

KfK 3874
März 1985

**Über ein neues Verfahren zur
Herstellung von Formteilen mit
komplexer Geometrie und
gleichmäßiger Dichteverteilung
aus Sinterwerkstoffen unter
Verwendung von Vorformkörpern**

B. Schelb
Institut für Material- und Festkörperforschung

Kernforschungszentrum Karlsruhe

KERNFORSCHUNGSZENTRUM KARLSRUHE

Institut für Material- und Festkörperforschung

KfK 3874

Über ein neues Verfahren zur Herstellung von Formteilen
mit komplexer Geometrie und gleichmäßiger Dichte-
verteilung aus Sinterwerkstoffen unter Verwendung
von Vorformkörpern*

Bernhard Schelb

* von der Fakultät für Maschinenbau der Universi-
tät Karlsruhe (TH) genehmigte Dissertation

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH, Karlsruhe

Als Manuskript vervielfältigt
Für diesen Bericht behalten wir uns alle Rechte vor

Kernforschungszentrum Karlsruhe GmbH
ISSN 0303-4003

A b s t r a c t

Schelb, Bernhard

ÜBER EIN NEUES VERFAHREN ZUR HERSTELLUNG VON FORMTEILEN MIT KOMPLEXER GEOMETRIE UND GLEICHMÄSSIGER DICHTEVERTEILUNG AUS SINTERWERKSTOFFEN UNTER VERWENDUNG VON VORFORMKÖRPERN

Es wird ein pulvermetallurgisches Formgebungsverfahren vorgestellt, welches die Herstellung von Formkörpern komplexer Geometrie gestattet, wie sie in der konventionellen Preßtechnik nicht möglich sind. Das Verfahren basiert auf der Verwendung einer Kernformmaschine, die zur Herstellung von Vorformkörpern verwendet wird, welche in Preßrichtung an jedem Querschnitt die für das endgültige Bauteil notwendige Pulvermenge aufweisen. Zur Herstellung dieser Vorformkörper wird billiges unreduziertes Eisenpulver eingesetzt.

Der Vorformkörper wird einer Reduktionsbehandlung unterzogen und anschließend in einem einfachen Preßwerkzeug auf seine endgültigen Maße verdichtet. Im weiteren werden die verdichteten Formkörper wie konventionelle Pulverpreßlinge behandelt.

Es zeigt sich, daß die Dichtestreuungen in einem komplexen Bauteil ohne besonderen Aufwand auf 20 % der bei konventioneller Preßtechnik erhaltenen Dichteunterschiede eingeengt werden können.

Die Verdichtbarkeit der Vorformkörper und die physikalischen Eigenschaften der fertig gesinterten Bauteile hängen in hohem Maße von der Wahl der richtigen Reduktionsbedingungen ab. Bei richtiger Führung des Reduktionsprozesses sind die Werkstoffeigenschaften der fertigen Bauteile denen konventionell gefertigter gleicher Werkstoffzusammensetzung gleichwertig und übertreffen diese teilweise.

Unter wirtschaftlichen Gesichtspunkten ist das Verfahren geeignet, bisher konventionell hergestellte Bauteile zu ersetzen, wenn durch die Verwendung eines Vorformkörpers spanende Endbearbeitung eingespart werden kann.

A b s t r a c t

Schelb, Bernhard

A NEW METHOD TO PRODUCE STRUCTURAL PARTS OF COMPLEX GEOMETRY AND UNIC DENSITY FROM SINTERED MATERIALS UNDER USE OF POWDER-PREFORMS

A new P/M - process is introduced, which allows the production of structural parts with complex geometry, as they are not possible in conventional P/M - pressing - technic. The process is based on the use of a core - moulding - machine, which is used to produce powder - preforms. Each cross - section of these preforms has the powder - filling, which is necessary for the final part. For the production of these preforms a cheap non - reduced, as - atomized iron - powder is used.

The preform will be reduced and afterwards densified to its final dimensions in a simple pressing - tool. The following production - steps are equal to those of conventional P/M technic.

It is shown that the density - distribution in a complex part is much better than under use of conventional PM, especially when very simple pressing - tools are used to densify the preforms.

The choice of the correct reduction - conditions has a great influence on the compressability of the preforms as well as to the physical properties of the pressed and sintered parts. If the reduction - process is correctly controlled, the properties of the final parts are equal or better than those of the same material, made by conventional P/M - process.

Under the economic point of view, it is possible to produce P/M - parts cheaper than conventionally, especially when machining will be saved.

<u>Inhalt</u>	<u>Seite</u>
<u>1. Einleitung und Aufgabenstellung</u>	5
<u>2. Das ZS - Verfahren, ein neues pulvermetallur-</u> <u>gisches Formgebungsverfahren</u>	11
2.1. <u>Über die Vorteile von Vorformkörpern</u>	11
2.2. <u>Die Herstellung von Vorformkörpern</u>	17
2.2.1. Das Loose-Pack-Verfahren	17
2.2.2. Das ZS - Formgebungsverfahren	18
2.2.2.1. Mischen	19
2.2.2.2. Formen	20
2.2.2.3. Reduzieren	21
2.2.2.4. Nachverdichten, Sintern, Endbearbeitung	22
2.2.2.5. Zur Chemie des organischen Binders	23
<u>3. Versuchsdurchführung</u>	24
<u>3.1. Charakterisierung der verwendeten Pulver</u>	24
3.1.1. Chemische Analyse	24
3.1.2. Physikalische Pulverkenndaten	25
3.1.3. Abschätzung der mittleren Eisenoxid - Schicht- dicke	28
3.1.4. Teilchencharakterisierung	31
<u>3.2. Vorformkörper für die Versuchsdurchführung</u>	35
3.2.1. Herstellung der Vorformkörper	35
3.2.2. Sauerstoffgehalt und Kohlenstoffgehalt der Pul- ver - Binder - Mischung	37
3.2.3. Mikroskopische Betrachtung der ausgehärteten Pulver - Binder - Mischung mit "Eltrix-400"	38
<u>3.3. Vergleich der Dichteverteilung in Preßkörpern</u> <u>aus losem Pulver und aus Vorformkörpern</u>	41
3.3.1. Geometrie des Probekörpers	41
3.3.2. Rechnerische Dichteverteilung in einem Preßkör- per aus losem Pulver	42
3.3.3. Reale Dichteverteilung in den Prüfkörpern	45

3.3.3.1.	Reale Dichteverteilung bei Verwendung von losem Pulver	46
3.3.3.2.	Reale Dichteverteilung bei Verwendung von Vorformkörpern	49
3.3.3.3.	Die Unterschiede der Pulverbewegungen bei der Verdichtung von loseem Pulver und von Vorform- körpern	52
3.4.	<u>Das Reduktionsverhalten des phenolharzgebun- denen Eisenrohpulvers "Eltrix-400"</u>	55
3.4.1.	Visuelle Prüfung der Proben	56
3.4.2.	Sauerstoff- und Kohlenstoffgehalt	58
3.4.3.	Spezifische Oberfläche	62
3.4.4.	Elektronenmikroskopische und lichtmikroskopi- sche Untersuchung	65
3.4.5.	Der Reduktionsprozeß in Abhängigkeit von der Reduktionszeit	69
3.5.	<u>Der Einfluß der Reduktionsbedingungen auf die Verdichtbarkeit der ZS - Vorformkörper</u>	73
3.5.1.	Einfluß der Reduktionstemperatur auf das Ver- dichtungsverhalten von ZS - Vorformkörpern	75
3.5.1.1.	Einfachsintertechnik	75
3.5.1.2.	Zweifachsintertechnik	77
3.5.2.	Einfluß der Reduktionszeit auf das Verdich- tungsverhalten der ZS - Vorformkörper	80
3.5.2.1.	Einfachsintertechnik	80
3.5.2.2.	Zweifachsintertechnik	81
3.5.3.	Einfluß des Schutzgasverbrauches auf die Ver- dichtungseigenschaften von ZS-Vorformkörpern	83
3.5.3.1.	Einfachsintertechnik	83
3.5.3.2.	Zweifachsintertechnik	84
3.5.4.	Einfluß der Ofenbeladung auf das Verdichtungs- verhalten von ZS - Vorformkörpern	85
3.5.4.1.	Einfachsintertechnik	85
3.5.4.2.	Zweifachsintertechnik	86

3.6.	<u>Einfluß der Reduktionsbedingungen auf das Schwindungsverhalten von ZS - Vorformkörpern</u>	87
3.7.	<u>Der Einfluß der Reduktionsbedingungen auf die physikalischen Werkstoffeigenschaften aus ZS - Vorformkörpern hergestellter Sinter- werkstoffe</u>	89
3.7.1.	Einfluß der Reduktionstemperatur auf die phy- sikalischen Werkstoffeigenschaften	90
3.7.1.1.	Einfachsintertechnik	90
3.7.1.1.1.	Zugfestigkeit	90
3.7.1.1.2.	0,1 % Dehngrenze	93
3.7.1.1.3.	Bruchdehnung	94
3.7.1.1.4.	Elastizitätsmodul	94
3.7.1.1.5.	Härte	95
3.7.1.2.	Zweifachsintertechnik	96
3.7.1.2.1.	Zugfestigkeit	96
3.7.1.2.2.	0,1 % Dehngrenze	99
3.7.1.2.3.	Bruchdehnung	99
3.7.1.2.4.	Elastizitätsmodul	100
3.7.1.2.5.	Härte	100
3.7.2.	Einfluß der Reduktionszeit auf die physika- lischen Werkstoffeigenschaften	101
3.7.2.1.	Einfachsintertechnik	101
3.7.2.1.1.	Zugfestigkeit	101
3.7.2.1.2.	0,1 % Dehngrenze	103
3.7.2.1.3.	Bruchdehnung	103
3.7.2.1.4.	Elastizitätsmodul	103
3.7.2.1.5.	Härte	104
3.7.2.2.	Zweifachsintertechnik	104
3.7.2.2.1.	Zugfestigkeit	104
3.7.2.2.2.	0,1 % Dehngrenze	106
3.7.2.2.3.	Bruchdehnung	106
3.7.2.2.4.	Elastizitätsmodul	106
3.7.2.2.5.	Härte	106

3.7.3.	Einfluß des Schutzgasverbrauches auf die physikalischen Werkstoffeigenschaften	107
3.7.3.1.	Einfachsintertechnik	107
3.7.3.2.	Zweifachsintertechnik	109
3.7.4.	Einfluß der Bandbeladung auf die physikalischen Werkstoffeigenschaften	109
3.7.4.1.	Einfachsintertechnik	111
3.7.4.2.	Zweifachsintertechnik	111
<u>4.</u>	<u>Diskussion der Versuchsergebnisse</u>	114
4.1.	Diskussion der Ergebnisse zur Dichteverteilung in Preßkörpern aus losem Pulver und aus Vorformkörpern	114
4.2.	Diskussion der Ergebnisse zum Reduktionsverhalten von ZS - Vorformkörpern	119
4.3.	Diskussion der Ergebnisse zur Verdichtbarkeit und zu den physikalischen Werkstoffeigenschaften	125
<u>5.</u>	<u>Wirtschaftliche Aspekte des ZS - Formgebungsverfahrens</u>	130
<u>6.</u>	<u>Ausführungsbeispiele</u>	137
<u>7.</u>	<u>Zusammenfassung</u>	140
<u>8.</u>	<u>Literaturverzeichnis</u>	143

1. Einleitung und Aufgabenstellung

Die Anwendung pulvermetallurgischer Techniken zur Herstellung von Bauteilen hoher Formtreue und komplexer Geometrie hat sich bei Stückgewichten von einigen zehntel Gramm bis zu etwa 5 kg und für mittlere und hohe Stückzahlen gegen konkurrierende Fertigungsverfahren durchgesetzt.

Vor allem die Energie- und Rohstoffeinsparungen, die sich gegenüber den spanenden Fertigungsverfahren ergeben, führen zu einer wesentlichen Senkung der Herstellkosten und zu erheblichen Einsparungen von Kapitalgütern.

Die Entwicklung von entsprechenden Pressen und Preßwerkzeugen versetzte die pulvermetallurgische Industrie Mitte der dreißiger Jahre in die Lage, Formteile für den Einsatz im Maschinenbau und in der Kraftfahrzeugindustrie zu fertigen (1,2). Heute kann die Pulvermetallurgie in Formgenauigkeit und Preis konkurrenzfähige Mengenprodukte anbieten, die zum Teil aufgrund ihrer Geometrie mit anderen Formgebungsverfahren nur sehr aufwendig herstellbar sind.

Unter allen Möglichkeiten der Formgebung von Metallpulvern nimmt das konventionelle koaxiale Preßverfahren eine überragende Stellung ein (3). Praktisch werden alle PM-Bauteile mit Genauigkeitsforderungen an äußere Konturen und Bohrungen auf diesem Weg maßgenau und formtreu gefertigt.

Die Formgebung der Pulverformkörper erfolgt in allseitig geschlossenen Werkzeugen, die aus drei unabhängig voneinander beweglichen formgebenden Elementen bestehen - Matrize, Oberstempel und Unterstempel. Letzterer kann der besseren Stoffverteilung wegen aus mehreren Segmenten bestehen.

Obwohl in jüngster Zeit die Formgebungsmöglichkeiten durch die Entwicklung von Eisenpulvern höchster Kompressibilität, und vor allem von Pressen mit verbesserter Steuerungsmöglichkeit der Kinetik von Preßstempeln und Matrizen erheblich erweitert worden sind, so sind doch gerade der freien Wahl der Bauteilgeometrie Grenzen gesetzt, die im folgenden kurz skiz-

ziert werden sollen.

Dem Pulverpreßwerkzeug kommen bei der Herstellung von Bauteilen zwei wichtige Aufgaben zu, nämlich erstens die Aufgabe der richtigen Stoffverteilung vor der Verdichtung, um wegen der Abhängigkeit der physikalischen Werkstoffeigenschaften von der Dichte einen in seiner Dichte möglichst homogenen Formkörper herstellen zu können, und zweitens die Aufgabe der Formgebung und Stoffverdichtung. Allein die Aufgabe der richtigen Stoffverteilung entscheidet darüber, welcher konstruktive Aufwand am Preßwerkzeug zur Fertigung von Pulverpreßkörpern notwendig ist und welche Bewegungen am und im Werkzeug steuerbar vorgesehen werden müssen.

Wird eine Pulversäule in einem allseits geschlossenen Werkzeug durch Eindringen des Oberstempels in die Matrize belastet, so verhält sich das Pulver nicht wie eine Newton'sche Flüssigkeit oder eine Metallschmelze im Druckgußwerkzeug, sondern der Druck wird vielmehr durch Reibung zwischen Pulver und Matrizenwand und der Pulverteilchen untereinander mit zunehmender Entfernung von der gepreßten Fläche abgebaut.

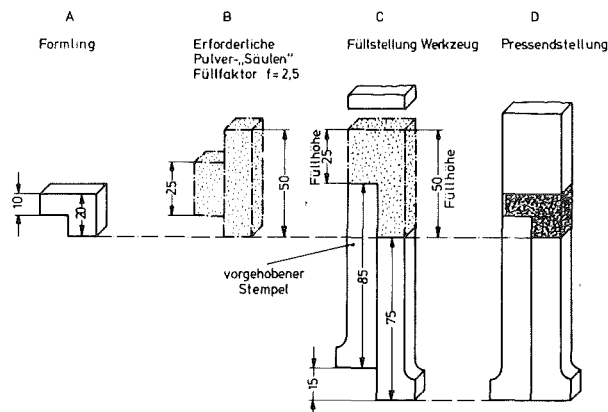
Daraus ergibt sich, daß die Dichte des Pulverpreßkörpers mit zunehmender Entfernung vom Preßstempel abnimmt. Durch zweiseitige Verpressung mit gegenläufiger Bewegung von Oberstempel und Unterstempel kann diesem Mangel entgegengewirkt werden.

Die Reibung der Pulverteilchen untereinander führt außerdem auch dazu, daß beim Pressen mehrquerschnittiger Bauteile kein ungehinderter Stoffübertritt zwischen den einzelnen Querschnittsektionen stattfindet.

Damit ein Preßwerkzeug die Aufgabe der richtigen Stoffverteilung in dem Maße erfüllen kann, daß Preßkörper mit vorgegebener Dichte gefertigt werden können, ist es erforderlich, dessen Unterstempel, gegebenenfalls auch den Oberstempel, in mehrere Segmente zu unterteilen, die einzeln angesteuert werden können. Im allgemeinen muß dabei zumindest der Unterstempel in genau so viele Segmente aufgeteilt werden

wie das zu pressende Bauteil Querschnittsveränderungen aufweist (3). Die einzelnen Stempelsegmente sind gegeneinander verschiebbar und werden zum Füllen des Preßwerkzeuges über eine Traverse und einzelne Vorheber gegeneinander bewegt. Die Füllhöhen in jedem Querschnitt des Preßwerkzeuges müssen dabei gegenüber den entsprechenden Maßen des Preßlings teleskopartig so auseinandergezogen sein, daß der Quotient aus der Füllhöhe und der entsprechenden Bauteilhöhe genau dem Quotienten aus der Schüttdichte des verwendeten Pulvers und der Preßdichte im Bauteil entspricht (Bild 1). Dieser "Füllfaktor" bewegt sich bei Eisenpulvern um einen Wert von 2,5.

Bild 1: Füll- und Preßtechnik bei der Herstellung von mehrquerschnittigen Sinterformteilen (nach ZAPF)



In Füllstellung ist das Stempelsegment unter dem niedrigeren Füllraum um den Betrag der Differenz des Preßweges der beiden Stempelsegmente vorgehoben. Während des Verdichtungsvorganges setzt das vorgehobene Stempelsegment auf der Werkzeuggrundplatte auf und kann jetzt die notwendige Druckkraft auf das Pulver ausüben.

Den Aufbau einer Teilesystematik für Sinterformteile, wie sie von ZAPF und EUBA (3) vorgeschlagen wurde, zeigt Bild 2. Dabei sind die Formniveaus A - E für ein hypothetisches Bauteil beliebig kombinierbar. Der Aufwand zur Herstellung eines Bauteils nimmt in den einzelnen Abschnitten von 1 nach 3 zu. Für den Aufbau der Preßwerkzeuge und die Anzahl der Stempelunterteilungen zur Erzielung einer ausreichend gleichmäßigen Stoffverteilung ist das Formniveau B maßgebend.

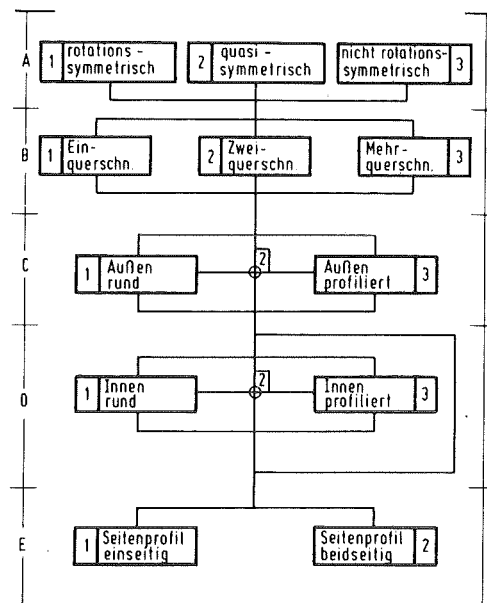


Bild 2: Aufbau einer Teilesystematik des Sinterformteiles. A) bis E) unterschiedliche Formniveaus (nach ZAPF und EUBA)

Einquerschnittige Bauteile verlangen naturgemäß den einfachsten Werkzeugaufbau, bestehend aus drei formgebenden Hauptelementen, nämlich Matrize, Unter- und Oberstempel und gegebenenfalls Dornen für Bohrungen. Konturen in den Stirnflächen können bis zu Höhen von etwa 15 % der Gesamthöhe des Bauteils ohne Stempelunterteilungen mitgepreßt werden, falls keine hohen Anforderungen an eine gleichmäßige Dichteverteilung im Bauteil gestellt werden (3).

Zweiquerschnittige Bauteile können in sogenannten Bundwerkzeugen gepreßt werden. Diese Werkzeuge sind ähnlich einfach aufgebaut wie die Werkzeuge für einquerschnittige Bauteile (Bild 3). Wegen der unterschiedlichen Fülldichten verschiedener Pulverchargen und den daraus resultierenden unterschiedlichen Füllfaktoren verbietet der feste Füllraum oberhalb des Bundes den Einsatz solcher Werkzeuge für Bauteile mit eng tolerierten Dichteforderungen. Eine Anpassung an das Füllvolumen des Pulvers ist nicht möglich.

Die Aufgabe der richtigen Stoffverteilung kann ein Preßwerkzeug für zweiquerschnittige Bauteile nur dann in vollem Maße erfüllen, wenn der Unterstempel geteilt ausgeführt wird.

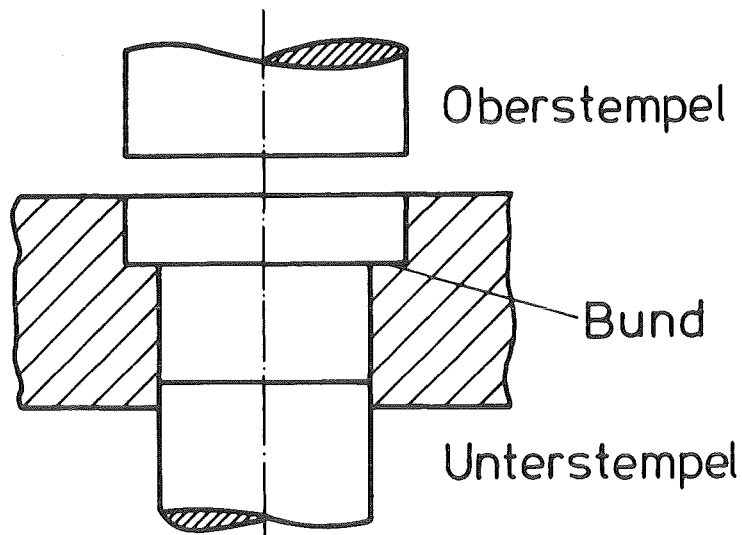


Bild 3: Bundwerkzeug

Bei Bundmatrizen besteht weiter die Gefahr, daß der Preßling durch Überpressung im Bund beim Freilegen zerstört wird, da die durch hohen Preßdruck verursachten großen Querkräfte auf die Matrizenwand zu erheblicher Wandreibung führen, was Biegekräfte und deshalb Risse im Bereich des Bundes zur Folge haben können (4).

Fortschritte in der Werkzeugtechnologie haben dazu geführt, daß die fertigungstechnisch beherrschbaren Bauteilgeometrien in den letzten Jahren immer komplexer wurden.

Besonders zu erwähnen sind hier das Matrizenabzugsverfahren (3, 5, 6) und das seit einigen Jahren erfolgreich angewandte Zweifachmatrizenverfahren nach Olivetti (3,7).

Allen koaxialen Preßverfahren gemeinsam ist der verfahrensbedingte Nachteil, daß Bauteile nur dann mit gleichmäßiger Dichteverteilung hergestellt werden können, wenn alle Preßflächen senkrecht zur Preßrichtung liegen. Sobald Preßflächen schräg zur Preßrichtung liegen, müssen Dichtegradienten im Bauteil und gegebenenfalls vielfache Stempelunterteilungen in Kauf genommen werden.

Es hat naturgemäß nicht an Versuchen gefehlt, die Möglichkeiten der pulvermetallurgischen Formgebung durch neue Verfahren zu erweitern und der Pulvermetallurgie dadurch neue Presseteil-Formen zuzuführen (3). Es ist Gegenstand der vorliegenden Arbeit, ein Formgebungsverfahren zu entwickeln, das in der Lage ist, pulvermetallurgische Genauteile mit homogener oder gesteuerter Dichteverteilung zu fertigen, auch wenn am Teil Flächen vorhanden sind, die nicht senkrecht zur Preßrichtung liegen oder gewölbt sind. Die technologischen Grundlagen des neuen Formgebungsverfahrens werden dargestellt. Anhand eines realen Bauteiles werden die Unterschiede in der Dichteverteilung aufgezeigt, die sich zwischen dem Pressen von losem Pulver und der Verdichtung von Vorformkörpern ergeben. Weiter wird der Einfluß wichtiger Verfahrensparameter auf die Werkstoffeigenschaften der fertigen Bauteile am Beispiel des unlegierten Sintereisens untersucht.

2. Das ZS-Verfahren, ein neues pulvermetallurgisches Formgebungsverfahren

2.1 Über die Vorteile von Vorformkörpern

Dem Preßwerkzeug kommen in der Pulvermetallurgie zwei entscheidende Aufgaben zu, nämlich:

- die Herstellung der richtigen Stoffverteilung vor der Verdichtung, die darüber entscheidet, ob der entformte Preßkörper rißfrei und mit der gewollten Dichteverteilung gefertigt werden kann.
- die Verdichtung selbst.

Der Aufgabe der richtigen Stoffverteilung im Pressling wird ein einfaches Preßwerkzeug mit ungeteilten Stempeln nur in den wenigsten Fällen gerecht. Bei mehrquerschnittigen Bauteilen mit Abstufungen an beiden Stirnseiten sind bereits größere Relativbewegungen der Pulversäulen nach dem Einfahren des Oberstempels, aber noch vor dem eigentlichen Verdichtungs Vorgang notwendig, um die gewollte Stoffverteilung zu ermöglichen.

Bild 4 zeigt den Arbeitsablauf, der notwendig ist, um einen Pulverpreßkörper eines zweiseitig abgestuften, dreiquerschnittigen Bauteiles rißfrei und mit überall gleicher Dichte herzustellen. Nach dem Füllen des Werkzeuges (Bild 4 a) senken sich die beiden Unterstempelsegmente I und II, ohne Relativbewegungen auszuführen, etwas ab, um einen eventuellen Pulververlust beim Eintauchen des Oberstempelsegmentes IV zu vermeiden (Bild 4 b). Mit dem Auftreffen des Oberstempelsegmentes IV auf die Pulveroberfläche beginnt sich das Unterstempelsegment II mit der gleichen Geschwindigkeit abzusenken, mit der das Oberstempelsegment IV in die Pulverschüttung eindringt. Dabei werden die Pulversäulen zwischen den Stempelsegmenten I und III und den Stempelsegmenten II und IV gegeneinander verschoben. Dieser Vorgang ist beendet, wenn das Oberstempelsegment III auf der Pulverschüttung auftrifft (Bild 4 c).

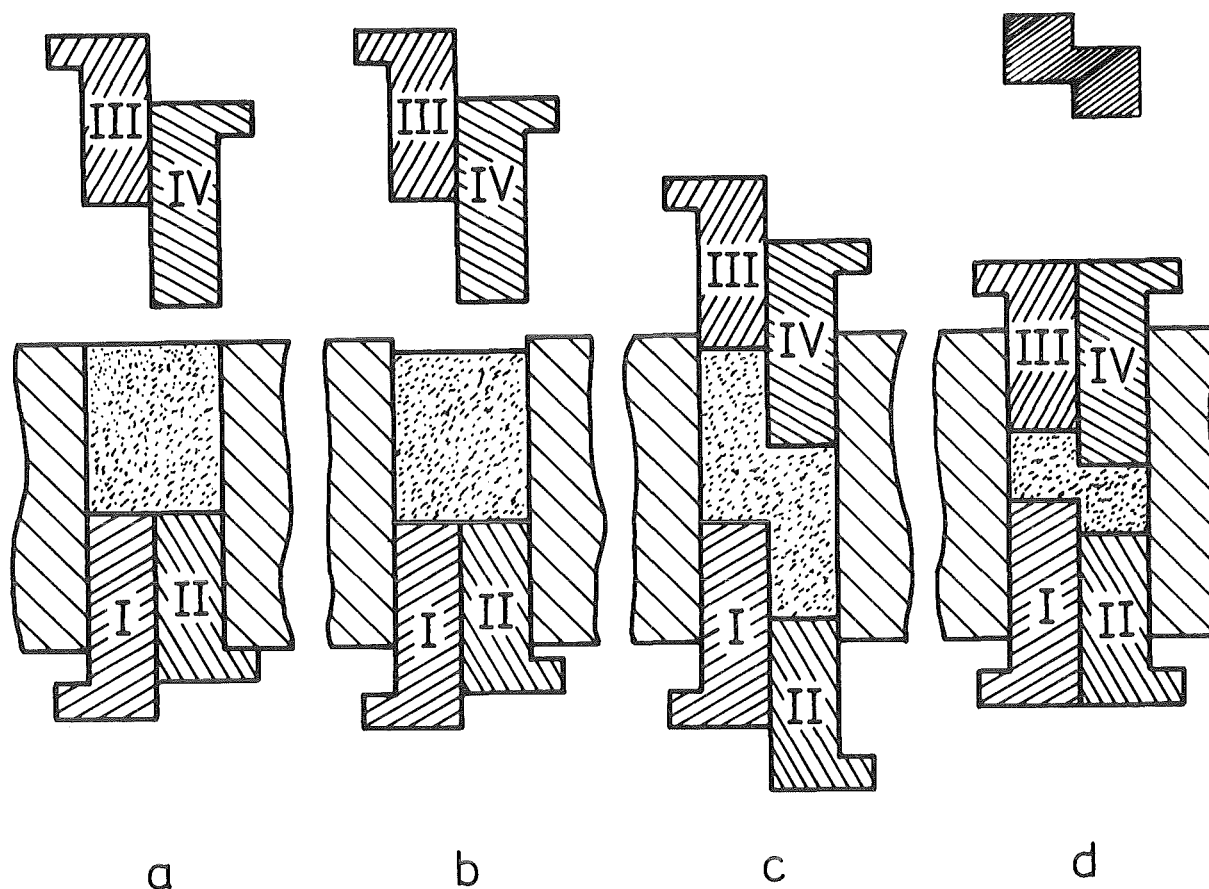


Bild 4: Erzielung der richtigen Stoffverteilung bei zweiseitig abgestuftem dreiquerschnittigem Bauteil

Beim anschließenden Verdichtungsprozess müssen nun die einzelnen Stempelsegmente so gesteuert werden, daß die Endstellung von allen vier Stempelsegmenten gleichzeitig erreicht wird (Bild 4 d).

Das geschieht so, daß durch die Abwärtsbewegung des Unterkolbens der Presse den Vorhebern der Weg nach unten freigegeben wird. Die Vorheber, Stifte aus gehärtetem Baustahl, müssen die Gegenhalterkraft auf den Unterstempel so lange übertragen, bis der Unterstempel auf dem Schieber des Werkzeuges aufliegt (Bild 5). Diese Vorheber sind aufgrund der hohen Knickbeanspruchung die gefährdetsten Teile eines Abziehwerkzeuges.

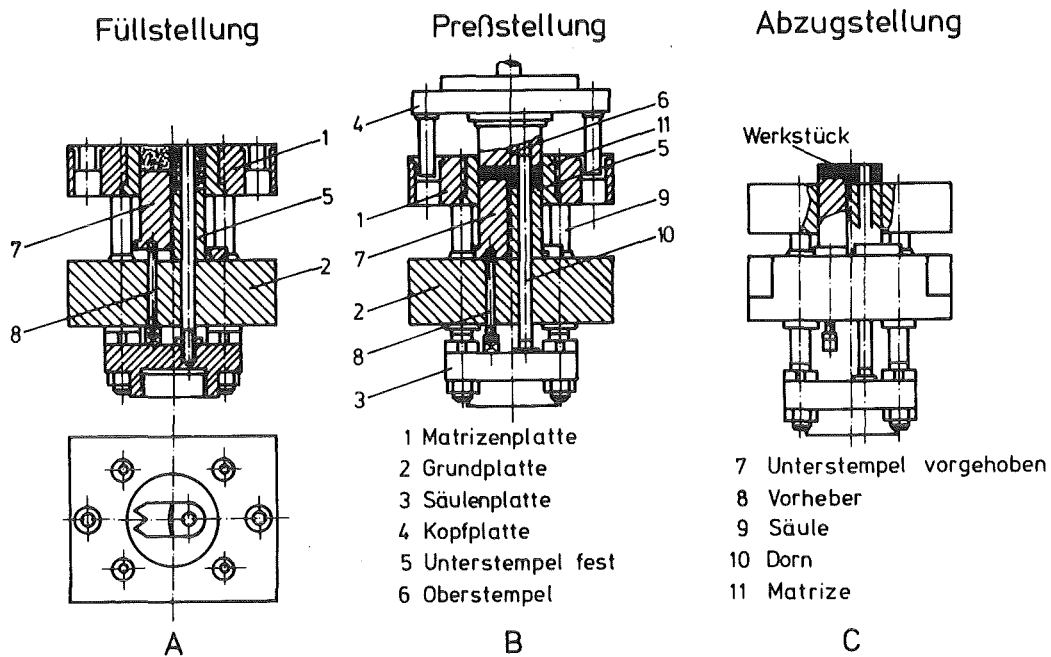


Bild 5: Schieberwerkzeug, Funktion der Vorheber.
a) Füllstellung, b) Preßstellung, c) Abzugstellung

Dieses Verfahren ermöglicht eine exakte Stoffverteilung, solange alle Stempelflächen senkrecht zur Preßrichtung liegen. Sobald eine oder mehrere Stempelflächen in einem Winkel $\neq 90^\circ$ zur Preßrichtung stehen, läßt sich eine so gleichmäßige Dichte im Preßkörper wie mit senkrecht zur Preßrichtung stehenden Stempelflächen nicht mehr erzielen. Man ist daher bei einem Großteil von pulvermetallurgisch hergestellten Bauteilen genötigt, Dichtegradienten in Kauf zu nehmen. Viele Bauteile mit komplexen Geometrien können nur dann pulvermetallurgisch gefertigt werden, wenn eine spanende Endbearbeitung vorgesehen wird.

Die vollkommene Trennung der Verfahrensschritte Stoffverteilung und Stoffverdichtung bietet eine Möglichkeit, auch mehrfach abgestufte Bauteile und solche mit Preßflächen, die nicht senkrecht zur Preßrichtung stehen, mit überall gleicher Dichte herzustellen. Anstelle des Pulverpreßwerkzeuges werden dann zwei getrennte, in ihrer Ausführung völlig unterschiedliche Werkzeuge notwendig:

- Ein Formwerkzeug zur Herstellung eines Vorformkörpers, der die gewollte Stoffverteilung aufweist. Das Formwerkzeug enthält keine den Formvorgang beeinflussenden teile. Nach der Formgebung muß sich das Formwerkzeug durch entsprechende Teilungen zerlegen lassen, um den Vorformkörper entnehmen zu können.
- Ein Nachverdichtungswerkzeug, welches gegenüber konventionellen Preßwerkzeugen wesentlich einfacher gestaltet ist. Aufwendige Stempelunterteilungen und empfindliche Vorhebungen, die sonst zum Erzielen der richtigen Stoffverteilung notwendig sind, können ganz oder teilweise entfallen.

In Bild 6 sind für ein gedachtes Formteil die beiden Werkzeugprinzipien gegenübergestellt. Die Herstellung im konventionellen PM-Verfahren erfordert ein Preßwerkzeug mit vierfach unterteiltem Unterstempel. Die unterschiedlichen Verdichtungswege der einzelnen Stempelsegmente verlangen eine aufwendige und komplizierte Pressensteuerung. Dagegen bietet die Verwendung eines Vorformkörpers die Möglichkeit, für die Verdichtung das denkbar einfachste Preßwerkzeug mit ungeteiltem Stempel einzusetzen. Das führt zu erheblich billigeren und bruchsichereren Verdichtungswerkzeugen und läßt gleichzeitig die Verwendung einfacherer und billigerer Pressen zu.

Das durch Verwendung eines Vorformkörpers hergestellte Bauteil unterscheidet sich von dem konventionell hergestellten durch die über den gesamten Querschnitt homogene Dichte, sofern der Vorformkörper entsprechend gestaltet wurde. Der in Bild 6 gezeigte Vorformkörper ist so beschaffen, daß sich im Fertigteil eine gleichmäßige Dichte einstellt, wenn man einen Füllfaktor von 2,0 annimmt. Der Vorformkörper ist also über jeder Stelle des Unterstempels doppelt so hoch wie das verdichtete Bauteil.

