Afstudeerscriptie

194

De invloed van microstructurele parameters op de vermoeiingssterkte van genitreerd 42CrMo4

S.Coorens

Begeleiders: Ir. J.J. Braam Prof dr ir S. van der Zwaag.

Faculteit der Scheikundige Technologie en der Materiaalkunde Laboratorium voor Materiaalkunde Technische Universiteit Delft Rotterdamseweg 137 2628 AL Delft

Dankwoord

Volgens mijn vrouw mag een dankwoord bij een afstudeerverslag niet ontbreken. Normaal geef ik haar niet zo snel gelijk maar in dit geval moest ik dit wel doen. December 1995 ben ik door de marine vrijgesteld om in elf maanden een aangepast programma af te werken met als einddoel "afstuderen". Zoals u ziet is dit gelukt, maar dit was niet gelukt zonder de medewerking van de faculteit Materiaalkunde. Vandaar ook dit dankwoord.

Als eerste wil ik Prof. Ir. L. Katgerman en de Ir. H. Kleinjan van de sectie PT-1 danken voor het tot stand komen van mijn aangepaste programma. Dankzij hun verkreeg ik een duidelijk overzicht van de vakken en praktica die nog gedaan moesten worden voor mijn doctoraal examen Werktuigbouwkunde, afstudeerrichting Materiaalkunde.

Als tweede wil ik Jan hermsen bedanken voor zijn snelle en vakkundige wijze waarop hij heeft geholpen om de vermoeiingsbanken draaiende te houden. Zonder zijn snelle medewerking zou ik onherroepelijk in tijdsnood zijn gekomen.

Als derde wil ik de gehele vakgroep PT-2 danken voor de ondersteuning en de gezellige tijd die ze me hebben gegeven tijdens mijn afstudeerperiode. Toch wil ik een aantal mensen persoonlijk danken.

Ik wil Pieter Colijn danken voor de koffie die hij mij regelmatig heeft gegeven tijdens het uitvoeren van de vele hardheidsmetingen. Ik wil niet de indruk wekken dat de koffie het belangrijkste was waarvoor ik hem wil danken. Het zijn met name zijn kennis van de microstructuur van genitreerde staalsoorten en het maken van foto's die voor mij een grote steun zijn geweest.

Prof. Ir. S. van der Zwaag wil ik bedanken voor zijn persoonlijke wijze van begeleiden. Met name zijn aandacht voor het strakke tijdschema en zijn commentaar op mijn literatuur scriptie en afstudeerverslag zijn van grootte waarde geweest.

Als laatste wil ik mijn persoonlijke begeleider Marco Braam bedanken voor de vele uren discussie die wij hebben gehad. Ondanks het feit dat jij de cursus "Begeleiden van studenten" niet hebt gevolgd ben je een uitstekende begeleider geweest. Ook jij hebt altijd rekening gehouden met het strakke tijdschema en je hebt altijd tijd vrij gemaakt als dat nodig was. <u>Inhoudsopgave</u>

Samenvatting

.

Nom	enclatuur	
Hoof	dstuk 1: Inleiding	1
Hoof parag	dstuk 2: Theorie raaf	2
2.1 Ir	leiding	2
2.2 V	ermoeiing	2
	2.2.1 Algemeen	2
	2.2.2 Bepaling van de vermoeiingssterkte	3
	2.2.2.1 Inleiding	3
	2.2.2.2 Oorzaak spreiding	3
	2.2.3 De staircase methode	4
	2.2.3.1 De methode	4
	2.2.3.2 De betrouwbaarheid van de staircase methode	5
2.3 E	en verbetering van de vermoeiingssterkte door een oppervlakte behandeling	8
	2.3.1 Inleiding	8
	2.3.2 Verschil in initiatiepunt bij gekerfde en ongekerfde proefstaven	8
	2.3.3 Vereenvoudigde weergave van de spanning in een gekerfde staaf	10
2.4	2.3.4 Eigenschappen van de schil	12
2.4	De snort crack theorie	12
	2.4.1 De théorie	12
	2.4.2 Een model voor de vermoeningssierkte gebaseerd	14
2 5 N	itreren	14
2.5 11	2.5.1 Inleiding	15
	2.5.2 De ontleding van NH ₂ aan het onnervlak	15
	2.5.3 Opname van stikstof in het veredelingsstaal 42CrMo4	17
	2.5.4 Hardheidstoename en macrospanningen	17
	2.5.5 Toename interstitieel opgeloste stikstof en ontkoling	17
	1.9	
Hoofd	lstuk 3: Uitvoering	19
parag	raaf	
3.1 In	leiding	19
3.2 V	ervaardiging van de proefstaven	19
3.3 Ni	treren en denitreren	20
	3.3.1 Nitreren	20
	3.3.2 Denitreren	22
~ .	3.3.3 Renitreren	23
3.4	Sterkte bepaling	23
	3.4.1 Beschrijving van de vermoeingsmachine	23
	3.4.2 Principe werking van de vermoeiingsbank	23
2574	5.4.5 LIKING van de vermoeingsmachines	24
5.5 16	conneken om net matemaal te karakteriseren	24

•

Hoofdstuk 4: Experimenten	26
4.1 Inleiding	26
4.2 Beschrijving van de condities	26 26
Hoofdstuk 5: Resultaten	28
paragraaf	
5.1 Inleiding	28
5.2 Hardheidsresultaten	29
5.3 Resultaten lichtmicroscopisch onderzoek	31
5.4 Resultaten breukonderzoek	31
5.4.1 Resultaten optische stereomicroscoop	31
5.4.2 Resultaten S.E.M.	31
Hoofdstuk 6: Discussie	33
paragraaf	
6.1 Verschil in vermoeiingslimiet	33
6.2 Microspanningen en macrospanningen	34
6.3 Een mogelijke verklaring voor de invloed van interstitiele- en excess stikstof op de	
vermoeiingssterkte	35
6.4 Korrelgrenscementiet versus vermoeiingssterkte	36
6.5 Resultaten en het model voor de vermoeiingssterkte	
op basis van de short crack theorie	36
6.6 Discussie S.E.M. resultaten	37
Hoofdstuk 7: Conclusies	38

•

.

Samenvatting

Deze scriptie bestaat uit een beschrijving van het onderzoek naar de invloed van de microstructurele parameters die verantwoordelijk zijn voor de verbetering van de vermoeiingssterkte van het genitreerde veredelingsstaal 42CrMo4. Tijdens het proces gasnitreren wordt stikstof in het staaloppervlak gebracht. Het stikstof zal in het oppervlak nitriden vormen waardoor een harde laag ontstaat. Daarnaast zal een klein deel van het stikstof interstitieel oplossen in de matrix. De meeste onderzoeken wijten de verbetering van de vermoeiingssterkte aan de toename van de hardheid en het ontstaan van drukspanningen in de oppervlakte laag. De invloed van het interstitieel opgeloste stikstof is zover bekend nog niet eerder onderzocht. Met behulp van de "short crack" theorie is gezocht naar nieuwe inzichten. De theorie stelt dat met name de lokale vloeispanning en de aard van de barrière (korrelgrenzen, een tweede fase, etc.) bepalend zijn voor de vermoeiingslimiet. In dit onderzoek is de nadruk gelegd op de invloed van interstitieel opgeloste stikstof en de invloed van de korrelgrens als barrière. Het materiaal is hiervoor onder verschillende condities gedenitreerd (verwijderen van interstitiele stikstof) en gerenitreerd (opnieuw inbrengen van interstitieel stikstof). Daarna is per conditie doormiddel van roterende buiging de vermoeiingssterkte bepaald.

De belangrijkste conclusies uit dit onderzoek zijn dat de vermoeiingssterkte van genitreerd 42CrMo4 voornamelijk wordt bepaald door de interstitieel opgeloste stikstof. Renitreren en denitreren zijn reversibele thermochemische oppervlakte behandelingen. De veronderstelling dat er één op één relatie is tussen de vermoeiingssterkte en hardheid is niet juist.

Nomenclatuur

.

0	- Schourlangta
a	- Scheuhengle.
C	- Het betrouwbaarneidsinterval.
	= Korreiolameter.
a	= Kleinste diameter van een gekerfde staaf.
D	= Grootste diameter van een gekerfde staaf.
d _{kr}	= Kritische scheurlengte bij een M.S.C.
$E\{\mu_N\}$	= Verwachtingswaarde van het werkelijke gemiddelde.
$f(\mu_N)$	= Kansdichtheidsfunctie van het gemeten gemiddelde.
F(μ)	= Verdelings- of kansfunctie van het gemiddelde.
i	= rangnummer spanningsamplitude in een staircase.
Kt	= Theoretische kerfwaarde.
K	= Spanningsintensiteitsfactor.
m	= Taylorfactor.
$\mathbf{m}_{\mathbf{i}}$	= aantal keer dat de situatie 'i' in een staircase voorkomt.
M_b	= Buigend moment voor roterende buiging.
n	= aantal belastingwisselingen.
Ν	= aantal proefstaven in een staircase.
S_{app}	= Spanningsamplitude bij roterende buiging.
S_{fl}	= Vermoeiingssterkte.
S(r)	= spanningsamplitude als functie van de straal in een proefstaaf.
S_{max}	= Piekspanning aan het oppervlak ter hoogte van de kerf in een gekerfde proefstaaf.
S _{nom}	= Maximale spanning aan het oppervlak in een ongekerfde in proefstaaf.
S_{vl}	= Vloeispanning.
Si	= Spanningsamplitude in een staircase.
ΔS	= stapgrootte van de spanningsamplitude in een staircase.
r _n	= Nitreerpotentiaal
W _b	= Weerstandsmoment tegen buiging.
μ_N	= gemiddelde vermoeiingssterkte voor N proefstaven.
μ_{μ_N}	= Het gemiddelde van de gemeten gemiddelden.
σ_N	= spreiding van $\mu_{\rm N}$.
$\tau_{\rm fl}$	= lokale vermoeiingssterkte (schuifspanning).
~	- Writigate activity

 τ_c = Kritische schuifspanning.

٠

Hoofdstuk 1. Inleiding

Om de vermoeiingssterktes van constructies te verbeteren wordt het oppervlak vaak voorzien van een harde laag. Eén van de technieken die hiervoor gebruikt kan worden is gasnitreren. Deze techniek wordt in het algemeen toegepast op veredelingsstaalsoorten. Tijdens het gasnitreren wordt stikstof in de matrix van het staaloppervlak gebracht. Het stikstof zal in het oppervlak nitriden vormen en interstitieel oplossen. De toepassing van het proces gasnitreren berust voor een overgroot deel nog op empirische kennis, ondanks het betrekkelijke grote aantal onderzoeken op dit gebied. De verbetering van de vermoeiingssterkte wordt tot nu toe toegeschreven aan:

- de vorming van een harde oppervlaktelaag.
- het ontstaan van drukspanningen in de oppervlaktelaag als gevolg van een volume toename in het oppervlak.

De vorming van een harde oppervlaktelaag wordt met name toegeschreven aan de vorming van nitriden in het oppervlak. De meeste onderzoeken beperken zich dan ook vaak tot dit aspect. De invloed van het interstitieel opgeloste stikstof is voor zover bekend nog niet onderzocht.

Het doel van dit onderzoek is het verkrijgen van een beter inzicht in de microstructurele parameters die verantwoordelijk zijn voor de verbetering van de vermoeiingssterkte van genitreerde veredelingsstaalsoorten. Het onderzoek heeft zich beperkt tot het veredelingsstaal 42CrMo4. Van het materiaal werden gekerfde proefstaven onder verschillende condities genitreerd en/of gedenitreerd. Door middel van roterende buiging werd de vermoeiingssterkte bepaald. Aan de hand van lichtmicroscopisch onderzoek en breukonderzoek is getracht de verschillen in vermoeiingssterktes tussen de verschillende condities te analyseren. Hierbij wordt gebruik gemaakt van eerder uitgevoerde onderzoeken en theorieën over gasnitreren. Daarnaast is getracht aan de hand van de "short crack" theorie nieuwe inzichten te verkrijgen. In dit onderzoek is de nadruk gelegd op de invloed van interstieel opgeloste stikstof en de invloed van de korrelgrens als barrière. Dit laatste punt vloeit voort uit de "short crack" theorie.

Deze scriptie is als volgt opgebouwd. In hoofdstuk 2 wordt de relevante theorie besproken. Hoofdstuk 3 geeft een beschrijving van de gebruikte apparatuur en technieken die in dit onderzoek zijn gebruikt. Hoofdstuk 4 bespreekt de uitgevoerde experimenten en de zes condities die bepaald zijn om de invloed van de microstructurele parameters te bepalen. Hoofdstuk 5 beschrijft de diverse resultaten. De discussie van de resultaten wordt beschreven in hoofdstuk 6. Als laatste wordt een conclusie gegeven in hoofdstuk 7.

Hoofdstuk 2 Theorie

§ 2.1 Inleiding

In dit hoofdstuk wordt in het kort de theorie besproken die van toepassing is op het uitgevoerde onderzoek. Als eerste wordt het begrip vermoeiingssterkte behandeld. Na een korte inleiding wordt de staircasemethode besproken. Dit is een methode waarmee de vermoeiingssterkte kan worden bepaald. Tevens wordt er inzicht gegeven in de betrouwbaarheid van deze methode. Als tweede wordt in het kort de invloed van oppervlakteharding op de vermoeiingssterkte besproken. Hierbij gaat het met name om de relatie tussen oppervlakte effecten en de vermoeiingssterkte en de relatie tussen de eigenschappen van de geharde oppervlaktelaag en de vermoeiingssterkte. Als derde wordt de short crack theorie behandeld. Deze theorie legt een verband tussen de vermoeiingssterkte en de microstruktuur van een materiaal. Als laatste wordt het nitreerproces behandeld. Hierbij is de nadruk gelegd op het nitreren van het veredelings- en nitreerstaal 42CrMo4.

§ 2.2 Vermoeiing

§ 2.2.1 Algemeen

Veel constructies worden in de praktijk blootgesteld aan wisselende belastingen. Hierbij kan gedacht worden aan schepen, vliegtuigen, hijskranen maar ook aan motoronderdelen. Het verschijnsel dat een constructie bezwijkt na het herhaald ondergaan van een schijnbaar veilige belasting wordt vermoeiing genoemd. Het bezwijken van een constructie is het gevolg van het ontstaan van een scheur die een dusdanige grootte heeft bereikt dat het ontwerp niet sterk genoeg meer is om de volgende belastingscyclus te doorstaan. Het is dan ook niet verwonderlijk dat dit proces al vele jaren door constructeurs en materiaalkundigen wordt bestudeerd. Een van de eerste personen die zich bezig heeft gehouden met het verschijnsel vermoeiing is de Duitse spoorweg ingenieur Wöhler [Korevaar91a]. De spoorwegen kampten met het probleem dat veel assen van goederenwagons braken terwijl de belasting niet boven de treksterkte van het materiaal kwam. Wöhler onderzocht dit probleem door assen te onderwerpen aan een roterende buigspanning. Als gevolg van de aangelegde buigspanning wordt de as aan de onderkant iets langer en aan de bovenkant korter. Aan de onderkant treedt dus een trekspanning op en aan de bovenkant een drukspanning. Als gevolg van de rotatie ondergaat het materiaal wisselend een trek- en een drukspanning. Wöhler ontdekte dat het aantal belastingwisselingen tot aan de breuk afhankelijk was van de opgelegde spanningsamplitude S_{app} . Deze afhankelijkheid werd door Wöhler grafisch weergegeven in een Wöhler-kromme.



Fig 2.1; Voorbeeld van een Wöhler-kromme

De spanningsamplitude waarbij de kromme horizontaal gaat lopen wordt de vermoeiingssterkte (S_{fl}) genoemd. Hier bereikt het proefstuk een "oneindige" levensduur. De overgang is verschillend voor diverse materialen. Staalsoorten vertonen in het algemeen een scherpe overgang [Korevaar91a].

