



Abschlussbericht

Zum Wachstumskern Thale PM

Verbundprojekt 2: Sinterstahl

Teilprojekt 3: Entwicklung von Präzisionsteilen aus Sinterstahl

Förderkennzeichen: 03WKBO02C
Laufzeit: 01.11.2008 – 31.10.2011
Projektbearbeitung: Dipl.-Ing. Carmen Recknagel, Dipl.-Ing. Axel Marquardt

Dresden, den 25.04.2012

Prof. Dr.-Ing. Bernd Kieback
Projektleiter
Institut für Werkstoffwissenschaft
TU Dresden

Dipl.-Ing. Carmen Recknagel
Bearbeiterin

Inhalt

1	Kurzdarstellung	2
1.1	Aufgabenstellung	2
1.2	Voraussetzungen, unter denen das Projekt durchgeführt wurde	3
1.3	Planung und Ablauf des Vorhabens	3
1.4	Anknüpfung an den wissenschaftlich/technischen Stand	4
1.5	Zusammenarbeit mit anderen Stellen	5
2	Eingehende Darstellung	6
2.1	Verwendung der Zuwendung und des erzielten Ergebnisses im Einzelnen, mit Gegenüberstellung der vorgegebenen Ziele	6
2.1.1	Konzepte zur Dichtesteigerung	6
2.1.2	Legierungskonzept	19
2.2	Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises	46
2.3	Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit	46
2.4	Verwertbarkeit des Ergebnisses im Sinne des fortgeschriebenen Verwertungsplans	46
2.5	Bekannt gewordener Fortschritts auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen	47
2.6	Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen des Ergebnisses	47
3	Kurzfassung	48
3.1	Derzeitiger Stand von Wissenschaft und Technik	48
3.2	Begründung/Zielsetzung der Untersuchungen	48

	3.3	Methode	49
	3.4	Ergebnis	49
	3.5	Schlussfolgerungen/Anwendungsmöglichkeiten	50
4		Literatur	51
5		Tabellenverzeichnis	56
6		Abbildungsverzeichnis	58

1 Kurzdarstellung

1.1 Aufgabenstellung

Im Rahmen des Verbundprojektes 2 des Wachstumskerns Thale PM sind basierend auf einer ausführlichen Recherche der Entwicklungen und Fortschritte der letzten Jahre im Bereich der Sinterstahlherstellung geeignete Konzepte zum Einsatz alternativer Legierungselemente und –techniken sowie Konzepte zum Erreichen höherer Bauteildichten abzuleiten. Mit dem vordergründigen Ziel, die mechanischen Eigenschaften der Sinterstahlbauteile zu erhöhen, sind dabei sowohl werkstoffwissenschaftliche als auch technologische und wirtschaftliche Aspekte zu berücksichtigen. Die Konzepte sind im Hinblick auf Kosten, Eigenschaften, technologische Randbedingungen und Bauteilgenauigkeit zu bewerten. Nach Absprache mit den Projektpartnern sind Versuchspläne zu den erarbeiteten Legierungs- und Technologiekonzepten zu erstellen, durchzuführen und deren Ergebnis zu bewerten.

In den vergangenen Jahren hat sich gezeigt, dass die Legierungselemente Chrom, Mangan und Silizium großes Potential als alternative Legierungselemente im Sinterstahl besitzen ([15], [21], [22], [25], u. a.). Ihre Verwendung in der Pulvermetallurgie ist jedoch aufgrund ihrer erhöhten Sauerstoffaffinität erschwert, wodurch die Anforderungen an die Legierungstechnik sowie den Sinterprozess erhöht werden. Aus diesem Grund sind intensive Untersuchungen zur Art des Einbringens der genannten Legierungselemente (Pulvermischung, Vorlegierungen, fertiglegierte Pulver) und der geforderten Ofenatmosphäre durchzuführen, um eine Oxidation der Elemente zu verhindern.

Weiterhin sollen Konzepte der Mikrolegierungstechnik entwickelt werden. Die aus der Schmelzmetallurgie bekannten carbid- und nitridbildenden Mikrolegierungselemente Ti, V und Nb bieten die Möglichkeit, mit geringsten Gehalten (<0,1 %) erhebliche Festigkeitssteigerungen einzustellen. Ein Einsatz in der Pulvermetallurgie erfordert jedoch prinzipielle Überlegungen zur Art der Einbringung, um homogene Legierungen zu erhalten, zu chemischen Wechselwirkungen mit Verunreinigungen und der Sinteratmosphäre und zu den Auswirkungen auf den gesamten technologischen Ablauf der pulvermetallurgischen Fertigung.

Ein wesentlicher Faktor für die Eigenschaften von Sinterwerkstoffen ist die im Bauteil realisierte Werkstoffdichte. Parallel zu den legierungstechnischen Arbeiten sind deshalb Untersuchungen zur Dichtesteigerung durch modifizierte Herstellungsprozesse für Bauteile mit hoher Genauigkeit geplant. Die Untersuchungen schließen die Bewertung innovativer Pulverkonzepte ein und erstrecken sich von Modifizierungen der Presstechnik über Hochtemperaturesintern bis hin zu Nachbehandlungsverfahren.

Die erhaltenen Ergebnisse zur Dichtesteigerung sind schließlich mit den entwickelten neuen Legierungsvarianten zusammenzuführen und die Mög-

lichkeiten einer größtmöglichen Steigerung der Eigenschaften durch Kombination beider Konzepte zu prüfen.

1.2 Voraussetzungen, unter denen das Projekt durchgeführt wurde

Die TU Dresden forscht und entwickelt seit vielen Jahren auf dem Gebiet der Pulvermetallurgie. In dem seit 1993 existierenden Lehrstuhl „Pulvermetallurgie, Sinter- und Verbundwerkstoffe“ wurden umfangreiche Untersuchungen zu den Grundlagen von Sinterprozessen und Gefüge-Eigenschaftsbeziehungen sowie zu pulvermetallurgischen Technologien durchgeführt. Das Institut verfügt über langjährige Erfahrungen auf den Gebieten der Pulvercharakterisierung, -aufbereitung, Formgebung und Wärmebehandlung. Die Wärmebehandlung von pulvermetallurgischen Bauteilen ist eine Kernkompetenz des Instituts. Neben den personellen Kompetenzen war dafür die notwendige Infrastruktur in Form von Öfen (Rohröfen, Muffelöfen) vorhanden. Durch eine enge Zusammenarbeit mit dem Fraunhofer Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung (IFAM) in Dresden stehen alle im Projekt erforderlichen Prozesstechniken und Charakterisierungsverfahren zur Verfügung, wodurch die im Rahmen des Projektes anfallenden Aufgaben erfolgreich durchgeführt werden können.

1.3 Planung und Ablauf des Vorhabens

Um die im Projektantrag beschriebenen Ziele erfüllen zu können, war es notwendig, die Aufgaben der Projektpartner im Rahmen eines Arbeitsplans genau abzugrenzen und Schnittstellen untereinander zu definieren.

Das Projekt kann in die zwei Aufgabengebiete der Entwicklung von innovativen Legierungskonzepten und der Entwicklung von Konzepten zur Dichtesteigerung unterteilt werden. Beide Aufgabengebiete werden zunächst parallel verfolgt und mit Projektfortschritt kombiniert.

Folgende Aufgaben wurden definiert:

- Grundlegende Untersuchungen zu legierungstechnischen Maßnahmen (Kostensenkung für Legierungselemente; Substitution bzw. die Teils substitution von teuren Legierungselementen bis zur Mikrolegierungstechnik)
- Untersuchungen zur Dichtesteigerung durch modifizierte Herstellungsschritte (innovative Pulverkonzepte; Modifizierungen der Presstechnik; Hochtemperatursintern bis zu Nachbehandlungsverfahren)
- Einsatz von Charakterisierungs- und Untersuchungsmethoden des Institutes hinsichtlich Pulver- und Werkstoffeigenschaften, Prozesscharakterisierung

1.4 Anknüpfung an den wissenschaftlich/technischen Stand

Die Pulvermetallurgie hat in den vergangenen Jahren eine bedeutende Rolle erlangt, steht dabei jedoch im ständigen Wettbewerb mit Herstellungsprozessen wie dem Gießen, dem Schmieden u. a. Der enorme Kostendruck im Wettbewerb der Hersteller führt zu immer höheren Anforderungen an die Bauteile. Um wettbewerbsfähig zu bleiben bzw. die Produktion und Produktvielfalt zu erhöhen, sind Innovationen der Prozess- sowie Legierungstechnik unumgänglich. Das Bestreben der Pulverindustrie ist es, die mechanischen Eigenschaften der Sinterteile bei gleichzeitig hoher Präzision sowie möglichst geringeren Prozesskosten zu steigern.

In den vergangenen Jahren wurden unterschiedliche Ansätze verfolgt, um den gestiegenen Anforderungen an die Sinterbauteile gerecht zu werden.

Die mechanischen Eigenschaften von Sinterwerkstoffen sind direkt abhängig von der Bauteildichte. Typische erreichbare Bauteildichten der konventionellen Sintertechnologie liegen im Bereich von $6,8 - 7,0 \text{ g/cm}^3$. Eine Dichtesteigerung ist gleichzeitig mit einer Verbesserung der mechanischen Eigenschaften wie der statische Festigkeit, der Härte, der dynamische Festigkeit u. a. verbunden. Aus der Literatur ist eine Vielzahl von Möglichkeiten bekannt, durch welche die Dichte von Sinterwerkstoffen gesteigert werden kann:

- Warmpressen
- Impulsverdichten (HVC)
- Matrizenschmierung
- Dilatante Schmiermittel
- Doppelpressen/Doppelsintern (DP/DS)
- Impulsnachverdichten
- Randzonenverdichten
- Hochtemperaturesintern
- Oberflächenverdichten

Ein Umsetzen dieser Technologien in die Praxis ist jedoch nur ansatzweise erfolgt, da diese Verfahren gleichzeitig z. B. gesteigerte Kosten durch Mehraufwand der verwendeten Pulver oder zusätzliche Prozessschritte bedeuten oder die Prozesse nur schwer beherrschbar sind. Eine weitere Analyse bzw. innovative Entwicklungen und Kombinationen der genannten Verfahren bieten großes Potential, die Dichte und damit die Eigenschaften erheblich zu verbessern.

Die Eigenschaften von Sinterbauteilen werden außerdem maßgeblich durch verwendete Legierungsbestandteile bestimmt. Bisher stellten Kupfer, Nickel und Molybdän die Hauptlegierungselemente der Sinterstahlherstellung dar. Der Einsatz kostengünstigerer Legierungselemente wie Chrom, Mangan und Silizium konnte sich bisher im Einsatz in der industriellen Sintertechnologie nicht durchsetzen. Ursache dafür ist die hohe Sauerstoffaffinität der Elemente und die damit gesteigerten Anforderungen an die Legierungstechnik und die Sinterbedingungen. In der Literatur ist der Einsatz der genannten kostengünstigen Legierungselemente als Ersatz für Cu, Ni und Mo bereits umfangreich beschrieben ([15], [21], [22], [25], u. a.), es bedarf jedoch weiterer Untersuchungen zum Einbringen der Elemente in die Pulvermischungen, not-

wendige Sintertemperaturen und der Sinteratmosphäre um die Verwendung der alternativen Legierungskonzepte zu etablieren.

1.5 Zusammenarbeit mit anderen Stellen

Das Projekt wurde in enger Verzahnung mit Verbundpartnern geplant und durchgeführt. Während der gesamten Projektlaufzeit wurden aktuelle Ergebnisse, eventuelle Probleme, Möglichkeiten und die weitere Vorgehensweise in Absprache erfahrener Mitarbeiter aller Projektpartner diskutiert, um so die umfangreichen Kenntnisse optimal zu nutzen. Eine besonders enge Zusammenarbeit erfolgte mit der Schunk Sintermetalltechnik Thale GmbH, deren Aufgabe es war, die Laborergebnisse in die Praxis zu überführen. Hierzu wurden an unterschiedlichen Öfen (Mahler und Cremer) und mit unterschiedlichen Atmosphären Sinterfahrten durchgeführt und Ergebnisse abgeglichen. In Zusammenwirken mit dem Verbundprojekt 5 durch das Fraunhofer IFAM Dresden und die EPM Europowder Thale GmbH wurden ausgewählte Pulversysteme in geforderter Güte zur Verfügung gestellt. Eine Untersuchung des Sinterprozesses und der dabei entstehenden Reaktionsgase, wurde im Rahmen des Verbundprojektes 6 durch das Fraunhofer IFAM Dresden durchgeführt.

Die Gruppe HEAT Thale GmbH war der geeignete Partner für die Untersuchungen auf dem Gebiet der Wärmebehandlungsprozesse. Mithilfe deren Hilfe wurden unterschiedliche Oberflächenbeschichtungsverfahren aber auch Wärmebehandlungsregime untersucht. Darüber hinaus wurden durch die Technische Universität Magdeburg Verschleißuntersuchungen an ausgewählten Legierungssystemen durchgeführt.

2 Eingehende Darstellung

2.1 Verwendung der Zuwendung und des erzielten Ergebnisses im Einzelnen, mit Gegenüberstellung der vorgegebenen Ziele

2.1.1 Konzepte zur Dichtesteigerung

Im Rahmen des Verbundprojektes 2 „Entwicklung von Präzisionsteilen aus Sinterstahl“ bestand ein erster Schwerpunkt darin, die Dichte von Sinterstahlbauteilen zu erhöhen und damit die mechanischen Eigenschaften zu verbessern. Basierend auf einer ausführlichen Literaturrecherche wurden hierzu Versuchspläne entwickelt, durch welche der Einfluss unterschiedlicher Prozessparameter sowie die Nutzung alternativer Prozessrouten auf die Dichte der Bauteile analysiert werden konnte. Aus der Literatur ist hinreichend bekannt, dass durch das Erhöhen der Temperatur beim Pressen, die Verdichtung erheblich verbessert werden kann [1]-[8]. Des Weiteren ist bereits ausführlich beschrieben, dass durch Anwendung des Doppelpressens/Doppelsinterns (DP/DS) in gleicher Weise die Bauteildichte deutlich gesteigert werden kann [10]-[12]. Am Beispiel dreier niedriglegierter chromhaltiger Sinterstähle wurde geprüft, welchen Einfluss das Erhöhen des Pressdruckes, der Sintertemperatur sowie der Temperatur beim Pressen und Sintern auf die Dichte haben. Außerdem wurde untersucht, in wie weit der bereits bekannte Effekt des Reduzierens der Fließgrenze beim Warmpressen ([8], [9]) auf das Kalibrieren bzw. auf den Prozess des DP/DS übertragen werden kann und eine Temperaturerhöhung in einem zweiten Pressschritt bzw. beim Kalibrieren ebenso zu einer Steigerung der Eigenschaften führt. Als Vergleich wurden beispielhaft weitere Untersuchungen an einem Reineisenpulver sowie an den im zweiten Schwerpunkt entwickelten alternativen niedriglegierten Cr-, Mn-, Si-haltigen Legierungen durchgeführt.

2.1.1.1 Einfachpressen/Einfachsintern (EP/ES)

Industriell erfolgt die Herstellung von Sinterstahlbauteilen konventionell über das Einfachpressen/Einfachsintern. Dabei werden entsprechende Pulvermischungen über axiale Presstechnik zu Grünteilen verdichtet und im anschließenden Sinterprozess werden das Gefüge und die Eigenschaften der Formteile ausgebildet. Dazu werden die Bauteile bei Temperaturen unterhalb des Schmelzpunktes der Legierungselemente (1100-1300 °C) und Haltezeiten von ca. 20-30 min unter reduzierender Schutzgasatmosphäre gesintert. Das Sintern erfolgt meist in kontinuierlich arbeitenden Durchlauföfen, um einen möglichst hohen Durchsatz zu erreichen. Die Wahl des Sinterofens ist abhängig vom geforderten Durchsatz, der Sintertemperatur und der Sinteratmosphäre, welche wiederum durch die Zusammensetzung der Bauteile bedingt werden. Für einen Großteil der Bauteile schließt sich an den Sinterprozess ein weiterer Fertigungsschritt an. Durch das Kalibrieren kön-

nen die geometrischen Toleranzen der Abmessungen der gesinterten Teile realisiert werden. Das Kalibrieren erfolgt in Werkzeugen, die ähnlich dem Presswerkzeug konstruiert sind. Dabei werden die Teile an ihrer Oberfläche durch den aufbrachten Druck geringfügig umgeformt und verdichtet.

Um die Dichte der Bauteile zu verbessern, kann die Temperatur in den unterschiedlichen Verdichtungsschritten erhöht werden.

In Abbildung 1 ist schematisch der Versuchsplan zum Einfachpressen/Einfachsintern dargestellt. Im Pressvorgang wird sowohl der Druck von 600 auf 800 MPa als auch die Presstemperatur von Raumtemperatur (RT) auf 200 °C erhöht und deren Effekt auf die Grün- und Formteildichte charakterisiert. Ebenso wird der Einfluss der Erhöhung der Sinteremperatur von 1120 °C auf 1250 °C untersucht. Analog zum Pressen wird auch beim Kalibrieren der Druck von 600 auf 800 MPa gesteigert und auch hier die Temperatur von RT auf 200 °C erhöht. Dadurch soll überprüft werden, ob die bereits bekannten Effekte des Warmpressens auf den Kalibrierprozess übertragbar sind und auch hier zu einer Dichte- und damit Eigenschaftsverbesserung führen.

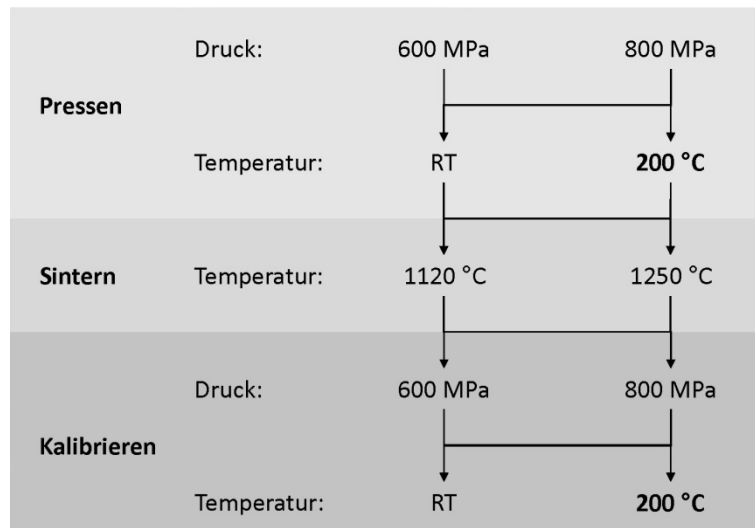


Abbildung 1: Versuchsplan Einfachpressen/Einfachsintern

Pulver

Als Basispulver wurden vollständig vorlegierte Pulver der Firma Höganäs AB verwendet. Die Astaloy CrL- und CrM-Pulver sind wasserverdünnte Pulver mit einem Gehalt von 1,5 bzw. 3 M.-% Chrom sowie einem Molybdängehalt von 0,2 bzw. 0,5 M.-%. Es wurden drei Modelllegierungen ausgewählt, deren chemische Zusammensetzung in Tabelle 1 dargestellt ist. Legierung (A) ist eine reine Astaloy CrL-Legierung, während in Legierung (B) zusätzlich ein Gehalt von 0,5 M.-% Kohlenstoff in Form von Graphit (*Kropfmühl AG*) zugefügt wurde. Basispulver der Legierung (C) ist das etwas höher legierte Astaloy CrM-Pulver mit einem Zusatz von 3,5 M.-% einer binären Kupfer-Mangan-Vorlegierung (57 M.-% Cu, 43 M.-% Mn) so dass sich in der Legierung ein Kupfergehalt von 2 M.-% und ein Mangan Gehalt von 1,5 M.-%

ergibt. Legierung (C) enthält außerdem einen Kohlenstoffgehalt von 0,3 M.-%.

Tabelle 1: chemische Zusammensetzung der Legierungen A- C

	Basispulver	Fe [M.-%]	Cr [M.-%]	Mo [M.-%]	Cu [M.-%]	Mn [M.-%]	C [M.-%]
A	Astaloy CrL	98,3	1,5	0,2	-	-	-
B	Astaloy CrL	97,8	1,5	0,2	-	-	0,5
C	Astaloy CrM	92,7	3	0,5	2	1,5	0,3

Zusätzlich zu den ausgewählten Modelllegierungen wurden an den parallel entwickelten neuen niedriglegierten Mn-Si-Legierungen ausgewählte erfolgversprechende Prozessrouten getestet. Bei diesen Legierungsvarianten handelt es sich um Pulvermischungen basierend auf AHC 100.29 sowie einem wasserverdünnten vorlegierten Astaloy 85 Mo-Pulver mit einem Molybdängehalt von 0,85 M.-%. Die Legierungselemente Mn und Si wurden den Basispulvern in Form einer von der Firma Nanoval GmbH & Co. KG gasverdünnten ternären Fe-40Mn-23Si-Masterlegierung zugefügt. Durch Bindung der Legierungselemente in der Masterlegierung wird die Oxidation von Mangan und Silicium verhindert. Nach Zugabe von 3 M.-% der Masterlegierung zum Basispulver ergeben sich für die Legierungen (D) bis (G) die in Tabelle 2 dargestellten chemischen Zusammensetzungen. Die Legierungen (D) und (E) bzw. (F) und (G) unterscheiden sich ausschließlich in ihrem zusätzlich zugemischten Kohlenstoffgehalt von 0,3 bzw. 0,6 M.-%.

Tabelle 2: chemische Zusammensetzung der Legierungen D - G

	Basispulver	Fe [M.-%]	Mo [M.-%]	Mn [M.-%]	Si [M.-%]	C [M.-%]
D	AHC 100.29	97,63	1,37	-	0,69	0,3
E	AHC 100.29	97,33	1,37	-	0,69	0,6
F	Astaloy 85 Mo	96,88	1,3	0,82	0,69	0,3
G	Astaloy 85 Mo	96,59	1,3	0,82	0,69	0,6

Für das Pressen bei Raumtemperatur wurde allen Legierungen zusätzlich 0,8 M.-% Presshilfsmittel zugefügt. Dabei handelt es sich das Ethylenbistearamidwachs Deurex[®], durch welches die Reibung zwischen den Pulverteilchen selbst sowie zwischen Pulver und Matrizenwand beim Pressvorgang herabgesetzt wird. Auf das Variieren des Presshilfsmittels sowie dessen Gehalt wurde verzichtet, da der Umfang der notwendigen Untersuchungen den Rahmen des Projekts übersteigt.

Für den Prozess des Warmpressens spielt die Wahl des Presshilfsmittels eine bedeutende Rolle. Da innerhalb des Projektes der Einfluss des Presshilfsmittels nicht untersucht wurde, wurde den Pulvermischungen für das Warmpressen kein Presshilfsmittel zugefügt. Somit sind alle gemessenen Effekte auf die Dichte auf das Absenken der Fließgrenze bei erhöhter Temperatur zurückzuführen. Um jedoch die Reibung zwischen Pulver und Matrizenwand herabzusetzen, wurde die Matrize mit einer Suspension bestehend aus einem temperaturbeständigen Öl (Diffelen N der Firma Leybold Heraeus) und Molybdändisulfid bei jedem Pressvorgang manuell geschmiert.

Pressen

Das Pressen erfolgte über zweiseitiges Matrizenpressen in einer hydraulischen Presse HPM 60LS der Firma Lauffer GmbH & Co. KG mit einer maximalen Presskraft von 600 kN. Als Werkzeuge standen zwei Matrizen zur Verfügung: eine Ronde mit einem Durchmesser von 28 mm sowie ein Zugstab nach DIN EN ISO 2740. Für die durchgeführten Warmpressversuche wurde ein spezielles Warmpresswerkzeug von der Firma Alvier AG hergestellt, welches in Abbildung 2 dargestellt ist.

