

Lisa Christine Ehle

Randschichtmodifikationen erzeugt
durch mechanische, thermische und
chemische Wirkung verschiedener
Herstellungsprozesse am 42CrMo4
Stahl

“Randschichtmodifikationen erzeugt durch mechanische, thermische und chemische Wirkung verschiedener Herstellungsprozesse am 42CrMo4 Stahl“

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

zur Erlangung des akademischen Grades einer Doktorin
der Naturwissenschaften genehmigte Dissertation
vorgelegt von

M. Sc. Lisa Christine Ehle

aus Stuttgart

Berichter: Univ. Prof. Dr. rer. nat. Joachim Mayer
Univ. Prof. Dr. rer. nat. Robert Svendsen

Tag der mündlichen Prüfung: 19.11.2020

Diese Dissertation ist auf den Internetseiten der Universitätsbibliothek online verfügbar.

Berichte aus der Materialwissenschaft

Lisa Christine Ehle

Randschichtmodifikationen erzeugt durch mechanische, thermische und chemische Wirkung verschiedener Herstellungsprozesse am 42CrMo4 Stahl

Shaker Verlag
Düren 2021

Bibliografische Information der Deutschen Nationalbibliothek

Die Deutsche Nationalbibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.d-nb.de> abrufbar.

Zugl.: D 82 (Diss. RWTH Aachen University, 2020)

Copyright Shaker Verlag 2021

Alle Rechte, auch das des auszugsweisen Nachdruckes, der auszugsweisen oder vollständigen Wiedergabe, der Speicherung in Datenverarbeitungsanlagen und der Übersetzung, vorbehalten.

Printed in Germany.

ISBN 978-3-8440-7938-8

ISSN 1618-5722

Shaker Verlag GmbH • Am Langen Graben 15a • 52353 Düren

Telefon: 02421 / 99 0 11 - 0 • Telefax: 02421 / 99 0 11 - 9

Internet: www.shaker.de • E-Mail: info@shaker.de

Danksagung

Die vorliegende Arbeit entstand während meiner Zeit als wissenschaftliche Mitarbeiterin am Gemeinschaftslabor für Elektronenmikroskopie (GFE) an der Rheinisch-Westfälischen Technischen Hochschule in Aachen (RWTH Aachen University). An dieser Stelle möchte ich mich bei allen Personen und Institutionen bedanken, die das Entstehen dieser Arbeit ermöglicht haben.

Mein größter Dank gilt meinem Doktorvater und Institutsleiter Prof. Dr. rer. nat. Joachim Mayer für die Ermöglichung meiner Promotion am GFE und die gute Betreuung meiner Arbeit. Insbesondere möchte ich ihm für sein Vertrauen in mich und seine großartige Unterstützung bedanken, ohne die ich es niemals geschafft hätte diese Arbeit zu beenden. Darüber hinaus möchte ich mich bei ihm für die Möglichkeit bedanken an vielen Fachkonferenzen teilzunehmen und mein Wissen und wissenschaftliches Netzwerk zu erweitern.

Ebenfalls danken möchte ich Prof. Dr. rer. nat. Robert Svendsen für die Übernahme des Korreferats und die Durchsicht der Dissertation sowie Prof. Dr.-Ing. habil. Daniela Zander für die Übernahme des Vorsitzes der Promotionsprüfung. Außerdem danke ich der Deutschen Forschungsgemeinschaft DFG für die finanzielle Förderung des Sonderforschungsbereichs SFB TRR 136 „Prozesssignaturen“ inklusive des Teilprojektes C02, in dessen Rahmen meine Arbeit entstanden ist.

Mein großer Dank gilt auch allen Mitarbeitern am GFE, die mich und meine Arbeit fortwährend unterstützt haben, insbesondere bei der Bedienung und Problemlösung an den Geräten (Sebastian Zischke am TEM, Martina Schiffers und Kevin Kistermann an der FIB, Alexander Schwedt am REM, Michael Spähn am GK-REM und Thomas Queck für sämtliche Computerprobleme) und mit hilfreichen Fachdiskussionen (vielen Dank an Prof. Weirich und Dr. Schwedt), wenn ich nicht weiter gekommen bin. Jonas Werner möchte ich für die Durchführung und Auswertung der SEND-Messungen danken, welche mir ein paar Antworten auf Fragen geliefert haben, die ich mit konventionellen Messmethoden nicht beantworten konnte. Silvia Richter möchte ich für die Durchführung und Auswertung der ESMA Messungen danken, ebenso Anke Aretz für die Durchführung der digital image correlation an den *in situ* GK-REM Bildern. Mein großer Dank geht dabei insbesondere auch an Kevin Kistermann, der mir nicht nur sehr oft mit der Probenpräparation geholfen hat, sondern auch immer ein offenes Ohr für mich hatte und ohne dessen moralische Unterstützung ich es niemals geschafft hätte, an eine Fertigstellung der Arbeit zu glauben. Meinen Bürokollegen Maria Meledina, Helen Valencia und Adrian Mikitisin möchte ich für das wunderbare Arbeitsklima danken.