§ 2.2.2 Bepaling van de vermoeiingssterkte

§ 2.2.2.1 Inleiding.

Het is algemeen bekend dat de resultaten van vermoeiingsproeven uitgevoerd onder dezelfde condities een relatief grote spreiding vertonen. In fig. 2.1 is deze spreiding in een Wöhlerkromme weergegeven. De echte vermoeiingssterkte van een materiaal is de gemiddelde waarde over een oneindig aantal proeven. Het uitvoeren van een groot aantal vermoeiingsproeven zou een veel te langdurige en kostbare zaak worden. Daarom wordt de vermoeiingssterkte bepaald door het uitvoeren van een steekproef uit de totale populatie van vermoeiingssterktes.

In deze paragraaf zal in het kort aangegeven worden welke factoren verantwoordelijk zijn voor de spreiding. Daarnaast zal de staircase-methode worden besproken. Dit is een beproevings-methode waarmee de vermoeiingssterkte d.m.v. een steekproef kan worden bepaald. Naast de beschrijving van deze methode zal aangegeven worden waaraan voldaan moet worden zodat de gevonden waarden van een steekproef representatief zijn voor een populatie.

§ 2.2.2.2 Oorzaak spreiding.

Bij het uitvoeren van een vermoeiingsproef kan het resultaat afhankelijk zijn van allerlei factoren. Deze factoren kunnen ingedeeld worden in drie groepen [Schijve68], namelijk in factoren die samenhangen met:

- het materiaal waarvan het proefstuk vervaardigd is,
- het vervaardigen van het proefstuk,
- de uitvoering van de proef.

Bij elke factor kan er een onderscheid gemaakt worden in toevallige en systematische factoren. Onder factoren die samenhangen met het materiaal waarvan het proefstuk vervaardigd is vallen bijvoorbeeld: het verschil in inclusiegrootte of het verschil in

barrièregrootte (zie de later te behandelen short crack theorie). Deze factoren vallen onder de noemer toevallige factoren. Een foutieve warmtebehandeling behoort tot de systematische factoren. Bij het vervaardigen van een proefstuk kan een spreiding in oppervlakteruwheid of een verschil in kerffactor door onnauwkeurige verspaningsmethode verantwoordelijk zijn voor de spreiding in de vermoeiingssterkte. Onder de beproevingsfouten vallen bijvoorbeeld het minder goed reproduceren van een vermoeiingsmachine, een onjuiste aanwijzing van de belasting en secundaire buiging.

Tot op zekere hoogte kan er rekening worden gehouden met het optreden van spreiding. Bij het optreden van toevallige factoren worden de resultaten nauwkeuriger naarmate er meer proeven gedaan worden. Vaak wordt met behulp van statistiek een uitspraak gedaan over de betrouwbaarheid van de steekproef. Daarnaast is het van belang zoveel mogelijk systematische factoren te weren. Een aantal zaken kan echter niet voorkomen worden. Voor een eerlijke vergelijking dient men er dan ook voor te zorgen dat de invloedsfactoren voor iedere serie min of meer hetzelfde zijn. Dit betekent dan ook dat proeven voor een bepaald onderzoek zoveel mogelijk op één machine en door dezelfde mensen uitgevoerd dienen te worden en dat de vervaardiging van alle proefstukken op identieke wijze plaatsvindt. Hierbij is het tevens van belang dat de machine is geijkt, zodat de verkregen resultaten in absolute zin betrouwbaar zijn.

§ 2.2.3 De staircase methode

§ 2.2.3.1 De methode

Om de vermoeiingssterkte te bepalen en inzicht te krijgen in de spreiding zijn een aantal methoden ontwikkeld [Schijve68]. Eén van deze methoden is de staircase methode. Deze methode bepaalt de gemiddelde vermoeiingssterkte voor een vast aantal belastingwisselingen. De vermoeiingssterkte is de spanningsamplitude waarbij het proefstuk na een oneindig aantal wisselingen nog niet is gebroken.

De staircase methode werkt als volgt. Voor de eerste proef wordt een spanningsamplitude S gekozen die de grootte heeft van de geschatte vermoeiingssterkte. In dit onderzoek is de vermoeiingssterkte gedefinieerd als de spanningsamplitude waarbij een proefstuk 10^7 wisselingen kan doorstaan [ASTM N0 91-A]. Als het proefstuk nog intact is bij $1*10^7$ wisselingen wordt de proef gestopt. De volgende proef wordt dan uitgevoerd bij een belastingsamplitude gekozen die een stap Δ S hoger ligt. Als het proefstuk daarentegen is bezweken dan wordt een belastingsamplitude gekozen die een stapgrootte Δ S lager ligt. Voor de stapgrootte Δ S wordt een waarde gekozen die ongeveer de helft is van de veronderstelde waarde van de standaarddeviatie van de vermoeiingssterkte. Deze procedure wordt herhaald tot alle proefstaven zijn getest. Het gevolg is dat het spanningsniveau in de serie rond de gemiddelde vermoeiingssterkte zal gaan schommelen. Als voor een bepaald belastingsniveau een breuk met een "v" en geen breuk met een "o" wordt aangegeven kan bijvoorbeeld het volgende resultaat worden verkregen, zie tabel [2.1].

MPa												Τ				1	i
	300										x						1
	290					x				0		x					2
	280				0		x		0				x		x		1
	270			0				0		1				0		x	0
	260		0														<u> </u>
	250	0															
																-	
Result	aat ve	an ee	n sta	iirca.	se vo	or 15	proe	fstav	en.							1	

Tabel 2.1 Voorbeeld van het resultaat van een staircase voor 15 proefstaven

De resultaten die vooraf gaan aan het eerste paar ongelijke resultaten worden niet meegenomen in de berekening. In dit voorbeeld zijn dit de eerste drie resultaten. De gemiddelde vermoeiingssterkte μ_N en de spreiding σ_N worden berekend op basis van de minst voorkomende situatie [Schijve68]. In het voorbeeld is dit de situatie van geen breuk (5 maal o, 7 maal x).

$$\mu_{\rm N} = S_{i=0} + \Delta S \left(\frac{\sum i m_i}{\sum m_i} \pm 0.5 \right)$$
(2.1.a)

$$\sigma_{\rm N} = 1.62 \cdot \Delta S \left(\frac{\sum m_i \sum i^2 m_i - \left(\sum i m_i\right)^2}{\left(\sum m_i\right)^2} + 0.03 \right)$$
(2.1.b)

met;

- i = rangnummer van de spanningsniveau's. i = 0 is het laagste niveau waarop de minst voorkomende gebeurtenis plaatsvindt.
- $m_i =$ het aantal keer dat de minstvoorkomende gebeurtenis plaatsvindt bij het niveau met rangnummer i.

 ΔS = stapgrootte tussen de spanningsniveau's.

 $S_{i=0}$ = laagste spanningsniveau waarop de minstvoorkomende gebeurtenis plaatsvindt.

De staircase methode geeft een redelijk goede schatting van de gemiddelde vermoeiingssterkte (P = 50%) mits het aantal proefstukken niet te klein is [ASTM No. 91-A]. De formule 2.1b geeft een slechte schatting voor de spreiding van de vermoeiingssterkte [Schijve68]. Voor het bepalen van de spreiding is de staircase methode dan ook minder geschikt. In de volgende paragraaf zal onderbouwd worden dat de staircase methode inderdaad een betrouwbare schatting geeft van het gemiddelde.

Het voordeel van de staircase methode is dat het benodigde aantal proefstukken niet al te groot hoeft te zijn om het gemiddelde met redelijke nauwkeurigheid te bepalen. Een nadeel van deze methode is dat de vermoeiingssterkte van te voren ongeveer bekend moet zijn. Een ander nadeel is dat de proefstukken één voor één getest moeten worden. Aangezien het gaat om het bepalen van de vermoeiingssterkte kunnen deze testen nogal langdurig zijn.

§ 2.2.3.2 De betrouwbaarheid van de staircase methode.

In de vorige paragraaf is reeds aangegeven dat de staircase methode een goede schatting geeft van het gemiddelde en een minder goede schatting van de spreiding. De kans dat het gemiddelde van N proefstaven gelijk is aan het gemiddelde van een oneindig aantal proefstaven heet betrouwbaarheid. Om inzicht te krijgen in de betrouwbaarheid van de gevonden waarde uit de staircase methode moet de kansdichtheidsfunctie van het gemiddelde bekend zijn. Als dit bekend is kan er tevens een uitspraak gedaan worden over de vraag in hoeverre de gevonden waarden voor twee metingen, onder verschillende condities, daadwerkelijk verschillend zijn. Om het bovenstaande te kunnen aantonen is gebruik gemaakt van rekenregels uit de statistiek en van een simulatie programma.

Volgens de Centrale Limiet Stelling (C.L.S.) is de kansdichtheidsfunctie van een sommatie van onafhankelijk verdeelde variabelen met dezelfde dichtheid f een Gaussfunctie, mits het aantal groot genoeg is [Kreyszig70]. Omdat het gemiddelde een sommatie is, betekent dit dat de kansdichtheidsfunctie van het gemiddelde, $f(\mu_N)$, een Gaussfunctie is. De verwachtingswaarde van het gemiddelde van N proefstaven is gelijk aan het gemiddelde van een oneindig aantal proefstaven, m.a.w.;

$$E\{\mu_{\rm N}\} = \mu_{\infty}.\tag{2.2}$$

Voor de variantie van de kansdichtheidsfunctie van het gemiddelde, $\sigma_{\mu_N}^2$, kan de volgende afleiding opgesteld worden [Braam96];

$$\sigma_{\mu_{N}}^{2} = \int_{-\infty}^{\infty} (\mu_{N} - \mu_{\infty})^{2} f(\mu_{N}) d\mu_{N}$$
(2.3.a)

$$= \int_{-\infty}^{\infty} \left(\frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} (\mathbf{x}_i - \boldsymbol{\mu}_{\infty})\right)^2 f(\boldsymbol{\mu}_N) d\boldsymbol{\mu}_N$$
(2.3.b)

$$= \frac{1}{N} \int_{-\infty}^{\infty} \frac{1}{N} \sum_{i=1}^{N} (x_i - \mu_{\infty})^2 f(\mu_N) d\mu_N$$
(2.3.c)

$$=\frac{1}{N}\int \sigma_N^2 f(\mu_N)d\mu_N$$
(2.3.d)

$$=\frac{\sigma_{\rm N}^2}{\rm N}$$
(2.3.e)

De stap van 2.3.a naar 2.3.b wordt duidelijk als gebruik gemaakt wordt van de vergelijking;

$$\mu_{\rm N} = \frac{1}{\rm N} \sum_{i=1}^{\rm N} x_i \tag{2.4}$$

De stap van 2.3.b naar 2.3.c wordt duidelijk door het introduceren van een nieuwe variabele $y_i = x_i - \mu_{\infty}$. De variabele y_i kan zowel positief als negatief zijn en is symmetrisch verdeeld rond nul. De volgende vergelijking kan nu worden opgesteld;

2. Theorie

$$\left(\sum_{i=1}^{N} y_{i}\right)^{2} = \sum_{i=1}^{N} y_{i}^{2} + \sum_{i=1}^{N} \sum_{j < i} y_{i} y_{j}$$
(2.5)

Aangezien de variabele y_i symmetrisch verdeeld is rond nul zal de term $\sum_{i=1}^{N} \sum_{j < i} y_i y_j$ naar nul

convergeren. Hiervoor is het wel noodzakelijk dat N niet te klein is. Bij een te kleine N is de kans klein dat de termen $y_i y_j$, die zowel positief als negatief kunnen zijn, tegen elkaar weg vallen. Bij de stap van 2.3.d naar 2.3.e is gebruik gemaakt van het feit dat σ_N een constante is en dat de integraal van $+\infty$ naar $-\infty$ van een kansdichtheidsfunctie gelijk is aan 1. Uit het bovenstaande kan nu geconcludeerd worden dat het gemiddelde van een serie van N

proefstaven een Gaussverdeling heeft met $E\{\mu_N\} = \mu_{\mu_N} = \mu_{\infty} \text{ en } \sigma_{\mu_N} = \frac{\sigma_N}{\sqrt{N}}$, waarbij μ_{μ_N} de verwachtingswaarde van de gemiddelde waarde is.

$$f_{\mu_{N}}(\mu_{\mu_{N}},\sigma_{\mu_{N}}) = \frac{1}{\sqrt{2\pi\sigma_{\mu_{N}}}} \exp\left(-\frac{\left(\mu_{N}-\mu_{\mu_{N}}\right)^{2}}{2\sigma_{\mu_{N}}^{2}}\right)$$
(2.6.a)

Dit geeft met formule 2.3.e;

$$f_{\mu_{N}}(\mu_{\infty},\sigma_{N}) = \frac{\sqrt{N}}{\sqrt{2\pi\sigma_{N}}} \exp\left(-\frac{N \cdot (\mu_{N}-\mu_{\infty})^{2}}{2\sigma_{N}^{2}}\right)$$
(2.6.b)

De kans dat het gemiddelde kleiner is dan een waarde m, waarbij m een willekeurig gekozen waarde is voor de vermoeiingssterkte, is F_{μ} . F_{μ} . is gelijk aan de integraal over f_{μ_N} van $-\infty$ tot c. Aangezien deze functie niet analytisch te bepalen is wordt er gebruik gemaakt van een error functie (erf). De erf functie is een numerieke benadering van de integraal van f_{μ_N} .

$$F_{\mu}(m) = \operatorname{erf}\left(\frac{m - \mu_{\mu_{N}}}{\sigma_{\mu_{N}}}\right)$$
(2.7.a)

$$F_{\mu}(m) = \operatorname{erf}\left(\frac{m - \mu_{\infty}}{\sigma_{N}}\sqrt{N}\right)$$
(2.7.b)

Met behulp van formule 2.7 is het mogelijk om te bepalen hoe groot de kans is dat het verschil tussen het gemeten gemiddelde en het werkelijke gemiddelde kleiner is dan een waarde c.

$$P(|\mu_{N} - \mu_{\infty}| < c) = P(\mu_{N} < \mu_{\infty} + c) - P(\mu_{N} < \mu_{\infty} - c)$$

= $F_{\mu}(\mu_{\infty} + c) - F_{\mu}(\mu_{\infty} - c)$ geeft met formule (2.7)
= $erf\left(\frac{c\sqrt{N}}{\sigma_{N}}\right) - erf\left(-\frac{c\sqrt{N}}{\sigma_{N}}\right) \quad c > 0$ (2.8)

Dit resultaat kan gecontroleerd worden door een aantal uitersten te beschouwen. Bij een oneindig aantal proefstaven is het zeker dat het werkelijke gemiddelde verkregen wordt. Als c oneindig groot is, is de kans dat het verschil tussen het gemeten gemiddelde en het werkelijke gemiddelde kleiner is dan c, gelijk aan 1. Als c 0 is dan kan het verschil niet kleiner zijn en is de kans nul.



Fig. 2.2 De kans dat het verschil in gemeten- en werkelijke gemiddelde kleiner is dan c voor N is 15 en σ_N =25 MPa.

In fig. 2.2 is de kans dat $\mu_N - \mu_{\infty} < c$ in een plot voor N = 15 weergeven met $\mu_N = 600$ MPa en $\sigma_N = 25$ Mpa. In de figuur staan resultaten weergegeven van een numerieke computersimulatie van de staircase methode toegepast op een bekende verdelingsfunctie. In dezelfde figuur zijn de resultaten van de analytische oplossing van formule 2.8. Uit formule 2.8 wordt duidelijk dat de kans dat het verschil tussen het gemeten gemiddelde en het werkelijke gemiddelde afhangt van σ_N . Om de betrouwbaarheid te weten moet σ_N dus bekend zijn. De staircase methode geeft echter een slechte schatting van σ_N . Bij het bepalen van het gemiddelde en de spreiding is het belangrijk te weten dat de spreiding onderschat is. Als laatste dient nog opgemerkt te worden dat het gemiddelde bij de staircase niet echt een sommatie is terwijl hier bij de afleiding van formule 2.8 wel van uitgegaan is.

