15 + 3/90 + 3/220 Prozesstemperatur: 1000°C 	Serie K
<ul style="list-style-type: none"> • <u>Niederdruckaufkohlversuch 2:</u> 2/10 + 1/10 + 1/20 + 1/30 + 1/180 + 1/440 Prozesstemperatur: 1100°C 	Serie E
<ul style="list-style-type: none"> • <u>Niederdruckaufkohlversuch 3:</u> 1/60 + 1/120 + 1/240 + 1/480 Prozesstemperatur: 1100°C 	Serie F
<ul style="list-style-type: none"> • <u>Niederdruckaufkohlversuch 4:</u> 6/5 + 3/5 + 3/10 + 3/15 + 3/90 + 3/220 Prozesstemperatur: 1100°C 	Serie G
<ul style="list-style-type: none"> • <u>Niederdruckaufkohlversuch 5:</u> 6/5 + 3/5 + 3/10 + 3/15 + 3/90 + 3/220 Prozesstemperatur: 1050°C 	Serie I

Abbildung 67: Liste aller im Rahmen dieser Diplomarbeit durchgeführten Niederdruckaufkohlversuche mit dazugehörigen Prozessparametern und Serienbezeichnungen.

der Randschicht eingestellt werden. Die erreichte Einhärtetiefe von 1,5 mm war ebenfalls zu gering. Aus diesen Gründen wurden bei den beiden folgenden Niederdruckaufkohlversuchen II und III mehrere Veränderungen in der Wahl der Prozessparameter vorgenommen, um die mechanischen und chemischen Eigenschaften der Randschicht zu optimieren. Die Kohlungetemperatur wurde auf 1100°C erhöht und die Diffusionszeiten um 100% gegenüber der Serie K verlängert. Weiters wurde die Kohlungetmenge über die Anzahl (nur bei Serie F) und Dauer der Kohlungetpulse im Vergleich zur Serie K verringert. Grundsätzlich liefen alle diese vorgenommenen Veränderungen in gleiche Richtung und hatten zum Ziel, den Randkohlenstoffgehalt zu senken und somit die Karbidbildung im Randbereich zu reduzieren. Leider brachten diese Maßnahmen nicht die gewünschten Ergebnisse mit sich. Bei beiden Aufkohlungetversuchen (II und III) wurde nur eine minimale

Aufkohlwirkung festgestellt, sodass sie als mögliche Aufkohlungsvarianten trotz der sich einstellenden günstigen Karbidverteilung im Rand- und Kernbereich für eine Anwendung in der Praxis ausscheiden. Zusätzlich konnte bei keinem der drei Werkstoffe eine Härte von 60 HRC in der Randschicht eingestellt werden.

Aufgrund der mangelnden Aufkohlwirkung bei den Niederdruckaufkohlversuchen II und III wurden in einem nächsten Schritt der Prozessführung die Prozessparameter der Serie G entwickelt und anhand dieser der vierte Niederdruckaufkohlversuch durchgeführt. Die Serie G war eine Abwandlung der Serie K und unterschied sich von dieser in der Höhe der Aufkohlungstemperatur. Ein Anstieg des Kohlenstoffgehalts an der Grenzfläche zwischen Metall und Gas wurde in Bezug auf die Serien E und F über eine Erhöhung der Anzahl (nur bei Serie F) und Dauer der Kohlungspulse, beziehungsweise über eine Verkürzung der Diffusionszyklen zu erreichen versucht. Trotz der langen Kohlungsperioden konnte auch bei diesem Aufkohlversuch keine ausreichende Aufkohlwirkung erzielt werden. Die Härtewerte im Randschichtbereich blieben deutlich unter dem Grenzwert von 60 HRC, sodass auch diese Variante für einen möglichen Einsatz in der Praxis ausscheidet. Die Ursachen für die niedrigen Härtewerte in der Randschicht konnten nicht eindeutig erklärt werden. Jedoch stand die Vermutung im Raum, dass durch die hohe Aufkohlungstemperatur von 1100°C das Adsorptionsverhalten der Gasmoleküle und damit auch das Kohlenstoffangebot an der Werkstoffoberfläche negativ beeinflusst werden könnten.