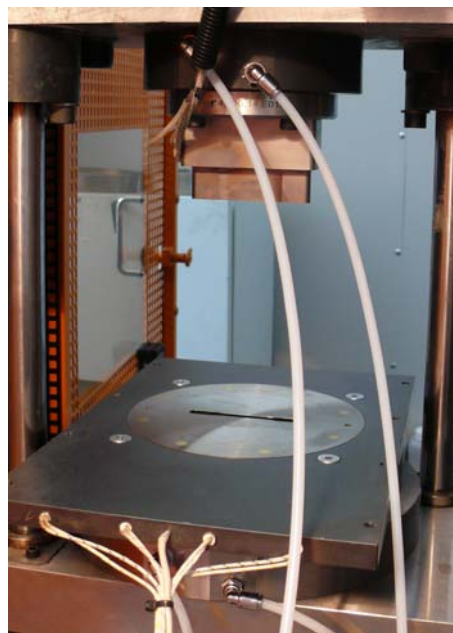


Abbildung 2: Warmpresswerkzeug

Das Werkzeug besteht aus einer Matrize, welche durch acht radial angebrachte Heizpatronen beheizt wird. Die Heizung des Oberstempels erfolgt ebenfalls durch zwei Heizpatronen. Der Unterstempel wird indirekt durch die Matrize mit beheizt. Zusätzlich wird auch die Matrizenplatte beheizt, um ein Auskühlen des Pulvers beim Füllen der Matrize zu vermeiden. Um die Wärmeübertragung von Matrize, Stempeln und Matrizenplatte auf die übrigen Maschinenteile und somit ein Versagen durch unterschiedliche Wärmeausdehnung der einzelnen Komponenten zu verhindern, wurden die Platten zur Befestigung der Matrize und der Stempel wassergekühlt.

In der Matrize, im Oberstempel und in der Matrizenplatte sind zur Steuerung der Temperatur Thermoelemente integriert. Über diese kann jederzeit die Temperatur gemessen und geregelt werden. Alle drei Werkzeugkomponenten können getrennt voneinander mit gewählten Temperaturregimen beheizt werden.

Das Pulver wurde extern in einem Ofen auf Presstemperatur erwärmt und bei jedem Pressvorgang getrennt eingefüllt. Bei Messungen der Temperatur vom Zeitpunkt der Entnahme des Pulvers aus dem Ofen bis zum eigentlichen Pressvorgang konnte ein Temperaturverlusts von maximal 5 K/min

gemessen werden. Dieser wurde bei der Einstellung der Pulvertemperatur berücksichtigt.

Sintern

Das Sintern erfolgt im Rohrofen unter Stickstoff/Wasserstoff-Atmosphäre (N₂/H₂ 90/10). Die Aufheizgeschwindigkeit betrug 10 K/min bis zu einer Temperatur von 900 °C und anschließend 5 K/min auf die jeweilige Sinter-temperatur von 1120 °C bzw. 1250 °C. Für die Legierungen D bis G wurde die erste Sintertemperatur auf 1140 °C erhöht, da es erst ab dieser Tempe-ratur zur Ausbildung einer flüssigen Phase kommt. Die Proben wurden für 30 min bei Sintertemperatur gehalten und nachfolgend im Ofen abgekühlt. Die Abkühlgeschwindigkeit lag dabei bei etwa 3,5 K/min. Im Rahmen des Verbundprojektes 6 zur Entwicklung eines Hochtemperatursinterofens wur-den an ähnlichen Sinterstählen Prozessgaszusammensetzungen während des Sinterns mittels FTIR-Messung analysiert. Ziel dieser Untersuchungen war es, den Sinterprozess so auslegen, dass die organischen Presshilfs-mittel vollständig entfernt und oberflächliche Oxide reduziert werden. Die Er-gebnisse der FTIR-Analyse im Detail sind in [13] sowie im Bericht des Ver-bundprojektes 6 nachzulesen. Sie zeigen, dass das Zersetzen des Press-hilfsmittels in einem Temperaturbereich zwischen 230 °C und 480 °C statt-findet und die Legierungselemente einen großen Einfluss auf die Ent-binderungstemperatur besitzen. Zersetzungsprodukte beim Entbindern sind dabei CH-Gruppen, CO, CO₂, H₂O sowie CH₄. Weiterhin erfolgt eine carbo-thermische Reduktion vorhandener Eisenoxide bei Temperaturen um 680 °C und 820 °C. Die untere der beiden Temperaturen stellt dabei die Reduktion der Oberflächenoxide und die obere die der inneren Oxide dar. Auch diese Reaktionen sind sehr stark abhängig von der Legierungszusammensetzung. Um den Sinterprozessen optimal steuern zu können, ist es notwendig, je nach Legierung, die Temperaturbereiche für die Zersetzung des Presshilfs-mittels sowie möglicher Reduktionsprozesse zu bestimmen und entspre-chend Haltezeiten einzufügen. Beim kontinuierlichen Sintern in industriellen Bandöfen werden Haltezeiten durch die Länge der Ofenabschnitte und die Bandgeschwindigkeit bestimmt. Die Aufheizgeschwindigkeit ist mit 30-40 K/min deutlich größer als im Laborofen. In der Entbinderungszone wird diese auf 10 K/min reduziert. Da die Aufheizgeschwindigkeit in dem in die-sem Projekt verwendeten Rohrofen maximal 10 K/min beträgt, wurde auf das Einfügen zusätzlicher Haltezeiten verzichtet.

Kalibrieren

Das Kalibrieren erfolgte in einer Matrize ähnlich dem Presswerkzeug. Die Abmessungen der Matrize sind minimal größer als die des Presswerkzeugs, sodass die Proben formschlüssig in das Werkzeug eingeführt werden konnten. Die Schmierung beim Kalibrieren bei Raumtemperatur erfolgte mit einem konventionellen Kalibrieröl, welches durch die Schunk Sintermetall-technik Thale GmbH zur Verfügung gestellt wurde. Für die Versuche bei erhöhter Temperatur wurde wiederum das beim Warmpressen eingesetzte Diffelen N-Öl verwendet. Das Kalibrieren wurde sowohl bei Raumtemperatur

als auch bei einer erhöhten Temperatur von 200 °C bei zwei unterschiedlichen Drücken von 600 MPa und 800 MPa durchgeführt. Das Heizen des Kalibrierwerkzeuges wird analog dem des Presswerkzeugs über Heizpatronen realisiert.

2.1.1.2 Doppelpressen/Doppelsintern (DP/DS)

Beim DP/DS oder auch Zweifachsintertechnik genannt, werden die Presslinge nach dem ersten Pressschritt bei Temperaturen von 600-900 °C vorge-sintert werden, um dann in einem zweiten Pressschritt und dem eigentlichen Sintern bei 1120-1250 °C nochmalig verdichtet zu werden [10]-[12]. Durch den ersten Sintervorgang bei geringen Temperaturen wird sowohl das Presshilfsmittel ausgetrieben, als auch Kaltverfestigungen während des ersten Pressvorgangs abgebaut. Die richtige Wahl der Vorsintertemperatur ist dabei von großer Bedeutung. Zum einen sollte die Temperatur so hoch wie möglich gewählt werden, um Versetzungen abzubauen. Das Vorsintern ist somit ein Glühen des Grünkörpers, bei dem die durch Kaltverformung beim Pressen entstandene Verfestigung abgebaut wird. Andererseits darf die Temperatur nicht zu hoch sein, um eine Legierungsbildung weitestgehend zu verhindern, welche wiederum zur Verfestigung des Materials führen würde. Bei richtiger Wahl der Vorsintertemperatur ist eine größtmögliche Verdichtung im zweiten Pressschritt möglich. Der ehemals vom Presshilfsmittel eingenommene Porenraum kann nun im zweiten Pressvorgang mit Material gefüllt werden. Großes Potential bietet die Anwendung des Warmpressens im zweiten Pressschritt, da im Vergleich zum EP/ES kein Presshilfsmittel im Grünkörper mehr vorhanden ist und demnach die erreichbare maximale Dichte höher ist.

Aus diesem Grund wurden parallel zum EP/ES Untersuchungen zur Dichtesteigerung mit dem DP/DS-Verfahren durchgeführt und vor allem der Einfluss einer erhöhten Temperatur im zweiten Pressschritt analysiert. Der Versuchsplan ist schematisch in Abbildung 3 dargestellt.

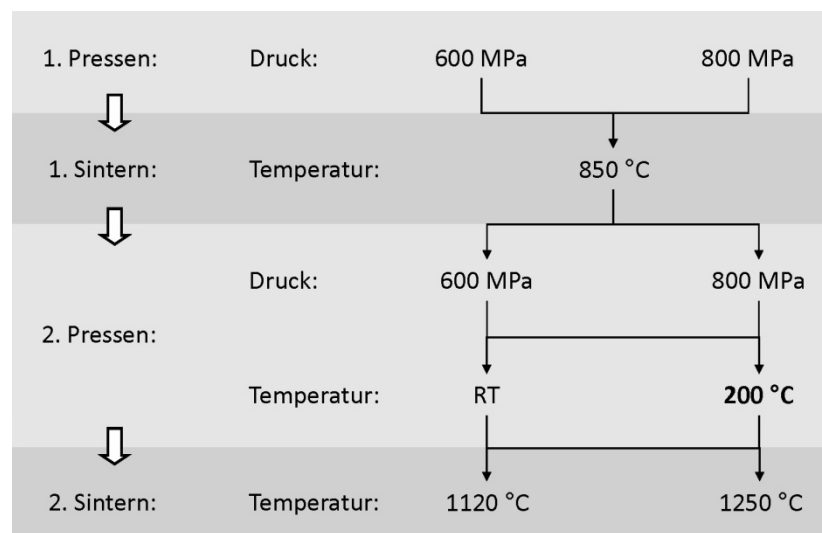


Abbildung 3: Versuchsplan Doppelpressen/Doppelsintern

Beim DP/DS wurde im ersten Pressvorgang nur der Pressdruck zwischen 600 und 800 MPa variiert. Anschließend wurden die Proben bei einer Temperatur von 850 °C vorgesintert. Im zweiten Pressvorgang wurde bei beiden Pressdrücken von 600 bzw. 800 MPa als auch bei beiden Temperaturen von RT und 200 °C gepresst. Schließlich wurden die Proben analog dem EP/ES bei 1120 °C als auch 1250 °C ebenfalls für 30 min unter N₂/H₂-(90/10)-Atmosphäre gesintert. Für die DP/DS-Proben wurde kein zusätzlicher Kalibrierschritt durchgeführt.

2.1.1.3 Einfluss der Prozessparameter auf die Dichte und mechanischen Eigenschaften

Astaloy CrL (A) und Astaloy CrL + 0,5 % C (B)

Die Ergebnisse der EP/ES-Versuche ohne Kalibrieren für die Legierungen (A) und (B) sind in Tabelle 3 dargestellt. Zum Vergleich zeigt Tabelle 4 die Ergebnisse der ES/ES-Untersuchungen nach dem Kalibrieren in Abhängigkeit vom Pressdruck, der Presstemperatur, der Sintertemperatur, dem Kalibrierdruck sowie der Kalibriertemperatur.

Tabelle 3: Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen Astaloy CrL (A) und Astaloy CrL + 0,5 C (B) nach dem EP/ES ohne Kalibrieren für unterschiedliche Pressdrücke und Sintertemperaturen

Prozessparameter		(A)		(B)	
Pressen	Sintern	R_m MPa	A %	R_m MPa	A %
600 MPa	1120 °C	131	0.6	341	0.7
	1250 °C	224	1.5	412	3.5
800 MPa	1120 °C	134	0.5	415	1.9
	1250 °C	247	2.8	495	3.5

Für die Legierung (A) ohne Kohlenstoff steigt die Zugfestigkeit durch Kaltverfestigung beim Kalibrieren um ca. 100 MPa. Je höher die Ausgangsdichte nach dem Sinterprozess, desto geringer ist die mögliche Dichtesteigerung, die durch das Kalibrieren erreicht wird. In der Legierung (B) mit 0,5 % C wird durch den Härtungseffekt durch den Kohlenstoffgehalt eine weitere Verdichtung im Kalibrierprozess verhindert und die Zugfestigkeit wird nicht weiter gesteigert. Bei Betrachtung der Ergebnisse in Tabelle 2 ist für beide Legierungen (A) und (B) feststellbar, dass durch das Erhöhen des Press- und Kalibrierdruckes sowie der Press- und der Sintertemperatur die Dichte verbessert werden kann. Die Dichte der Legierung (A) ohne Kohlenstoff wird von 7,2 g/cm³ auf 7,5 g/cm³ und die der Legierung mit C (B) von 6,9 g/cm³ auf 7,4 g/cm³ erhöht. Höhere Dichten führen gleichzeitig zu verbesserten mechanischen Eigenschaften der Werkstoffe. Die Zugfestigkeit der Legierung (A) steigt von 282 MPa auf maximal 370 MPa und die der Legierung (B) von 364 MPa auf 497 MPa. Die geringere Dichte der Legierung (B) ist eine Folge des Kohlenstoffgehaltes. Ein Gehalt von 0,5 % C verringert die relative Dichte um ca. 0,08 g/cm³.

Für beide Legierungen (A) und (B) kommt es zu einer Dichtesteigerung mit steigendem Pressdruck. Wie erwartet, ist dies auch mit einer Steigerung der Zugfestigkeit und der Dehnung verbunden. Der gleiche Effekt auf die mechanischen Eigenschaften kann erreicht werden für die Anwendung eines geringeren Pressdruckes, wenn die Temperatur beim Pressen auf 200 °C erhöht wird. Noch höhere Messwerte werden erzielt, wenn gleichzeitig sowohl der Pressdruck als auch die Presstemperatur erhöht werden.

Es wurde erwartet, dass aufgrund der Herabsetzung der Fließgrenze bei erhöhten Temperaturen ein ähnlicher Effekt ebenso für den Kalibrierprozess beobachtet werden kann. Die Messwerte zeigen jedoch entgegen der Erwartungen, keine weitere Steigerung der Dichte und der mechanischen Eigenschaften beim Erhöhen der Kalibriertemperatur auf 200 °C.

Tabelle 4: Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen Astaloy CrL (A) und Astaloy CrL + 0,5 C (B) nach dem EP/ES mit Kalibrieren für unterschiedliche Prozessparameter

Prozessparameter				(A) Astaloy CrL					(B) Astaloy CrL + 0,5 C							
				Dichte			Mech. Eigensch.		Dichte			Mech. Eigensch.				
Pr.	Si.	Ka.		Pr.	Si.	Ka.	R_m MPa	A %	Pr.	Si.	Ka.	R_m MPa	A %			
600 MPa	RT	1120 °C	600	RT	6,85	6,85	7,21	282	1,4	6,77	6,80	6,95	364	2,6		
			MPa	200 °C			7,25	299	0,9			6,97	380	2,4		
			800	RT			7,38	320	0,9			7,08	403	2,2		
		MPa	200 °C	7,38			338	0,8	7,10			440	2,2			
		600	RT	6,93			6,93	7,25	306			3,3	7,00	384	2,9	
		MPa	200 °C					7,34	307			2,3	6,99	399	2,7	
	800	RT	7,41		355	0,6		7,12	431	3,0						
	MPa	200 °C	7,36	358	1,0	7,16	451	3,2								
	200 °C	1120 °C	600	RT	7,10	7,10	7,40	305	2,0	7,11	7,04	7,04	7,14	415	2,7	
			MPa	200 °C			7,38	297	2,1				7,16	404	2,6	
			800	RT			7,44	308	2,2				7,22	416	2,0	
		MPa	200 °C	7,47			338	1,7	7,23				438	2,5		
600		RT	7,10	7,10			7,37	309	2,3				7,17	435	2,8	
MPa		200 °C					7,34	323	3,0				7,19	436	1,9	
800	RT	7,43			332	2,8	7,24	445	2,6							
MPa	200 °C	7,46	344	1,8	7,25	437	2,1									
800 MPa	RT	1120 °C	600	RT	7,14	7,09	7,39	290	1,8	7,01	7,04	7,04	7,16	432	3,0	
			MPa	200 °C			7,34	308	1,7				7,12	419	2,8	
			800	RT			7,48	320	0,8				7,20	432	2,7	
		MPa	200 °C	7,41			330	0,8	7,22				433	2,2		
		600	RT	7,18			7,18	7,41	308				3,4	7,17	443	3,5
		MPa	200 °C					7,24	332				1,5	7,16	440	3,6
	800	RT	7,50		345	2,1		7,20	442	2,5						
	MPa	200 °C	7,42	371	1,7	7,24	463	2,8								
	200 °C	1120 °C	600	RT	7,33	7,27	7,46	299	4,2	7,32	7,23	7,23	7,35	467	3,0	
			MPa	200 °C			7,46	282	5,3				7,34	463	2,6	
			800	RT			7,47	294	3,0				7,38	480	3,2	
		MPa	200 °C	7,47			325	2,7	7,40				482	2,6		
600		RT	7,28	7,28			7,48	289	12,4				7,32	465	3,0	
MPa		200 °C					7,45	313	5,1				7,34	463	2,2	
800	RT	7,44			305	3,2	7,39	497	2,8							
MPa	200 °C	7,50	328	4,1	7,37	476	2,3									

Tabelle 5 zeigt die Ergebnisse der DP/DS-Proben für beide Legierungen (A) und (B). Dargestellt sind die Dichten nach dem ersten Pressen, dem Vorsintern bei 850 °C, dem zweiten Pressen und schließlich nach dem Sintern so-

wie die Zugfestigkeiten und die Dehnungen in Abhängigkeit der Prozessparameter.

Wie erwartet, nimmt auch für die DP/DS-Proben die Dichte mit steigendem Pressdruck beim ersten Pressen zu. Nach dem Vorsintern bei 850 °C wird diese wieder leicht verringert. Da während des ersten Sinterns keine Dimensionsänderungen zu beobachten sind, kann die geringe Dichteabnahme durch das Austreiben der Presshilfsmittels während des Vorsinterns erklärt werden. Die Vorsintertemperatur von 850 °C wurde so gewählt, dass sowohl das Presshilfsmittel vollständig entfernt wird, gleichzeitig aber auch durch Ausheilprozesse Kaltverfestigungen abgebaut werden, um eine maximale zusätzliche Verdichtung im zweiten Pressen zu ermöglichen. Die Vorsintertemperatur darf jedoch nicht zu hoch gewählt werden, um eine Diffusion des Kohlenstoffs oder anderer Legierungselemente der Legierungen (B) bis (G) zu verhindern. Die Legierungsbildung wirkt ebenso verfestigend und würde einer weiteren Verdichtung beim zweiten Pressen entgegen wirken. Die Steigerung der Dichte für Legierung (B) nach dem zweiten Pressen (Tabelle 5) zeigt, dass die Wahl der Vorsintertemperatur von 850 °C einen guten Kompromiss darstellt.

Tabelle 5: Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen Astaloy CrL (A) und Astaloy CrL + 0,5 C (B) nach dem DP/DS für unterschiedliche Prozessparameter (1. P.: erstes Pressen, 1. S.: Vorsintern, 2. P.: zweites Pressen, 2. S.: Sintern)

Prozessparameter				(A) Astaloy CrL					(B) Astaloy CrL + 0,5C												
				Dichte [g/cm ³]				mech. Eigensch.		Dichte [g/cm ³]				mech. Eigensch.							
1. P.	1. S.	2. P.	2. S.	1. P.	1. S.	2. P.	2. S.	R_m MPa	A %	1. P.	1. S.	2. P.	2. S.	R_m MPa	A %						
600 MPa	850 °C	600 RT	1120°C	6,88	6,84	7,21	7,15	246	9,2	6,86	6,77	7,16	7,13	401	2,6						
			1250°C				7,27	281	17,1				7,27	428	3,3						
		600 200°C	1120°C			7,32	7,23	287	15,1			7,24	7,22	502	5,6						
			1250°C				7,30	275	22,7				7,31	495	6,5						
		800 RT	1120°C			7,34	7,23	254	10,0			7,28	7,25	491	4,6						
			1250°C				7,37	287	21,8				7,31	507	5,1						
		800 200°C	1120°C			7,34	7,34	296	22,0			7,32	7,29	530	5,6						
			1250°C				7,41	305	24,6				7,35	545	6,8						
		800 MPa	850 °C			600 RT	1120°C	7,07	7,02			7,28	7,22	255	10,8	6,95	6,93	7,23	7,32	485	4,6
							1250°C						7,28	284	17,9				7,21	551	4,1
						600 200°C	1120°C					7,38	7,36	274	21,6			7,26	7,26	495	4,6
							1250°C						7,40	279	27,2				7,38	534	7,7
800 RT	1120°C			7,40	7,32	283	15,8			7,30	7,39	490	4,3								
	1250°C				7,42	315	20,4				7,29	528	6,7								
800 200°C	1120°C			7,41	7,35	301	19,7			7,35	7,31	539	5,0								
	1250°C				7,45	289	26,0				7,34	586	6,5								

Die Ergebnisse zeigen, dass das Entfernen des Presshilfsmittels bessere Bedingungen für eine weitere Verdichtung schaffen, als dies beim konven-

tionellen Warmpressen der Fall ist. Bei der Nutzung des herkömmlichen Druckes von 600 MPa für das erste Pressen, Vorsintern und einem anschließenden Nachpressen kann die Dichte von Legierung (A) von $6,88 \text{ g/cm}^3$ auf $7,21 \text{ g/cm}^3$ gesteigert werden. Dichten bis zu $7,32 \text{ g/cm}^3$ können erreicht werden, indem die Temperatur beim zweiten Pressen auf $200 \text{ }^\circ\text{C}$ erhöht wird. Ein erhöhter Pressdruck von 800 MPa beim zweiten Pressvorgang führt zu keiner weiteren Steigerung der Eigenschaften, auch dann nicht wenn die Presstemperatur auf $200 \text{ }^\circ\text{C}$ erhöht wird. Eine Steigerung des Druckes auf 800 MPa im ersten Pressen ist hingegen mit einer Steigerung der Gründichte, was sich allerdings nicht einer entsprechenden Zunahme der Dichte nach dem zweiten Pressen widerspiegelt ($7,28 \text{ g/cm}^3$). Höhere Dichten von $7,40 \text{ g/cm}^3$ bis $7,45 \text{ g/cm}^3$ sind möglich, wenn hoher Pressdruck (800 MPa) und/oder Warmpressen angewendet werden.

Für die Astaloy + 0,5 % C (B) kann kein signifikanter Einfluss des Kohlenstoffgehaltes auf die Dichte beim ersten Verdichten beobachtet werden. Wie die Dichtewerte nach dem zweiten Pressen in Tabelle 5 zeigen, kann kein Einfluss der Kohlenstoffdiffusion in das Eisen während des Vorsinterns beobachtet werden. Die Ergebnisse der Dichte nach dem zweiten Pressen liegen nur geringfügig unter denen der Legierung (A) ohne Kohlenstoffzusatz. Für Legierung (B) ergeben sich die gleichen Tendenzen wie sie zuvor für Legierung (A) beschrieben wurden.

Aufgrund der bereits hohen Dichten nach dem zweiten Pressen, kommt es zu nahezu keiner Schwindung der Proben auch bei Sintertemperaturen von $1250 \text{ }^\circ\text{C}$. Die mechanischen Eigenschaften werden hauptsächlich durch die erreichte Dichte nach dem zweiten Pressen bestimmt. Für Legierung (A) ergeben sich Zugfestigkeiten von 246 MPa bis 315 MPa. Es kann sehr großer Einfluss der Sintertemperatur beim DP/DS-Prozess auf die Dehnung beobachtet werden. Mit Sintertemperaturen von $1250 \text{ }^\circ\text{C}$ werden Dehnungswerte bis zu 27,2 % erreicht. Für Legierung (B) beträgt die Zugfestigkeit, die mit dem Standard-DP/DS-Prozess (600 MPa / $850 \text{ }^\circ\text{C}$ / 600 MPa/RT / $1120 \text{ }^\circ\text{C}$) erreicht wird 401 MPa bei einer Dehnung von 2,6 %. Durch ein Erhöhen der Sintertemperatur auf $1250 \text{ }^\circ\text{C}$ werden die Eigenschaften nur geringfügig verbessert. Für diese Legierung zeigen höhere Dichten einen signifikanten Effekt auf die mechanischen Eigenschaften. Zugfestigkeiten bis zu 586 MPa bei einer Dehnung von 6,5 % sind erreichbar für eine Dichte von $7,34 \text{ g/cm}^3$ für maximale Ausnutzung der Prozessparameter (800 MPa / $850 \text{ }^\circ\text{C}$ / 800 MPa/ $200 \text{ }^\circ\text{C}$ / $1250 \text{ }^\circ\text{C}$). Zu betonen ist, dass eine Steigerung der Zugfestigkeit um ca. 100 MPa und gleichzeitiger Dehnung bis 5,6 % allein durch das Erhöhen der Temperatur auf $200 \text{ }^\circ\text{C}$ im zweiten Pressvorgang erreicht werden kann (600 MPa / $850 \text{ }^\circ\text{C}$ / 600 MPa/ $200 \text{ }^\circ\text{C}$ / $1120 \text{ }^\circ\text{C}$).