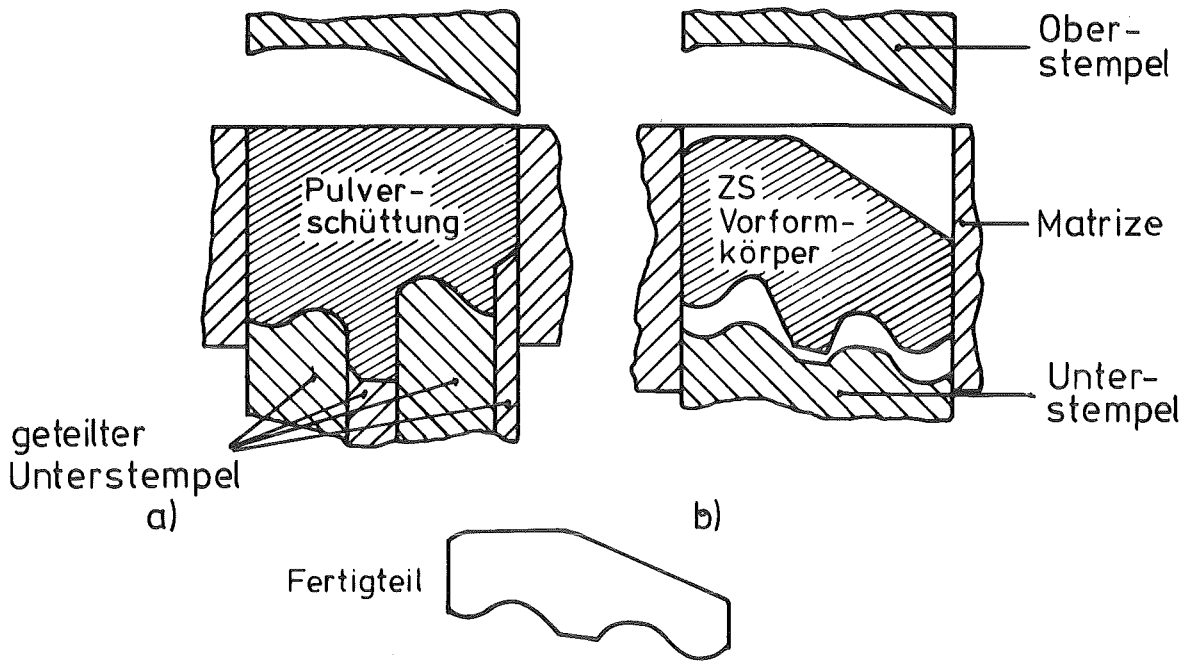


Bild 6: Ausführungsbeispiel für die Herstellung eines Preßlings
 a) für konventionelles Pulverpressen b) bei Verwendung eines Vorformkörpers

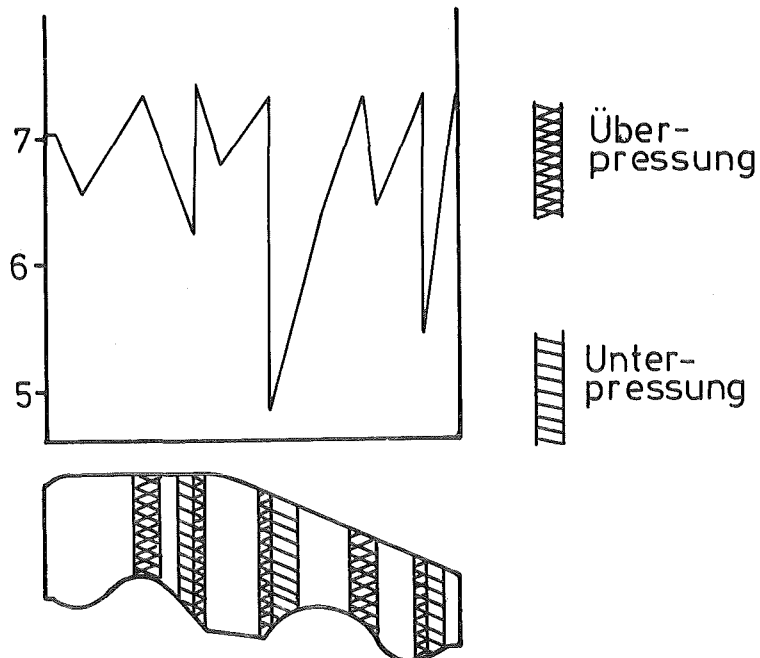


Bild 7: Rechnerische Dichteverteilung bei konventioneller Verdichtung von lose geschüttetem Pulver als Folge von Stempelprofilierungen und Stempelunterteilungen

Dagegen entsteht bei konventioneller Fertigung, bedingt durch die profilierten Stempelsegmente, eine rechnerische Dichteverteilung, wie sie aus Bild 7 hervorgeht. Die erkennbaren Dichtesprünge entstehen durch die Stempelunterteilungen.

In der Praxis sind diese errechneten Dichteschwankungen allerdings nicht so gravierend, da sich Dichteunterschiede durch Pulverübertritte zwischen benachbarten Pulversäulen teilweise ausgleichen.

Dieses Beispiel zeigt, daß der Einsatz von Vorformkörpern für die pulvermetallurgische Bauteilefertigung folgende Vorteile mit sich bringt:

Bessere Dichteverteilung. Bauteile mit profilierten oder abgeschrägten Stirnflächen können mit gleichmäßiger Dichte hergestellt werden.

Kostengünstigere und betriebssicherere Verdichtungs-
werkzeuge. Stempelunterteilungen und Vorhebungen
können weitgehend entfallen.

Einfachere und billigere Pressen, da aufwendige
Steuerungsmöglichkeiten und Gegenhaltekräfte für
die einzelnen Unterstempelsegmente und Vorhebungen
nicht notwendig sind.

Die Möglichkeit, Bauteile auf pulvermetallurgischem
Weg zu erzeugen, deren Herstellung bisher gar nicht
oder nur mit größerem Schwierigkeitsgrad möglich ist.

2.2. Die Herstellung von Vorformkörpern

Die wichtigste Voraussetzung für die Durchführung eines Formgebungsprozesses, der unter Verwendung von Vorformkörpern abläuft, ist die Handhabbarkeit der Vorformkörper. Trotz der geringen Dichte von weniger als 50 % der theoretischen Dichte muß die Festigkeit der Vorformkörper ausreichend groß sein, um diese sicher zwischen den Bearbeitungsstationen transportieren zu können und um ein zerstörungsfreies Einlegen in das Verdichtungswerkzeug zu gewährleisten.

2.2.1. Das Loose-Pack-Verfahren

Aus der Literatur ist das Loose-Pack-Verfahren von Rueckl bekannt, welches die oben geforderten Bedingungen erfüllt (8). Als Ausgangsmaterial verwendet Rueckl unreduziertes Eisenpulver, welches er mit feingemahlener Saccharose ($C_{12}H_{22}O_{11}$) intensiv mischt und anschließend durch Vibrieren in Formen füllt. Als Formen können wiederverwendbare Metallformen aus Blech oder verlorene Formen aus Papier Verwendung finden. Dem Füllvorgang folgt eine Wärmebehandlung in Luft bei 200 - 300° C so, daß die Saccharose zunächst schmilzt und dabei die einzelnen Pulverteilchen benetzt und umhüllt. Anschließend folgt eine chemische Zersetzung, wobei Wasserstoff und Sauerstoff der Zuckermoleküle als Wasser verdampfen. Der zurückbleibende Kohlenstoff bildet nun ein Skelett, welches den Vorformkörper zusammenhält und ihm eine gute Transportierbarkeit verleiht. Der Vorformkörper wird nun außerhalb der Form bei einer Temperatur von etwa 1000° C einer weiteren Wärmebehandlung unterzogen, wobei eine wasserstoffhaltige Atmosphäre, vorzugsweise Ammoniakspaltgas, als Schutzgas dient. Dabei findet eine Reduktion der dem Rohpulver anhaftenden Eisenoxide statt, wobei der Wasserstoff aus dem Schutzgas und der Kohlenstoff aus der Saccharose als Reduktionsmittel dienen. Ein eventueller Kohlenstoffüberschuß ist nicht unerwünscht. Er führt durch Aufkohlung zur Legierungsbildung und Festigkeitssteigerung im fertigen Bauteil.

Der Anwendungsbereich des Loose-Pack-Verfahrens beschränkt sich nach Rueckl auf das nachfolgende Freiformschmieden im offenen Gesenk. Die so hergestellten Bauteile müssen anschließend entgratet und wie andere Schmiedestücke fertigbearbeitet werden.

An anderer Stelle wurden Versuche durchgeführt mit dem Ziel, mit Hilfe des Loose-Pack-Verfahrens kalt nachverdichtete Genauteile zu fertigen (9). Diese Versuche erbrachten interessante Werkstoffkennwerte, zeigten aber auch die Grenzen der technischen Möglichkeiten des Verfahrens. Insbesondere die Herstellung und Handhabung der Schüttformen sowie die Neigung der Vorformkörper zum Kleben an der Formwand nach dem Verkohlen der Saccharose führen dazu, daß die Möglichkeiten der technischen Nutzung des Verfahrens negativ beurteilt wurden.

Ein weiterer Nachteil des Verfahrens ist die Vielzahl der benötigten Formwerkzeuge. Dazu zählen nicht nur die Werkzeuge zur Formgebung der Vorformkörper und die Schmiedewerkzeuge zur Verdichtung der Vorformkörper, sondern ebenso die Werkzeuge und Fertigungseinrichtungen zur Herstellung der Papierformen.

Das Loose-Pack-Verfahren bietet eine Möglichkeit, Vorformkörper herzustellen, mit denen Bauteile homogener Dichte und komplexer Geometrie gefertigt werden können. Die Herstellung der Vorformkörper ist allerdings aufwendig und zeigt keine Aussichten, in einer Mengenproduktion interessante Stückzahlen fertigen zu können.

2.2.2. Das ZS-Formgebungsverfahren

Das hier beschriebene und untersuchte ZS-Verfahren ist eine Weiterentwicklung des Loose-Pack-Verfahrens, wobei besonderer Wert auf eine wirtschaftliche und fertigungstechnisch gut durchführbare Herstellung der Vorformkörper gelegt wurde. Der stark schematisierte Verfahrensablauf ist aus Bild 8 ersichtlich.

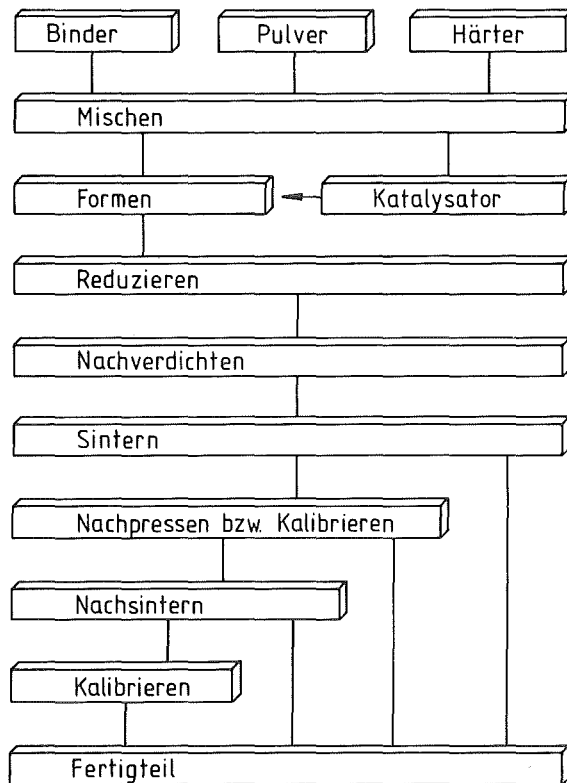


Bild 8: Schematisierter Fertigungsablauf des ZS - Formgebungsverfahrens

Im folgenden sind die einzelnen Verfahrensschritte näher beschrieben.

2.2.2.1 Mischen

Als Ausgangsmaterial für die Herstellung der Vorformkörper wird wie beim Loose-Pack-Verfahren unreduziertes Eisenpulver eingesetzt. Um einen Zusammenhalt der einzelnen Pulverteilchen nach der Formgebung zu gewährleisten, muß ein Bindemittel zugemischt werden. Beim ZS-Verfahren wird ein Zweikomponenten-Kunsthartzbinder verwendet. Die Bindermenge, die notwendig ist, um den Pulverteilchen einen ausreichenden Zusammenhalt zu geben, liegt in der Größenordnung von 1 - 2,5 Gew.%. Bindermengen unter 1 Gew.% reichen nicht aus, um dem Vorformkörper ausreichende Festigkeit zu verleihen. Bei einem Bindergehalt über 2,5 Gew.% zeigt die Pulver-Binder-Mischung schon leicht pastenartige Konsistenz und läßt sich später nicht mehr zuverlässig verarbeiten.

Da eine Erwärmung des Mischgutes zu beschleunigter Aushärtung des Kunsthartzbinders führen würde, muß die Mischung so erfol-

gen, daß möglichst wenig Reibungsarbeit zwischen den Pulverteilchen verrichtet wird. Entsprechende Mischer werden für die Gießereiindustrie serienmäßig hergestellt.

2.2.2.2. Formen

Die Formgebung des Eisenpulver-Kunstharzbinder-Gemisches geschieht auf Kernformmaschinen, wie sie aus der Gießereiindustrie bekannt sind. Benutzt werden dabei sogenannte Kernschießmaschinen (Bild 9). Das Formgebungsverfahren entspricht in allen Einzelheiten dem Cold-Box-Verfahren zur Herstellung von Sandkernen .

Aus einem Vorratsbehälter wird die nicht fließfähige Pulver-Binder-Mischung durch Rütteln in den unter dem Vorratsbehälter liegenden sogenannten Schießzylinder gefüllt. Dieser Schießzylinder wird dann durch einen Schieber gegen den Pulvervorrat gasdicht verschlossen. Einzige Öffnung des Schießzylinders ist ein mit der zu füllenden Form verbundenes Düsen-system. Beaufschlagt man die im Schießzylinder befindliche Pulversäule schlagartig mit Druckluft von etwa 6 bar, so wird die Pulver-Binder-Mischung durch das Düsensystem in das Formwerkzeug eingeblasen. Gleichzeitig entweicht die im Formwerkzeug befindliche Luft durch ein System von Entlüftungsbohrungen, die mit Metallkapilarfiltern abgeschlossen sind, um ein Eindringen der Metallpulver-Kunstharz-Mischung in die Entlüftungskanäle zu verhindern.

Die Pulverteilchen erfahren in den Düsen eine starke Beschleunigung. Die dadurch zugeführte hohe kinetische Energie des in die zu füllende Form einschießenden Pulvers bewirkt, daß selbst feinste Konturen vollständig ausgeformt werden.

Zur Aushärtung des Zweikomponenten-Kunstharzbinders wird die Form von der Schießdüse getrennt. Anschließend wird das in der Form befindliche Pulver-Binder-Gemisch von Druckluft durchströmt, dem ein leichtflüchtiger Katalysator als feiner Nebel zudosiert wurde, welcher die rasche Aushärtung flüssigen Binders bewirkt. Dabei erfolgt die Aushärtung an allen Stellen des Formkörpers gleichzeitig und gleichmäßig. Die Aushär-

tezeit beträgt nur wenige Sekunden und ist im wesentlichen von den Strömungsverhältnissen in der Pulver-Binder-Mischung abhängig. Mit zunehmender Höhe des Formkörpers und mit höherer Pulverfeinheit nimmt die Aushärtezeit zu. Nach der Aushärtung des Binders wird die Form geöffnet und zerlegt und der Vorformkörper entnommen. Der Formkörper ist hinreichend fest und leicht hantierbar.

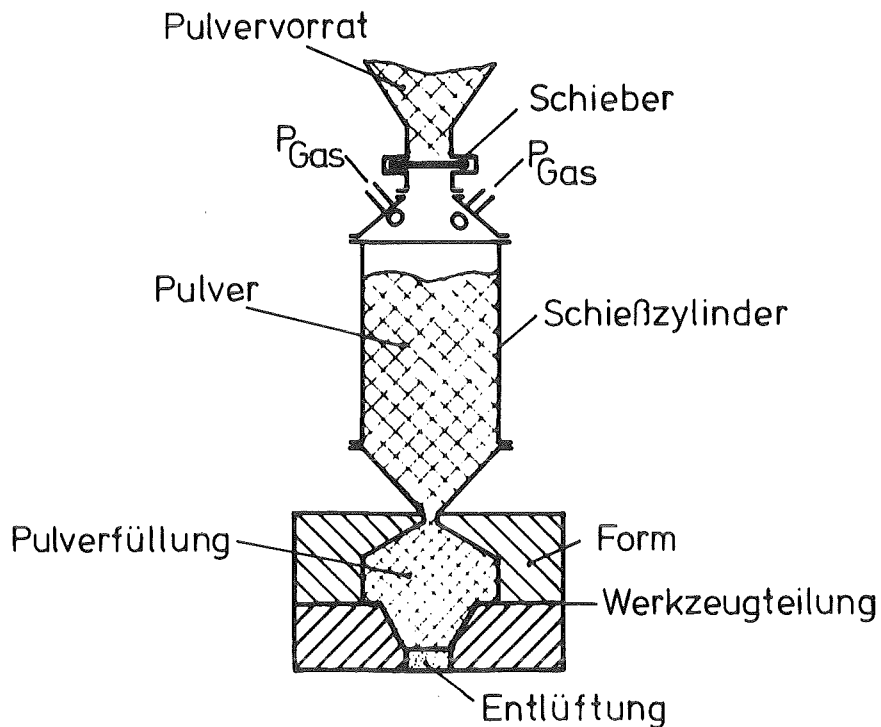


Bild 9: Prinzipieller Aufbau einer Kernschießmaschine

2.2.2.3 Reduzieren

Der Reduktionsschritt ist erforderlich, da beim Formen des Pulvers ähnlich wie beim Loose-Pack-Verfahren ein organischer Binder eingesetzt wird, der anschließend ausgebrannt werden muß. Der hohe Kohlenstoffgehalt des Binders erlaubt den Einsatz von unreduziertem, sauerstoffhaltigem Eisenpulver. Dadurch werden bei der Pulverherstellung die Reduktion und die anschließende Aufbereitung der reduzierten Pulver eingespart. Das den Pulverteilchen anhaftende Eisenoxid wird dann beim Ausbrennen des Binders zu Eisen reduziert. Gleichzeitig versintern die einzelnen Pulverteilchen so, daß die beim Formen gewonnene Gestalt des Pulverhaufwerks erhalten bleibt und der Formkörper bis zum nächsten Arbeitgang transportfähig ist.

Die Reduktionsparameter müssen so gewählt werden, daß im Anschluß an die Reduktion eine möglichst gute Nachverdichtung gewährleistet ist. Das setzt voraus, daß bei der Reduktion der Sauerstoff und der Kohlenstoff weitgehend abgebaut werden. Auch hängen die Werkstoffkennwerte der fertig gesinterten Proben in hohem Maße von den Reduktionsbedingungen ab. Optimale Reduktionsbedingungen sind deshalb eine wichtige Voraussetzung für die erfolgreiche Anwendung des Verfahrens.

2.2.2.4. Nachverdichten, Sintern, Endbearbeitung

Die der Reduktion folgenden Arbeitsschritte entsprechen denen der konventionellen pulvermetallurgischen Bauteilefertigung, wobei an die Stelle des Pulverpressens die Nachverdichtung des Vorformkörpers tritt. Die Nachverdichtung unterscheidet sich vom Pulverpressen durch wesentlich einfachere Verdichtungswerkzeuge und durch die Schmierung der Matrizenwand mit flüssigen Schmiermitteln anstelle der beim konventionellen Pressen dem Pulver beigemischten festen Schmierstoffe. Ein Unterschied im Verdichtungsverhalten besteht zwischen Vorformkörpern und losem Pulver nicht (9).

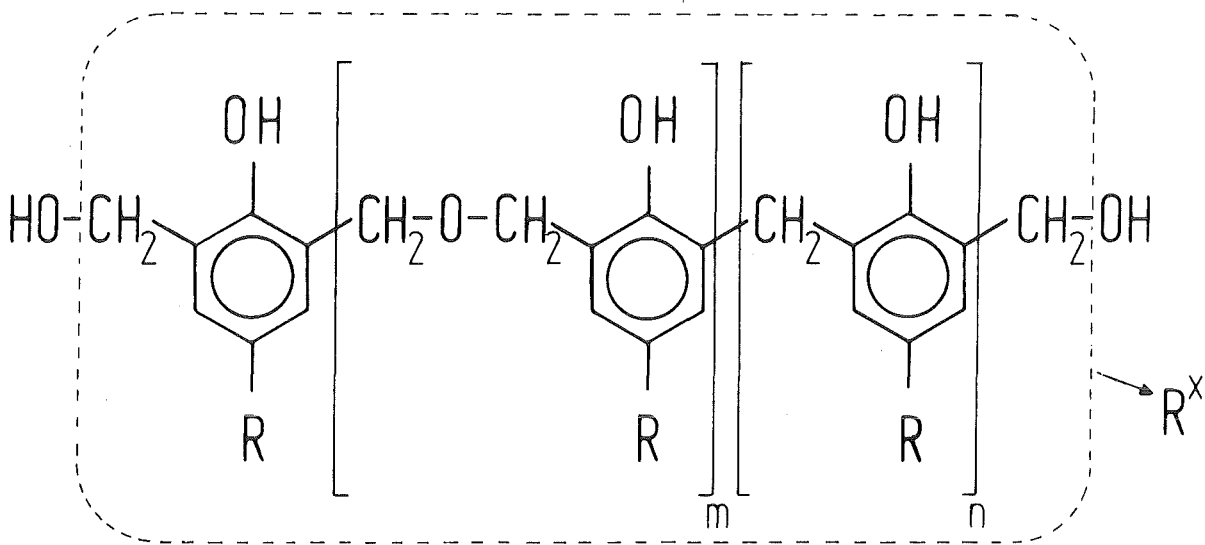
Gesintert werden die nachverdichteten Bauteile wie konventionell gepresste in einem Temperaturbereich zwischen 1100°C und 1300°C.

Wie bei der konventionellen Fertigung können sich dem Sintern Endbearbeitungsgänge anschließen, um ein einbaufertiges Bauteil zu erhalten. Dazu gehören im einzelnen Kalibrieren, Nachpressen, Nutzenstechen, Querbohren und Gewindeschneiden. Auch die Zweifachsintertechnik ist anwendbar.

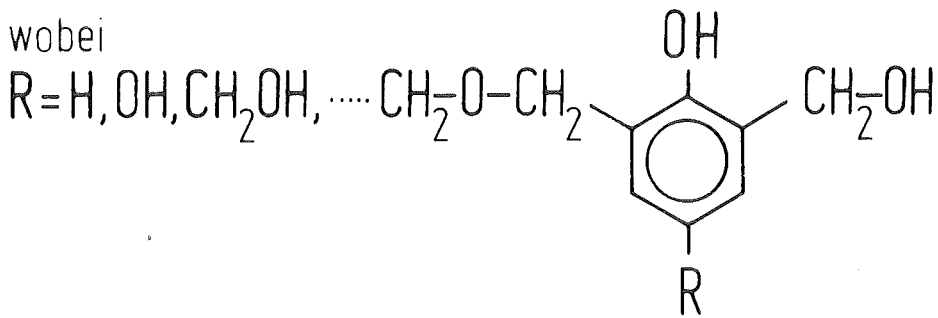
2.2.2.5 Zur Chemie des organischen Binders

Der organische Binder, der bei der Formgebung des Eisenpulvers zur Verbindung der Pulverteilchen verwendet wird, besteht aus zwei flüssigen Komponenten.

Teil 1 ist ein lösungsmittelhaltiges Phenolharz der Strukturformel (10)



wobei

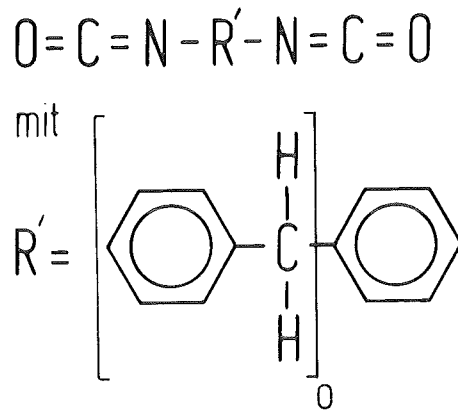


(31)

Phenolharz

Die Größen m und n lassen sich bei der Herstellung des Phenolharzes in gewissen Grenzen variieren, sodaß das Harz dem jeweiligen Einsatzzweck entsprechend angepaßt werden kann (10). Eine gezielte Entwicklung für die Verarbeitung von Eisenpulvern hat jedoch noch nicht stattgefunden. Dieses Phenolharz ist grundsätzlich eine Mischung von Molekülen unterschiedlichen Molekulargewichts, wobei sich die Anzahl der aromatischen Ringe etwa zwischen 3 und 100 bewegt.

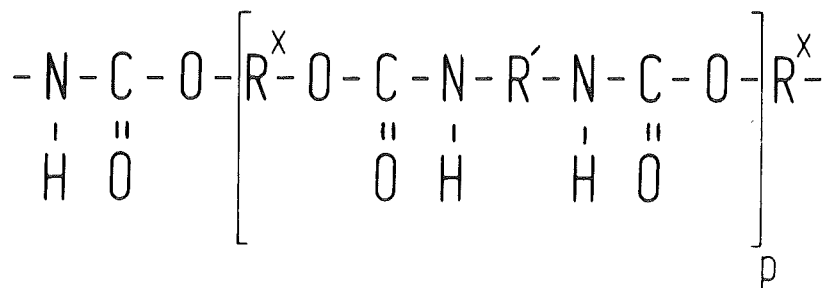
Als Teil 2 findet ein Polyisocyanat der folgenden Struktur Verwendung (10)



Polyisocyanat

Dieses Polyisocyanat hat nur einen geringen Polymerisationsgrad. Der Wert von o im Ausdruck R' ist im allgemeinen nicht größer als 2 (31).

Unter Anwesenheit eines tertiären Amins als Katalysator, z. B. Triethylamin oder Dimethylethylamin, reagieren Teil 1 und Teil 2 des Binders in einer Mischung unter Polyaddition zu einem Polyurethan, welches für die Bindungseigenschaften des Vorformkörpers verantwortlich ist.



Polyurethan

3. Versuchsdurchführung

3.1. Charakterisierung der verwendeten Pulver

Für die Durchführung der Versuche wurde überwiegend das Eisenrohpulver "Eltrix-400" der Firma Mannesmann-Demag-Meer verwendet. Lediglich bei der Untersuchung der Nachverdichtbarkeit nach der Reduktion sowie der physikalischen Werkstoffeigenschaften wurde an einigen Stellen zum Vergleich das unreduzierte ASC-Pulver der Firma Höganäs hinzugezogen.

In beiden Fällen handelt es sich um aus der Schmelze wasserverdünnte Stahlpulver. Das Eltrix-400 ist ein handelsübliches Eisenrohpulver, welches gewöhnlich zur Herstellung von Schweißelektroden verwendet wird. Einsatzgut für die Schmelze ist ausgesucht legierungsarmer Schrott, vornehmlich aus Tiefzieh- und Stanzabfällen.

Das Einsatzgut für das ASC-Pulver ist nicht bekannt. Es darf angenommen werden, daß es sich um reduzierten Eisenschwamm aus dem Höganäs-Verfahren handelt.

3.1.1. Chemische Analyse

Aus Tabelle 1 sind die chemischen Analysen der beiden Eisenrohpulver ersichtlich. Die Werte für P, S, Si und Mn sind Herstellerangaben und sind den Analysenblättern zu den jeweiligen Pulverchargen entnommen. Die Meßwerte für Sauerstoff und Kohlenstoff entstammen eigenen Messungen.

Bemerkenswert sind die Unterschiede im Sauerstoffgehalt und im Kohlenstoffgehalt. Der Sauerstoffgehalt ist im ASC-Rohpulver nahezu doppelt so hoch wie im Eltrix-400. Der Kohlenstoffgehalt bewegt sich beim Eltrix-400-Pulver mit etwa 0,08 % an der Löslichkeitsgrenze für Kohlenstoff in Ferrit, während er beim ASC-Rohpulver bei nahezu 0,5 % liegt.

Chemische Analyse [Gew. %]							
Pulver	O	C	P	S	Si	Mn	Fe
Eltrix - 400	0,695	0,082	0,018	0,020	0,015	0,200	Rest
ASC-roh	1,269	0,490		0,020			Rest

Tabelle 1: Chemische Analyse der verwendeten Eisenrohpulver

3.1.2 Physikalische Pulverkenndaten

Von den üblicherweise an Metallpulvern ermittelten physikalischen Pulverkenndaten können hier das Fließvermögen sowie die Preßbarkeit außer acht gelassen werden, da das Fließvermögen des Pulvers keinen Einfluß auf das Formfüllverhalten der Pulver-Binder-Mischung während des Schießvorganges hat und da ein Verpressen des Pulvers im Rohzustand nicht stattfindet.

Untersucht wurden hier lediglich Teilchengrößenverteilung, Fülldichte und Klopfdichte der beiden Pulver.

Die Siebanalyse der beiden Pulver gibt Tabelle 2 wieder. Verwendet wurden Siebe nach DIN 1171, wobei die größte Maschenweite 400 μm betrug. Gesiebt wurde einheitlich zehn Minuten.

Maschenweite [10^{-3} mm]								
Pulver	400	315	200	160	100	63	45	<45
Eltrix400	3,83	21,49	22,96	9,08	19,05	13,36	5,11	4,98
ASC roh	/	/	0,45	6,11	26,04	27,80	15,95	22,91
Siebrückstände [Gew. %]								

Tabelle 2: Siebanalyse der verwendeten Eisenrohpulver

Beim Pulver Eltrix-400 wurden die Pulverteilchen mit Teilchengrößen über 400 μm bei der Herstellung abgeseibt. Trotzdem wurde auf dem 400 μm -Sieb ein Siebrückstand von 3,83 Gew.% gefunden, was auf eine teilweise irreguläre Teilchenform des Pulvers hinweist.

Beim ASC-Rohpulver wurden vom Hersteller die Teilchengrößen über 200 μm abgeseibt. Der bei der hier durchgeführten Siebanalyse auf dem 200 μm -Sieb gefundene Rückstand von 0,45 Gew.% ist unbedeutend, was auf eine sehr kompakte Teilchengometrie hindeutet.

Die Teilchengrößenverteilung ist in Bild 10 graphisch dargestellt. Da es sich in beiden Fällen um nur verdüστε Pulver handelt, die nicht wie die gewohnten reduzierten Pulver einem anschließenden Mahlvorgang unterzogen wurden, war eine Teilchengrößenverteilung in Form der Gauss'schen Normalverteilung zu erwarten (11).

Trägt man den Siebdurchgang über der Maschenweite auf, so wird diese Erwartung vom ASC-Rohpulver bis zu einer Maschenweite von 100 μm gut, vom Eltrix-400-Pulver bis zur Maschenweite von 315 μm ausgezeichnet erfüllt. Für gröbere Teilchen weicht die Korngrößenverteilung im Gauss'schen Wahrscheinlichkeitsnetz jeweils nach oben aus. Das ist leicht einzusehen, wenn man berücksichtigt, daß die Pulver bei der Herstellung bereits abgeseibt wurden.

Infolge der dadurch gestörten ursprünglichen Teilchenverteilung müssen die Meßwerte dann zu höheren Durchgangssummen abweichen. Bei ideal rundem Korn müßten die Durchgangssummen bei 200 μm für das ASC-Rohpulver bzw. 400 μm für das Eltrix-400 sogar 100 % betragen, was einer Auslenkung nach unendlich entspräche.

Von Interesse ist der Einfluß des Binders auf die Schüttdichte. Es wurden deshalb auch die Schüttdichten und die Klopf-dichten der Pulver im Lieferzustand gemessen. Zum Vergleich sind in Tabelle 3 auch die Meßwerte für einige wasserverdüστε, reduzierte Eisenpulver angegeben. Die Messungen erfolgten

nach den Richtlinien der Stahl-Eisen-Prüfblätter Nr. 83 - 69
Ausgabe Dez. 1969.

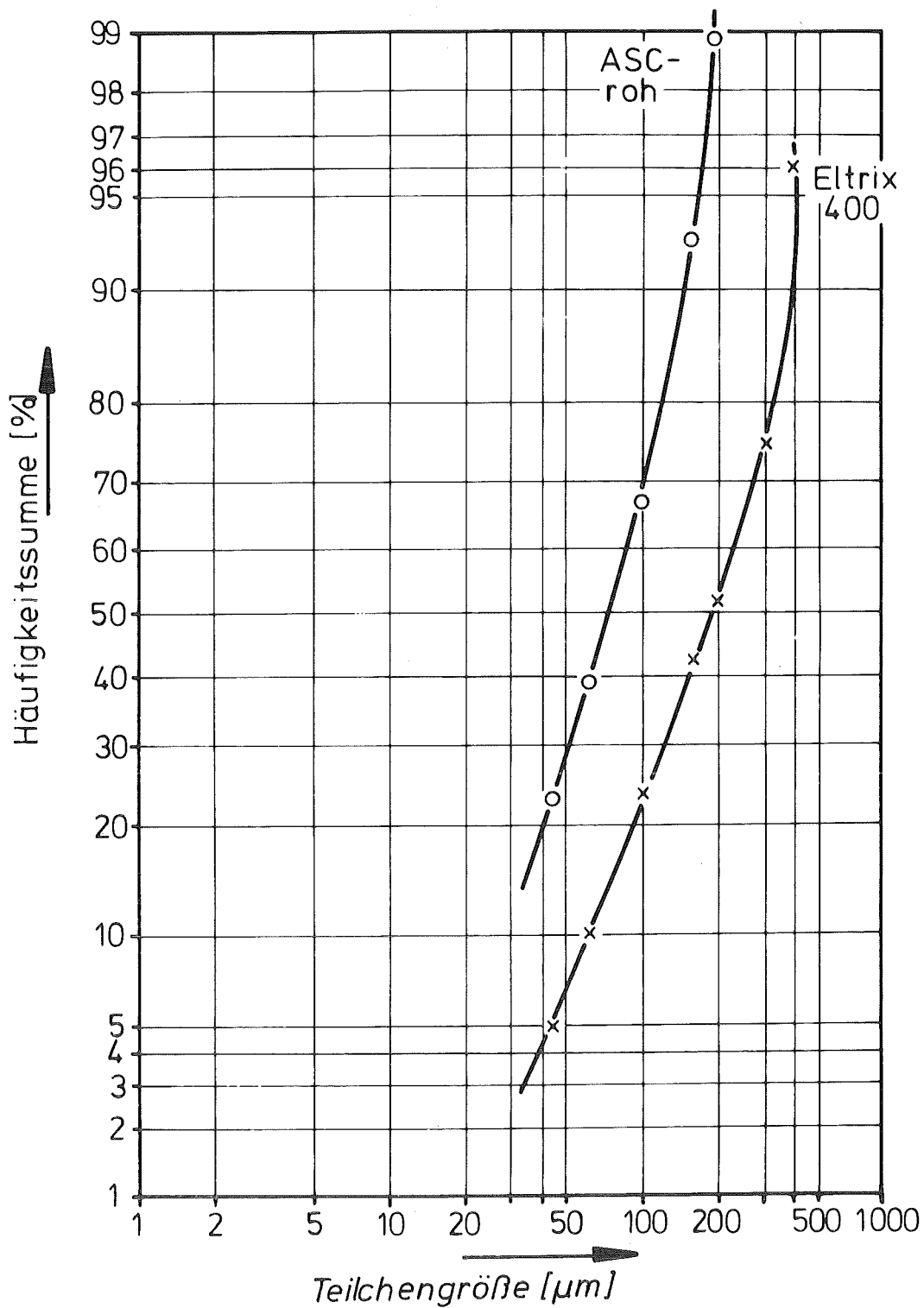


Bild 10: Logarithmische Teilchengrößenverteilung
der verwendeten Eisenrohpulver im
Gauss' schen Wahrscheinlichkeitsnetz

Pulver	Eltrix-400	ASC-roh	WPL 200/400	WPL 200	ASC 100.29	WP 150
Schüttd. [g/cm ³]	3,50	3,35	2,50	2,60	2,95	3,05
Klopfd. [g/cm ³]	4,20	4,05	3,10	3,40		3,85

Tabelle 3: Schütt- und Klopfdichten der verwendeten Rohpulver im Vergleich mit einigen reduzierten wasserverdünsten Pulvern

Auffällig sind die hohen Schütt- und Klopfdichten der beiden Rohpulver Eltrix-400 und ASC-roh gegenüber allen reduzierten Pulvern. Offensichtlich führt die durch die Reduktion verursachte Ansinterung der feinsten Pulverteilchen an größere Teilchen dazu, daß dichte Teilchenpackungen durch Einlagerung kleinster Teilchen in größere Zwischenräume nicht mehr im ursprünglichen Maße möglich sind.

3.1.3 Abschätzung der mittleren Eisenoxid-Schichtdichte

Eine Möglichkeit zur groben Abschätzung der mittleren Oxidschichtdichte liefert die Annahme, daß das Pulver in Form von Kugeln gleichen Durchmessers vorliegt, die von einer gleichmäßigen Oxidschicht umhüllt sind.

Unterhalb einer Bildungstemperatur von 570° C besteht der weitest- aus größte Teil der Zunderschicht aus Fe₃O₄ (Bild 11) (12).

Durch die schnelle Abkühlung aus der Schmelze befinden sich die frisch verdünsten Pulverteilchen überwiegend in diesem Temperaturbereich, weshalb sich die Oxidschicht vorwiegend als Magnetit ausbildet. Diese Fe₃O₄-Schicht ist im Falle des Eltrix-Pulvers für den ursprünglichen Einsatzzweck - Mantelhüllen für Schweißelektroden - zur Verringerung der silikatischen Einschlüsse im Schweißgut durchaus erwünscht (13).

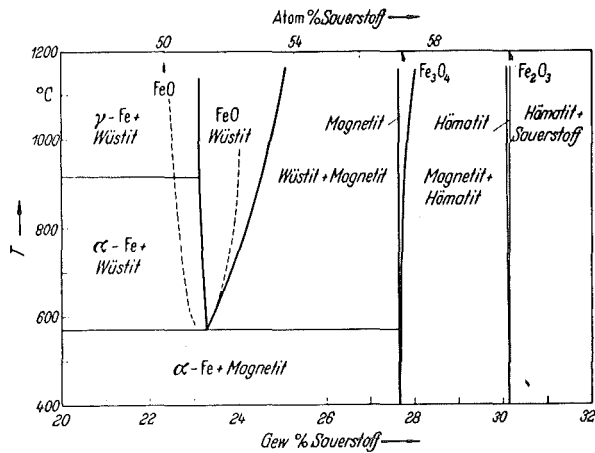


Bild 11: Teil-Zustandsdiagramm des Systems Eisen-Sauerstoff nach DARKEN und GURRY

Für eine Abschätzung der Oxidschichtdicke unter den anfangs gemachten Voraussetzungen reicht die Annahme aus, daß die Oxidschicht vollkommen als Fe_3O_4 vorliegt.

Der Masseanteil an Fe_3O_4 ergibt sich dann aus den Sauerstoffgehalten nach Gleichung (1) zu:

$$\text{Masse\% Fe}_3\text{O}_4 = \text{Masse\% O} \frac{\text{MM Fe}_3\text{O}_4}{4 \text{ At.M. O}} \quad (1)$$

MM = Molekularmasse, At.M. = Atommasse

Die Eisenrohpulver haben demnach einen Oxidanteil von:

Eltrix 400: 2,52 Masse% Fe_3O_4

ASC-roh : 4,53 Masse% Fe_3O_4

Durch einfache Umrechnung erhält man unter Berücksichtigung der Dichten von Fe_3O_4 ($5,1 \text{ g/cm}^3$) und α -Eisen ($7,86 \text{ g/cm}^3$) die Volumina der Oxidschichten mit

Eltrix-400: 3,83 Vol% Fe_3O_4

ASC-roh : 6,77 Vol% Fe_3O_4

Mit Hilfe der Kugelformel errechnet sich die mittlere Oxidschichtdicke dann nach (2) zu:

$$x = r - \sqrt[3]{r^3 \frac{\text{Vol.\% Fe}}{100}}$$

x = mittlere Oxidschichtdicke

r = mittlerer Teilchenradius

Mit mittleren Teilchenradien von 125 μm für das Eltrix-400 und 45 μm für das ASC-Rohpulver nach 3.1.2. ergeben sich dann mittlere Schichtdicken von:

Eltrix-400: 1,6 μm

ASC-Rohpulver: 1.0 μm

3.1.4. Teilchencharakterisierung

Um die Veränderung der Pulver bei späteren Wärmebehandlungszuständen mit dem Ausgangszustand vergleichen zu können, wurden sowohl rasterelektronenmikroskopische Aufnahmen der Pulverteilchen als auch lichtmikroskopische Schliffbilder hergestellt.

