

# Mikrostrukturelle Charakterisierung eigenschaftsdegradierender Mechanismen während der Schnellerwärmung und –abkühlung beim Lasergaslegieren von Titanwerkstoffen

J. Kaspar, A. Luft, S. Bonß, B. Winderlich, B. Brenner

Fraunhofer-Institut für Werkstoff- und Strahltechnik, Dresden

## 1 Einleitung

Das Lasergasnitrieren von Titanwerkstoffen bietet Möglichkeiten für die Verbesserung ihrer in der Regel unzureichenden Verschleißbeständigkeit [1]. Bei diesem Verfahren wird das zu legierende Metall mittels Laserstrahlung geschmolzen und gleichzeitig dem entstandenen Schmelzbad Stickstoff zugeführt. Durch die hohe Affinität der Titanschmelze zu Stickstoff bilden sich in der Schmelze Nitride, die hauptsächlich durch Schmelzbadkonvektion von der Oberfläche in die Tiefe gebracht werden [2]. In Abhängigkeit von den gewählten Prozessparametern (Laserleistung, Spotgröße, Vorschubgeschwindigkeit, Prozessgas) können hartstoffhaltige Randschichten mit Härten von 400 HV bis 1500 HV und mit Dicken bis etwa 1,5 mm erzeugt werden.

Im Fraunhofer IWS Dresden wurde vor einigen Jahren eine neue Schutzgasglocke für das Laserstrahlschweißen und Lasergasnitrieren entwickelt [3, 4]. Im Vergleich zu den üblicherweise eingesetzten offenen Prozessvarianten [1] konnte damit eine höhere Reproduzierbarkeit und Kontrollierbarkeit der Bearbeitungsprozesse durch Realisierung eines sehr niedrigen Restsauerstoffgehaltes und eines definierten Stickstoffangebotes am Schmelzbad erzielt werden. Anders als bei der Verwendung geschlossener Prozesskammern [5] können mit Hilfe dieser Schutzgasglocke auch größere Bauteile bearbeitet werden.

Die industrielle Anwendbarkeit des Lasergasnitrierens wird insbesondere für zyklisch beanspruchte Bauteile erschwert, weil das Lasergasnitrieren mit hohen Stickstoffgehalten zur Rissbildung und zum Abfall der Dauerschwingfestigkeit führt [4, 6]. Schon in den lediglich unter Schutzgas umgeschmolzenen Proben werden nur noch etwa 55 % der Dauerschwingfestigkeit des optimierten Ausgangszustandes erreicht. Besonders stark bricht die Dauerschwingfestigkeit jedoch infolge des Lasergasnitrierens mit hohen Stickstoffgehalten ein. Bei ausreichendem Stickstoffangebot während des Lasergasnitrierens erstarrt aus der Schmelze Titanitrid ( $TiN_x$ ) dendritisch. Die lasergasnitrierte Schicht besteht demzufolge aus den  $TiN_x$ -Dendriten und einer interdendritischen metallischen Matrix. Mit zunehmendem Volumenanteil an  $TiN_x$ -Dendriten und damit mit zunehmender Härte steigt die Tendenz zur Rissbildung [6]. Die zugrundeliegenden mikrostrukturellen Ursachen und deren Zusammenwirken mit spannungsmechanischen Einflussfaktoren sind bisher nicht geklärt, da selbst die sich beim Lasergasnitrieren ausbildenden Gefüge und Realstrukturen nur unzureichend erforscht sind. Außerdem wurden die Auswirkungen der unterschiedlichen Mikrostrukturen auf die mechanischen Eigenschaften bisher nicht systematisch untersucht.

Um die genannten Wissenslücken zu schließen, wurden im Fraunhofer IWS Dresden die während des Lasergasnitrierens in der Legierung Ti-6Al-4V ablaufenden mikrostrukturellen Prozesse durch den Einsatz hochauflösender strukturanalytischer Methoden (REM, TEM, EDX) detailliert untersucht. Die Untersuchungen konzentrierten sich auf die Charakterisierung der Realstruktur der metallischen Matrix, der TiN<sub>x</sub>-Phasen und der Grenzflächen zwischen den TiN<sub>x</sub>-Phasen und der metallischen Matrix. Besonderer Wert wurde dabei auf den experimentellen Nachweis eventuell vorhandener Mikrorisse gelegt. Zur Aufklärung der Struktur-/Eigenschaftsbeziehungen wurden an ausgewählten Bearbeitungszuständen die Bildung und die Ausbreitung von Rissen bei statischer Belastung mittels Schallemissionsanalyse sowie das Ermüdungsverhalten in Biege-wechselfestigkeitstests analysiert.

## 2 Experimentelles

### 2.1 Proben und Laserbearbeitung

Die Untersuchungen wurden an der technisch vielseitig genutzten ( $\alpha+\beta$ )-Titanlegierung Ti-6Al-4V durchgeführt, die in Form von 7 mm dicken Blechen zur Verfügung stand. Nach Angaben des Herstellers (Fa. Titanium International) hatten die Bleche folgende chemische Zusammensetzung (Masse%): 89,15 % Ti; 6,40 % Al; 4,10 % V; 0,19 % Fe; 0,156 % O; 0,007 % C; 0,007 % N.