Aus diesem Grund wurden schließlich die Prozessparameter der Serie I entwickelt und anhand dieser der fünfte Aufkohlversuch eingetaktet. Die Serie I ähnelte den beiden anderen Serien K und G sehr stark und unterschied sich von diesen nur in der Höhe der Aufkohlungstemperatur von 1050°C. Im Hinblick auf die mechanischen Eigenschaften der Randschicht konnten bei diesem letzten Aufkohlversuch zufrieden stellende Ergebnisse erzielt werden. Bei den drei Werkstoffen wurden Härtewerte um (C4+Nil) beziehungsweise über 60 HRC (C5+Nil und C6+Nil) im Randbereich erreicht. Die Einhärtetiefe lag bei rund 2,5 mm. Aufgrund der starken Aufkohlwirkung kam es aber auch zu Karbidausscheidungen in der Randschicht, sodass ein Abfall in der Korrosionsträgheit der Werkstoffe zu befürchten ist. Bevor deshalb die Einsatztauglichkeit der Serie I als Aufkohlungsvariante genau beurteilt werden kann,

müssten die aufgekohlten Proben zuvor noch einer geeigneten Korrosionsprüfung unterzogen werden.

Zusammenfassend wird in Abbildung 68 ein detaillierter Überblick über die gesamte Prozessführung bei der Niederdruckaufkohlung gegeben.