Darüber hinaus möchte ich gerne allen meinen Projektpartnern des SFB TRR 136 für ihre Unterstützung und Zusammenarbeit danken. Insbesondere möchte ich Heiner Meyer (IWT Bremen) für die Eigenspannungsmessungen danken sowie Arezoo Zare

(Ultraprecision Surfaces Laboratory, Oklahoma State University) für die Nanoindentierung, Ewald Kohls (IWT Bremen) und Sebastian Schneider (WZL RWTH Aachen) für die Temperatursimulationen beim Schleifhärten bzw. Funkenerodieren und Julian Kochmann (IFAM, RWTH Aachen) für die Gefügesimulationen beim *in situ* Biegeversuch. Für die Bereitstellung der Proben und den hilfreichen Diskussionen zu den einzelnen Prozessen möchte ich danken: vom IWT Bremen: Benjamin Kolkwitz (Schleifhärten), Jeannine Kämmeler (Festwalzen), Florian Borchers (Schleifverfestigen); vom WZL der RWTH Aachen: Stefan Buchkremer (Hartdrehen), Sebastian Schneider (Funkenerodieren) und Simon Harst (elektrochemische Bearbeitung).

Zu guter Letzt möchte ich meinen Eltern, meiner Tante Gudrun, meinen Schwestern Hanna und Simone, sowie meiner Freundin Simone Herzog und meinem Freund Denny für ihre moralische Unterstützung und für die nötige Ablenkung danken.

Publikationen

Im Rahmen dieser Forschungsarbeit entstanden nachfolgende Publikationen:

Als Erstautorin:

L.C. Ehle, J. Spille, H. Meyer, J. Kämmler, J. Werner, A. Schwedt, T. Weirich, J. Epp, J. Mayer, *Sequential deep rolling and liquid nitrogen cooling for controlled twinning and martensitic transformation in metastable AISI D3 (X210Cr12) steel*, Materials Today Communications, submitted 2021

L.C. Ehle, S. Harst, H. Meyer, A. Schupp, O. Beyss, B. Rommes, A. Klink, A. Schwedt, D. Zander, T. Weirich, J. Mayer, *Microstructural and chemical surface and rim zone changes of ferrite-perlite 42CrMo4 steel after electrochemical machining*, manuscripted 2021

L.C. Ehle, S. Richter, S. Herzog, C. Broeckmann, J. Mayer, *Identification of Cu-Co-oxide phases of reactive air brazed $Ba_{0,5}Sr_{0,5}Co_{0,8}Fe_{0,2}O_{3-3\delta}$ -Ag-14CuO joints by EBSD, EPMA and TEM diffraction*, EMAS 2019, IOP Conf. Series: Material Science and Engineering 891 (2020) 012012, doi: 10.1088/1757-899X/891/1/012012

L.C. Ehle, R. Strunk, H. Meyer, F. Borchers, B. Clausen, J. Mayer, *Influence of process chains with thermal, mechanical and thermo-mechanical impact on the surface modifications*, Procedia CIRP 87 (2020), p. 426-431, 5th CIRP Conference on Surface Integrity, Vitoria-Gasteiz, Spanien, doi: 10.1016/j.procir.2020.02.088

L.C. Ehle, S. Schneider, A. Schwedt, S. Richter, A. Klink, J. Mayer, *Electron microscopic characterization of thermo-chemically modified surface zones by electrical discharge machining*, Journal of Materials Processing Technology 280, (2020), doi: 10.1016/j.jmatprotec.2020.116596

L. Ehle, E. Kohls, S. Richter, J. Spille, A. Schwedt, J. Mayer, *Grind hardening: Correlations between surface modifications and applied internal loads*, Procedia CIRP 71 (2018) p. 341-347, 4th CIRP Conference on Surface Integrity, Tianjin, China, doi: 10.1016/j.procir.2018.05.038

L. Ehle, J. Kämmler, D. Meyer, A. Schwedt, J. Mayer, *Electron microscopic characterization of mechanically modified surface layers of deep rolled steel*, Procedia CIRP 45 (2016), p. 367-370, 3rd CIRP Conference on Surface Integrity, Charlotte, North Carolina, doi: 10.1016/j.procir.2016.02.147

Als Co-Autorin:

Y. Lu, L.C. Ehle, T. Radel, F. Vollertsen, *Influence of multi-pass laser hardening of normalized AISI 4140 on the grain size*, manuscripted 2021

F. Borchers, B. Clausen, S. Eckert, L. Ehle, J. Epp, S. Harst, M. Hettig, A. Klink, E. Kohls, H. Meyer, M. Meurer, B. Rommes, S. Schneider, R. Strunk, *Comparison of dif-*

ferent manufacturing processes of AISI 4140 steel with regard to surface modifications and its influencing depth, Metals 10/ 895 (2020), p. 1-26, doi:10.3390/met10070895

A. Aretz, L. Ehle, A. Haeusler, K. Bobzin, M. Öte, S. Wiesner, A. Schmidt, A. Gillner, R. Poprawe, J. Mayer, *In situ investigation of production processes in a large chamber scanning electron microscope*, Ultramicroscopy 193 (2018), p. 151-158

J. Kochmann, L. Ehle, S. Wulfinghoff, J. Mayer, B. Svendsen, S. Reese, *Efficient Multiscale FE-FFT-Based Modeling and Simulation of Macroscopic Deformation Processes with Non-linear Heterogeneous Microstructures*, Multiscale Modeling of Heterogeneous Structures (2018)

F. Klocke, M. Mohammadnejad, M. Holsten, L. Ehle, M. Zeis, A. Klink, *A Comparative Study of Polarity-related Effects in Single Discharge EDM of Titanium and Iron Alloys*, Procedia CIRP 68, (2018), p. 52-57

F. Klocke, S. Harst, L. Ehle, M. Zeis, A. Klink, *Surface integrity in electrochemical machining processes: An analyses on material modifications occurring during electrochemical machining*, Proceedings of the Institution of Mechanical Engineers, Part B: Journal of Engineering Manufacture (2017), doi.org/10.1177/0954405417703422

J. Kochmann, L. Ehle, S. Wulfinghoff, B. Svendsen, S. Reese, *Linking macroscopic deformation processes to microstructure evolution using an FE-FFT-based micro-macro transition and non-conserved phase-fields*, Proceedings in Applied Mathematics and Mechanics 16, (2016), p. 535-536

C. Heinzel, F. Borchers, D. Berger, L. Ehle, *Surface and material modifications of tempered steel after precision grinding with electroplated coarse grained diamond wheels*, Procedia CIRP 45 (2016), pp. 191-194, 3rd CIRP Conference on Surface Integrity, Charlotte, North Carolina

F. Klocke, S. Schneider, L. Ehle, H. Meyer, L. Hensgen, A. Klink, *Investigations on Surface Integrity of Heat Treated 42CrMo4 (AISI 4140) Processed by Sinking EDM*, Procedia CIRP 42 (2016), p. 580-585, ISEM XVIII

F. Klocke, L. Hensgen, A. Klink, L. Ehle, A. Schwedt, *Structure and Composition of the White Layer in the Wire-EDM Process*, Procedia CIRP 42, (2016), pp. 673-678

F. Klocke, S. Harst, L. Ehle, M. Zeis, A. Klink, *Influence of Material Microstructure on the Electrochemical Machinability of Steel 42CrMo4 and Inconel 718*, INSECT (2015), Linz, Austria

F. Klocke, S. Harst, L. Ehle, M. Zeis, A. Klink, *Surface Integrity in ECM-Processes – An Analysis on Material Modifications Occurring during Electrochemical Machining*, Proceedings of the 23rd CAPE Conference, (2015), Edinburgh, UK

S. Harst, F. Klocke, L. Ehle, M. Zeis, A. Klink, *Material Loadings during Electrochemical Machining (ECM) - A First Step for Process Signatures*, Key Engineering Materials, p. 651-653, ESAFORM (2015)

Betreute Arbeiten:

J. Spille, *Electron microscopic characterization of thermal and mechanical induced martensitic transformation and twin formation in X210Cr12 steel*, Masterarbeit am GFE, (2018)

Vorträge auf Konferenzen:

L. Ehle, *Influence of process chains with thermal, mechanical and thermo-mechanical impact on the surface modifications of a grind-strengthened 42CrMo4 steel*, 5th CIRP CSI 2020, Vitoria-Gasteiz, Spanien (e-conference)

L. Ehle, *Identification of crystal structures and elemental composition of reactive air brazed $Ba_{0.5}Sr_{0.5}Co_{0.8}Fe_{0.2}O_{3-δ}$ -Ag-14CuO joints by EBSD, EPMA and analytical TEM*, EMAS 2019, Trondheim, Norwegen

L. Ehle, *Electron microscopic characterization of thermally and mechanically induced martensitic transformation and twin formation in X210Cr12 steel*, RMS 2019, London, UK