Zum Lasergasnitrieren wurden ein 6 kW CO<sub>2</sub>-Laser und die im IWS entwickelte Schutzgasglocke eingesetzt [3, 4, 6]. Zur Realisierung der gewünschten Prozessgaszusammensetzung wurde in einer externen Gasmischstation dem Reaktionsgas Stickstoff definiert Argon als Inertgas zugemischt. Das Prozessgas kann über die Auflagefläche der Schutzgasglocke entweichen und ermöglicht damit bei einem geeigneten Gasfluss ein reibungsfreies Gleiten der Glocke auf dem Probentisch.

Flächenhafte Probengebiete mit Abmessungen von 60 mm x 40 mm wurden durch überlappende spurweise Laserbearbeitung mit Stickstoffanteilen im Prozessgas zwischen 0 % und 80 % gasnitriert. Dazu wurden folgende Prozessparameter eingesetzt: Laserleistung  $P_1 = 3,1$  kW, Spotgröße  $d_s = 3,5$  mm, Vorschubgeschwindigkeit  $v_v = 9$  mm/s, Spurbstand  $d_x = 0,75$  mm, Gasfluss  $F_1 = 100$  l/min. Diese Parameter waren in Voruntersuchungen in Hinblick auf Homogenität und Rissfreiheit der Schichten optimiert worden. Ein Teil der Proben wurde nach dem Lasergasnitrieren in einem zusätzlichen Prozessschritt unter Argon umgeschmolzen.

### 2.2 Untersuchungsmethoden

Zur Aufklärung der beim Lasergasnitrieren mit unterschiedlichen Stickstoffgehalten ablaufenden mikrostrukturellen Prozesse wurden folgende sich gegenseitig ergänzende Untersuchungen durchgeführt:

- Licht- und rasterelektronenmikroskopische Untersuchung der Probenoberflächen
- Messung der Mikrohärtigkeit nach Vickers an metallographischen Querschliffen
- Untersuchung der Struktur in der lasergasnitrierten Randzone an Querschliffen unter Nutzung des Material- und Kristallorientierungskontrastes im REM
- Detaillierte Charakterisierung der erzeugten Mikrostrukturen mittels TEM

Zur Erzielung kantenscharfer und verformungsfreier Querschliffe wurden metallographisch vorpräparierte Proben durch Ionenbeschuss unter flachem Winkel in einer Ionenätzenanlage RES010

der Fa. Baltec bearbeitet. TEM-Folien wurden aus unterschiedlichen Tiefen aus der lasergasnitrierten Schicht herauspräpariert. Nach dem planparallelen Schleifen und Polieren erfolgte die Endabdünnung zur Erzeugung elektronentransparenter Bereiche für Stickstoffanteile < 30 % in einer Elektrolytstrahlapparatur und für Stickstoffanteile > 30 % in einer Ionenstrahlätzanlage. Die TEM-Untersuchungen wurden an einem Elektronenmikroskop JEM 2010 der Fa. JEOL bei einer Beschleunigungsspannung von 200 kV durchgeführt.

Zur Bestimmung der Rissbildungsspannung wurden an den lasergasnitrierten Proben 4-Punkt-Biegeversuche durchgeführt und dabei die emittierten Schallemissionssignale aufgezeichnet. Die Signale wurden mit einem piezokeramischen Schallsensor vom Typ SE150 erfasst und mit einem Meßsystem AMS3 ausgewertet. Biegewechselfestigkeitstests erfolgten an einer Flach-Torsions-Biegemaschine. Dabei wurde die halbe jeweilige Spannungsamplitude als Mittelzugspannung verwendet (Biege-Schwell-Versuch). Es wurden bei jedem Versuch  $2 \cdot 10^6$  Lastspiele angestrebt, die mit einer Frequenz von 25 Hz sinusförmig aufgebracht wurden.