Eine Übersicht über mehrere Teilchen zeigen die Bilder 12a (Eltrix-400) und 12b (ASC-roh). In beiden Fällen erscheinen die einzelnen Pulverteilchen kompakt. Während die ASC-Rohpulverteilchen eine weitgehend einheitliche Teilchenform aufweisen, decken die Teilchen des Eltrix-Pulvers ein weites Spektrum ab von runden Teilchen mit relativ glatter Oberfläche bis zu knolligen oder sehr langgestreckten Formen. In beiden Fällen sind feine Pulverteilchen teilweise an größeren Teilchen angesintert.

Bei 1000-facher Vergrößerung ist deutlich die Oberflächenstruktur der Pulver erkennbar (Bild 13a, b). Die Oxidhaut ist stellenweise abgeplatzt, sodaß hier die metallische Oberfläche sichtbar wird. An der eigentlichen Oberfläche sind feine Partikel mit Durchmessern im Bereich von 1 μm angesintert. Diese Teilchen sind beim ASC-Rohpulver zahlreicher und etwas gröber als beim Eltrix-400, die Oberfläche des ASC-Rohpulvers erscheint dadurch rauher.

Einen Querschliff in Oberflächennähe zweier Eltrix-Pulverteilchen zeigt Bild 14. Da die weiche Metallphase des Teilcheninnern bei der Präparation über den Teilchenrand verschmierte, mußte geätzt werden, um die dünne Oxidschicht freizulegen. Die Größenordnung der in 3.1.3. abgeschätzten Oxidschichtdicke von 1,6 μm wird durch den Schliff bestätigt. Allerdings sind die Abweichungen vom Mittelwert erheblich. Gewöhnlich ist die Oxidschicht etwa 1 μm dick und häufig von Rissen unterbrochen. An konkaven Stellen der Teilchenoberfläche finden sich aber oft deutlich strukturierte dickere Oxidschichten, welche bis zu 5 μm anwachsen können. Teilweise bilden diese Oxidschichten Brücken zwischen einzelnen Pulverteilchen.

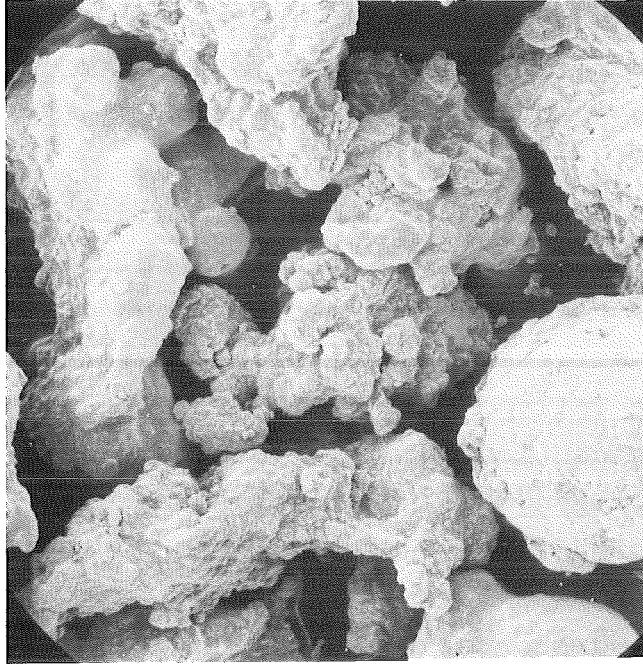


Bild 12 a: Pulver Eltrix-400 100 x REM

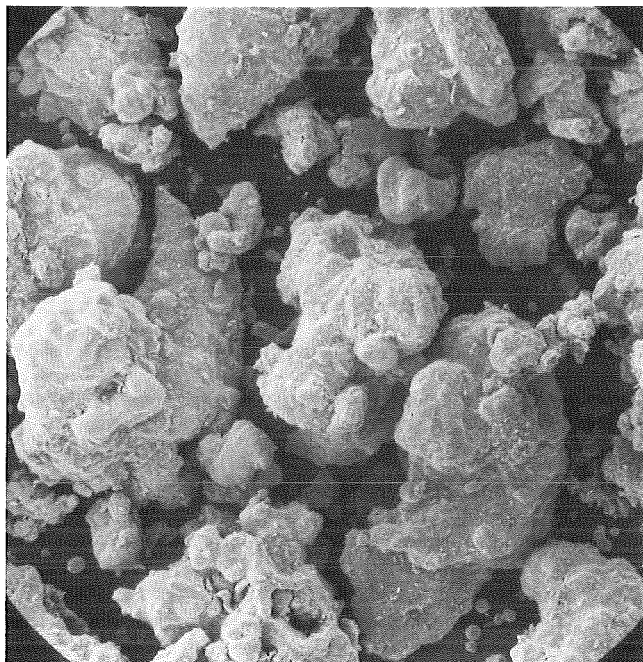


Bild 12 b: Pulver ASC-roh 400 x REM

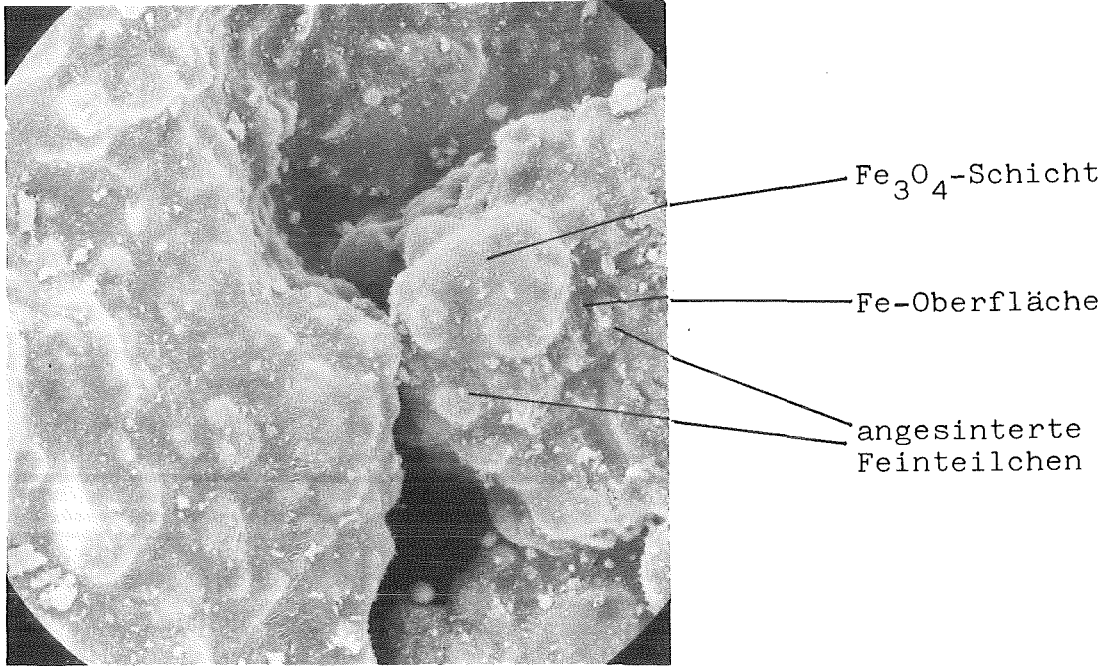


Bild 13 a: Eltrix-400 1000 x REM

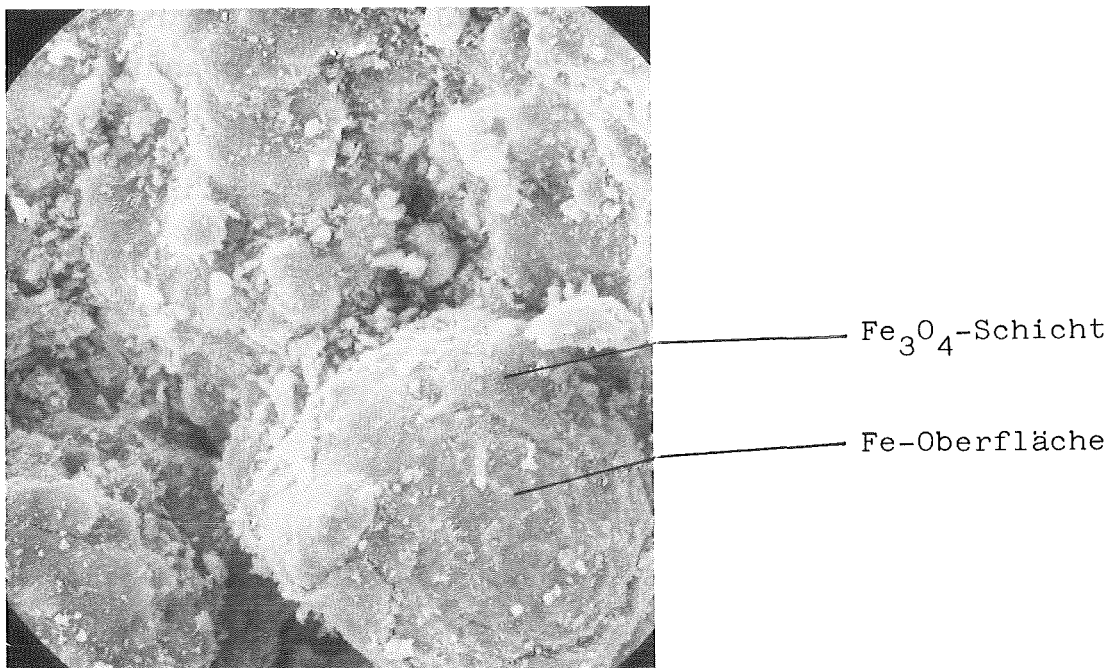


Bild 13 b: ASC-roh 1000 x REM

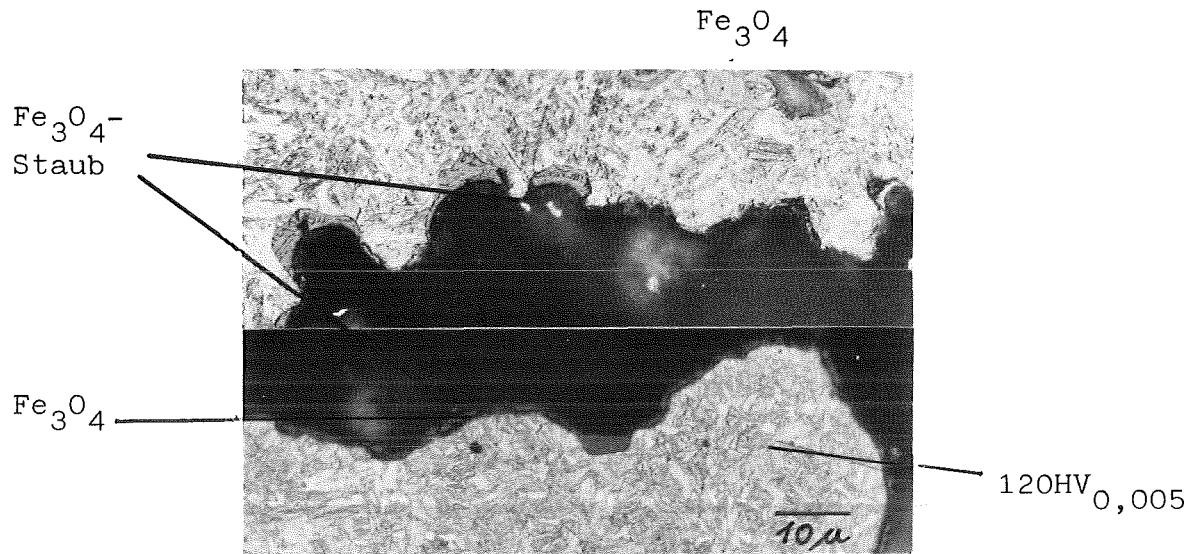


Bild 14: Eltrix-400, geätzt mit 3 % HNO₃
1000 x, Ölimmersion

An der Oberfläche der Oxidschicht angesinterte feine Oxidpartikel sind im Schliff ebenfalls sichtbar. Der metallische Anteil des Pulvers kann unter Zugrundelegung der chemischen Analyse und des Fe-C-Zustandsdiagrammes nur aus Ferrit bestehen. Wegen der schnellen Abkühlung bei der Verdüsung zeigt dieser allerdings ein stark verspanntes Gefüge. Die Härte der Ferrit-Matrix wurde mit Mikrohärtmessung zu 120 HV_{0,005} ermittelt.

3.2. Vorformkörper für die Versuchsdurchführung

3.2.1. Herstellung der Vorformkörper

Zur Herstellung der Vorformkörper wurden die Pulver Eltrix-400 und ASC-roh mit jeweils 0,75 Gew.% der beiden Binderkomponenten Phenolharz und Polyisocyanat gemischt. Die Binderkomponenten wurden in der genannten Reihenfolge nacheinander zugegeben. Die Mischzeit betrug 5 Minuten.

Es wurde ein langsam laufender Rührarmmischer verwendet, der als Labormischer für Gießereien speziell zur Mischung körniger Substanzen, wie z. B. diverser Kernsande, mit Phenolharzen entwickelt wurde.

Die Drehzahl des Mixers betrug 55 min^{-1} , der Durchmesser 200 mm, was einer Umfangsgeschwindigkeit von 0,58 m/s entspricht.

Es ist erfahrungsgemäß notwendig, die Phenolharze in einem schonend arbeitenden, langsam laufenden Mischer zu verarbeiten, da zu schnell arbeitende Mischer zu reibungsbedingter Erwärmung der Mischung führen, was eine unkontrollierte, beschleunigte Aushärtung der Pulver-Binder-Mischung zur Folge hat. Das würde zwar das Reduktionsverhalten der Pulver nicht beeinträchtigen und hätte deshalb auch keinen Einfluß auf die technologischen Eigenschaften der daraus hergestellten Proben, jedoch würde die Festigkeit und Handhabbarkeit der Vorformkörper erheblich verschlechtert.

Die Pulver-Binder-Mischung wurde anschließend mit Hilfe einer handelsüblichen Kernschießmaschine, wie sie ohne Änderungen in der Gießertechnik eingesetzt wird, im sogenannten Cold-Box-Verfahren weiterverarbeitet.

Die Mischung wurde mit einem Schießdruck von 6 bar in die entsprechende Form gefüllt und anschließend mit Triethylamin als Katalysator ausgehärtet. Die Schießzeit betrug dabei 0,5 Sekunden, die gesamte Aushärtezeit 5 Sekunden.

Die so gefertigten Vorformkörper wiesen bei Verwendung des Eltrix-400-Pulvers Dichten von $3,52 \pm 0,04 \text{ g/cm}^3$ auf, was $44,8 \pm 0,5 \%$ der theoretischen Dichte des Eisens beträgt. Bei Einsatz des ASC-Rohpulvers war die Dichte $3,28 \pm 0,04 \text{ g/cm}^3$ oder $41,7 \pm 0,5 \%$ der theoretischen Dichte. Aus diesen Messungen ergibt sich, daß die Schießdichte praktisch der Schüttdichte der Pulver gleichgesetzt werden kann.

Es wurden Vorformkörper mit drei unterschiedlichen Geometrien hergestellt.

Für Prüfstäbe zur Messung der physikalischen Werkstoffkennwerte wurde die Geometrie des MPA-Stabes nach ISO-Norm 2740 zugrunde gelegt (Bild 15). Eine Korrektur aufgrund des Schwundes, der bei der Reduktion der Vorformkörper erfolgt, wurde nicht vorgenommen, da bei den unterschiedlichen Reduktionsbedingungen ein unterschiedlicher Schwund der Vorformkörper zu erwarten war. Die Höhe der MPA-Vorformkörper betrug 12 mm.

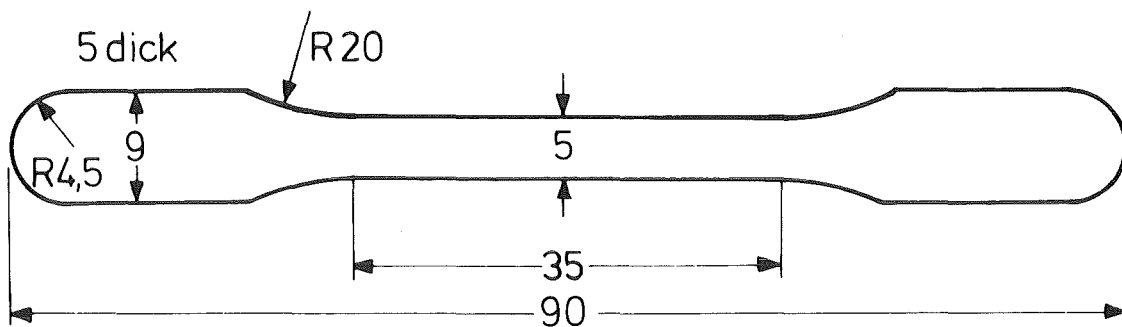


Bild 15: MPA - Prüfstab nach ISO - Norm 2740

Für die Messungen der Verdichtungseigenschaften in Abhängigkeit von den Reduktionsbedingungen wurden Vorformkörper in Form von Stopfen mit 1 cm^2 Querschnitt und 20 mm Höhe gewählt.

Für den Vergleich der erzielbaren Dichteverteilungen bei der Verwendung von losem Pulver oder von Vorformkörpern wurden Vorformkörper komplexerer Geometrie hergestellt, die an entsprechender Stelle beschrieben werden.

3.2.2. Sauerstoffgehalt und Kohlenstoffgehalt der Pulver-Binder-Mischung

Der Sauerstoff- und Kohlenstoffgehalt der fertigen Pulver-Binder-Mischung setzt sich zusammen aus dem Sauerstoff- und Kohlenstoffgehalt der Eisenrohpulver und dem des Binders. Wie bei allen organischen Stoffen ist der Kohlenstoffgehalt des Binders sehr hoch. Gemessen wurden 0,631 Gew.% Kohlenstoff. Der Sauerstoffgehalt wurde zu 0,139 Gew.% bestimmt.

Eine rechnerische Bestimmung der Sauerstoff- und Kohlenstoffgehalte des Binders ist nicht möglich, da die Größen m und n des Phenolharzes aus Kapitel 2.3. nicht bekannt sind. Außerdem unbekannt sind das dem Phenolharz beigegebene Lösungsmittel sowie der Ausdruck R' des Polyisocyanates.

Für eine Pulver-Binder-Mischung aus Eltrix-400 und 1,5 Gew.% Binder ergibt sich deshalb ein Sauerstoffgehalt von 0,904 Gew% und ein Kohlenstoffgehalt von 1,028 Gew.%. Die Mischung von ASC-Rohpulver mit 1,5 Gew.% Binder weist einen Sauerstoffgehalt von 1,478 Gew.% und einen Kohlenstoffgehalt von 1,436 Gew.% auf (Tabelle 4).

Pulver	Sauerstoffgehalt		Kohlenstoffgehalt	
	Gew. %	At % *	Gew %	At % *
Eltrix +1,5 Gew.%B.	0,904	3,15	1,028	4,76
ASCroh+1,5Gew.%B.	1,478	5,15	1,436	6,65

Tabelle 4: Sauerstoff- und Kohlenstoffgehalt der Pulver-Binder-Mischung mit 1,5 Gew. % Binder

Tabelle 4 zeigt, daß in Atom% gemessen dem Sauerstoff zur Bildung von CO immer ein Kohlenstoffüberschuß gegenüber steht. Die Werte für die Sauerstoff- bzw. Kohlenstoffgehalte sind allerdings aufgrund der unbekanntenen Binderzusammensetzung mit einem geringfügigen Fehler behaftet.

3.2.3. Mikroskopische Betrachtung der ausgehärteten Pulver-Binder-Mischung mit Eltrix-400

Um festzustellen, ob der Phenolharzbinder das Pulver gut benetzt und die Teilchen vollständig umhüllt, wurden mikroskopische Untersuchungen durchgeführt.

Durch lichtmikroskopische Betrachtung kann selbst bei stärkster Vergrößerung keine Aussage über eine Binderschicht gemacht werden (Bild 16).

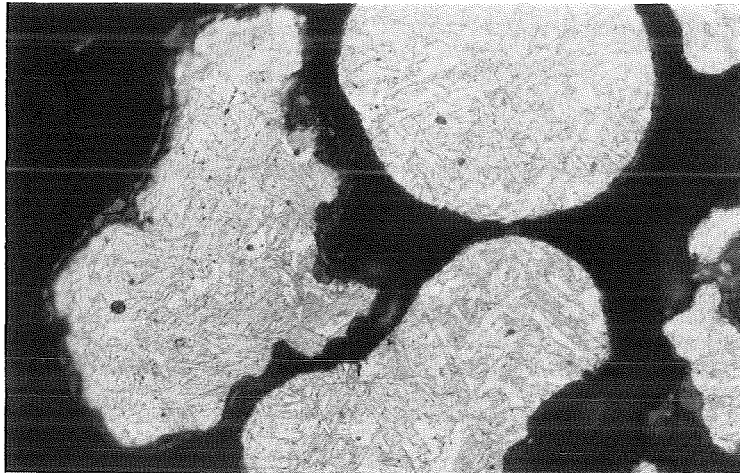


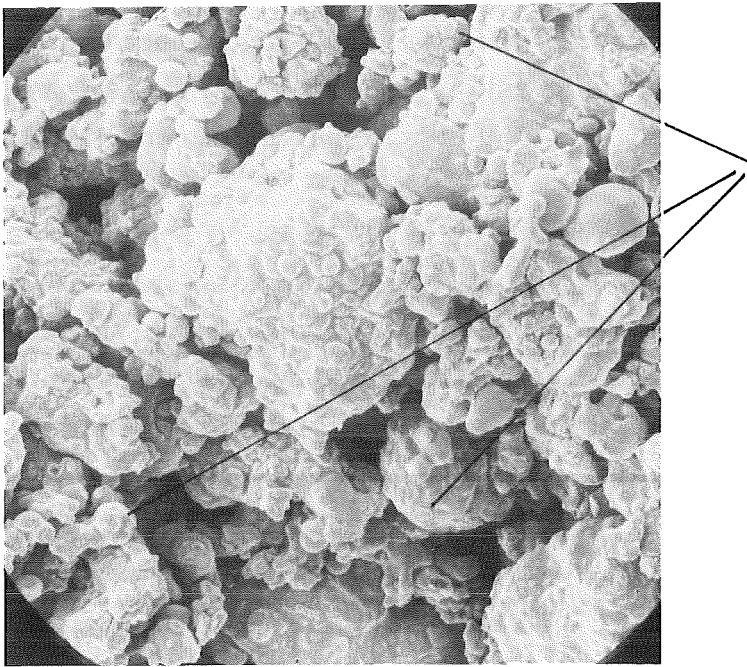
Bild 16: Eltrix 400 + 1,5 Gew% Binder
geätzt mit 3 % HNO_3
1000 x, Ölimmersion

Der Teilchenrand entspricht völlig dem des nicht harzgebundenen Pulvers (vgl. Bild 14). Offensichtlich reflektiert der Binder das Licht ähnlich schlecht wie die umgebende Einbettmasse und kann deswegen nicht davon unterschieden werden.

Im Gegensatz zur lichtmikroskopischen Betrachtung unterscheidet sich die Oberfläche des mit Binder gemischten Pulvers im Raster-Elektronenmikroskop selbst bei geringer Vergrößerung schon deutlich von der des unbehandelten Pulvers (Bild 17).

Die ursprünglich rauhe und schuppige Oberfläche des Pulvers (vgl. Bild 12 a) ist von einer Binderschicht derartig bedeckt, daß die feinstrukturierte Oberfläche des oxidierten Pulvers nicht mehr sichtbar ist. In konkaven Stellen der Pulverteilchen sowie an Kontaktstellen der Teilchen untereinander ist die Binderschicht dicker und läßt das Pulver deshalb insgesamt weniger rauh erscheinen. An einigen Stellen sind deutlich Brüche ehemaliger Binderbrücken zu sehen.

Bei stärkerer Vergrößerung zeigt sich deutlich, daß der Binder das Pulver ausgezeichnet benetzt (Bild 18). Die Binderschicht ist lückenlos und auf der ganzen Teilchenoberfläche nur so dick, daß die Topographie des Teilchens gut sichtbar bleibt.



Bruchflächen

Bild 17: Eltrix-400 + 1,5 Gew% Binder
100 x REM

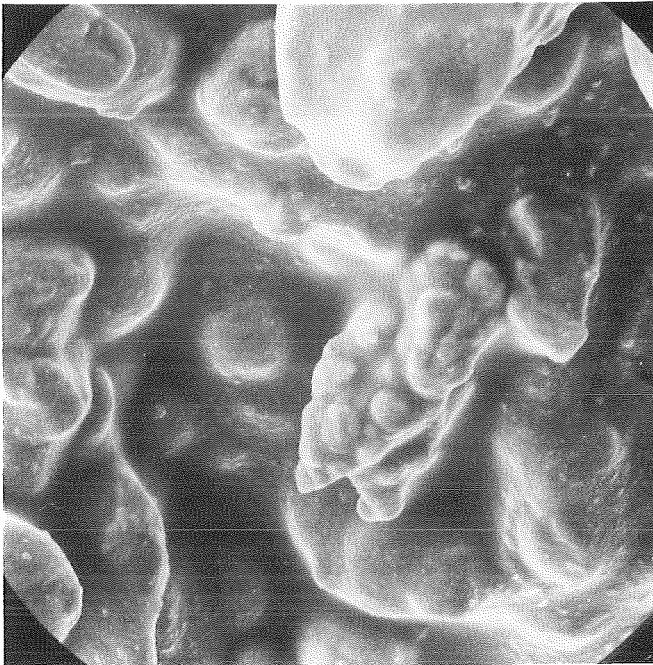


Bild 18: Eltrix-400 + 1,5 Gew% Binder
1000 x REM

3.3. Vergleich der Dichteverteilung in Presskörpern aus losem Pulver und aus Vorformkörpern

3.3.1. Geometrie des Probekörpers

Um die Unterschiede in der Dichteverteilung, die sich aus der Verwendung von Vorformkörpern gegenüber loseem Pulver bei einem abgestuften Bauteil mit Pressflächen schräg zur Preßrichtung ergeben, darstellen zu können, wurde ein Prüfkörper mit zwei Abstufungen an einer der Preßflächen entworfen (Bild 19).

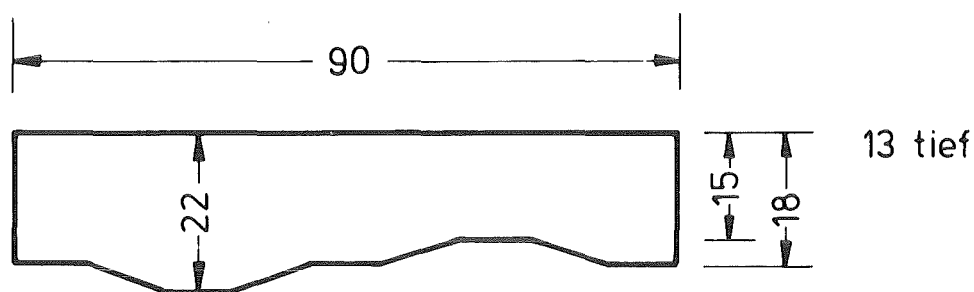


Bild 19: Prüfkörper zum Vergleich der Dichteverteilung bei Verwendung von lose geschüttetem Pulver und von Vorformkörpern

Durch die Verwendung eines vorhandenen Preßwerkzeuges, bei dem lediglich der Unterstempel neu angefertigt wurde, wurde die Länge des Prüfkörpers von 90 mm sowie die Breite von 13 mm vorgegeben.

Die Größe der Abstufungen des Prüfkörpers ergaben sich aus der Forderung nach möglichst großen Dichtestreuungen im Pulverpreßteil bei Verwendung eines ungeteilten profilierten Unterstempels. Die Abstufungen wurden allein über geometrische Beziehungen errechnet, der Pulverfluß quer zur Preßrichtung beim Pressen eines solchen Bauteiles konnte nicht berücksichtigt werden, da darüber keine genauen Angaben existieren.

Die über den einzelnen Abstufungen zu erwartenden mittleren Dichtewerte sowie die dazugehörigen Füllhöhen sind für eine mittlere Bauteildichte von $7,0 \text{ g/cm}^3$ in Tabelle 5 dargestellt. Errechnet wurden diese Zahlen für das Pulver ASC 100.29 mit einer Füllsdichte von $2,9 \text{ g/cm}^3$.

Füllhöhe [mm]	Presshöhe [mm]	Pressweg [mm]	Pressdichte [g/cm ³]	Füllfaktor
47	22	25	6,20	2,14
43	18	25	6,93	2,39
40	15	25	7,77	2,67

Tabelle 5: Mittlere Preßdichten für ein abgestuftes Bauteil, gepreßt mit ungeteiltem, profiliertem Unterstempel. Pulverfluß quer zur Preßrichtung ist nicht berücksichtigt.

3.3.2. Rechnerische Dichteverteilung in einem Preßkörper aus losem Pulver

Beim Verdichten einer Pulverschüttung erhält man, bedingt durch Reibungskräfte im Pulverhaufwerk und zwischen Pulver und Matrizenwand, eine mit zunehmender Entfernung von der Pressfläche abnehmende Preßdichte. Beim zweiseitigen Pressen findet man die niedrigste Dichte in der sogenannten neutralen Zone in halber Höhe des Presslings. Bild 20 zeigt für ein Bauteil von 20 mm Höhe die Dichteunterschiede in Pressrichtung als Funktion der mittleren Dichte. Die Angaben gelten ebenfalls für das Pulver ASC 100.29 mit 0,7 % Zinkstearat als Gleitmittel. Man erkennt, daß der Einfluß der neutralen Zone mit steigender mittlerer Dichte geringer wird. Bei Dichten über $7,35 \text{ g/cm}^3$ kann die neutrale Zone nicht mehr festgestellt werden.

Tabelle 6 zeigt die rechnerische Dichteverteilung in den gewählten Prüfkörpern unter Berücksichtigung des Einflusses der neutralen Zone, aber wiederum ohne Beachtung der Pulververschiebung quer zur Preßrichtung.

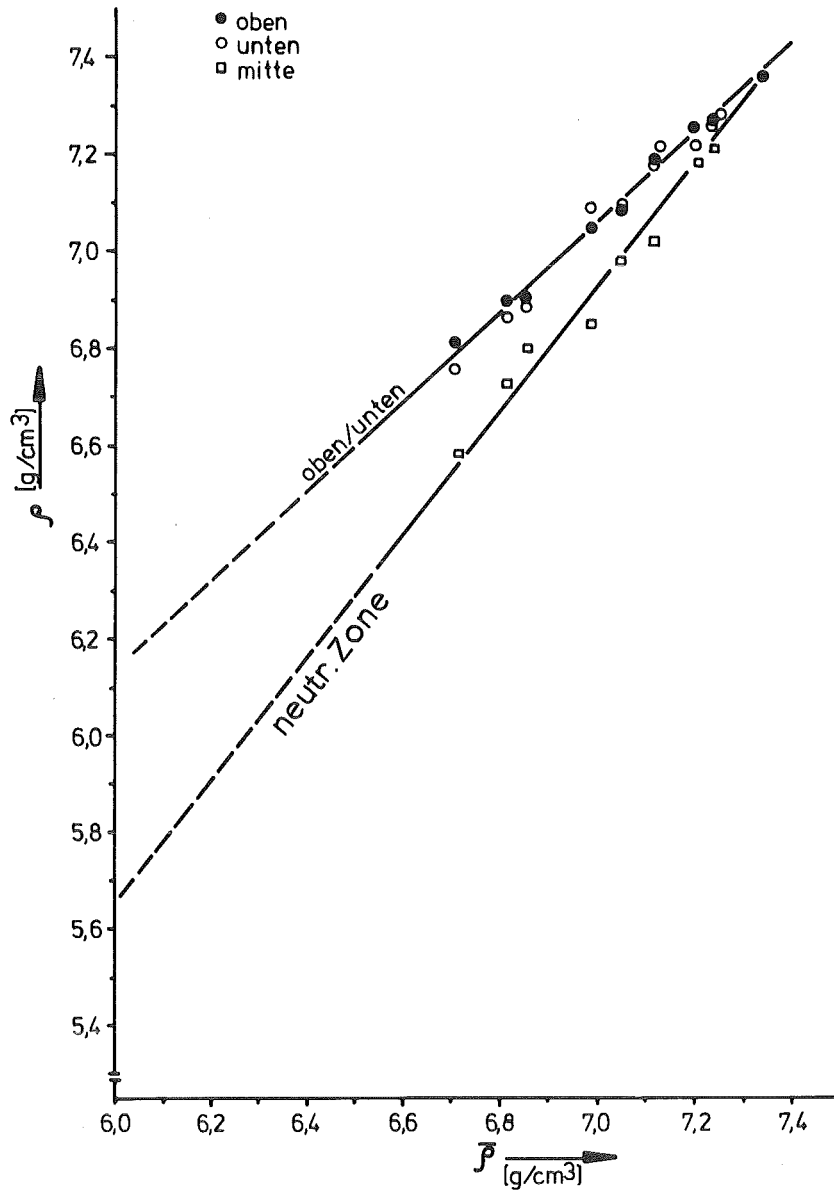


Bild 20: Pulverpressen: Dichteverteilung in Preßrichtung (ASC 100.29 + 0,7 % Zn-Stearat, Höhe 20 mm)

7,05	6,87	6,57	6,38	6,57	6,87	7,05	7,18	7,57	7,77	7,57	7,18	7,05
6,90	6,65	6,20	5,94	6,20	6,65	6,90	7,04	7,57	7,77	7,57	7,04	6,90
7,05	6,87	6,57	6,38	6,57	6,87	7,05	7,18	7,57	7,77	7,57	7,18	7,05

Tabelle 6: Rechnerische Dichteverteilung im Pulverpreßling bei Zugrundelegung der geometrischen Verhältnisse und der Dichtegradienten in Preßrichtung

Die höchste Dichte wird im engsten Querschnitt errechnet und beträgt $7,77 \text{ g/cm}^3$, wobei sich die neutrale Zone nicht bemerkbar macht. Die niedrigste Dichte herrscht an der Stelle der größten Bauteilhöhe in der neutralen Zone mit $5,94 \text{ g/cm}^3$. In Stempelnähe errechnet man oben und unten Dichtewerte von $6,38 \text{ g/cm}^3$. Ohne Pulververschiebungen während des Preßvorganges wären demnach Dichteunterschiede von $1,83 \text{ g/cm}^3$ oder 23 % der theoretischen Dichte zu erwarten.

Die graphische Darstellung der rechnerischen Dichteverteilung zeigt Bild 21, wobei die durchgezogene Linie den Dichteverteilungen im Bereich der Preßstempel entspricht, während die gestrichelte Kurve die Dichteverteilung in der neutralen Zone angibt.

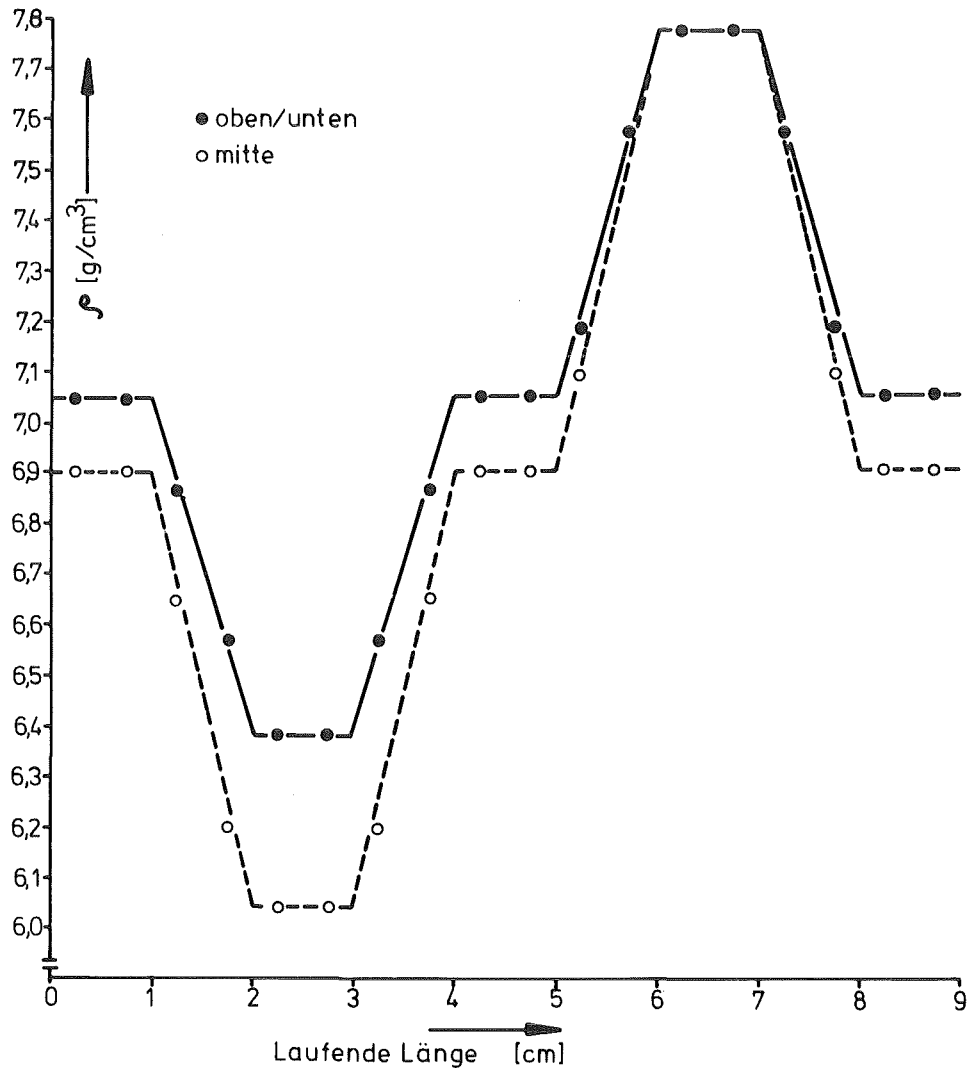


Bild 21: Rechnerische Dichteverteilung im Pulverpreßling

3.3.3. Reale Dichteverteilung in den Prüfkörpern

Zur Bestimmung der realen Dichteverteilung in den Prüfkörpern wurden an diesen 60 Segmentdichten bestimmt.