L. Ehle, *Characterization of mechanical, thermal, thermo-mechanical and chemical modified surface zones by different electron microscopic methods*, Mini Oral Presentation, IMC 2018, Sydney, Australien

L. Ehle, *Grind hardening: Conclusions from surface modifications to applied internal loads*, 4th CIRP CSI 2018, Tianjin, China

L. Ehle, *Electron microscopic characterization of mechanically modified surface layers of deep rolled steel*, 3rd CIRP CSI 2016, Charlotte, North Carolina, USA

Poster auf Konferenzen:

L. Ehle, *Electron microscopic characterization of thermally modified surface layers generated by electro-discharge machining and grind-hardening*, EMAS 2017, Konstanz, Deutschland

L. Ehle, *Electron microscopic characterization of thermally modified surface layers generated by electro-discharge machining*, EMC 2016, Lyon, Frankreich

L. Ehle, *EBSD analysis and in situ SEM of microstructural change during bending test*, RMS 2016, Manchester, UK

L. Ehle, *Electron microscopy of surface layers from thermally, mechanically and electro-chemically processed samples in order to develop Process Signatures*, MC 2015, Göttingen, Deutschland

Kurzfassung

Randschichtmodifikationen von Bauteilen gezielt einzustellen ist seit vielen Jahren Bestandteil industrieller Forschung, da diese maßgeblich die Lebensdauer des Bauteils beeinflussen. Eine Möglichkeit, sich dieser Herausforderung prozessunabhängig zu stellen, ist die Entwicklung sogenannter Prozesssignaturen, welche Mechanismen-basiert den inneren Beanspruchungszustand des Werkstoffes während des Prozesses mit den entsprechenden Gefügeänderungen über physikalische Zusammenhänge beschreiben.

In dieser Arbeit wurden modifizierte Randschichten bei ferritisch-perlitischem bzw. vergütetem Grundgefüge des 42CrMo4 Stahls, welche mit den Prozessen Festwalzen, Schleifverfestigen, Funkenerosion (EDM), Schleifhärten, Hartdrehen, Festwalzen, Schleifverfestigen und elektrochemischer Bearbeitung (ECM) erzeugt worden sind, mittels verschiedener elektronenmikroskopischer Untersuchungsmethoden mit dem REM (Elektronenrückstreuung (EBSD), Elektronenstrahlmikroanalyse (ESMA)) und mit konventionellen TEM-Analysen betrachtet. Da die während der Fertigung erzeugten Randschichten einen entscheidenden Einfluss auf die funktionalen Eigenschaften des Bauteils haben, ist ein Verständnis der zugrunde liegenden Mechanismen und entstandenen Veränderungen des Gefüges von grundlegender Bedeutung für eine funktionsorientierte Fertigung. Ziel dieser Arbeit war deshalb unter anderem die Beantwortung folgender Fragestellungen:

- Welche Mechanismen wirken bei den verschiedenen Fertigungsprozessen und welche Randschichtmodifikationen werden dabei erzeugt?
- Mit welchen Messmethoden können die Modifikationen erfasst werden und was sagen diese über die Mechanismen aus?
- Welche Prozesse bzw. Mechanismen erzeugen vergleichbare Modifikationen und damit voraussichtlich ähnliche funktionale Eigenschaften?
- Welchen Einfluss hat das Grundgefüge auf die resultierenden Randschichten?
- Können quantitative Zusammenhänge zwischen internen Beanspruchungen und erzielten Modifikationen ermittelt werden, die eine parameterunabhängige Prozessauslegung ermöglichen?

Für die Auswertung bzw. den Vergleich verschiedener Prozesse wurden diese entsprechend ihrer dominierenden Hauptwirkung, d. h. der hauptsächlich für die Materialveränderung verantwortlichen thermischen, mechanischen und/ oder chemischen Energie bzw. Kombinationen aus diesen (thermo-mechanisch, thermo-chemisch), zugeteilt und mit verschiedenen Messmethoden die Randschichtmodifikationen analysiert und quantifiziert. Dabei ergaben sich zusammengefasst die folgenden Erkenntnisse:

Für thermische (bzw. auch thermo-mechanische) Prozesse wie Funkenerosion und Schleifhärten, welche die Austenitisierungstemperatur überschreiten, findet in der Randschicht eine Phasenumwandlung statt. Abhängig von der Ausbreitung der Temperaturfelder und des gewählten Grundgefüges ist die phasenumgewandelte Randschicht unterschiedlich tief ausgeprägt: Ein thermodynamisch instabileres Gefüge (wie das vergütete Gefüge) mit kurzen Diffusionswegen für den Kohlenstoff ebenso wie ein langreichweitiges Temperaturfeld (wie beim Schleifhärten) führt zu größeren Eindringtiefen der phasenumgewandelten