### 3 Ergebnisse und Diskussion

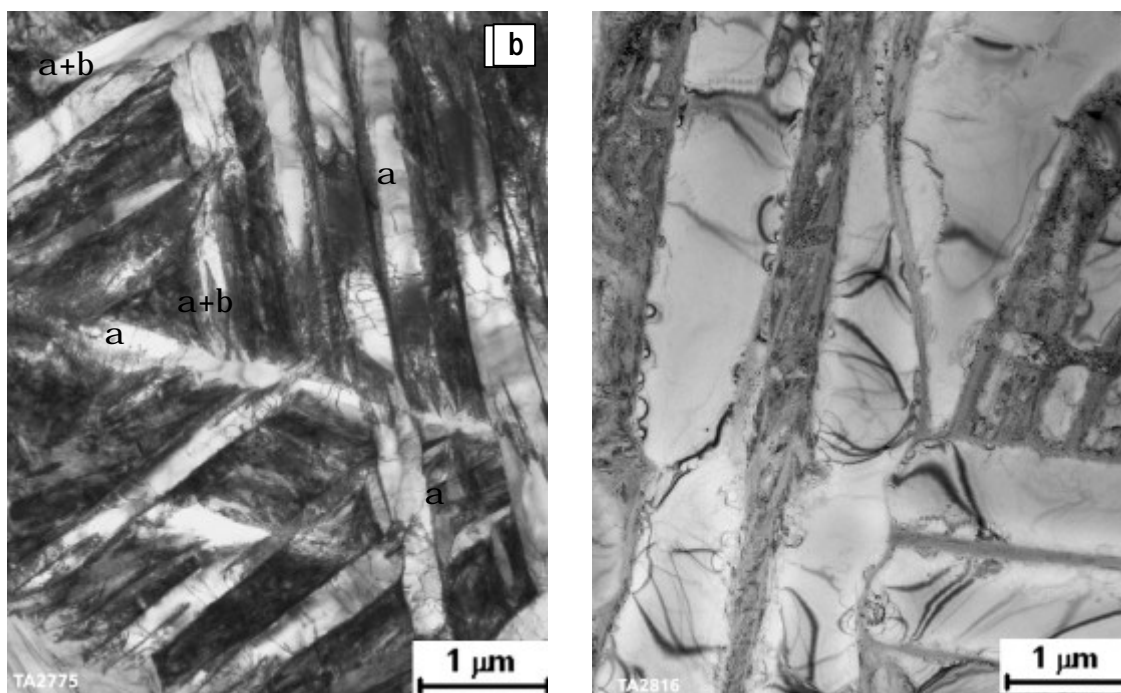
#### 3.1 Mikrostruktur

Das flächenhafte Lasergasnitrieren mit Stickstoffanteilen im Prozessgas zwischen 0 % und 80 % ergab gehärtete Randschichten mit Dicken zwischen 0,5 mm und 1,0 mm. Das eigenschaftsoptimierte globulare Ausgangsgefüge der Legierung Ti-6Al-4V wurde durch das Lasergasnitrieren deutlich verändert [7]. Nachfolgend werden die wichtigsten Erkenntnisse über die Änderungen des Gefüges und der Mikrostruktur in Abhängigkeit vom Stickstoffgehalt zusammengefasst:

- Das nach dem Umschmelzen unter reiner Argonatmosphäre (0 % Stickstoff) entstehende Erstarrungsgefüge besteht aus groben  $\beta$ -Körnern (kubisch-raumzentrierte Kristallstruktur: krz) mit Korngrößen zwischen 100  $\mu\text{m}$  und 500  $\mu\text{m}$ . Die durch die Laserbearbeitung induzierten hohen Abkühlgeschwindigkeiten führen bei der weiteren Abkühlung des Erstarrungsgefüges zu einem diffusionslosen Umklappen des krz Gitters in das hexagonale (hex)  $\alpha'$ -Gitter. Dabei entsteht ein sehr feines, nadelförmig ausgebildetes, martensitisches Umwandlungsgefüge, das eine charakteristische Korbgeflechtstruktur sowie hohe Versetzungsdichten innerhalb und an den Grenzen der Martensitnadeln aufweist (Abb. 1a).
- Die martensitische Umwandlung der  $\beta$ -Körner wird beim Lasergasnitrieren durch den im Gitter gelösten Stickstoff unterdrückt. Für Stickstoffanteile im Prozessgas zwischen 5 % und 20 % bildet sich ein Umwandlungsgefüge, das aus  $\alpha$ -Körnern und einem feindispersen Gemisch aus  $\alpha$ - und  $\beta$ -Körnern an den Korngrenzen der  $\alpha$ -Körner besteht (Abb. 1b).
- Erst wenn das Prozessgas mehr als 20 % Stickstoff enthält, bilden sich beim Abkühlen der Schmelze globulare oder plattenförmige  $\text{TiN}_x$ -Phasen, die wie die  $\alpha$ -Körner eine hexagonale Gitterstruktur aufweisen (Abb. 2).
- Die dendritische Kristallisation von  $\text{TiN}_x$  aus der Schmelze ist charakteristisch für das Lasergasnitrieren mit Stickstoffanteilen im Prozessgas von über 40 %. Mit weiter zunehmendem Stickstoffangebot steigt der Volumenanteil der  $\text{TiN}_x$ -Dendriten im Gefüge. Für Stickstoffanteile im Prozessgas von über 60 % besteht die lasergasnitrierte Randschicht

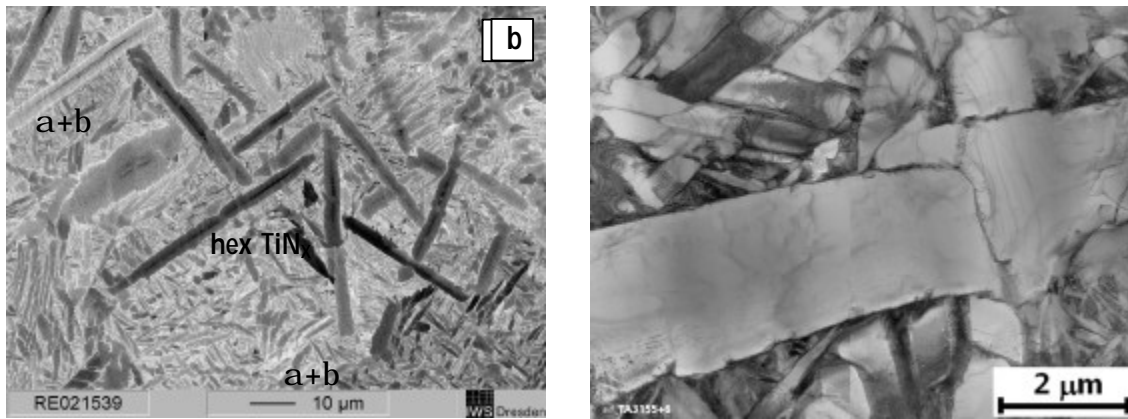
überwiegend aus den  $TiN_x$ -Dendriten und zum geringeren Teil aus der in den interdendritischen Bereichen erstarrten metallischen Matrix (Abb. 3).