Astaloy CrM + 2 % Cu, 1,5 % Mn, 0,3 % C (C)

In Tabelle 6, Tabelle 8 und Tabelle 8 sind die Ergebnisse für das EP/ES und DP/DS für Legierung (C) Alstaloy CrM + 2 % Cu, 1,5 % Mn, 0,3 % C dargestellt. Bei diesem unwesentlich höher legierten Sinterstahl ist es aufgrund der Anpassung des Kalibrierwerkzeuges auf die Varianten (A) und (B) sowie geringfügigem Verzug der warmgepressten Proben nicht möglich, diese einem Kalibrierschritt zu unterziehen. Tabelle 6 fasst deshalb die bei RT gepressten und im Anschluss an das Sintern kalibrierten Proben zusammen, wobei die in Tabelle 7 dargestellten Werte ohne zusätzliches Kalibrieren gemessen

wurden. In Tabelle 7 sind demzufolge ebenso die bei erhöhter Temperatur von 200 °C gepressten Proben aufgeführt.

Anhand der Messwerte für das Pressen bei Raumtemperatur lässt sich wie schon bei Legierung (A) und (B) eine Steigerung der Dichte und der mechanischen Eigenschaften mit Erhöhen des Pressdruckes und der Sinteremperatur erkennen. Dabei wird durch das Erhöhen des Pressdruckes von 600 MPa auf 800 MPa die Zugfestigkeit um ca. 70 MPa gesteigert. Durch eine erhöhte Sinteremperatur von 1120 °C auf 1250 °C kann die Zugfestigkeit sogar um 250 bis 300 MPa auf bis zu 836 MPa ohne Kalibrieren gesteigert werden. Durch das anschließende Kalibrieren nimmt die Zugfestigkeit um weitere ca. 100 MPa zu. Zwar sind die Tendenzen bei Legierung (C) gleich denen von Legierung (A) und (B), das Maß der Steigerung der Eigenschaften durch Veränderung der Prozessparameter fällt jedoch deutlich stärker aus. Ein ähnliches Verhältnis ist beim Vergleich der Messwerte in Abhängigkeit von der Presstemperatur zu beobachten.

Tabelle 6: Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen Astaloy CrM + 2 % Cu, 1,5 % Mn, 0,3 % C (C) nach dem EP/ES mit Kalibrieren für unterschiedliche Prozessparameter

Prozessparameter				(C) Astaloy CrM + CuMn							
				Dichte:			Mech. Eigenschaften:				
							nach Sintern:		nach Kalibrieren:		
Pr.	Si.	Ka.		Pr.	Si.	Ka.	R_m MPa	A %	R_m MPa	A %	
600 MPa	RT	1120 °C	600 MPa	RT	6,73	6,68	6,75	517	0,4	626	0,7
				200 °C			6,69			693	0,7
		800 MPa	RT	6,84			689			0,7	
			200 °C	6,70			757			0,8	
		1250 °C	600 MPa	RT			6,78			837	6,1
				200 °C			6,70			840	1,2
	800 MPa	RT	6,79	783	0,9						
		200 °C	6,70	818	1,1						
	800 MPa	1120 °C	600 MPa	RT	6,90	6,86	6,93	583	0,4	855	0,9
				200 °C			6,88			836	0,9
			800 MPa	RT			6,92			829	0,8
				200 °C			6,87			798	0,8
1250 °C			600 MPa	RT			6,92			948	1,1
				200 °C			6,89			922	1,2
800 MPa		RT	6,94	937	1,1						
		200 °C	6,91	885	1,0						

Tabelle 7: Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen Astaloy CrM + 2 % Cu, 1,5 % Mn, 0,3 % C (C) nach dem EP/ES ohne Kalibrieren für unterschiedliche Prozessparameter

Prozessparameter				(C) Astaloy CrM + CuMn				
				Dichte:		Mech. Eigenschaften:		
				Pressen	Sintern	R_m MPa	$R_{p0,2}$ MPa	A %
600 MPa	RT	1120 °C	6,73	6,68	517	343	0,4	
		1250 °C		6,69	811	341	0,8	
	200 °C	1120 °C	6,86	6,93	824	515	0,8	
		1250 °C		6,94	910	461	1,5	
800 MPa	RT	1120 °C	6,90	6,86	583	383	0,4	
		1250 °C		6,88	836	404	0,9	
	200 °C	1120 °C	7,15	7,18	1053	679	0,8	
		1250 °C		7,17	1181	769	1,6	

Allein durch Erhöhen der Temperatur beim Verdichten auf 200 °C (Tabelle 7) kann die Zugfestigkeit um bis zu 400 MPa gesteigert werden. Bei einem Pressdruck von 800 MPa und einer Sintertemperatur von 1120 °C steigt die Zugfestigkeit von 583 MPa nur durch das Erhöhen der Presstemperatur auf 1053 MPa an. Gleichzeitig wird auch die Dehnung von 0,4 % auf 0,8 % verdoppelt. Eine weitere Verbesserung der Zugfestigkeit wird erzielt, wenn zusätzlich auch die Sintertemperatur auf 1250 °C erhöht wird. Dadurch sind Werte von bis zu 1181 MPa erreichbar bei einer Dehnung von 1,6 %.

Für das DP/DS können ähnliche Beobachtungen wie für Legierung (A) und (B) gemacht werden. Im Vergleich zum EP/ES kann die Zugfestigkeit bereits bei geringster Ausnutzung der möglichen Prozessgrößen von 517 MPa auf 612 MPa gesteigert werden. Nur durch Erhöhen der Sintertemperatur erfolgt eine weitere Verbesserung auf 898 MPa. Durch Ausnutzung der maximalen Prozessparameter können Zugfestigkeiten bis zu 1008 MPa erreicht werden. Noch unklar ist, warum trotz beobachteter Steigerung der mechanischen Eigenschaften, anders als bei den Legierungen (A) und (B) das DP/DS für Legierung (C) nicht mit einer weiteren Dichtesteigerung verbunden ist. Ebenso ist auch der Einfluss auf die Dehnung durch das DP/DS nicht so stark ausgeprägt wie bei Legierung (A) und (B). Eine denkbare Ursache hierfür ist, dass die mit 850 °C gewählte Vorsintertemperatur für Legierung (C) bereits zu Diffusionsprozessen führt, die durch einhergehende Verfestigung eine weitere Verdichtung im zweiten Pressschritt verhindern. Eine genaue Analyse der Vorsintertemperatur für dieses System konnte im Rahmen des Projektes nicht weiter verfolgt werden, ist jedoch in Folgeexperimenten geplant.

Tabelle 8: Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen Astaloy CrM + 2 % Cu, 1,5 % Mn, 0,3 % C (C) nach dem DP/DS ohne Kalibrieren für unterschiedliche Prozessparameter

				(C) Astaloy CrM + CuMn									
Prozessparameter				Dichte [g/cm ³]				mech. Eigensch.					
1. P.	1. S.	2. P.	2. S.	1. P.	1. S.	2. P.	2. S.	R_m MPa	A %				
600 MPa	850 °C	600 RT	1120°C	6,81	6,75	6,70	6,67	612	0,5				
			1250°C				6,67	898	1,1				
		600 200°C	1120°C			6,78	6,65	645	0,5				
			1250°C				6,68	855	1,3				
		800 RT	1120°C			6,76	6,69	628	0,5				
			1250°C				6,76	852	1,0				
		800 200°C	1120°C			6,84	6,73	679	0,5				
			1250°C				6,78	926	1,4				
		800 MPa	850 °C			600 RT	1120°C	6,95	6,89	6,88	6,86	687	0,5
							1250°C				6,92	1008	1,5
						600 200°C	1120°C			6,96	6,81	848	1,0
							1250°C				6,90	955	1,2
800 RT	1120°C			6,92	6,83	585	0,4						
	1250°C				6,96	955	1,1						
800 200°C	1120°C			7,00	6,86	790	0,6						
	1250°C				6,94	943	1,3						

2.1.2 Legierungskonzept

2.1.2.1 Niedriglegierter Sinterstahl

Die aus der Schmelzmetallurgie bekannten Legierungselemente Mangan, Silizium und Chrom werden in der Pulvermetallurgie noch nicht kommerziell eingesetzt. Seit geraumer Zeit besteht jedoch gestiegenes Interesse diese kostengünstigen Legierungselemente auch in der Pulvermetallurgie (PM) zu verwenden. Ein Ziel dieses Teilprojektes bestand darin, geeignete Methoden zur Einbringung der Legierungsbestandteile in Zusammenarbeit mit den Projektpartnern zu ermitteln. Aufbauend auf den Voruntersuchungen dieses Teilprojektes und dem des Verbundprojektes VP5 (Innopulv) wurden für die Herstellung niedriglegierter Sinterstähle speziell entwickelte Masteralloy-systeme (MA-Systeme) verwendet. Ziel dieser MA-Systeme ist es, durch das Auftreten einer temporär flüssigen Phase während des Sinterns die Homogenisierung der Legierungsbestandteile zu beschleunigen. Des Weiteren soll durch Verwendung der MA-Systeme der Dampfdruck des Mangans gesenkt werden. Dies soll dazu führen, dass das Abdampfen von Mangan während des Sinterprozesses verringert wird. Tabelle 9 zeigt die Vielzahl an ermittelten niedrighschmelzenden MA-Systemen auf. Um Die Menge an möglichen Systemen zu beschränken, wurden, anhand der vorab eingeschränkten Zusammensetzung der Sinterstähle, die gelb und grau markierten MA-Systeme ausgewählt. Um die Kosten zu reduzieren wurden vor der Wasserverdüsung der MA-Systeme die grau und gelb hinterlegten Systeme aus binären Mischungen gemischt, am IFAM vom Projektpartner TP5 erschmolzen und anschließend gemahlen. Nach Auswertung der ersten Versuchsreihe wurden die gelb hinterlegten MA-Systeme (7, 10 und 12) wasserverdüst. System 10 wurde zusätzlich von der Firma Nanoval GmbH inertgasverdüst.

2.1.2.1.1. Gemahlene Masteralloys

Die erste Versuchsreihe zum Einsatz von MA-Systemen sollte dazu dienen, die am besten geeigneten MA-Systeme zu bestimmen. Hierfür wurden die 3 vorab bestimmten Grundpulver (CrM, 85Mo, AHC 100.29 (Höganäs AB Schweden)) mit jeweils 3 %m, der erschmolzenen und gemahlene MA's gemischt. Kohlenstoff wurde in elementarer Form zu jeweils 0,3 und 0,6 m% zugemischt. Der Schmiermittelanteil und der Pressdruck wurden bei den gesamten Untersuchungen konstant zu 0,8 m% bzw. 600 MPa eingestellt. Ein wichtiger Aspekt bei der Herstellung niedriglegierter Sinterstähle ist, wie in TP6 erwiesen, die Ofenatmosphäre. Für die Herstellung solcher Stähle ist eine Atmosphäre mit geringen Taupunkten bzw. Sauerstoffgehalten erforderlich. Als am besten geeignet für diese Herausforderung erwies sich für das TP2 eine Gasmischung aus Stickstoff (90%) und Wasserstoff (10%). Dieses Gasmisch wurde folgend für alle Versuche eingesetzt. Wie aus Abbildung 4 entnommen werden kann, zeichnen sich alle Systeme durch eine Erhöhung der Festigkeitseigenschaften aus. Es ist ein Anstieg der Zugfestigkeit um zirka 100% zu beobachten. Die Dehnung nimmt erwartungsgemäß ab. Da aus Platzgründen auf die Darstellung aller Ergebnisse verzichtet wird,

muss erwähnt werden, dass die Eigenschaftsveränderung der Sinterstähle je nach Grundpulver und zugegebenen MA-System unterschiedlich ist. Aufgrund dieser Tatsache, konnten für die anschließenden Verdünnungsprozesse nur die MA-Systeme ausgewählt werden, die bei allen Grundpulvern die Eigenschaften gleichermaßen positiv beeinflussen. Dilatometeruntersuchungen und DSC Analysen zeigten, dass die tatsächlichen Schmelzpunkte der MA-Systeme deutlich von den vorher berechneten abweichen. Diese Gründe führten, wie im vorangegangenen Abschnitt erwähnt dazu, dass die in Tabelle 9 gelb hinterlegten Varianten verdüst wurden.

Tabelle 9: Mögliche Masteralloysysteme

Lfd Nummer	Fe	Mn	Cr	Si	Cu	Ni
1	43	46	0	11		
2	33	46	10	11		
3	23	46	20	11		
4	45	40	0	15		
5	35	40	10	15		
6	25	40	20	15		
7	41	40	0	19		
8	31	40	10	19		
9	21	40	20	19		
10	37	40	0	23		
11	27	40	10	23		
12	17	40	20	23		
13	19,1	70,3	0	10,6		
14	29,9	59	0	11,1		
15	40,4	48	0	11,6		
16	50,6	37,2	0	12,2		
17	46	20	20	14		
18	35,5	30	20	14,5		
//6	25	40	20	15		
19	0	70,5	0	17	12,5	
20	0	58	10	17	15	
21	0	45,5	20	17	17,5	
22	0	33	30	17	20	
23	53		29	18		
24	25		25	25		25
25	25		20	30		25
//17	46	20	20	14		
26	48,37	13,33	23	15,3		
27	50,74	6,66	26	16,6		
28	53	0	29	18		

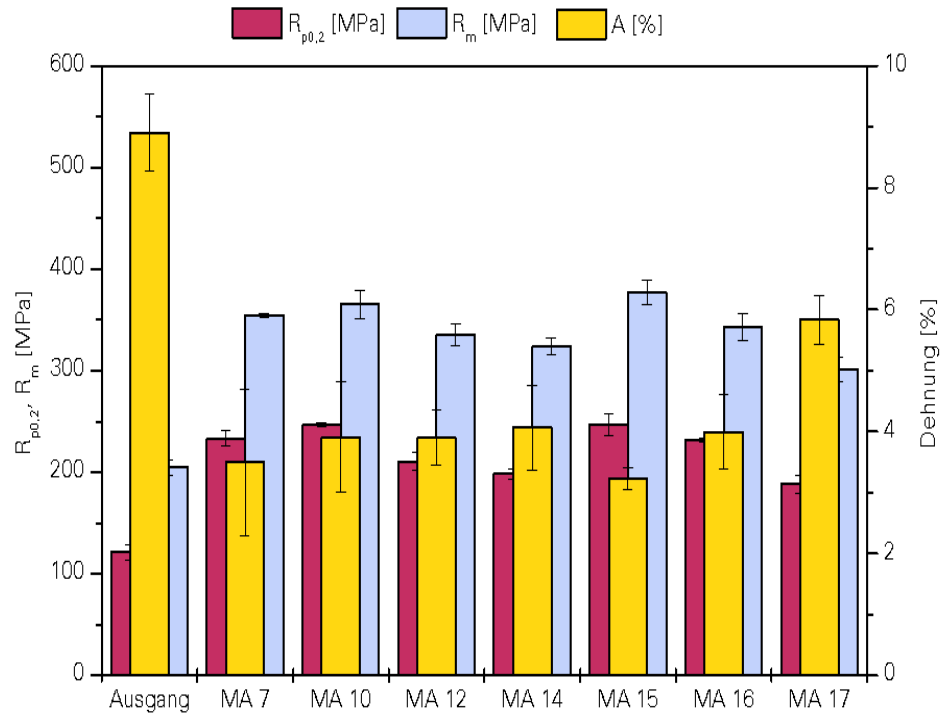


Abbildung 4: Mechanische Eigenschaften eines AHC Grundpulver, gemischt mit unterschiedlichen MA-Systemen, gesintert bei 1250°C

In ersten metallografischen Untersuchungen an den Sinterstahlproben konnte die Bildung einer flüssigen Phase für alle Systeme bestimmt werden. Weiterhin zeigten diese Untersuchungen, dass das Aufschmelzen der MA's zu einer deutlichen Porenabrundung zwischen den einzelnen Pulverteilchen führt.

Verdüste Masteralloys

Auf Grundlage der ersten Untersuchungen wurden die in Tabelle 9 gelb hinterlegten MA-Systeme vom Projektpartner EPM als wasserverdüste MA-Systeme geliefert. MA 10 (37 Fe, 40 Mn, 23 Si) wurde zudem als inertgasverdüstes MA bezogen. Die Sauerstoffgehalte und die berechneten sowie via DSC ermittelten Liquidustemperaturen sind in Tabelle 10 dargestellt. Die chemische Zusammensetzung der Proben kann der nachstehenden Tabelle 11 entnommen werden. Um die entwickelten MA-Systeme vergleichen zu können, wurden für spezielle Legierungen Mischungen aus binären Ferrolegierungen (FeMn80 und FeSi45) angefertigt. Vorab sollen die Probenbezeichnungen kurz erklärt werden:

- H₂O.....wasserverdüst
- Gas.....inertgasverdüst
- FeM.....Mischung gleicher Zusammensetzung aber aus binären Ferrolegierungen gemischt

Tabelle 10: Erzielte Sauerstoffgehalte und Liquidustemperaturen der MA-Systeme

Masteralloy	O ₂ [m%]	Liquidustemperatur	
		berechnet	DSC
MA 7(H ₂ O)	0.42	1140°C	1110°C
MA 10(H ₂ O)	0.7	1150°C	1120/1192°C
MA 10(gas)	0.06	1150°C	1214°C
MA 12(H ₂ O)	1.1	1180°C	1147°C

Tabelle 11: Chemische Zusammensetzung der untersuchten Sinterstähle

Probe	Mn [m%]	C [m%]	Si [m%]	Cr [m%]
<i>MA 7(FeM, H₂O)</i>	1.37	0.3	0.57	-
<i>MA 10(FeM, H₂O, gas)</i>			0.69	
<i>MA 12(H₂O)</i>				0.6
<i>MA 7(FeM, H₂O)</i>		0.6	0.57	-
<i>MA 10(FeM, H₂O, gas)</i>			0.69	
<i>MA 12(H₂O)</i>				0.6

Chemische Analysen

Chemische Analysen der Sinterstahlproben haben ergeben, dass der Verlust an Mangan und Silizium bei Verwendung der binären Legierungen (FeMn80, FeSi45) deutlich höher ist als bei Verwendung von MA-Systemen. Grund hierfür ist der erhöhte Dampfdruck des Mangans in den binären Systemen [1][15][16]. Bei Verwendung der MA-Systeme wird der Dampfdruck des Mangans erniedrigt und so das beobachtete Abdampfen und Kondensieren unterdrückt [21]. Bei allen Proben wurde ein durchschnittlicher Kohlenstoffverlust von 0,1% ermittelt. Dieser kann durch die unter der Schutzgasatmosphäre ablaufende Reduktion der Oxide durch Kohlenstoff erklärt werden.

Härtewerte

Tabelle 12 gibt einen Überblick über die ermittelten Härtewerte einer ausgewählten Versuchslegierung wieder. Es ist deutlich zu erkennen, dass sich die Härtewerte je nach Legierungsart und Verdünnungsform (wasser- oder inertgasverdüst) unterscheiden. Betrachtet man die Legierungen die mittels der binären Vorlegierungen gemischt wurden, so ist zu erkennen, dass der Mangandampf zu einer homogenen Verteilung des Mangans führt und die Härte unabhängig von der Sintertemperatur ist. Dieses Verhalten ist auch an der nahezu konstanten Härte bei erhöhten Kohlenstoffgehalten zu erkennen. Bezogen auf das wasserverdüstete MA wird folgendes festgestellt. Der erhöhte Sauerstoffgehalt (0,7%), bedingt durch die Wasserverdüstung, vermindert die Diffusionsfähigkeit der Legierungsbestandteile. Es wird angenommen,

dass sich eine Diffusionsbarriere zwischen den teilweise verflüssigten MA-Partikeln und der Matrix ausbildet (Abbildung 13). Erst mit steigenden Kohlenstoffgehalten oder erhöhten Temperaturen können die MA-Systeme reduziert werden und die Homogenisierung fortschreiten (exemplarisch Abbildung 14). Die Reduktion der MA-Partikel lässt sich in den eben genannten Abbildungen gut erkennen. So ist der dunkle Bereich in Abbildung 13 an SiO_2 angereichert. Diese Anreicherung ist bei Sintertemperaturen $> 1140^\circ\text{C}$ nicht mehr gegeben. Die Reduktion kennzeichnet sich ebenfalls durch die gestiegenen Härtewerte für 0,6 %C aus. Das gasverdüste MA 10 weist ein in Bezug auf die Kohlenstoffgehalte unterschiedliches Verhalten auf. Bei Verwendung von 0,3 %C ist ein Unterschied in den Härtewerten in Abhängigkeit von der Sintertemperatur zu beobachten. Dieser kann wie folgt erklärt werden. MA 10 ist frei von Verunreinigungen und hat, wie aus Tabelle 10 ersichtlich die höchste Liquidustemperatur. Mit überschreiten der Liquidustemperatur kommt es zu einer Erhöhung des Diffusionskoeffizienten. Dies ermöglicht eine homogene Verteilung der Legierungsbestandteile in der Matrix. Im Falle der Mischung mit 0,6 %C kann festgestellt werden, dass die Härten nahezu unabhängig von der Sintertemperatur sind. Dies wird mit dem gestiegenen Kohlenstoffanteil erklärt. Anreicherungen von Kohlenstoff führen dazu, dass die Liquidustemperatur des MA herabgesetzt wird und eine homogene Verteilung der Legierungsbestandteile schon unterhalb von 1140°C einsetzt. Als Indikator dafür dient Abbildung 11. Es ist ersichtlich, dass im Vergleich zu Abbildung 9 die Bildung von flüssiger Phase deutlich früher einsetzt und somit eine Beschleunigung der Homogenisierung eintritt.

Tabelle 12: Härtewerte HV10 einer Legierung mit 0.X%C, 1.37%Mn, 0.69%Si

		MA 10 (37 Fe, 40 Mn, 23 Si)											
		FeM 0,3C		H_2O 0.3C		Gas 0.3C		FeM 0.6C		H_2O 0.6C		Gas 0.6C	
T_{Sint} [$^\circ\text{C}$]		1140	1250	1140	1250	1140	1250	1140	1250	1140	1250	1140	1250
HV 10		122	121	99	109	122	155	126	127	116	136	158	164

Mechanische Eigenschaften

Aufgrund des Umfangs der untersuchten Zusammensetzungen wird hier nur auf einen Teil der erzielten Ergebnisse eingegangen. Als Basispulver dienten, wie bereits erwähnt, 3 Pulver der Firma Höganäs AB Schweden. Es handelt sich um ein Reineisenpulver (AHC 100,29), ein Pulver vorlegiert mit 0,85 m% Mo (Astaloy 85Mo) und ein fertiglegiertes Pulver mit 3 m% Cr (Astaloy CrM). All diese Pulver werden kommerziell verfügbar und werden über den Weg der Wasserverdüstung hergestellt.