Randschicht. Werden Temperaturen oberhalb der Schmelztemperatur und sehr hohe Abkühlraten erreicht (wie beim Funkenerodieren), kann das Gefüge dendritisch erstarren. Aufgrund der hohen Diffusionsgeschwindigkeiten bei diesen Temperaturen kann die Randschicht auch massiv chemisch verändert werden und bspw. Aufkohlen. Physikalische Zusammenhänge wie die Kohlenstoffdiffusion in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit sowie das Dendritenwachstum in Abhängigkeit von der Abkühlrate wurden erstmalig in dieser Arbeit dazu verwendet die einwirkenden Temperaturen bzw. Temperaturgradienten während der Bearbeitung invers zu bestimmen und zeigen eine gute Übereinstimmung mit simulierten Temperaturdaten. Prozesse mit mechanischer (bzw. thermo-mechanischer) Hauptwirkung und massiver Scherverformung (wie beim Schleifverfestigen, Hartdrehen oder Schleifhärten) führen zu nanokristallinen Körnern in der Randschicht, welche durch kontinuierliche dynamische Rekristallisation entstehen. Bei einer rein mechanischen Zug- bzw. Druckbeanspruchung hingegen behält das Gefüge seine vorherigen Körner mit Großwinkelkorngrenzen und Scherbänder (Zugverformung), sowie Subkörner mit Kleinwinkelkorngrenzen (Festwalzen) werden innerhalb der ehemaligen Körner durch Versetzungswandern, -umordnung und -annihilation (auch dynamische Erholung genannt) gebildet. Bei duktilen Materialien mit großen Körnern im Grundgefüge (wie beim ferritisch-perlitischen 42CrMo4) haben mechanische Prozesse eine höhere Reichweite in der Randschichtmodifizierung als bei bereits verspannten, kleiner körnigeren Gefügen (wie dem vergüteten 42CrMo4), wo eine mechanische Verformung sogar zu einer Erweichung des Gefüges führen kann. Bei der elektrochemischen Bearbeitung wird Material durch chemische Reaktionen und Auflösungsprozesse abgetragen. Das Material erfährt nahezu keine Randschichtveränderungen mit Ausnahme einer wenige Nanometer dicken Reaktionsschicht auf der Oberfläche. Abhängig vom elektrischen Feld im Spalt und dem Abtransport der Reaktionsprodukte kann der Abtrag jedoch inhomogen sein und zu Lochfraß bzw. Korrosionsschichten führen.

Nanokristalline Randschichten können sowohl mit thermischen, thermo-mechanischen als auch mit mechanischen Prozessen erzeugt werden (Funkenerosion, Schleifhärten, Hartdrehen, Schleifverfestigen), obwohl die Mechanismen zu ihrer Erzeugung unterschiedlich sind: Bei thermischen Prozessen entstehen diese durch die Kurzzeitaustenitisierung, welche ein Kornwachstum des Austenits verhindert und entsprechend kleine Martensit-Körner bzw. Dendriten bildet. Im Fall von Schleifhärten werden die durch das vorlaufende Temperaturfeld austenitisierten Körner innerhalb der ersten 2-4 µm von der Oberfläche zusätzlich mechanisch verformt und bilden äquidistante nanokristalline Körner. Bei (thermo-) mechanischen Prozessen mit hoher Scherverformung werden Randschichtkörner abgesichert und durch kontinuierliche Steigerung der Misorientierung nanokristalline Körner mit Großwinkelkorngrenzen gebildet. Phasenumwandlung und mechanische Verformung können zu Druckeigenstressungen in der Randschicht führen (beim Schleifhärten, Schleifverfestigen und Festwalzen). Eine Härtesteigerung der Randschicht kann ebenfalls durch Phasenumwandlung und mechanische Verformung entstehen (beim Schleifverfestigen, Schleifhärten, Hartdrehen und Funkenerodieren), was jedoch auch vom Grundgefüge bzw. Material an sich abhängig ist. Festwalzen kann bei TWIP/ TRIP Stählen zu einer massiven Härtesteigerung führen, beim 42CrMo4 Stahl hingegen ändert sich die Härte nicht signifikant bzw. beim vergüteten Grundgefüge kann es sogar zu einer Erweichung des Gefüges kommen.