Um ausreichende Segmentgewichte zu erhalten und den Wägefehler möglichst gering zu halten, wurden die Prüfkörper nicht direkt in 60 Segmente geschnitten, sondern nach Bild 22 in 20 Segmente quer zur Preßrichtung und 27 Segmente in Preßrichtung zerlegt.

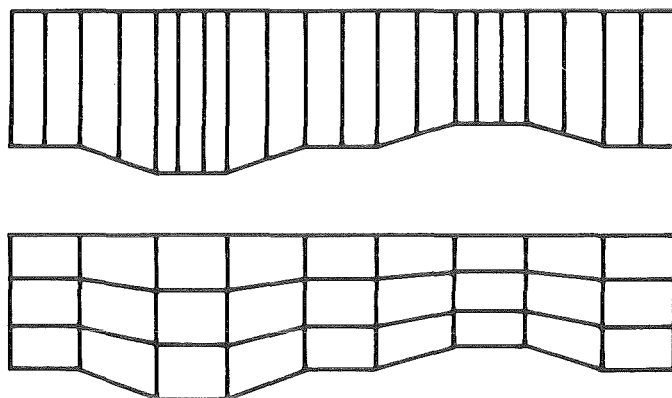


Bild 22: Aufteilung der Prüfkörper in einzelne Segmente zur Bestimmung der Dichteverteilung

Daraus wurde dann die eigentliche reale Dichteverteilung errechnet.

Gewogen wurde mit einer auf 1/10.000 g genau wiegenden Analysenwaage, wobei die letzte Stelle gerundet wurde. Das minimale Probengewicht lag knapp unter drei Gramm, sodaß der Wägefehler bei der Dichtebestimmung außer acht gelassen werden kann.

Ein größerer Fehler ergibt sich für die geometrische Position der Dichtesegmente innerhalb des Prüfkörpers. Der Positionsfehler beträgt hier die halbe Breite der Trennscheibe, d. h. 0,8 mm bei einer minimalen Segmentbreite von drei mm. Das entspricht einem maximalen Fehler von $\pm 27\%$ für die Positionsgenauigkeit der schmalsten Segmente. Die überwiegende Zahl der

Dichtesegmente hat eine Breite von fünf mm, woraus sich eine Positionsgenauigkeit von $\pm 16\%$ ergibt. Die Zahlenwerte für die Dichte sind Mittelwerte aus jeweils drei Einzelmessungen.

3.3.3.1. Reale Dichteverteilung bei Verwendung von losem Pulver

Die gemessene reale Dichteverteilung, die sich beim Verpressen von losem Pulver im Prüfkörper nach 3.3.1. bei Einsatz eines Preßwerkzeuges mit ungeteiltem Unterstempel einstellt, zeigt Tabelle 7.

7,07	7,01	6,95	6,83	6,81	6,82	6,81	6,82	6,97	7,05	7,11	7,16	7,31	7,37	7,34	7,31	7,31	7,23	7,20	7,16
6,87	6,81	6,77	6,66	6,58	6,59	6,58	5,72	6,86	6,94	7,00	7,10	7,24	7,37	7,34	7,31	7,23	7,17	7,02	7,00
7,11	7,05	6,92	6,80	6,75	6,76	6,75	6,81	6,95	7,06	7,12	7,21	7,29	7,38	7,35	7,32	7,29	7,21	7,19	7,15

Tabelle 7: Reale Dichteverteilung im Prüfkörper bei Verwendung von losem Pulver (ASC 100.29 + 0,7 % Zn-Stearat)

Verglichen mit der rechnerischen Dichteverteilung (Tabelle 6) sind die Dichteunterschiede innerhalb des Preßkörpers erheblich weniger ausgeprägt. In Zonen hoher Dichte ist die gemessene Dichte geringer als die errechnete, in Zonen niedriger Dichte dagegen höher. Es finden also während des Preßvorganges Pulververschiebungen quer zur Preßrichtung statt, wobei der Pulverfluß aus Zonen hoher Dichte in Zonen niedriger Dichte gerichtet ist.

Der maximale Dichteunterschied beträgt nahezu $0,8 \text{ g/cm}^3$ oder 10 % der theoretischen Dichte. Der niedrigste gemessene Wert von $6,59 \text{ g/cm}^3$ liegt im höchsten Querschnitt in der neutralen Zone, der Höchstwert von $7,38 \text{ g/cm}^3$ wird naturgemäß im engsten Querschnitt gemessen.

Die Dichtestreuungen innerhalb des Pulverpreßkörpers überdecken demnach drei Dichteklassen von Sint-C bis Sint-E nach den Spezifikationen der Werkstoffleistungsblätter des Fachverbandes Pulvermetallurgie, d. h. die Dichtewerte reichen von den niedrigsten Dichten für Sinterformteile bis zu den höchsten Dichten, die nur durch Anwendung der Zweifachsintertechnik erreicht werden können.

In Bild 27 ist die reale Dichteverteilung im Pulverpreßkörper graphisch dargestellt. Der Dichteverlauf im Bereich des Oberstempels unterscheidet sich bei niedrigen Dichten geringfügig vom Dichteverlauf im Bereich des Unterstempels. Bei höheren Dichten verlaufen die Kurven der Dichteverteilung in Nähe des Oberstempels und des Unterstempels deckungsgleich.

In Übereinstimmung mit Bild 20 ist die neutrale Zone desto ausgeprägter, je niedriger die Gesamtdichte im Prüfkörper ist. Bei den höchsten gemessenen Dichten über $7,35 \text{ g/cm}^3$ ist eine ausgeprägte neutrale Zone nicht mehr feststellbar.

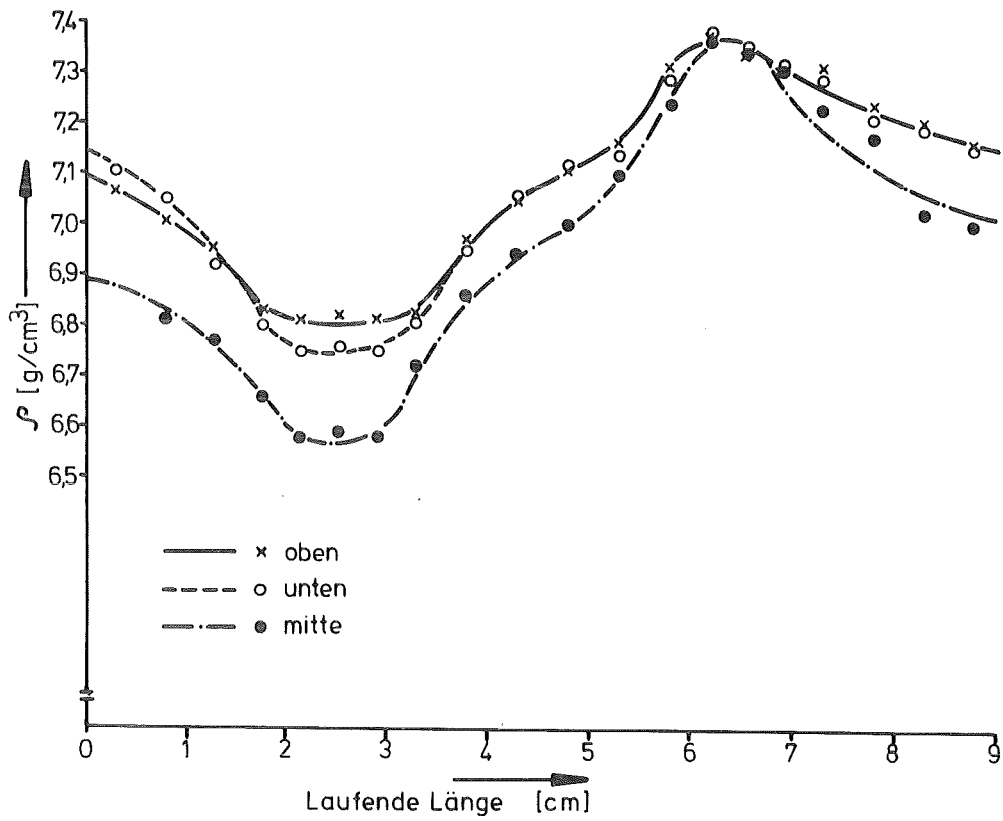


Bild 23: Dichteverteilung bei Verdichtung von losem Pulver

3.3.3.2. Reale Dichteverteilung bei Verwendung von Vorformkörpern

Bild 24 zeigt für Preßkörper, die aus Vorformkörpern hergestellt wurden, die Abhängigkeit der Dichteverteilung in Preßrichtung von der mittleren Dichte. Die Messungen wurden an Stopfen von 20 mm Höhe und 1 cm² Querschnitt durchgeführt. Vergleicht man mit Bild 20, so fällt auf, daß hier ein deutlicher Unterschied in den Dichtewerten im Bereich des Oberstempels und im Bereich

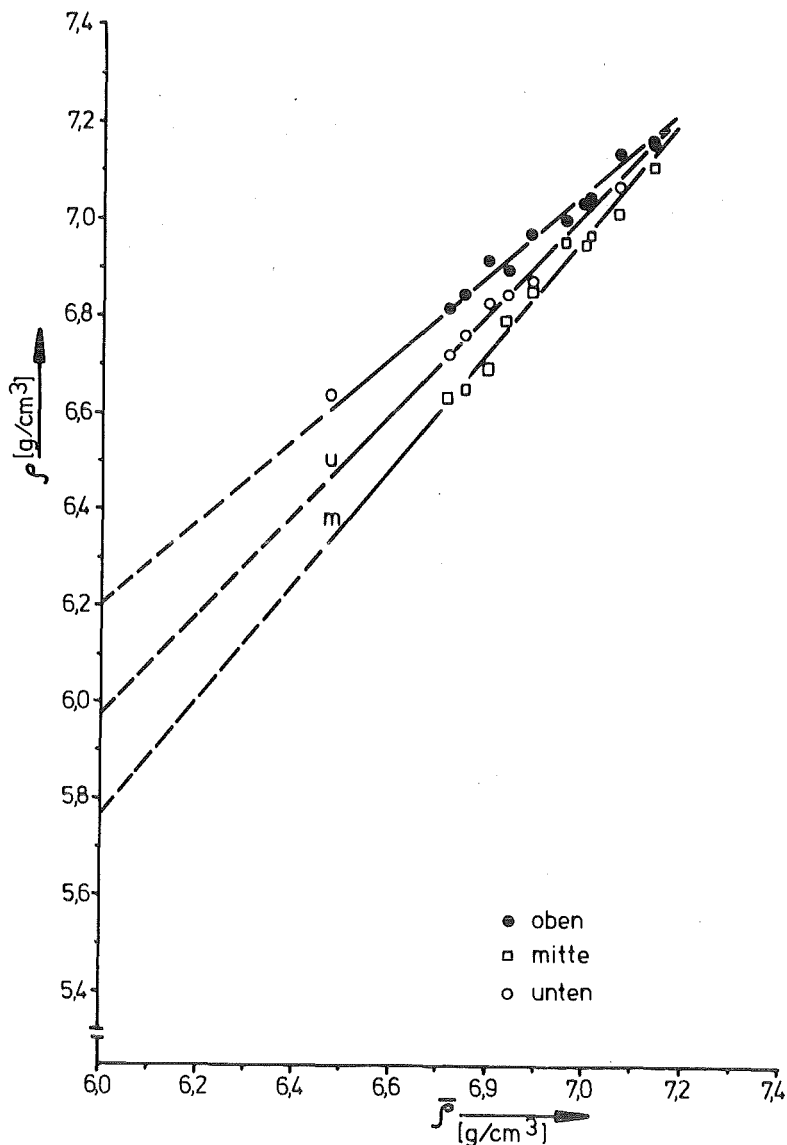


Bild 24: ZS - Preßling: Dichteverteilung in Preßrichtung (Eltrix 400, Matrizenschmierung, Höhe 20 mm)

des Unterstempels gemessen wird. Die Dichtewerte in Nähe des Unterstempels liegen zwischen der maximalen Dichte des Preßkörpers, die in der Nähe des Oberstempels gemessen wird, und der minimalen Dichte in der neutralen Zone. Ursache dafür ist die hier angewandte Matrizenschmierung, die einen Schmierstoffüberschuß im oberen Teil der Preßmatrize zur Folge hat.

Für die Prüfkörper nach Bild 19 gibt Tabelle 8 die Dichtewerte der einzelnen Segmente an, die sich bei der Verdichtung eines Vorformkörpers ergeben.

7,10	7,04	7,04	6,99	7,03	7,04	7,01	7,04	7,05	7,05	7,07	7,16	7,18	7,10	7,10	7,07	7,07	7,08	7,06	7,04
7,00	6,99	6,99	6,94	6,93	6,94	6,91	6,95	6,96	6,96	6,98	7,03	7,05	7,04	7,04	7,02	7,01	7,02	6,98	6,96
7,02	7,01	7,03	6,98	7,00	7,01	6,98	7,01	7,02	7,05	7,07	7,08	7,10	7,10	7,10	7,08	7,04	7,05	7,04	7,02

Tabelle 8: Reale Dichteverteilung im Prüfkörper bei Verwendung eines Vorformkörpers

Die dazu gehörende graphische Darstellung ist aus Bild 25 ersichtlich.

In Übereinstimmung mit Bild 24 liegen die Dichtewerte in Nähe des Unterstempels zwischen den Dichtewerten in Nähe des Oberstempels und denen in der neutralen Zone. Auffällig ist, daß in den jeweiligen Zonen des Prüfkörpers Dichtegradienten von $0,1 \text{ g/cm}^3$ oder $1,3 \%$ der theoretischen Dichte gemessen wurden, obwohl der Vorformkörper so bemessen war, daß im verdichteten Probekörper eine gleichmäßige Dichte erwartet werden konnte. Es ergeben sich also auch beim Verdichten von Vorformkörpern Pulververschiebungen senkrecht zur Preßrichtung. Die Kenntnis von Größe und Richtung dieser Pulververschiebungen ermöglicht allerdings eine Korrektur der Geometrie des Vorformkörpers so, daß sich dadurch eine gleichmäßige Dichte im Fertigteil einstellt.

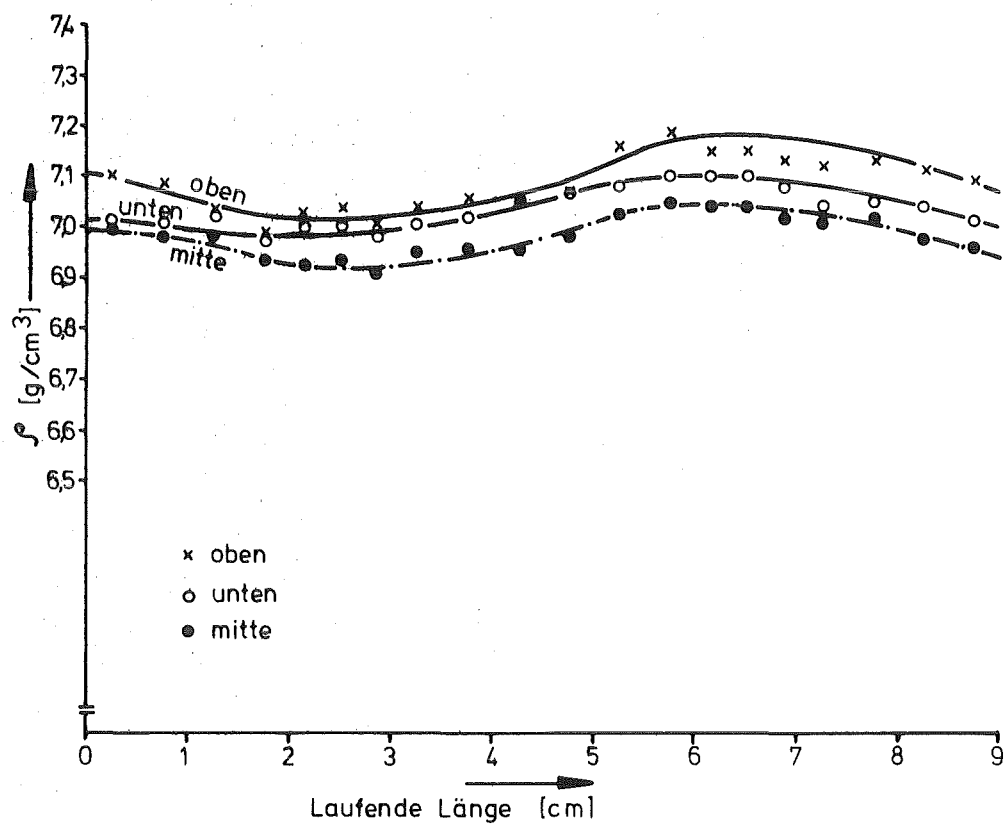


Bild 25: Dichteverteilung bei Verdichtung einer ZS - Vorform

3.3.3.3. Die Unterschiede der Pulverbewegungen bei der Verdichtung von losem Pulver und von Vorformkörpern

Die Verdichtung von Vorformkörpern zu Formkörpern mit profilierten Preßflächen unterscheidet sich grundsätzlich von der Verdichtung losen Pulvers zu Formkörpern gleicher Geometrie.

Der Vorformkörper ist so bemessen, daß sich an jeder Stelle des Formkörpers gleiche relative, aber unterschiedliche absolute Verdichtungswege ergeben, während die Verdichtung von losem Pulver mit profiliertem, ungeteiltem Unterstempel zu gleichen absoluten, aber unterschiedlichen relativen Verdichtungsweegen führt.

In beiden Fällen erhält man Pulververschiebungen senkrecht zur Preßrichtung, die sich aber in Größe und Richtung eindeutig unterscheiden.

Die Verhältnisse beim Verdichten von losem Pulver zeigt Bild 26. Die Verdichtung beginnt an allen Stellen der Pulverschüttung gleichzeitig, jedoch mit unterschiedlichen, auf die aktuelle Pulverhöhe bezogenen Verdichtungsgeschwindigkeiten. Da die Pulverteilchen in der losen Schüttung leicht gegeneinander verschoben werden können, ergibt sich ein Pulverfluß aus Bereichen höherer Dichte in Bereiche niedrigerer Dichte. Dem stehen Reibungskräfte der Pulverteilchen untereinander entgegen, die dafür verantwortlich sind, daß sich im Preßkörper schließlich keine homogene Dichte einstellt.

Verdichtet man einen entsprechenden Vorformkörper, so ergeben sich Verhältnisse, wie sie aus Bild 27 ersichtlich sind.

Die Verdichtung beginnt nicht gleichmäßig im ganzen Pulverhaufwerk, sondern zuerst an der Stelle des größten Querschnittes des Vorformkörpers. Man erhält jetzt Pulververschiebungen aus diesen Stellen lokal erhöhter Dichte in benachbarte Gebiete, in denen die Verdichtung noch nicht so weit fortgeschritten ist. Da sich gleiche relative Verdichtungswege erst bei Beendigung des Verdichtungs Vorganges einstellen, kommen diese Pulververschiebungen auch erst dann zum Stillstand.

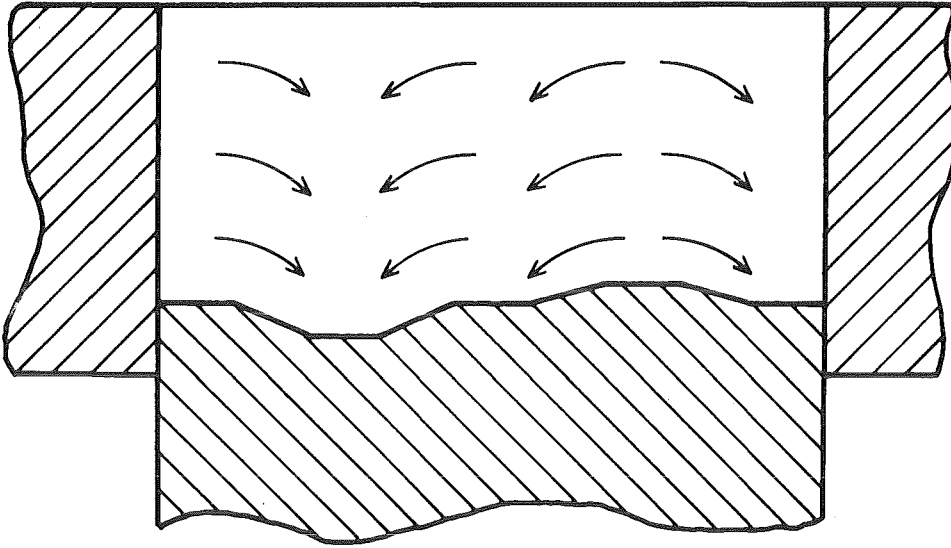


Bild 26: Pulverschiebungen beim Pressen von loseem Pulver mit profiliertem Unterstempel

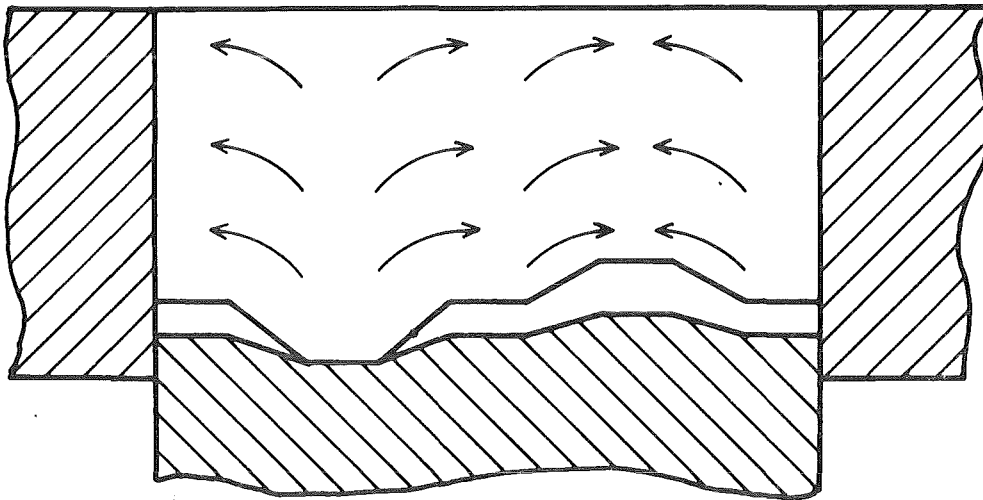


Bild 27: Pulverschiebungen beim Verdichten eines Vorformkörpers

Die Pulververschiebungen, die sich bei der Verdichtung eines Vorformkörpers einstellen, sind allerdings aufgrund der während der Reduktion des Vorformkörpers bereits gebildeten Sinterbrücken zwischen den Pulverteilchen erheblich geringer als die Verschiebungen, die bei der Verdichtung von losem Pulver auftreten. Sie betragen nur etwa 20% von diesen.

Es wäre von Interesse, diesen Aspekt der vorliegenden Arbeit genauer zu untersuchen. Denkbar wäre eine mathematische Beschreibung der zeitlichen und örtlichen Pulververschiebungen. Ergänzend dazu wäre eine experimentelle Untermauerung, beispielsweise anhand von Fließuntersuchungen an geschichtet gefüllten Vorformkörpern und Pulverschüttungen, interessant.

3.4. Das Reduktionsverhalten des phenolharzgebundenen Eisenrohpulvers "Eltrix 400"

Um das Ausbrennen des Binders und die einzelnen Phasen der Reduktion der harzgebundenen Vorformkörper zu untersuchen, wurden stopfenförmige Proben mit einem Gewicht von etwa 10 g einer Wärmebehandlung in einem elektrisch beheizten Rohrofen unterzogen. Die Proben wurden jeweils 30 Minuten auf Temperatur gehalten und anschließend innerhalb von 15 Minuten auf Raumtemperatur abgekühlt. Als Schutzgas wurde gespaltenes Ammoniak eingesetzt. Die Wärmebehandlungen wurden im allgemeinen in Temperaturschritten von 40° C durchgeführt, lediglich im unteren Temperaturbereich wurde eine Schrittweite von 80° C gewählt. Es wurde bei folgenden Temperaturen gearbeitet:

200° C	520° C	720° C	920° C
280° C	560° C	760° C	960° C
360° C	600° C	800° C	1000° C
440° C	640° C	840° C	1040° C
480° C	680° C	880° C.	

Die so behandelten Reduktionsproben wurden im Anschluß den folgenden Untersuchungen unterzogen:

- visuelle Betrachtung
- Messung des Sauerstoff- und Kohlenstoffgehaltes
- Messung der spezifischen Oberfläche
- Rasterelektronenmikroskopie zur Dokumentation der Veränderungen der Teilchenoberfläche
- Metallographie der Teilchenoberfläche.

3.4.1. Visuelle Prüfung der Proben

Die visuelle Prüfung der Reduktionsproben bezieht sich auf mehrere Eigenschaften, die meßtechnisch nicht faßbar sind. Andererseits geben die so erfaßten Eigenschaften wertvolle Hinweise auf die Erweichungstemperatur des Polyurethans, auf den Bereich des Zerfalls des Binders, auf die Bildung eines Kohlenstoffskelettes und auf den Beginn der Versinterung größerer Pulverteilchen.

Beurteilt wurden:

- die Farbveränderung der Oberfläche
- die Handhabbarkeit der Proben
- die Formstabilität der Proben.

Die Ergebnisse der visuellen Prüfung sind in Tabelle 9 aufgelistet. Da visuelle Eindrücke aber kaum in solcher Kürze darstellbar sind, kann die Tabelle nur einen ungefähren Überblick über die jeweilige Beschaffenheit der Vorformkörper geben.

Reduktions- temperatur (C)	Farbe	Handhabbarkeit	Formstabilität bei der Reduktion
200	matt schwarz	gut, wie o. WB	keine Formänderung
280	"	etwas zerbrech- licher als 200° C	"
360	dunkel	läßt sich leicht zerbrechen	unter Eigengew. Deformationen
440	"	zerfällt beim Anfassen	"
480	"	"	"
520	"	läßt sich vors. transportieren	"
560	etwas hel- ler grau	läßt sich transportieren	"
600	"	"	"
640	"	"	unter Eigengew. geringe Deformationen
680	"	"	"
720	"	deutlich fester als 680° C	"
760	metallisch grau, etw. dunkel	deutlich fester als 720° C	keine Formänderung
800	"	fester	"
840	heller grau	"	"
880	"	"	"
920	hellgrau metallisch	"	"
960	hellgrau metallisch	"	"
1000	"	fest, bei Bruch leichte plasti- sche Verformung	"
1040	"	"	"

Tabelle 9: Visuelle Beobachtungen an Proben nach Reduktion bei verschiedenen Temperaturen

3.4.2. Sauerstoffgehalt und Kohlenstoffgehalt

Nach der Reduktion wurden an jeweils 3 Proben die Sauerstoff- und Kohlenstoffgehalte bestimmt. Die Mittelwerte der Messungen sowie der aus dem ursprünglichen Sauerstoffgehalt errechnete Reduktionsgrad des Eisenoxidanteiles können aus Tabelle 10 entnommen werden.

Reduktionstemperat. [°C]	Sauerstoff		Kohlenstoff		Reduktionsgrad [%]
	[Gew. %]	[At %]	[Gew. %]	[At %]	
Eltrix 400	0,695	2,42	0,082	0,38	
Eltrix + Binder	0,904		1,028		
200	0,607	2,11	0,584	2,70	12,7
280	0,540	1,88	0,404	1,87	22,3
360	0,341	1,19	0,302	1,40	50,9
440	0,226	0,788	0,221	1,027	67,5
480	0,212	0,740	0,192	0,893	69,5
520	0,221	0,771	0,180	0,837	68,2
560	0,195	0,681	0,175	0,814	71,9
600	0,210	0,733	0,184	0,856	69,8
640	0,206	0,719	0,177	0,824	70,4
680	0,206	0,719	0,188	0,875	70,4
720	0,179	0,625	0,202	0,940	74,2
760	0,170	0,594	0,149	0,694	75,5
800	0,170	0,594	0,163	0,759	75,5
840	0,158	0,552	0,144	0,670	77,3
880	0,148	0,517	0,143	0,666	78,7
920	0,150	0,524	0,096	0,447	78,4
960	0,125	0,437	0,025	0,116	82,0
1 000	0,103	0,360	0,057	0,266	85,2
1 040	0,079	0,276	0,040	0,186	88,6

Tabelle 10: Sauerstoff- und Kohlenstoffgehalt bei verschiedenen Reduktionstemperaturen

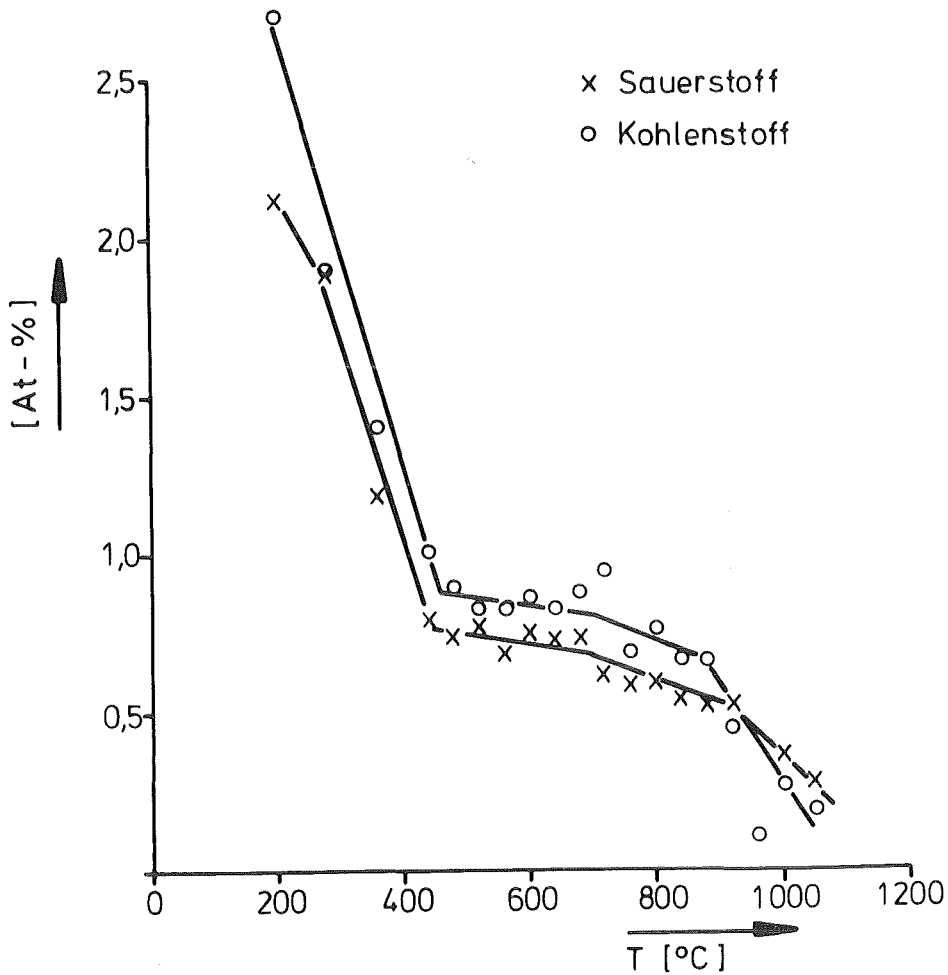
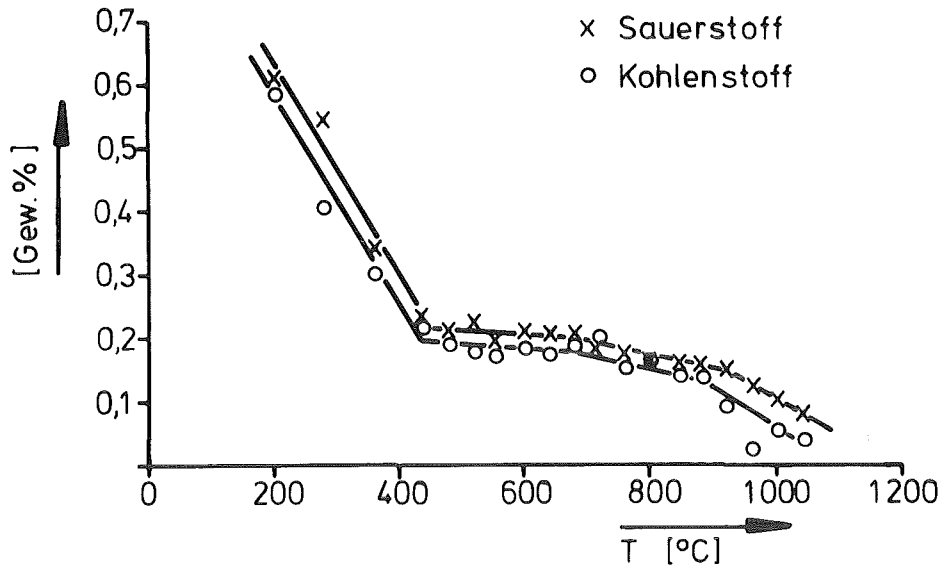


Bild 28: Sauerstoff- und Kohlenstoffgehalt der ZS - Vorformkörper in Abhängigkeit von der Reduktionstemperatur
 t = 30 min (a) in Gew. %, b) in At %)

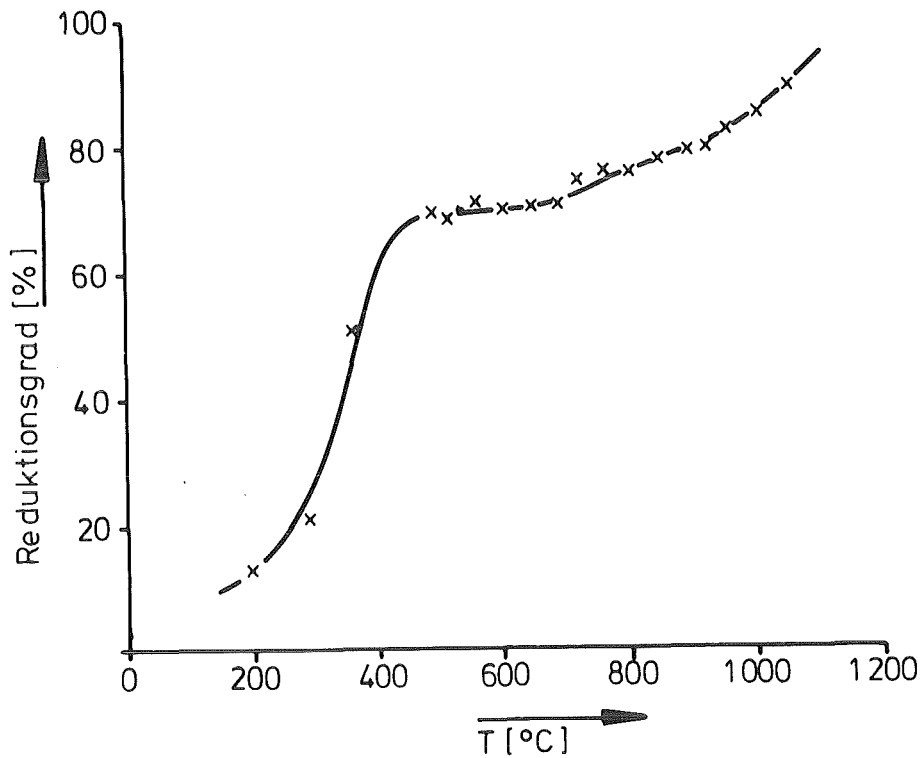


Bild 29: Reduktionsgrad des Eisenrohpulvers, bezogen auf den ursprünglichen Eisenoxidgehalt

Den Verlauf der Sauerstoff- und Kohlenstoffgehalte über der Reduktionstemperatur zeigt Bild 28, der Reduktionsgrad als Funktion der Reduktionstemperatur ist in Bild 29 gezeigt.

Bemerkenswert ist der rasche Abbau des Sauerstoffes und des Kohlenstoffes bis zur Temperatur von 440° C. Bei dieser für Reduktionsprozesse von Eisenoxiden niedrigen Temperatur sind bereits 67,5 % des ursprünglich vorhandenen Eisenoxides reduziert.

Bis 480° C Reduktionstemperatur wird der Sauerstoffgehalt noch geringfügig niedriger, um dann bis zur Reduktionstemperatur von 630° C praktisch konstant zu bleiben. Erst im Temperatur-

bereich zwischen 720°C und 880°C ist ein weiterer Sauerstoffabbau und ein Anstieg des Reduktionsgrades festzustellen. Oberhalb der $\alpha - \gamma$ Phasenumwandlung im Temperaturbereich $920 - 1040^{\circ}\text{C}$ nimmt die Reduktionsgeschwindigkeit nochmals deutlich zu, der schließlich erreichte Reduktionsgrad betrug bei einer Reduktionstemperatur von 1040°C und einer Haltezeit von 30 Minuten nahezu 90 %.

Die Kurve für den Kohlenstoffabbau verläuft exakt parallel zur Kurve für den Sauerstoffabbau. Lediglich im Temperaturbereich über 920°C baut sich der Kohlenstoff schneller ab als der Sauerstoff.

Betrachtet man die Atomanteile, so liegt der Kohlenstoffgehalt bis zu dieser Temperatur durchschnittlich um den Faktor 1,2 höher als der Sauerstoffgehalt (Bild 28 b). Das Verhältnis verschiebt sich ab 920°C dann aber deutlich zugunsten des Sauerstoffs.

3.4.3. Spezifische Oberfläche

Die Entwicklung der spezifischen Oberfläche mit steigender Reduktionstemperatur soll weitere Hinweise zur Klärung der Reaktionsmechanismen geben.