Bislang ist man davon ausgegangen, dass die  $TiN_x$ -Dendriten ausschließlich eine kubisch-flächenzentrierte Struktur aufweisen (vgl. z. B. [8]). Wie jedoch aus Abb. 3 hervorgeht, bestehen die  $TiN_x$ -Dendriten aus einem stickstoffreicheren Kern, der ausschließlich aus Titan und Stickstoff besteht, und einer stickstoffärmeren Hülle, die neben Titan und Stickstoff auch Aluminium und geringe Anteile Vanadium enthält. Mit Hilfe von Kipp- und Beugungsexperimenten im TEM konnte nachgewiesen werden, dass der stickstoffreichere Kern eine kfz Gitterstruktur ( $TiN$ , Raumgruppe:  $Fm\bar{3}m$ ), die stickstoffärmere Hülle jedoch eine tetragonale (tet) Gitterstruktur ( $Ti_2N$ , Raumgruppe:  $P4_2/mnm$ ) besitzt (Abb. 4). Es wird vermutet, dass sich bei ausreichendem Stickstoffangebot zunächst kfz  $TiN_x$ -Dendriten mit einem unterstöchiometrischen Stickstoffanteil ( $x < 1$ ) in der Schmelze bilden. Im Verlauf des Erstarrungsprozesses wird jedoch gemäß der peritektischen Reaktion kfz  $TiN_x$  + Restschmelze  $\rightarrow$  hex  $TiN_x$  das kfz  $TiN_x$  mit einem Teil der Restschmelze (vgl. dazu das binäre Phasendiagramm Ti-N [9]) in hex  $TiN_x$  umgesetzt. Da diese peritektische Reaktion erhebliche Konzentrationsverschiebungen in den bereits erstarrten kfz  $TiN_x$ -Dendriten erfordert, läuft sie bei der schnellen laserinduzierten Abkühlung nur partiell ab. Der Kern der  $TiN_x$ -Dendriten wird deshalb nicht umgewandelt, so dass inhomogene  $TiN_x$ -Dendriten mit einem stickstoffreicheren Kern und einer stickstoffärmeren Hülle entstehen. Es wird angenommen, dass sich in der stickstoffärmeren Hülle das peritektisch gebildete hex  $TiN_x$  in das tet  $Ti_2N$  umwandelt.



**Abb. 1:** TEM-Aufnahmen der Mikrostruktur von Proben, die mit unterschiedlichen Stickstoffgehalten laserbearbeitet wurden.

- a) Umgeschmolzen: 0 % Stickstoffanteil im Prozessgas; martensitisches  $\alpha'$ -Umwandlungsgefüge
- b) Lasergasnitriert: 20 % Stickstoffanteil im Prozessgas; Umwandlungsgefüge aus  $\alpha$ -Körnern und  $(\alpha+\beta)$ -Gemisch an den  $\alpha$ -Korngrenzen

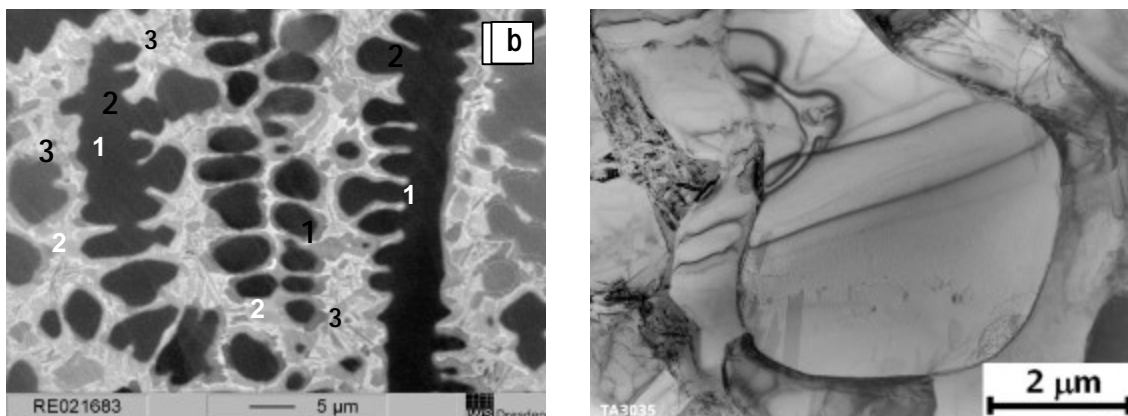


**Abb. 2:** Charakterisierung der Mikrostruktur von Proben, die mit 40 % Stickstoffanteil im Prozessgas lasergasnitriert wurden. Beachte die weit ausgedehnten plattenförmigen  $TiN_x$ -Phasen innerhalb der aus  $\alpha$ - und  $\beta$ -Körnern bestehenden metallischen Matrix.

- a) REM-Aufnahme (Material- und Orientierungskontrast)  
b) TEM-Aufnahme (Beugungskontrast)