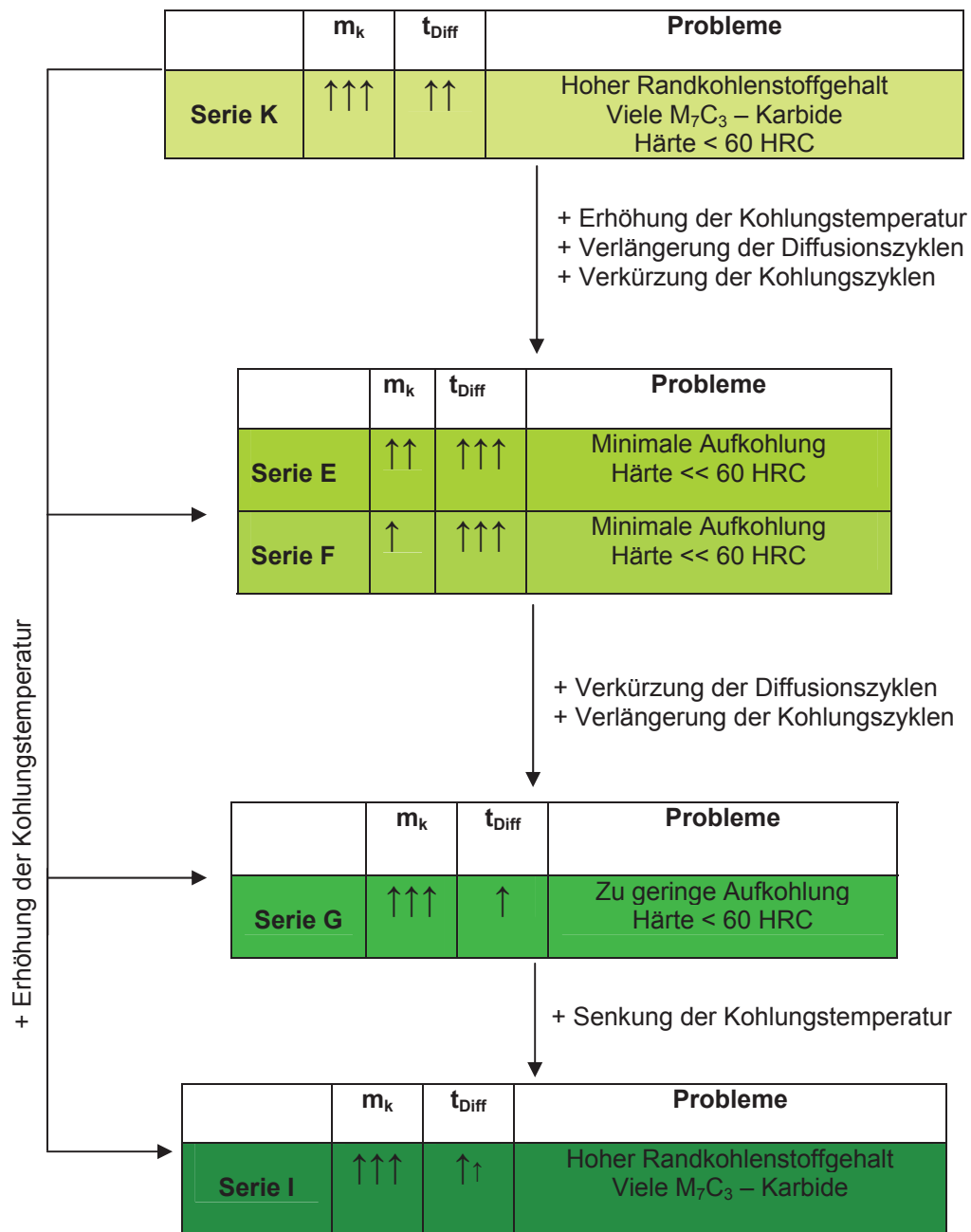


Abbildung 68: Schematischer Überblick über den gesamten Verlauf der Prozessführung bei der Niederdruckaufkohlung - die Pfeile symbolisieren die Höhe der Kohlungsmenge (m_k), beziehungsweise die zur Verfügung stehende Diffusionszeit (t_{Diff}).

Die Graphik soll die einzelnen Veränderungen, die in der Wahl der Aufkohlparameter von Serie zu Serie vorgenommen wurden, veranschaulichen. Die Pfeile symbolisieren die Höhe der Kohlungsmenge (m_k), beziehungsweise die zur Verfügung stehende Diffusionszeit (t_{Diff}). Um die Variationen in den Prozessparametern besser nachvollziehen zu können, sind in Abbildung 68 auch die wesentlichen Probleme angeführt, die nach jedem einzelnen Aufkohlvorgang aufgetreten sind und zu Veränderungen in der Prozessführung gezwungen haben.

Nach allen bisher durchgeführten Untersuchungen scheint eine Niederdruckaufkohlung des C5+Nil mit den Prozessparametern der Serie I das größte Potential für eine zukünftige Anwendung in der Praxis zu besitzen. In Kombination mit einer anschließenden Hochdruckgasabschreckung kann durch diese Aufkohlungsvariante eine harte und verschleißbeständige Randschicht (Härte > 60HRC) im Werkstoff eingestellt werden. Der C5+Nil eignet sich am besten für einen Einsatz in der Praxis, weil er gegenüber dem C4+Nil und C6+Nil einen deutlich höheren Matrixchromgehalt aufweist. Aufgrund des höheren Chromgehalts besitzt der C5+Nil grundsätzlich bessere Korrosionseigenschaften als die beiden anderen Werkstoffe C4+Nil und C6+Nil. Das bessere Korrosionsverhalten des C5+Nil bleibt auch nach dem Aufkohlvorgang mit großer Wahrscheinlichkeit bestehen. Diese Behauptung beruht auf dem Umstand, dass in der Randschicht der nach den Prozessparametern der Serie I aufgekohlten C5+Nil Probe im Zuge einer REM-Analyse ein ähnlich großer Anteil an chromreichen M_7C_3 -Karbiden festgestellt wurde, verglichen mit der C4+Nil Probe, die einen deutlich niedrigeren Matrixchromgehalt aufweist. Für die Wahl des C5+Nil spricht weiters die kürzere, dreistufige Wärmebehandlungsabfolge aus Aufkohlen, Hochdruckgasabschrecken und Anlassen, mit der es gelingt, ein feines martensitisches Randschichtgefüge hoher Härte bei diesem Werkstoff einzustellen. Beim C4+Nil kommt es hingegen nach der Abkühlung aus der Aufkohlwärme zur Bildung von weichem Restaustenit im Randschichtgefüge, sodass im Vergleich zum C5+Nil noch zusätzlich eine Tiefkühlbehandlung notwendig ist, um das gewünschte Martensitgefüge im Randbereich einzustellen. Der C6+Nil scheint für eine Anwendung in der Praxis grundsätzlich weniger geeignet zu sein als der C5+Nil, weil

er neben dem geringeren Matrixchromgehalt noch zusätzlich eine niedrigere Kernhärte aufweist.