Die Messung spezifischer Oberflächen von Pulvern behandeln erstmals BRUNAUER, EMMET und TELLER (15). Eine vereinfachte Meßapparatur, die auf dem BET-Gerät basiert, beschreiben HAUL und DÜMBGEN (16). Die vorliegenden Messungen wurden an einem derartigen Areameter durchgeführt.

Die in Tabelle 11 aufgeführten Werte für die spezifische Oberfläche bei den einzelnen Reduktionstemperaturen sind Mittelwerte aus jeweils drei Einzelmessungen:

Reduktions- temperatur [°C]	spez. Ober- fläche [m ² /g]	Reduktions- temperatur [°C]	spez. Ober- fläche [m ² /g]
200	0,05 ± 0,005	720	1,06 ± 0,02
280	0,16 ± 0,005	760	0,76 ± 0,03
360	0,37 ± 0,02	800	0,77 ± 0,05
440	0,95 ± 0,02	840	0,56 ± 0,02
480	1,19 ± 0,02	880	0,34 ± 0,03
520	1,24 ± 0,01	920	0,14 ± 0,03
560	1,09 ± 0,01	960	0,08 ± 0,01
600	1,13 ± 0,03	1000	0,02 ± 0,01
640	1,08 ± 0,02	1040	0,02 ± 0,01
680	1,05 ± 0,01		

Tabelle 11: Spezifische Oberfläche in Abhängigkeit von der Reduktionstemperatur

Die Genauigkeit der Oberflächenmessung mit dem Areameter wird umso besser, je größer die spezifische Oberfläche ist. Für sehr kleine spezifische Oberflächen, wie sie hier vorliegen, werden relative Standardabweichungen von $\pm 6\%$ angegeben (17). Die Messungen können also nicht den Anspruch erheben, die exakte spezifische Oberfläche anzugeben, sie sind aber zum qualitativen Vergleich verschiedener Oberflächen gut geeignet. Die Entwicklung der spezifischen Oberfläche als Funktion der Reduktionstemperatur zeigt Bild 30.

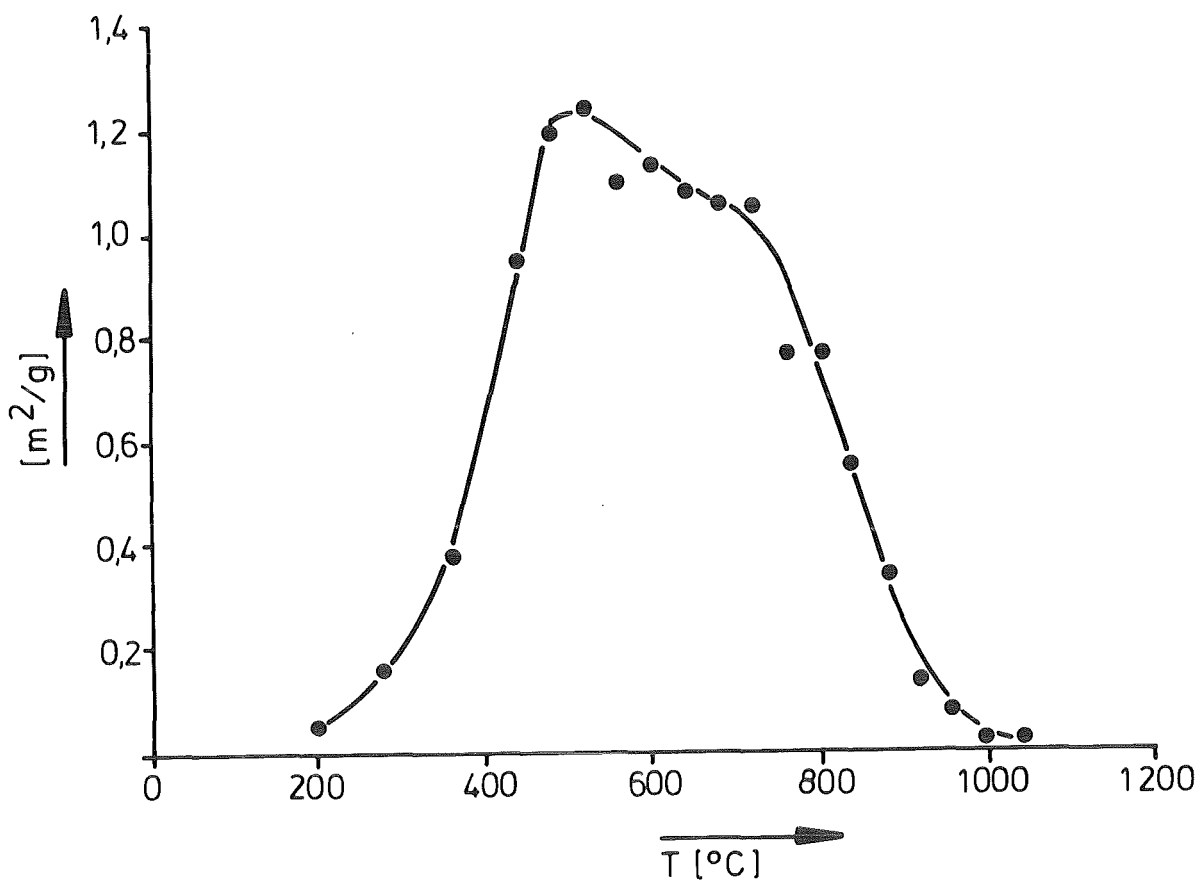


Bild 30: Spezifische Oberfläche der ZS - Vorformkörper aus Eltrix 400 in Abhängigkeit von der Reduktionstemperatur ($t = 30$ min)

Wie der Reduktionsgrad vergrößert sich auch die spezifische Oberfläche der Reduktionsproben im Bereich der niedrigen Temperaturen bis 520° C sehr schnell und steigt von einem Wert in der Nähe der Meßgrenze der Apparatur von 0,05 m²/g auf über 1,2 m²/g an. Die spezifische Oberfläche wird dann mit steigender Reduktionstemperatur geringfügig kleiner und erreicht bei 720° C einen Wert von 1,06 m²/g.

Wird die Temperatur von 720° C überschritten, so wird die spezifische Oberfläche rasch kleiner. Bei 1000° C wird mit einem Meßwert von 0,02 m²/g die Meßgrenze des Areameters wieder erreicht.

Die Temperatur von 720° C, ab der die spezifische Oberfläche rasch kleiner wird, stimmt überein mit der Temperatur, bei der erstmals eine deutliche Festigkeitssteigerung der reduzierten Proben festgestellt wird. In beiden Fällen könnte die Ursache durch Diffusionsprozesse in der durch die Reduktionsvorgänge stark aktivierte Teilchenoberfläche begründet sein.

3.4.4. Elektronenmikroskopische und lichtmikroskopische Untersuchungen

Zur weiteren Aufklärung der Reduktionsvorgänge wurden raster-elektronenmikroskopische und lichtmikroskopische Betrachtungen durchgeführt.

Mit dem Rasterelektronenmikroskop konnten Veränderungen an den Pulverteilchenoberflächen direkt beobachtet werden. Ergänzend dazu geben die lichtmikroskopischen Bilder von Schliffproben Informationen über Reaktionen im Inneren der Oxidschicht sowie an den Grenzen Eisen-Eisenoxid-Porenraum.

Da das weiche Eisen ($50 - 120 \text{ HV}_{0,025}$) beim Polieren der Proben zum Verschmieren neigte und deshalb anschließend die Oxidschicht überdeckte, wurden alle Proben 10 Sekunden lang mit 3-prozentiger alkoholischer Salpetersäure HNO_3 geätzt.

Dadurch konnte vorteilhaft auch die Rekristallisation des Ferrits beobachtet werden.

Die Bilder 31 bis 49 (Anhang) zeigen in der Reihenfolge steigender Temperatur jeweils unter

- a) - eine rasterelektronenmikroskopische Übersichtsaufnahme der Reduktionsprobe bei 300-facher Vergrößerung.
- b) - einen Ausschnitt aus der Oberfläche eines einzelnen Pulverteilchens bei 3000-facher Vergrößerung.
- c) - die Randzone von Pulverteilchen im Schliff bei 1000-facher Vergrößerung.

Schon bei einer Reduktionstemperatur von 200°C ist ein deutlicher Unterschied zum nur harzgebundenen, nicht wärmebehandelten Zustand sichtbar. Die Teilchenoberfläche zeigt sich rauher. Feine Teilchen ragen wieder deutlich begrenzt aus der Oberfläche. An einigen Stellen kann die Bildung feiner Oberflächenrisse festgestellt werden (Bild 31 b Anhang). Im Schliff erscheint das Eisenoxid deutlich strukturiert in zum Teil dendritischer Form (Bild 31 c Anhang). Die der Oberfläche anhaftenden Oxidteilchen sind als feine Partikel von we-

niger als 1 μm Durchmesser erkennbar.

Bei 280° C Reduktionstemperatur verschwinden auch die dunklen Stellen in konkaven Bereichen der Pulverteilchen, die von den an diesen Stellen dickeren Harzschichten herrühren (Bild 32 a Anhang). Die Risse in der Oberfläche werden breiter (Bild 32 b Anhang). Die dickeren Oxidschichten bleiben unverändert.

Eine Erhöhung der Reduktionstemperatur auf 360° C hat eine verstärkte Rißbildung zur Folge. Stellenweise ist eine feine Porosität gerade erkennbar (Bild 33 b Anhang). Im Schliff ist eine Veränderung gegenüber dem ursprünglichen Zustand nicht zu erkennen (Bild 33 c Anhang).

Eine Reduktionstemperatur von 440° C läßt in der Übersichtsaufnahme keine Veränderung gegenüber 360° C erkennen (Bild 34 a Anhang). Die stärkere Vergrößerung zeigt aber ein vollkommen verändertes Bild der Oberfläche. Die Risse sind zahlreicher geworden und weiter gewachsen. Eine deutliche Mikroporosität, welche die bei dieser Temperatur stark angewachsene spezifische Oberfläche erklärt, (s. 3.4.3.), überzieht die gesamte Teilchenoberfläche. Die stellenweise sichtbaren helleren Flächen zeigen an der Oberfläche bereits ausgeschiedene Eisenphase (Bild 34 b Anhang). Auch das Schliffbild bestätigt die Umwandlung der Oxidschicht. Die dendritische Struktur ist vollkommen verschwunden. Einzelne feinste ehemalige Oxidstaubteilchen erscheinen im Schliff bereits metallisch hell (Bild 34 c Anhang).

Eine Temperaturerhöhung auf 480° C bringt keine bemerkenswerte Veränderung der Oberfläche. Im Schliff erscheint die frühere Fe_3O_4 -Schicht an Stellen geringer Schichtdicke wesentlich heller als die ursprünglichen Eisenoxide (Bild 35 c Anhang). Bei weiterer Temperaturerhöhung verändert sich die Oberfläche zunächst nicht sichtbar (Bild 36 und 37 Anhang). Bei 600° C erscheinen die größeren Poren durchweg abgerundet. Es findet also bereits ein Oberflächenausgleich durch Diffusion statt (Bild 38 b Anhang).

Im Schliff können jetzt ehemalige Oxidteilchen deutlich als reduziertes Eisen erkannt werden (Bild 38 c Anhang).

Eine Aufheizung auf 640° C läßt in der Oberfläche einzelne Inseln entstehen. Diese Struktur kann schon bei nur 300-facher Vergrößerung erkannt werden (Bild 39 a Anhang). Die Abrundung der Porenkanten wird deutlicher (Bild 39 b Anhang). Außer einer weiteren Vergrößerung der Oberflächenstruktur ergeben sich bei einer Reduktionstemperatur von 680° C keine Veränderungen (Bild 40 Anhang).

Eine deutliche Veränderung der Teilchenoberfläche zeigt sich bei einer Steigerung der Reduktionstemperatur auf 720° C, was aufgrund der Ergebnisse der visuellen Betrachtung und der Messungen der spezifischen Oberfläche zu erwarten war. Die REM-Aufnahme zeigt bei 3000-facher Vergrößerung über die ganze Oberfläche keulenförmig gewachsene Eisenausscheidungen (Bild 41 b Anhang). Durch den Schliff wird diese Beobachtung bestätigt. Im gezeigten Bildausschnitt liegt eine reduzierte Eisenschicht mit einer Dicke von etwa 2 µm über einer noch nicht vollständig reduzierten Oxidschicht (Bild 41 c Anhang).

Oberhalb 720° C verkleinert sich die spezifische Oberfläche rasch. Die REM-Aufnahme zeigt bei 760° C bereits vollkommen geschlossene, reduzierte Bereiche (Bild 42 a Anhang). Die keulenförmige Oberflächenstruktur ist verschwunden, die Oberfläche beginnt, sich einzuebnen. Einzelne Eisenkeime auf nicht vollständig reduzierten Oberflächenschichten kapseln sich kugelförmig ab (Bild 42 b Anhang). Das Schliffbild zeigt eine geschlossene, glatte Oberfläche mit stellenweise darunterliegenden Restoxiden. Weiter ist die Ausbildung einer unter der Oberfläche liegenden Porosität erkennbar (Bild 42 c Anhang). Erhöht man die Temperatur auf 800° C, so erscheint die über dem Eisenoxid gewachsene Eisenschicht weniger porös (Bild 43 c Anhang).

Eine bemerkenswerte Veränderung der Oberfläche des Pulvers ergibt sich bei einer Reduktionstemperatur von 840° C. Nur kon-

kave Bereiche von Agglomeraten aus Feinstaub zeigen sich noch nicht reduziert. Ansonsten findet man eine größtenteils geschlossene, metallische Oberfläche (Bild 44 a Anhang). Oberflächenporen sind nur noch an wenigen Stellen vorhanden. Die Korngrenzen der Ferritkörner sind an der Oberfläche sichtbar, d. h. das reduzierte Eisen bildet mit dem Inneren der Pulverteilchen zusammenhängende Kristalle aus. Eine trennende Oxidschicht ist an solchen Stellen nicht mehr vorhanden (Bild 44 b Anhang).

Das Schliffbild bestätigt diesen Eindruck dort, wo sich ursprünglich gleichmäßige, dünne Oxidschichten befanden. An Stellen größerer Oxidschichtdicken, wie z. B. an Oxidbrücken zwischen zwei Pulverteilchen, sind die Oxide erst teilweise reduziert (Bild 44 c Anhang). Eine höhere Reduktionstemperatur von 880°C ergibt auch in der Übersicht durchweg reduzierte Oberflächen. Eine Oberflächenporosität ist bei einigen Teilchen noch feststellbar (Bild 45 a und b Anhang). Die Oxidbrücken zwischen den einzelnen Pulverteilchen sind jetzt vollständig zu hochporösem Eisen reduziert (Bild 45 c Anhang).

Bei 920°C läßt sich auf der Übersichtsaufnahme nur noch sehr vereinzelt Porosität erkennen (Bild 46 a Anhang). In Bild 46 b (Anhang) ist der Übergang von einer ehemals dünnen zu einer dickeren Oxidschicht sichtbar. Die dünne Schicht erscheint dabei vollkommen porenfrei. Im Schliff beobachtet man eine Vergrößerung der unter der Oberfläche liegenden Poren (Bild 46 c Anhang).

Ein weiterer Anstieg der Reduktionstemperatur verändert die Porenstruktur.

In Bild 47 c (Anhang) fällt auf, daß die Poren der ursprünglich dickeren Oxidschicht nicht mehr unter der anfänglich gebildeten Eisendeckschicht bleiben, sondern die Oberfläche durchdringen. Die noch vorhandenen Poren sind nahezu rund (Bild 47 b Anhang). Der größte Teil der Teilchenoberfläche ist porenfrei. Grobe Poren finden sich noch an Sinterhälsen zwischen einzelnen Teilchen (Bild 47 a Anhang).

Bei weiter steigender Reduktionstemperatur verringert sich die Anzahl der Oberflächenporen bei steigender Porengröße (Bild 48 Anhang). Bei einer Reduktionstemperatur von 1040° C ist nur noch an Stellen extrem dicker ehemaliger Oxidschichten eine grobe Porosität erkennbar (Bild 49 Anhang).

3.4.5. Der Reduktionsprozeß in Abhängigkeit von der Reduktionszeit

Messungen des Reduktionsfortschrittes in Abhängigkeit von der Reduktionszeit können weitere Hinweise zum Verständnis des Reduktionsverhaltens der ZS-Vorformkörper geben. Außerdem bietet sich hier eine Möglichkeit, im direkten Vergleich mit dem unbehandelten Rohpulver Eltrix-400 den Einfluß des Phenolharzbinders auf die Reduktionsvorgänge zu studieren.

Die Versuche wurden mit Hilfe einer Thermowaage durchgeführt, wobei das Probengewicht in Zeitabständen abgelesen wurde. Als Waage fand eine Analysenwaage Verwendung, was die notwendige Ablesegenauigkeit von 10^{-3} g gewährleistet. Als Ofen diente ein senkrecht stehender Rohrofen mit einer Regelgenauigkeit von $\pm 1^\circ$ C.

Die Proben wurden in kleinen Al_2O_3 -Tiegeln in den Ofenraum eingebracht, wobei als Aufhängung ein dünner Platindraht von 0,25 mm Durchmesser verwendet wurde. Während der Beschickung wurde der Ofen mit Argon als inertes Schutzgas gespült. Nach der Beschickung des Ofens wurde sofort auf Wasserstoff als Reduktionsgas umgestellt und mit den Messungen des Gewichtsverlusts der Probe begonnen. Es war nicht möglich, mit dem Beginn der Messungen bis zum Temperatúrausgleich zu warten, da die thermische Zersetzung des Binders der ZS-Proben auch unter inertem Schutzgas stattfindet.

Tabelle 12: Ergebnisse der Reduktionsversuche an
 der Thermowaage
 P = Pulverprobe ZS = ZS-Probe

Reduktions- zeit	Reduktionstemperatur											
	280 °C		360 °C		440 °C		720 °C		900 °C		940 °C	
	P	ZS	P	ZS	P	ZS	P	ZS	P	ZS	P	ZS
1'	0,03	0,20	0,01	0,33		0,37	0,15	0,42	0,35	0,71	0,40	0,88
1' 30"	0,09	0,24		0,41		0,43	0,24	0,56	0,46	0,99		1,07
2'	0,04	0,28	0,01	0,44	0,07	0,46	0,29	0,70	0,52	1,11	0,52	1,21
2' 30"	0,04	0,30		0,46		0,50	0,36	0,81	0,59			1,30
3'	0,04	0,31	0,03	0,47	0,09	0,56	0,39	0,91	0,63	1,31	0,56	1,38
4'	0,06	0,33	0,03	0,53	0,12	0,61	0,46	1,05	0,66	1,41	0,59	1,47
5'	0,06	0,34	0,04	0,56	0,13	0,65	0,53	1,11	0,67	1,45	0,62	1,50
6'	0,06	0,36	0,05	0,57	0,16	0,69	0,56	1,16	0,68	1,48	0,63	1,53
7'	0,06	0,36	0,07	0,59	0,17	0,72	0,57	1,20	0,68	1,51	0,63	1,54
8'	0,06	0,36	0,07	0,59	0,18	0,72	0,57	1,21	0,68	1,52	0,66	1,55
9'		0,37	0,07	0,60	0,21	0,74	0,59	1,21		1,54	0,66	1,57
10'		0,37	0,08	0,60	0,24	0,75	0,59	1,24		1,55	0,66	1,57
15'		0,37	0,11	0,64	0,29	0,82	0,60	1,25	0,68	1,55	0,67	1,58
20'	0,06	0,38	0,13	0,67	0,34	0,87	0,62	1,28		1,55	0,68	1,60
30'		0,38	0,17	0,71	0,41	0,95	0,63	1,32		1,57	0,68	1,64
40'		0,38	0,24	0,74	0,46	1,02	0,64	1,37		1,57	0,68	1,65
50'			0,28	0,80	0,50	1,08	0,64	1,39		1,58		1,67
60'	0,06	0,38	0,31		0,51	1,14	0,66	1,44		1,58		1,68
90'			0,38	0,94	0,54	1,25	0,66	1,44		1,58		1,71
120'			0,43	1,09	0,55	1,31	0,67	1,47	0,68	1,59	0,68	1,75
180'				1,14	0,57	1,41						
240'				1,22		1,44						

Gewichtsverlust [%]

Die Messungen wurden bei den folgenden Temperaturen durchgeführt:

- 280; 360; , 440° C, zur Erfassung der Reduktionsvorgänge im unteren Temperaturbereich.
- 720° C, die Temperatur, bei der sich die stärksten Veränderungen in der Oberflächenstruktur der Proben zeigten.
- 900° C; 940° C, zur Klärung eines eventuellen Einflusses der α - γ -Phasenumwandlung auf das Reduktionsverhalten.

Tabelle 12 gibt für die einzelnen Reduktionstemperaturen und für verschiedene Reduktionszeiten die relativen Gewichtsverluste wieder. Die zugehörigen graphischen Darstellungen zeigen die Bilder 50 a - f (Anhang), wo für jede Reduktionstemperatur der Gewichtsverlust sowohl der ZS-Proben als auch der nicht harzgebundenen Eltrix-400-Proben über der Zeit aufgetragen ist.

Bei allen Temperaturen und kurzen Reduktionszeiten folgt der Gewichtsverlust einem logarithmischen Zeitgesetz. Das gilt sowohl für die Pulverprobe wie auch für die ZS-Probe, obwohl sich der Gewichtsverlust der ZS-Probe ja aus der Reduktion des Eisenoxides und dem Abbau des Harzes zusammensetzt. Bei längeren Zeiten könnte der Reduktion auch ein parabolisches Zeitgesetz zugrunde liegen.

Die Vergrößerung der Reduktionsgeschwindigkeit, die sich bei den niedrigen Reduktionstemperaturen von 360° C und 440° C nach einigen Minuten einstellt, muß auf die langsame Erwärmung der Proben zurückgeführt werden, die dadurch bedingt ist, daß die Wärmeübertragung von der Ofenwand auf die Probe hier nahezu ausschließlich durch Wärmeleitung zustande kommt, wobei die wärmeübertragenden Substanzen, Wasserstoff und Al_2O_3 , relativ schlechte Wärmeleiter sind.

Die Pulverprobe erreicht den Temperatúrausgleich früher als die ZS-Probe, bedingt durch den besseren Kontakt der Pulverteilchen zur Tiegelwand. Bei den höheren Reduktionstemperaturen ist der Wärmeübergang von der Ofenwand zur Probe durch die verstärkte Wärmestrahlung so gut, daß der beschriebene Effekt nach dem Beginn der Messungen nicht mehr auftritt.

Die zu Anfang des Reduktionsprozesses schnell ablaufende Reduktion verlangsamt sich nach einiger Zeit merklich, was bei den Proben aus ungebundenem Eltrix-400-Pulver schon bei einer Reduktionstemperatur von 440° C beobachtet wird.

Mit steigender Reduktionstemperatur verschiebt sich diese Verlangsamung der Reduktionsgeschwindigkeit zu kürzeren Zeiten und höheren Reduktionsgraden.

Bei 900° C kommt die Reduktion bei längeren Zeiten praktisch zum Stillstand, obwohl, wie aus 3.4.2. ersichtlich ist, der Reduktionsgrad deutlich unter 100 % liegt.

Jenseits des α - γ -Phasenüberganges bei 940° C wird bei der ZS-Probe auch bei längeren Reduktionszeiten noch ein deutlicher Gewichtsverlust beobachtet.

3.5. Der Einfluß der Reduktionsbedingungen auf die Verdichtbarkeit der ZS-Vorformkörper

Die physikalischen Werkstoffeigenschaften von Sinterwerkstoffen hängen in starkem Maße von der Dichte ab. Für die erfolgreiche Anwendung des ZS-Verfahrens ist deshalb die Kenntnis des Einflusses der Reduktionsbedingungen auf die Verdichtbarkeit der Vorformkörper wichtig.

Um Daten zu erhalten, die gleichzeitig für Fertigungszwecke herangezogen werden können, wurden die Proben für die Verdichtungsversuche, ebenso wie die an späterer Stelle behandelten Proben zur Ermittlung der physikalischen Werkstoffeigenschaften, in einem Produktionsofen reduziert. Dabei handelte es sich um einen gemuffelten Bandofen mit einer Heizzonlänge von 3 Metern. Bei allen Versuchen war die Vorheizzone, die sonst zum Ausbrennen von Gleitmitteln dient, abgeschaltet.

Um den Einfluß der Reduktionsbedingungen möglichst umfassend beschreiben zu können, wurden folgende Parameter variiert:

- die Reduktionstemperatur
- die Reduktionszeit
- der Schutzgasverbrauch
- die Bandbeladung.

Der Einfluß von Reduktionstemperatur, Reduktionszeit und Schutzgasverbrauch wurde ermittelt, um Angaben für die bestmögliche Ofeneinstellung zu finden, während der Einfluß der Bandbeladung von Interesse ist, weil diese in hohem Maße von der Bauteilgeometrie abhängt, weshalb die tatsächliche Bandbeladung oft niedriger als die maximal mögliche Ofenauslastung ausfällt.

Mit Ausnahme eines variierten Parameters galt für alle Versuche folgende Ofeneinstellung:

- Ofentemperatur	1080° C
- Reduktionszeit	30 Minuten
- Schutzgasverbrauch	15 m ³ / h
- Bandbeladung	nur Probengewicht, kann vernachlässigt werden.

Reduktionszeit und Schutzgasverbrauch entsprechen den praxisüblichen Ofenbedingungen für diesen Ofentyp bei der Sinterung von Eisenwerkstoffen. Die Reduktionstemperatur wurde mit Rücksicht auf die Lebensdauer des Bandes niedriger als die übliche Sintertemperatur gewählt.

Als Schutzgas diente gespaltenes NH₃, was einer Zusammensetzung aus 75 Vol.% Wasserstoff und 25 Vol % Stickstoff entspricht.

Die Verdichtungsversuche wurden unter weitgehender Berücksichtigung des Stahl-Eisen-Prüfblattes 85 - 69 durchgeführt. Lediglich eine konstante Höhe der verdichteten Proben konnte nicht eingehalten werden, da die Vorformkörper ein konstantes Gewicht aufwiesen. Als Vorformkörper für die Verdichtungsversuche wurden 20 mm hohe Stopfen mit einem kreisförmigen Querschnitt von 1 cm² gewählt.

Die Verdichtungsversuche wurden auf einer Universalprüfmaschine durchgeführt. Um reproduzierbare Bedingungen zu erhalten, wurde das Verdichtungswerkzeug vor jedem Verdichtungs Vorgang zur Verringerung der Wandreibung mit dem Schmiermittel Molykote 557 dünn eingesprüht.

Verdichtet wurden die Proben mit Drücken von 20,40 und 60 kN/cm², um praxisübliche Bedingungen einzuhalten. Ein Teil der Proben wurde anschließend bei 650° C 30 Minuten lang ge-
glüht, um die entstandene Kaltverfestigung aufzuheben, und dann im selben Werkzeug erneut mit Drücken von 20,40,60 und

zum Teil mit 80 kN/cm^2 beaufschlagt, um auch den weiteren Einfluß der Reduktionsbedingungen auf die bei Zweifachsintertechnik erreichbaren Dichten zu untersuchen.

3.5.1. Einfluß der Reduktionstemperatur auf das Verdichtungsverhalten von ZS-Vorformkörpern

Es wurden vier verschiedene Reduktionstemperaturen untersucht, wobei der Temperaturbereich so gewählt wurde, daß die niedrigste Reduktionstemperatur noch im Bereich der α -Phase des Eisens lag. Nach oben wurde die Reduktionstemperatur durch die zumutbare Belastbarkeit des Ofens begrenzt.

Die Temperaturen lagen im Bereich von 880° C bis 1120° C in Abständen von 80° C . Für diese Versuche wurde zusätzlich zum Pulver Eltrix-400 das ASC-Rohpulver als Vergleich herangezogen.

3.5.1.1 Einfachsintertechnik

Die für die jeweiligen Verdichtungsdrücke und Reduktionstemperaturen gemessenen Dichten der Stopfen sind in Tabelle 13 dargestellt. Bild 51 (Anhang) zeigt die Verdichtbarkeitskurve für das Pulver Eltrix-400 und Bild 52 (Anhang) für das ASC-Rohpulver. Aufgetragen ist die Dichte jeweils in Abhängigkeit vom Nachverdichtungsdruck (a) und von der Reduktionstemperatur (b).

Die Vorformkörper aus beiden Pulvern zeigen nach der Reduktion im unteren γ -Bereich eine schlechtere Verdichtbarkeit als bei 880° C . Während die Auswirkung des α - γ -Übergangs auf die Verdichtbarkeit beim nahezu kohlenstofffreien Eltrix-Pulver allerdings nur schwach ausgeprägt ist, reagiert das ASC-Rohpulver auf den Phasenwechsel während der Reduktion mit einer deutlichen Verminderung der Verdichtbarkeit.

Auch bei weiterer Steigerung der Reduktionstemperatur verhalten sich die beiden Pulver unterschiedlich. Das Eltrix-Pulver

zeigt mit steigender Reduktionstemperatur einen ständig grösser werdenden Anstieg der Verdichtbarkeit. Beim ASC-Rohpulver verlangsamt sich dagegen die Verbesserung der Verdichtbarkeit mit steigender Reduktionstemperatur, jedoch ist auch hier bei den höchsten Reduktionstemperaturen noch eine Verbesserung der Verdichtbarkeit festzustellen.

Pulver	Nachverdichtungsdruck [kN/cm ²]	Reduktionstemperatur [°C]				Dichte [g/cm ³]
		880	960	1040	1120	
Eltrix 400	20	5,45	5,44	5,56	5,77	
	40	6,26	6,23	6,44	6,71	
	60	6,81	6,75	6,95	7,21	
ASC roh	20	5,61	5,33	5,54	5,65	
	40	6,37	6,15	6,51	6,57	
	60	6,85	6,68	6,99	7,05	

Tabelle 13: Verdichtungsverhalten von Vorformkörpern aus verschiedenen Eisenpulvern in Abhängigkeit von der Reduktionstemperatur

Grundsätzlich zeigen die reduzierten Vorformkörper aus Eltrix-400 und ASC-Rohpulver ähnliche Verdichtbarkeitswerte. Bei der höchsten Reduktionstemperatur von 1120° C erreicht man beim Eltrix-Pulver mit 7,21 g/cm³ allerdings einen erheblich höheren Dichtewert als beim ASC-Rohpulver (7,05 g/cm³). Die mit dem Eltrix-400 erreichbaren Dichtewerte liegen deutlich über den Dichten, die bei gleichen Preßdrücken mit den besten handelsüblichen Eisenpulvern erreicht werden.

3.5.1.2. Zweifachsintertechnik

Die mit 20,40 und 60 kN/cm² verdichteten Proben wurden 30 Minuten bei 650° C gegläht und anschließend jeweils mit 20,40,60 und 80 kN/cm² nachgepreßt. Die erhaltenen Dichten sind für die jeweiligen Vorpreßdrücke und die einzelnen Reduktionstemperaturen in den Tabellen 15 (Eltrix-400) und 16 (ASC-Rohpulver) aufgelistet.

Die Reduktionstemperatur wirkt sich beim Eltrix-Pulver deutlich auch auf das Nachpreßverhalten aus (Bilder 53 - 55 Anhang), wobei auch hier der Einfluß der α - γ -Phasenumwandlung während der Reduktion deutlich wird. Unabhängig vom Vorpreßdruck ist bei fast allen Nachpreßdrücken ein starker Anstieg der Dichte erst bei Reduktionstemperaturen über 960° C zu beobachten. Lediglich beim niedrigsten Vorpreßdruck von 20 kN/cm² findet man bei hohen Nachpreßdrücken einen stetigen Anstieg der Dichte schon von der niedrigsten Reduktionstemperatur an.

Die mit dem Eltrix-Pulver in Zweifachsintertechnik erreichbaren Dichtewerte liegen mit 7,67 g/cm³, das entspricht 97,5 % Raumerfüllung, bereits an der Grenze der in Sinterschmiedetechnik erreichbaren Werte.

Auch hier weicht das ASC-Rohpulver in seinem Verhalten völlig von dem des Eltrix-Pulvers ab. Obwohl das ASC-Rohpulver beim ersten Verdichtungsschritt bei allen Drücken ein deutliches Minimum der Dichte bei einer Reduktionstemperatur von 960° C aufweist, ist dieses nach dem zweiten Pressen nur noch bei niedrigen Nachpreßdrücken eben zu beobachten (Bilder 56-58 Anhang). Bei niedrigen Vorpreßdrücken von 20 kN/cm² steigt die Dichte sonst zwischen 880 und 960° C an, um dann praktisch konstant zu bleiben.

Bei höchsten Vorpreßdrücken beobachtet man für alle Nachpreßdrücke einen langsamen, aber stetigen Anstieg der Dichte mit der Reduktionstemperatur. Auch hier werden mit 7,57 g/cm³ oder 96,3 % der theoretischen Dichte beachtliche Werte erzielt, sie reichen jedoch nicht an die mit Eltrix-400 erreichten Dichten heran.

		Reduktionstemperatur [°C]				Dichte [g/cm ³]
Nachverdichtungsdruck P ₁ [kN/cm ²]	Nachpressdruck P ₂ [kN/cm ²]	880	960	1040	1120	
20	20	5,71	5,74	5,89	6,20	
	40	6,52	6,49	6,67	6,90	
	60	6,98	7,03	7,16	7,30	
	80	7,26	7,33	7,43	7,51	
40	20	6,23	6,24	6,55	6,81	
	40	6,67	6,66	6,91	7,14	
	60	6,98	7,09	7,16	7,41	
	80	7,33	7,31	7,42	7,57	
60	20	6,86	6,76	7,05	7,23	
	40	6,90	6,89	7,16	7,38	
	60	7,11	7,17	7,38	7,55	
	80	7,34	7,37	7,57	7,67	

Tabelle 15: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik:
Preßdichte nach P₂ in Abhängigkeit
von P₁, P₂ und der Reduktionstemperatur

		Reduktionstemperatur [°C]				Dichte [g/cm ³]
Nachverdichtungsdruck P_1 [kN/cm ²]	Nachpressdruck P_2 [kN/cm ²]	880	960	1040	1120	
20	20	5,88	5,84	5,85	5,82	
	40	6,60	6,63	6,63	6,65	
	60	7,02	7,12	7,12	7,14	
	80	7,33	7,39	7,39	7,40	
40	20	6,41	6,36	6,53	6,61	
	40	6,80	6,78	6,94	6,86	
	60	7,14	7,17	7,22	7,30	
	80	7,36	7,40	7,49	7,48	
60	20	6,94	6,98	7,01	7,08	
	40	7,08	7,12	7,11	7,15	
	60	7,28	7,31	7,32	7,38	
	80	7,48	7,50	7,54	7,57	

Tabelle 16: ASC-roh, Zweifachsintertechnik: Preßdichte nach P_2 in Abhängigkeit von P_1 , P_2 und der Reduktionstemperatur

3.5.2. Einfluß der Reduktionszeit auf das Verdichtungsverhalten der ZS-Vorformkörper

ZS-Vorformkörper aus Eltrix-400 wurden mit unterschiedlich langen Reduktionszeiten behandelt. Abhängig von der größten Bandgeschwindigkeit des Reduktionsofens betrug die kürzeste Reduktionszeit 10 Minuten. Weitere Reduktionszeiten wurden mit 20 und 40 Minuten festgelegt.

3.5.2.1. Einfachsintertechnik

Einen Überblick über die bei verschiedenen Reduktionszeiten und Nachverdichtungsdrücken erreichbaren Dichten gibt Tabelle 17. Der Einfluß der Reduktionszeit auf das Verdichtungsverhalten ist in Bild 59 (Anhang) dargestellt.

Mit längeren Reduktionszeiten wird eine stetige Verbesserung der Verdichtungseigenschaften der ZS-Vorformkörper erreicht.

Bei kurzen Reduktionszeiten hat eine Verdoppelung der Reduktionszeit allerdings einen ungleich stärkeren Einfluß auf den Anstieg der Dichte als bei längeren Reduktionszeiten. Im Zeitintervall zwischen 10 - 20 Minuten ist der Anstieg der erreichbaren Preßdichte mehr als sechsmal so groß wie im Zeitintervall 20 - 40 Minuten.

Nachverdichtungsdruck [kN/cm ²]	Reduktionszeit [min]			Dichte [g/cm ³]
	10	20	40	
20	5,56	5,70	5,78	
40	6,43	6,61	6,63	
60	6,88	7,07	7,13	

Tabelle 17: Nachverdichtungsverhalten von ZS - Vorformkörpern aus Eltrix-400 in Abhängigkeit von der Reduktionszeit

Dichten über $7,0 \text{ g/cm}^3$ werden bei einer Reduktionszeit von 20 Minuten sicher erreicht. Bei einer Reduktionszeit von 40 Minuten erhält man eine Preßdichte von $7,13 \text{ g/cm}^3$.

3.5.2.2. Zweifachsintertechnik

In Tabelle 18 sind die bei Zweifachsintertechnik erreichbaren Dichten für die einzelnen Nachverdichtungsdrücke und Reduktionszeiten angegeben.

Die Auswirkungen der Reduktionszeit auf die Preßdichte zeigen sich auch nach einer Glühung bei 650° C und anschließendem zweiten Verdichtungsvorgang in gleicher Weise wie nach dem ersten Verdichten der ZS-Vorformkörper (Bilder 60 - 62 Anhang). Nur beim niedrigsten Nachverdichtungsdruck von 20 kN/cm^2 wird der Einfluß der Reduktionszeit bei kurzen Reduktionszeiten mit steigendem Nachpreßdruck geringer (Bild 60 b). Beim höchsten Nachverdichtungsdruck von 60 kN/cm^2 fällt auf, daß eine weitere Verdichtung nach dem Glühen nur schwer in Gang kommt und für eine merkliche Dichteerhöhung beim zweiten Preßvorgang Drücke von mindestens 40 kN/cm^2 notwendig sind.

Auch hier werden bei den höchsten Nachpreßdrücken Dichten von $7,61 \text{ g/cm}^3$ erreicht, was nahezu 97 % der theoretischen Dichte entspricht.