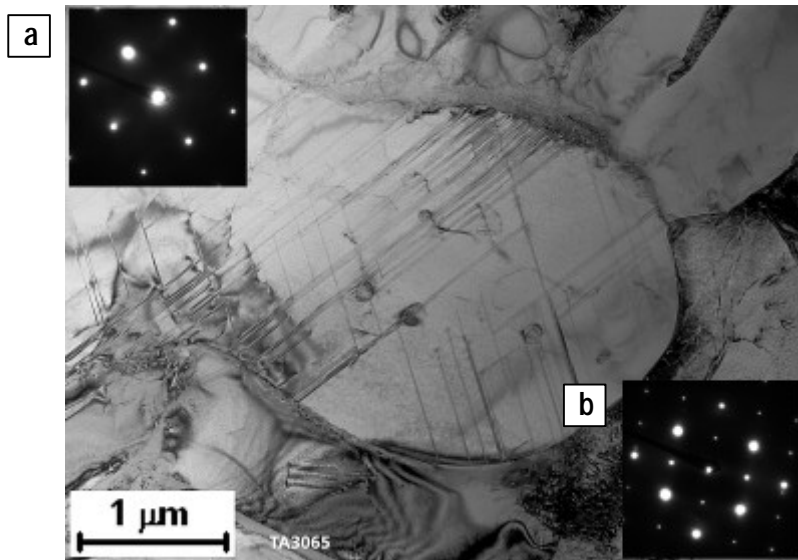
Innerhalb des Kerns der kfz  $TiN_x$ -Dendriten ist eine sehr dichte Defektanordnung anzutreffen. Neben einigen Versetzungen sind vor allem dichte Stapelfehleranordnungen zu beobachten (Abb. 4). Außerdem wurden dort auch einige feine aluminiumreiche Partikel sowie Poren nachgewiesen. An den Grenzflächen zwischen kfz  $TiN_x$  und tet  $Ti_2N$  sowie zwischen tet  $Ti_2N$  und metallischer Matrix konnten keine Anreicherungen der Legierungselemente (Al, V und Fe) nachgewiesen werden. Außerdem existieren entlang dieser Grenzflächen auch keine Delaminationen oder Hohlräume.

Durch ein zusätzliches Umschmelzen unter Argon wurden das Gefüge und die Mikrostruktur der lasergasnitrierten Proben im Wesentlichen nicht verändert. Durch die Umschmelzbehandlung wurde jedoch im Vergleich zum alleinigen Lasergasnitrieren eine deutlich homogenere Anordnung der unterschiedlichen Gefügebestandteile in der lasergaslegierten Randzone erzielt. Außerdem



**Abb. 3:** Charakterisierung der Mikrostruktur von Proben, die mit 80 % Stickstoffanteil im Prozessgas lasergasnitriert wurden. Beachte die Konzentrationsunterschiede in den  $TiN_x$ -Dendriten. Die metallische Matrix besteht aus einem feindispersen ( $\alpha+\beta$ )-Gemisch. 1: stickstoffreicherer Kern kfz  $TiN_x$ ; 2: stickstoffärmere Hülle tet  $Ti_2N$ ; 3: metallische Matrix aus  $\alpha$ - und  $\beta$ -Körnern.

- a) REM-Aufnahme (Material- und Orientierungskontrast)  
b) TEM-Aufnahme (Beugungskontrast)



**Abb. 4:** Analyse der Kristall- und Defektstruktur der  $\text{TiN}_x$ -Dendriten. Beachte die Stapelfehlerkontraste und die feinen Partikel innerhalb des stickstoffreicheren Kerns der  $\text{TiN}_x$ -Dendriten

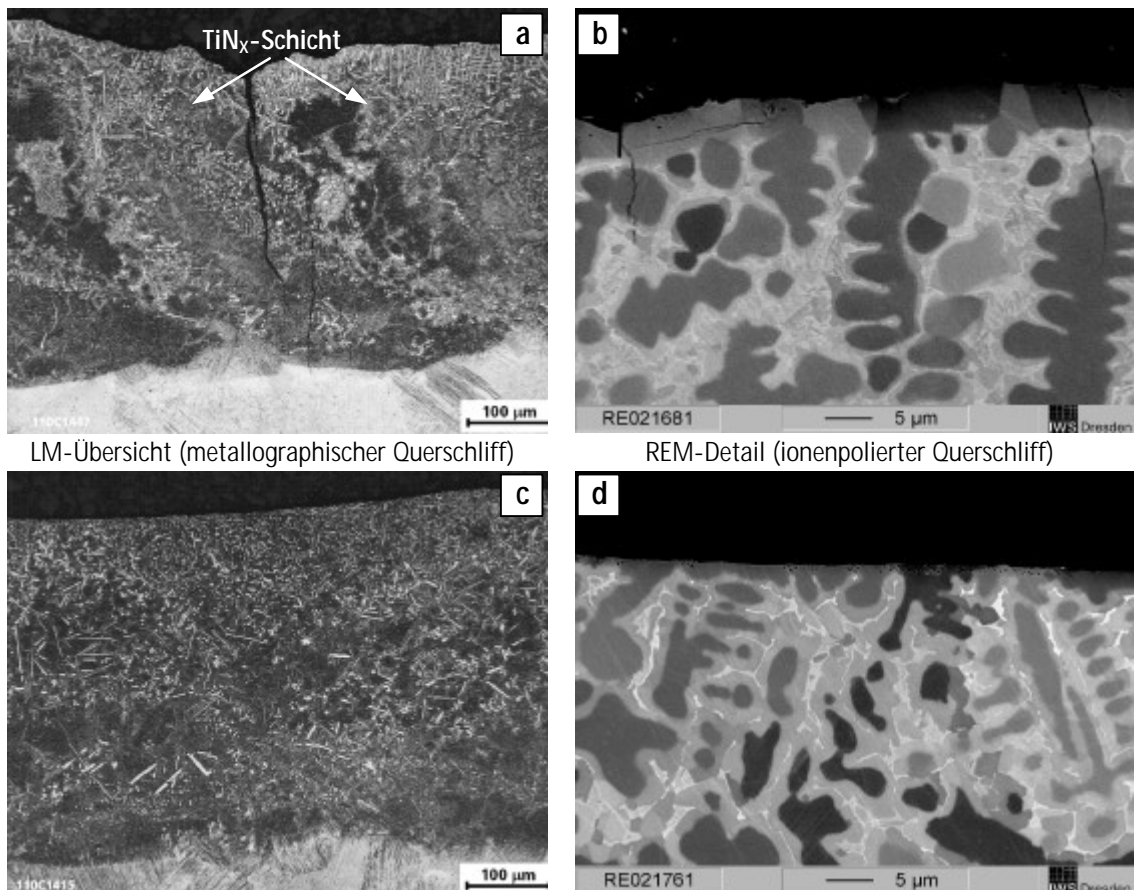
- a) Beugungsaufnahme des stickstoffreicheren Kerns: kfs  $\text{TiN}_x$   
 b) Beugungsaufnahme der stickstoffärmeren Hülle: tet  $\text{TiN}_2$ .