§ 2.3 Een verbetering van de vermoeiingssterkte door een oppervlakte behandeling

§ 2.3.1 Inleiding

In de navolgende spanningsanalyse zal worden aangetoond dat vermoeiingsscheuren onder roterende buigbelasting meestal aan het oppervlak ontstaan. De vermoeiingssterkte van constructies kan dus verbeterd worden door het aanbrengen van een harde oppervlaktelaag. In de industrie worden hierom diverse oppervlaktebehandelingen toegepast. Enkele voorbeelden hiervan zijn: nitreren, carboneren en inductieharden. Met deze methoden worden met name de microstructuur, en dus de mechanische eigenschappen, van de oppervlaktelaag veranderd.

§ 2.3.2 Verschil in initiatiepunt bij gekerfde en ongekerfde proefstaven

In dit onderzoek wordt de vermoeiingssterkte bepaald door middel van roterende buiging. In fig 2.3 is de trekspanning S(r) in een ongekerfde proefstaaf weergegeven als gevolg van buiging. In dezelfde figuur is ook het spanningsverloop weergegeven voor een gekerfde staaf.



Fig.2.3 Spanningsverloop in een gekerfde en ongekerfde staaf als gevolg van buiging.

De spanning in een ongekerfde staaf verloopt lineair over de diameter en is gelijk aan nul in het midden van de staaf. De spanning aan het oppervlak is het grootst en is gelijk aan $\pm S_{nom}$. De staaf wordt op trek en druk belast. Bij de gekerfde staaf veroorzaakt de diameterverandering een spanningsconcentratie ter hoogte van de kerf. De grootte van de piekspanning S_{max} aan het oppervlak is afhankelijk van de afrondingsstraal ρ en de grootte van de diameterverandering [Peterson74].

In het onbehandelde uitgangsmateriaal is de vermoeiingssterkte overal gelijk en zal de scheur zowel voor de ongekerfde als voor gekerfde proefstaven aan het oppervlak ontstaan. Als door een nog nader te specificeren oppervlakte behandeling de mechanische eigenschappen en dan met name de vermoeiingssterkte over een oppervlaktelaag met dikte t verbeterd worden ontstaat een geheel andere situatie. Voor de proefstaven kan aangenomen worden dat een proefstaaf bestaat uit een kern met een vermoeiingssterkte S_{fl}(kern) en een schil met een hogere vermoeiingssterkte S_{fl}(schil) als gevolg van een oppervlaktebehandeling. In de onderstaande figuur is de situatie weergegeven voor een ongekerfde proefstaaf die na een oppervlakte behandeling wordt belast d.m.v roterende buiging.



Fig. 2.4 ; Schematische weergave voor de vermoeiingssterkte van een ongekerfde staaf.

Uit de fig. 2.4 blijkt dat de sterkte voor de schil niet voldoende is om de opgelegde spanning te kunnen doorstaan. Omdat het verschil in sterkte van het materiaal en opgelegde spanning net onder de schil het grootst is, zal de vermoeiingsscheur hier initiëren. De schil zou een dikte moeten hebben van t_1 om de opgelegde spanning te kunnen doorstaan. Ondanks het feit dat de schil niet dik genoeg is wordt er toch een verbetering van de vermoeiingssterkte verkregen. Het gebied waar de scheur initieert ligt onderhuids waardoor de vermoeiingsscheur in een inerte omgeving onstaat. Dit heeft een vertragende werking op de scheurgroeisnelheid en daarmee op de levensduur. De eigenschappen van het bulkmateriaal blijven echter bepalend voor de grootte van de vermoeiinssterkte en niet de eigenschappen van het materiaal van de schil [Brakman91].



Fig. 2.5; Schematische weergave voor de vermoeiingssterkte van een gekerfde staaf.

In fig. 2.5 is het spanningsverloop in een gekerfde staaf weergegeven. De spanning aan het oppervlak is zeer groot door de kerfwerking. De spanningsgradiënt is aan het oppervlak groot en neemt onder het oppervlak snel af tot een niveau dat ongeveer gelijk is aan die van een ongekerfde staaf. In deze situatie zal de initiatie van een oppervlaktescheur aan het oppervlak plaatsvinden [Brakman91]. De eigenschappen van de schil zijn dan direct bepalend voor de verbetering van de vermoeiingssterkte. Dit laatste is van groot belang voor dit onderzoek.

§ 2.3.3 Vereenvoudigde weergave van de spanning in een gekerfde staaf

Bij de gekerfde staaf veroorzaakt de kerf een spanningsconcentratie ter hoogte van de kerf. De grootte van de piekspanning S_{max} aan het oppervlak wordt bepaald door de theoretische kerfwaarde [Peterson74]

$$K_{t} = \frac{S_{max}}{S_{nom}}$$
(2.9)

 K_t is afhankelijk van ρ , de kleinste diameter d en de grootste diameter D van de proefstaaf.

Tijdens vermoeiingsproeven worden meestal proefstaven met een standaard geometrie gebruikt. Voor de gelijke proefstaven is de invloed van de kerf op het spanningsverloop bekend. In het algemeen geldt voor een kerf dat de spanning aan het oppervlak afneemt met een

spanningsgradient $\frac{dS}{dx}(R)$ [Leven51]. Voor de spanningsgradiënt geldt dan:

$$\frac{\mathrm{dS}}{\mathrm{dx}}(\mathrm{R}) \approx \frac{2\mathrm{S}_{\mathrm{max}}}{\rho} = \frac{2\mathrm{K}_{\mathrm{t}}\mathrm{S}_{\mathrm{nom}}}{\rho} \tag{2.10}$$



Fig.2.6 Spanningsverloop in een gekerfde staaf vereenvoudigd tot twee rechte lijnen.

Met behulp van formule (2.10) kunnen we het spanningsverloop S(r) in een gekerfde staaf vereenvoudigen. Het spanningsverloop is eigenlijk opgebouwd uit de twee rechte lijnen a en b; zie fig. 2.6. Aangezien de spanning aan het oppervlak bij de kerf gelijk is aan S_{max} en de spanningsgradiënt gelijk is aan $2S_{max}/\rho$ [Overbeeke78] snijdt lijn a de x-as op een afstand van $\rho/2$ van het oppervlak. Voor lijn a geldt:

$$S(\mathbf{r}) = \frac{2 \cdot K_{t} \cdot S_{nom}}{\rho} \left(\mathbf{x} - \left(\frac{\mathbf{d} - \rho}{2}\right) \right)$$
(2.11)

Lijn b geeft het spanningsverloop S(r) weer als er geen kerf zou zijn. Voor S(r) geldt;

$$S(r) = S_{nom} \frac{x}{d/2}$$
(2.12)

In dit onderzoek is het van belang dat de initiatie van de scheur in de genitreerde laag plaatsvindt aan het oppervlak. Voor het spanningsverloop in deze laag kan dan gebruik gemaakt worden van formule (2.11).

§ 2.3.4 Eigenschappen van de schil

Bij een gekerfde proefstaaf zijn de eigenschappen van de schil die is onstaan als gevolg van een oppervlaktebehandeling maatgevend voor de verbetering van de vermoeiingssterkte. De verhoging van de vermoeiingssterkte kan het gevolg zijn van;

- verandering van de microstructuur van de schil t.o.v. het bulkmateriaal.
- inbrengen van inwendige drukspanningen in de schil.

Door het veranderen van de microstructuur wordt een harde schil verkregen met een hogere vloeigrens dan het bulkmateriaal. Bij het nitreren wordt dit bewerkstelligd door de vorming van nitriden. Bij inductieharden wordt een dunne laag ferriet/perliet aan het oppervlak zeer snel opgewarmd en daarna afgekoeld. Hierdoor wordt een schil van martensiet verkregen.

De inwendige drukspanningen in de schil wordt veroorzaakt doordat de schil tijdens of als gevolg van de oppervlaktebehandeling een groter volume heeft dan het bulkmateriaal. De volumetoename wordt bij het nitreren veroorzaakt door het binden van de ingebrachte stikstof en bij het inductieharden door de ferriet/perliet - martensiet transformatie.

§ 2.4 De Short crack theorie

§ 2.4.1 De theorie

Het onderzoek naar het mechanisme van vermoeiing heeft zich met name toegespitst op macro breukmechanisme. Het ging er met name om het scheurgroeigedrag van grote scheuren te karakteriseren. Er is met name veel aandacht besteed aan het verband tussen de scheurgroeisnelheid da/dn en de variatie in de spanningsintensiteit voor de scheurtip. Deze variatie wordt weergegeven door de variatie van de spanningsintensiteitsfactor ΔK . Voor ΔK geldt:

$$\Delta K = Y \Delta S_{app} \sqrt{\pi a}$$
(2.13)

De factor Y is een geometriefactor welke bepaald wordt door de vorm van het proefstuk en de relatieve positie van de scheur, a is de scheurlengte en ΔS_{app} de aangebrachte spanningsamplitude

De onderzoekers Kitagawa en Takahashi deden een interessante ontdekking tijdens hun scheurgroeionderzoek [Miller86 en -87]. Zij ontdekten dat het verband weergegeven in formule (2.13) voor keine scheuren niet opgaat. Voor scheuren met initieel verschillende lengtes werd gezocht naar een spanning waarbij de scheur niet meer groeide. Dit staat bekend als de drempelwaarde of thresholdwaarde. De drempelwaarde is gelijk aan de spanningsintensiteitsfactor voor de scheurtip bij een scheurgroeisnelheid die gelijk is aan nul. Voor de drempelwaarde geldt:

$$\Delta K_{\rm thr} = Y \Delta S_{\rm app} \sqrt{\pi a} \tag{2.14}$$

Wanneer de spanning en de scheurlengte logaritmisch tegen elkaar uitgezet worden zal de bovenstaande formule een rechte lijn geven. Kitagawa en Takahashi ontdekten dat de drempelwaarde voor scheuren met een lengte in de orde van grootte van een paar korrels afweek van deze lijn. Ze ontdekten dat deze scheuren bij een spanning, die gelijk is aan de vermoeiingssterkte, groeien tot een vaste lengte d_{kr}. Pas bij het bereiken van deze lengte is de scheurgroeisnelheid gelijk aan nul. In fig 2.7.a zijn de spanning waarbij een scheur niet meer groeit en de bijbehorende scheurlengte logaritmisch uitgezet in een plot. Dit staat beter bekend als de Kitagawa-Takahashi plot.



Fig 2.7.a Kitakawa Takahashi plot



Het blijkt dat de waarde d_{kr} overeenkomt met een afstand tussen twee microstructurele barrières. De waarde d_{kr} representeert dus een microstrukturele grootheid welke bepaald kan worden door korrelgrootte, afstand tussen verschillende fasen, de afmetingen van geprecipiteerde gebieden etc. Scheuren kunnen bij een spanning die gelijk is aan de vermoeiingssterkte uitgroeien tot een lengte die gelijk is aan deze afstand. De scheuren in deze orde van grootte worden Microstructural Short Cracks (M.S.C.) genoemd. Het zijn de barrières die een scheur afstoppen. In fig 2.7.b is de scheurgroeisnelheid als functie van de scheurlengte weergegeven bij een spanning die gelijk is aan S_{fl}. Het is de sterkte van de barrières die bepalend is voor de vermoeiingssterkte. Een hogere spanning zal ertoe leiden dat de spanning aan de scheurtip zo groot is dat de barrière niet sterk genoeg meer is om de scheur af te stoppen.

4)

Kitagawa en Takahashi hebben aangetoond dat het scheurgroeigedrag van de M.S.C. bepalend is voor de vermoeiingssterkte. Veel onderzoekers hebben getracht dit gedrag te modelleren. Hierbij wordt het initiëren van een scheur gezien als genereren van plasticiteit. Het groeien van een scheur kan dan gezien worden als een plastische verplaatsing van de scheurtip. Als hier van uitgegaan wordt zijn een drietal aspecten van groot belang:

- de lokale vloeispanning,
- de aard van de microstrukturele barrière,
- de scheurlengte.

De lokale vloeispanning bepaalt de spanning die nodig is om plasticiteit te genereren. Een lokaal hogere vloeispanning zal dus een hogere spanning vereisen om plasticiteit te genereren. Een hogere vloeispanning zal dan eveneens leiden tot een hogere vermoeiingssterkte. Het vormen van precipitaten is een methode om de lokale vloeispanning te verhogen.

Een microstructurele barrière kan een plastische zone blokkeren en daarmee de plastische verplaatsing van de scheurtip afstoppen. Dit betekent dat er plastische vervorming gegenereerd moet worden voorbij de barrière of in de barrière. De spanning die hiervoor nodig is wordt bepaald door de sterkte van de barrière.

Uit formule (2.13) blijkt dat de scheurlengte evenredig is met de spanningsintensiteit van de scheurtip. Ondanks het feit dat deze relatie niet meer geldig is voor een M.S.C. geldt nog wel dat een grotere scheur zal leiden tot een grotere spanningsintensiteit voor de scheurtip. Voor een grotere M.S.C. betekent dit dat er al bij een lagere externe spanning een plastische vervorming gegenereerd kan worden vergeleken met een kleinere M.S.C.. Een grotere afstand tussen de barrières betekent een grotere M.S.C.. Door de korrelgrootte te verkleinen wordt de afstand tussen de korrelgrenzen verkleind en en wordt de lengte van de M.S.C. verkleind. Hierdoor moet een een hogere externe spanning aangelegd worden om plasticiteit te genereren.

§ 2.4.2. Een model voor de vermoeiingssterkte gebaseerd op de short crack theorie

In de voorgaande paragraaf is het groeien van een scheur beschreven als de plastische verplaatsing van de scheurtip. Een eenvoudig formule voor de vermoeiingssterkte [Navarro88] wordt gegeven door:

$$\tau_{\rm FL} \left(C / 2 \right)^{1/2} = \frac{1}{2} \, {\rm m}^* \cdot \tau_{\rm c} \left(2 {\rm r}_0 \right)^{1/2} \tag{2.1}$$

De waarde C geeft de korrelgrootte weer. De constante m^{*} is een oriëntatiefactor tussen de glijbanden van twee korrels en wordt de Taylorfactor genoemd. In de formule is τ_c de kritische schuifspanning die nodig is om plastische vervorming te generen in de korrel. De afstand r_0 geeft de gemiddelde afstand van de plastische zone tot het punt x_0 waar in de volgende korrel plastische vervorming en dus een scheur wordt geïnitieerd.



Fig 2.8. Schematische weergave van de enkele parameters uit formule 2.14

Voor een uitgebreide beschrijving van dit model wordt verwezen naar literatuurscriptie [Coorens96] en [Navarro86 en -88]. Formule 2.14 bevat de drie aspecten uit § 2.4.1 die van belang zijn voor de vermoeiingssterkte. τ_c is een maat voor de lokale vloeispanning. De waarde r_0 is een maat voor de sterkte van de microstructurele barrière. Als de barrière sterker wordt neemt r_0 toe. De afstand tussen twee korrelgrenzen is de afstand tussen twee barrières. De korrelgrootte is dus een maat voor de kritische scheurlengte.

§ 2.5 Nitreren

§ 2.5.1 Inleiding

De in dit onderzoek gebruikte oppervlaktebehandelingsmethode is nitreren. Bij het nitreren wordt stikstof in de buitenrand van een staal gebracht waar het nitriden vormt. Het nitreren kan geschieden met behulp van gas, plasma, zoutbaden of poeders.