Nachverdichtungsdruck [kN/cm ²]	Nachpressdruck [kN/cm ²]	Reduktionszeit [min]			Dichte [g/cm ³]
		10	20	40	
20	20	5,80	5,98	6,05	
	40	6,54	6,71	6,78	
	60	7,03	7,12	7,18	
40	20	6,45	6,66	6,69	
	40	6,79	6,98	7,03	
	60	7,11	7,28	7,31	
60	20	6,93	7,09	7,17	
	40	7,03	7,21	7,31	
	60	7,23	7,43	7,48	
	80	7,42	7,57	7,61	

Tabelle 18: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik:
 Preßdichte nach P_2 in Abhängigkeit von
 P_1 , P_2 und der Reduktionszeit

3.5.3. Einfluß des Schutzgasverbrauches auf die Verdichtungseigenschaften von ZS-Vorformkörpern

Aus technischen Gründen könnten die Reduktionsversuche mit unterschiedlichem Schutzgasverbrauch nur mit zwei Meßpunkten durchgeführt werden. Nach unten ist der Schutzgasverbrauch dadurch begrenzt, daß die Strömungsgeschwindigkeit des Gases im Ofen so groß sein muß, daß eine Gegenströmung der Außenluft in den Ofen hinein mit Sicherheit vermieden wird.

Die Obergrenze für den Schutzgasdurchsatz wird von der Kapazität des Ammoniakspalters und vor allem vom Querschnitt der Schutzgasleitungen begrenzt.

Die Versuche wurden mit Schutzgasdurchsätzen von $10 \text{ m}^3/\text{h}$ und $15 \text{ m}^3/\text{h}$ durchgeführt.

3.5.3.1. Einfachsintertechnik

Die beim Nachverdichten erreichten Dichtewerte sind aus Tabelle 19 ersichtlich.

Auch hier werden Dichtewerte von $7,2 \text{ g/cm}^3$ erreicht. Ein Einfluß des Schutzgasverbrauches auf die Verdichtbarkeit kann im untersuchten Bereich nicht festgestellt werden (Bild 63 Anhang).

Nachverdichtungsdruck [kN/cm ²]	Gasverbrauch [Nm ³ /h]		Dichte [g/cm ³]
	10	15	
20	5,84	5,83	
40	6,72	6,73	
60	7,19	7,19	

Tabelle 19: Nachverdichtbarkeit von ZS - Vorformkörpern aus Eltrix-400 in Abhängigkeit von Schutzgasverbrauch

3.5.3.2. Zweifachsintertechnik

Die nach der Glühung bei 650° C und anschließendem Nachpressen erreichten Dichten zeigt Tabelle 20.

In Übereinstimmung mit den vorhergegangenen Messungen ergeben sich auch hier Dichtewerte über 7,6 g/cm³ beziehungsweise über 97 % der theoretischen Dichte. Auch nach dem zweiten Pressen kann keine Dichteabhängigkeit von Schutzgasverbrauch erkannt werden (Bild 64 Anhang).

Nachverdichtungsdruck [kN/cm ²]	Nachpressdruck [kN/cm ²]	Gasverbrauch [Nm ³ /h]		Dichte [g/cm ³]
		10	20	
20	20	6,12	6,17	
	40	6,85	6,83	
	60	7,25	7,20	
40	20	6,76	6,65	
	40	7,09	7,10	
	60	7,36	7,40	
60	20	7,23	7,23	
	40	7,34	7,36	
	60	7,51	7,48	
	80	7,62	7,64	

Tabelle 20: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik:
Preßdichte nach P_2 in Abhängigkeit von
 P_1 , P_2 und dem Schutzgasverbrauch

3.5.4. Einfluß der Ofenbeladung auf das Verdichtungsverhalten von ZS-Vorformkörpern

Aufgrund der Teilegeometrie liegt bei Wärmebehandlungsprozessen die tatsächliche Ofenauslastung oft weit unter der maximalen Kapazität des Ofens. Zur Untersuchung der Auswirkung der Ofenbeladung auf die Verdichtung der ZS-Vorformkörper wurden ZS-Proben mit 0, 5, 10 und 15 kg/m Ofenbeladung reduziert. Die 15 kg/m entsprechen der aus Betriebserfahrung gewonnenen höchsten Bandbeladung für diesen Ofentyp. Zur Ofenbeladung wurden ZS-Bauteilvorformkörper benutzt.

3.5.4.1. Einfachsintertechnik

Die Meßwerte der Dichten, die mit den jeweiligen Bandbeladungen und Nachverdichtungsdrücken erreicht werden, können aus Tabelle 21 entnommen werden.

Die reduzierten Vorformkörper zeigen bei niedriger Ofenauslastung eine deutliche Abhängigkeit der Verdichtbarkeit von der Bandbeladung. Bei Bandbeladungen über 10 kg/m hat die Bandbeladung keinen weiteren Einfluß auf die Verdichtbarkeit der Vorformkörper (Bild 65).

Die mit einem Nachverdichtungsdruck von 60 kN/cm^2 erreichbare Dichte liegt ab einer Bandbeladung von 10 kg/m allerdings unterhalb 7 g/cm^3 .

Nachverdichtungsdruck [kN/cm ²]	Bandbeladung [kg/m]				Dichte [g/cm ³]
	0	5	10	15	
20	5,84	5,68	5,59	5,60	
40	6,72	6,54	6,45	6,48	
60	7,19	7,03	6,94	6,97	

Tabelle 21: Nachverdichtbarkeit von ZS - Vorformkörpern aus Eltrix-400 in Abhängigkeit von der Bandbeladung

3.5.4.2. Zweifachsintertechnik

Wie aus Tabelle 22 ersichtlich ist, bleibt der Einfluß der Bandbeladung auf die Verdichtbarkeit auch nach der ersten Verdichtung und der darauffolgenden Zwischenglühung erhalten. Der Dichteverlust, der bei Proben beobachtet wird, die mit höherer Bandbeladung reduziert wurden, bleibt in der gleichen Größenordnung wie beim ersten Verdichtungs Vorgang (Bilder 66 - 69 Anhang).

Die erreichbaren Dichten sind bei höherer Bandbeladung um $0,15 - 0,2 \text{ g/cm}^3$ geringer als bei leerem Ofen, wo wieder $7,63 \text{ g/cm}^3$ erreicht werden.

		Bandbeladung [kg / m]				Dichte [g/cm ³]
Nachverdichtungsdruck [kN/cm ²]	Nachpressdruck [kN/cm ²]	0	5	10	15	
20	20	6,14	5,92	5,84	5,83	
	40	6,84	6,65	6,57	6,58	
	60	7,22	7,08	7,04	7,06	
40	20	6,72	6,57	6,52	6,53	
	40	7,10	6,85	6,78	6,77	
	60	7,38	7,18	7,12	7,12	
60	20	7,23	7,05	6,97	6,96	
	40	7,35	7,14	7,08	7,06	
	60	7,50	7,34	7,28	7,26	
	80	7,63	7,50	7,47	7,44	

Tabelle 22: Eltrix-400, Zweifachpreßtechnik:
Dichte nach P_2 in Abhängigkeit von
 P_1 , P_2 und der Bandbeladung

3.6. Einfluß der Reduktionsbedingungen auf das Schwindungsverhalten von ZS-Vorformkörpern

Zur Bemessung der Schießwerkzeuge für die Herstellung der ZS-Vorformkörper muß das Schwindungsverhalten während der Reduktion bekannt sein.

Tabelle 23 gibt den relativen Schwund der Vorformkörper für die MPA-Prüfstäbe wieder, der sich bei der Variation der einzelnen Reduktionsparameter ergibt.

Reduktionstemperatur [°C]	880	960	1040	1120
Schwund [%]	0,85	0,60	0,82	1,23
Reduktionszeit [min]	10	20	40	
Schwund [%]	0,57	0,90	1,09	
Schutzgasverbrauch [m ³ /h]	10	15		
Schwund [%]	1,05	1,05		
Bandbeladung [kg/m]	0	5	10	15
Schwund [%]	1,05	0,98	0,95	0,95

Tabelle 23: Relativer Schwund der ZS - Vorformkörper in Abhängigkeit von den Reduktionsparametern

Tendenziell zeigt das Schwindungsverhalten der ZS-Vorformkörper die gleiche Abhängigkeit von den Reduktionsbedingungen wie die Verdichtbarkeit.

Nach Überschreiten der α - γ -Phasenumwandlung ist der Schwund der ZS-Vorformkörper deutlich geringer als bei 880° C, die Meßwerte werden dann mit steigender Reduktionstemperatur überproportional größer (Bild 69 a Anhang).

Bild 69 b (Anhang) zeigt das Schwundverhalten in Abhängigkeit von der Reduktionszeit. Hier findet man ein schnelles Anwachsen des Schwundes im Bereich kurzer Reduktionszeiten und ein Abflachen der Kurve zu längeren Reduktionszeiten hin.

Eine Abhängigkeit des Schwundes der Vorformkörper vom Schutzgasverbrauch besteht nicht (Bild 69 c Anhang).

Im Bereich niedriger Bandbeladung verringert sich der Schwund der ZS-Vorformkörper mit größer werdender Bandbeladung. Bandbeladungen über 10 kg/m haben keinen Einfluß auf das Schwindungsverhalten (Bild 69 d Anhang).

Vor allem aufgrund des Einflusses der Bandbeladung kann bei der Auslegung von Formwerkzeugen mit einem Schwundmaß von 1 % gerechnet werden.

3.7. Der Einfluß der Reduktionsbedingungen auf die physikalischen Werkstoffeigenschaften aus ZS-Vorformkörpern hergestellter Sinterwerkstoffe

Wie das Verdichtungsverhalten und das Schwundverhalten der ZS-Vorformkörper wurden auch die physikalischen Werkstoffeigenschaften der verdichteten und gesinterten Vorformkörper in Abhängigkeit von den Reduktionsbedingungen untersucht.

Die Proben für die Einfachsintertechnik wurden im Anschluß an die Nachverdichtung in einen Hubbalkenofen bei einer Temperatur von 1280° C gesintert. Die Temperaturhaltezeit betrug 30 Minuten. Als Schutzgas diente ein Gasgemisch aus 30 Vol. % H₂ und 70 Vol. % N₂.

Diese Proben wurden vor der Sinterung mit Drücken von 40, 50 und 60 kN/cm² nachverdichtet.

Zur Ermittlung der bei Anwendung der Zweifachsintertechnik erreichbaren Werkstoffeigenschaften wurden mit 60 kN/cm² nachverdichtete Proben bei einer Temperatur von 650° C 30 Minuten lang geglüht und anschließend in einem zweiten Preßschritt mit 20, 40 und 60 kN/cm² weiterverdichtet. Die anschließende Sinterung wurde bei den gleichen Bedingungen durchgeführt, wie sie für die Einfachsintertechnik beschrieben wurde. Bei allen Verdichtungs Vorgängen wurde zur Verringerung der Matrizenwandreibung das Verdichtungswerkzeug mit Molykote 557 dünn eingesprüht.

Gemessen wurden als Funktion der Reduktionsbedingungen jeweils die Zugfestigkeit R_m , die 0,1 % Dehngrenze $R_{p 0,1}$, die Bruchdehnung A, der Elastizitätsmodul E und die Härte HB.

Für die einzelnen Reduktionsbedingungen wurde die Abhängigkeit der jeweiligen Werkstoffkennwerte von der Dichte in Diagrammen dargestellt und daraus durch senkrechte Schnitte bei 6,4 g/cm³, 6,7 g/cm³ und 7,0 g/cm³ die Abhängigkeit der Werkstoffkennwerte von den Reduktionsbedingungen rekonstruiert. Die in den Tabellen dargestellten Zahlenwerte sind Mittelwerte aus 7 Einzelmessungen, bei den Härtewerten aus 14 Einzelmessungen.

3.7.1. Einfluß der Reduktionstemperatur auf die physikalischen Werkstoffeigenschaften

Wie bei den Messungen zum Einfluß der Reduktionstemperatur auf die Verdichtbarkeit von ZS-Vorformkörpern wurde auch bei der Ermittlung der physikalischen Werkstoffkennwerte zusätzlich zum Eltrix-Pulver das ASC-Rohpulver zum Vergleich hinzugezogen.

3.7.1.1. Einfachsintertechnik

Die gemessenen physikalischen Werkstoffkennwerte sowie die Dichten der Probestäbe nach dem Sintern sind in Tabelle 24 für das Pulver Eltrix-400 und in Tabelle 25 für das ASC-Rohpulver dargestellt.

3.7.1.1.1. Zugfestigkeit

Für die Werkstoffkenngrößen Zugfestigkeit, Dehngrenze und Härte findet man näherungsweise eine lineare Abhängigkeit von der Dichte des Werkstoffes, während Bruchdehnung und Elastizitätsmodul mit steigender Dichte überproportional zunehmen (18).

Überraschenderweise zeigen die Proben aus Eltrix-Pulver eine von konventionellen Sinterwerkstoffen stark abweichende Dichteabhängigkeit (Bild 70 a Anhang). Während eine Reduktionstemperatur von 880° C mit steigender Dichte eine degressive Festigkeitssteigerung ergibt, steigt die Zugfestigkeit bei höheren Reduktionstemperaturen überproportional.

Bild 70 b (Anhang) zeigt für verschiedene Dichten den Einfluß der Reduktionstemperatur auf die Zugfestigkeit. Bei einer Reduktionstemperatur von 1040° C wird für alle Dichten ein Maximum der Zugfestigkeit gefunden.

Nachverd.-druck [kN/cm ²]	Reduktionstemperatur [°C]				
	880	960	1040	1120	
40	6,39	6,42	6,42	6,66	ρ [g/cm ³]
50	6,72	6,70	6,74	6,86	
60	6,99	7,00	7,03	7,10	
40	98	135	143	164	R _m [N/mm ²]
50	140	166	189	192	
60	156	211	231	241	
40	61	79	83	95	R _{p0,1} [N/mm ²]
50	83	88	100	104	
60	86	107	126	138	
40	4,3	8,6	10,5	10,8	A [%]
50	6,2	9,2	14,4	12,6	
60	6,6	9,4	15,5	16,0	
40	94	105	116	121	E · 10 ⁻³ [N/mm ²]
50	115	119	133	132	
60	127	139	165	159	
40	44	46	46	47	HB
50	51	47	51	53	
60	62	65	65	66	

Tabelle 24: Eltrix-400, Einfachstertertechnik: Mechanische Werkstoffkennwerte nach S₁ für verschiedene Reduktionstemperaturen und Nachverdichtungsdrücke

Nachverd.-druck [kN/cm ²]	Reduktionstemperatur [°C]				
	880	960	1040	1120	
40	6,37	6,29	6,40	6,53	ρ [g/cm ³]
50	6,68	6,64	6,78	6,79	
60	6,96	6,94	7,00	6,95	
40	164	162	167	164	R_m [N/mm ²]
50	202	234	206	208	
60	253	267	259	249	
40	116	101	118	117	$R_{p0,1}$ [N/mm ²]
50	132	135	138	143	
60	156	161	166	169	
40	4,4	6,6	9,1	8,2	A [%]
50	5,5	8,7	12,1	10,8	
60	8,7	12,3	15,5	12,6	
40	99	102	122	117	$E \cdot 10^3$ [N/mm ²]
50	122	125	143	135	
60	142	141	160	154	
40	57	58	61	49	HB
50	62	64	68	59	
60	77	80	83	65	

Tabelle 25: ASC-Rohpulver, Einfachsintertechnik:
Mechanische Werkstoffkennwerte nach S_1
für verschiedene Reduktionstemperatu-
ren und Nachverdichtungsdrücke

Bei einer Dichte von $7,0 \text{ g/cm}^3$ ergeben sich 225 N/mm^2 . Aufgrund seiner Analyse entspricht dieser Werkstoff der Spezifikation Sint-D 02 der Werkstoffleistungsblätter für Sinterwerkstoffe. Die dort geforderte Mindestzugfestigkeit von 190 N/mm^2 wird deutlich übertroffen. Auch bei niedrigeren Dichten werden die entsprechenden Forderungen der Sint-C 02 sicher erfüllt.

Bei höheren Reduktionstemperaturen erhält man geringfügig niedrigere Festigkeitswerte.

Ein Einfluß der α - γ -Phasenumwandlung während der Reduktion, wie er bei der Verdichtbarkeit beobachtet wird, ist nicht festzustellen. Die Steigerung der Reduktionstemperatur von 880° C auf 960° C bringt im Gegenteil eine erhebliche Verbesserung der Zugfestigkeit.

Im Gegensatz zum Eltrix-Pulver zeigen die Proben aus ASC-Rohpulver für alle Reduktionstemperaturen eine lineare Abhängigkeit der Zugfestigkeit von der Dichte (Bild 71 Anhang).

Für konstante Dichten zeigt sich ein ausgeprägtes Maximum der Zugfestigkeit bei einer Reduktionstemperatur von 960° C mit 280 N/mm^2 bei $7,0 \text{ g/cm}^3$. Aufgrund des höheren Kohlenstoffgehaltes entspricht dieser Werkstoff der Spezifikation von Sint-D 00. Auch hier wird die geforderte Zugfestigkeit deutlich um 60 N/mm^2 übertroffen.

3.7.1.1.2. 0,1 % Dehngrenze

Bei den Prüfkörpern aus Eltrix-400 zeigt die 0,1 % Dehngrenze das gleiche Verhalten wie die Zugfestigkeit (Bild 72 a und b Anhang).

Bei Verwendung des ASC-Rohpulvers zeigt auch die 0,1 % Dehngrenze einen linearen Zusammenhang mit der Dichte. Eine Abhängigkeit von der Reduktionstemperatur ist nicht gegeben (Bild 73 a und b Anhang). Auch hier wird mit einem Wert von

170 N/mm² bei 7,0 g/cm³ die Forderung der Werkstoffleistungsblätter übertroffen.

3.7.1.1.3. Bruchdehnung

Die Meßwerte für die Bruchdehnung zeigen bei den Proben aus Eltrix-400 für die niedrigeren Reduktionstemperaturen 880° C und 960° C ein vom Verhalten konventioneller Sinterwerkstoffe stark abweichendes Verhalten. Die Bruchdehnung wächst bei diesen Reduktionstemperaturen mit steigender Dichte weniger als linear. Erst bei höheren Reduktionstemperaturen stellt sich das übliche überproportionale Wachstum der Bruchdehnung mit steigender Dichte ein (Bild 74 a Anhang). Für konstante Dichten zeigt auch die Bruchdehnung ein deutlich ausgeprägtes Maximum bei einer Reduktionstemperatur von 1040° C (Bild 74 b Anhang). Der erreichte Wert von 16 % liegt auch hier deutlich über der in den Werkstoffleistungsblättern geforderten Größe.

Bei Verwendung von ASC-Rohpulver ergeben sich auch für die Bruchdehnung die gleichen Verhältnisse wie bei konventionellen Sinterwerkstoffen mit einer überproportionalen Abhängigkeit von der Dichte (Bild 75 a Anhang). In Abhängigkeit von der Reduktionstemperatur zeigt sich auch hier ein ausgeprägtes Maximum der Bruchdehnung im Bereich einer Temperatur von 1040° C (Bild 75 b Anhang). Die gemessene Bruchdehnung von 15,5 % bei 7,0 g/cm³ liegt auch hier deutlich über dem in Sint-D 00 geforderten Wert von 12 %.

3.7.1.1.4. Elastizitätsmodul

Auch der Elastizitätsmodul zeigt bei den Proben aus Eltrix-400 sowohl in Abhängigkeit von der Dichte als auch in Abhängigkeit von der Reduktionstemperatur im wesentlichen das gleiche Verhalten wie die Zugfestigkeit. Eine überproportionale Dichteabhängigkeit ergibt sich erst ab einer Reduktionstemperatur von 960° C. Als Funktion der Reduktionstemperatur erhält man ein ausgeprägtes Maximum bei 1040° C (Bilder 76 a und b Anhang). Der gemessene

ne Elastizitätsmodul von über 150.000 N/mm^2 erfüllt ebenfalls die Forderungen der Sint-D 02 mit großer Sicherheit.

Proben aus ASC-Rohpulver zeigen bei niedrigen Reduktionstemperaturen einen linearen, bei höheren Temperaturen einen überproportionalen Zusammenhang mit der Dichte (Bild 77 a Anhang). Wie beim Eltrix-Pulver ist ein Maximum bei einer Reduktionstemperatur von 1040° C feststellbar, welches aber mit steigender Dichte weniger ausgeprägt erscheint (Bild 77 b). Bei einer Dichte von $7,0 \text{ g/cm}^3$ ergeben sich Werte von 160.000 N/mm^2 .

3.7.1.1.5. Härte

Die Brinellhärte der gesinterten ZS-Prüfstäbe aus Eltrix-400 zeigt, ebenfalls im Gegensatz zu konventionellen Sinterwerkstoffen, eine überproportionale Dichteabhängigkeit.

Die Reduktionstemperatur hat bis 1040° C keinen Einfluß auf die Härte der Proben. Bei höheren Reduktionstemperaturen ergeben sich aber auch hier, wie bei allen anderen Werkstoffeigenschaften, deutlich niedrigere Meßwerte (Bilder 78 a und b Anhang). Der in Sint-D 02 geforderte Minimalwert von 45 HB wird mit 60 HB bei einer Dichte von $7,0 \text{ g/cm}^3$ erheblich überschritten.

Eine stark überproportionale Dichteabhängigkeit zeigen die Härtewerte bei Verwendung des ASC-Rohpulvers (Bild 79 a Anhang). Ähnlich wie beim Eltrix-400 sind die Meßwerte bis zur Reduktionstemperatur von 1040° C nahezu unabhängig von der Reduktionstemperatur. Bei höherer Reduktionstemperatur ist auch hier ein starker Härteverlust feststellbar (Bild 79 a Anhang). Der maximale Härtewert von 80 HB bei einer Dichte von $7,0 \text{ g/cm}^3$ erfüllt die Forderungen der Sint-D 00 von 50 HB eindeutig.

3.7.1.2. Zweifachsintertechnik

Die bei einem Nachverdichtungsdruck von 60 kN/cm^2 und verschiedenen Nachpreßdrücken erreichbaren Dichten und physikalischen Werkstoffkennwerte sind in Tabelle 26 für das Pulver Eltrix-400 und in Tabelle 27 für das ASC-Rohpulver dargestellt. Die zugehörigen Diagramme zeigen die Bilder 80-89 (Anhang).

Die in Zweifachsintertechnik hergestellten Werkstoffe gehören aufgrund ihrer Dichte in die Dichteklasse Sint-E der Werkstoffleistungsblätter. Ein Werkstoffleistungsblatt für den Werkstoff Sint-E 00 existiert jedoch nicht, weshalb lediglich der Werkstoff aus Eltrix-400 mit den Forderungen der Sint-E 02 verglichen werden kann.

3.7.1.2.1. Zugfestigkeit

Im Gegensatz zur Einfachsintertechnik zeigt die Zugfestigkeit für das Eltrix-400 bei allen Reduktionstemperaturen einen mit steigender Dichte geringer werdenden Anstieg (Bild 80 a Anhang). Die Abhängigkeit von der Reduktionstemperatur unterscheidet sich jedoch in keiner Weise von der bei Einfachsintertechnik gefundenen. Auch hier ist ein Maximum bei 1040° C ausgeprägt (Bild 80 b Anhang).

Die in Sint-E 02 geforderten 200 N/mm^2 werden mit 280 N/mm^2 bei $7,3 \text{ g/cm}^3$ und 300 N/mm^2 bei $7,5 \text{ g/cm}^3$ deutlich übertroffen.

Für das ASC-Rohpulver ergibt sich wie bei der Einfachsintertechnik ein linearer Zusammenhang zwischen Zugfestigkeit und Dichte, wobei bei der niedrigsten Reduktionstemperatur ein deutlich größerer Einfluß der Dichte als bei den höheren Temperaturen zu erkennen ist (Bild 81 a Anhang). In Abhängigkeit von der Reduktionstemperatur zeigt sich bei höheren Dichten ein ständiger Rückgang der Zugfestigkeit, während bei $7,1 \text{ g/cm}^3$ das Festigkeitsmaximum bei 960° C erhalten bleibt (Bilder 81 a und b Anhang).

Nachpressdruck [kN/cm ²]	Reduktionstemperatur [°C]				
	880	960	1040	1120	
20	7,01	7,05	7,11	7,20	ρ [g/cm ³]
40	7,10	7,14	7,24	7,34	
60	7,31	7,39	7,48	7,51	
20	147	198	233	254	R _m [N/mm ²]
40	127	223	270	282	
60	202	264	305	304	
20	89	124	120	144	R _{p0,1} [N/mm ²]
40	114	149	156	156	
60	124	155	186	168	
20	5,0	11,1	18,7	20,3	A [%]
40	7,9	11,9	23,0	22,9	
60	7,8	9,7	29,9	35,6	
20	129	158	159	169	E · 10 ⁻³ [N/mm ²]
40	138	162	176	184	
60	149	180	189	194	
20	59	61	64	68	HB
40	63	73	72	75	
60	77	78	88	91	

Tabelle 26: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik,
 $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$: Mechanische Werkstoff-
 kennwerte nach S_2 für verschiedene Re-
 duktionstemperaturen und Nachpreßdrücke

Nachpressdruck [kN/cm ²]	Reduktionstemperatur [°C]				
	880	960	1040	1120	
20	6,97	7,00	7,03	6,98	ρ [g/cm ³]
40	7,06	7,12	7,20	7,07	
60	7,32	7,41	7,40	7,39	
20	250	292	266	247	R_m [N/mm ²]
40	285	307	291	258	
60	342	341	316	295	
20	163	201	162	153	$R_{p0,1}$ [N/mm ²]
40	194	206	193	165	
60	216	225	218	195	
20	6,1	15,0	14,9	14,7	A [%]
40	9,4	15,2	19,0	16,8	
60	12,6	26,5	33,3	26,5	
20	143	166	168	164	$E \cdot 10^3$ [N/mm ²]
40	153	171	175	170	
60	166	190	190	185	
20	71	72	72	64	HB
40	76	86	82	71	
60	92	89	85	82	

Tabelle 27: ASC-roh, Zweifachsintertechnik,
 $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$: Mechanische Werkstoff-
 kennwerte nach S_2 für verschiedene Re-
 duktionstemperaturen und Nachpreßdrücke

Bei einer Reduktionstemperatur von 960°C und einer Dichte von $7,5\text{ g/cm}^3$ wird eine Zugfestigkeit von über 350 N/mm^2 erreicht.

3.7.1.2.2. 0,1 % Dehngrenze

Wie bei der Zugfestigkeit wird beim Eltrix-400 der degressive Kurvenverlauf in Abhängigkeit von der Dichte auch für die 0,1 % Dehngrenze beobachtet (Bild 82 a Anhang). Auch hier ist ein Maximum bei einer Reduktionstemperatur von 1040°C mit 190 N/mm^2 erkennbar (Bild 82 b Anhang). Für das ASC-Rohpulver ergeben sich die gleichen Zusammenhänge zwischen Dehngrenze und Dichte bzw. zwischen Dehngrenze und Reduktionstemperatur wie bei der Zugfestigkeit.

3.7.1.2.3. Bruchdehnung

Das prinzipiell gleiche Verhalten wie bei Einfach sintertechnik, jedoch in ausgeprägterer Form, zeigt der Werkstoff aus Eltrix-400 bei der Bruchdehnung. Die Kurven für Reduktionstemperaturen von 880°C und 960°C lassen sich als Verlängerung der bei Einfach sintertechnik erhaltenen Kurven betrachten und zeigen mit steigender Dichte einen deutlichen Verlust an Bruchdehnung. Bei höheren Reduktionstemperaturen steigt die Bruchdehnung dann mit steigender Dichte stark an (Bilder 84 a und b Anhang). Bei einer Dichte von $7,5\text{ g/cm}^3$ und Reduktionstemperaturen über 1040°C erhält man Bruchdehnungen von über 30 %. Auch bei einer Dichte von $7,3\text{ g/cm}^3$ wird die Forderung der Werkstoffleistungsblätter von $> 20\%$ leicht eingehalten.

Einen ähnlichen Zusammenhang mit der Dichte zeigen auch die Proben aus ASC-Rohpulver. Bei einer Reduktionstemperatur von 880°C zeigt die Kurve einen degressiven Anstieg mit der Dichte, bei höheren Reduktionstemperaturen ist die Steigerung der Bruchdehnung überproportional, wobei die Reduktionstemperatur keinen Einfluß auf die Bruchdehnung ausübt (Bilder 85 a und b Anhang).

Auch hier werden bei $7,5 \text{ g/cm}^3$ Dehnungswerte von weit über 30 % erreicht.

3.7.1.2.4. Elastizitätsmodul

Der Elastizitätsmodul steigt bei den Eltrix-Proben bei allen Reduktionstemperaturen linear mit der Dichte an (Bild 86 a Anhang). Eine Abhängigkeit von der Reduktionstemperatur ist nur im unteren Temperaturbereich zu beobachten (Bild 86 b Anhang). Der von den Werkstoffleistungsblättern geforderte Elastizitätsmodul von 150.000 N/mm^2 wird ab einer Reduktionstemperatur von 960° C bei einer Dichte von $7,5 \text{ g/cm}^3$ mit 185.000 N/cm^2 deutlich überboten.

Bei Verwendung des ASC-Rohpulvers sind die Zusammenhänge zwischen Elastizitätsmodul und der Dichte bzw. zwischen Elastizitätsmodul und Reduktionstemperatur mit den am Eltrix-400 beobachteten identisch (Bilder 87 a und b ANhang). Auch hier werden bei $7,5 \text{ g/cm}^3$ Werte von 185.000 N/mm^2 gemessen.

3.7.1.2.5. Härte

Die Reduktionstemperatur hat keinen Einfluß auf die Härte der Proben aus Eltrix-400. Im Gegensatz zu Einfachsintertechnik ist auch bei der höchsten Reduktionstemperatur kein Härteverlust erkennbar. Der Anstieg der Härte mit steigender Dichte ist leicht überproportional (Bilder 88 a und b Anhang).

Die erreichten Härtewerte betragen 75 HB bei $7,3 \text{ g/cm}^3$ und 85 HB bei $7,5 \text{ g/cm}^3$ und liegen damit weit über den Forderungen der Werkstoffleistungsblätter.

Beim ASC-Rohpulver zeigt sich bei einer Reduktionstemperatur von 880° C eine lineare Abhängigkeit der Härte von der Dichte. Bei höheren Reduktionstemperaturen ist der Anstieg der Härte mit der Dichte deutlich unterproportional (Bild 89 a Anhang).

Wie bei Zugfestigkeit und Bruchdehnung ist auch hier bei einer Dichte von $7,1 \text{ g/cm}^3$ noch ein Härtemaximum bei einer Reduktionstemperatur von 960° C feststellbar, während für höhere Dichten mit steigender Reduktionstemperatur ein stetiger Härteverlust zu beobachten ist (Bild 89 b Anhang). Bei einer Reduktionstemperatur von 960° C und einer Dichte von $7,5 \text{ g/cm}^3$ wird eine Härte von 90 HB gemessen.

3.7.2. Einfluß der Reduktionszeit auf die physikalischen Werkstoffeigenschaften

Die Proben für die Bestimmung des Einflusses der Reduktionszeit auf die physikalischen Werkstoffeigenschaften wurden wie schon die Proben für die Bestimmung des Zusammenhangs zwischen Reduktionszeit und Verdichtbarkeit mit Zeiten von 10, 20 und 40 Minuten reduziert.

3.7.2.1. Einfachsinerttechnik

Aus Tabelle 28 können die physikalischen Werkstoffkennwerte sowie die Dichten nach dem Sintern entnommen werden. In den Diagrammen Bild 90 a bis Bild 94 a (Anhang) sind die physikalischen Kennwerte in Abhängigkeit von der Dichte dargestellt, in den Bildern 90 b bis 94 b in Abhängigkeit von der Reduktionstemperatur für die Dichten $6,4$, $6,7$ und $7,0 \text{ g/cm}^3$.

3.7.2.1.1. Zugfestigkeit

Die Zugfestigkeit zeigt für alle Reduktionszeiten eine lineare Abhängigkeit von der Dichte, wobei der Einfluß der Dichte auf die Zugfestigkeit mit längerer Reduktionszeit geringer wird (Bild 90 a Anhang).

Desgleichen wird mit steigender Dichte der Einfluß der Reduktionszeit auf die Zugfestigkeit immer geringer. Bei einer Dichte von $7,0 \text{ g/cm}^3$ ist ein Einfluß der Reduktionszeit auf die Zugfestigkeit kaum noch feststellbar (Bild 90 b Anhang).

Nachverd.- druck [kN/cm ²]	Reduktionszeit [min]			
	10	20	40	
40	6,30	6,45	6,63	ρ [g/cm ³]
50	6,62	6,82	6,91	
60	6,90	7,07	7,14	
40	67	109	154	R_m [N/mm ²]
50	133	178	165	
60	165	190	198	
40	61	68	80	$R_{p0,1}$ [N/mm ²]
50	80	89	99	
60	100	112	118	
40	3,4	6,9	7,8	A [%]
50	7,1	9,2	9,7	
60	8,4	11,6	12,1	
40	83	90	103	$E \cdot 10^3$ [N/mm ²]
50	103	116	120	
60	122	137	142	
40	41	44	47	HB
50	48	52	55	
60	55	60	66	

Tabelle 28: Eltrix-400, Einfachsinerttechnik: Mechanische Werkstoffkennwerte nach S_1 für verschiedene Reduktionszeiten und Nachverdichtungsdrücke

Die Forderungen des Werkstoffleistungsblattes Sint-C 02 (120 N/mm^2) werden bei einer Dichte von $6,4 \text{ g/cm}^3$ ab einer Reduktionszeit von 30 Minuten erfüllt. Bei einer Dichte von $7,0 \text{ g/cm}^3$ reichen die Festigkeitswerte an die Forderungen des Werkstoffleistungsblattes Sint-D 02 von 190 N/mm^2 gerade heran.

3.7.2.1.2. 0,1 % Dehngrenze

Die 0,1 % Dehngrenze zeigt ebenfalls einen linearen Anstieg bei steigender Dichte. Die Reduktionszeit hat keinen Einfluß auf die 0,1 % Dehngrenze (Bilder 91 a und b Anhang). Bei einer Dichte von $7,0 \text{ g/cm}^3$ erreicht man einen Wert von knapp 110 N/mm^2 .

3.7.2.1.3. Bruchdehnung

In Abhängigkeit von der Dichte zeigt die Bruchdehnung für die kürzeste Reduktionszeit wieder das schon aus den Versuchen mit variabler Reduktionstemperatur bekannte Bild mit einem mit steigender Dichte unterproportionalen Anstieg. Für die längeren Reduktionszeiten von 20 und 40 Minuten steigt die Bruchdehnung mit steigender Dichte stärker als linear, wobei sich hier die Reduktionszeit nicht mehr auf die Bruchdehnung auswirkt (Bilder 92 a und b Anhang).

3.7.2.1.4. Elastizitätsmodul

Der Elastizitätsmodul zeigt einen schwach überproportionalen Anstieg mit steigender Dichte. Die Reduktionszeit hat keinen Einfluß auf den E-Modul (Bilder 93 a und b Anhang). Für eine Dichte von $7,0 \text{ g/cm}^3$ übersteigt der E-Modul mit einem Wert von 130.000 N/mm^2 die Forderung der Sint-D 02.

3.7.2.1.5. Härte

Im Gegensatz zu konventionellen Sinterwerkstoffen steigt die Brinellhärte mit steigender Dichte ebenfalls stärker als linear, wobei auch hier die Reduktionszeit keinen Einfluß hat (Bilder 94 a und b Anhang). Die Forderungen der Sint-D02 werden mit 60 HB bei $7,0 \text{ g/cm}^3$ deutlich übertroffen.

3.7.2.2. Zweifachsintertechnik

Tabelle 29 zeigt die physikalischen Werkstoffkennwerte sowie die Dichten nach der zweiten Sinterung für die einzelnen Reduktionszeiten und Nachpreßdrücke. Die zugehörigen Diagramme zeigen die Bilder 95 - 99 (Anhang).

3.7.2.2.1. Zugfestigkeit

Auch hier wird für die einzelnen Reduktionszeiten ein linearer Zusammenhang zwischen der Zugfestigkeit und der Dichte der Proben gefunden (Bild 95 a Anhang). In Abhängigkeit von der Reduktionstemperatur weist die Zugfestigkeit ein mit steigender Dichte deutlicher werdendes Minimum bei einer Reduktionszeit von 20 Minuten auf (Bild 95 b Anhang).

Die Festigkeitswerte liegen bei einer Dichte von $7,3 \text{ g/cm}^3$ für alle Reduktionstemperaturen über 240 N/mm^2 , bei $7,5 \text{ g/cm}^3$ über 300 N/mm^2 . Zum Vergleich verlangt die Sint-E 02 Zugfestigkeiten über 200 N/mm^2 .

Nachpressdruck (kN/cm ²)	Reduktionszeit (min)			
	10	20	40	
20	7,02	7,15	7,24	[g/cm ³]
40	7,08	7,23	7,32	
60	7,23	7,40	7,47	
20	184	195	238	R _m [N/mm ²]
40	195	224	265	
60	255	271	318	
20	98	104	122	R _{p0,1} [N/mm ²]
40	107	124	146	
60	148	159	175	
20	12,5	12,5	12,9	A [%]
40	12,3	13,5	17,3	
60	14,5	16,8	22,1	
20	142	144	160	E · 10 ³ [N/mm ²]
40	143	161	166	
60	163	173	180	
20	54	62	68	HB
40	61	67	73	
60	65	76	80	

Tabelle 29: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik,
 $P_1 = 60 \text{ KN/mm}^2$: Mechanische Werkstoff-
 kennwerte nach S_2 für verschiedene Re-
 duktionszeiten und Nachpreßdrücke

3.7.2.2.2. 0,1 % Dehngrenze

Die Werte für die 0,1 % Dehngrenze sind im Gegensatz zur Einfachsin-tertechnik jetzt nicht mehr unabhängig von der Reduktionszeit. Man findet im Bereich kurzer Reduktionszeiten mit länger werdender Reduktionszeit niedrigere Werte. Die Abhängigkeit von der Dichte ist für alle Reduktionszeiten linear (Bilder 96 a und b Anhang). Die Meßwerte liegen bei einer Dichte von $7,5 \text{ g/cm}^3$ immer über 180 N/mm^2 und erreichen bei einer Reduktionszeit von 10 Minuten 205 N/mm^2 .