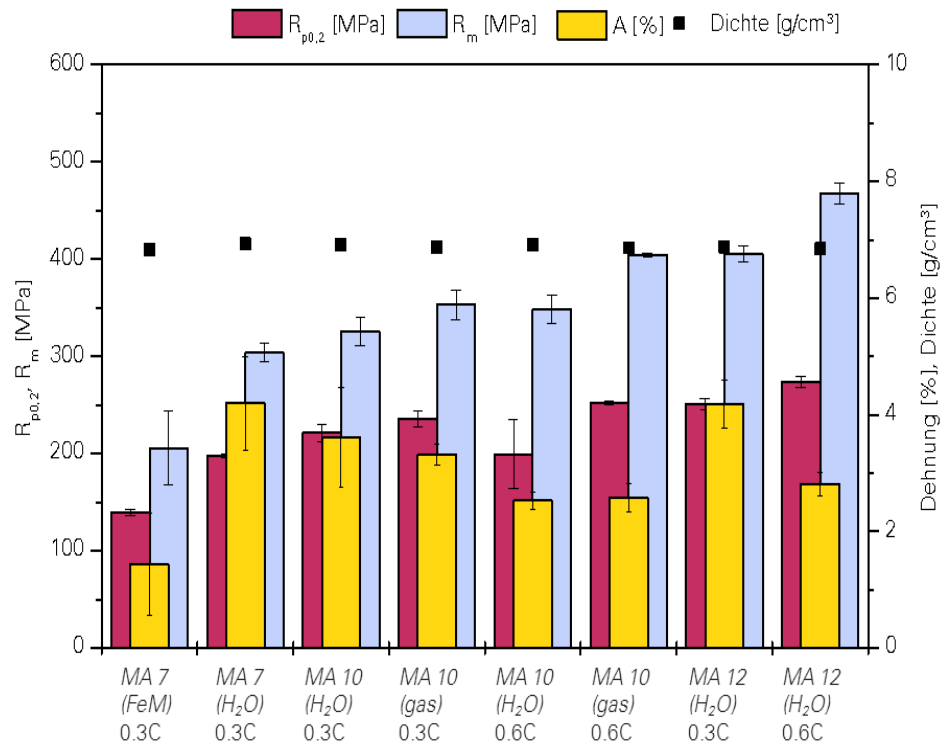
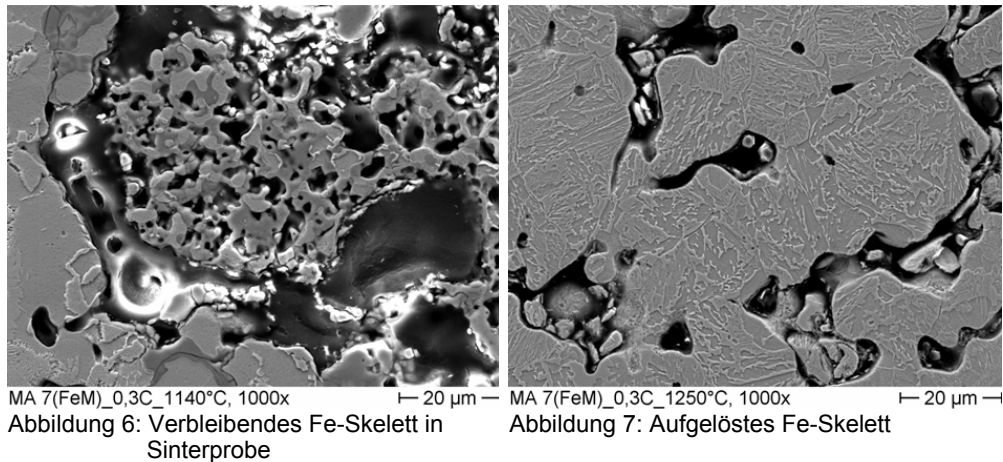


Abbildung 5: Mechanische Eigenschaften AHC 1140°C

In Abbildung 5 sind die mechanischen Kennwerte für Mischungen mit einem AHC Basispulver, gesintert bei 1140°C dargestellt. Die chemische Zusammensetzung der Proben entspricht Tabelle 11. Es ist ein deutlicher Unterschied zwischen den Mischungen hergestellt mit MA-Systemen und den Mischungen aus binären FeMn und FeSi ersichtlich. Abbildung 6, Abbildung 9, Abbildung 11 und Abbildung 13 liefern eine Erklärung für dieses Verhalten. Bei 1140°C bildet sich bei Mischungen mit binären Pulvern (Abbildung 6) ein Eisenskelet aus. Dieses wird bei geringen Sintertemperaturen nicht aufgelöst und bleibt als Verunreinigung im System zurück. Wohingegen bei Verwendung der MA-Pulver der Dampfdruck des Mangan gesenkt wird und ein nahezu runder, nicht geschwollener Partikel zurückbleibt. Wie in Abbildung 13 ersichtlich, schmilzt ein kleiner Anteil des MA-Partikels des wasserverdünsten MA's auf und verbindet sich mit der Matrix. Aus EDX-Messungen, konnte die Zusammensetzung der Phasen bestimmt werden. Sie besteht zum einem aus SiO₂ (dunkle Phase) und zum anderen aus MnS (helle Phase). Diese Anreicherung in der flüssigen Phase verhindert eine zügige Homogenisierung der Legierungsbestandteile. Dieser Effekt kann durch die leicht erhöhten Eigenschaften der inertgasverdünsten Varianten abgeschätzt werden.

Linescans ergaben, dass die Anreicherung von Legierungselementen in der Grenzschicht geringer waren und eine bessere Homogenisierung erreicht wurde. Bei Verwendung von inertgasverdünsten MA's ist aus Abbildung 9 und Abbildung 11 ersichtlich, dass mit steigendem Kohlenstoffgehalt die Liquidustemperatur des MA's sinkt und die Flüssigphasenbildung schon ab 1140°C einsetzt.



Wie auch aus den Härtewerten ersichtlich, ist somit eine schnellere Homogenisierung der Legierungsbestandteile bei geringeren Sintertemperaturen möglich. Ein leichter Anstieg des Eigenschaftsniveaus kann wiederum festgestellt werden. Aus Abbildung 5 ist ebenfalls ersichtlich, dass die chromreichen MA-Systeme (MA12) das erwartete Eigenschaftsniveau erreichen. Es wurde anfangs vermutet, dass CrMnSi-Oxid Spinelle eine Erhöhung der Eigenschaften verhindern könnten. Diese CrMnSi-Oxid Spinelle bilden sich in den Kontaktbereichen der Sinterhalse aus und verringern die mechanischen Eigenschaften der Sinterstähle. Genauere Untersuchungen zu diesem Teilgebiet wurden in [20] vorgestellt. Aus REM Aufnahmen geht jedoch hervor, dass diese Spinelle bei geringeren Chrom-Gehalten im System nicht gebildet werden.

In Abbildung 8 sind die mechanischen Eigenschaften der Sinterproben, gesintert bei 1250 °C entsprechend Tabelle 11 dargestellt. Es ist im Vergleich zu Abbildung 5 eine Erhöhung aller Festigkeitswerte zu erkennen. Auch die Legierungen FeM zeigen einen Zuwachs an Festigkeit und Dehnung. Dies ist damit zu erklären, dass sich das bei 1140°C verbliebene Eisenskelett aufgelöst hat und nun nicht mehr als Verunreinigung vorliegt (Abbildung 7). Dadurch konnte die Sinterhalskontaktdichte, und folglich das Eigenschaftsniveau erhöht werden. In den rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen ist aber weiterhin ein deutlicher Unterschied in der Ausbildung des Sinterfortschrittes und den eingelagerten Partikeln zu erkennen. Als Vergleich hierzu dient Abbildung 10. In Abbildung 7 sind deutliche Anlagerungen von nicht verbundenen Partikeln zu erkennen, wohingegen in Abbildung 10 und Abbildung 12 keine ungebundenen Partikel zu erkennen sind. Dies wird auf das späte Einsetzen der Fe-Skelett Auflösung zurückgeführt. Weiterhin ist zu beachten, dass der Einsatz von binären Vorlegierungen zu einem deutlichen Abbrand an Legierungselementen führt (0,3 m% Mangan und 0,2 m% Silizium). Folglich kann somit das verminderte Eigenschaftspotential der FeM-Legierungen erklärt werden.

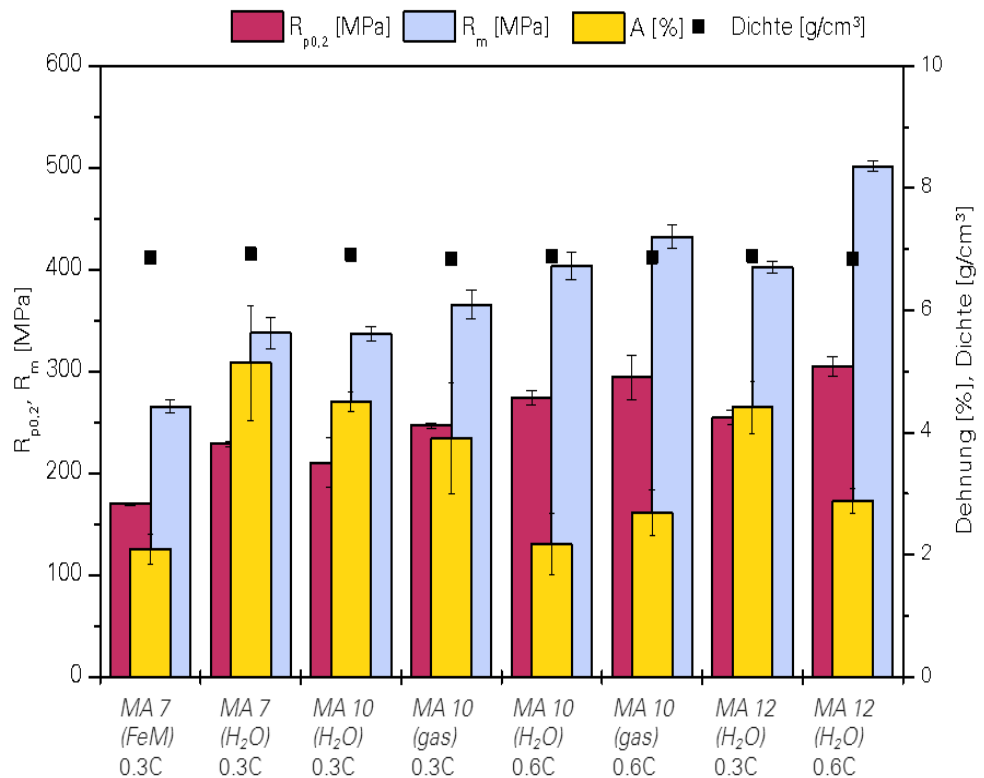
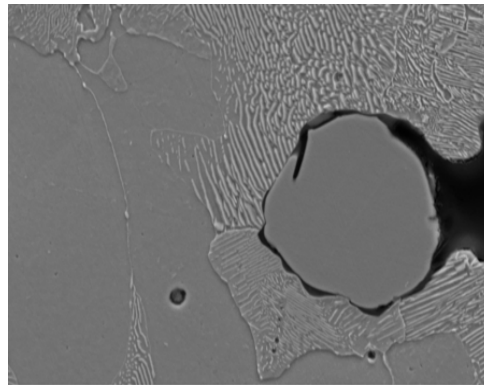
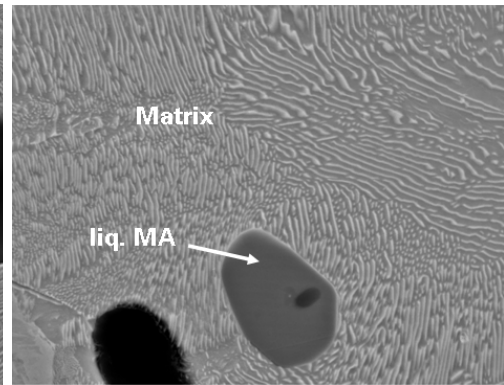


Abbildung 8: Mechanische Eigenschaften AHC 1250°C

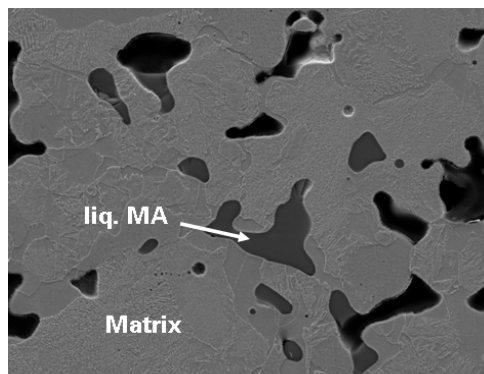
Bezüglich der Verdüsungart (wasser- oder inertgasverdüst) des MA 10 kann bei erhöhten Sintertemperaturen festgestellt werden, dass das nahezu gleiche Eigenschaftsniveau erreicht wird. Dies gilt sowohl für die Varianten legiert mit 0,3 als auch für die Variante, legiert mit 0,6 m% Kohlenstoff. Dieses Verhalten kann wie folgt erklärt werden. Bei hohen Sintertemperaturen werden die wasserverdüsteten MA 10 durch Kohlenstoff reduziert. Als Beleg hierfür dient Abbildung 14 es ist zu erkennen, dass die vormalige Anreicherung an SiO₂ in der verbliebenen schmelzflüssigen Phase eliminiert werden konnte. Diese Anreicherung führte bei geringen Sintertemperaturen zu einer Diffusionsbarriere. Diese war somit bei 1250°C nicht mehr gegeben und es konnte eine homogene Verteilung der Legierungselemente einsetzen. Der Härteabfall als auch der Anstieg der Dehnung der wasserverdüsteten Systeme ist auf den Kohlenstoffverlust durch die Reduktion zurückzuführen. Dieser lag im Mittel etwas höher als bei dem inertgasverdüsteten System. Da der erhöhte Kohlenstoffgehalt im inertgasverdüsteten System auch zu erhöhten Festigkeitswerten führen sollte, kann als mögliche Ursache für das gleiche Eigenschaftsniveau die unterschiedliche Porengeometrie gesehen werden.



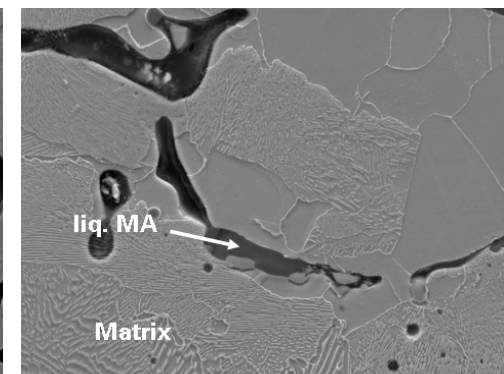
MA 10(gas)_0,3C_1140°C, 2000x
Abbildung 9: Nicht geschmolzenes MA-Partikel



MA 10(gas)_0,3C_1250°C, 5000x
Abbildung 10: Überreste der flüssigen MA-Partikel

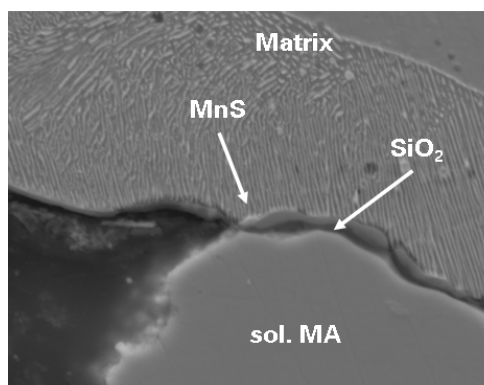


MA 10(gas)_0,6C_1140°C, 1000x
Abbildung 11: Bereits bei 1140°C geschmolzene MA-Partikel

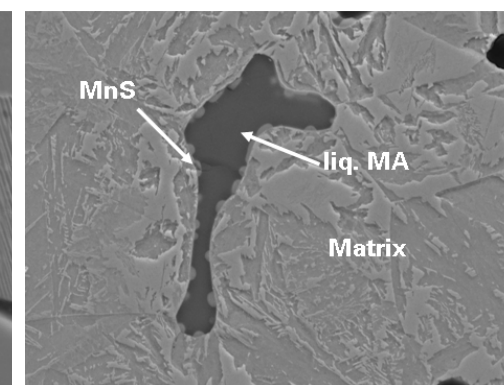


MA 10(gas)_0,6C_1250°C, 2000x
Abbildung 12: Überreste der MA-Partikel

Betrachtet man die mit dem MA 12 (chromreiches MA) hergestellten Varianten, so ist festzustellen, dass auch bei erhöhten Sintertemperaturen das Eigenschaftsniveau über dem der Chrom freien Varianten liegt. Ein Unterschied zwischen den Kohlenstoffgehalten ist jedoch zu erkennen. Bei 0,3m% C steigen die mechanischen Eigenschaften bei Erhöhung der Temperatur nicht. Bei 0,6m% C jedoch steigt die Zugfestigkeit bei Erhöhung der Sintertemperatur merklich an und erreicht den höchsten Wert.



MA 10(H2O)_0,3C_1140°C, 5000x
Abbildung 13: Wasserverdüstete MA-Partikel, angereichert an MnS und SiO₂



MA 10(H2O)_0,6C_1250°C, 2000x
Abbildung 14: Wasserverdüstetes MA, angereichert an MnS

Mit Wärmebehandlung

Wärmebehandlungen sind ein probates Mittel relativ Kostengünstig die Eigenschaften von Sinterstählen auf ein gewünschtes Eigenschaftsfeld hin zu optimieren. In diesem Projekt wurden 2 unterschiedliche Wärmebehandlungszustände eingestellt. Zum einen, wurde in Bezug auf die technische Relevanz, das Sinterhärten durchgeführt. Dies ist gekennzeichnet durch erhöhte Abkühlgeschwindigkeiten direkt nach dem Sinterprozess. Großtechnisch sind heutzutage viele Ofenanlagen verfügbar, die über eine sogenannte Schrofkkühlung verfügen. Als Beispiel sein hier der Ofen der Firma Eisenmann genannt. Die schematische Darstellung liefert Abbildung 15

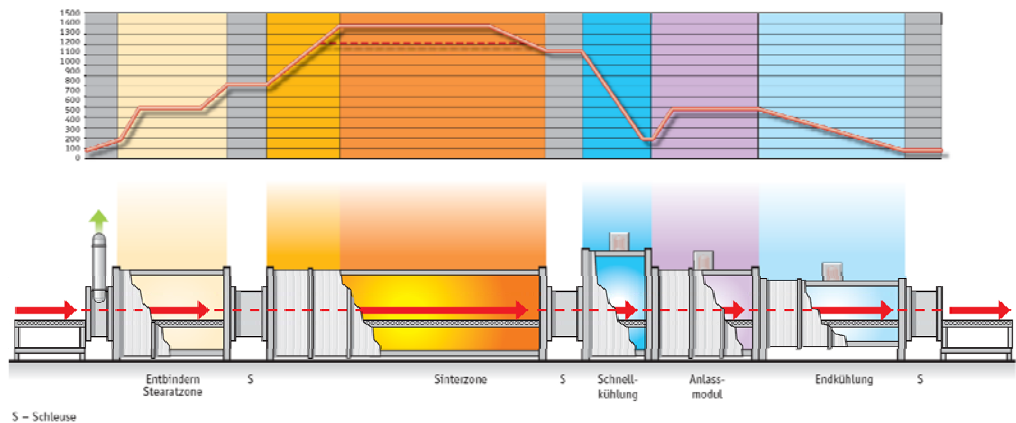


Abbildung 15: Darstellung eines modularen Rollen Ofen [29]

Um das Sinterhärten im Labormaßstab durchführen zu können, musste eine Kühlschleife an das Ofenrohr angebracht werden. Ein weiterer Wärmebehandlungsschritt war das Abschrecken der Sinterstahlproben mit nachgeschaltetem Anlassen (Vergüten) der Proben bei unterschiedlichen Temperaturen und Haltezeiten. Beispielhaft wird bei dieser Bewertung wieder auf die bekannte Legierung, hergestellt mit einem AHC Basispulver und dem MA-System 10 eingegangen (1,37Mn, 0,69 Si). Hier wurde ausschließlich das von der Firma Nanoval inertgasverdüste MA verwendet.

Sinterhärten

Das Sinterhärten wurde an der TU Dresden durchgeführt. Es wurde eine Abkühlgeschwindigkeit von 66 K/min, (1,1 K/s) ermittelt.

Vergüten

Das Abschrecken der Proben erfolgte in Wasser, die anschließende Anlassbehandlung erfolgte unter Argon bei 250, 450 und 650°C bei letzteren betrug die Haltezeit 60 Minuten. Bei 250°C wurde die Haltezeit auf 120 Minuten festgelegt. Die Ergebnisse der Versuche sind in Abbildung 16 und Abbildung 17 dargestellt.

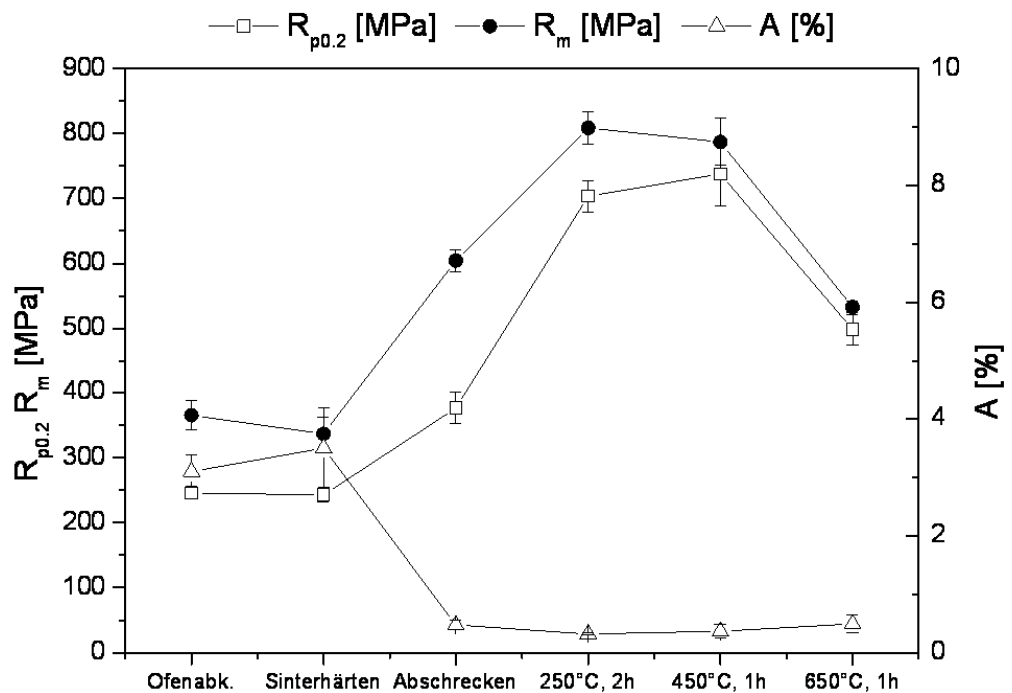


Abbildung 16: Mechanische Eigenschaften wärmebehandelter Sinterstähle mit 0,3%C T_{Sint} : 1250 °C

Für Sinterstähle mit 1,37 %Mn 0,69 %Si und 0,3 %C (Abbildung 16) kann folgendes festgestellt werden, das Sinterhärten der Proben führt zu keiner Veränderung der Festigkeitseigenschaften. Die geringere Veränderung liegt im Rahmen der Streuung. Der geringe Kohlenstoffgehalt, führt bei der gestiegenen Abkühlgeschwindigkeit noch nicht zur gewünschten Martensitbildung. In Gefügaufnahmen ist zu erkennen, dass sich trotz der raschen Abkühlung oberer Bainit und Perlit gebildet hat. Bei der Abschreckung in Wasser ist die Abkühlgeschwindigkeit ausreichend genug um Martensit zu bilden. Dies ist aus den gestiegenen Festigkeiten und gesunkenen Dehnungen zu erkennen. Es ist deutlich zu erkennen, dass sich das Anlassen bei dieser Legierung positiv auf die Eigenschaften auswirkt. Im Vergleich zur Ofenabkühlung konnte die Festigkeit um über 100 % gesteigert werden. Ein Anlassen bei 450 °C verringerte die mechanischen Eigenschaften nur leicht. Das Anlassen bei 650°C führte jedoch zu Eigenschaften, die nur auf dem Niveau der Abgeschreckten Proben lagen. Ein Grund hierfür könnte die Anlassversprödung sein.