In dit onderzoek is gebruik gemaakt van het "gasnitreerproces". Tijdens dit proces wordt het staal bij een temperatuur tussen de 510 °C en 590 °C gegloeid in een ammoniakstroom. Het ammoniak ontleedt aan het staaloppervlak in stikstof en waterstof. Een groot deel van de stikstof diffundeert vervolgens het staal in. De staalsoorten die voor een nitreerbehandeling geschikt zijn bevatten legeringselementen die een grote affiniteit hebben tot stikstof. De meest toegepaste legeringselementen zijn Chroom (Cr), Aluminium (Al), Vanadium (V), Titanium (Ti) en Molybdeen (Mo).

Tijdens het nitreren kunnen zich dan twee situaties voordoen:

- a) De stikstof in atomaire vorm lost interstitieel op en diffundeert naar binnen. De naar binnen gediffundeerde N-atomen zullen zich verbinden met de Cr-, Al- en Mo-atomen en een zeer fijne precipitatie van nitriden vormen. De ontstane laag wordt "diffusielaag" genoemd. Het proces wordt inwendig nitreren genoemd.
- b) Er ontstaat een verbindingslaag op de gevormde diffusielaag. Deze verbindingslaag bestaat uit ijzernitriden, ε Fe₂N en γ' Fe₄N. Het proces wordt uitwendig nitreren genoemd. Het ontstaan van een verbindingslaag is afhankelijk van de temperatuur en de aangeboden stikstofaktiviteit. De laag is corrosiebestendig en etst hierdoor nauwelijks aan. De laag wordt hierdoor ook wel witte laag genoemd.

In de volgende paragrafen zal kort worden ingegaan op het nitreren van het nitreerstaalsoort 42CrMo4. Als eerste wordt de ontleding van NH_3 aan het staaloppervlak besproken. Daarna worden de veranderingen in de matrix van de diffusiezone als gevolg van het nitreren besproken.

§ 2.5.2 De ontleding van NH3 aan het oppervlak

Tijdens het nitreren ontleedt NH_3 aan het oppervlak. Het stikstof diffundeert naar binnen en lost interstitieel op in de octaëderholten van het ferriet. De oplosbaarheid van het stikstof is beperkt. Bij een temperatuur van 590 °C is de oplosbaarheid het hoogst; 0,10 gew. % N of 0,4 at % N. De ontleding van het NH_3 wordt versneld door een katalytische werking van het ijzer [Korevaar91b]. Aan het staaloppervlak stelt zich in eerste instantie het volgende evenwicht in;

•
$$\mathrm{NH}_3 \leftrightarrow \mathrm{[N]}_{\alpha} + 3/2\mathrm{H}_2$$
 (2.15)

 $[N]_{\alpha}$ geeft de hoeveelheid opgeloste stikstof in het ferriet weer. De reactie is een thermodynamisch evenwicht dat gezien kan worden als een sommatie van de volgende twee reactievergelijkingen [Mittemijer95];

•
$$1/2 N_2 \leftrightarrow [N]_{\alpha}$$
 (2.16)
• $NH_3 \leftrightarrow 1/2 N_2 + 3/2H_2$ (2.17)

Als aangenomen wordt dat de gassen ideaal zijn kan de volgende vergelijking voor de stikstofactiviteit a_{INI} opgesteld worden;

$$a_{[N]} = K' \frac{P_{NH_3}}{\left(P_{H_2}\right)^{\frac{3}{2}}}$$
(2.18)

De verhouding $\frac{P_{NH_3}}{(P_{H_2})^{\frac{3}{2}}}$ wordt de nitreerpotentiaal r_N genoemd en K['] is de

evenwichtsconstante. In de praktijk wordt voor r_n de fluxverhouding NH_3/H_2 genomen. De nitreerpotentiaal wordt tijdens het nitreren constant gehouden en is een bepalende factor voor de stikstofactiviteit. In de inleiding is al vermeld dat het onstaan van een verbindingslaag afhankelijk is van de temperatuur en de potentiaal. Voor zuiver ijzer is dit verband weergegeven in een Lehrer-diagram zie fig 2.9 maar dit diagram blijkt ook voor 42CrMo4 en verwante staalsoorten te gelden.



Fig 2.9 Het lehrer-diagram

De fasegebieden geven een evenwichtssituatie weer. Bij een lage r_n kan alle stikstof interstitieel oplossen in de ferrietmatrix. Tijdens het afkoelen van de nitreertemperatuur neemt de oplosbaarheid van stikstof snel af. Hierdoor is het mogelijk dat de overmaat aan stikstof zal precipiteren als α "-Fe₁₆N₂ [Jack72]. Dit is in tegenstelling tot de ε (Fe₂N) en γ' (Fe₄N) een coherent precipitaat. Bij hogere potentialen stelt zich een evenwicht in waarbij meteen ε (Fe₂N) en γ' (Fe₄N) gevormd worden. De ε -nitriden worden alleen bij hoge potentialen gevormd.

§ 2.5.3 Opname van stikstof in technisch staal 42CrMo4

Het staal 42CrM04 is een veredelingsstaal dat ook als nitreerstaal wordt toegepast. Het staal bevat 0,38-0,45 % C, 0,60-0,90 % Mn, 0,90-1,20 % Cr en 0,15-0,30 %Mo. Het materiaal is voor het nitreren geausteniteerd en ontlaten (1 uur 600 °C). Hierdoor bestaat de microstructuur uit ferriet en fijne bolvormige cementiet. Deze struktuur wordt sorbiet genoemd. In 42CrMo4 kan chroom ongebonden of als een ijzer-chroomcarbide aanwezig zijn. De hoeveelheid vrij Cr hangt af van de verhouding Cr : C. Het vrije Cr neemt in de matrix de plaats in van een Fe-atoom. De ijzer-chroomcarbiden bestaan voornamelijk uit cementiet (Fe_{1-x}Cr_x)C₃ waarin tot maximaal 18% Cr is opgelost [Korevaar82]. Bij hooggelegeerde staalsoorten met meer dan 18 % Cr kunnen aparte carbiden gevormd worden.

Het stikstof dat tijdens het nitreren de matrix in diffundeert kan op twee manieren een verbinding aangaan met het chroom. Het stikstof vormt met het ongebonden Cr plaatvormige nitriden (f.c.c.) die coherent zijn met het ferriet. Naast het ongebonden Cr kan het stikstof een verbinding aangaan met het Cr dat gebonden is in de Fe-Cr-carbiden. Tijdens dit proces vormen zich CrN en C. De gevormde CrN precipitaten zijn stabieler dan de CrC precipitaten. Dit proces verloopt trager dan het bovengenoemde proces. Het koolstof zal zich uitscheiden in de vorm van cementiet. Daarnaast blijkt dat de gevormde CrN niet coherent is met de ferrietmatrix [Wiggen85].

Naast de bovengenoemde twee reacties zal er nog steeds stikstof interstitieel oplossen in de matrix. Het stikstof zal hierbij de koolstof die interstitieel in de ferriet opgelost is verdrijven.

§ 2.5.4. Hardheidstoename en macrospanningen

De coherente chroomnitriden veroorzaken door een verschil in roosterparameter met de matrix lokale rek. Daarnaast is er een verschil in temperatuuruitzettingscoëfficiënt tussen de CrN en de matrix. Hierdoor ontstaan er in de matrix microspanningen [Wiggen85]. De microspanningen bemoeilijken de glijprocessen die noodzakelijk zijn voor plastische deformatie. Dit heeft een hardheidstoename tot gevolg. De incoherente CrN dragen nauwelijks bij tot de hardheidstoename.

Als gevolg van de aanwezigheid van de CrN heeft de diffusielaag een groter volume dan het basismateriaal. Hierdoor ontstaan er in deze laag drukspanningen. Zowel de drukspanningen als de microspanningen veroorzaken een toename van de vermoeiingssterkte [Rozendaal83]. De microspanningen zorgen voor een verhoging van de intrinsieke vermoeiingssterkte van het materiaal. De macro(druk)- spanningen compenseren de extern opgelegde trekspanning.

§ 2.5.5 Toename interstitieel opgeloste stikstof en ontkoling

In de vorige paragraaf is aangegeven dat de coherente CrN precipitaten de matrix lokaal oprekken. Hierdoor is het mogelijk dat er een extra hoeveelheid stikstof interstitieel kan oplossen. Deze extra hoeveelheid opgeloste stikstof wordt 'excess'-stikstof genoemd. De hoeveelheid "excess" stikstof is gedefinieerd t.o.v. de hoeveelheid stikstof die benodigd is om CrN te vormen (d.w.z. een atoom % N dat gelijk is aan het atoom % Cr). Uit het werk van Somers [Somers89] en Biglari [Biglari94] blijkt dat de hoeveelheid "excess" stikstof geen constante is maar afhangt van het nitride vormende element en de precipitaat grootte. De "excess" stikstof kan gesplitst worden in stikstof die is waargenomen op het nitride-matrix grensvlak en de stikstof die is opgelost in de octaëderholtes van het opgerekte rooster. Voor FeCr-legeringen blijkt de hoeveelheid stikstof op het CrN-matrix grensvlak nihil te zijn [Somers89]. De interstitiele- en "excess" stikstof kunnen door denitreren (= gloeien in zuiver H₂) verwijderd worden. De bijdrage van "excess" stikstof op de hardheid is relatief gering [Biglari94] maar het valt niet uit te sluiten dat deze normaliter altijd aanwezige "excess" stikstof zorgt voor een andere precipitaat-dislocatie interactie dan die in de gedenitreerde proefstaven. De invloed van de "excess"- en interstitieel opgeloste stikstof op de vermoeiingssterkte is nog niet eerder onderzocht. In dit onderzoek zal dit aspect nader bestudeerd worden.

In § 2.5.3 is aangegeven dat koolstof vrijkomt bij de vorming van incoherente CrN en dat de interstitieel opgeloste koolstof door het stikstof wordt verdrongen. De koolstof zal zich in eerste instantie uitscheiden als cementiet langs de voormalige austenietkorrelgrenzen [Wiggen85]. Als het er tijdens het nitreren geen verbindingslaag wordt gevormd kan er ontkoling aan het oppervlak plaatsvinden. De snelheid van de ontkoling wordt in eerste instantie bepaald door de reactie van $C + 4H \rightarrow CH_4$. In een later stadium wordt de snelheid bepaald door de diffusie van C door de diffusielaag. In het geval dat er tijdens het nitreren een verbindingslaag ontstaat treedt er geen ontkoling op. De koolstof zal zich dan uitscheiden als cementiet langs de voormalige austenietkorrelgrenzen. De verbindingslaag die bij 42CrMo4 vaak uit twee fasen bestaat , ε en γ ', is een goed afsluitende laag omdat met name de oplosbaarheid maar ook de diffusiecoëfficiënt van koolstof in de γ ^c-fase laag zijn. De vorming van cementiet op de voormalige austenietkorrelgrenzen zorgt voor een verandering in de barrière sterkte in het M.S.C. model. Dit is het tweede aspect dat in dit onderzoek nader bestudeerd zal worden.

Hoofdstuk 3. Uitvoering

§ 3.1 Inleiding

Om inzicht te krijgen in de invloed van microstructurele parameters op de vermoeiingseigenschappen zijn gekerfde proefstaven van 42CrMo4 onder verschillende condities genitreerd en/of gedenitreerd. In dit hoofdstuk is de uitvoering van het onderzoek beschreven. De eerste drie paragrafen beschrijven de vervaardiging van de proefstaven, de nitreerinstallatie en de wijze waarop genitreerd is. Daarna wordt een beschrijving gegeven van de vermoeiingsmachines. In § 3.5 worden de technieken beschreven die gebruikt zijn om het materiaal te karakteriseren.

§ 3.2 Vervaardiging van de proefstaven

In 2.3.2 is al aangegeven dat de proefstaven gekerfd moeten zijn om de scheurinitiatie aan het oppervlak te laten plaatsvinden. Uit eerder onderzoek is gebleken [Stam91] dat restdeformatie in het oppervlak kan leiden tot een vertraagde stikstofopname tijdens het nitreren. Om dit zoveel mogelijk tegen te gaan is bij het vervaardigen van de vermoeiingsstaven een schema met afnemende spaandikte gehanteerd. Het schema is weergeven in fig. 3.1.



BEWERKINGSVOLGORDE VLGS ISO 1143							
NR	UITGANGSDIAM.	SNEDEDIEPTE	NIEUWE DIAM.	VOEDING			
	mm	mm	mm	mm/omw			
1	12,7	0,3	11,4	0,1			
2	11,4	0,3	10,8	0,1			
3	10,8	0,3	10,2	0,1			
4	10,2	0,3	9,6	0,1			
5	9,6	0,3	9,0	0,1			
6	9,0	0,25	8,5	0,1			
7	8,5	0,25	8,0	0,1			
8	8,0	~0,12	7,765	0,018			
9	7,765	0,075	7,615	0,018			
10	7,615	0,05	7,515	0.018			

Fig. 3.1 Geometrie en verspaningsschema voor gekerfde proefstaven.

Een ander belangrijk punt bij de vervaardiging van de proefstaven is de kerf. De proefstaven hebben een verjonging met een radius zodanig dat de kerffactor K_t gelijk is aan 2.1. Met behulp van een projectiemicroscoop is bij diverse proefstaven deze kerf gecontroleerd. De kerf heeft een lagere oppervlakteruwheid om een eventuele invloed van draaigroeven uit te sluiten.

3. Uitvoering

§ 3.3 Nitreren en denitreren

<u>§ 3.3.1 Nitreren</u>

Voor het nitreren van de proefstaven is gebruik gemaakt van een Smit retort-oven type SGS 30/60. De oven staat opgesteld in hal 3 van het laboratorium voor materiaalkunde van de TU-Delft. De oven wordt verhit met behulp van electrische verwarmingselementen. De maximaal toelaatbare temperatuur is 1100 °C. Met behulp van een thermo-elektrische regelaar kan de gewenste temperatuur ingesteld worden. In de oven kunnen twee verticale nitreerbuizen geplaatst worden. Voordat de oven en de nitreerbuizen in gebruik zijn genomen is de oven geijkt. Voor de ijking werd een nitreerbuis in de retort-oven geplaatst. Met behulp van een thermokoppel type-K is de temperatuur als functie van de instelwaarde bepaald. Daarnaast is de tijd bepaald die een lege buis nodig heeft om op temperatuur te komen nadat deze in de voorverwarmde oven is geplaatst. Met de temperatuur wordt steeds de temperatuur in de nitreerbuis bedoeld. De resultaten zijn weergeven in fig. 3.2.



Fig. 3.2 De opwarmkromme en ijklijn behorende bij de SGS 30/60 retortoven.

Uit de meting blijkt dat, nadat de lege buis in de voorverwarmde oven is geplaatst, de ingestelde temperatuur in de nitreerbuis na een half uur wordt bereikt. Op basis van de ijklijn kan gesteld worden dat voor de temperatuur in de nitreerbuis geldt: $T = T_i - 16$, met $T_i = de$ ingestelde waarde.

De nitreerbuis bestaat uit een dubbele buis gemaakt van kwartsglas. Door gebruik te maken van kwartsglas wordt ontleding van ammoniak aan de stalen ovenwand voorkomen. Op deze manier is men er zeker van dat de ingestelde nitreerpotentiaal daadwerkelijk ter hoogte van de proefstaven aanwezig is. Het nitreergas wordt door de buis geleid. Een schematisch overzicht van de buis is weergegeven in fig. 3.3.



Fig. 3.3 Overzicht van de kwartsnitreerbuis (maten in mm) en haar positie t.o.v. de ovendeksel.

De bovenkant van de buis wordt afgesloten d.m.v. een kurk. De punten 1 en 2 kunnen beide gebruikt worden als in- en afvoerpunt van het nitreergas. Dit houdt in dat als punt 1 gekozen wordt als invoerpunt het gas eerst door de binnenbuis zal stromen en via de buitenbuis zal worden afgevoerd. Als punt 2 het invoerpunt is wordt het via de binnenbuis afgevoerd.