3.7.2.2.3. Bruchdehnung

Die Bruchdehnung steigt mit der Dichte überproportional an. Eine Abhängigkeit von der Reduktionszeit kann nicht festgestellt werden (Bilder 97 a und b Anhang).

Die vom Werkstoffleistungsblatt geforderte Bruchdehnung wird nur bei einer Dichte von $7,5 \text{ g/cm}^3$ mit 21 % übertroffen.

3.7.2.2.4. Elastizitätsmodul

Ebenfalls leicht überproportional ist die Abhängigkeit des Elastizitätsmoduls von der Dichte. Ein Einfluß der Reduktionszeit auf den E-Modul besteht nicht (Bilder 98 a und b Anhang).

Die Forderungen der Sint-E 02 werden für alle Dichten über $7,2 \text{ g/cm}^3$ erfüllt. Bei $7,5 \text{ g/cm}^3$ wird auch hier ein Wert von 185.000 N/mm^2 erreicht.

3.7.2.2.5. Härte

Die Härte zeigt eine lineare Abhängigkeit von der Dichte, wobei wie bei der Bruchdehnung und beim E-Modul ebenfalls kein Einfluß der Reduktionszeit festgestellt wird (Bilder 99 a und b Anhang).

Bei einer Dichte von $7,5 \text{ g/cm}^3$ werden Härtewerte von über 80 HB erreicht. Die Forderung der Sint-E 02 wird für alle Dichten übertroffen.

3.7.3. Einfluß des Schutzgasverbrauchs auf die physikalischen Werkstoffeigenschaften

Auch bei der Ermittlung der Abhängigkeit der Werkstoffkennwerte von Schutzgasverbrauch wurde mit Gasdurchsätzen von $10 \text{ m}^3/\text{h}$ und $15 \text{ m}^3/\text{h}$ gearbeitet.

3.7.3.1. Einfachsintertechnik

Da nur mit zwei unterschiedlichen Gasdurchsätzen gearbeitet werden konnte, wurde auf die Darstellung der physikalischen Werkstoffeigenschaften in Abhängigkeit vom Schutzgasverbrauch verzichtet. Ohnehin liegen die Meßwerte von $10 \text{ m}^3/\text{h}$ und $15 \text{ m}^3/\text{h}$ in Abhängigkeit von der Dichte für alle Werkstoffkenngrößen in guter Übereinstimmung auf einer Kurve, sodaß im untersuchten Bereich keine Abhängigkeit der physikalischen Werkstoffkennwerte vom Schutzgasverbrauch zu beobachten ist.

Die Meßwerte sind für die beiden Gasdurchsätze und die einzelnen Nachverdichtungsdrücke in Tabelle 30 wiedergegeben. Die Bilder 100 bis 104 (Anhang) zeigen die zugehörigen Diagramme in Abhängigkeit von der Sinterdichte. Dabei zeigt sich nur für die Bruchdehnung eine überproportionale Abhängigkeit von der Dichte (Bild 102 Anhang). Die Werte für alle anderen Werkstoffeigenschaften wachsen mit steigender Dichte linear an.

Mit Ausnahme der Bruchdehnung, die geringfügig hinter den Forderungen der Werkstoffleistungsblätter zurückbleibt, wird das Werkstoffleistungsblatt Sint-D 02 von allen Werkstoffkennwerten erfüllt. E-Modul und Brinellhärte erreichen die Forderungen bereits ab einer Dichte von $6,8 \text{ g/cm}^3$, die Zugfestigkeit erst über $7,0 \text{ g/cm}^3$.

Nachverd- druck [kN/cm ²]	Gasdurchsatz [nm ³ /h]		
	10	15	
40	6,65	6,60	ρ [g/cm ³]
50	6,96	6,87	
60	7,19	7,12	
40	130	130	R _m [N/mm ²]
50	181	153	
60	204	194	
40	82	80	R _{p01} [N/mm ²]
50	108	94	
60	118	115	
40	7,0	7,3	A [%]
50	10,1	8,9	
60	12,4	11,9	
40	102	100	E·10 ⁻³ [N/mm ²]
50	127	120	
60	141	140	
40	44	44	HB
50	56	52	
60	65	60	

Tabelle 30: Eltrix-400, Einfachsintertechnik: Mechanische Werkstoffkennwerte nach S₁ für verschiedene Schutzgasdurchsätze und Nachverdichtungsdrücke

3.7.3.2. Zweifachsintertechnik

Auch bei Anwendung der Zweifachsintertechnik liegen die Meßwerte der einzelnen Werkstoffkennwerte für die beiden Schutzgasdurchsätze in guter Übereinstimmung auf einer Kurve, sodaß hier ebenfalls kein Einfluß des Schutzgasverbrauches erkennbar ist (Bilder 105 - 109 Anhang).

Wie bei der Einfachsintertechnik zeigt nur die Bruchdehnung einen überproportionalen Anstieg mit steigender Dichte (Bild 107 Anhang), während Zugfestigkeit, Dehngrenze, Elastizitätsmodul und Härte eine lineare Dichteabhängigkeit zeigen. Die Forderungen der Sint-E 02 werden mit Ausnahme der Bruchdehnung von allen Werkstoffeigenschaften schon bei Dichten von $7,2 \text{ g/cm}^3$ erfüllt. Die Bruchdehnung erreicht die geforderten 20 % erst bei Dichten über $7,4 \text{ g/cm}^3$. Die Maximalwerte der einzelnen Werkstoffeigenschaften liegen in der gleichen Größenordnung, die auch in Abhängigkeit von der Reduktionszeit erreicht werden.

3.7.4. Einfluß der Bandbeladung auf die physikalischen Werkstoffeigenschaften

Aus wirtschaftlichen Gründen kommt der Ofenauslastung und damit der Bandbeladung große Bedeutung zu. Dabei ist die maximal mögliche Bandbeladung oft von der Teilegeometrie abhängig. Daraus folgt, daß die Bandbeladung nicht wie die vorhergegangenen Parameter Temperatur, Zeit und Schutzgasverbrauch auf einen optimalen Wert eingestellt werden kann, sondern von äußeren Umständen diktiert wird. Wünschenswert wäre deshalb eine weitgehende Unabhängigkeit der Werkstoffkennwerte von der Bandbeladung während der Reduktion.

Nachpressdruck [kN/cm ²]	Gasdurchsatz [nm ³ /h]		
	10	15	
20	7,32	7,22	ρ [g/cm ³]
40	7,38	7,29	
60	7,51	7,44	
20	229	220	R _m [N/mm ²]
40	259	244	
60	303	279	
20	116	112	R _{p01} [N/mm ²]
40	143	133	
60	172	170	
20	15,4	14,5	A [%]
40	17,2	16,2	
60	21,1	20,4	
20	173	159	E · 10 ⁻³ [N/mm ²]
40	173	166	
60	185	181	
20	63	61	HB
40	67	65	
60	77	72	

Tabelle 31: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 60$ kN/cm²: Mechanische Werkstoffkennwerte nach S₂ für verschiedene Schutzgasverbräuche und Nachpreßdrücke

3.7.4.1. Einfachsinerttechnik

Trägt man die Meßwerte aus Tabelle 32 für die einzelnen physikalischen Werkstoffkennwerte über der Dichte auf, so wird der Wunsch nach einer Unabhängigkeit der Kennwerte von der Bandbeladung gut erfüllt. Alle gemessenen Werte liegen dicht an einer Ausgleichskurve (Bilder 110 bis 114 Anhang). Zugfestigkeit, 0,1 % Dehngrenze und Härte steigen proportional zur Dichte, während Bruchdehnung und Elastizitätsmodul einen mit steigender Dichte überproportionalen Anstieg der Meßwerte zeigen.

Im Vergleich mit dem Werkstoffleistungsblatt Sint-C 02 erhält man die gleichen Ergebnisse, wie sie auch für die Werkstoffkennwerte in Abhängigkeit von der Reduktionszeit und vom Schutzgasverbrauch gefunden werden.

3.7.4.2. Zweifachsinerttechnik

Die für die einzelnen Werkstoffkennwerte bei Anwendung der Zweifachsinerttechnik erhaltenen Meßwerte gibt Tabelle 33 wieder. Auch hier zeigt sich bei Auftragung über der Dichte eine weitgehende Unabhängigkeit der physikalischen Werkstoffeigenschaften von der Bandbeladung. Einen Einfluß hat die Bandbeladung lediglich auf die 0,1 % Dehngrenze und auf die Bruchdehnung (Bilder 115 bis 119 Anhang). Die 0,1 % Dehngrenze steigt mit größer werdender Bandbeladung (Bild 116 Anhang), während die Bruchdehnung bei beladenem Band niedrigere Werte annimmt als im quasi leeren Ofen. Diese Werte liegen dann allerdings für alle Bandbeladungen auf einer Kurve (Bild 117 Anhang). Die Abhängigkeit von der Dichte ist für die Zugfestigkeit, die Dehngrenze und die Härte linear, während Bruchdehnung und E-Modul mit steigender Dichte überproportional anwachsen.

Die Forderung der Sint-E 02 wird mit Ausnahme der Bruchdehnung von allen Werkstoffeigenschaften schon ab Dichten von $7,2 \text{ g/cm}^3$ erfüllt. Die geforderten Dehnungswerte von 20 % werden bei beladenem Ofen nicht erreicht.

Nachverd.-druck [kN/cm ²]	Bandbelastung [kg/m]				
	0	5	10	15	
40	6,60	6,51	6,38	6,42	ρ [g/cm ³]
50	6,87	6,84	6,73	6,79	
60	7,12	7,09	7,02	7,03	
40	130	123	107	110	R_m [N/mm ²]
50	153	150	147	150	
60	194	187	183	180	
40	80	79	69	73	$R_{p0,1}$ [N/mm ²]
50	94	93	93	92	
60	115	104	109	109	
40	7,3	7,0	6,2	6,3	A [%]
50	8,9	9,7	8,6	8,4	
60	11,1	11,7	11,0	11,1	
40	100	97	91	91	$E \cdot 10^3$ [N/mm ²]
50	120	115	114	108	
60	140	133	131	131	
40	44	43	41	43	HB
50	52	51	49	49	
60	60	58	58	60	

Tabelle 32: Eltrix-400, Einfachsinertertechnik: Mechanische Werkstoffkennwerte nach S_1 für verschiedene Bandbelastungen und Nachverdichtungsdrücken

Nachpressdruck [kN/cm ²]	Bandbelastung [kg/m]				
	0	5	10	15	
20	7,22	7,14	7,09	7,09	ρ [g/cm ³]
40	7,29	7,21	7,15	7,13	
60	7,44	7,37	7,32	7,32	
20	220	199	193	187	R_m [N/mm ²]
40	244	219	216	205	
60	279	273	253	262	
20	112	101	100	98	$R_{p0,1}$ [N/mm ²]
40	133	120	122	117	
60	170	159	153	154	
20	14,5	13,4	13,3	12,2	A [%]
40	16,2	13,8	13,8	13,3	
60	20,4	15,9	15,3	15,3	
20	159	146	150	147	$E \cdot 10^{-3}$ [N/mm ²]
40	166	159	150	154	
60	151	179	171	174	
20	61	60	55	57	HB
40	65	63	61	61	
60	72	63	69	69	

Tabelle 33: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik,
 $P_1 = 60 \text{ kN/cm}^2$: Mechanische Werkstoff-
 k ennwerte nach S_2 f ur verschiedene
 Bandbelastungen und Nachpre dr ucke

4. Diskussion der Versuchsergebnisse

4.1. Diskussion der Ergebnisse zur Dichteverteilung in Preßkörpern aus losem Pulver und aus Vorformkörpern

Die Dichte ist von entscheidender Bedeutung für die physikalischen Werkstoffeigenschaften pulvermetallurgisch hergestellter Bauteile. Um gleichmäßige Werkstoffeigenschaften zu erzielen und örtliche Überbeanspruchung zu vermeiden, müssen Dichtegradienten im Bauteil so gering wie möglich gehalten werden.

In welchem Maße die physikalischen Werkstoffeigenschaften von der Dichte abhängen, veranschaulicht Bild 120 für das Eisenpulver ASC 100.29, welches auch in Kapitel 3.3. für die Versuche mit losem Pulver verwendet wurde.

Die Streuungen der Zugfestigkeit und der Bruchdehnung innerhalb des Prüfkörpers aus Kap. 3.3., die aus den Streuungen der Dichte unter Berücksichtigung des Zusammenhangs zwischen der Dichte und den physikalischen Werkstoffeigenschaften ermittelt wurden, sind in Bild 121 dargestellt. Bei Verwendung von losem Pulver ergibt sich über die Länge des Bauteils eine Verteilung der Zugfestigkeit und der Bruchdehnung, wie sie Bild 121 a zeigt, während sich bei Verwendung eines Vorformkörpers Streuungen errechnet werden, wie sie in Bild 121 b gezeigt sind.

Wie aus Tabelle 34 ersichtlich ist, sind die relativen Streuungen der physikalischen Werkstoffeigenschaften durchschnittlich vier mal so groß wie die relativen Dichteschwankungen. Es fällt auf, daß im Fall der ZS-Probe die Streuung aller Werkstoffeigenschaften in der gleichen Größenordnung von $\pm 7\%$ liegen, während sich für die Pulverprobe Abweichungen zwischen $\pm 15\%$ für den E-Modul und $\pm 30\%$ für die Bruchdehnung ergeben.

In absoluten Zahlen ergeben sich für die Pulverprobe zum Beispiel eine Zugfestigkeit von $204 \pm 50 \text{ N/mm}^2$ und eine Bruchdehnung von $15 \pm 4,5\%$, während die entsprechenden Zahlen für die ZS-Probe $221 \pm 15 \text{ N/mm}^2$ und $16,1 \pm 1,1\%$ lauten.

ρ [g/cm ³]	R_m [N/mm ²]	$R_{p0,1}$ [N/mm ²]	A [%]	$E \cdot 10^{-3}$ [N/mm ²]	HB
6,26	117	81	7,5	95	38
6,86	189	116	13,3	132	58
7,08	217	128	15,8	143	66

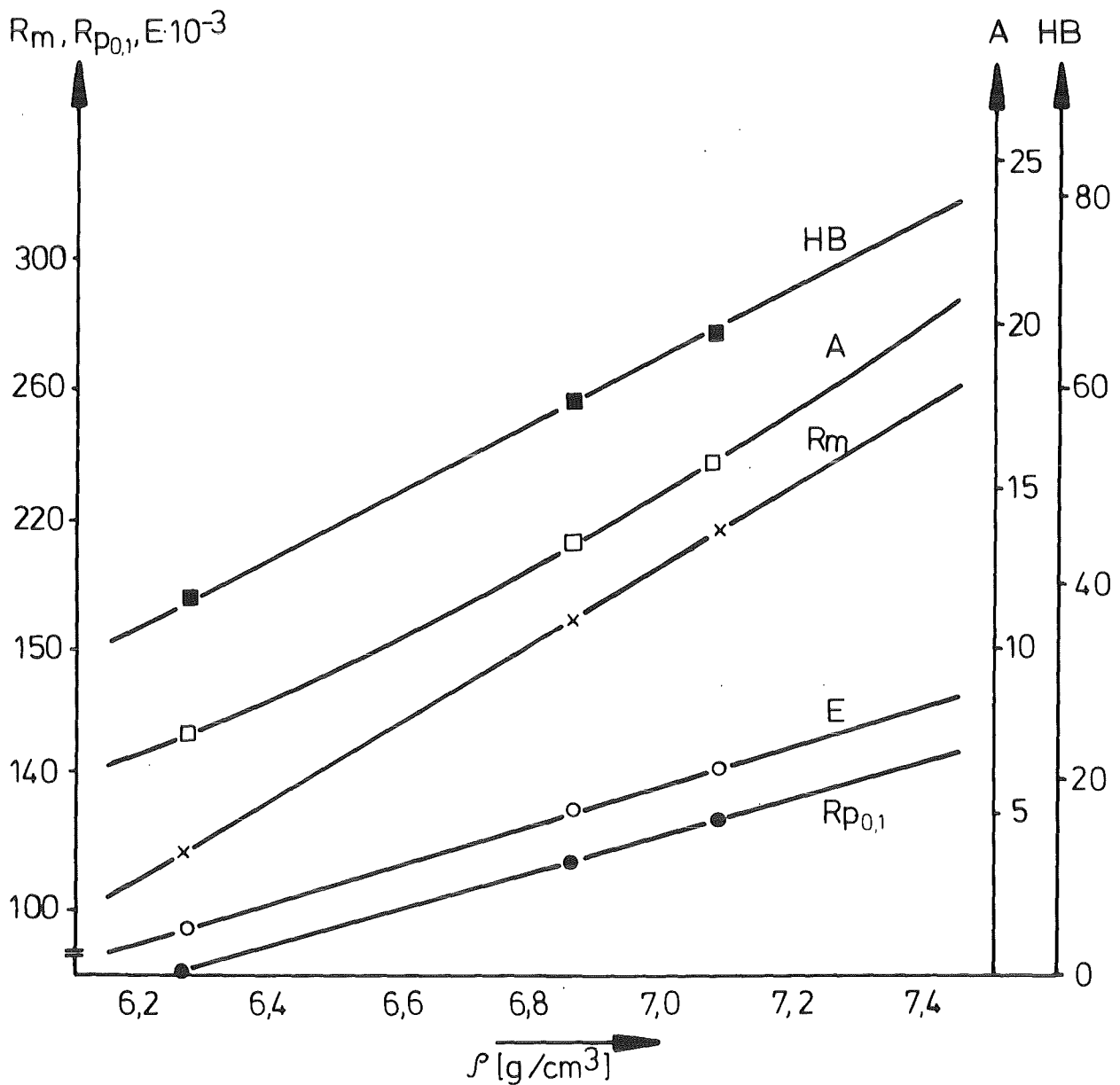


Bild 120: Abhängigkeit der physikalischen Werkstoffseigenschaften von der Dichte (Pulver ASC 100.29)

Die vorliegende Arbeit hat gezeigt, daß die Streuungen der Dichte und damit verbunden die Streuungen der physikalischen Werkstoffeigenschaften in komplexen pulvermetallurgischen Bauteilen durch die Verwendung von Vorformkörpern gegenüber der konventionellen PM-Fertigung in erheblichem Maße reduziert werden können.

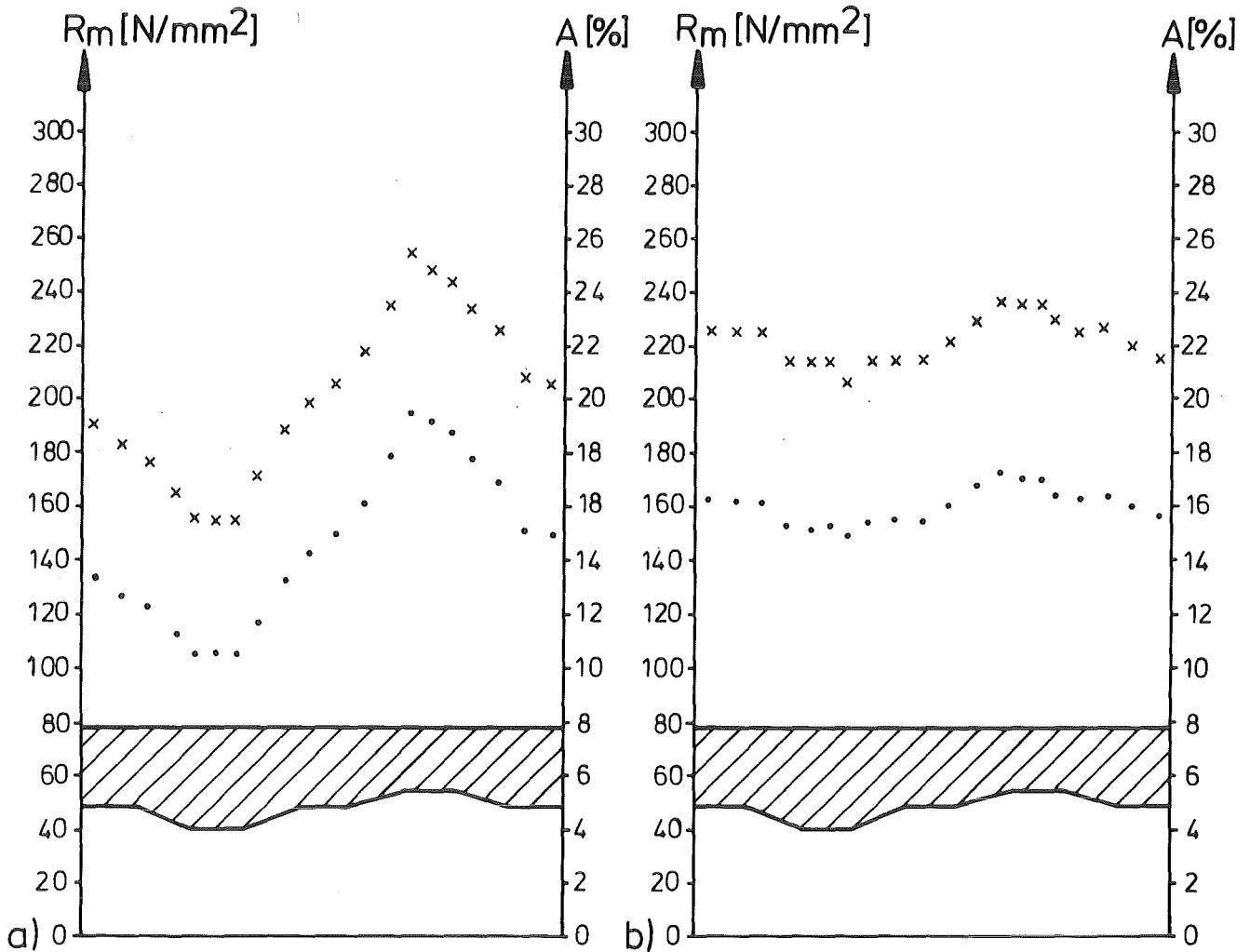


Bild 121: Streuung der Zugfestigkeit und der Bruchdehnung im Prüfkörper aus Kapitel 3.3.

a) loses Pulver

b) ZS-vorformkörper

Die alleinige Berücksichtigung geometrischer Gegebenheiten bei der Berechnung des Vorformkörpers, wie es in der vorliegenden Arbeit praktiziert wurde, reicht jedoch nicht aus, um ein in seiner Dichte vollkommen homogenes Bauteil herzustellen. Um dieses zu erreichen, müssen zusätzlich zu den geometrischen Gegebenheiten die Pulververschiebungen senkrecht zur Preßrichtung berücksichtigt werden, die man bei der Verdichtung der Vorformkörper erhält. Diese Pulververschiebungen entstehen aufgrund von Druckgradienten, die sich während der Verdichtung des Vorformkörpers quer zur Preßrichtung ausbilden. Diese Druckgradienten sind eine Folge der an verschiedenen Stellen des Bauteiles zu unterschiedlichen Zeiten beginnenden Verdichtung.

Probe	ρ [g/cm ³]	± %	R_m [N/mm ²]	± %	$R_{p0,1}$ [N/mm ²]	± %
Pulver	6,98 ± 0,39	5,5	204 ± 50	20	122 ± 22	18
ZS	7,05 ± 0,13	1,8	271 ± 15	7	123,5 ± 8,5	7

Probe	A [%]	± %	$E \cdot 10^3$ [N/mm ²]	± %	HB	± %
Pulver	15 ± 4,5	30	137 ± 21,5	15	62,5 ± 13,5	22
ZS	16,1 ± 1,1	7	152 ± 10	7	62,5 ± 4,5	7

Tabelle 34: Mittelwerte und Streubreiten von Dichten und den physikalischen Werkstoffkennwerten bei Bauteilen aus losem Pulver und aus ZS - Vorformkörpern

Einen Ansatz zur Lösung dieses Problems stellt die Arbeit von HEWING dar (19). HEWING mißt für verschiedene Metallpulver die aus gegebenen Axialdrücken resultierenden Radialdrücke in einfachen Stopfenwerkzeugen mit kreisförmigem Querschnitt und findet einen Zusammenhang der Form:

$$P_r = P_a - (R_{p\ 0,1} + \Delta R_{p\ 0,1}) \pm R$$

P_r	= Radialdruck
P_a	= Axialdruck
$R_{p\ 0,1}$	= Streckgrenze
R	= Funktion der Reibung

Unterschiedliche Radialdrücke innerhalb des Preßkörpers während der Verdichtung sind die eigentliche Ursache der Pulververschiebungen senkrecht zur Preßrichtung. Im hier vorliegenden Fall stark profilierter Stirnflächen sind sowohl P_a als auch $\Delta R_{p\ 0,1}$ Funktionen der Geometrie der Stirnflächen.

Da P_a mit der Dichte von Pulverpreßkörpern zusammenhängt, ist auch P_r eine Funktion der Dichte. Weil aber wegen der Reibungsverhältnisse im Preßling P_a auch eine Funktion der Höhe h des Preßkörpers ist, gilt

$$P_r = P_r(h)$$

Eine völlig gleichmäßige Dichte läßt sich in einem Pulverpreßkörper deshalb nicht erreichen. Der kleinste mögliche Dichtegradient im Pulverpreßling ist dann erreicht, wenn im verdichteten Körper P_r überall dieselbe Größe hat, beziehungsweise $P_r(h) = 0$ ist.

Unter Berücksichtigung der experimentellen Ergebnisse aus der Arbeit von HEWING sollte es möglich sein, mit Hilfe finiter Elemente die Geometrie von Vorformkörpern so zu berechnen, daß im fertigverdichteten Bauteil eine möglichst gleichmäßige Dichte erreicht werden kann.

4.2. Diskussion der Ergebnisse zum Reduktionsverhalten von ZS - Vorformkörpern

Über die Reduktion von wasserverdünstem kohlenstoffarmem Eisenpulver, wie es in dieser Arbeit verwendet wurde, liegt bisher nahezu keine Literatur vor. Lediglich zum sogenannten DPG-Schleuderpulver findet man spärliche Angaben über Reduktionstemperaturen und Zusammensetzung der Reduktionsgase (28). Um Literaturstellen zum Vergleich und zur Stützung der gemessenen Reduktionswerte zu erhalten, muß deshalb auf Arbeiten zur Reduktion von Eisenerzen, vor allem von Magnetit, zurückgegriffen werden.

Für die Reduktion von Magnetit mit Wasserstoff und Kohlenstoff findet WIBERG nach einer Reduktionszeit von 2 Stunden bei verschiedenen Reduktionstemperaturen Reduktionsgrade, wie sie in Bild 122 dargestellt sind (20).

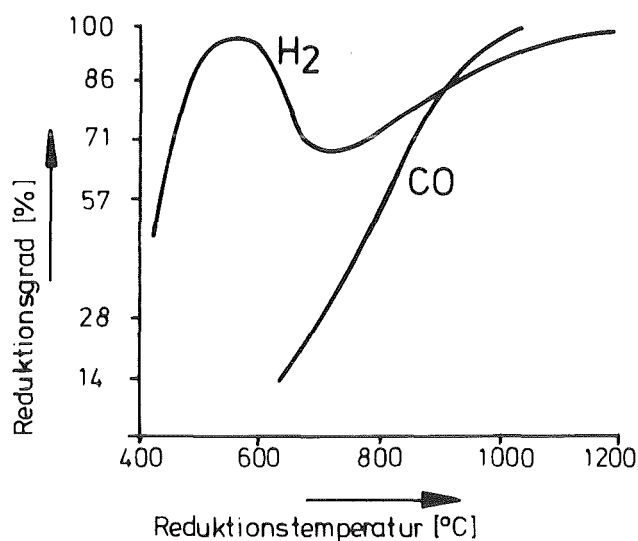


Bild 122: Reduktionsgrad von Magnetit unter H₂ und CO. Reduktionszeit: 2 Stunden
(nach WIBERG)

Ein Maximum der Reduktionsgeschwindigkeit oberhalb der Bildungstemperatur von Wüstit (570° C) bei der Reduktion mit Wasserstoff findet auch EDSTRÖM (21).

EDSTRÖM (21) und ULRICH et.al. (22) beobachten bei Reduktion mit Wasserstoff oberhalb 570° C die Ausbildung einer dünnen, deckenden Wüstitschicht auf dem Magnetit. Mit zunehmender Entfernung von der Phasengrenze Magnetit - Wüstit wird die Wüstitschicht poröser. ULRICH et.al. finden einen schnellen Anstieg der Sauerstoffabbaugeschwindigkeit nach Beginn der Eisenausscheidung, hervorgerufen von einer Porenbildung innerhalb des Wüstits.

Bei höheren Reduktionstemperaturen von etwa 1000° C beschreiben RIECKE et.al. (23) die Ausbildung einer geschlossenen Eisenschicht auf Wüstit bei Wasserstoff als Reduktionsgas. Bei Verwendung von Kohlenoxid bildet sich eine schwammige Eisenstruktur aus. Die sich bildende Eisenstruktur beeinflusst die Reduktionsgeschwindigkeit. Bei deckender Eisenschicht bestimmt die Diffusion von Sauerstoff in Eisen die Reduktionsgeschwindigkeit.

Bei Anwesenheit von Kohlenstoff findet BALDWIN (24) eine erhebliche Beschleunigung der Sauerstoffabbaugeschwindigkeit im Temperaturbereich von 900° C bis 1000° C. Ursache ist das stark nach rechts verschobene Gleichgewicht der Boudouard-Reaktion



Durch das vergrößerte Angebot an CO bildet sich nach (23) eine poröse Eisenschicht aus. Die Reduktionsgeschwindigkeit ist dann nicht mehr diffusionsabhängig, sondern wird von der Phasengrenzreaktion Wüstit-Gas kontrolliert.

Den Einfluß des Durchmessers von Magnetitteilchen auf die Reduktionsrate untersuchen SPECHT und ZAPFFE (25). Sie finden einen linearen Zusammenhang zwischen dem Logarithmus des Teilchendurchmessers und der Reduktionszeit unter der Voraussetzung, daß das Reduktionsgas ohne wesentliche Behinderung aufgrund der Pulverfeinheit an die zu reduzierenden Teilchen gelangen kann (Bild 123). Kurze Reduktionszeiten für kleine Magnetitproben

findet RUPP (26), der für ein Magnetitwürfelchen von 1 mm Kantenlänge bei 750° C unter Wasserstoff eine vollständige Reduktion nach 16 Minuten erhält. Interessant sind in diesem Zusammenhang auch die technischen Reduktionsbedingungen für verdüστε Eisenpulver.

Für das Roheisen-Zunder-Verfahren (RZ-Verfahren) werden in der Literatur Reduktionstemperaturen von 950 - 1000° C genannt. Als Reduktionsgas dient ein während der Wärmebehandlung selbst erzeugtes Kohlenmonoxid-Kohlendioxid-Schutzgas (28).

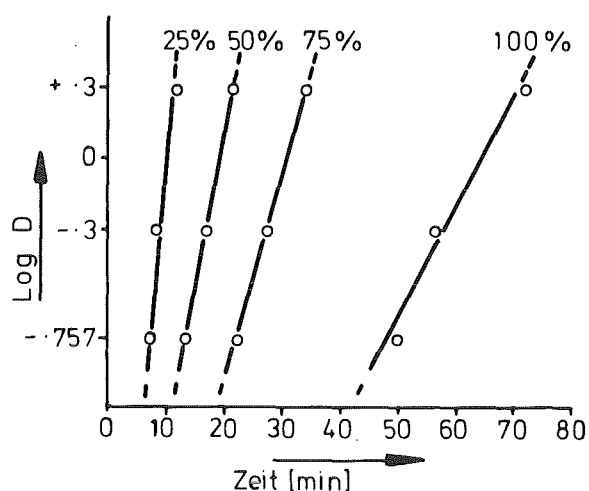
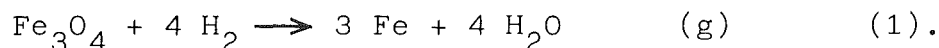


Bild 123: Einfluß des Teilchendurchmessers auf die Reduktionsrate von Magnetit bei 600° C (nach SPECHT und ZAPFFE)

Wasserverdüστε Eisenpulver werden mit Wasserstoff als Schutzgas reduziert. Optimale Reduktionstemperaturen liegen zwischen 1000 und 1080° C, die Reduktionszeiten betragen 30 - 60 Minuten (29).

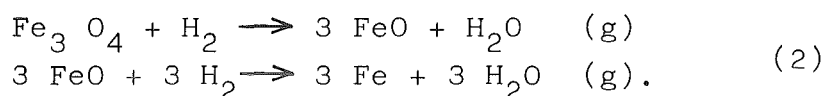
Für die Reduktion der phenolharzgebundenen ZS - Vorformkörper ergeben sich unter Berücksichtigung der Ergebnisse aus Kapitel 3.4. und der Literaturstellen folgende Teilschritte:

1. Bei Temperaturen unter 570° C wird das Eisenoxid Fe_3O_4 nur durch den Wasserstoff der Schutzgasatmosphäre direkt zu Eisen reduziert nach der Reaktionsgleichung



Nach einer Temperaturhaltezeit von 30 Minuten in diesem Temperaturbereich sind die dem Pulver anhaftenden Feinstaubteilchen und die dünnen Oxidschichten vollständig reduziert. Bei einer mittleren Korngröße von 200 μm ist der ungehinderte Zutritt des Wasserstoffes an die Oxidteilchen gewährleistet. Eine Extrapolation der Ergebnisse von SPECHT und ZAPFFE zu sehr kleinen Teilchendurchmessern bestätigt dieses Ergebnis.

2. Oberhalb 570° C läuft die Reduktion von Magnetit zu Eisen in zwei Teilschritten ab:

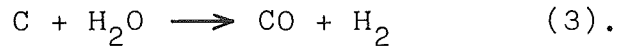


Auf den während der Aufheizphase nicht reduzierenden Oxiden, vornehmlich an Stellen größerer Oxidschichtdicken, bildet sich Wüstit. Sowohl WIBERG als auch EDSTRÖM finden in diesem Temperaturbereich von 570° C bis etwa 700° C deutlich niedrigere Sauerstoffabbaugeschwindigkeiten als unterhalb 570° C, was in Übereinstimmung mit dieser Arbeit steht, bei der in diesem Temperaturbereich keine Zunahme des Reduktionsgrades der ZS - Vorformkörper mit steigender Temperatur gefunden wird.

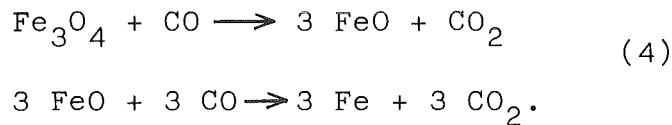
ULRICH et. al. erklären diesen Umstand mit Keimbildungsschwierigkeiten bei der Eisenausscheidung.

3. Nach Beginn der Eisenausscheidung im Temperaturbereich 680 - 720° C, wie sie in den Bildern 40 b und 41 b zu erkennen ist, ist ein weiterer Anstieg des Reduktionsgrades zu beobachten. Zusätzlich zur Reduktion durch Wasserstoff kann jetzt die Reduktion durch Kohlenmonoxid merklich an Einfluß gewinnen (Bild 122). Kohlenmonoxid kann sich aus dem

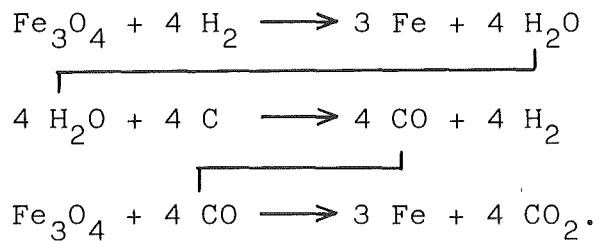
Kohlenstoffrückstand des Phenolharzes und dem nach Gleichung (2) gebildeten Wasserdampf bilden.



Das frisch gebildete, sehr oberflächenaktive Eisen muß hier als Katalysator wirken, um die Reaktion nach Gleichung (3) schon bei diesen Temperaturen ablaufen zu lassen. Die Reduktion von Fe_3O_4 mit Kohlenmonoxid läuft wieder in zwei Teilschritten ab:



Die mit der Thermowaage gemessenen Masseverluste in Abhängigkeit von der Zeit bei 720° C geben einen Hinweis, daß jetzt tatsächlich neben der Reduktion mit Wasserstoff eine Reduktion durch CO stattfindet. Die Geschwindigkeit des Gewichtsverlustes ist bei längeren Reduktionszeiten bei der ZS - Probe um den Faktor 2,8 größer als bei der damit vergleichbaren Pulverprobe. Dies steht in guter Übereinstimmung mit dem Faktor 2,75, der sich gegenüber der Pulverprobe ergibt, wenn für den ZS - Vorformkörper die folgenden Reduktionsschritte angenommen werden:



Daraus erhält man:

$$\frac{\text{Masseverlust ZS}}{\text{Masseverlust Pulver}} = \frac{8 \text{ At.M.O} + 4 \text{ At.M.C}}{4 \text{ At.M.O}} = 2,75$$

Wegen dieser Meßergebnisse muß die vollständige Umsetzung des entstandenen Wasserdampfes zu CO sowie dessen vollständige Umsetzung zu CO₂ innerhalb des ZS - Vorformkörpers stattfinden.

4. Im Temperaturbereich über 900° C nimmt die Reduktionsgeschwindigkeit weiter zu (Bilder 28, 29). Gleichzeitig findet eine erhebliche Beschleunigung des Kohlenstoffabbaues statt (Bild 28). Der verstärkte Kohlenstoffabbau ist eine Folge des in diesem Temperaturbereich stark nach rechts verschobenen Gleichgewichts der Boudouard-Reaktion



Das dadurch vergrößerte Angebot an CO muß als Ursache für die bei diesen Temperaturen gemessenen höheren Reaktionsgeschwindigkeiten angesehen werden. Wie die Messungen an nicht harzgebundenen Pulverproben zeigen, hat die Phasenumwandlung eher einen negativen Einfluß auf die Reduktionsgeschwindigkeit (Bilder 50 e und f), was mit den Ergebnissen von EDSTRÖM gut übereinstimmt.