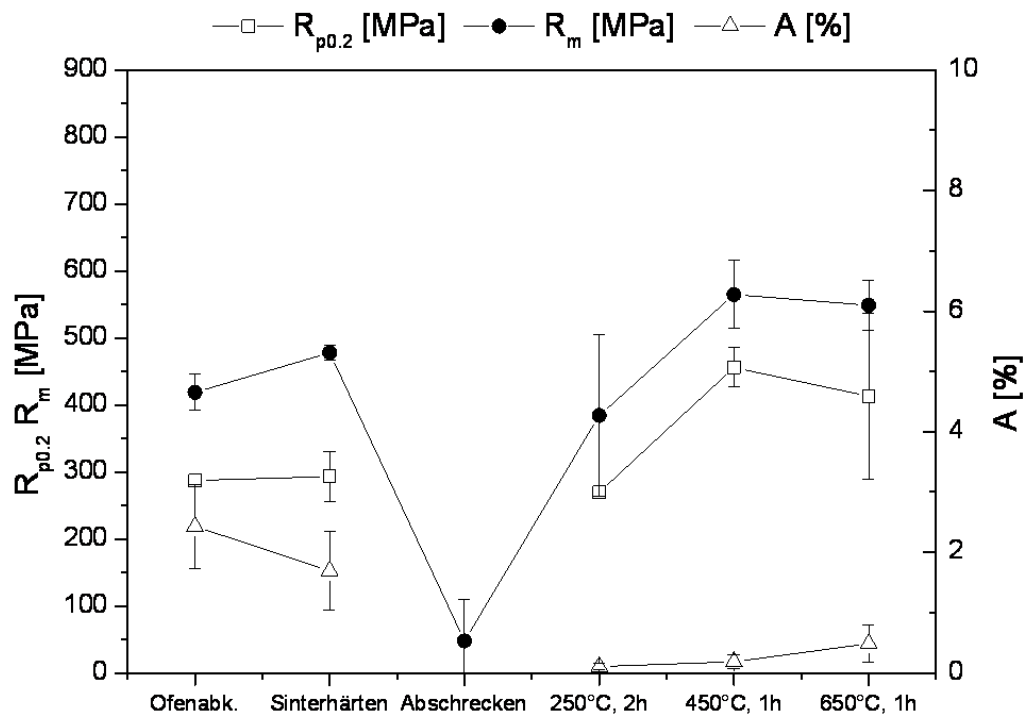


Abbildung 17: Mechanische Eigenschaften wärmebehandelter Sinterstähle mit 0,6%C T_{Sint} : 1250 °C

Abbildung 17 stellt die mechanischen Eigenschaften für Proben mit 1,37 %Mn, 0,69 %Si und 0,6 %C dar. Beim Sinterhärten, bildet sich ein gewisser Anteil an Martensit im Gefüge aus. Dieser führt zu einer leichten Zunahme der Eigenschaftswerte. Beim Abschrecken der Proben mit 0,6 %C kann es zur Bildung von Restaustenit kommen. Dieser ist sehr spröde. Damit sind die unzureichenden Eigenschaften dieser Legierungen zu erklären. Ein anschließendes Anlassen der Proben führt zu einer Umwandlung des Restaustenits. Somit kann das Ausgangsniveau der Kennwerte erreicht werden. Dieses Verhalten konnte für alle Proben festgestellt werden, Es kann damit festgestellt werden, dass ein Vergüten für Stähle mit 0,6 %C nicht zielbringend ist.

2.1.2.2 Kombination von Dichte- und Legierungskonzept

Wie bereits in Abschnitt 2.1.1 beschrieben, wurden mit Projektfortschritt die beiden Konzepte der Dichtesteigerung und alternativer niedriglegierter Sinterstähle kombiniert, um maximale Werkstoffeigenschaften zu erreichen. Aus dem in Abschnitt 2.1.2 beschriebenen Legierungskonzept wurden hierfür die vier Legierungen (D) bis (F) ausgewählt, welche auf den wasserverdünnten Pulvern AHC 100.29 und Astaloy 85Mo basieren und einen Zusatz von 3 M.-% der Masterlegierung 10 (Fe-40Mn-23Si) sowie 0,3 % bzw. 0,6 %C enthalten (siehe Tabelle 2).

In Tabelle 13 und Tabelle 14 sind die Ergebnisse der vier Legierungen für die Dichte und die mechanischen Eigenschaften nach dem EP/ES bei

Pressdrücken von 600 MPa und 800 MPa sowie unterschiedlichen Sinter-temperaturen von 1140 °C und 1250 °C dargestellt. Diese Werte dienen als Vergleichsgrößen zu den mit alternativen Verfahren zur Dichtesteigerung ermittelten Messwerten. Wie schon für die in 2.1.1.1 beschriebenen Legierungen (A) bis (C) kann auch für die Legierungen (D) bis (G) eine deutliche Dichtesteigerung und damit auch einer Verbesserung der mechanischen Eigenschaften mit Erhöhen des Pressdruckes und der Sinter-temperatur beobachtet werden. Durch den erhöhten Kohlenstoffgehalt der Legierungen (E) und (G) wird die Dichte geringfügig reduziert, die Zugfestigkeit aufgrund der verfestigenden Wirkung des Kohlenstoffs jedoch erhöht. Außerdem ist erkennbar, dass bei den Legierungen mit höherem Kohlenstoffgehalt von 0,6 % ((E) und (G)) die Zunahme der Zugfestigkeit mit Erhöhen der Sinter-temperatur von 1140 °C auf 1250 °C größer ausfällt als es für die Legierungen mit 0,3 % C der Fall ist. Die etwas geringere Zugfestigkeit der Legierung (F) bei einem Pressdruck von 800 MPa bei einer Sinter-temperatur von 1250 °C im Vergleich zur geringeren Sinter-temperatur liegt innerhalb der Messunsicherheit und wurde demnach nicht weiter betrachtet. Für Legierung (F) ist somit keine Steigerung der Eigenschaften mit Erhöhen der Sinter-temperatur beim Pressen bei 800 MPa erkennbar.

Tabelle 13: Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen (D) und (E) nach dem EP/ES (Pressen bei RT) in Abhängigkeit vom Pressdruck und der Sinter-temperatur (Pr. = Pressen, Si. = Sintern)

Prozess- parameter		(D) AHC + MA 10 + 0,3 C				(E) AHC + MA 10 + 0,6 C			
		Dichte [g/cm ³]		mech. Eig.		Dichte [g/cm ³]		mech. Eig.	
		Pr.	Si.	R_m [MPa]	A [%]	Pr.	Si.	R_m [MPa]	A [%]
600 MPa	1140°C	6,84	6,84	332	3,1	6,80	9,79	386	1,6
	1250°C		6,84	366	4,7		6,81	419	2,4
800 MPa	1140°C	6,98	6,96	531	3,8	6,92	6,86	578	2,0
	1250°C		6,97	547	4,6		6,91	666	2,1

Tabelle 14: Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen (F) und (G) nach dem EP/ES (Pressen bei RT) in Abhängigkeit vom Pressdruck und der Sinter-temperatur (Pr. = Pressen, Si. = Sintern)

Prozess- parameter		(F) Ast. 85 Mo + MA 10 + 0,3 C				(G) Ast. 85 Mo + MA 10 + 0,6 C			
		Dichte [g/cm ³]		mech. Eig.		Dichte [g/cm ³]		mech. Eig.	
		Pr.	Si.	R_m [MPa]	A [%]	Pr.	Si.	R_m [MPa]	A [%]
600 MPa	1140°C	6,85	6,86	432	1,0	6,84	6,82	394	0,3
	1250°C		6,85	483	2,5		6,83	547	1,8
800 MPa	1140°C	6,98	6,93	620	2,5	6,92	6,92	731	1,0
	1250°C		6,98	574	3,0		6,95	789	1,4

Für alle vier Legierungen (D) bis (G) wurde daraufhin die Methode des Warmpressens angewandt. Die Ergebnisse sind in Tabelle 15 Tabelle 16 zusammengefasst. Im Vergleich mit den Ergebnissen der bei Raumtemperatur gepressten Proben ist eine signifikante Steigerung der Dichte und damit auch der mechanischen Eigenschaften durch Erhöhen der Presstemperatur auf 200 °C feststellbar. Für Legierung (D) kann die Dichte von 6,84 g/cm³ al-

lein durch Erhöhen der Presstemperatur auf $6,97 \text{ g/cm}^3$ gesteigert werden. Dies hat eine Verbesserung der Zugfestigkeit von 332 MPa auf 558 MPa sowie der Dehnung von 3,1% auf 4,7 % zur Folge. Bei zusätzlicher Steigerung des Pressdruckes können Zugfestigkeiten bis 649 MPa bei einer Dehnung von 7 % erreicht werden. Gleiche Resultate können für Legierung (E) mit einem Kohlenstoffgehalt von 0,6 % erzielt werden. Auch hier ergibt sich eine Dichtesteigerung von $6,79 \text{ g/cm}^3$ auf $6,99 \text{ g/cm}^3$ durch das Warmpressen bzw. $7,18 \text{ g/cm}^3$ durch gleichzeitige Steigerung des Pressdruckes auf 800 MPa. Analog steigt die Zugfestigkeit von 386 MPa auf 825 MPa bis maximal 959 MPa bei Dehnungen um 2-3 % an.

Tabelle 15: Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen (D) und (E) nach dem EP/ES (Warmpressen bei $200 \text{ }^\circ\text{C}$) in Abhängigkeit vom Pressdruck und der Sintertemperatur

Pressdruck [MPa]	Sintertemp. [$^\circ\text{C}$]	(D) AHC + MA 10 + 0,3 C				(E) AHC + MA 10 + 0,6 C			
		Dichte ρ [g/cm^3]		mech. Eig.		Dichte ρ [g/cm^3]		mech. Eig.	
		Pressen	Sintern	R_m [MPa]	A [%]	Pressen	Sintern	R_m [MPa]	A [%]
600	1140	7,09	6,97	558	4,7	7,10	6,99	825	1,7
	1250		6,98	569	6,6		6,99	853	2,0
800	1140	7,28	7,17	645	7,0	7,26	7,17	948	2,2
	1250		7,18	649	7,0		7,18	959	2,9

Tabelle 16: Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen (F) und (G) nach dem EP/ES (Warmpressen bei $200 \text{ }^\circ\text{C}$) in Abhängigkeit vom Pressdruck und der Sintertemperatur

Pressdruck [MPa]	Sintertemp. [$^\circ\text{C}$]	(F) Astaloy 85 Mo + MA 10 + 0,3 C				(G) Astaloy 85 Mo + MA 10 + 0,6 C			
		Dichte ρ [g/cm^3]		mech. Eig.		Dichte ρ [g/cm^3]		mech. Eig.	
		Pressen	Sintern	R_m [MPa]	A [%]	Pressen	Sintern	R_m [MPa]	A [%]
600	1140	7,09	7,01	706	4,1	7,03	6,95	662	3,8
	1250		7,02	664	3,7		6,95	684	3,4
800	1140	7,30	7,25	760	4,7	7,24	7,16	554	4,2
	1250		7,24	758	5,3		7,16	828	4,3

Für die Legierungen (F) und (G), bei welchen im Unterschied zu (D) und (E) als Basispulver das Astaloy 85Mo-Pulver verwendet wurde, nehmen die Dichte sowie die mechanischen Eigenschaften ebenfalls mit Erhöhen der Presstemperatur auf $200 \text{ }^\circ\text{C}$ zu. Allerdings ist für diese Legierungen keine weitere Steigerung durch Erhöhen der Sintertemperatur zu beobachten. Für Legierung (F) mit 0,3 % C wird die Dichte durch das Warmpressen von $6,86 \text{ g/cm}^3$ auf $7,01 \text{ g/cm}^3$ und mit weiterer Steigerung des Pressdruckes von 600 MPa auf 800 MPa auf $7,25 \text{ g/cm}^3$ erhöht. Gleichzeitig steigt die Zugfestigkeit von 432 MPa auf 706 MPa bis 758 MPa bei erhöhtem Pressdruck und die Dehnung von 1,0 % auf 4,1 % bzw. 5,3 % an. Für Legierung (G) mit höherem Kohlenstoffgehalt von 0,6 % ergibt sich eine Zunahme der Dichte von $6,82 \text{ g/cm}^3$ auf $6,95 \text{ g/cm}^3$ und eine weitere Steigerung auf $7,16 \text{ g/cm}^3$

mit gleichzeitigem Erhöhen des Pressdruckes. Die Zugfestigkeit kann von 394 MPa auf 662 MPa bzw. 828 MPa und die Dehnung von 0,3 % auf 3,8 % bzw. 4,3 % gesteigert werden.

Im Anschluss an das Warmpressen wurden für die Legierungen ebenfalls ausgewählte Herstellungsrouten mit dem DP/DS-Verfahren durchgeführt. Durch das Vorsintern und den zweiten Pressvorgang kann für alle vier Legierungen (D) bis (G) bereits bei geringem Pressdruck von 600 MPa beim ersten und zweiten Pressen und niedriger Sintertemperatur von 1140 °C eine deutliche Dichtesteigerung gemessen werden. Für Legierung (D) ergibt sich für diese Parameter eine Dichtezunahme von ca. 6,84 g/cm³ auf 7,16 g/cm³. Entsprechend der Dichtesteigerung wird auch die Zugfestigkeit von 332 g/cm³ auf 534 g/cm³ und die Dehnung von 3,1 % auf 7,3 % erhöht. Der gleiche Effekt auf die Dichte und die mechanischen Eigenschaften ergibt sich ebenso für die Legierungen (E) bis (G).

Tabelle 17: Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen (D) und (E) nach dem DP/DS für ausgewählte Prozessparameter (1.P.= 1. Pressen, 1. S.= 1. Sintern, 2. P.= 2. Pressen, 2. S.= 2. Sintern)

Prozessparameter				(D) AHC + MA 10 + 0,3 C						(E) AHC + MA 10 + 0,6 C									
				Dichte [g/cm ³]				mech. Eig.		Dichte [g/cm ³]				mech. Eig.					
1. P.	1. S.	2. P.	2. S.	1. P.	1. S.	2. P.	2. S.	R_m [MPa]	A [%]	1. P.	1. S.	2. P.	2. S.	R_m [MPa]	A [%]				
600 MPa	850 °C	600 MPa	RT	1140 °C	6,83	6,81	7,25	7,16	534	7,3	6,79	6,73	7,16	7,08	706	3,6			
			1250 °C	7,18				647	6,2	7,10				769	3,6				
		200 °C	1140 °C	7,20			7,14	566	7,1	7,16			7,09	732	4,6	7,16	7,11	775	3,1
			1250 °C				7,16	638	6,3				7,18	707	3,5				
		800 MPa	200 °C	1140 °C			1250 °C	7,34	7,29	592			9,5	7,20	7,13	794	3,0		
									7,28	728			8,3		7,13	794	3,0		
800 MPa	850 °C	600 MPa	RT	1140 °C	6,98	6,91	7,28	7,21	580	7,1	6,92	6,83	7,19	7,15	719	3,2			
			200 °C	7,24				718	592	6,1				7,21	713	724	3,5		
		800 MPa	RT	1250 °C			7,35	7,30	704	6,1			7,28	7,26	810	3,4			
								7,38	733	9,1				7,30	726	852	4,1		

Tabelle 18: Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen (F) und (G) nach dem DP/DS für ausgewählte Prozessparameter (1.P.= 1. Pressen, 1. S.= 1. Sintern, 2. P.= 2. Pressen, 2. S.= 2. Sintern)

Prozessparameter				(F) Ast. 85 Mo + MA 10 + 0,3 C						(G) Ast. 85 Mo + MA 10 + 0,6 C									
				Dichte [g/cm ³]				mech. Eig.		Dichte [g/cm ³]				mech. Eig.					
1. P.	1. S.	2. P.	2. S.	1. P.	1. S.	2. P.	2. S.	R_m [MPa]	A [%]	1. P.	1. S.	2. P.	2. S.	R_m [MPa]	A [%]				
600 MPa	850 °C	600 MPa	RT	1140 °C	6,87	6,82	7,09	7,07	696	2,4	6,83	6,78	7,00	6,96	778	1,1			
			1250 °C	7,07				686	3,8	6,99				850	2,5				
		200 °C	1140 °C	7,05			7,01	669	2,9	6,96			6,91	756	1,0	6,96	6,97	807	1,8
			1250 °C				7,00	710	3,2				6,97	807	1,8				
		800 MPa	200 °C	1140 °C			1250 °C	7,13	7,06	739			3,5	7,02	7,01	850	2,1		
									7,07	714			3,9		7,00	843	1,6		
800 MPa	850 °C	600 MPa	RT	1140 °C	6,98	6,93	7,20	7,16	708	3,9	6,92	6,85	7,06	7,06	783	1,2			
			200 °C	7,13				710	674	1,9				7,03	701	741	1,2		
		800 MPa	RT	1250 °C			7,25	7,21	762	3,8			7,12	7,13	831	1,4			
								7,18	714	749				3,7	7,13	713	871	1,5	

Mit Erhöhen der Temperatur im zweiten Pressschritt ist jedoch keine signifikante Steigerung der Dichte und der mechanischen Eigenschaften festzustellen, wie es für die in Abschnitt 2.1.1.2 beschriebenen Legierungen (A) und (B) der Fall war. Eine weitere Steigerung der Eigenschaften wird durch

das Erhöhen des Druckes von 600 MPa auf 800 MPa sowohl beim ersten als auch beim zweiten Pressen erreicht. Für die AHC-Legierungen (D) und (E) ist außerdem eine Zunahme der Zugfestigkeit mit Erhöhen der Sintertemperatur zu beobachten. Für die Astaloy 85Mo-Legierungen (F) und (G) kann hingegen kein signifikanter Einfluss der Sintertemperatur auf die Eigenschaften festgestellt werden.

Durch Anwendung der DP/DS-Methode sind für die Legierungen (D) bzw. (E) Zugfestigkeiten von bis zu 733 MPa bzw. 852 MPa bei gleichzeitigen Dehnungen von 9,1 % bzw. 4,1 % möglich. Für die Legierungen (F) bzw. (G) ergeben sich Werte von 762 MPa bzw. 871 MPa für die Zugfestigkeit bei Dehnungen von 3,8 % bzw. 1,5 %.

Die Ergebnisse der Untersuchungen zum Dichtekonzept zeigen, dass für jede Legierungszusammensetzung die Prozessroute individuell angepasst werden muss, um je nach Anwendung optimale Eigenschaften einzustellen. Sowohl durch das Warmpressen als auch das Doppelpressen/Doppelsintern kann die Dichte und damit die mechanischen Eigenschaften der Bauteile erheblich gesteigert werden. Für jedes Legierungssystem muss jedoch die geeignete Prozessroute spezifisch ausgewählt werden. So hat sich beispielsweise gezeigt, dass mit Hilfe des Warmpressens für die Legierung (E) eine höhere Zugfestigkeit als mit dem DP/DS erreicht werden kann. Genau entgegengesetzt verhält es sich für Legierung (C). Für diese Legierung werden maximale Zugfestigkeiten mit dem Warmpressen in Kombination mit hohem Pressdruck und Sintertemperatur erzielt. Bei der Auswahl der Herstellungsrouten sind somit immer die jeweilige Anwendung und dementsprechende Anforderungsprofile mit den mit entsprechenden Herstellungsverfahren erzielten Eigenschaften und selbstverständlich auch der Wirtschaftlichkeit gegenüber zu stellen. Bei möglichen Steigerungen der Zugfestigkeit von beispielsweise bis zu 500 MPa für Legierung (C) oder Verbesserungen der Dehnungswerte von 2 % auf bis zu 27 % für Legierung (A) könnte, durch die enorme Eigenschaftsverbesserung der Sinterstähle, ein Mehraufwand in den Herstellungskosten aufgrund zusätzlicher Prozessschritte auf die Bauteilkosten umgelegt werden.

2.1.2.3 Mikrolegierter Sinterstahl

Erste umfangreichere Versuche die Mikrolegierungstechnik auf die Pulvermetallurgie zu übertragen, wurden in den 1980er Jahren von *B. Kieback* [31] und *R. Oberacker* [32]-[36] unternommen. Weitere, größtenteils aktuelle Beiträge finden sich in den Arbeiten von *A. Kobylanski* [37], *M. Orban* [38]-[46], *L. Fuentes-Pacheco* [47] und *C. T. Schade* [48] [49]. In diesen Arbeiten stellt sich heraus, dass die Einbringung des Mikrolegierungselementes auf dem Weg der Pulvermischung, welcher die kostengünstigste Legierungstechnik ist, nicht zum gewünschten Homogenisierungsgrad führt. Entsprechend ist die Wirkung der Mikrolegierungselemente beeinträchtigt. Das noch größere Problem, welches teilweise auch als Ursache für die unzureichende Homogenisierung angesehen werden kann, besteht jedoch in der sehr hohen Sauerstoffaffinität der eingesetzten Mikrolegierungselemente. Diese wirkt sich

aufgrund der großen spezifischen Oberfläche der Pulver und der erhöhten Oxidationsempfindlichkeit negativ auf die Wirksamkeit der Legierungselemente und den Sinterprozess aus.

Da die Oxide nur schwer reduziert werden können, bedarf es einiger Vorkehrungen um die Oxidation bei der Herstellung und Handhabung des Pulvers sowie während des Sinterns zu vermeiden bzw. so gering wie möglich zu halten. Durch diese besonderen Anforderungen entstehen wiederum erhöhte Prozesskosten, die in der Gesamtbilanz des entsprechenden Legierungskonzeptes berücksichtigt werden müssen.

Unter diesen Aspekten und aufbauend auf den Ergebnissen der oben genannten Autoren, allen voran *R. Oberacker* [34], wurde eine Vorauswahl bezüglich des Mikrolegierungselementes und der angewandten Legierungstechnik getroffen. Das Ziel dieser Arbeit im TP 2 ist es Wege aufzuzeigen, die es trotz der Oxidationsproblematik ermöglichen einen Niob-mikrolegierten Sinterstahl aus fertiglegiertem, wasserverdünstem Pulver herzustellen. Hierzu wurden vom Projektpartner EPM, 3 Versuchsschmelzen mit unterschiedlichen Gehalten an Niob verdüst.

2.1.2.3.1.1 Chemische Zusammensetzung der Pulver vor und nach der Aufbereitung

Die mit Hilfe nasschemischer Analysen und Funkenspektrometrie ermittelten Niobgehalte der drei hergestellten Pulver sind in Tabelle 19 zusammengefasst. Dabei fällt auf, dass der jeweils nachgewiesene Gehalt unter den für die Schmelze eingerechneten Werten liegt. Der daraus berechnete Niobverlust beträgt bei den ersten beiden Verdünnungen etwas mehr als 50 %, wohingegen er bei der dritten Verdünnung nur rund 15 % beträgt. Ursache für den Niobverlust sind Abbrandeffekte durch den in der Schmelze enthaltenen Sauerstoff, welcher zum Teil auch aus der umgebenden Atmosphäre aufgenommen wird. Der geringere Abbrand bei der dritten Verdünnung ist auf die dort durchgeführte Desoxidation der Schmelze zurückzuführen. Sauerstoffmessungen nach der Desoxidation ergeben eine Verringerung des Sauerstoffgehaltes von 0,060 m% auf rund 0,044 m%

Tabelle 19: Niobgehalt der drei wasserverdünsten Pulver

Niobgehalt [m%]	1. Verdünnung	2. Verdünnung	3. Verdünnung
ursprünglich in die Schmelze eingerechnet	0,50	0,80	2,0
im Pulver analytisch nachgewiesen	0,23	0,37	1,7
Verlust durch Abbrand	0,27 (54%)	0,43 (54%)	0,3 (15%)

Nach der Zugabe der Ferroniobstücken sinkt der Sauerstoffgehalt noch einmal auf rund 0,037 m%. Diese weitere, Desoxidation der Schmelze durch Niob stellt einen Teil des Abbrandes dar, welcher bei den ersten beiden Verdünnungen aufgrund der fehlenden Desoxidationsbehandlung mit *CaSi*-Draht größer ausfällt.

Neben Niob sind noch weitere metallische Elemente in den Pulvern enthalten. Am häufigsten sind dies Chrom, Mangan, Nickel und Silizium, wobei deren Gehalte meist unterhalb von 0,2 m% liegen. Für das Pulver der ersten Verdünnung (Fe-0,23Nb) ist in Tabelle 20 zudem der Sauerstoff-, Kohlenstoff-

und Stickstoffgehalt in Abhängigkeit der Pulverteilchengröße x angegeben. Die Kohlenstoff- und Stickstoffgehalte sind wie gewünscht sehr niedrig, sodass eine Carbid- bzw. Nitridbildung zunächst nur in geringem Maße stattfinden kann. Somit wird auch die Verpressbarkeit des Pulvers kaum beeinträchtigt. Eine Abhängigkeit der beiden Elementgehalte von der Teilchengröße bzw. der Pulverfraktion ist dabei nicht feststellbar.