Die Dicke der beeinflussten Randschicht variiert für die verschiedenen Prozesse (und natürlich für die gewählten Prozessparameter). Schleifhärten und Festwalzen haben mit mehreren 100 μm bis mm dicken Randschichten die größte Einwirktiefe. Schleifverfestigen und Hartdrehen können ein paar μm bis ein paar 100 μm an Einwirktiefe erreichen. Beim Funkenrodieren kann die Randschicht zwischen ~ 100 nm und mehrere 10 μm dick sein. Eine elektrochemische Bearbeitung verursacht die geringsten Randschichtdicken mit ~ 10 -500 nm.

Zusammenfassend konnte in der vorliegenden Arbeit gezeigt werden, welche Mechanismen und Modifikationen bei der Bearbeitung des 42CrMo4 Stahls mit mechanisch, thermisch und chemisch wirkenden Prozessen auftreten können. Es konnte gezeigt werden, mit welchen Methoden diese Modifikationen am besten bestimmt werden können und wie mit diesem Wissen Zusammenhänge zwischen Beanspruchungen und Modifikationen ermittelt werden, um einen Beitrag zur Aufstellung von Prozesssignaturkomponenten zu leisten.

Abstract

For many years, industrial research focuses on systematic adjustment of surface modifications as these have a significant influence on the life time of the workpiece. One possibility to meet the challenge process independently is the development of so-called "Process Signatures" which relate the internal loads to the surface modifications based on the occurring mechanisms.

In this work modified surface zones of ferrite-perlite and quenched-tempered 42CrMo4 steel (AISI 4140), which were produced by deep rolling, grind-strengthening, turning, grind-hardening, electro discharge machining (EDM) and electrochemical machining (ECM), were investigated by electron microscopic methods like scanning electron microscopy (SEM) (including electron backscatter diffraction (EBSD) and electron probe micro analysis (EPMA)) and TEM (transmission electron microscopy) analyses. As surface zones have a significant influence on the functional properties of a workpiece, a fundamental understanding of the mechanisms and resulting surface modifications is necessary for function-oriented processing. The aim of this work was to answer the following research questions:

- Which mechanisms have an effect on the different production processes and what kind of surface modifications are generated?
- Which characterization methods can be used to identify the surface modifications and what do they testify to the mechanisms?
- Which processes or rather mechanisms generate comparable modifications and therefore presumably similar functional properties?
- How does the matrix influence the resulting surface modifications?
- Is it possible to provide quantitative correlations between internal loads and achieved modifications, which allow a parameter independent process design?

For examination and comparison, the different processes were distributed according to their main impact, which means, whether the dominant influence on the change of the microstructure is of thermal, mechanical or chemical nature (or a combination of these). Different characterization methods were used to analyze and quantify the surface modifications.

Thermal (or thermo-mechanical) processes like EDM and grind-strengthening which exceed the austenitization temperature cause a phase transformation in the surface zone. Depending on the temperature fields and chosen matrix material the phase transformed zone has a different penetration depth. A thermodynamically instable microstructure (like the quenched-tempered matrix) and/ or a long distance temperature field (like for grind-hardening) results in higher penetration depths. Temperatures above the melting point and high cooling rates (as for the EDM process) can result in a solidified dendritic surface zone. Due to the high diffusion rate at temperatures like this, the surface can be distinctly modified in its chemical composition, for instance by carburization. For the first time, in this work physical relationships like carbon diffusion depending on temperature and time or dendrite growth depending on cooling rate have been used to inversely calculate the temperatures and temperature gradients that appeared in the workpiece during processing. A compari-

son with simulated temperature fields showed good accordance. Nanocrystalline grains are formed for processes with mechanical (or thermo-mechanical) main impact and massive shear deformation (like for grind-strengthening, turning or grind-hardening) by continuous dynamic recrystallization. For pure mechanical tension and compression stresses the grains of the matrix material do not change significantly but shear bands (for tension deformation) and sub-grains with low angle boundaries (for deep rolling) are generated within the former grains due to dislocation movement, accumulation, rearrangement and annihilation (also referred to as dynamic recovery). Mechanical processes generate higher penetration depths in ductile materials with huge relaxed grains (like the ferrite-perlite 42CrMo4) than for distorted materials with small grains (like the quenched-tempered 42CrMo4). A mechanical deformation of distorted materials might even result in softening. During the ECM process, material is removed by chemical reactions and dissolution. There is no change of the surface microstructure except for a few nm thick reaction layers at the surface. Depending on the electrical field within the gap and the evacuation of reaction products the material degradation can be inhomogeneous and result in pitting corrosion.