Alle proefstaven kregen voor het nitreren een voorbehandeling om er zeker van te zijn dat er geen blanke plekken zouden ontstaan [Brakman 91]. Een blanke plek is een deel van het oppervlak dat niet of nauwelijks genitreerd is. De voorbehandeling bestaat uit het reinigen met aceton en daarna ongeveer 30 seconden te etsen met 2% Nital. Een verklaring voor dit verschijnsel is nog niet gevonden. Na het reinigen worden de proefstaven in trossen van drie met behulp van nikkeldraad onder elkaar gehangen. De proefstaven worden op deze manier aan een dunne staaf die door een rubberen kurk is gestoken in de binnenbuis gehangen. De kurk sluit de buis af.

De proefstaven worden in twee trossen van drie stuks boven elkaar in de binnenbuis van de nitreerbuis gehangen. Om er zeker van te zijn dat de nitreercondities voor de proefstaven hetzelfde zijn is het van belang om de temperatuur als functie van de positie in de buis te weten. In fig. 3.4 is de temperatuur als functie van de afstand van de onderkant van de binnenste buis gegeven. Het temperatuurprofiel is gegeven voor de situatie waarbij zowel punt 1 en 2 als gasaanvoer zijn genomen. Beide temperatuurprofielen worden gegeven in fig. 3.4.

3. Uitvoering



Fig. 3.4 Verloop van de temperatuur als functie van de afstand van de tot de onderkant van de binnenste buis

Uit het temperatuurprofiel valt af te leiden dat als de gasstroom via punt 2 wordt aangevoerd de temperatuur over een groter traject minder snel verloopt. Bij de uitvoer van de nitreerproeven is daarom gekozen voor een aanvoer via punt 2. Het gas wordt in deze situatie op temperatuur gebracht voordat het de proefstaven bereikt. Het profiel is ook voor buis 2 gegeven.

Met behulp van een massflowcontroller kan de nitreerpotentiaal ingesteld worden. Met de potentiaal wordt hier de verhouding NH_3 en H_2 bedoeld. De totale gasflow is gedurende de proef 1 l/min. Hiermee wordt getracht de stikstofactiviteit over het oppervlak van alle proefstaven constant te houden. De uittredende gasstroom wordt direct afgefakkeld. Voordat de nitreerbuis in de retort-oven wordt geplaatst wordt de buis gedurende 5 minuten voorgespoeld met stikstof, met een doorstroming van 1 l/min. Dit wordt gedaan om de aanwezige zuurstof te verwijderen. Daarna wordt de gewenste potentiaal ingesteld en wordt de buis 10 minuten voorgespoeld met een doorstroming van 1 l/min. Na het voorspoelen wordt de buis in de oven geplaatst. De potentiaal en doorstroming worden niet gewijzigd. Na het nitreren wordt de nitreerbuis uit de oven gehaald en wordt de buis 10 minuten afgekoeld. De gasstroom wordt niet gewijzigd. De buis wordt hierna onder een constante stroom stikstof (0,5 l/min) afgekoeld tot de omgevingstemperatuur is bereikt.

§ 3.3.2 Denitreren

Het denitreren wordt uitgevoerd met zuiver waterstof bij een doorstroming van 600 ml/min. De proefstaven worden na het nitreren niet uit de nitreerbuis gehaald. Na het nitreren wordt de oven op de voor het denitreren gewenste temperatuur gebracht. Als de oven op temperatuur is wordt de nitreerbuis 5 minuten voorgespoeld met stikstof 1 l/min en daarna 10 minuten met waterstof 600 ml/min.. Hierna wordt de buis in de oven geplaatst. De potentiaal en doorstroming worden niet gewijzigd. Na het denitreren wordt de buis uit de oven gehaald en 10 minuten onder een constante stroom waterstofgas (600 ml/min) afgekoeld. Hierna wordt de buis onder een constante stroom stikstof (0,5 l/min) afgekoeld tot de omgevingstemperatuur is bereikt.

§ 3.3.3. Renitreren

Het renitreren wordt uitgevoerd bij een doorstroming van 1 l/min. De proefstaven worden na het denitreren niet uit de nitreerbuis gehaald. Na het denitreren wordt de oven op de voor het

renitreren gewenste temperatuur gebracht. Als de oven op temperatuur is wordt de nitreerbuis 5 minuten voorgespoeld met stikstof 1 l/min. Daarna wordt de gewenste nitreerpotentiaal ingesteld en wordt de buis 10 minuten voorgespoeld met een doorstroming van 1 l/min. Na het voorspoelen wordt de buis in de oven geplaatst. De potentiaal en doorstroming worden niet gewijzigd. Na het renitreren wordt de buis uit de oven gehaald en 10 minuten onder een constante gasstroom afgekoeld. De gasstroom wordt niet gewijzigd. Hierna wordt de buis onder een constante stroom stikstof (0,5 l/min) afgekoeld tot de omgevingstemperatuur is bereikt.

§ 3.4 Sterkte bepaling

§ 3.4.1 Beschrijving van de vermoeiingsmachine

Voor het bepalen van de vermoeiingssterkte is gebruik gemaakt van een tweetal roterende vermoeiingsmachines. De gebruikte machines zijn de PB 186 en de PSI/461 van het merk Schenck. De verschillen tussen de machines zijn niet groot daarom wordt volstaan met de beschrijving van de PSI/461. In fig. 3.5 is een schema van de vermoeiingsmachine weergegeven. De instelschaal (9) voor beide machines komt overeen met een bepaalde buigspanning in kgf/mm² in een standaard proefstaaf met een doorsnede van 7.515 mm. De instelschaal loopt van 0-30 cm en is onderverdeeld in schaalstrepen van 1 mm. De PB 186 heeft een bereik van 0-120 kgf/mm² en 1 cm op de instelschaal komt overeen met 4 kgf/mm². Het bereik van de PSI/146 loopt van 0-30 kgf/mm². Met behulp van een twee extra gewichten (12) kan men tevens de spanningsgebieden 30-60 en 60-90 kgf/mm² bereiken. Dit betekent dat 1 cm op de schaal overeenkomt met 1 kgf/mm². De machine bevat twee belastingslagers (6) en twee draaglagers (5). Het proefstuk (4) wordt met behulp van spanbouten tussen de twee belastinglagers ingespannen. Het proefstuk wordt via een flexibele aandrijfas (3) door een elektromotor (1) aangedreven. Het aantal omwentelingen wordt geregistreerd door een teller (2) die aan de elektromotor is bevestigd. De motorschakelaar (11) is vervangen door een elektronische regelkast. Met deze regelkast is het mogelijk het toerental te variëren van 0 - 4000 omw/min. Voor dit onderzoek werd een toerental $van \pm 4000$ omw/min gebruikt.

De proefstaven worden via een holle as tussen de twee belastinglagers geplaatst. Met behulp van twee sleutels worden de spanbouten aangedraaid. Na het inspannen wordt gecontroleerd of de secundaire buiging in de proefstaven niet al te groot is. Dit wordt bepaald met behulp van twee meetklokjes die op een loopvlak op de belastinglagers geplaatst kunnen worden. De uitslag wordt voor elke proef beperkt tot 1 -1.5 schaalstreepje. Nadat de instelling is uitgevoerd word de elektromotor gestart. Nadat de elektromotor op toeren is wordt de proefstaaf belast. De belasting wordt aangebracht met behulp van een hendel (10) die ervoor zorgt dat de lastlagers worden belast. Door het roterende buigen ontstaat een zuivere sinusvormige wisselspanning als functie van de tijd met een gemiddelde spanning van nul (MPa).

§ 3.4.2 Principe werking van de vermoeiingsbank

In fig. 3.6 is een principe schema van de machines weergegeven. Met een gewicht G_L is de belasting in te stellen. Het gewicht G_A is een compensatie gewicht voor het instelgewicht en het gewicht van de draagbalk. Voor het moment M_b op de belastinglagers geldt dat deze gelijk is aan de kracht P op het lager maal de afstand l_0 tussen een draag - en een belastinglager.

$$M_b = P \cdot l_0 \tag{3.1}$$

(3.6)

Voor het scharnierpunt van de arm met het loopgewicht geldt dat de som van de momenten daar nul moet zijn:

$$2\mathbf{P}\cdot\mathbf{k} - \mathbf{G}\cdot\mathbf{H} = 0 \tag{3.2}$$

$$\Rightarrow \qquad P = \frac{G \cdot H}{2 \cdot K} \tag{3.3}$$

Hierbij is H de arm van het loopgewicht in cm. L is de instelling op de instellschaal in cm. Het verband tussen H en L wordt gegeven door H=2L. Uit formule (3.2) en (3.3) geldt voor M_b :

$$M_{b} = \frac{G \cdot H}{2 \cdot K} \cdot l_{0} = \frac{G \cdot l_{0}}{2 \cdot K} \cdot 2L = \frac{G \cdot l_{0}}{K} \cdot L$$
(3.4)

De grootste spanning (S) in het proefstuk treedt, zoals eerder betoogd, op aan het oppervlak. Voor een ronde massieve staaf geldt dat de spanning gelijk is aan het moment gedeeld door het weerstandsmoment tegen buiging W_b .

$$S = \frac{M_b}{W_b}$$
(3.5)

met
$$W_b = \frac{\pi \cdot d^3}{32}$$

Voor dit onderzoek worden proefstukken gebruikt met een verjonging van 7,515 mm. Dit betekent dat voor de spanning S de volgende eindformule kan worden opgesteld:

$$S = \frac{M_b}{W_b} = \frac{2.5 \cdot 10 \cdot L}{6 \cdot 0.04167} = 100 \cdot L \quad (kg / mm^2)$$
(3.7)

§ 3.4.3 IJking van de vermoeiingsmachines

In het kader van het NPV onderzoek zijn de vermoeiingsbanken 1991 geijkt [NPV1 90]. Voor het ijken is gebruik gemaakt van een krachtopnemer van het merk Hottinger Baldwin Messtechniek, type Z3H2. Uit de ijking bleek dat de afwijking ondanks de zeer hoge leeftijd van de machines niet of nauwelijks was toegenomen. De machines zijn dan ook voor dit onderzoek niet opnieuw geijkt. Voor de instellingen die tijdens dit onderzoek zijn gebruikt bestond de maximale afwijking ongeveer uit 1%.

§ 3.5 Technieken om het materiaal te karakteriseren.

Om het materiaal onder de verschillende condities te karakteriseren zijn een aantal technieken gebruikt. Met behulp van een lichtmicroscoop (type Neophot 30) is de microstructuur van het basismateriaal vastgelegd en zijn de karakteristieken van de diffusiezones onder de verschillende condities bepaald. Van het basismateriaal zijn preparaten van de dwars- en langsdoorsnede gemaakt. Om inzicht te krijgen in de hoeveelheid slak en de hoeveelheid inclusies werden preparaten geschuurd en gepolijst tot 1μ en daarna 15 seconden geëtst met Nital 2%. De voormalige austeniet korrels werden zichtbaar gemaakt door het materiaal ongeveer 30-60 seconden te etsen bij een temperatuur van 70-85 °C met 100 ml waterig picrinezuur met 80 mgr

 $CuCl_2$ en een druppel teepol. Op het preparaat ontstaat daardoor een zwarte aanslag die verwijderd dient te worden met een watje met amonia (NH₄OH). De austenietkorrelgrenzen worden zichtbaar omdat CuO bij voorkeur neerslaat op de korrelgrenzen. Het etsmiddel werkt beter als het preparaat eerst licht wordt geëtst met Nital.

Voor het karakteriseren van de microstructuur van de diffusiezone werden de preparaten geschuurd en gepolijst tot 1 μ en daarna 15 seconden geëtst met 2% Nital. Een verbindingslaag etst nauwelijks aan en is zichtbaar als een witte laag. De diffusiezone etst iets donkerder aan en is zichtbaar als een donkere band. De vorming van cementiet langs de voormalige austenietkorrelgrenzen parallel aan het stikstoffront geeft inzicht in de grootte van de diffussiezone. Dit is met name bij hogere potentialen zichtbaar. De vorming van cementiet en een koolstofberg als gevolg van koolstof die vrijkomt door de vorming van incoherente CrN kan aangetoond worden door de preparaten 30 seconden bij een temperatuur van 50 °C te etsen met Murakami.

Met behulp van hardheidsmetingen is de dikte van de diffusiezone bepaald. Om het hardheidsverloop te bepalen zijn op een reeks vaste afstanden van het oppervlak 4 a 5 metingen uitgevoerd. Wanneer de hardheid gelijk is aan de hardheid van het ongenitreerde materiaal is het einde van de diffusiezone bereikt. De hardheidsmetingen werden uitgevoerd met een micro-Vickers tester (gewicht 100g).

De laatste onderzoeksmethoden die gebruikt zijn om het materiaal te karakteriseren zijn de stereomicroscoop en de Scanning Electron Microscope.(SEM), type Jeol 7 S.M. 6400 F. Voor de bestudering van het breukoppervlak is de optische microscoop niet bruikbaar omdat de scherptediepte, voor het sterke reliëf van het breukoppervlak, onvoldoende is. De stereomicroscoop geeft inzicht in de grootte van de vermoeiingsscheur en de grootte van de restbreuk. Met de SEM kan het breukoppervlak op microniveau bestudeerd worden. Voor de bestudering van een breukoppervlak wordt voor het beeldsignaal gebruik gemaakt van secundair geëmitteerde elektronen. Hiermee wordt het beste oplossend vermogen en beeldkwaliteit verkregen [Zeedijk72]. Met de SEM is getracht het initiatiepunt van de vermoeiingscheur te traceren. Hierbij ging het met name om de aanwezigheid van inclusies aan de rand.

Hoofdstuk 4 Experimenten

§ 4.1 Inleiding

Voor dit onderzoek werden per conditie een aantal experimenten uitgevoerd. Per conditie werd de vermoeiingssterkte aan de hand van de uitgevoerde staircase berekend en werd het materiaal gekarakteriseerd met behulp van de in §3.5 beschreven technieken. Hiertoe behoren het bepalen van het hardheidsverloop en het vastleggen van de microstructuur van de diffusiezone en het basismateriaal. Tenslotte werd met behulp van de stereomicroscoop en de S.E.M. het breukoppervlak van de gebroken staven onderzocht. Om de resultaten van de experimenten per conditie onderling met elkaar te mogen vergelijken zijn de volgende uitgangspunten gehanteerd:

- Hardheid van het kernmateriaal mag niet veranderen.
- Nht moet ongeveer 400 µm zijn (invloed macrospanningen).
- Oppervlakte hardheid mag niet teveel afwijken.

Om het effect van de in hoofdstuk 2 genoemde parameters, de hoeveelheid interstitiele stikstof en de sterkte van de barrière te onderzoeken is gekozen voor een zestal condities. De condities worden in de onderstaande paragraaf beschreven.

§ 4.2 Beschrijving van de condities

Voor het onderzoek zijn de volgende zes condities gehanteerd:

1. Basismateriaal

Om inzicht te krijgen in de verbetering van de vermoeiingssterkte is het basismateriaal als conditie gekozen.

2. Standaard nitreren

Dit is een standaardconditie zoals die normaal bij gasnitreren wordt toegepast. Het materiaal wordt 40 uur genitreerd bij een potentiaal van $NH_3/H_2 = 100/0$ en een temperatuur van 510°C. Bij deze conditie wordt een verbindingslaag gevormd. De Nht bedraagt 400 μ m.

3. Verbindingslaagvrij nitreren; lang (verb.laagvrij lang)

Onder deze conditie wordt er geen verbindingslaag gevormd. Het materiaal wordt 50 uur genitreerd bij een potentiaal van $NH_3/H_2 = 40/60$ en een temperatuur van 510 °C. De nitreertijd is zodanig dat een gelijke Nht verkregen wordt.