Tabelle 20: O-, C- und N Gehalt für verschiedene Pulverfraktionen (Lieferzustand mit $x < 160 \mu\text{m}$)

Pulverfraktion	$x < 45 \mu\text{m}$	$45 < x < 63 \mu\text{m}$	$63 < x < 80 \mu\text{m}$	$80 < x < 100 \mu\text{m}$	$x > 100 \mu\text{m}$
O-Gehalt [Gew.-%]	1,26	1,01	0,91	0,89	0,82
C-Gehalt [Gew.-%]	0,031	0,030	0,026	0,027	0,024
N-Gehalt [Gew.-%]	0,007	0,008	0,007	0,011	0,009

Im Gegensatz dazu ist beim Sauerstoffgehalt eine klare Tendenz erkennbar. Dieser nimmt mit größer werdender Pulverteilchengröße von 1,26 m% auf 0,82 m% ab, was sich mit der spezifischen Oberfläche der Pulverteilchen erklären lässt. Unter der Annahme eines konstanten Sauerstoffangebotes während der Wasserverdüsung nehmen Pulverteilchen mit einer kleineren spezifischen Oberfläche weniger Sauerstoff auf als umgekehrt. Da die spezifische Oberfläche mit wachsender Teilchengröße abnimmt (gleichbleibende Teilchenmorphologie vorausgesetzt), kann letztlich weniger Sauerstoff aufgenommen werden (relativ zur Masse der Pulverteilchen betrachtet). Für das gesamte Teilchengrößenspektrum ($x < 160 \mu\text{m}$) beträgt der Sauerstoffgehalt des Fe-0,23Nb Pulvers im Lieferzustand und bei normaler Teilchengrößenverteilung 0,94 m%.

Allgemein sind die Sauerstoffgehalte deutlich größer als die Kohlenstoff- und Stickstoffgehalte, sodass eine hohe Wahrscheinlichkeit der kompletten Abbindung des Niobs durch die Bildung von Oxiden besteht. Dass jedoch ein Großteil des gesamten enthaltenen Sauerstoffs nicht an Niob gebunden ist, zeigen die Reduktionsbehandlungen unter Wasserstoff bei Temperaturen zwischen 500 und 800 °C (siehe Tabelle 21). Dabei werden vorwiegend Eisenoxide reduziert.

Tabelle 21: O-Gehalt der bei verschiedenen Temperaturen unter H_2 reduzierten Pulverproben

Fe-0,23Nb	Ausg.	R500	R550	R600	R650	R700	R750	R800
O_2 -Gehalt [m%]	0,94	0,36	0,32	0,30	0,31	0,30	0,31	0,30

Bereits bei 500 °C (R500) wird eine deutliche Absenkung des Sauerstoffgehaltes von 0,94 auf 0,36 m% erreicht. Durch Erhöhung der Temperatur auf 550 (R550) und 600 °C (R600) kann der Sauerstoffgehalt weiter bis auf 0,32

bzw. 0,30 m% verringert werden. Danach bleibt er mit steigender Temperatur bis 800 °C (R800) konstant. Das bedeutet, dass die verbleibenden 0,30 m% Sauerstoff in schwer reduzierbaren Oxiden gebunden sind und dass für die Wasserstoffreduktion der Eisenoxide und anderer leicht reduzierbarer Oxide Temperaturen von 600 °C ausreichend sind.

Eine weitere Verringerung des Sauerstoffgehaltes kann durch die vakuumgestützte, carbothermische Reduktionsbehandlung bei Temperaturen zwischen 1000 und 1100 °C erreicht werden. Dafür wird das Fe-0,23Nb Pulver zum einen im Lieferzustand und zum anderen im bereits wasserstoffreduzierten Zustand (R800) eingesetzt (siehe Tabelle 22). Entsprechend der unterschiedlichen Sauerstoffgehalte der beiden Ausgangspulver werden nach Gl. (1) 0,71 bzw. 0,23 m% Kohlenstoff zugemischt.

$$C + O \rightleftharpoons CO \quad \Leftrightarrow \quad \frac{m_C}{m_O} = \frac{n_C \cdot M_C}{n_O \cdot M_O} \quad \rightarrow \quad m_C = \frac{n_C \cdot M_C}{n_O \cdot M_O} \cdot m_O \quad (1)$$

Bei Einsatz des Pulvers im Lieferzustand nimmt der Sauerstoffgehalt mit steigender Reduktionstemperatur ab, wobei die Änderungen bei 1000 und 1050 °C mit 16 bzw. 27 % noch relativ gering sind. Erst bei 1100 °C stellt sich ein deutlich niedrigerer Sauerstoffgehalt von 0,30 m% ein, welcher jedoch auch bereits bei den wasserstoffreduzierten Pulvern erreicht wird (siehe R600 bis R800 in Tabelle 21). Die starke Temperaturabhängigkeit des carbothermischen Reduktionsverhaltens zeigt sich noch deutlicher bei Verwendung des unter Wasserstoff vorreduzierten Pulvers (Fe-0,23Nb_R800). Bei diesem ändert sich der Sauerstoffgehalt nach der Vakuumreduktion bei 1000 und 1050 °C zunächst nicht. Erst bei 1100 °C nimmt der Sauerstoffgehalt um 53 % ab und erreicht einen Wert von 0,14 m%. Für die Reduktion der thermodynamisch stabileren Oxide in Vakuum sind demnach mindestens 1100 °C nötig. Im Umkehrschluss sind die unterhalb dieser Temperatur verzeichneten Änderungen des Sauerstoffgehaltes, bei dem im Lieferzustand eingesetzten Pulver, der carbothermischen Reduktion von Eisenoxiden zuzuordnen.

Da die Reineisenpulver zur Herstellung von Nb-freien Vergleichsproben dienen sollen, werden sie unter den gleichen Bedingungen wie die Nb-legierten Pulver verdüst. Das Reineisenpulver Fe-SN2716 wird für den Vergleich mit dem Fe-0,23Nb sowie dem Fe-0,37Nb Pulver herangezogen und das Fe-SN2818 entsprechend für das Fe-1,7Nb Pulver. In Tabelle 23 sind die im Lieferzustand und nach den verschiedenen Reduktionsbehandlungen ermittelten Sauerstoffgehalte aufgeführt.

Tabelle 22: O- und C Gehalt der bei verschiedenen Temperaturen vakuumreduzierten Pulverproben

30 min bei	Fe-0,23Nb+0,71C			Fe-0,23Nb_R800+0,23C		
	1000 °C	1050 °C	1100 °C	1000 °C	1050 °C	1100 °C
O-Gehalt [m%]	0,79	0,69	0,30	0,30	0,30	0,14
□ O-Gehalt [%]	-16	-27	-68	0	0	-53
C-Gehalt [m%]	0,32	0,29	0,19	0,13	0,13	0,08

□C-Gehalt [%]	-55	-59	-73	-43	-43	-65
---------------	-----	-----	-----	-----	-----	-----

Beim Vergleich der Pulver im Lieferzustand kann festgestellt werden, dass die Niob-legierten Pulver einen höheren Sauerstoffgehalt aufweisen als die jeweiligen Reineisenpulver. Ausgehend von 0,61 m% bei Fe-SN2716, steigt der Sauerstoffgehalt bei der ersten Verdüsung (Fe-0,23Nb) auf 0,94 m%. Wird der Niobgehalt wie bei der zweiten Verdüsung weiter erhöht (Fe-0,37Nb), so steigt auch der Sauerstoffgehalt und erreicht einen Wert von 1,02 m%. Je höher also der Gehalt des stark sauerstoffaffinen Elementes Niob in der zu verdüsenden Schmelze ist, desto mehr Sauerstoff wird bei der Wasserverdüsung aufgenommen. Entsprechend wird bei dem Fe-1,7Nb Pulver ein noch höherer Sauerstoffgehalt erwartet. Mit 0,80 m% liegt er jedoch unterhalb der Werte für die beiden anderen Niob-legierten Pulver und auch der Anstieg in Bezug auf das Reineisenpulver Fe-SN2818 (0,64 m% Sauerstoff) fällt geringer aus. Beide Sachverhalte können mit dem veränderten Teilchengrößenspektrum (breiter; höhere Obergrenze) erklärt werden. Wie bereits in Tabelle 20 zu sehen ist, nimmt der Sauerstoffgehalt mit wachsender Pulverteilchengröße und somit kleiner werdender spezifische Oberfläche ab.

Tabelle 23: O Gehalt der verschieden behandelten Pulverproben und maximale Niobabbinding

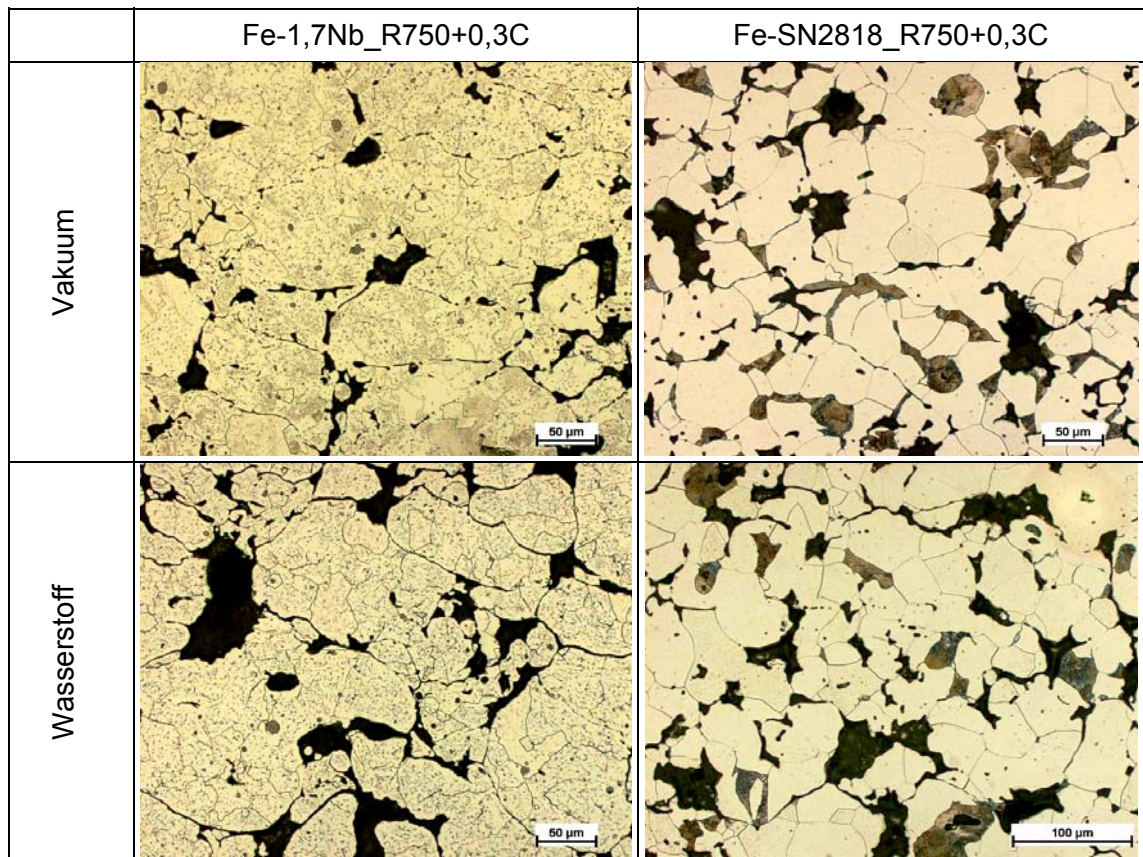
Pulverprobe	Behandlungszustand	Teilchengröße x [µm]	O-Gehalt [m%]	Niobabbinding [m%]		
				NbO	NbO ₂	Nb ₂ O
Fe-SN2716	Lieferzustand	x<160	0,61	–	–	–
	R800	x<160	0,26	–	–	–
Fe-0,23Nb	Lieferzustand	x<160	0,94	5,46	2,73	2,18
	R800	x<160	0,30	1,74	0,87	0,70
	V1100/60	x<160	0,09	0,52	0,26	0,21
Fe-0,37Nb	Lieferzustand	x<160	1,02	5,92	2,96	2,37
	R800	x<160	0,51	2,96	1,48	1,19
Fe-SN2818	Lieferzustand	53<x<400	0,64	–	–	–
	R750	53<x<400	0,26	–	–	–
Fe-1,7Nb	Lieferzustand	53<x<400	0,80	4,65	2,32	1,86
	R750	53<x<400	0,51	2,96	1,48	1,19
	V1100/60	53<x<400	0,37	2,15	1,07	0,86

2.1.2.3.1.2

Auswertung der licht- und der rasterelektronenmikroskopischen Aufnahmen

Anhand der lichtmikroskopischen Aufnahmen der Schliiffpräparate kann das Gefüge der unter den drei verschiedenen Atmosphären gesinterten Stahlproben beschrieben und dessen Veränderungen in Abhängigkeit des Wärmebehandlungszustandes untersucht werden. Um weiterhin den Einfluss des Mikrolegierungselementes Niob auf die Gefügeausbildung darstellen zu können, werden die Gefügebildungen der entsprechend legierten Proben jenen der unter gleichen Sinter- und Wärmebehandlungsbedingungen hergestellten, Niob-freien Vergleichsproben gegenübergestellt.

In Abbildung 18 sind zunächst die Gefügebildungen der jeweils im Ofen abgekühlten Sinterstahlproben gezeigt. Aufgrund der geringen Abkühlgeschwindigkeit bildet sich bei den Niob-freien Proben ein, der chemischen Zusammensetzung und dem Gleichgewichtszustand entsprechendes, ferritisch-perlitisches Gefüge mit polygonaler Kornform aus. Dieses wird unabhängig von der gewählten Sinteratmosphäre für alle drei Vergleichsproben beobachtet. Letzteres gilt auch für die drei Niob-legierten Proben, mit dem Unterschied, dass in deren Gefügebildungen kaum noch Perlit zu sehen ist.



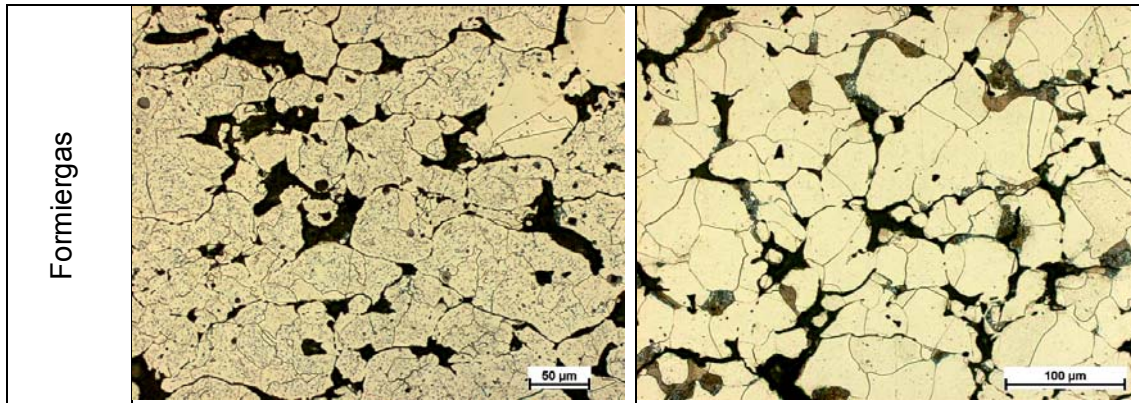


Abbildung 18: Gefüge der gesinterten und im Ofen abgekühlten Sinterstahlproben

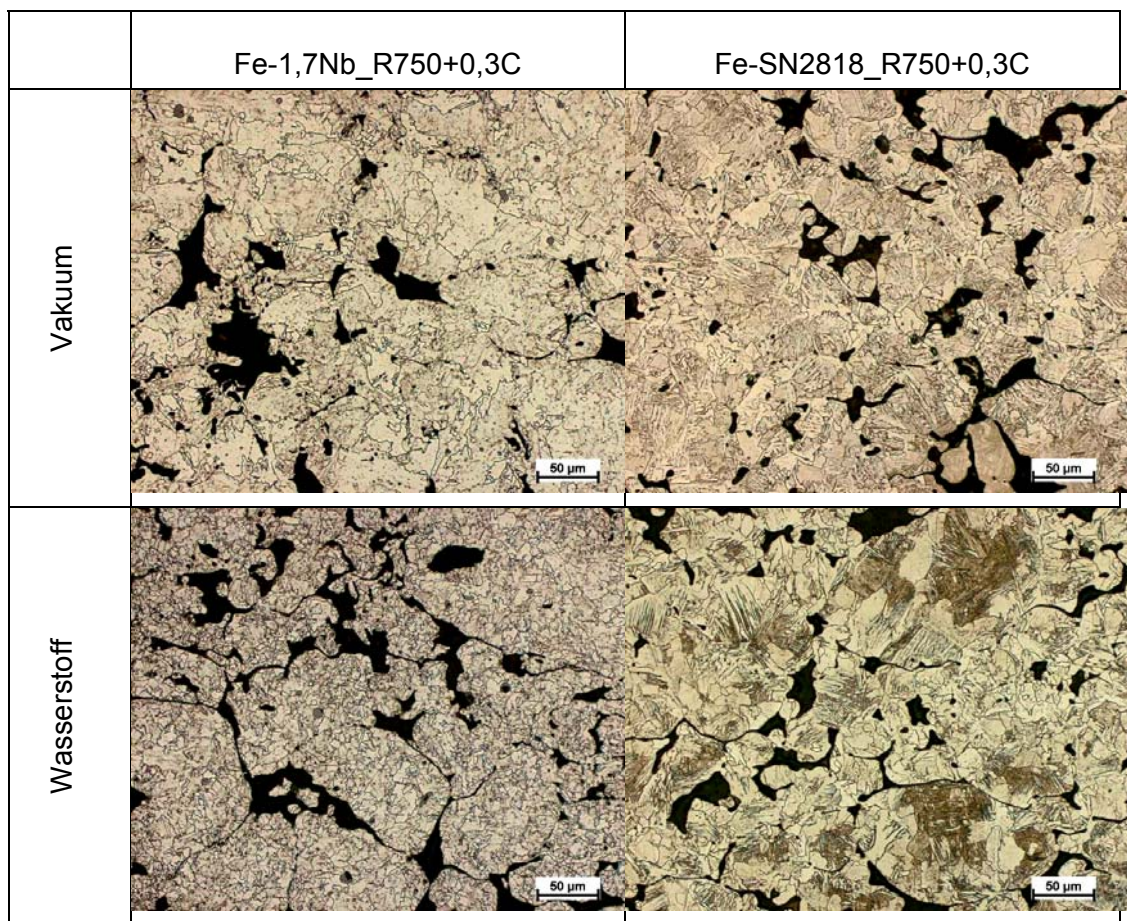
Dafür befinden sich innerhalb der Ferritkörner viele, kleine Ausscheidungen, die meist regellos verteilt oder nebeneinander aufgereiht vorliegen. Wie anhand von rasterelektronen-mikroskopischen Untersuchungen und dabei durchgeführten EDX-Analysen festgestellt wird, handelt es sich bei diesen Ausscheidungen um Niobcarbide. Diese sind auch die Ursache für den deutlich geringeren Perlitanteil, da der noch vorhandene Kohlenstoff bevorzugt an Niob bindet und somit nicht mehr für die Perlitbildung zur Verfügung steht. Kornform und -größe unterscheiden sich hingegen wenig von denen der Vergleichsproben, was in Hinblick auf die eigentlich kornfeinernde Wirkung der Carbide widersprüchlich erscheint. Wie jedoch bereits bei der Vakuumreduktion des Fe-1,7Nb Pulvers festgestellt wird, erfolgt die Carbidbildung erst mit der, bei erhöhten Temperaturen, verstärkt einsetzenden Kohlenstoffdiffusion und auch nur dann, wenn der Kohlenstoff zuvor nicht für die carbothermische Reduktion von Oxiden verbraucht wird. Da zudem die Löslichkeit für die Carbide mit steigender Temperatur zunimmt, hält sich die Menge der in der Aufheizphase und während des isothermen Sinterns ausgeschiedenen Carbide in Grenzen. Somit können die Kristallite mehr oder weniger ungehindert wachsen, was zu einem relativ groben Austenitkorn führt. Entsprechend grobkörnig ist schließlich auch das bei langsamer Ofenabkühlung nach der γ - α -Umwandlung vorliegende Gefüge, wobei die Carbide in ihrer Funktion als zusätzliche Keimbildungsorte kaum Wirkung zeigen. Ein möglicher Grund hierfür kann darin gesehen werden, dass die Carbide zum Großteil erst während und nach der γ - α -Umwandlung ausgeschieden werden. Für ersteres spricht zumindest die oben erwähnte, teilweise reihenförmige Anordnung der Carbide [54], [56].

Im Folgenden werden die in Abbildung 19 dargestellten Gefügaufnahmen der im Wasser abgeschreckten Proben ausgewertet. Wie in den Aufnahmen zu sehen ist, wirkt sich die hohe Abkühlgeschwindigkeit sehr unterschiedlich auf die Gefügeentwicklung aus, wobei eine Abhängigkeit von der jeweilig verwendeten Sinteratmosphäre festgestellt werden kann. Im Falle der Niobfreien Vergleichsproben entstehen aufgrund der beschleunigten Abkühlung und der dadurch teilweise eingeschränkten Diffusion ferritisch-bainitische Gefüge. Der Ferritanteil variiert dabei je nach Sinteratmosphäre und ist bei der im Vakuum gesinterten Probe am größten und bei der unter Formiergas gesinterten am geringsten. Auch die Art des Bainits wird indirekt durch die

Wahl der Sinteratmosphäre beeinflusst. Während beim Sintern im Vakuum hauptsächlich körniger Bainit mit ausgeprägt unregelmäßigen Korngrenzen entsteht [88], bildet sich unter Wasserstoff und Formiergas oberer Bainit, welcher an seiner typisch nadelförmigen Gestalt erkennbar ist. Die Ursache hierfür ist der unterschiedliche Kohlenstoffgehalt der Vergleichsproben, da dieser ausschlaggebend für die kritische Abkühlgeschwindigkeit ist [89].

Je größer der von der Sinteratmosphäre abhängige Kohlenstoffverlust am Ende der isothermen Haltephase ist, desto höher ist die kritische Abkühlgeschwindigkeit für die Bildung der jeweiligen Gefügebestandteile. Da die Abkühlgeschwindigkeit jedoch durch die Wasserabschreckung vorgegeben und somit bei allen Proben gleich ist, kommt es zu der, bereits beschriebenen, unterschiedlichen Gefügeausbildung. Weiterhin ist die Korngröße der wenigen Ferritkristallite und des körnigen Bainits etwas geringer als die des Ferrits in den ofenabgekühlten Proben. Dies ist ebenfalls eine Folge der raschen Abkühlung, da zum einen die Keimbildungsrate erhöht und zum anderen die Kornwachstumsrate herabgesetzt wird.

Bei den Niob-legierten Proben erfolgt die Gefügeausbildung nach den gleichen Prinzipien wie bei den Vergleichsproben. Dennoch sind deutliche Unterschiede, vor allem bezüglich der Korngröße erkennbar. Bei höherer Vergrößerung der Gefügaufnahmen wird zunächst eine sehr unregelmäßige Kornform deutlich, was darauf schließen lässt, dass es sich wie bei der vakuumgesinterten Vergleichsprobe um körnigen Bainit handelt.