erhöhten sich durch die Umschmelzbehandlung die Anteile der stickstoffärmeren Hüllen auf Kosten der stickstoffreicheren Kerne. Dies lässt die Vermutung zu, dass bei der Umschmelzbehandlung die  $\text{TiN}_x$ -Dendriten möglicherweise gar nicht vollständig aufgeschmolzen wurden und sich die peritektische Reaktion  $\text{kfs TiN}_x + \text{Restschmelze} \rightarrow \text{hex TiN}_x$  fortsetzen konnte. In diesem Zusammenhang bleibt die Frage offen, bis zu welcher Temperatur das beim Lasergasnitrieren gebildete unterstöchiometrische kfs  $\text{TiN}_x$  stabil vorliegt und in welche Phasen es oberhalb dieser Temperatur zerfällt.

### 3.2 Mikro- und Makrorissbildung

Beim flächenhaften Lasergasnitrieren mit Stickstoffanteilen über 40 % im Prozessgas bilden sich Makrorisse. Da die Dauerschwingfestigkeit der lasergasnitrierten Proben bereits unterhalb dieses Stickstoffgehaltes abfällt, wurde in [6] vermutet, dass sich in der lasergasnitrierten Randzone schon bei geringeren Stickstoffgehalten Mikrorisse bilden. Diese Vermutung konnte jetzt durch REM-Untersuchungen der Probenoberfläche und ionenpolierter Querschliffe bestätigt werden. Beim Lasergasnitrieren mit nur 5 % Stickstoffanteil bildet sich eine dünne, durchgängig geschlossene  $\text{TiN}_x$ -Schicht an der Probenoberfläche. Die Dicke dieser Schicht wächst mit steigendem Stickstoffanteil und erreicht eine maximale Dicke von etwa  $5 \mu\text{m}$ . Die  $\text{TiN}_x$ -Schicht enthält zahlreiche feine Mikrorisse. Die Mikrorisse breiten sich für höhere Stickstoffanteile auch in die unterhalb der Schicht liegenden Materialbereiche aus, wodurch sie sich zu Makrorissen entwickeln (Abb. 5a und b). Mikro- und Makrorisse treten bevorzugt dann auf, wenn durch die Gestalt der Oberfläche eine Kerbwirkung ausgeübt wird. Die Mikrorisse verlaufen bevorzugt entlang der Korngrenzen der  $\text{TiN}_x$ -Schicht. Unterhalb der  $\text{TiN}_x$ -Schicht verlaufen die Mikro- und Makrorisse nahezu unabhängig von den Gefügebestandteilen durch die lasergasnitrierte Zone. Eine bevorzugte Rissausbreitung innerhalb der  $\text{TiN}_x$ -Dendriten bzw. entlang der Grenzfläche zwischen  $\text{TiN}_x$ -Dendriten und metallischer Matrix wurde dagegen nicht gefunden. Die Rissausbreitung wird

somit hauptsächlich von dem bei der Schnellabkühlung erzeugten Eigenspannungszustand bestimmt. Für hohe Stickstoffanteile im Prozessgas ist demnach die metallische Matrix durch Mischkristallhärtung infolge des im Gitter gelösten Stickstoffes so stark versprödet, dass sie der Rissausbreitung keinen entscheidenden Widerstand entgegensetzen kann. Dies führt dazu, dass sich die beim Abkühlen durch Schrumpfspannungen induzierten Risse nahezu ungehindert durch die lasergasnitrierte Zone ausbreiten können und erst an der Grenze zur Wärmeeinflusszone gestoppt werden.



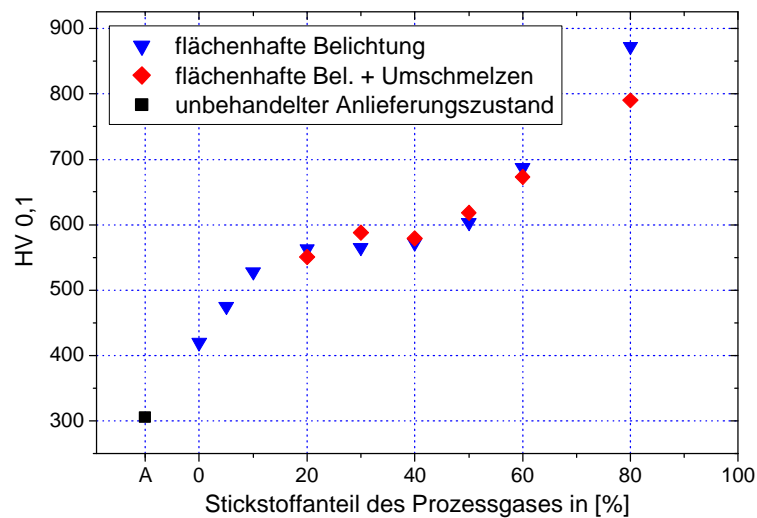
**Abb. 5:** Auswirkung einer nachträglichen Umschmelzbehandlung auf die Rissbildung beim Lasergasnitrieren mit hohen Stickstoffanteilen (links 60 %, rechts 80 %  $N_2$ -Anteil.)