4. *Verbindingslaagvrij nitreren; kort (verb.laag vrijkort)*

Onder deze conditie ontstaat eveneens geen verbindingslaag. Het materiaal wordt 20 uur genitreerd bij een potentiaal van $NH_3/H_2 = 50/50$ en een temperatuur van 510 °C. De nitreertijd is zodanig dat een kleinere Nht verkregen wordt.

5. Denitreren (denitreren)

De conditie bestaat uit het nitreren van het materiaal voor 50 uur bij een potentiaal van $NH_3/H_2 = 40/60$ en een temperatuur van 510 °C. Hierna werd het materiaal 100 uur gedenitreerd in 100 % H_2 bij een temperatuur van 470 °C. De temperatuur wordt verlaagd om eventuele groei van CrN uit te sluiten. Er wordt voor een tijd van 100 uur gekozen om er zeker van te zijn dat de interstitieel opgeloste stikstof en het "excess" stikstof tot een redelijke diepte uit het oppervlak zijn verwijderd.

6. Renitreren (renitreren)

De conditie bestaat uit het nitreren van het materiaal voor 50 uur bij een potentiaal van $NH_3/H_2 = 40/60$ en een temperatuur van 510 °C. Hierna werd het materiaal 100 uur gedenitreerd in 100 % H₂ bij een temperatuur van 470 °C. Na het denitreren wordt het materiaal 20 uur genitreerd bij een potentiaal van $NH_3/H_2 = 40/60$ en een temperatuur van 510 °C. Er kan volstaan worden met een nitreertijd van 20 uur omdat de diffusiezone al CrN bevat. Gedurende de nitreertijd hoeft slechts het verwijderde interstitiele stikstof aangevuld te worden.

Hoofdstuk 5. Resultaten

§ 5.1 De vermoeiingssterkte

In bijlage 1 zijn de resultaten van de vermoeiingsproeven per conditie weergegeven in een staircase. Met behulp van de staircaseformules 2.1 uit paragraaf § 2.2.3.1 zijn de vermoeiingssterkte en de bijbehorende spreiding berekend. De resultaten zijn hieronder per conditie in tabel 5.1 en in fig. 5.1 weergegeven;

Tabel	5.1	Resultaten	van d	le vermoe	iingsproeven.
-------	-----	------------	-------	-----------	---------------

conditie	μ	σ
Basis materiaal	320	21
standaard nitreren	639	20
verb.laagvrij lang	569	4
verb.laagvrij kort	575	10
denitreren	339	37
renitreren	530*	*

* Gegevens nog niet volledig beschikbaar omdat de vermoeiingsproef nog niet is afgerond. μ is gebaseerd op 6 proefstaven.



Fig. 5.1 De gemiddelde vermoeiingslimiet van de diverse condities.

§ 5.2 De hardheidsresultaten

In fig. 5.2 is de gemiddelde hardheid als functie van de afstand tot het oppervlak voor de diverse condities weergegeven. De resultaten van de hardheidsmetingen per conditie zijn bijgevoegd als bijlage 2.

5. Resultaten

Hardheidsverloop



Fig. 5.2 Hardheidsverloop van de diffusiezone van de verschillende condities

Uit fig. 5.2 blijkt dat de diffusiezones van de verschillende condities een relatief vlak hardheidsverloop hebben. Conditie "verb.laagvrij, kort" heeft zoals verwacht een wat afwijkend verloop. Op de oppervlaktehardheid na ligt de hardheid als functie van de afstand tot het oppervlak lager t.o.v. de andere condities. De diffusiezone bij deze conditie is kleiner vergeleken met de andere condities. De diffusiezone bereikt hier een diepte van ongeveer 360 μ m. De andere condities resulteren in een diffusiezone van ongeveer 500 μ m.

De grootste oppervlaktehardheid wordt bereikt bij de condities "standaard nitreren" en "verb.laagvrij, lang". De oppervlakte hardheid is voor de condities "denitreren" en "renitreren" het kleinst.

Voor alle condities geldt dat de kernhardheid na de thermochemische behandeling overeenkomt met de hardheid van het basismateriaal.

§ 5.3 Resultaten lichtmicroscopisch onderzoek.

In deze paragraaf zijn de resultaten van het lichtmicroscopisch onderzoek beschreven. De foto's van diverse microstructuren zijn bijgevoegd als bijlage 3.

1. Het basis materiaal

Foto 1 is een opname van een dwarsdoorsnede van het stafmateriaal. De sorbietstructuur is duidelijk zichtbaar. De licht gekleurde lamellen zijn martensietlamellen die getransformeerd zijn tot ferriet met daarin zeer fijn cementiet. Het cementiet is op de print nauwelijks zichtbaar. In het midden is een doorsnijding van een slakkenbaan zichtbaar als een klein donkergrijs gebied met een doorsnede van 1-2 μ m. Foto 2 is een opname van de langsdoorsnede van het stafmateriaal. Opnieuw is de sorbietstructuur duidelijk zichtbaar met in het midden een slakkenbaan met een inclusie. Een duidelijke opname van een inclusie met een doorsnede van 4-5 μ m wordt getoond in foto 3.

Een technisch staal bevat altijd een hoeveelheid slak en inclusies. Een opname van de langsdoorsnede toont duidelijk een walsstructuur waarin de slakkenbanen als zwarte sliertjes zijn te herkennen (foto 4). Het materiaal vertoont daarnaast ook duidelijk segregatiebanen.

Bij het basismateriaal is het meeste koolstof gebonden in Fe-Cr-C-carbiden en er bevindt zich geen cementiet langs de voormalige austenietkorrelgrenzen. Met behulp van het etsmiddel picrinezuur kunnen de voormalig austenietkorrels zichtbaar gemaakt worden doordat zich CuO afzet op de korrelgrenzen. Uit opnames van de dwars- en langsdoorsnede na etsen met picrinezuur, (foto 6 en 7) blijkt dat de grootte van de voormalige austenietkorrel varieert tussen de 10-15µm.

2. Standaard nitreren

Bij een potentiaal van 100% ontstaat er een duidelijke verbindingslaag. De laag etst nauwelijks aan en is ongeveer 1-1,5 μ m dik (foto 8). De uitscheiding van cementiet langs de korrelgrenzen is duidelijk zichtbaar. Bij een grotere vergroting (foto 9) is duidelijk te zien dat de koolstof niet door de verbindingslaag weg kan diffunderen. Met name de austenietkorrelgrenzen aan het oppervlak bevatten een aanzienlijke hoeveelheid cementiet. De donkere lamellen net onder de verbindingslaag zijn een vervlochten netwerk van ε -carbiden. Dit is duidelijk te zien op foto 10.

3. Verbindingslaagvrij nitreren; lang

Bij een potentiaal van 40/60 NH_3/H_2 ontstaat er op sommige plaatsen aan het oppervlak een begin van een verbindingslaag. De verbindingslaag is nauwelijks zichtbaar en op grote delen van het oppervlak is deze afwezig. De uitscheiding van cementiet langs de korrelgrenzen is minder dan bij conditie "standaard nitreren". Dit is al duidelijk te zien bij een kleine vergroting (foto 11). Bij een grotere vergroting is duidelijk te zien dat de voormalige austenietkorrelgrenzen aan het oppervlak nauwelijks cementiet bevatten. Het koolstof heeft hier naar buiten kunnen diffunderen waardoor het oppervlak voor een deel is ontkoold. Wat verder onder het oppervlak bevatten de korrelgrenzen meer cementiet.

4. Verbindingslaagvrij nitreren; kort.

Bij een potentiaal van 50/50 NH_3/H_2 ontstaat er een verbindingslaag die niet gesloten is. De hoeveelheid cementiet die langs de korrelgrenzen is uitgescheiden is zeer gering. Alleen bij een grote vergroting kon dit goed zichtbaar gemaakt worden (foto 13). De uitscheiding van cementiet langs de voormalige austenietkorrelgrenzen lijkt iets minder vergeleken met de conditie "verbindingslaagvrij nitreren; lang".

5. Denitreren

Bij het denitreren is het oppervlak na etsing met Murakami veel lichter vergeleken met de conditie "verbindingslaagvrij nitreren, lang" (zie foto 14). Dit betekent dat veel carbiden uit het oppervlak zijn verdwenen. Het oppervlak zal voornamelijk bestaan uit ferriet met CrN. Langs de voormalige austenietkorrelgrenzen in het oppervlak bevindt zich geen cementiet. Dit is bij een grotere vergroting beter te zien. Vergeleken met de conditie "verbindingslaagvrij nitreren, lang" liggen de korrelgrenzen met cementiet verder weg (foto 15). De eerste korrelgrenzen die cementiet bevatten hebben het uiterlijk van een parelketting. Het cementiet is hier nog niet aaneengesloten. Wat verder onder het oppervlak verdwijnt de parelketting structuur en is de uitscheiding van cementiet weer aaneengesloten. De ontkoolde zone wordt geschat op 40-60 µm diep.

6. Renitreren

Vergeleken met de conditie "denitreren" is het oppervlak iets lichter van kleur (foto 16). De ontkoolde zone is echter niet groter. Het oppervlak zal opnieuw voornamelijk bestaan uit ferriet met CrN. De grootte van de ontkoolde zone wordt opnieuw geschat op 40-60 µm diep. Het lijkt er wel op dat de cementiet langs de voormalige austenietkorrelgrenzen wat minder is vergeleken met denitreren. De structuur in het oppervlak bevat veel minder carbiden vergeleken met de condities "denitreren" en "verbindingslaag" vrij nitreren lang. Dit beeld is echter niet duidelijk te zien op de foto's 16 en 17.

Als laatste is in tabel 5.2 een vergelijking gemaakt tussen de diverse condities. In de tabel is de dikte van de diffusiezone per experiment weergegeven en is een indicatie van de korrelgrenscementiet en de hoeveelheid interstitieel- en "excess" stikstof gegeven. Hierbij dient opgemerkt te worden dat de hoeveelheid interstitieel en "excess" stikstof niet rechtstreeks gemeten is.

Condities	Grootte diffusie- zone (μm)	Korrelgrensce- mentiet	int/excess stikstof
Basis materiaal	-	n.v.t	nee
standaard nitreren	500	veel	ja
verb.laag vrij lang	500	enigszins	ja
verb.laag vrij kort	360	enigszins	ja
denitreren	500	geen	nee
renitreren	500	geen	ja

Tabel 5.2 Een vergelijking tussen de verschillende condities.

§ 5.4 Resultaten breukonderzoek

§ 5.4.1 Resultaten optische Stereomicroscoop

De proefstaven die tijdens de vermoeiingsproeven zijn gebroken werden met behulp van een optische stereomicroscoop en een S.E.M. onderzocht. Met behulp van de stereomicroscoop werd getracht een beeld te krijgen van het gebied waar de scheur is geïnitieerd. De vermoeiingsbreuken vertoonde onder alle condities hetzelfde beeld. Een groot deel van het breukoppervlak bestond uit een vermoeiingsbreuk. Het oppervlak had hier een glad uiterlijk. Iets uit het midden bevond zich de restbreuk. Het oppervlak van de restbreuk heeft een ruw uiterlijk en is duidelijk een geweldsbreuk. Er zijn geen opnamen gemaakt met behulp van de stereomicroscoop. Met de S.E.M. is een foto genomen bij een vergroting van 20 x hetgeen overeenkomt met het beeld van de stereomicroscoop. De scherptediepte is op de foto echter minder dan bij het beeld van de stereomicroscoop (zie foto 1 bijlage 4).

§ 5.4.2 Resultaten S.E.M.

Voor het breukoppervlakonderzoek met de S.E.M. is een selectie gemaakt uit de proefstaven van de diverse condities. Per conditie werden indien mogelijk twee proefstaven geselecteerd;

- Een proefstaaf die bij een lage spanning een korte levensduur had.
- Een proefstaaf die bij eenzelfde of een hogere spanning 1x10⁷ omwentelingen heeft gedraaid maar daarna is gebroken. Dit wordt een semi-doorloper genoemd.

Van het breukoppervlak werden preparaten voor de S.E.M. vervaardigd. Met behulp van de S.E.M. is het oppervlak gescand op zoek naar vermoedelijke initiatiepunten. Uit de scan van het oppervlak blijkt dat alle breuken vermoedelijk initiëren op een inclusie. Een inclusie

veroorzaakt lokaal een spanningsconcentratie. Van de inclusies zijn opnamen gemaakt en deze zijn bijgevoegd als bijlage 4.

Standaard nitreren

Bij conditie "standaard nitreren" zijn twee staven onderzocht; een staaf die bij een spanning van 630 MPa is gebroken en een proefstaaf die een semi-doorloper is bij een spanning van 630 MPa. Het lijkt erop dat het initiatiepunt bij beide proefstaven een inclusie is. Uit de opnamen van de inclusies blijkt dat de inclusie in het geval van de semi-doorloper een grootte heeft die kleiner is dan 10 μ m (zie foto 2). In het geval van vervroegde breuk is een dubbele inclusie aanwezig die groter is dan 10 μ m (zie foto 3). In dit geval is de inclusie ongeveer 20-30 μ m groot. Het spanningsniveau ter plaatse van de inclusies is voor beide situaties gelijk omdat beide inclusies aan het oppervlak liggen.

Verbindingslaagvrij nitreren; lang

Bij de conditie "verb.laagvrij, lang" is een semi-doorloper en een breuk die optraden bij een spanning van 570 MPa bekeken. In het geval vervroegde breuk is het vermoedelijke initiatiepunt een inclusie van \pm 45 µm groot. De inclusie ligt ongeveer 25µm onder de rand. Met behulp van formule 2.11 uit §2.3.3 blijkt dat het spanningsniveau hier 1062 MPa is. Het spanningsniveau aan de rand is 1214 MPa. In het geval van de semi-doorloper zijn er meerdere inclusies als initiatiepunt aan te wijzen. De inclusie aan de rand is ongeveer 20 µm groot. Een inclusie van ongeveer 40 µm ligt ongeveer 60 µm onder de rand. Het spanningsniveau is hier ongeveer 849 MPa wat ongeveer 360 MPa lager is dan de spanning aan de rand. In beide situaties bevatten de proefstukken een inclusie die groter is dan de kritische lengte van één voormalige austenietkorrel.

In foto 6 is een opname gemaakt van een gat met een grootte van één austenietkorrel. In deze situatie zijn vermoedelijk een breuk met een grootte van één austenietkorrel en de hoofdscheur bij elkaar gekomen. Door de spanningsconcentratie die hierbij ontstaat is het mogelijk dat hierdoor bij een breuk een gat ontstaat.

Verbindingslaagvrij nitreren; kort

Foto 7 en 8 geven de initiatiepunten weer voor de semi-doorloper en vroegtijdig gebroken proefstaaf. Het verschil in tussen deze situaties wordt wederom gekenmerkt door het verschil in inclusiegrootte. In het geval van de semi-doorloper is de inclusie kleiner dan 10 μ m en in het geval van breuk is deze \pm 80 μ m.

Bij de condities "denitreren", "renitreren" en "basis materiaal" traden er geen semi-doorlopers op en is het niet mogelijk om een vergelijking te maken tussen een semi-doorloper en een breuk.

Hoofdstuk 6. Discussie

§ 6.1 Verschil in vermoeiingssterkte

Voordat de vermoeiingssterktes uit § 5.1 onderling met elkaar vergeleken kunnen worden moet er een uitspraak gedaan worden of de resultaten onderling van elkaar verschillen. Met behulp van formule 2.8 uit § 2.2.3.2. is het betrouwbaarheidsinterval c berekend. De waarde c is berekend voor de situatie dat de kans dat het verschil tussen het gemeten- en het werkelijke gemiddelde kleiner is dan c, gelijk is aan 90%. Dit betekent dat met 90% zekerheid gesteld kan worden dat de werkelijke vermoeiingssterkte ligt tussen het gemeten gemiddelde plus of min c.