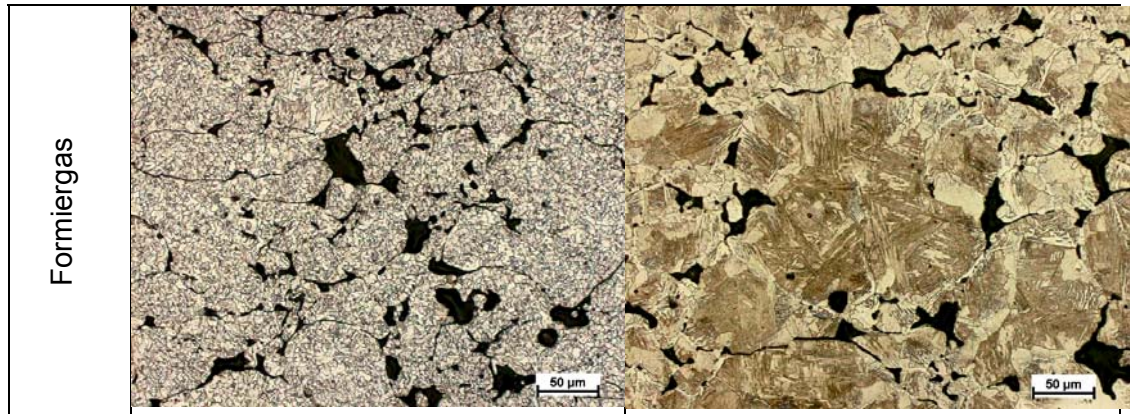


Abbildung 19: Gefüge der gesinterten und in Wasser abgeschreckten Sinterstahlproben

Dass dieser jedoch auch bei den unter Wasserstoff und Formiergas gesinterten, Niob-legierten Proben beobachtet wird, ist den veränderten Verhältnissen an gelöstem Kohlenstoff zuzuschreiben. Zwar weisen die Proben ähnliche Kohlenstoffgehalte wie die Vergleichsproben auf, jedoch ist der im Austenit gelöste Anteil aufgrund der teilweise vor der γ - α -Umwandlung erfolgenden Ausscheidung von Niobcarbiden geringer. Entsprechend hoch sind die kritischen Abkühlgeschwindigkeiten, sodass die Wasserabschreckung lediglich zur Bildung von körnigem Bainit führt. Die unterschiedliche Korngröße der drei Proben hängt wiederum von der Menge der vor der γ - α -Umwandlung ausgeschiedenen Niobcarbide ab, da diese als zusätzliche Keimbildungsstellen dienen. Da der Kohlenstoffgehalt der vakuumgesinterten Probe am niedrigsten ist, werden bei dieser weniger Carbide ausgeschieden, sodass sich die Korngröße kaum von der, der vakuumgesinterten Vergleichsprobe unterscheidet. Dahingegen wird für die unter Wasserstoff und Formiergas gesinterten Proben ein deutlich feinkörnigeres Gefüge beobachtet, was auf den höheren Kohlenstoffgehalt und die damit größere Menge an NbC-Ausscheidungen zurückzuführen ist. Im Falle der unter Formiergas gesinterten Proben kommt neben der Ausscheidung von Niobcarbiden zusätzlich die Bildung der thermisch noch stabileren Niobcarbonitride in Betracht, welche durch die Reaktion mit dem in der Sinteratmosphäre enthaltenem Stickstoff ermöglicht wird.

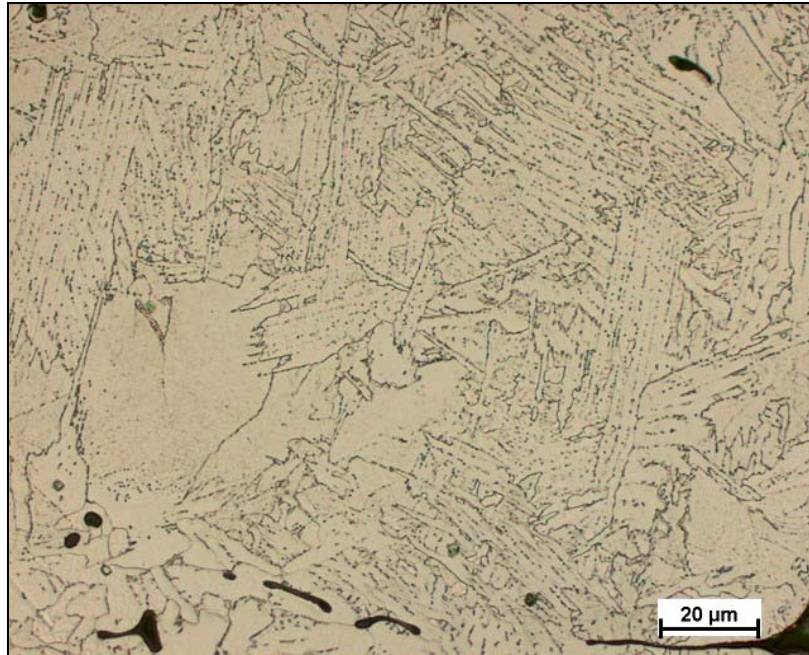


Abbildung 20: Beim Anlassen sichtbar gewordenen Eisencarbide in einer Niob-freien Vergleichsprobe

Dies würde auch erklären, weshalb das Gefüge der unter Formiergas gesinterten Probe noch feinkörniger als das der unter Wasserstoff gesinterten Probe ist. Für alle drei Proben gilt weiterhin, dass die Menge der Ausscheidungen ungefähr genauso groß ist wie bei den Proben, die unter jeweils gleicher Atmosphäre gesintert aber im Ofen abgekühlt werden. Das bedeutet, dass zumindest der vor der γ - α -Umwandlung im Mischkristall gelöste Kohlenstoffanteil nicht in Lösung gehalten werden kann. Diese Annahme wird dadurch bekräftigt, dass trotz der hohen Abkühlgeschwindigkeit kein Martensit gebildet wird. In Abbildung 21 sind die Gefügeaufnahmen der gesinterten, im Wasser abgeschreckten und anschließend bei 650 °C angelassenen Proben dargestellt. Beginnend bei den im Vakuum gesinterten, Nb-freien Vergleichsproben sind nur wenige Veränderungen im Vergleich zum wasserabgeschreckten Ausgangszustand festzustellen. Zum einen findet eine leichte, durch thermisch aktivierte Diffusionsprozesse verursachte, Kornvergrößerung statt. Zum anderen werden in höher vergrößerten Gefügeaufnahmen, bevorzugt an ehemaligen Korngrenzen, feine Eisencarbidteilchen sichtbar (siehe Abbildung 20). Diese werden zwar bereits bei der Wasserab-schreckung an den Korngrenzen des körnigen Bainits ausgeschieden, sind aber noch so klein, dass die Auflösung des Lichtmikroskops nicht ausreicht, um sie darstellen zu können. Erst infolge der *Ostwald*-Reifung, kommt es zu einer sichtbaren Einförmigung und Vergrößerung der Eisencarbide.

Durch das Anlassen der drei im Vakuum gesinterten Vergleichsproben entsteht somit ein ferritisches Gefüge mit feinen Zementitausscheidungen und unregelmäßiger Kornform, wobei zwischen den drei Anlasszuständen keine weiteren Unterschiede erkennbar sind. Bei den unter Wasserstoff und Formiergas gesinterten Vergleichsproben finden, wie eben beschrieben, während der Anlassbehandlung vergleichbare Prozesse statt. Entsprechend entsteht auch bei diesen Vergleichsproben ein ferritisches Gefüge mit darin eingelagerten Eisencarbiden. Deren Anzahl ist aufgrund des höheren Kohlen-

stoffgehaltenes im Vergleich zu den vakuumgesinterten und angelassenen Vergleichsproben größer, sodass ein Kornwachstum in Bezug auf den wasserabgeschreckten Zustand weitestgehend gehemmt wird. Zudem ist die nadelige Form des im Ausgangsgefüge vorliegenden, oberen Bainits, auch nach dem Anlassen bei 600 °C noch erkennbar und führt zu einer geringeren Korngröße als bei der vakuumgesinterten und angelassenen Vergleichsprobe. Dazwischen befinden sich körnige Bereiche mit teils regelmäßigen, teils unregelmäßigen Korngrenzen. Mit Erhöhung der Anlassstemperatur auf 650 und 700 °C wird die nadelige Form der Ferritkörner immer mehr aufgelöst und es entsteht ein relativ homogenes, körniges Gefüge.

Bei den Niob-legierten Proben unterscheidet sich das Gefüge nach der Anlassbehandlung kaum von dem Gefüge im wasserabgeschreckten Zustand. Besonders das Gefüge der unter Formiergas gesinterten und in Wasser abgeschreckten Proben zeichnet sich durch eine überaus hohe Anlassbeständigkeit aus, da die Korngröße und Kornform bei allen drei Anlasszuständen unverändert erhalten bleibt. Demnach können die bereits vor und bei der Wasserabschreckung ausgeschiedenen Niobcarbide und -carbonitride das normalerweise stattfindende Kornwachstum sehr effektiv verhindern.

Auch die im Vakuum und unter Wasserstoff gesinterten Proben weisen nach dem anschließenden Anlassen jeweils unveränderte Kornformen auf. Es kann jedoch im Vergleich zum wasserabgeschreckten Zustand eine leichte, von der Höhe der drei Anlasstemperaturen unabhängige, Kornvergrößerung festgestellt werden. Das bedeutet, dass die in diesen Proben vorliegenden Ausscheidungen zunächst ein gewisses Kornwachstum zulassen, danach aber ebenfalls zu einer relativ hohen Anlassbeständigkeit führen. Obwohl bei allen angelassenen Niob-legierten Proben kaum Gefügeveränderungen sichtbar sind, kann davon ausgegangen werden, dass sich das bainitische Abschreckgefüge wie bei den Niob-freien Vergleichsproben aufgrund des Wärmeeintrages während der Anlassbehandlung in ein ferritisches Anlassgefüge umwandelt. Damit verbunden ist auch die Vergrößerung der vor und während der Wasserabschreckung ausgeschiedenen Carbide.

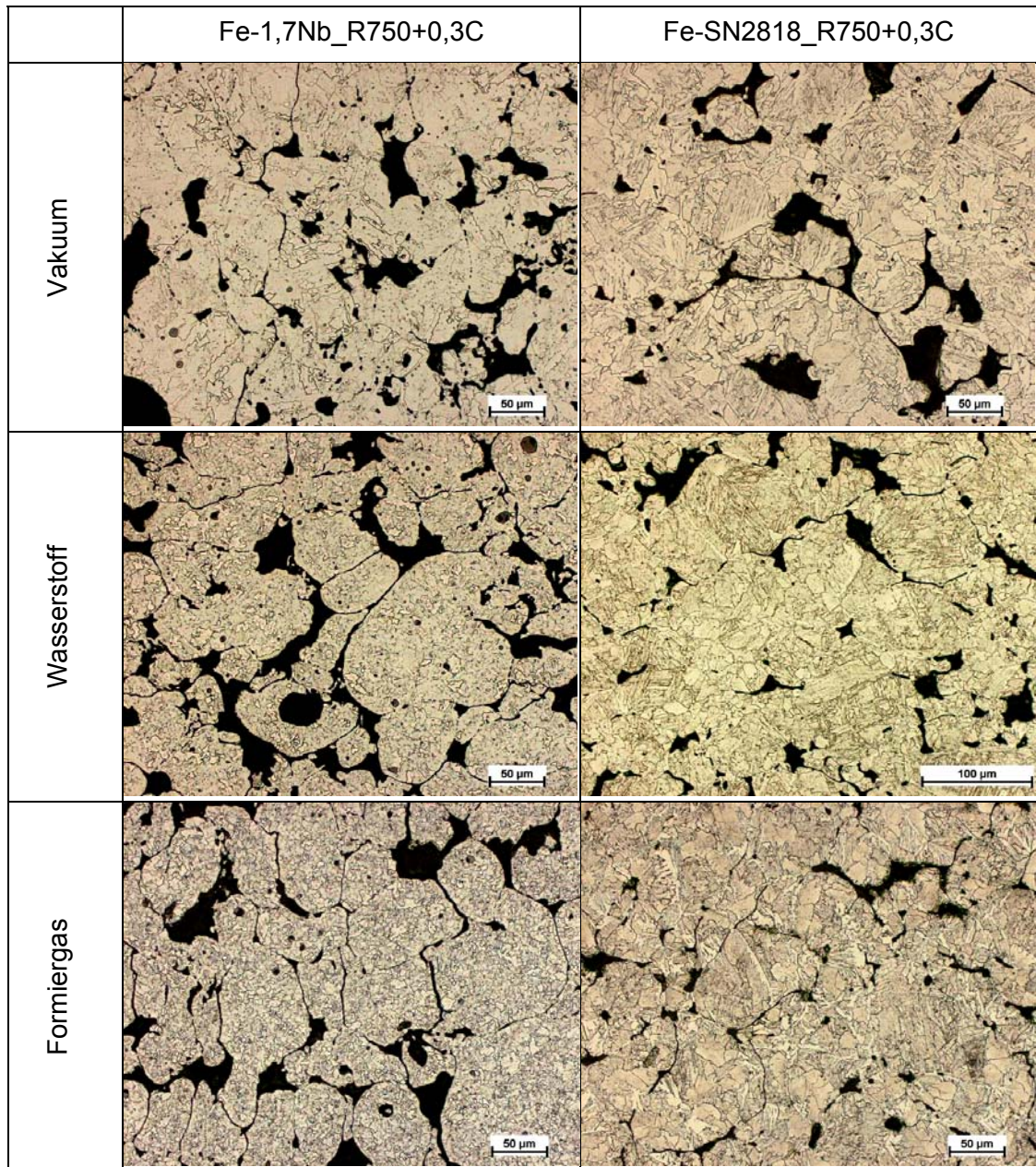


Abbildung 21: Gefüge der gesinterten und in Wasser abgeschreckten und bei 650°C angelassenen Proben

2.2 Wichtigste Positionen des zahlenmäßigen Nachweises

Die wesentlichen Positionen des Vorhabens bestanden in Personalkosten, welche jedoch trotz entsprechend qualifizierter Mitarbeiter aufgrund geringerer Gehaltsgruppen im Rahmen des Projektes nicht vollständig verbraucht wurden. Aus diesem Grund wurde eine Umwidmung geplanter Personalkosten (Pos. 0824) in Höhe von 50.000 € in Investitionen für Gegenstände über 410 / 400 € (Pos. 0850) vorgenommen. Die umgewidmeten Kosten wurden für das im Verbundprojekt dringend erforderliche Warmpress- und Kalibrierwerkzeug verwendet. Weitere Mittel für Material- und Verbrauchskosten wurden wie geplant verwendet. Die vorgesehenen Reisekosten, Mittel für Materialien und Technik der Thermoanalyse sowie Ofentechnik wurde ebenfalls wie beantragt eingesetzt.

2.3 Notwendigkeit und Angemessenheit der geleisteten Arbeit

Durch die starke gegenseitige Abhängigkeit der Partner im Wachstumskern mussten experimentell mehrere „Optimierungszyklen“ durchlaufen werden. Eine gute Teillösung bedeutet noch nicht die Garantie für einen Enderfolg. Die in dem Projekt verwirklichten Ansätze waren in weiten Teilen Neuland und damit mit einem hohen Risiko behaftet. Es bestanden reale, aber risiko-behaftete Chancen zur Lösung der gestellten Aufgaben. Insofern waren, für die Entwicklung des neuen Legierungskonzeptes die umfangreichen werkstoffwissenschaftlichen Untersuchungen erforderlich, die deutlich über eine einfache Werkstoffauswahl und –anpassung hinausgegangen sind. Weiterhin mussten für die optimierten Prozesse zur Dichteerhöhung ein neues Presswerkzeug entwickelt, und zahlreiche Versuche durchgeführt werden. Die geleisteten Arbeiten waren aus unserer Sicht deshalb notwendig und angemessen.

2.4 Verwertbarkeit des Ergebnisses im Sinne des fortgeschriebenen Verwertungsplans

Die Ergebnisse, die während der Förderungsperiode im Teilprojekt 2 erzielt wurden dienen der TU Dresden, Professur für Sinter- und Verbundwerkstoffe zu einer verstärkten Kompetenz auf dem Gebiet der Dichtesteigerung und Legierungsentwicklung von Präzisionsteilen aus Sinterstahl. Insbesondere sind in diesem Teilprojekt Verfahrensweisen entwickelt worden, die bis jetzt von noch keiner anderen Arbeitsgruppe genutzt werden. Dadurch konnte ein Wissensvorsprung erarbeitet werden, der zur Akquise neuer Projekte führen kann.

Sollte es den Industriepartnern gelingen, die bestehenden Fragestellungen zu lösen, so steht einer raschen Implementierung der Ergebnisse in die Industrie nichts entgegen.

2.5 Bekannt gewordener Fortschritts auf dem Gebiet des Vorhabens bei anderen Stellen

Die in einer umfangreichen Literatur-/Patentrecherche gefundenen Publikationen und Informationen wurden ausgewertet, und die Erkenntnisse wurden in die laufenden Arbeiten einbezogen. Weitere relevante F/E-Ergebnisse von Dritten liegen nicht vor.

2.6 Erfolgte oder geplante Veröffentlichungen des Ergebnisses

Es erfolgten bisher vier Veröffentlichungen wesentlicher Ergebnissen dieses Teilprojektes in:

C. Recknagel A. Marquardt, I. Langer, S. Müller, B. Kieback
Higher Densities of PM-Steels by Warm Secondary Compaction and Sizing,
Proceedings EuroPM 2011, Vol.3, 2011, 33 - 38

C. Recknagel A. Marquardt, I. Langer, S. Müller, B. Kieback
Alternative Prozessrouten zum Erreichen höherer Dichten von PM-Stählen
3. Thale PM Symposium, Thale, 19.10.2011

A. Marquardt, C. Recknagel, I. Langer, S. Müller, B. Kieback
Improved Mechanical Properties of Low Alloyed Sintered Steels through Fe –
Mn – Si Master Alloys
Proceedings EuroPM 2011, Vol. 1, 2011, 107 - 112

A. Marquardt, C. Recknagel, I. Langer, S. Müller, B. Kieback:
Neue Legierungskonzepte für PM-Stähle,
3. Thale PM Symposium, Thale, 19.10.2011

3 Kurzfassung

3.1 Derzeitiger Stand von Wissenschaft und Technik

Die Vorteile der Pulvermetallurgie wie hohe Materialausnutzung, die Möglichkeit zur Herstellung kompakter Bauteile mit komplexer Geometrie in großen Stückzahlen, mit hoher Präzision und geringen Kosten sind maßgebliche Faktoren im Wettbewerb mit alternativen Prozessrouten (Schmieden, Gießen, u. a.). Ein wesentliches Ziel der Entwicklungen der vergangenen Jahre ist stets die Steigerung der mechanischen Eigenschaften durch Verwendung alternativer Legierungselemente bzw. Herstellungsmethoden zum Erreichen höherer Bauteildichten.

Das Erhöhen der Temperatur beim Pressen führt zur Herabsetzung der Fließgrenze der Pulverpartikel und verringert damit den Widerstand gegen plastische Verformung während des Verdichtungsvorgangs. Dadurch können ohne Steigerung des Pressdruckes höhere Dichten erzielt werden.

Eine weitere bekannte Methode zum Erreichen höherer Dichtelevel ist das Doppelpressen/Doppelsinterverfahren. Während des Vorsinterns bei moderaten Temperaturen wird das Presshilfsmittel entfernt und gleichzeitig die beim Pressen induzierte Kaltverfestigung abgebaut. Dadurch ist eine weitere Verdichtung im zweiten Pressvorgang möglich.

Konventionell in der Pulvermetallurgie eingesetzte Legierungselemente sind bisher Ni, Mo, Cu und P. Diese Legierungselemente stellen geringe Anforderungen an die Sinteratmosphäre, sind jedoch sehr kostenintensiv. Die Grundidee des Legierungskonzeptes verfolgte den Einsatz kostengünstiger Legierungselemente in der Pulvermetallurgie. Diese Legierungselemente (Cr, Mn und Si) stellen jedoch aufgrund ihrer hohen Sauerstoffaffinität und im speziellen des hohen Dampfdruckes des Mangans erhöhte Anforderungen an die Sinteratmosphäre. Bislang wurden die Legierungselemente über binäre Mischungen dem System zugefügt, was ein Abdampfen der Legierungsbestandteile nicht verhindert. Die Idee hinter dem Einsatz der MA-Systeme ist, die Oxidationsempfindlichkeit sowie den Dampfdruck der einzelnen Komponenten zu senken und die genannten Elemente somit für die Pulvermetallurgie nutzbar zu machen.

3.2 Begründung/Zielsetzung der Untersuchungen

Aufgrund des starken Einflusses der Dichte und der Legierungsbestandteile auf die mechanischen Eigenschaften von Präzisionsteilen aus Sinterstahl, ist eine Untersuchung neuer Konzepte zur Erhöhung der Dichte und zum Einbringen kostengünstiger Legierungselemente von hohem Interesse. Durch Entwicklung innovativer Prozesse ist es möglich, dem Kostendruck durch Wettbewerber standzuhalten. Durch modifizierte Herstellungsrouten können deutliche Verbesserungen der Bauteildichte und damit der mechanischen

Eigenschaften erzielt werden, womit intensive Untersuchungen zur Dichtesteigerung im Rahmen des Projektes begründet sind. Kostengünstige Legierungselemente stellen in Bezug auf die Wettbewerbsfähigkeit einen wesentlichen Aspekt dar. In den vergangenen Jahren wurden zwar Untersuchungen im Labormaßstab zu Cr-, Mn- und Si-haltigen Sinterstählen durchgeführt, jedoch konnten sich diese aufgrund hoher Anforderungen an die Sintertechnik nicht kommerziell durchsetzen. Ziel des Projektes war es somit, geeignete Legierungstechniken zum Einsatz dieser Elemente zu entwickeln.

3.3 Methode

Für das Erreichen höherer Bauteildichten wurde sowohl das Verfahren des Einfachpressens/Einfachsinterns als auch des Doppelpressens/Doppelsinterns verfolgt. Für beide Herstellungsrouten wurde die Methode des Warmpressens angewendet. Der Einfluss des Erhörens der Temperatur wurde sowohl für den DP/DS- sowie den Kalibrierprozess untersucht. Für das Einbringen kostengünstiger Legierungsbestandteile wurde die Masteralloytechnik verwendet. Weiterhin wurden Untersuchungen zur Mirkolegierungstechnik durchgeführt. Außerdem wurden die Verfahren des Sinterhärtens, Abschreckens und Anlassens untersucht. Zusätzlich wurden durch den Projektpartner HEAT GmbH Oberflächenhärtungen durchgeführt.

3.4 Ergebnis

Die Arbeiten innerhalb des Projektes zeigen, dass sich durch Anwendung alternativer Herstellungsrouten erhebliche Verbesserungen der Dichtewerte und somit der mechanischen Eigenschaften ergeben. Welche Prozessroute zu bestmöglichen Eigenschaften führt, ist dabei abhängig von der jeweiligen Legierungszusammensetzung. Für alle Legierungen konnte eine Steigerung der Eigenschaften durch das Erhöhen des Press- und Kalibrierdruckes sowie der Press- und Sintertemperatur festgestellt werden. Weiterhin ist für das Erhöhen der Temperatur beim Pressvorgang auf 200 °C eine vergleichbare Steigerung der Dichte, Zugfestigkeit und Dehnung erkennbar, wie sie durch erhöhten Pressdruck von 600 MPa auf 800 MPa erreicht wird. Das Erhöhen der Kalibriertemperatur führt entgegen der Erwartungen zu keiner weiteren Eigenschaftsverbesserung. Mit Hilfe des Doppelpressen/Doppelsinterverfahrens kommt es v. a. in Verbindung mit erhöhter Temperatur im zweiten Pressvorgang zu einer deutlichen Steigerung der Dichte und damit der mechanischen Eigenschaften. Durch Kombination des DP/DS-Verfahrens mit erhöhter Sintertemperatur kann v. a. eine erhebliche Verbesserung der Dehnungswerte erzielt werden.

Es ist möglich, kostengünstige Legierungselemente wie Mn, Cr und Si mittels der Masteralloytechnik für die Pulvermetallurgie nutzbar zu machen. Der Einsatz von MA-Systemen führt bei Verwendung einer geeigneten Sinteratmosphäre zur schnellen Homogenisierung der Legierungsbestandteile. Weiterhin wurde festgestellt, dass ein Abdampfen der Legierungsträger durch den Einsatz von MA-Systemen reduziert werden konnte. Dadurch war es möglich, die mechanischen Eigenschaften deutlich zu steigern.