Für die Zukunft wird die Entwicklung einer neuen Legierung überlegt, die in Bezug auf den C5+Nil einen höheren Vanadiumgehalt (3 Mass.-%) und auf den C6+Nil einen höheren Chromgehalt (12 Mass.-%) aufweisen soll. Beide Veränderungen in der Legierungszusammensetzung zielen darauf ab, die Korrosionsträgheit des Werkstoffs noch weiter zu verbessern. Da Vanadium ein stärkerer Karbidbildner ist als Chrom, können bei der neuen Legierung mehr Vanadiumkarbid- und weniger Chromkarbidausscheidungen im Randschichtgefüge erwartet werden. Inwieweit diese Tochterlegierung des C5+Nil und C6+Nil für einen möglichen Einsatz in der Praxis geeignet ist, werden geeignete Korrosionsprüfungen in naher Zukunft zeigen.

7. Literatur

- [1] J. Gegner: „Komplexe Diffusionsprozesse in Metallen“, Expert Verlag, (2006), ISBN 3-8169-2546-4.
- [2] J. Grosch: „Einsatzhärten“, Band 356, Technische Akademie Esslingen, Expert Verlag, (1994), ISBN 3-8169-0739-3.
- [3] J. Mainka: „Härtereitechnisches Fachwissen“, 4.Auflage, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, (1973), ISBN 3-342-00401-0.
- [4] A.G. Guy: „Metallkunde für Ingenieure“, Akademische Verlagsgesellschaft Frankfurt am Main, (1970).
- [5] B. Ilchner, R.F. Singer: „Werkstoffwissenschaften und Fertigungstechnik“, 3.Auflage, Springer Verlag, (2002), ISBN 3-540-67451-9.
- [6] G. Gottstein: „Physikalische Grundlagen der Materialkunde“, 2.Auflage, Springer Verlag, (2001), ISBN 3-540-41961-6.
- [7] G. Mbadinga, F. Graf, S. Bajohr, R. Reimert: „Katalytische Abgasreinigung unter den Bedingungen der industriellen Niederdruckaufkohlung mit Acetylen“, HTM, Ausgabe 02, pp. 77-84, (2007).
- [8] W. Gräfen, M. Hornung, O. Irretier, M. Rink: „Die Anwendung der Niederdruckaufkohlung bei hohen Temperaturen (1000°C bis 1050°C) in der industriellen Praxis“, HTM, Ausgabe 03, pp. 97-102, (2007).
- [9] [www.aichelin.at/ downloads/TI04_03D.PDF](http://www.aichelin.at/downloads/TI04_03D.PDF), (17.06. 2007).
- [10] H. Altena, F. Schrank, S. Heineck: „Prozessüberwachung und Regelung von Niederdruck-Aufkohlungsprozessen“, HTM 61, 4, pp.195-206, (2006).
- [11] T. Botsch und A. Goldsteinas: „Unterdruckaufkohlung – Modellierung und Simulation der Eindringtiefe verschiedener Aufkohlungsgase in Sacklochbohrungen“, HTM 57, 5, pp. 327-334, (2002).
- [12] M. Lohrmann, W. Gräfen, A. Jurmann und K. Niederberger: „Der Umgang mit Acetylen und dessen Reaktionsprodukten bei der Niederdruckaufkohlung AvaC*“, HTM 59, 2, pp.113-118, (2004).
- [13] W. Schröter und A. Spengler: „Über den Einfluss von Legierungselementen beim Einsatzhärten von Eisenwerkstoffen“, HTM 57, 5, pp. 342-348, (2002).