- a) und b) Lasergasnitriert
- c) und d) Lasergasnitriert + Umgeschmolzen

Die Neigung zur Rissbildung kann deutlich verringert werden, wenn die Proben nach dem Lasergasnitrieren unter Argon umgeschmolzen werden. Die nach dem Umschmelzen entstehenden Schichten sind auch dann makrorissfrei, wenn das Lasergasnitrieren mit sehr hohen Stickstoffanteilen erfolgte (Abb. 5c und d). Außerdem wirkt das nachträgliche Umschmelzen auch der Bildung der durchgängigen  $TiN_x$ -Schicht entgegen, wodurch die Neigung zur Mikrorissbildung verringert wird. Eine vollständige Vermeidung der Mikrorissbildung kann jedoch durch das nachträgliche Umschmelzen der mit höheren Stickstoffgehalten im Prozessgas ( $\geq 40\%$ ) erzeugten Randschichten nicht erreicht werden.

### 3.3 Mechanische Eigenschaften

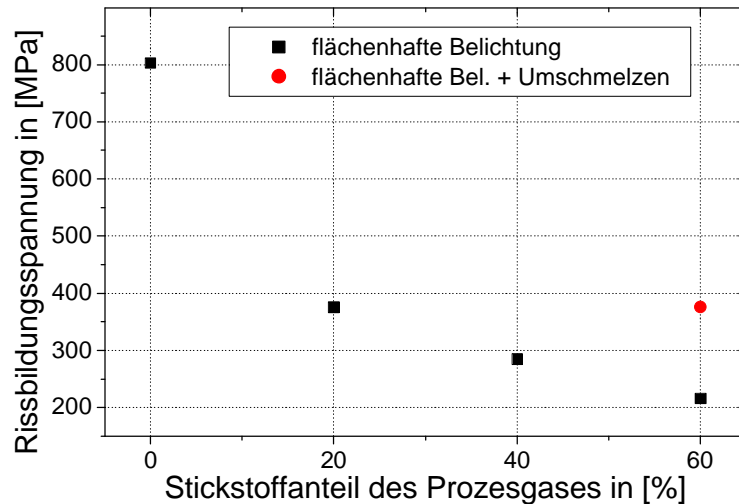
Durch Variation des Stickstoffanteiles im Prozessgas lassen sich in den lasergasnitrierten Proben mittlere Härten im Bereich zwischen 400 HV<sub>0,1</sub> und 900 HV<sub>0,1</sub> einstellen (Abb. 6). Im Bereich von 20 % bis 40 % Stickstoff im Prozessgas durchläuft die Härte ein Plateau bei etwa 550 HV<sub>0,1</sub> und steigt erst bei höheren Stickstoffgehalten weiter an. Im Vergleich zu den lasergasnitrierten Proben verringert sich die Härte nach dem Umschmelzen etwas, wenn das Lasergasnitrieren mit hohen Stickstoffgehalten erfolgte. Da sich bis zu einem Stickstoffanteil von 20 % noch keine stickstoffreichen Phasen bilden, ist die dort nachgewiesene Härtesteigerung der Mischkristallhärtung infolge des im Gitter gelösten Stickstoffs zuzuschreiben. Dagegen wird der



**Abb. 6:** Mittlere Mikrohärtigkeit der lasergasnitrierten Proben in Abhängigkeit vom N<sub>2</sub>-Anteil im Prozessgas. Zum Vergleich sind auch die Härtewerte nach dem zusätzlichen Umschmelzen angegeben.

deutliche Härteanstieg für Stickstoffanteile über 40 % durch den zunehmenden Volumenanteil der TiN<sub>x</sub>-Dendriten im Gefüge hervorgerufen.

Die durchgeführten Experimente zur Schallemissionsanalyse erbrachten wichtige Informationen über die Rissanfälligkeit bei statischer Zugbelastung der mit unterschiedlichen Stickstoffangeboten erzeugten Randschichten. Es ist festzustellen, dass die Spannung, bei welcher die Bildung von Rissen in den lasergasnitrierten Randschichten einsetzt, mit Zunahme des Stickstoffanteiles im Prozessgas abfällt (Abb. 7). Die markantesten Änderungen in der Rissanfälligkeit und im Rissverhalten treten dabei bereits bei geringen Stickstoffangeboten auf: So beträgt die Rissbildungsspannung einer mit 20 % Stickstoff im Prozessgas erzeugten Randschicht weniger als 50 % der Rissbildungsspannung einer lediglich unter Argon umgeschmolzenen Randschicht. Außerdem wurden an der mit einem Stickstoffanteil von 20 % im Prozessgas lasergasnitrierten Probe im Vergleich zum Umschmelzen unter Argon eine drastische Zunahme der Anzahl und der Stärke der registrierten Schallsignale festgestellt. Dagegen findet man bei weiterer Steigerung des Stickstoffangebotes nur noch geringe Auswirkungen auf das Schallemissionsverhalten. Bemerkenswert ist der Befund, dass das nachträgliche Umschmelzen einer mit 60 % Stickstoff im Prozessgas lasergasnitrierten Randschicht die Rissbildungsspannung auf das Niveau anhebt, das für die mit 20 % Stickstoff im Prozessgas lasergasnitrierten Proben typisch ist. Weitere Ergebnisse über die Prozesse der Rissbildung und -ausbreitung konnten durch



**Abb. 7:** Biegespannungen, bei denen in den lasergasnitrierten Proben während des 4-Punkt-Biegeversuches erstmals Schallemissionssignale als Anzeichen beginnender Rissbildung nachgewiesen wurden.