Nanocrystalline grains can be generated by thermal, thermo-mechanical and mechanical processes (EDM, grind-hardening, turning, grind-strengthening) although the underlying mechanisms are different: Short-time austenitization is responsible for small martensite grains (grain growth of austenite grains is hindered) and small dendrites for thermal processes. In the case of grind-hardening, the leading temperature field austenitizes the surface zone and grains within the first 2-4 μm are additionally mechanically deformed and result in equiaxed, nanocrystalline ferrite and austenite grains. (Thermo-) mechanical processes (turning and grind-strengthening) with high shear deformation build nanocrystalline grains by continuous increase in misorientation till high angle grain boundaries are formed within the heavily distorted surface grains. Phase transformation and mechanical deformation can result in compressive residual stresses (grind-hardening, grind-strengthening and deep rolling). A hardness increase at the surface also appears for phase transformation and mechanical deformation (for grind-hardening, grind-strengthening, turning and EDM) but it also depends on the heat treatment of the matrix and the material itself. Deep rolling can result in a massive hardness increase of the surface zone for TWIP and TRIP steels but for 42CrMo4 steel the hardness does not change significantly for the ferrite-perlite matrix and might even be softened for the quenched-tempered matrix. The penetration depth changes for the different processes (and of course depends on the chosen process parameters). Grind-hardening and deep rolling show the greatest penetration depths of up to several hundred μm to a few mm. Turning and grind-strengthening can reach penetration depths between a few μm to some hundreds of μm . For the EDM process the penetration depth can be between ~ 100 nm up to several tens of μm . The ECM process causes the least penetration depth of around 10-500 nm.

In summary, this work elucidates which kind of mechanisms and modifications occur for machining the 42CrMo4 (AISI 4140) steel with mechanically, thermally and chemically acting processes. It is shown, which methods can be used best for the characterization of these modifications and how this knowledge allows identifying correlations between internal loads and modifications in order to gain process signature components.

Inhaltsverzeichnis

1	Einleitung	1
2	Ziel der Arbeit	7
3	Theoretische Grundlagen	9
3.1	Prozesssignaturen.....	9
3.2	Material und Mechanismen.....	10
3.2.1	42CrMo4 Stahl (AISI 4140).....	10
3.2.2	Verfestigung.....	12
3.2.3	Erholung.....	13
3.2.4	Rekristallisation.....	13
3.2.5	Phasenumwandlung.....	17
3.2.6	Erstarrung.....	22
3.3	Prozesse.....	24
3.3.1	Festwalzen.....	24
3.3.2	Schleifverfestigen.....	25
3.3.3	Hardrehen.....	26
3.3.4	Schleifhärten.....	27
3.3.5	Funkenerosion.....	29
3.3.6	Elektrochemisches Abtragen.....	31
3.4	Elektronenmikroskopische Messmethoden.....	33
3.4.1	Rasterelektronenmikroskopie (REM).....	35
3.4.2	Elektronenstrahlmikroanalyse: EDX und WDX.....	39
3.4.3	Elektronenrückstreubeugung (EBSD).....	40
3.4.4	Transmission Kikuchi Diffraction (TKD).....	47
3.4.5	Electron channeling contrast imaging (ECCI).....	48
3.4.6	Transmissionselektronenmikroskopie.....	49
4	Präparation	54
4.1	REM Präparation.....	54
4.2	TEM Präparation: FIB.....	55
5	Ergebnisse	58
5.1	Mechanische Prozesse.....	58
5.1.1	Festwalzen.....	58
5.1.2	Schleifverfestigen.....	67
5.2	Thermo-mechanische Prozesse.....	77
5.2.1	(Hart)-Drehen.....	77
5.2.2	Schleifhärten.....	92
5.3	Thermo-chemische Prozesse.....	112
5.3.1	Funkenerosion.....	112
5.4	Chemische Prozesse.....	125