- [14] E. Houdremont, H. Schrader: „ Einfluss der Legierungselemente auf das Verhalten von Stählen bei der Einsatzhärtung“, Archiv für Eisenhüttenwesen 8, pp. 445-459, (1935).
- [15] F. Neumann, B. Person: „ Beitrag zur Metallurgie der Gasaufkohlung“, HTM 23, 4, pp. 296-310, (1968).
- [16] M. Steinbacher, B. Clausen, F. Hoffmann, P. Mayr, H.-W. Zoch: „Thermogravimetrische Messungen zur Charakterisierung der Reaktionskinetik beim Niederdruckaufkohlen“, HTM 61, 4, pp. 186-194, (2006).
- [17] L. Liu, F. Chen: „ The influences of alloy elements on the carburized layer in steels using vacuum carburization in an acetylene atmosphere“, Materials Chemistry and Physics, 82, pp. 288-294, (2003).
- [18] P. Kula, R. Pietrasik, K. Dybowski: „ Vacuum carburizing – process optimization“, Journal of Materials Processing Technology, 164-165, pp. 876-881, (2005).
- [19] P. Kula, L. Kolodziejczyk, D. Siniarski, A. Krasinski, M. Gorecki: „ The application of numerical model in designing of vacuum carburizing, Inzynieria Materialowa 4 (123), pp. 512-513, (2001).
- [20] H.J. Grabke: „ Kinetik und Mechanismen der Oberflächenreaktionen bei der Auf- und Entkohlung und Auf- und Entstickung von Eisen in Gasen“ Archiv für Eisenhüttenwesen 46, pp. 75-81, (1975).
- [21] H.J. Eckstein: „Technologie der Wärmebehandlung von Stahl“, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, (1987), ISBN 3-342-00220-4.
- [22] H. Altena, F. Schrank: „Niederdruck-Aufkohlung mit Hochdruck-Gasabschreckung – Grundlagen, Einsatzmöglichkeiten und Anlagentechnik“, HTM 57, pp. 247-256, (2002).
- [23] H. Altena: „Niederdruck- und Plasmaaufkohlung“, HTM 49, 1, pp. 58-63, (1994).
- [24] H. Altena: „Niederdruck-Aufkohlung mit Hochdruck-Gasabschreckung“, HTM 53, 2, pp. 93-101, (1998).
- [25] H.J. Böhmer, H. W. Zoch, H. Schlicht: „Untersuchungen zum Gasaufkohlen des neuen hochlegierten Einsatzstahles M50NiL“, HTM 41, 5, pp. 258-262, (1986).

- [26] P.K. Pearson: „The History and Future of Aircraft Turbine Engine Bearing Steels“, Bearing Steels: Into the 21st Century, J.J.C. Hoo and W.B. Green, Eds., ASTM STP 1327, 100 Barr Harbor Drive West Conshohocken, pp. 335-353, (1998), ISBN 0-8031-2421-X.
- [27] S. A. Horton: „Verbesserte Gefüge bei Schnellarbeitsstählen für Wälzlager“, Moderne Wälzlager-technik, Beiträge von SKF-Autoren, E. Ioannides/J.M. Beswick u.a., Vogel Buchverlag, 1. Auflage, pp. 191-201, (1991), ISBN 3-8023-0493-4.
- [28] D.W. Hetzner: „Carburizable High Speed Steel Alloys“, Bearing Steel Technology, J.M. Beswick, Ed., ASTM STP 1419, 100 Barr Harbor Drive West Conshohocken, pp. 399-413, (2002), ISBN 0-8031-2894-0.
- [29] P.K. Pearson, T. W. Dickinson: „The Role of Carbides in Performance of High-Alloy Bearing Steels“, Effect of Steel Manufacturing Processes on the Quality of Bearing Steels, J.J.C. Hoo, Ed, ASTM STP 987, 1916 Race Street Philadelphia, pp. 113-131, (1988), ISBN 0-8031-0999-7.
- [30] B. L. Averbach, L. Bingzhe, P. K. Pearson, R. E. Fairchild, E. N. Bamberger: „Fatigue Crack Propagation in Carburized High Alloy Bearing Steels“, Metallurgical Transactions 16B, pp.1253-1265, (1985).
- [31] S. Peissl: „ Entwicklung eines Legierungskonzeptes für einen korrosionsträgen Lagerwerkstoff für die Anwendung in Flugzeugtriebwerken“, Dissertation Montanuniversität Leoben, (2006).
- [32] H.I. Burrier, C. M. Tomasello, S.A. Balliet, J. L. Maloney, D. L. Milam, W. P. Ogden: „ Development of CSS-42L, A High Performance Carburizing Stainless Steel for High Temperature Aerospace Applications“, Bearing Steels: Into the 21st Century, J.J.C. Hoo and W.B. Green, Eds., ASTM STP 1327, 100 Barr Harbor Drive West Conshohocken, pp. 374-390, (1998), ISBN 0-8031-2421-X.
- [33] T. J. McCaffrey, D. E. Wert: „Development of a Stainless Corrosion Resistant Carburizing Bearing Steel“, Creative Use of Bearing Steels, J.J.C. Hoo, Ed, ASTM STP 1195, 1916 Race Street Philadelphia, pp. 137-148, (1993), ISBN 0-8031-1850-3.