De gevonden vermoeiingssterktes van de diverse condities zijn onderling verschillend als de intervallen waarin de werkelijke vermoeiingssterkte ligt elkaar niet overlappen. In tabel 6.1 zijn de gemeten vermoeiingssterkte en het betrouwbaarheidsinterval c weergegeven. In fig. 6.1 is in een staafdiagram per conditie het interval weergegeven waarin met 90 % zekerheid de werkelijke vermoeiingssterkte zich bevindt.

Tabel 6.1; De gemeten	vermoeiingssterkte	µ en het	betrouwbaarl	heidsinterval	с.
, ,					~.

conditie	μ	С
Basis materiaal	320	9
standaard nitreren	639	10
verb.laag vrij lang	569	2
verb.laag vrij kort	575	5
denitreren	339	17
renitreren	530*	*

* Gegevens nog niet volledig beschikbaar omdat de vermoeiingsproef nog niet is afgerond. μ is gebaseerd op 6 proefstaven.



Fig. 6.1; Staafdiagram met het 90% betrouwbaarheidsinterval voor de werkelijke vermoeiingssterkte.

Met behulp van de bovengenoemde waarden is in tabel 6.2 aangegeven of de vermoeiingssterktes onderling verschillend zijn.

	Basis mat.	Standaard	Verb.vrij, lang	Verb.vrij, kort	denitreren	renitreren
Basis mat.		ja	ja	ja	nee	ja
Standaard			ja	ja	ja	ja
Verb.vrij, lang				nee	ja	ja
Verb.vrij, kort					ja	ja
denitreren						ja

Tabel 6.2. Vermoeiingslimieten die met 90% zekerheid verschillen

Uit de resultaten blijkt dat de conditie "standaard nitreren" de hoogste vermoeiingssterkte heeft. Daarna volgen de condities "verbindingslaag vrij; kort en lang". De vermoeiingslimiet na het denitreren is ongeveer gelijk aan de vermoeiingssterkte van het basismateriaal. Het is opvallend dat de vermoeiingssterkte na het denitreren in elkaar zakt en dat deze na het renitreren weer toeneemt.

§ 6.2 Microspanningen en macrospanningen

Microspanningen

Uit § 2.5.1 werd duidelijk dat de microspanningen als gevolg van de vorming van coherente chroomnitriden een mogelijke verklaring zijn voor de verbetering van de vermoeiingslimiet. De aanwezigheid van microspanningen vertaalt zich in een toename van de hardheid.

Uit de resultaten van de hardheidsmetingen (zie fig. 5.2 en bijlage 2) blijkt dat het hardheidsverloop van de condities "standaard nitreren" en "verbindingslaagvrij, lang" ongeveer gelijk zijn. Ook het hardheidsverloop van de condities "denitreren en renitreren" is ongeveer gelijk. Op basis van de theorie beschreven in § 2.5.1 mag verondersteld worden dat de vermoeiingssterkte ongeveer gelijk moet zijn. Dit blijkt echter niet het geval te zijn. Het verschil in vermoeiingssterkte tussen de condities "standaard nitreren" en "verbindingslaagvrij, lang" is ongeveer 60 MPa. Het verschil in vermoeiingssterkte tussen de condities "denitreren" en "renitreren" is ongeveer 190 MPa. Op basis van deze resultaten kan geconcludeerd worden dat er geen directe relatie is tussen een hardheidstoename (microspanningen) en een verbetering van de vermoeiingslimiet. Deze conclusie wordt ook nog ondersteund door de resultaten van de condities "basismateriaal" en "denitreren" met elkaar te vergelijken. Op basis van het betrouwbaarheidsinterval kan niet gesteld worden dat de vermoeiingssterktes met 90 % zekerheid van elkaar verschillen (zie tabel 6.1) ondanks een verschil van \pm 260 HV.

Aan de hand van de kennis die is opgedaan uit de vele onderzoeken naar nitreren kan nog steeds geconcludeerd worden dat de hardheidstoename wordt veroorzaakt door de vorming van coherente CrN [Brakman91][Wiggen85]. De hardheidstoename bij de conditie "denitreren" kan alleen maar veroorzaakt zijn door de coherente CrN. Uit de resultaten van conditie "denitreren" en "renitreren" blijkt dat het verwijderen van de "excess"- en interstitieel opgeloste stikstof een aanzienlijke verslechtering geeft van de vermoeiingslimiet. Uit het bovenstaande kan geconcludeerd worden dat de microspanningen niet de belangrijkste factor zijn voor de verbetering van de vermoeiingslimiet. Het blijkt dat met name de interstitieel opgeloste- en "excess" stikstof verantwoordelijk zijn voor de verbetering van de vermoeiingslimiet. Uit het feit dat na het denitreren de vermoeiingssterkte hersteld kan worden door te renitreren kan gesteld worden dat de invloed van stikstof op de vermoeiingssterkte reversibel is.

Macrospanningen

In § 2.5.4 werd aangegeven dat macrospanningen van invloed zijn op de vermoeiingslimiet. Een verschil in grootte van de diffusiezone geeft een verschil in macrospanningen in de diffusiezone. Uit de resultaten van de condities "verb.laagvrij, lang" en "verb.laagvrij, kort" blijkt dat er een verschil is in de grootte van de diffusiezone (zie tabel 5.2). Aangezien de macrospanningen in dit onderzoek niet zijn gemeten en het hardheidsprofiel te verschillend is, kan op basis van deze gegevens geen sluitende uitspraak gedaan worden over de invloed van macrospanningen op de vermoeiingslimiet. Voor de andere condities kan er eveneens geen uitspraak gedaan worden over de invloed van eventueel aanwezige macrospanningen op de vermoeiingssterkte. Aanvullende metingen (röntgendiffractie) zijn noodzakelijk om de invloed van eventueel aanwezige macrospanningen te bepalen.

<u>§ 6.3 Een mogelijke verklaring voor de invloed van interstitiële -en "excess" stikstof op de vermoeiingslimiet.</u>

In deze paragraaf wordt een mogelijke verklaring gegeven voor het feit dat de interstitieel opgeloste stikstof de belangrijkste factor blijkt te zijn voor de verbetering van de vermoeiingssterkte. De verklaring die hier wordt geschetst is een aanname en is verder niet getoetst aan de praktijk. Een nadeel van de verklaring is dat deze de invloed van "excess" stikstof als nihil beschouwt.

Tijdens het vermoeien worden in de matrix diverse dislocatiebronnen geactiveerd. Dit betekent dat er ook dislocaties worden gegenereerd. Als er veel dislocaties worden gegenereerd zal er een dislocatienetwerk ontstaan met een bepaalde celgrootte. De dislokaties zijn verzameld op de wanden van de cel. Uit het reversibele karakter van de resultaten kan gesteld worden dat er twee situaties zijn;

- Een matrix met alleen CrN op een gemiddelde vaste afstand van elkaar. De matrix tussen de CrN bevat geen interstitieel opgelost stikstof.
- Een matrix met CrN op een gemiddelde afstand van elkaar. De matrix tussen de CrN bevat interstitieel opgelost stikstof.

De matrix met interstitieel opgeloste stikstof heeft een grotere vermoeiingslimiet en dus ook een grotere τ_{cr} . Uit de dislocatietheorie blijkt dat de celgrootte in een dislokatienetwerk is omgekeerd evenredig met τ_{cr} [van den Beukel 78]. In het geval dat de matrix geen interstitiëlen bevat bestaat het dislocatienetwerk uit grote cellen. Als de matrix wel interstitiëlen bevat zijn de cellen in het dislocatienetwerk kleiner.

Als we aannemen dat de hoeveelheid gegenereerde dislocaties in beide gevallen gelijk is, is de dichtheid dislocaties in de wand bij een grotere cel groter dan die bij een kleinere cel. Dit komt doordat twee kleine cellen meer wandoppervlak bevatten dan een grote cel. Vervolgens kunnen we aannemen dat een scheur ontstaat als de dislocatie dichtheid een bepaalde waarde overschrijdt. Dit betekent dat er in het geval er geen interstitiëlen aanwezig zijn er bij een lagere spanning er eerder een scheur ontstaat omdat de kritische dislocatiedichtheid eerder zal worden overschreden.

§ 6.4 Korrelgrenscementiet versus vermoeiingssterkte

In §2.5.5 is aangegeven dat de uitscheiding van korrelgrenscementiet het grootst zal zijn als er tijdens het nitreren een verbindingslaag ontstaat. Indien er geen verbindingslaag ontstaat kan er aan het oppervlak ontkoling plaatsvinden tijdens het nitreren en denitreren. In § 5.3 is in tabel 5.2 een indicatie van de korrelgrenscementiet weer gegeven. Deze resultaten zijn in overeenstemming met de theorie beschreven in § 2.5.5.

Om de invloed van de korrelgrenscementiet op de vermoeiingssterkte te bepalen kunnen de condities "standaard nitreren", verb.laagvrij, lang" en "renitreren" met elkaar vergeleken worden. De grootte van de diffusiezone en de hoeveelheid insterstitieel- opgeloste en "excess" stikstof is voor alle condities gelijk. Uit tabel 5.2 blijkt dat de conditie "standaard nitreren" het meeste cementiet langs de korrelgrenzen heeft, daarna de conditie "verb.laagvrij, lang" en de conditie "renitreren" heeft het minste cementiet. Het verschil in korrelgrenscementiet is het grootst tussen de condities "standaard nitreren" en "renitreren". Hier treedt ook het grootste verschil, ± 100 MPa, op tussen de vermoeiingssterktes. Tussen de condities "standaard nitreren" en "verb.laagvrij, lang" treedt een verschil op van 60 MPa. Op basis van de "short crack theorie" zorgt de vorming van cementiet op de voormalige austenietkorrelgrenzen voor een verandering in de barrièresterkte. De barrière wordt sterker en zorgt voor een grotere vermoeiingssterkte. Een mogelijke verklaring hiervoor wordt gegeven door het feit dat de korrelgrens de plastische zone voor de scheurtip blokkeert. Een sterkere barrière betekent dat er een grotere spanning nodig is om plasticiteit in een volgende korrel te generen.

§ 6.5 Resultaten en het model voor de vermoeiingssterkte op basis van de short crack theorie

Met behulp van formule 2.14 uit § 2.4.2 zijn voor de condities "standaard nitreren", verb.laagvrij, lang", "denitreren" en "renitreren" de waarden voor de lokale vloeispanning (τ_c) en r_0 bepaald. Voor de condities "denitreren" en "renitreren" geldt dat de korrelgrens niet met cementiet is verrijkt. Voor een niet-verrijkte korrelgrens is de waarde voor r_0 0,1 µm voor een korrel met een grootte van 10-20 µm [Navarro88]. Voor een b.c.c. structuur heeft de constante m* een waarde van 2,0 [van der Beukel78]. De korrelgrootte van de voormalige austenietkorrelgrenzen is voor alle condities gelijk en heeft een grootte van 10-20 µm. In de berekeningen is uitgegaan van een korrelgrootte van 15µm. Op basis van de cirkel van Moore geldt:

$$\tau_{\rm FL} = \frac{2.1 \cdot S_{\rm FL}}{2} \tag{6.1}$$

De waarde 2,1 komt van de kerffactor. Op basis van de bovenstaande gegevens kan τ_{cr} berekend worden voor de condities "denitreren" en "renitreren". Voor de condities "renitreren", "standaard nitreren" en "verb.laagvrij,lang" kan gesteld worden dat de lokale vloeispanning en dus τ_{cr} gelijk is. De hoeveelheid CrN, interstitieel -en "excess" stikstof in de diffusiezone is gelijk. Met behulp van de τ_{cr} die voor de conditie "renitreren" is berekend kan voor de condities "standaard nitreren" en "verb.laagvrij, lang" de r_0 berekend worden. De waarden voor τ_{cr} en r_0 zijn in tabel 6.3 weergegeven.

Condities	τ_{c} (MPa)	$r_0(\mu m)$	S _{vl} (MPa)			
standaard nitreren	3409	0,14	2360			
verb.laagvrij nitreren, lang	3409	0,12	2593			
denitreren	2122	0,10	2007			
renitreren	3409	0,10	2090			

Tabel 6.3 Enkele parameters van formule 2.14 berekend aan de hand van de resultaten

Om een indruk te krijgen van de gevonden waarden kan gebruik gemaakt worden van een eenvoudige relatie die het verband weergeeft tussen de hardheid in Vickers en de vloeispanning. Voor de hardheid in Vickers geldt [Korevaar91c];

 $HV = 0.3 S_{vl}$ (6.2)

In tabel 6.3 is de vloeigrens op basis van formule 6.2 per conditie weergegeven. Hierbij dient opgemerkt te worden dat deze vloeigrens bepaald is door microvickers hardheidsmetingen en dus niet de lokale vloeispanning vertegenwoordigt. De waarden voor de kritische schuifspanningen zijn aan de hoge kant. Voor de conditie "denitreren" blijkt op basis van formule 6.2 dat de vloeispanning 2007 MPa is. Dit komt overeen met een schuifspanning van 1003 MPa. Deze waarde komt overeen met waarden die in literatuur voor 42CrMo4 in ongenitreerde toestand gegeven worden. Het ziet er dus naar uit dat het model van Navarro uit § 2.4.2 leidt tot te hoge waardes voor de kritische schuifspanning. In theorie is geen verband gevonden voor de waarde r_0 en een verstevigde korrelgrens. Uit de gevonden waarden voor r_0 kan alleen maar geconcludeerd worden dat een toename in korrelgrenscementiet een toename van r_0 geeft.

Uit het bovenstaande kan geconcludeerd worden dat het model een beter inzicht geeft in de relatie tussen de microstructuur en de lokale vermoeiingssterkte. Het model is echter niet goed hanteerbaar om er daadwerkelijk mee te kunnen rekenen.

§ 6.6 Discussie S.E.M. resultaten

Een mogelijke verklaring voor het verschil in levensduur tussen "vervroegde breuk" en "semidoorloper" kan als volgt worden gegeven. In het geval van vervroegde breuk blijkt uit de resultaten dat de inclusie vaak groter of gelijk aan een voormalige austenietkorrel is. Aangezien de initiatie hoogst waarschijnlijk bij de inclusie plaatsvindt is in dit geval de initiële breuk al groter dan de kritische lengte uit de Kitagawa-Takahashi plot (zie §2.4.1). In het geval van de "semi-doorloper" is de inclusie kleiner dan een voormalige austenietkorrel en wordt de kritische lengte niet overschreden. In het geval dat een semi-doorloper een inclusie bevat die groter is dan een voormalige austenietkorrel ligt deze verder van de rand. Het spanningsniveau ter plaatse van de inclusie is hier lager dan aan de rand en het is mogelijk dat er een situatie ontstaat die voldoet aan de threshold waarde (zie fig. 2.7) waardoor deze eveneens een niet propagerende scheur wordt [Coorens96].

Uit het bovenstaande kan geconcludeerd worden dat de resultaten van de S.E.M. eveneens op basis van de short crack theorie verklaart kunnen worden. Hierbij dient wel opgemerkt te worden dat er meer breukvlakken onderzocht dienen te worden om zeker te kunnen stellen dat er een relatie is tussen de kritische inclusie grootte en een snellere breuk van een proefstaaf.

Hoofdstuk 7. Conclusies

Het doel van dit onderzoek is het verkrijgen van een beter inzicht in de microstructurele parameters die de vermoeiingssterkte verbeteren bij genitreerde veredelingsstaalsoorten. Voor dit onderzoek is gekozen voor het veredelingsstaal 42CrMo4 en is gebruik gemaakt van het proces gasnitreren. Gekerfde proefstaven werden onder diverse condities genitreerd en gedenitreerd waarna met behulp van een roterende buigingsmachine de vermoeiingssterkte werd bepaald. Aan de hand van reeds bestaande theorieën waaronder de short crack theorie werden de resultaten geanalyseerd.