5.4.1	ECM	125
5.5	In situ Versuche Großkammer-REM	135
5.5.1	In situ Biegeversuch	135
5.5.2	In situ Drehversuch.....	141
6	Diskussion	148
6.1	Artefakte bei der Probenpräparation	148
6.2	Charakterisierungsmethoden im Vergleich	156
6.2.1	Bestimmung der Korngröße/ Korngrößenverteilung.....	157
6.2.2	Welche Methode eignet sich für die Charakterisierung bei den jeweiligen Prozessen am besten?	165
6.2.3	Grenzen der Methoden: Wann ist keine eindeutige Interpretation der Ergebnisse möglich?	166
6.3	Einfluss des Grundgefüges auf Randschicht-modifikationen	171
6.4	Gemeinsamkeiten und Unterschiede der Modifikationen bei verschiedenen Prozessen	173
6.5	Einfluss von Prozessketten.....	175
6.6	Korrelation zwischen prozessinduzierten Werkstoffbeanspruchungen und Werkstoffmodifikationen bzw. Aufstellung von Prozesssignaturkomponenten	178
6.6.1	Diskussion PSKs von anderen Teilprojekten des SFBs „Prozesssignaturen“	178
6.6.2	In dieser Arbeit ermittelte PSKs	181
6.6.3	Weitere Möglichkeiten zur Aufstellung von PSKs	183
6.6.4	Abschließendes Fazit	187
7	Zusammenfassung und Ausblick.....	191
8	Literaturverzeichnis	193
9	Anhang	204
9.1	Experimentell bestimmte Daten vom verwendeten Grundgefüge.....	204
9.1.1	Zugversuch	204
9.1.2	TEM-Beugung	205
9.1.3	EBSD-Messung.....	206
9.1.4	ESMA-Messung	209
9.2	Zusätzliche Daten festgewalzte Proben.....	211
9.3	Zusätzliche Daten schleifverfestigte Proben	212
9.4	Zusätzliche Daten von hartgedrehten Proben.....	214
9.5	Zusätzliche Daten Schleifhärten	218
9.6	Matlab Code für Diffusionsprofilberechnung	218
9.7	ESMA Diffusionsprofile für das Schleifhärten.....	221
9.8	Karbidbestimmung EDM.....	223
9.9	Zusätzliche Daten ECM Proben.....	225
9.10	Digital Image Correlation mit Veddac 6.....	226
9.11	Bestimmung mittlere Korngröße: anzahlbezogen ↔ flächenbezogen.....	226

Abkürzungsverzeichnis

α -Fe	alpha Eisen = Ferrit, mit krz Gitter
BF	Hellfeld-Bild (bright field)
BSE	Rückstreuelektronen (backscattered electrons)
ECCI	electron channeling contrast imaging
CI	Confidence Index
DF	Dunkelfeld-Bild (dark field)
DRV	dynamische Erholung
cDRX	kontinuierliche dynamische Rekristallisation
dDRX	diskontinuierliche dynamische Rekristallisation
gDRX	geometrische dynamische Rekristallisation
DRX	dynamische Rekristallisation
EBSD	Elektronenrückstreubeugung (electron backscatter diffraction)
ECCI	electron channeling contrast imaging
ECM	elektrochemische Bearbeitung (electro-chemical machining)
EDM	Funkenerosion (electro-discharge machining)
EDX	Energiedispersive Röntgenanalyse
EELS	electron energy loss spectroscopy
EFTEM	energy filtered transmission electron microscopy
ESMA	Elektronenstrahlmikroanalyse
fp	ferritisch-perlitischer Gefügestand
γ -Fe	gamma Eisen = Austenit, mit kfz Gitter
GFE	Gemeinschaftslabor für Elektronenmikroskopie RWTH Aachen
GG	Grundgefüge
GGZ	Gleichgewichtszustand
GND	geometrisch notwendige Versetzungen
HAGB	Großwinkelkorngrenzen (high angle grain boundaries) Misorientierung $>15^\circ$

HAZ	heat affected zone (phasenumgewandelte Zone bei funkenenerodiertem Werkstück)
IFAM	Institut für Angewandte Mechanik RWTH Aachen
IQ	Image Quality
IWT	Institut für Werkstofforientierte Technologien Bremen
KAM	Kernel Average Misorientation
KF	Kuwahara-Filter
kfz	kubisch flächenzentriert
krz	kubisch raumzentriert
LAGB	Kleinwinkelkorngrenzen (low angle grain boundaries) Misorientierung 1° - 15°
LS	Linienschnittverfahren
M_s	Martensitstarttemperatur
PSK	Prozesssignaturkomponente
qt	vergüteter Gefügestand (quenched and tempered)
REM	Rasterelektronenmikroskopie
RL	recast layer (wiedererstartete Schmelze bei funkenenerodiertem Werkstück)
RT	Raumtemperatur
SE	Sekundärelektronen
SEND	scanning electron nanodiffraction
SFE	Stapelfehlerenergie
SSD	statistisch gespeicherte Versetzungen
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie
TKD	transmission Kikuchi diffraction
WDX	Wellenlängendispersive Röntgenanalyse
WZL	Werkzeugmaschinenlabor RWTH Aachen
zIPF	Inverse Polfigur bezogen auf z-Achse
ZTA-Diagramm	Zeit-Temperatur-Austenitisierungs-Diagramm
ZTU-Diagramm	Zeit-Temperatur-Umwandlungs-Diagramm

Formelzeichen

D	Diffusionskonstante
E	elektrisches Feld
d_{hkl}	Netzebenenabstand
ε	Dehnung
$\dot{\varepsilon}, \partial\varepsilon/\partial t$	Dehnrate
λ	Wellenlänge
T	Temperatur
t	Zeit
$\dot{T}, \partial T/\partial t$	Temperaturgradient
σ	Spannung
$\Delta\mu$	Potentialdifferenz