- [34] J. Paulitsch: „Gefügecharakterisierung der Randschicht und Einfluss der Anlasstemperatur auf das Korrosions- und Verschleißverhalten des Pyrowear 675 und des CSS42L im Vergleich zum M50NiL“, Diplomarbeit Montanuniversität Leoben, (2006).
- [35] www.mcl.at, (02.07.2007).
- [36] www.csir.co.za, (03.07.2007).
- [37] www.schichttechnik.net, (03.07.2007).
- [38] www.glow-discharge.com, (03.07.2007).
- [39] M. Hajduga, J. Kucera: „Decarburization of Fe-Cr-C Steels During High-Temperature-Oxidation“, Oxidation of Metals 29, pp. 419-433, (1988).
- [40] Dictra, User's Guide Version 23, Thermocalc Software.
- [41] S. Peissl: Quartalsbericht 01/2006/WPD3, welcher im Zuge eines Kplus-Projektes am MCL Leoben erstellt wurde, (2006).
- [42] J. Kleff, I. Kellermann, H. Mallener, M.S. Wirth: „Niederdruck-Aufkohlen und Hochdruck-Gasabschrecken – Leistungsvergleich mit konventionellen Einsatzhärten“, HTM 57, 4, pp. 257-266, (2002).
- [43] http://www.chem.qmul.ac.uk/surfaces/scc/scat2_3.htm, (02.08.2007).
- [44] P.W. Atkins: „Physikalische Chemie“, 3 Auflage, Wiley-VCH, (2001), ISBN 3-527-30236-0.
- [45] M. A. Ragen, D. L. Anthony, R. F. Spitzer: „A Comparison of the Mechanical and Physical Properties of Contemporary and New Alloys for Aerospace Bearing Applications“, Bearing Steel Technology, J.M. Beswick, Ed., ASTM STP 1419, 100 Barr Harbor Drive West Conshohocken, pp. 399-413, (2002), ISBN 0-8031-2894-0.
- [46] G. Petzow: „Metallographisches Keramographisches Plastographisches Ätzen“, 6 Auflage, Gebrüder Borntraeger Berlin Stuttgart, (1984), ISBN 3-443-23014-8.
- [47] R. Yin: „Carburization of 310 stainless steel exposed at 800-1100°C in 2% CH₄/H₂ gas mixture“, Corrosion Science 47, pp. 1896-1910, (2005).
- [48] www.uni-oldenburg.de/tchemie/Praktikum/Adsorption.pdf, (14.08.2007).
- [49] J.H. Kerspe u.a.: „Vakuumtechnik in der industriellen Praxis“ Band 204, Technische Akademie Esslingen, Expert Verlag, (1993), ISBN 3-8169-0936-1.