REM-Untersuchungen der im Biegeversuch belasteten Randschichten erzielt werden, über die aus Platzgründen an anderer Stelle berichtet wird [10].

Die Bestimmung der Dauerschwingfestigkeit der lasergasnitrierten Proben ist aufgrund experimenteller Schwierigkeiten problematisch: Hierzu zählen u. a. der unvermeidliche Verzug der Proben, das Relief der lasergasnitrierten Oberflächen und störende Einspanneffekte. Deshalb wurde hier unter Bezug auf frühere Untersuchungen des Ermüdungsverhaltens unterschiedlich lasergasnitrierter Proben [6] lediglich das Ziel verfolgt, den erwarteten positiven Einfluss einer nachträglichen Umschmelzbehandlung an einer mit 60 % Stickstoff im Prozessgas lasergasnitrierten Randschicht nachzuweisen. Durch die schrittweise Erhöhung der Spannungsamplitude und Mittelzugspannung konnte tatsächlich gezeigt werden, dass die nachträglich umgeschmolzenen Proben im Gegensatz zu den nur lasergasnitrierten Proben nicht bei 90 MPa, sondern erst bei 120 MPa versagten. Diese Erhöhung der Dauerschwingfestigkeit wird hauptsächlich auf eine erschwerte Bildung von Makrorissen zurückgeführt.

#### 4 Schlussfolgerungen

Durch den Einsatz spezieller Präparationstechniken und verschiedener sich gegenseitig ergänzender strukturanalytischer Untersuchungsmethoden wurde ein umfassendes Bild über die beim Lasergasnitrieren in der Legierung Ti-6Al-4V ablaufenden mikrostrukturellen Prozesse erarbeitet und der Kenntnisstand zum mechanischen Verhalten der erzeugten Randschichten erweitert. Aus den erzielten Ergebnissen werden folgende Schlussfolgerungen abgeleitet:

- Über das Stickstoffangebot beim Lasergasnitrieren können die Art, Verteilung und Morphologie der sich bildenden  $TiN_x$ -Phasen beeinflusst werden. Der Anstieg der Härte wird bei niedrigen Stickstoffgehalten im Prozessgas ( $\leq 20\%$ ) durch Mischkristallhärtung der metallischen Matrix und bei hohen Stickstoffgehalten im Prozessgas ( $\geq 40\%$ ) durch den zunehmenden Volumenanteil der  $TiN_x$ -Dendriten bestimmt.

- Die lasergasnitrierten Randzonen weisen Mikrorisse und – insbesondere bei Verwendung höherer Stickstoffgehalte im Prozessgas – auch Makrorisse auf, die ihre mechanische Belastbarkeit begrenzen. Möglichkeiten zur Erzeugung harter Randschichten, die keine Makrorisse enthalten und weniger rissanfällig sind, werden in der Optimierung einer nachträglichen Umschmelzbehandlung der lasergasnitrierten Randzonen gesehen.
- Wird im Einsatzfall der lasergasnitrierten Bauteile neben einer hohen Verschleißbeständigkeit auch eine hohe Dauerschwingfestigkeit gefordert, müssen offensichtlich Prozessbedingungen eingehalten werden, bei denen sich keine harten und großen TiN<sub>x</sub>-Phasen bilden.

## 5 Danksagung

Die Untersuchungen wurden im Rahmen des DFG-Schwerpunktprogrammes Kurzzeitmetallurgie (FKZ: 322 1013) durchgeführt. Die Autoren danken für die Unterstützung.

## Literatur

- [1] Bergmann, H. W.: Z. Werkstofftech. 16 (1985), 392-405
- [2] Weisheit, A., Mordike, B. L.: Surf. Eng. 11 (1995), 160-161
- [3] Brenner, B., Bonß, S., Gnann, R. A.: Patent EP08929 325 A1, B23 K26/12
- [4] Bonß, S., Brenner, B., Beyer, E.: Mat.-wiss. und Werkstofftechn. 32 (2001), 160-165
- [5] Xue, L., Islam, M., Koul, A., Bibby, M., Wallace, W.: Adv. Perf. Mat. 4 (1997), 25-47
- [6] Bonß, S.: Struktur und Eigenschaften lasergaslegierter Randschichten der Legierung Ti6Al4V, Dissertation, TU Dresden (1999)
- [7] Kaspar, J., Luft, A., Bonß, S., Winderlich, B., Brenner, B.: Tagungsband: Nitrieren, Stickstoff im Randgefüge metallischer Werkstoffe, Hrsg. Grosch, J., Mittemeijer, E. J., Aachen, AWT (2002), 207-216
- [8] Xin, H., Hu, C., Baker, T. N.: J. of Mat. Science 35 (2000), 3373-3382
- [9] Murray, J. L.: Phase Diagrams of Binary Titanium Alloys, Metals Park, Ohio, ASM Internat. (1990), 176-186
- [10] Kaspar, J., Luft, A.: Surface Eng., zur Veröffentlichung vorgesehen