3.5 Schlussfolgerungen/Anwendungsmöglichkeiten

Durch die Untersuchungen innerhalb des Verbundprojektes konnten nachhaltige Erkenntnisse auf dem Gebiet der Legierungstechnik sowie der Methodik alternativer Prozessrouten zum Erreichen hoher Dichten von Sinterstählen gewonnen werden. Die Ergebnisse zeigen, dass durch Anwendung erhöhter Temperaturen beim EP/ES sowie im zweiten Pressvorgang beim DP/DS deutliche Steigerungen der Dichte und der mechanischen Eigenschaften möglich sind. Eine verbindliche Aussage, welche Prozessroute zu maximalen Eigenschaften führt, ist nicht möglich. Eine Entscheidung bezüglich des optimalen Herstellungsverfahrens ist für jede Legierung spezifisch in Abhängigkeit der Legierungselemente bzw. -gehalte, den Eigenschaftsanforderungen und der Wirtschaftlichkeit zu treffen.

Durch Anwendung der im Projekt genutzten Verfahren sind für alle untersuchten Legierungen beachtliche Eigenschaftsverbesserungen erreichbar, wodurch sich entsprechend neue Einsatzmöglichkeiten ergeben können.

Gleichzeitig konnte das Wissen über die Verwendung kostengünstiger Legierungselemente in der Pulvermetallurgie ausgebaut werden. Die Legierungselemente Cr, Mn und Si konnten durch entsprechende Legierungstechnik erfolgreich in den Sinterstahl eingebracht und geforderte Eigenschaften erzielt werden.

Aus dem Projekt kann geschlussfolgert werden, dass eine Entwicklung zur Umsetzung der im Projekt untersuchten Dichte- und Legierungskonzepte großes Potential für die Herstellung von Sinterstahlbauteilen im Wettbewerb mit alternativen Herstellungsrouten bietet.

4 Literatur

- [1] K. Dollmeier, S. H. Luk, K. S. Narasimhan, Moderne Pulver für die Sintertechnik, Pulvermetallurgie in Wissenschaft und Praxis Bd. 19, 2003, S. 235-242
- [2] F. J. Hanejko, High Performance Single-Press/Single-sinter Processing, Int.J.Powder Metall, 2005, Vol. 41/5, S. 37-44
- [3] A. Simchi, G. Veltl, Behaviour of Metal Powders During Cold and Warm Compaction, Powder Metallurgy, 2006, Vol. 43/3, S. 281-28
- [4] J. Tengzelius, Höhere Dichten durch Warmpressen, Pulvermetallurgie in Wissenschaft und Praxis Bd. 11, 1995, S. 137-158
- [5] Höganäs Handbook, Vol. 4: Warm Compaction, Höganäs AB, Höganäs, Sweden, 1998
- [6] U. Engström, S. Berg, S. Bengtsson, Verarbeitung stark pressbarer Metallpulver zu hochwertigen PM-Materialien, Pulvermetallurgie in Wissenschaft und Praxis Bd. 23, 2007, S. 31-51
- [7] M.M. Rahman, A.K. Ariffin, S.S.M. Nor, H.Y. Rahman, Powder material parameters establishment through warm forming route, Materials and Design 32 (2011) 264–271
- [8] G. F. Bocchini, Warm compaction of metal powders: why it works, why it requires a sophisticated engineering approach, Powder Metallurgy, 1999, Vol. 42, No. 2, 171-180
- [9] S. Cao, B. Huang, X. Qu, J. Yi, Densification Mechanism of Warm and Powder Mixture Designing Rules, J. Cent. South Univ. Technol., Vol. 7, No. 1, 2000
- [10] James et al., US Patent, 5080712: Optimized Double Press-Double Sinter Powder Metallurgy Method, 1992
- [11] I. W. Donaldson, M. L. Marucci, Properties of High Density Diffusion Bonded Alloys, EURO PM2004 Powder Metallurgy World Congress, 2004, Proceedings EPMA Vol. 3, S. 267-274, Vienna, Austria
- [12] D. Milligan, A. Marcotte, J. Lingenfelter, B. Johansson, Materials Properties Of Heat Treated Double Pressed/Sintered P/M Steels In Comparison To Warm Compacted/Sinter Hardened Materials, PM²TEC 2002, Advances In Powder Metallurgy And Particulate Materials, Vol. 4, 130-137, Orlando, USA
- [13] P. Quadbeck et al., In-Situ Monitoring of Gas Atmospheres During Debinding and Sintering of PM Steel Components, PM2010 World Congress, 2010, Proceedings EPMA Vol.2, S. 239-245, Florence, Italy
- [14] H. Danninger et al., New Alloying Systems for Ferrous Powder Metallurgy Precision Parts, Science of Sintering, Vol. 40, S. 33-46, 2008
- [15] A. Šalák, Powder Metall. Int., vol. 18 (1986), Nr. 4; S.: 266-270
- [16] A. Šalák, M. Selecká, R. Burec, Powder Metall. Progress, Vol.1 (2001), Nr. 1, S.: 41-57
- [17] M. Selecká, A. Šalák, Powder Metall. Progress, Vol.8 (2008), Nr. 1, S.: 7-23
- [18] E. Hryha, L. Nyborg, E. Dudrova, S. Bengtsson, World PM 2010, vol 3, S: 87-94

- [19] E. Hryha, E. Dudrova, T. Mizutani, Application of Thermodynamics to biological and materials science, Kapitel 22: "The sintering behaviour of Fe-Mn-C powder system, correlation between thermodynamics and sintering process, Manganese distribution and microstructure
- [20] E. Hryha, L. Nyborg, Euro PM 2011, vol 1, S.95-101
- [21] A.N. Klein, R. Oberacker, F. Thümmeler, Powder Metall. Int., vol 17 (1985), nr 2, S: 71-74
- [22] A.N. Klein, R. Oberacker, F. Thümmeler, Powder Metall. Int, vol 17 (1985), Nr 1 S:13-16
- [23] Z. Zhang, R. Sanström, Journal of alloys and Compounds 363 (2004) S. 194-202
- [24] Z. Zang, K. Frisk, A. Salwén, R. Sandström, Powder Metall., vol 47 (2004), nr3, S: 239-245
- [25] P. Beiss, Materials properties of Atomet 4401 with 12.5% Melt 11 and 0.5% C, Report Nr. 656, Institut für Materialwissenschaft, RWTH Aachen, 2005
- [26] P. Beiss, R. Wassenberg, Proc. Euro PM 2005, PM Low Alloy Steel II, S.: 143-149
- [27] R. Oro, M. Campos, A.R. Garcia-Cebadera, J.M Torralba, World PM 2010, vol. 2, S.: 321- 330
- [28] H. Danninger, R. Pöttschacher, S. Bradac, A. Šalák, J. Seyrkammer, Powder Metallurgy, vol 48 (2005), Nr. 1, S.: 23-32
- [29] Firma Eisenmann URL: <http://www.eisenmann.com/de/produkte-und-services/process-and-high-temperature-technology/hochtemperatur-und-atmosphaerenoefen/ofentypen.html>, (abgerufen am 15.02.2012)
- [30] Bundesministerium für Bildung und Forschung - Referat 114 „Regionale Innovationsinitiativen; Neue Länder“, URL: <http://www.unternehmen-region.de/de/3606.php> (abgerufen am 06.05.2011)
- [31] B. Kieback, Beitrag zur Untersuchung der Vorgänge beim Sintern von Presskörpern aus eisenreichen Eisen-Titan-Pulvermischungen und der Herstellung und Eigenschaften titanlegierter Sinterstähle, Dissertation, Technischen Universität Dresden, 1982
- [32] R. Oberacker et al., Niobium-Microalloyed Sintered Steels Manufacturing Methods and Properties, Horizons of Powder Metallurgy, Part 2, S. 1027-1030, 1986
- [33] R. Oberacker et al., Possible Applications of Micro-Alloying Techniques in the Production of Sintered Steel Parts, Powder Metallurgy International, Vol. 20, S. 53-58, 1988
- [34] R. Oberacker, Untersuchungen zum Einsatz der Mikrolegierungstechnik bei der Herstellung von Sinterstahl-Formteilen, Dissertation, Universität (TH) Karlsruhe, KfK 4481, Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, 1988
- [35] R. Oberacker et al., Microalloying: a Suitable Method for the Production of Low Alloyed High Strength PM Steels?, Metal Powder Report, Vol. 44, S. 120-124, 1989
- [36] R. Oberacker, Conventional and New Alloy Systems for Highly Solid Sintered Steels: Aspects on Fundamental Principles and Practical Application, Powder Metallurgy International, Vol. 22, S. 54-60, 1990

- [37] A. Kobylanski et al., Obtained micro-alloyed steels by means of powder metallurgy, Proceedings of Powder Metallurgy World Congress PM '94, Vol. 2, S. 923-926, 1994
- [38] M. Orban et al., A Comparative Study of the Possibilities of B, Nb, Ti and V Using as Microalloying Elements in PM Steels Strengthening, Metal Matrix Composites and Metallic Foams - EUROMAT 99, Vol 5, S. 248-251, Wiley-VCH Verlag, 2000
- [39] M. Orban et al., Some Aspects of the Structural Sintered Steels of an Increased Mechanical Resistance Obtained by Microalloying, Proceedings of Euro PM2001, Vol. 1, S. 304-309, 2001
- [40] M. Orban, Sintered Structural Steels Microalloyed with Niobium and Titanium, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials - 2002, Part 6, 2002
- [41] M. Orban, Vanadium Using As Microalloying Element In Sintered Structural Steels, Proceedings of Euro PM2003, Vol. 1, S. 399-404, 2003
- [42] M. Orban, Dissertation, Technical University of Cluj-Napoca, 2003
- [43] M. Orban et al., Use of microalloying to increase mechanical properties of sintered structural steels, Metal Powder Report, Vol. 58, S. 36, 2003
- [44] M. Orban et al., Sintered Structural Cu-Ni-Mo-C Low Alloyed Steels with Small Niobium Additions, Materials Science Forum, Vol. 534-536, S. 725-728, 2007
- [45] M. Orban et al., Sintered Structural Steels Low Alloyed with Cu, Ni, Mo and V, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials - 2008, Vol. 3, Part 7, 2008
- [46] R. L. Orban et al., On the Influence of Some Carbide/Nitride Forming Elements, Added in Small Proportions, in Sintered Structural Steels, Powder Metallurgy Progress, Vol. 8, S. 173-182, 2008
- [47] L. Fuentes-Pacheco et al., Improvement of Sintered Steels Properties by Microalloying and Grain Size Decrease, Proceedings of Euro PM2009, Vol. 1, S. 29-34, 2009
- [48] C. T. Schade et al., Processing and Properties of a Dual Phase PM Steel, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials - 2010, Vol. 1, Part 7, 2010
- [49] C. T. Schade et al., Microstructure and Mechanical Properties of Microalloyed PM Steels, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials - 2011, Vol. 2, Part 7, 2011
- [50] J. R. Davis, Alloying - Understanding the basics, 1. Auflage, S. 193-209, ASM International, 2001
- [51] H. Berns, W. Theisen, Eisenwerkstoffe - Stahl und Gusseisen, 4. Auflage, S. 165-168, Springer-Verlag, 2008
- [52] H. Schumann, H. Oettel, Metallografie, 14. Auflage, S. 665-684, Wiley-VCH Verlag, 2005
- [53] P. Schwaab, Atlas of Precipitates in Steels, 1. Auflage, S. 101-117, Verlag Stahleisen, 2003
- [54] L. Meyer, Umwandlung, Ausscheidung und Rekristallisation in mikrolegierten schweißbaren Stählen, Grundlagen der Wärmebehandlung von Stahl (Umwandlung, Ausscheidung und Rekristallisation) - Berichte, gehalten im Kontaktstudium Werkstoffkunde Eisen und Stahl II, S. 173-186, Verlag Stahleisen, 1976
- [55] L. Schultz, J. Freudenberger, Physikalische Werkstoffeigenschaften, S. 211-221

- [56] S. Zajac, Precipitation of Microalloy Carbo-nitrides Prior, During and After γ/α Transformation, Materials Science Forum, Vol. 500-501, S. 75-86, 2005
- [57] C. Klinkenberg, Niobium in Microalloyed Structural and Engineering Steels, Materials Science Forum, Vol. 539-543, S. 4261-4266, 2007
- [58] University of Cambridge, The interactive Ellingham diagram
URL: http://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/ellingham_diagrams/interactive.php
(abgerufen am 17.05.2011)
- [59] K. Hulka et al., Application of Niobium in Quenched and Tempered High-Strength Steels, Materials Science Forum, Vol. 500-501, S. 519-526, 2005
- [60] W. Schatt, K.-P. Wieters, B. Kieback, Pulvermetallurgie - Technologien und Werkstoffe, 2. Auflage, S. 12-19, 53-65, Springer-Verlag, 2007
- [61] E. Hryha et al., Study of Reduction/Oxidation Processes in Cr-Mo-Prealloyed Steels During Sintering by Continuous Atmosphere Monitoring, Powder Metallurgy Progress, Vol. 7, S. 181-197, 2007
- [62] D. Chasoglou et al., Methodology for Evaluating the Oxide Distribution in Water Atomized Steel Powder, Proceedings of Euro PM2009, Vol. 2, S. 181-186, 2009
- [63] T. Nishida, M. Yamamiya - Nippon Steel Corp., Iron-silicon alloy powder magnetic cores and method of manufacturing the same, Europäische Patentschrift, Veröffentlichungsnummer EP0383035, 1990
- [64] G. Bockstiegel, Höganäs Handbuch für Sinterformteile, Höganäs AB, 1998
- [65] H. Karlsson et al., Surface Product Formation on Chromium Alloyed Steel Powder particles, Proceedings of Euro PM2001, Vol. 1, S. 22-27, 2001
- [66] H. Karlsson et al., Surface Reactions During Fabrication and Sintering of 410L Stainless Steel Powder, Powder Metallurgy Progress, Vol. 5, S. 220-233, 2005
- [67] H. Karlsson et al., Surface chemical analysis of prealloyed water atomised steel powder, Powder Metallurgy, Vol. 48, S. 51-58, 2005
- [68] D. Chasoglou et al., Oxide Distribution in Prealloyed Water Atomized Steel Powder, Proceedings of World PM2010, Vol. 1, S. 61-69, 2010
- [69] D. Chasoglou et al., Evaluation of Surface Characteristics of Prealloyed Cr-Mo-steel Powder, XXV Panhellenic Conference on Solid State Physics and Materials Science, S. 267-268, 2009
- [70] E. Hryha et al., Surface Analysis of Prealloyed with Manganese Steel Powder, Proceedings of Euro PM2009, Vol. 2, S. 169-174, 2009
- [71] E. Hryha et al., Surface composition of the steel powders pre-alloyed with manganese, Applied Surface Science, Vol. 256, S. 3946-3961, 2010
- [72] E. Hryha et al., Surface Analysis of Prealloyed Steel Powders: Qualitative and Quantitative Aspects, Proceedings of World PM2010, Vol. 1, S. 25-32, 2010
- [73] E. Hryha et al., Oxide Transformation During Sintering Of Prealloyed Water Atomized Steel Powder, Proceedings of World PM2010, Vol. 2, S. 268-275, 2010

- [74] O. Bergman, Studies of Oxide Reduction and Nitrogen Uptake in Sintering of Chromium-alloyed Steel Powder, Lizentiatsarbeit, KTH Industrial Engineering and Management, 2008
- [75] O. Bergman et al., Analysis of Oxide Reduction during Sintering of Cr-alloyed Steel Powder through Photoacoustic Spectroscopy Measurements, Proceedings of Euro PM2009, Vol. 3, S. 239-244, 2009
- [76] H. Danninger et al., Oxygen Removal during Sintering of Steels Prepared from Cr-Mo and Mo-Prealloyed Powders, Materials Science Forum, Vol. 534-536, S. 577-580, 2007
- [77] D. B. Goldman et al., Reduction of Oxides by Treatment in Hydrogen of Type 410L Stainless Steel Powder, Materials Science and Engineering, Vol. 72, S. 191-198, 1985
- [78] D. Chasoglou et al., Effect of Sintering Atmosphere on the Transformation of Surface Oxides during the Sintering of Chromium Alloyed Steel, Powder Metallurgy Progress, Vol. 9, S. 141-155, 2009
- [79] D. Chasoglou et al., Surface Interactions During Sintering of Chromium-alloyed PM Steels in Different Atmospheres, Proceedings of World PM2010, Vol. 2, S. 3-12, 2010
- [80] R. Dieckmann, Phasen und Gleichgewichte im System Eisen-Sauerstoff, Metallurgie Teil I - Eisenerzeugung, Vol. 1, S. 1-40, Verlag Stahleisen, 1982
- [81] K. T. Jacob et al., Thermodynamic Properties of Niobium Oxides, Journal of Chemical & Engineering Data, Vol. 55, S. 4854-4863, 2010
- [82] M. Norell et al., Thickness Determination of Surface Oxides on Metal Powder by AES Depth Profiling, Surface and Interface Analysis, Vol. 19, S. 71-76, 1992
- [83] F. Sánchez et al., Relationship between particle size and manufacturing processing and sintered characteristics of iron powders, Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales, Vol. 23, S. 35-40, 2003
- [84] A. Schreiber, Ermittlung der Texturabhängigkeit elektrochemischer Eigenschaften von Eisen mit orts aufgelösten Methoden, Dissertation, Heinrich-Heine-Universität Düsseldorf, S. 11, 2005
- [85] A. Pelz et al., Einsatz von wasserverdünnten Pulvern zum Auftragschweißen und Thermischen Spritzen, Beitrag der Corodur Verschleiß-Schutz GmbH auf der 6. Fachtagung Verschleißschutz von Bauteilen durch Auftragschweißen, 2006
- [86] C. P. Reip et al., High strength microalloyed CMn(V-Nb-Ti) and CMn(V-Nb) pipeline steels processed through CSP thin-slab technology: Microstructure, precipitation and mechanical properties, Materials Science and Engineering A, Vol. 424, S. 307-317, 2006
- [87] P. Greil, Ceramic composite bodies and process for their production, Europäische Patentschrift, Veröffentlichungsnummer EP0412428, 1991
- [88] U. Dilthey, Schweißtechnische Fertigungsverfahren 2 - Verhalten der Werkstoffe beim Schweißen, 3. Auflage, S. 29-32, Springer-Verlag, 2005
- [89] V. Läßle, Wärmebehandlung des Stahls - Grundlagen, Verfahren und Werkstoffe, 8. Auflage, S. 114-115, Verlag Europa-Lehrmittel, 2003
- [90] A. Salak, Ferrous Powder Metallurgy, S. 204-208, 219-221, 235-237, 227-229, 200, Cambridge International Science Publishing, 1995

5 Tabellenverzeichnis

Tabelle 1:	chemische Zusammensetzung der Legierungen A- C	8
Tabelle 2:	chemische Zusammensetzung der Legierungen D - G	8
Tabelle 3:	Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen Astaloy CrL (A) und Astaloy CrL + 0,5 C (B) nach dem EP/ES ohne Kalibrieren für unterschiedliche Pressdrücke und Sintertemperaturen	12
Tabelle 4:	Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen Astaloy CrL (A) und Astaloy CrL + 0,5 C (B) nach dem EP/ES mit Kalibrieren für unterschiedliche Prozessparameter	13
Tabelle 5:	Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen Astaloy CrL (A) und Astaloy CrL + 0,5 C (B) nach dem DP/DS für unterschiedliche Prozessparameter (1. P.: erstes Pressen, 1. S.: Vorsintern, 2. P.: zweites Pressen, 2. S.: Sintern)	14
Tabelle 6:	Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen Astaloy CrM + 2 % Cu, 1,5 % Mn, 0,3 % C (C) nach dem EP/ES mit Kalibrieren für unterschiedliche Prozessparameter	17
Tabelle 7:	Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen Astaloy CrM + 2 % Cu, 1,5 % Mn, 0,3 % C (C) nach dem EP/ES ohne Kalibrieren für unterschiedliche Prozessparameter	17
Tabelle 8:	Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen Astaloy CrM + 2 % Cu, 1,5 % Mn, 0,3 % C (C) nach dem DP/DS ohne Kalibrieren für unterschiedliche Prozessparameter	18
Tabelle 9:	Mögliche Masteralloysysteme	20
Tabelle 10:	Erzielte Sauerstoffgehalte und Liquidustemperaturen der MA-Systeme	22
Tabelle 11:	Chemische Zusammensetzung der untersuchten Sinterstähle	22
Tabelle 12:	Härtewerte HV10 einer Legierung mit 0.X%C, 1.37%Mn, 0.69%Si	23
Tabelle 13:	Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen (D) und (E) nach dem EP/ES (Pressen bei RT) in Abhängigkeit vom Pressdruck und der Sintertemperatur (Pr. = Pressen, Si. = Sintern)	31
Tabelle 14:	Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen (F) und (G) nach dem EP/ES (Pressen bei RT) in Abhängigkeit vom Pressdruck und der Sintertemperatur (Pr. = Pressen, Si. = Sintern)	31
Tabelle 15:	Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen (D) und (E) nach dem EP/ES (Warmpressen bei 200 °C) in Abhängigkeit vom Pressdruck und der Sintertemperatur	32
Tabelle 16:	Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen (F) und (G) nach dem EP/ES (Warmpressen bei 200 °C) in Abhängigkeit vom Pressdruck und der Sintertemperatur	32
Tabelle 17:	Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen (D) und (E) nach dem DP/DS für ausgewählte Prozessparameter (1.P.= 1. Pressen, 1. S.= 1. Sintern, 2. P.= 2. Pressen, 2. S.= 2. Sintern)	33
Tabelle 18:	Dichte, Zugfestigkeit R_m und Dehnung A der Legierungen (F) und (G) nach dem DP/DS für ausgewählte Prozessparameter (1.P.= 1. Pressen, 1. S.= 1. Sintern, 2. P.= 2. Pressen, 2. S.= 2. Sintern)	33
Tabelle 13:	Niobgehalt der drei wasserverdünsten Pulver	35

Tabelle 14: O-, C- und N Gehalt für verschiedene Pulverfraktionen (Lieferzustand mit $x < 160 \mu\text{m}$	36
Tabelle 15: O-Gehalt der bei verschiedenen Temperaturen unter H_2 reduzierten Pulverproben	36
Tabelle 16: O- und C Gehalt der bei verschiedenen Temperaturen vakuumreduzierten Pulverproben	37
Tabelle 17: O Gehalt der verschieden behandelten Pulverproben und maximale Niobabbindung	38

6 Abbildungsverzeichnis

Abbildung 1:	Versuchsplan Einfachpressen/Einfachsintern	7
Abbildung 2:	Warmpresswerkzeug	1
Abbildung 3:	Versuchsplan Doppelpressen/Doppelsintern	11
Abbildung 4:	Mechanische Eigenschaften eines AHC Grundpulver, gemischt mit unterschiedlichen MA-Systemen, gesintert bei 1250°C	21
Abbildung 5:	Mechanische Eigenschaften AHC 1140°C	24
Abbildung 6:	Verbleibendes Fe-Skelett in Sinterprobe	25
Abbildung 7:	Aufgelöstes Fe-Skelett	25
Abbildung 8:	Mechanische Eigenschaften AHC 1250°C	26
Abbildung 9:	Nicht geschmolzenes MA Partikel	27
Abbildung 10:	Überreste der flüssigen MA-Partikel	27
Abbildung 11:	Bereits bei 1140°C geschmolzene MA-Partikel	27
Abbildung 12:	Überreste der MA-Partikel	27
Abbildung 13:	Wasserverdüstete MA-Partikel, angereichert an MnS und SiO ₂	27
Abbildung 14:	Wasserverdüstetes MA, angereichert an MnS	27
Abbildung 15:	Darstellung eines modularen Rollen Ofen [16]	28
Abbildung 16:	Mechanische Eigenschaften wärmebehandelter Sinterstähle mit 0,3%C T _{sint} : 1250 °C	29
Abbildung 17:	Mechanische Eigenschaften wärmebehandelter Sinterstähle mit 0,6%C T _{sint} : 1250 °C	30
Abbildung 18:	Gefüge der gesinterten und im Ofen abgekühlten Sinterstahlproben	40
Abbildung 19:	Gefüge der gesinterten und in Wasser abgeschreckten Sinterstahlproben	42
Abbildung 20:	Beim Anlassen sichtbar gewordenen Eisencarbide in einer Niob-freien Vergleichsprobe	43
Abbildung 21:	Gefüge der gesinterten und in Wasser abgeschreckten und bei 650°C angelassenen Proben	45