Op basis van de resultaten van dit onderzoek kan het volgende worden geconcludeerd;

- De vermoeiingssterkte van genitreerd 42CrMo4 wordt voornamelijk bepaald door de interstitiele- en "excess" stikstof.
- Denitreren en renitreren zijn reversibele thermochemische oppervlaktebehandelingen. De vermoeiingssterkte daalt door te denitreren maar wordt hersteld door het renitreren.
- De veronderstelling dat er een één op één relatie is tussen de hardheid en de vermoeiingssterkte blijkt niet juist te zijn.
- Het lijkt erop dat met behulp van de short crack theorie de resultaten kunnen worden verklaard. De belangrijke parameters "lokale vloeispanning" en "de aard van de microstructurele barrière" worden door het nitreren beïnvloed.
- Een met cementiet verrijkte korrelgrens lijkt een grotere sterkte te hebben en leidt tot een hogere vermoeiingssterkte.

Aanbevelingen

- Om er zeker van te zijn dat de interstitiele- en "excess" stikstof verantwoordelijk is zal dit onderzoek ook uitgevoerd moeten worden bij En40B. Dit materiaal bevat veel vrij chroom en zal na het nitreren een veel steiler hardheidsverloop hebben. Er kunnen twee situaties ontstaan. In het eerste geval is het verschil in vermoeiingssterkte tussen de condities "denitreren" en "renitreren" vergelijkbaar met het verschil in vermoeiingssterkte dat optreedt bij 42CrMo4. Een andere mogelijkheid is dat het verschil in vermoeiingssterkte tussen de condities "denitreren" en "renitreren" groter is dan bij 42CrMo4. Als dit het geval is heeft de "excess" stikstof wel invloed op de vermoeiingssterkte aangezien En40B meer "excess" stikstof bevat.
- Met behulp van de T.E.M. dient meer informatie (coherentie, vorm, etc.) over de precipitaten te worden verkregen.
- Met röntgendiffractie dient de microstructuur verder te worden onderzocht. Met name dient gekeken te worden naar microspanningen (piekverbreding) en macrospanningen (piekverschuiving). Dit om vast te stellen dat de invloed van deze parameters wel of niet mede bepalend zijn voor de verbetering van de vermoeiingssterkte.
- De doorlopers met behulp van vloeibare stikstof en een trekbank bros breken. Het breukoppervlak moet dan bestaan uit een vermoeiingsbreuk met een grootte van hooguit enkele korrels (1 tot 3) als de short crack theorie opgaat. Van de gebroken staven kan de tweede verjonging eveneens op deze manier onderzocht worden.
- Het zoeken naar een methode waarbij tijdens het vermoeien de vermoeiingsbreuk kan worden gevolgd. Hiermee kan meer informatie verkregen worden voor de bestudering van het short crack model.

REFERENTIES

[ASTM No. 91-A]	'A guide for fatigue testing and statistical analysis of fatigue data', American society for testing and materials (1963).
[van den Beukel 78] van den Beukel, A. (1978), 'Fysica vaste stof II; Dislocatietheorie van de mechanische eigenschappen' Collegedictort mk 44, 1 TU Delft
	Laboratorium voor Materiaalkunde
[Biglari94]	Biglari M H (1994) 'Precipitation of AlN in an Fe-Al Alloy During
	Internal Nitriding' Proefschrift dec '94 TU-Delft Laboratorium voor
	Materiaalkunde.
[Braam96]	Braam, J.J. (1996), 'Statistical evaluation of the staircase method'. Intern
[rapport Sectie Thermische verwerkingstechnologie TU-Delft (nog niet genubliceerd) Laboratorium voor Materiaalkunde
[Brakman91]	Brakman C M et al (1991) 'Invloed van de nitreertemperatuur en de
	oppervlaktevoorbehandeling on de vermoeiingseigenschappen van gladde
	en gekerfde vermoeijngsstaven uit 42CrMoS4 en En40B'. Intern rapport
	Sectie Thermische verwerkingstechnologie. TU-Delft Laboratorium voor
	Materiaalkunde.
[Coorens96]	Coorens, S. (1996). 'Microstructural short cracks'. Literatuurstudie TU-
	Delft Laboratorium voor Materiaalkunde.
[Jack72]	Jack, D.H. and Jack, K.H. (1972), 'Invited Review: Carbides and Nitrides
	in Steel', Materials Science and Engineering, 11, (1973), 1-27.
[Korevaar82]	Korevaar, B.M. en Pennekamp, B. (1982), 'Gelegeerd staal, Hfst 4.',
	Collegedictaat voor de studierichtingen Metaalkunde en
	Werktuigbouwkunde, TU-Delft Laboratorium voor Materiaalkunde.
[Korevaar91a]	Korevaar, B.M. en den Ouden, G. (1991), 'Metaalkunde deel 1', Hfts 7.
	Delftse Uitgevers Maatschappij, eerste druk, verbeterd 1994, ISBN 90- 6562-1172.
[Korevaar91b]	Korevaar, B.M. en den Ouden, G. (1991), 'Metaalkunde deel 2', Hfts 6,
	Delftse Uitgevers Maatschappij, eerste druk, verbeterd 1992, 1994, ISBN
FTZ 01 3	90-6562-140-7.
[Korevaar91c]	Korevaar, B.M. en den Ouden, G. (1991), 'Metaalkunde deel 1', § 3.12.
	Dentse Ungevers Maatschappij, eerste druk, verbeterd 1994, ISBN 90
[Vroyazia70]	0002 1/172. Krowszia E (1070) (Introductory Mathematical Statistica) Hedat 12
[KICyszig/0]	John Wiley & Sons
[Leven51]	Leven M (1951) 'Stress gradients in grooved hars and shafts'
	Proceedings for experimental stress analysis' SESA 13 207-213
[Miller86]	Miller, K.J. (1986), 'The behaviour of short fatigue cracks'. An
[]	Introduction, London EGF-1, ISBN 0 85298 6147.
[Miller87]	Miller, K.J. (1987), 'The behaviour of short fatigue cracks and their
	initiation', Part I-A Review of two recent books, Fat. Engng. Mater.
	Struct, Vol 10, No.1 pp 75-91.
[Mittemijer95]	Mittemijer, E.J and Slycke, J.T. (1995), 'Thermodynamical Activities of
	Nitrogen and carbon imposed by gaseous nitriding and carbonizing
	atmospheres', Proc. of the second Int. conf. on carburizing and nitriding
	with atmospheres, 6-8.
[Navarro86]	Navarro, A. (1986), 'A model for short fatigue crack propagation with an
	Interpretation of short-long crack transition' Fat. Engng. Mater. Struct.
	voi. 10, pp 109-180.

.

[Navarro88]	Navarro, A and De Los Rios, L.R, 'Short and long fatigue crack growth',
	A unified model, Philisophical Magazine A, 1988, Vol 57, No.1, 15-36.
[NPV1 90]	Aktiviteiten verslag van onderzoeksproject "Nitreerprocesvoering
	NPV1", periode jan '90 - jul '90, Sectie Thermische verwerkings-
.	technologie, TU-Delft Laboratorium voor Materiaalkunde.
[Overbeeke78]	Overbeeke, J.L. (1978), 'Onderzoek naar vermoeiingseigenschappen van
	verharde lagen van staaloppervlakken', Rapport 111, TU-Eindhoven,
_	Laboratorium voor constructieve aspecten van vermoeiing.
[Peterson74]	Peterson, R.E. (1974). 'Stress Concentration factors, John Wiley.
[Rozendaal83]	Rozendaal, H.C.F. (1983) 'X-ray diffraction analysis of residual strains in
	nitrided steels', für Metallkunde, Oberursel 1983, 363.
[Schijve68]	Schijve, J (1968), 'Cursus vermoeiing' CVM1, Hfst 11.
[Somers89]	Somers, M.A.J. et. al. (1989) 'Excess nitrogen in the ferrite matrix of
	nitrided binary iron-based alloys', Philosophical Magazine A, 1989, Vol.
	No. 2, 353-378.
[Stam91]	Stam, M.M. et. al. (1991), 'Vermoeiingsonderzoek aan genitreerde
	gladde en gekerfde staven van het materiaal En40B; hardheidsmetingen
	ter plaatse van de vermoeiingsbreuk en hun invloed', Intern rapport
	Sectie Thermische verwerkingstechnologie, TU-Delft Laboratorium voor
	Materiaalkunde.
[Wiggen85]	Wiggen, P.C. et.al. (1985), 'The nitriding behaviour of iron-chromium-
	carbon aloys'. Proefschrift van Rozendaal H.C.F., 'The influence of
	nitriding on the microstructure and stress state of iron and steel', TU-
	Delft Laboratorium voor Materiaalkunde.
[Zeedijk72]	Zeedijk, H.B. (1972), 'Toepassing van de raster - of scanning
	elektronenmicroscoop in de metaalkunde', TNO-nieuws 27, 1972.

.

.

Bijlagen

4 stuks

Bijlage 1. Staircases van de verschillende condities.

Basis	mate	riaal																
MPa	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	i
340							X				X							
330						0		X		0	1	X				1	<u> </u>	3
320	X				0				0				X		X		<u> </u>	2
310		X		0										0	<u> </u>	X		1
300			0														0	0

Standaard nitreren

MPa	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	i
660	X		X											1
650		0		X						1	1		1	3
640					X				X				X	2
630						X		0		X		0		1
620							0				0			0

Verbindingslaagvrij nitreren, lang

MPa	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	i
580		X										X				1
570	0		X		X		X		X		0		X		0	0
560				0		0		0		0				0		

Verbindingslaagvrij nitreren, kort

MPa	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	i
600	X										1					
590		X		X									1			
580			0		X				X		X				0	2
570						X		0		0		X		0		1
560							0						0			0

Denitreren

.

MPa	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	i
350									X		X					
340								0		0		0				
330	X		X				0									2
320		0		X		0										1
310					0											0

Renitreren

Nog niet volledig uitgevoerd. De tabel zal later worden toegevoegd.

Bijlage 2

Resultate	n Hardheids	metingen				
Standaar	d nitreren		· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·			
Afst opp	HV	HV	HV	HV	HV	Gem
20	673	743	665	689	772	708
60	882	792	782	707	724	777
100	752	743	762	634	715	721
170	673	606	681	649	620	646
340	473	508	514	488	519	500
410	468	464	464	401	464	452
510	383	397	370	366	383	380
1000	330	351	345	357	366	350
Verbindin	lgslaagvrij ni	itreren, lang				
Afst opp	HV	HV	HV	HV	HV	Gem
20	824	782	772	752	763	779
60	772	734	762	724	772	753
100	724	689	715	665	689	696
170	642	627	585	599	612	613
340	503	450	473	464	429	463
410	429	433	437	401	397	419
510	339	366	376	373	383	367
1000	366	317	322	366	363	347
Verbindin	gslaagvrij ni	treren, kort				
Afst opp	HV	HV	HV	HV	HV	Gem
20	634	599	649	707	724	663
60	572	612	627	612	681	621
100	508	554	560	585	548	551
170	468	468	493	464	459	470
340	390	401	394	339	354	376
410	366	363	376	363	322	358
510	363	357	351	363	322	351
1000	351	376	357	348	327	352
Denitreren	1					
Afst opp	HV	HV	HV	HV	HV	Gem
20	606	585	585	627	606	602
60	673	689	665	657	665	670
100	649	612	642	665	612	636
170	560	548	572	585		566
340	437	468	464	473		460
410	401	390	383	390		391
510	380	373	387	380		380
1000	363	345	339	383		357

Bijlage 2

Renitrere	n		}		
Afst opp	HV	HV	HV	HV	Gem
20	627	634	606	642	627
60	. 673	707	724	734	709
100	634	612	627	634	626
170	560	572	548	585	566
340	464	468	508	483	480
410	425	405	409	417	414
510	363	373	387	380	376
1000	317	357	363	345	345

Basismateriaal



Foto 1: Opname van de dwarsdoorsnede van het basismateriaal.Veredelingsstructuur met in het midden een doorsnijding van een slakkenbaan. (Vergroting 1700x, Nital 2%)



Foto 2 Langsdoorsnede van het basismateriaal. In het midden is een slakkenbaan met een inclusie zichtbaar (Vergroting 1700x, Nital 2%).



Foto 3: Een opname van een inclusie 4-5µm (Vergroting 1700x, Nital 2%).



Foto 4: Opname van de walsstruktuur (Langsdoorsnede) met duidelijke wals en segregatiebanen. (vergroting 85x, Nital 2%)



Foto 5: Dwarsdoorsnede van de walsbanen (vergroting 85x, Nital 2%).



Foto 6: Opname dwarsdoorsnede. Voormalige austenietkorrelgrenzen bij een vergroting 850x. (etsmiddel picrinezuur).



Foto 7: Opname langsdoorsnede. Voormalige austenietkorrelgrenzen bij een vergroting 850x (etsmiddel picrinezuur)

Standaard nitreren



Foto 8: Opname van de difussiezone en de verbindingslaag bij standaard nitreren (etsmiddel Murakami, vergroting 340x)



Foto 9: Met cementiet verrijkte korrelgrenzen bij standaard nitreren. (etsmiddel Murakami, vergroting 1360x olieinmersie)



Foto 10: Vervlochten netwerk van ε-carbiden (etsmiddel Murakami, vergroting 2700x, olieinmersie)

"Verbindingslaagvrij nitreren, lang"



Foto 11: Een deel van de diffusiezone met op sommige plaatsen een klein stukje verbindingslaag. (etsmiddel Murakami, vergroting 340x)



Foto 12: Licht verrijkte austeniet korrelgrenzen. De ontkoling aan het oppervlak is duidelijk zichtbaar door de toename van korrelgrenscementiet verder onder het oppervlak.(etsmiddel Murakami, vergroting 850x)



Foto 13: Opname van de diffusiezone met een niet gesloten verbindingslaag. De hoeveelheid korrelgrenscementiet is zeer gering. (etsmiddel Murakami, vergroting 1000x)

Denitreren



Foto 14: Duidelijke vorm van ontkoling aan het oppervlak van de diffusiezone. (etsmiddel Murakami, vergroting 340x)



Foto 15: Door de ontkoling is de korrelgrenscementiet voor een groot deel verdwenen. Het eerste korrelgrenscementiet dat verder onder het oppervlak ligt is niet aaneengesloten en heeft het uiterlijk van een parelketting. (etsmiddel Murakami, vergroting 850x)

Renitreren



Foto 16: Grootste vorm van ontkoling. Het oppervlak is iets lichter van kleur vergeleken met de conditie denitreren. (etsmiddel Murakami, vergroting 340x)

Bijlage 3. Resultaten lichtmicroscopisch onderzoek



Foto 17: Opname van het oppervlak. De cementiet langs de voormalge austenietkorrelgrenzen is tot ver onder het oppervlak verdwenen. (etsmiddel Murakami, vergroting 850x)

Bijlage 4. Resultaten breukvlakonderzoek



Foto 1: Overzicht van de vermoeiingsbreuk. (S.E.M. opname verroting 20x) Standaard nitreren



Foto 2: Inclusie van \pm 10 μ m aan de rand bij een semi-doorloper. (vergroting 2000x)



Foto 3: Dubbele inclusie met een grootte van 20-30 μm bij een vervroegde breuk. (vergroting 900x)

Verbindingslaagvrij nitreren, lang.



Foto 4: Rand van het breukoppervlak bij vervroegde breuk. Iets onder de rand bevindt zich een inclusie van \pm 45 µm groot (vergroting 950x).



Foto 5: Meerdere inclusies aan de rand van het breukvlak bij een semidoorloper. De grotere inclusie liggen verder van de rand (vergroting 250x).



Foto 6: Een vermoeiingsbreuk(gat van ± 1 austenietkorrel groot) die is samengekomen met de hoofdbreuk (vergroting 1500x).

Verbindingslaagvrij nitreren, kort



Foto 7: Inclusie van \pm 10 μ m bij een semi-doorloper (vergroting 900x).



Foto 8: Een zeer grote inclusie aan de rand bij vervroegde breuk (vergroting 300x).