5. Für kurze Reduktionszeiten folgt die Reduktionsgeschwindigkeit einem logarithmischen Zeitgesetz. Dieses hat seine Ursache in der Teilchengrößenverteilung der an den Pulverteilchen angesinterten Oxidteilchen. Legt man die von McKEWAN (30) für feine Oxidteilchen gefundene lineare Sauerstoffabbaugeschwindigkeit zugrunde und nimmt für den oxidischen Feinstaub eine Teilchengrößenverteilung in Form der Gauss'schen Normalverteilung oder der Rosin-Rammler-Verteilung an (11), so wird für die Gesamtheit der Oxidteilchen bei der Reduktion ein logarithmisches Zeitgesetz in weiten Bereichen in guter Näherung erfüllt. Erst bei hohen Reduktionsgraden wird eine starke Abweichung von diesem Verhalten feststellbar.

4.3. Diskussion der Ergebnisse zur Verdichtbarkeit und zu den physikalischen Werkstoffeigenschaften

Die Verdichtbarkeit der reduzierten ZS - Vorformkörper wird mit Ausnahme des Schutzgasverbrauches von allen variierten Parametern beeinflusst.

Die Messungen von Sauerstoffgehalt und Kohlenstoffgehalt in Abhängigkeit der Reduktionsparameter zeigen, daß der Restkohlenstoffgehalt der reduzierten Vorformkörper nur bei Variation der Reduktionstemperatur Größen annimmt, die einen deutlichen Einfluß auf das Verdichtungsverhalten der Vorformkörper haben (Tabelle 35, Bild 124). Dabei nimmt der Kohlenstoffgehalt im Temperaturbereich zwischen 880° C und 1040° C linear von 0,11 % auf 0,01 % ab. In allen anderen Fällen bewegt sich der Restkohlenstoffgehalt zwischen 0,01 % und 0,02 %. Ein merklicher Einfluß auf die Verdichtbarkeit der Vorformkörper kann diesen niedrigen Kohlenstoffgehalten nicht zugeschrieben werden. Um etwa eine Größenordnung höher liegen die Meßwerte für den Sauerstoffgehalt, wobei auch hier die Reduktionstemperatur den stärksten Einfluß ausübt.

Entsprechend wirkt sich von allen Reduktionsparametern die Reduktionstemperatur am stärksten auf die Verdichtbarkeit der ZS - Vorformkörper aus. Da Reduktionstemperaturen im Bereich der α - Phase des Eisens, also unterhalb 910° C, aus Gründen der Festigkeit der Vorformkörper technisch uninteressant sind, kann davon ausgegangen werden, daß die Verdichtbarkeit umso besser ist, je höher die Reduktionstemperatur gewählt wird. Das Pulver Eltrix-400 zeigt sowohl für die Einfachsintertechnik als auch für die Zweifachsintertechnik eine nahezu lineare Verbesserung der Verdichtungseigenschaften mit steigender Temperatur.

Die drastische Verschlechterung der Verdichtungseigenschaften, die sich bei Überschreiten der α - γ -Phasengrenze während der Reduktion ergibt, kann mit den vorliegenden Ergebnissen aus den Reduktionsversuchen nicht geklärt werden.

Reduktionszeit [min]	10	20	40	
Sauerstoffgehalt [%]	0,152	0,129	0,045	
Kohlenstoffgehalt [%]	0,021	0,015	0,007	
Schutzgasverbrauch [m ³ /h]	10	15		
Sauerstoffgehalt [%]	0,128	0,121		
Kohlenstoffgehalt [%]	0,007	0,007		
Bandbeladung [kg/m]	0	5	10	15
Sauerstoffgehalt [%]	0,121	0,139	0,139	0,153
Kohlenstoffgehalt [%]	0,007	0,010	0,014	0,018
Reduktionstemperatur [°C]	880	960	1040	1120
Sauerstoffgehalt [%]	0,164	0,137	0,104	0,082
Kohlenstoffgehalt [%]	0,112	0,064	0,011	0,002

Tabelle 35: Sauerstoff- und Kohlenstoffgehalte von ZS - Vorformkörpern nach der Reduktion in Abhängigkeit von den Reduktionsbedingungen

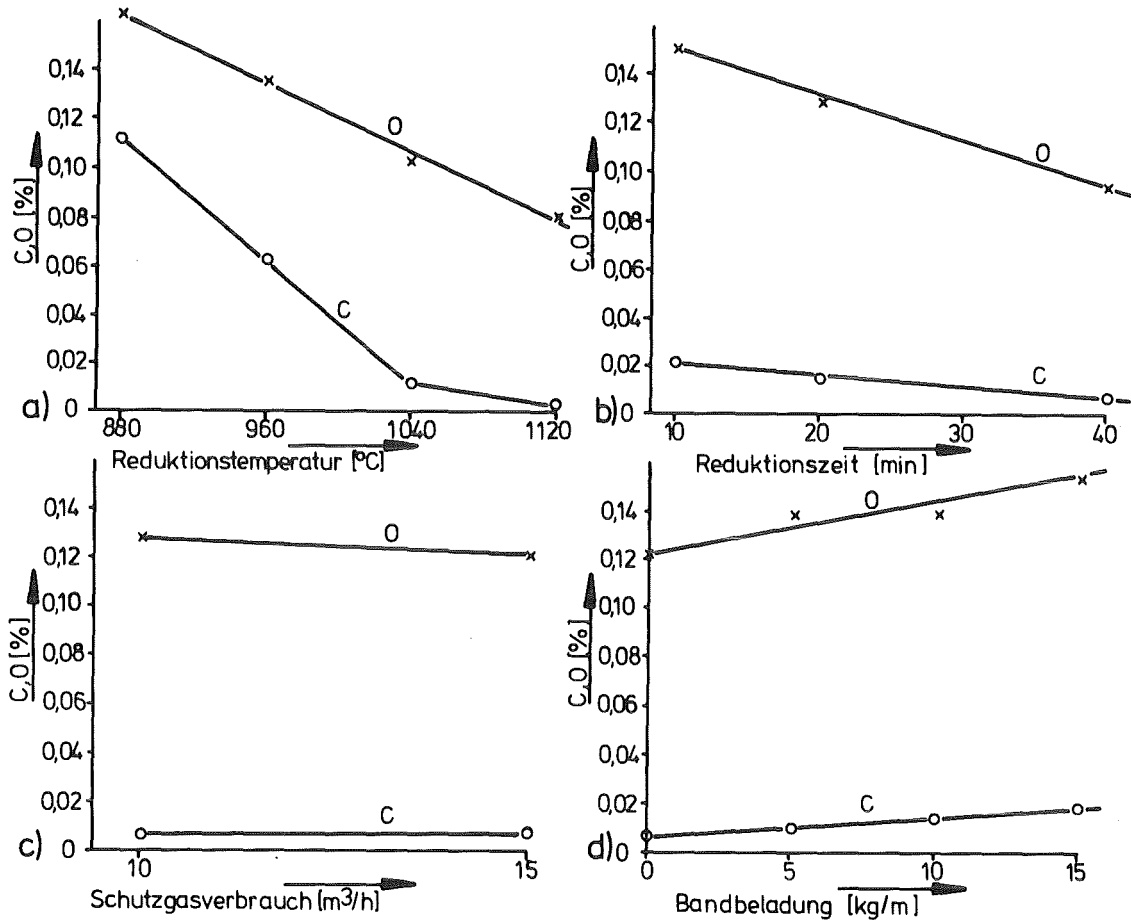


Bild 124: Abhängigkeit des Sauerstoff- und Kohlenstoffgehaltes der reduzierten ZS - Vorformkörper von den Reduktionsbedingungen im technischen Sinterofen

Denkbar wäre, daß sich der Anteil des im Pulver gelösten Kohlenstoffes bei Überschreiten der α - γ -Phasengrenze erhöht. Die Reduktionszeit hat einen erheblich geringeren Einfluß auf die Verdichtbarkeit der ZS - Vorformkörper als die Reduktionstemperatur. Eine Auswirkung des Restkohlenstoffgehaltes auf das Verdichtungsverhalten kann hier ausgeschlossen werden, da sich der Kohlenstoffgehalt in sehr niedrigen Grenzen zwischen 0,01 % und 0,02 % bewegt. Die Verdichtbarkeit der Vorformkörper kann deswegen nur von Restoxidgehalten beeinflusst werden. Gegenüber sehr kurzen Reduktionszeiten bringen aber Reduktionszeiten über 10 Minuten in dem hier gewählten Temperaturbereich nur noch geringfügige Verbesserungen des Reduktionsgrades. Das erklärt den im Vergleich zur Reduktionstemperatur geringen Einfluß der Reduktionszeit auf die Verdichtbarkeit der Vorformkörper.

Keinen Einfluß auf die Verdichtbarkeit der ZS Vorformkörper hat der Schutzgasverbrauch während der Reduktion.

PLUSCHKELL (27) sowie ULRICH (22) und MC KEWAN (30) finden eine lineare Abhängigkeit der Reduktionsgeschwindigkeit vom Wasserstoffpartialdruck. Dieser kann im vorliegenden Fall als konstant angesehen werden, da die Reduktionen in einem beidseitig offenen Banddurchlaufofen durchgeführt wurden, in dem grundsätzlich Atmosphärendruck herrscht, der nur von einem völlig unbedeutenden Strömungsdruck - die Strömungsgeschwindigkeit bewegt sich in der Größenordnung von 5 - 7 m/h - überlagert wird.

Nicht untersucht wurde in dieser Arbeit der Einfluß des Schutzgasverbrauches bei wirtschaftlichen Bandbeladungen. Hier ist ein Einfluß durchaus zu erwarten, da mit steigendem Schutzgasdurchsatz ein Ausspülen der gasförmigen Reaktionsprodukte aus dem Reaktionsraum stattfindet und sich deshalb ein höherer Wasserstoffpartialdruck einstellt.

Die Bandbeladung hat im Bereich geringer Ofenauslastung einen deutlich negativen Einfluß auf das Verdichtungsverhalten der Vorformkörper. Ursache ist die Absenkung des Wasserstoffpartialdruckes durch die entstehenden Reaktionsprodukte.

Interessante Zusammenhänge ergeben sich zwischen den Reduktionsbedingungen und den physikalischen Werkstoffeigenschaften.

Betrachtet man die Werkstoffeigenschaften in Abhängigkeit von der Dichte, so hat die Reduktionstemperatur einen erheblichen Einfluß auf die Qualität der Werkstoffeigenschaften.

Bemerkenswert ist, daß beim Eltrix-Pulver für alle Werkstoffkenngrößen ein Maximum bei einer Reduktionstemperatur von 1080° C gefunden wird. Die Ursache könnte in einen Verlust an Oberflächenaktivität bei höheren Reduktionstemperaturen begründet sein, welcher die weitgehende Beseitigung einer Diffusionsbehinderung durch Restoxide ausgleicht.

Weiter zeigt sich bei niedrigen Reduktionstemperaturen teilweise ein unterproportionales Wachstum der Werkstoffkennwerte mit steigender Dichte. Im Fall der Bruchdehnung fallen die Meßwerte bei höchsten Dichten sogar ab. Ursache kann hier nur eine während der Sinterung stattfindende weitere Reduktion sein, die mit steigender Dichte behindert und schließlich unterbunden wird, was durch Sauerstoffanalysen bestätigt werden konnte.

Einen weitaus geringeren Einfluß auf die Werkstoffeigenschaften hat die Reduktionszeit. Hier werden nur die Zugfestigkeit und bei sehr kurzen Reduktionszeiten die Bruchdehnung beeinflusst. Alle anderen Werkstoffeigenschaften zeigen keine Abhängigkeit von der Reduktionszeit.

Eine Erklärung liefern die Ergebnisse der Reduktionsversuche. Dort wird gezeigt, daß sich bei höheren Temperaturen im Anfangsstadium der Reduktion auf den teilreduzierten Oxidschichten eine Schicht aus reduziertem Eisen bildet. Diese reduzierten Oberflächenschichten versintern nun genauso miteinander wie die Oberflächen vollkommen ausreduzierter Pulver.

Temperatur und Zeit sind demnach bei der Reduktion von ZS - Vorformkörpern keine austauschbaren Größen.

Der Schutzgasverbrauch hat keinerlei Einfluß auf die physikalischen Werkstoffkennwerte. Das stimmt mit den Messungen zur Verdichtbarkeit überein und ist aufgrund der dort gegebenen Erklärung leicht einzusehen.

Die Bandbeladung hat nur bei höchsten Dichten einen Einfluß auf die 0,1 % Dehngrenze und auf die Bruchdehnung, wobei die Dehngrenze mit steigender Bandbeladung ansteigt, während die Bruchdehnung niedrigere Werte annimmt.

Als Erklärung kann auch hier die Behinderung einer weiteren Reduktion während der Sinterung angenommen werden.

Abschließend sei noch angemerkt, daß die in dieser Arbeit gefundenen optimalen Reduktionsbedingungen für ZS - Vorformkörper, - 1080° C, 30 Minuten - mit den technischen Reduktionsbedingungen von gewöhnlichen wasserverdünnten Einspulvern gut übereinstimmen.

5. Wirtschaftliche Aspekte des ZS - Verfahrens

Mit dem ZS - Verfahren steht der pulvermetallurgischen Industrie ein Fertigungsverfahren zur Verfügung, welches die Herstellung geometrisch komplizierter Bauteile mit homogener Dichte erlaubt. Die Vielfalt der möglichen Formen erweitert die Grenzen der pulvermetallurgischen Formgebungsmöglichkeiten.

An dieser Stelle soll die Frage diskutiert werden, ob das ZS - Verfahren darüberhinaus in der Lage ist, bisher bereits konventionell gefertigte Bauteile kostengünstiger herzustellen.

Teilgewicht [g]	Kosten [DM/kg]				Kosten [DM/Stck.]
	Rohstoff	Formen	Reduzieren	Gesamt	
25	1,40	3,33	3,20	7,93	0,20
50	1,40	1,67	1,60	4,67	0,23
100	1,40	0,83	0,81	3,12	0,34
200	1,40	0,83	0,89	3,12	0,62
400	1,40	0,41	0,89	2,70	1,08
800	1,40	0,38	0,89	2,67	2,09

Tabelle 36: Durchschnittliche Kosten für die Herstellung eines ZS - Vorformkörpers in Abhängigkeit vom Bauteilgewicht

Anstelle des reduzierten Pulvers bei konventioneller Fertigung tritt im ZS - Verfahren der reduzierte Vorformkörper. Tabelle 36 gibt einen Überblick über die Preise reduzierter Vorformkörper in Abhängigkeit vom Teilgewicht. Dabei können die Preise für die Formgebung der Vorformkörper natürlich nur näherungsweise dargestellt werden, da Erfahrungen über die Herstellung größerer Stückzahlen nicht vorliegen. Es existieren aber Erfahrungen über die maximale Taktfolge von Kernschießmaschinen in

Abhängigkeit vom Teilgewicht sowie über die notwendigen Stundensätze von solchen Maschinen, sodaß die errechneten Formkosten durchaus begründet sind.

Die Rohstoffkosten setzen sich zusammen aus den Kosten für das Eisenrohpulver sowie den Kosten für den Phenolharzbinder. Die Reduktionskosten errechnen sich aus der maximal möglichen Bandbeladung, bei sehr kleinen Teilen aus der maximalen Belegungsichte des Ofenbandes. Es wurde ein konventioneller Sinterbandofen zugrunde gelegt.

Die Zusammensetzung der Fertigungskosten eines reduzierten Vorformkörpers zeigt Bild 125. Dabei werden die Fertigungskosten in DM/kg mit den Rohstoffkosten bei konventioneller Fertigung verglichen. Wegen der ausgezeichneten Kompressibilität der ZS - Vorformkörper wird zum Vergleich ein superkompressibles Pulver herangezogen.

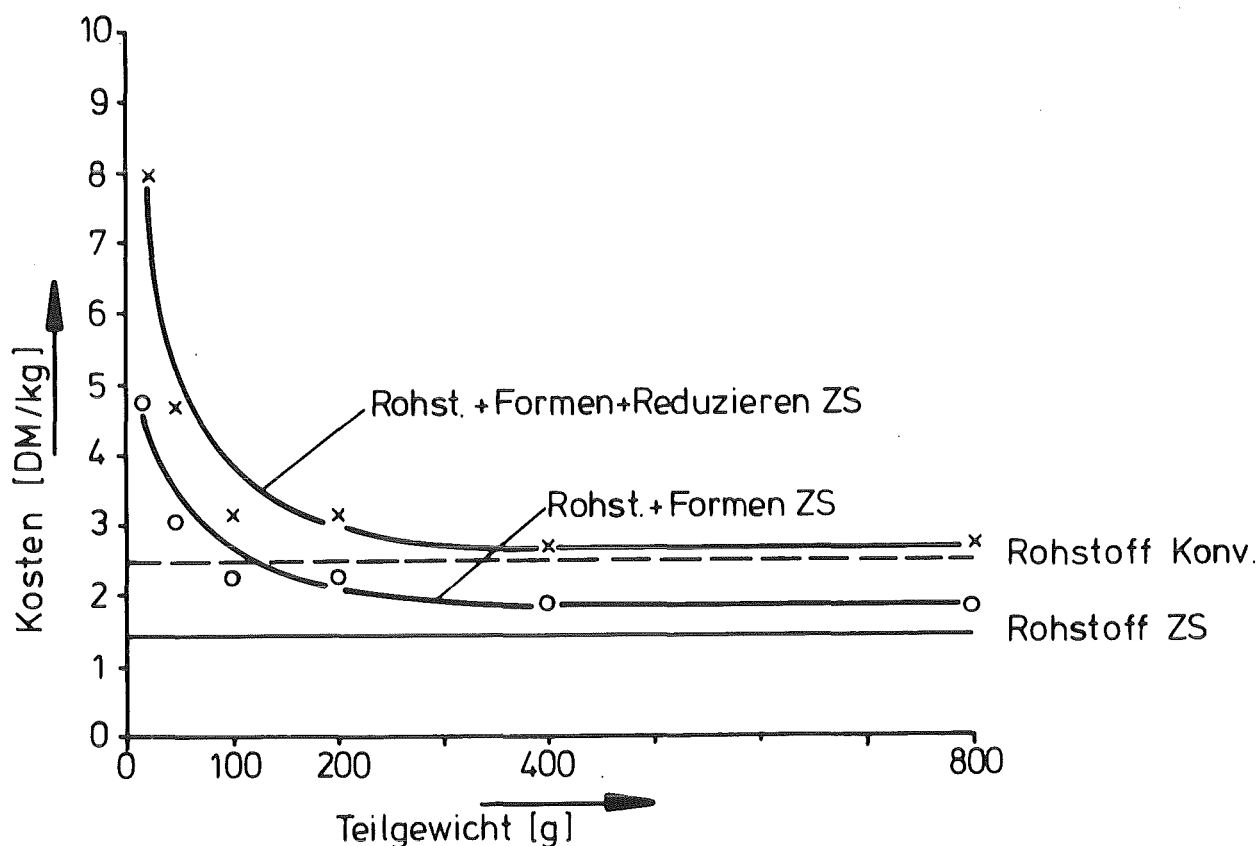


Bild 125: Zusammensetzung der Kosten zur Herstellung eines ZS - Vorformkörpers in Abhängigkeit vom Teilgewicht (zum Vergleich: Rohstoffkosten bei konventioneller PM - Fertigung)

Bei kleinen Teilgewichten liegen die Fertigungskosten für reduzierte Vorformkörper erheblich über dem Rohstoffpreis bei konventioneller Fertigung.

Bei schwereren Teilen nähert sich der Preis für den Vorformkörper den Rohstoffkosten bei konventioneller Fertigung, bleibt aber immer etwa 10 % teurer.

In Tabelle 37 wurden die Grundstoffkosten von ZS - Bauteilen mit denen konventionell hergestellter Bauteile verglichen. Die Grundstoffkosten sind für ein 25 Gramm schweres Bauteil demnach bei ZS - Fertigung mehr als dreimal so hoch wie bei konventioneller Fertigung, während bei 800 Gramm schweren Bauteilen die Grundstoffkosten nur noch um 10 % differieren.

Teilgewicht [g]	Kosten ZS-Vorform- körper [DM/Stück]	Kosten Superkompr- Pulver [DM/Stück]
25	0,20	0,06
50	0,23	0,12
100	0,31	0,24
200	0,62	0,48
400	1,08	0,96
800	2,09	1,92

Tabelle 37: Vergleich der Grundstoffkosten bei konventioneller Fertigung mit den Kosten für ZS - Vorformkörper

Wie Modellrechnungen zeigen, kann es trotz des höheren Grundstoffpreises interessant sein, die konventionelle Fertigung von PM - Bauteilen durch das ZS - Verfahren zu ersetzen, nämlich dann, wenn durch die richtige Gestaltung der Vorformkörper teure spanende Nacharbeit eingespart werden kann.

Bild 126 zeigt für ein Haltestück mit einem Teilegewicht von 74 Gramm eine Vergleichsrechnung der Fertigungskosten zwischen konventioneller Fertigung und ZS - Fertigung. Bei konventioneller Fertigung müssen die beiden Bohrungen 9 Ø im Anschluß an die Sinterung gebohrt werden, obwohl sie preßtechnisch günstig senkrecht zur Preßrichtung liegen. Durch Pulververschiebungen während des Preßvorganges würden nämlich, bedingt durch die hohe Dichte des Bauteiles von $7,1 \text{ g/cm}^3$, erhebliche Biegekräfte auf die Dorne für diese Bohrungen ausgeübt, was innerhalb kurzer Zeit zum Bruch der Dorne führen würde. Beim ZS - Verfahren können diese Bohrungen aufgrund des geringeren Pulverflusses während der Verdichtung mitgepreßt werden. Das Bohren bei konventioneller Fertigung hat außerdem einen weiteren Arbeitsschritt - Entgraten - zur Folge.

Trotz der erheblich höheren Grundstoffkosten für die ZS - Fertigung ergeben sich durch die beiden eingesparten spanenden Arbeitsgänge interessant niedrigere Fertigungskosten für das ZS - Bauteil. Gegenüber konventioneller Fertigung errechnen sich Einsparungen von 25 %.

Eine andere Vergleichsrechnung für ein Gewindestück mit nur 14 Gramm Teilegewicht zeigt Bild 127. Obwohl das Bauteil nach dem Olivetti - Verfahren gefertigt wird, liegt das Rohteilgewicht mit 35 Gramm um den Faktor 2,5 über dem Gewicht des Fertigteils.

Trotz des eingesparten Pulvers sind aber die Grundstoffkosten für die ZS - Fertigung gerade doppelt so hoch wie bei konventioneller Herstellung. Bedingt durch die billigere konventionelle Presse zur Verdichtung des ZS - Vorformkörpers liegen die Fertigungskosten für den gesinterten Rohling jedoch nur noch unbedeutend über den Kosten des im Olivetti - Verfahren gefertigten Rohlings. Da im konventionellen Fall der Rohling noch überdreht werden muß, um die geforderte Geometrie zu erhalten,

ergeben sich in der Summe der Fertigungskosten Vorteile von 33 % zugunsten des ZS - Bauteiles.

Grundsätzlich können konventionelle Bauteile demnach dann nicht kostengünstig durch ZS - Bauteile substituiert werden, wenn am Bauteil keine oder nur unbedeutende spanende Nacharbeit vorgenommen werden muß oder wenn diese Nacharbeit am ZS - Bauteil ebenfalls anfällt, wie z. B. Querbohrungen. Sobald aber mehrfach gebohrt werden muß, wenn Dreh- und Fräsarbeiten anfallen, kann sich die ZS - Fertigung als kostengünstiger erweisen.

Ebenfalls interessant wird die ZS - Fertigung da, wo es sich um die Herstellung von Bauteilen mit sehr hohen Dichten handelt. Mit der modifizierten Zweifachsintertechnik können Dichten erreicht werden, die nahe an die durch die Sinterschmiedetechnik erreichten Dichten heranreichen. Damit wird die Lücke zwischen konventioneller Zweifachsintertechnik und Sinterschmiedetechnik geschlossen.

Vorteilhaft wirkt sich hier die niedrige Arbeitstemperatur von nur 650° C aus, die im Anschluß an die Nachverdichtung lediglich ein Weichglühen des ZS - Vorformkörpers bewirkt. Eine echte Sinterung findet bei diesen Temperaturen nicht statt. Trotzdem hat der Formkörper ausreichend Festigkeit und Formstabilität, um ein zweites Mal ohne Beschädigung in ein Preßwerkzeug eingeführt werden zu können. Bei konventioneller Zweifachsintertechnik ist diese Festigkeit nur durch eine echte Sinterung knapp unterhalb der α - γ -Umwandlungstemperatur zu erreichen oder bei Temperaturen, die deutlich im Bereich des γ -Eisens liegen.

Haltestück
 Teilegewicht 74 g

Fertigungskosten (DM / 100 Stück)

	konventionell	ZS - Verfahren
Pulverkosten:	16,53	10,36
Formen:	--	8,33
Reduzieren:	--	8,00
<hr/>		
Zwischensumme		
Grundstoffkosten:	16,53	26,69
Pressen:	21,27	21,27
Sintern:	5,63	5,63
Trommeln:	4,17	4,17
<hr/>		
Zwischensumme:	47,60	57,76
Bohren 2 x 9 Ø:	32,29	--
Bohren für M 8:	26,72	26,72
Gewinden M 8:	14,70	14,70
Entgraten 9 Ø:	12,03	--
Kontrolle:	0,95	0,95
Rostschutz:	1,65	1,65
<hr/>		
Summe Fertigungskosten:	135,94	101,33
	100 %	75 %

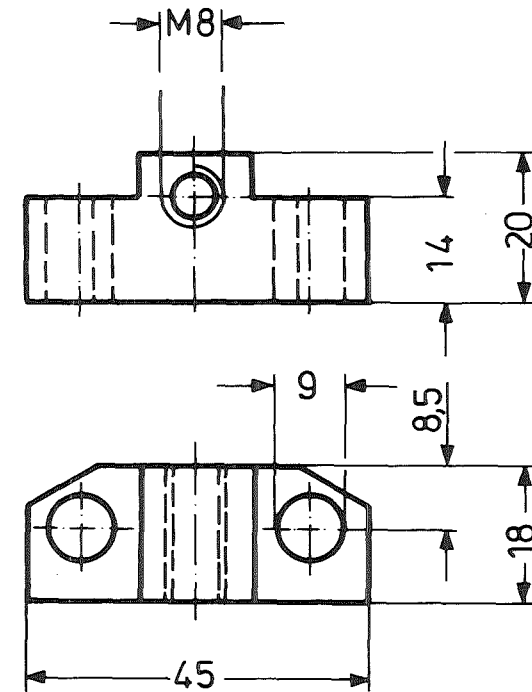


Bild 126: Vergleich der Fertigungskosten für ein Haltestück

Gewindestück
 Teilgewicht 14 6

Fertigungskosten (DM / 100 Stück)

	konventionell	ZS - Verfahren
Pulverkosten:	9,35	2,38
Formen:	--	8,33
Reduzieren:	--	8,00
<hr/>		
Zwischensumme		
Grundstoffkosten:	9,35	18,71
Pressen:	14,38	7,00
Sintern:	5,20	5,20
Trommeln:	1,40	1,40
<hr/>		
Zwisensumme:	30,33	32,31
Drehen:	22,83	--
Gewinden:	9,37	9,37
Kontrolle:	1,05	1,05
<hr/>		
Summe Fertigungskosten:	63,58	42,73
	100 %	67 %

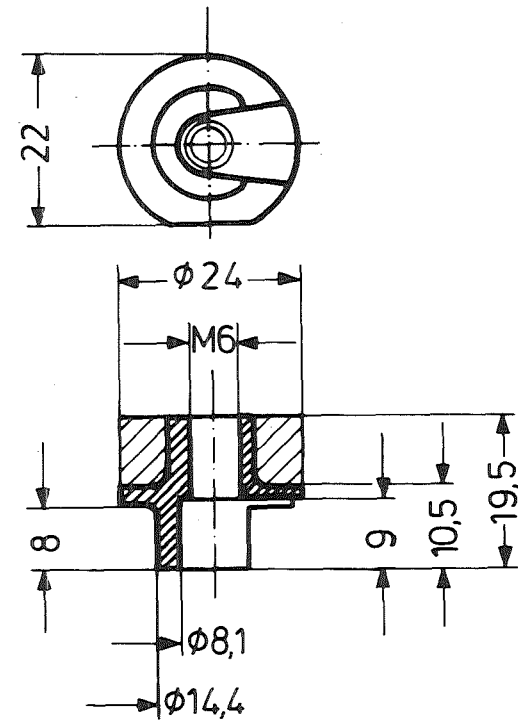


Bild 127: Vergleich der Fertigungskosten für ein Gewindestück

6. Ausführungsbeispiele

Im folgenden werden zwei Bauteile vorgestellt, die nach dem ZS - Verfahren gefertigt wurden und bei denen jeweils mehrere verfahrenstypische Vorteile genutzt werden konnten.

6.1. Rotor für Wasserpumpe

Den reduzierten Vorformkörper für den Rotor einer Pkw-Wasserpumpe sowie das draus hergestellte Fertigteil zeigt Bild 128.

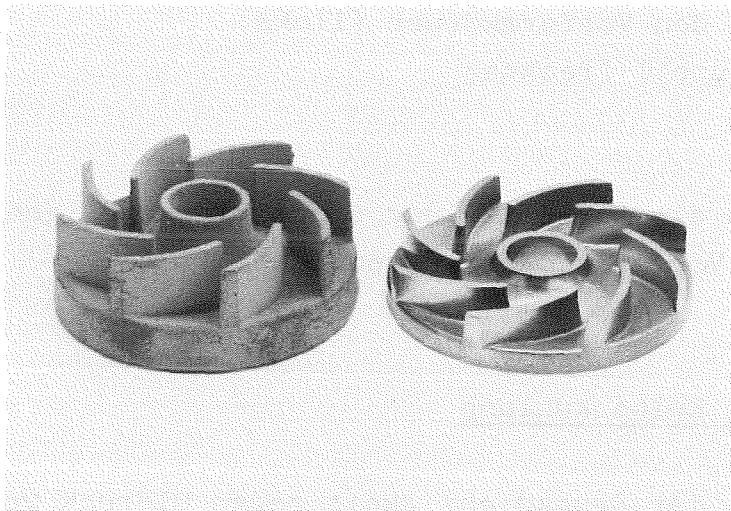


Bild 128: Rotor für Pkw-Wasserpumpe
ZS - Vorformkörper und Fertigteil

Bei konventioneller pulvermetallurgischer Fertigung dieses Bauteils treten folgende Probleme auf:

1. Erhebliche Dichtegradienten in der Rotorplatte wegen der gewölbten Pumpenseite.
2. Füllprobleme durch Brückenbildung in den Füllräumen der nur 2 mm breiten Rotorblätter.

Bild 129 zeigt im Maßstab 1 : 1 links den Schnitt durch den Vorformkörper für den Pumpenrotor und rechts den Schnitt durch das Fertigteil.

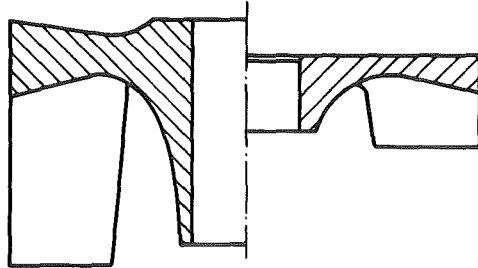


Bild 129: Rotor für Pkw - Wasserpumpe
Schnitt durch den Vorformkörper (links)
und das Fertigteil (rechts)

Hier wird nochmals die zur Erzielung einer gleichmäßigen Dichte notwendige Vorformgeometrie deutlich.

6.2. Ringstück für Kolbenkühlung

Bei diesem Bauteil ist Druckdichtigkeit gegen Öldruck von einigen bar gefordert. Das Teil wird deshalb bisher in Sinterschmiedetechnik hergestellt, wobei eine Dichte von $7,6 \text{ g/cm}^3$ gefordert ist.

Den Vorformkörper für das Fertigteil und das gefertigte Bauteil sowie deren Querschnitte zeigt Bild 130.

In den beiden Abstufungen des Bauteils kann es bei konventioneller Fertigung leicht zu Pulververschiebungen und damit zu Überpressungen kommen, was bei der geforderten hohen Dichte schnell zum Bruch vor allem der Schmiedewerkzeuge führt.

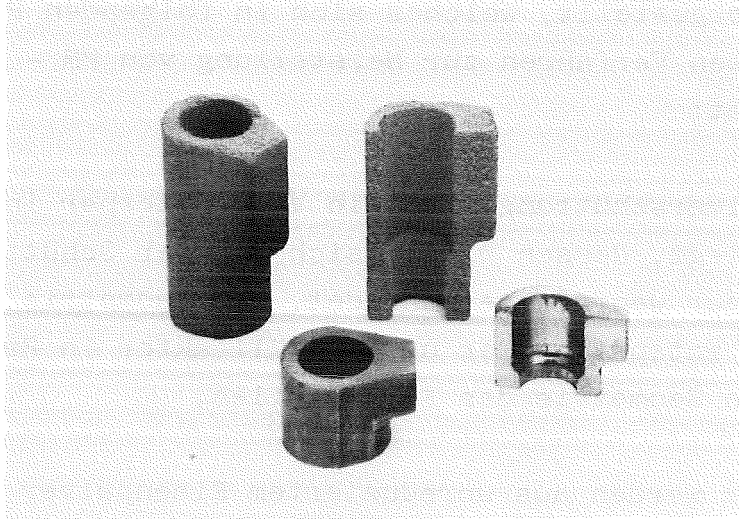


Bild 130: Ringstück für Kolbenkühlung
ZS - Vorformkörper und Fertigteil sowie
deren Querschnitte

Durch den richtig ausgelegten ZS - Vorformkörper können diese Überpressungen vermieden werden. Weiter kann wegen der ausgezeichneten Kompressibilität der ZS - Vorformkörper auf die Sinterschmiedetechnik verzichtet werden. Die geforderte Dichte wird durch das ZS - Verfahren bei Anwendung der modifizierten Zweifachsintertechnik mit praxisüblichen Preßdrücken erreicht.

7. Zusammenfassung

Mit dem ZS - Verfahren wird ein pulvermetallurgisches Formgebungsverfahren vorgestellt, welches sich in folgenden Punkten von den bekannten Verfahren zur Herstellung von PM - Bauteilen unterscheidet:

- Anstelle der Pulverschüttung wird ein Vorformkörper in das Preßwerkzeug eingelegt, dessen Dichte sich von der Schüttdichte der Pulver nur wenig unterscheidet. Die Geometrie dieses Vorformkörpers entspricht der um den Füllfaktor in Preßrichtung verzerrten Geometrie des Fertigteiles.

- Die Vorformkörper werden aus unreduziertem Eisenpulver hergestellt. Zur Verbindung der Pulverteilchen untereinander wird ein Zweikomponenten-Bindemittel verwendet.

- Die Formgebung der Vorformkörper geschieht auf speziellen Fertigungseinrichtungen. Der Fertigungsablauf entspricht dem Cold-Box-Verfahren, wie es in der Gießereiindustrie zur Herstellung von Formsandkernen eingesetzt wird.

Das vorgestellte Fertigungsverfahren hat für den Anwender im Vergleich mit der bekannten coaxialen Preßtechnik mehrere Vorteile:

- Die geometrischen Formgebungsmöglichkeiten gehen über die bisher bekannten Grenzen hinaus. Bauteile mit Begrenzungsflächen schräg zur Preßrichtung oder mit gewölbten Flächen können gefertigt werden.

- Bei Bauteilen mit komplexer Geometrie können Dichteschwankungen innerhalb des Bauteiles erheblich eingeschränkt werden. Es wird gezeigt, daß die Dichtestreuungen in einem Bauteil ohne besonderen Aufwand auf 20 % der bei konventioneller Preßtechnik erhaltenen Dichteunterschiede eingeengt werden können.

- Preßwerkzeuge können einfacher gestaltet werden. Gleichzeitig ist der Einsatz einfacher und billigeres Pressen möglich.

Der entscheidende Verfahrensschritt ist die Reduktion der Vorformkörper. Es wird gezeigt, daß zeitlich aufeinanderfolgend die Reduktion zuerst relativ schnell durch Oberflächenreaktionen abläuft, wobei innerhalb weniger Minuten Reduktionsgrade von etwa 70 % erreicht werden. Über dickeren Oxidschichten bildet sich dabei eine geschlossene Eisenschicht aus. Im weiteren wird die Reduktionsgeschwindigkeit von der Diffusionsgeschwindigkeit der Reduktionspartner durch diese Eisenschicht bestimmt. Die Reduktionsgeschwindigkeit ist jetzt deutlich niedriger.

Die Qualität der reduzierten Vorformkörper hängt in hohem Maße von der Reduktionstemperatur ab. Andere Parameter wie Reduktionszeit, Schutzgasverbrauch und Ofenbeladung haben einen geringeren Einfluß. Eine ausreichende Fertigkeit der Vorformkörper wird erst bei Reduktionstemperaturen über 1000° C erreicht.

Die Verdichtbarkeit der ZS - Vorformkörper wird von allen Variablen mit Ausnahme des Schutzgasverbrauches beeinflußt. Hohe Reduktionstemperatur, lange Reduktionszeit und geringe Ofenbeladung verbessern die Verdichtbarkeit der Vorformkörper. Bei einer Reduktionstemperatur von 1120° C und einer Reduktionszeit von 30 Minuten ist die Verdichtbarkeit der ZS - Vorformkörper besser als die der besten handelsüblichen Eisenpulver. Bei einem Druck von 60 KN/cm² wird eine Dichte von 7,2 g/cm³ erreicht.

Die physikalischen Werkstoffeigenschaften der gesinterten ZS - Bauteile werden nur von der Reduktionstemperatur erheblich beeinflußt. Alle Werkstoffeigenschaften zeigen ein Maximum bei einer Reduktionstemperatur von 1080° C, die mit Bandöfen leicht zu beherrschen sind. Die Eigenschaften konventionell hergestellter Bauteile gleicher Werkstoffzusammensetzung wer-

den erreicht und teilweise übertroffen.

Unter wirtschaftlichen Gesichtspunkten ist das ZS - Verfahren auch geeignet, bisher konventionell hergestellte Bauteile zu ersetzen, wenn durch die Verwendung eines Vorformkörpers spanende Endbearbeitung eingespart werden kann, was häufig der Fall ist.

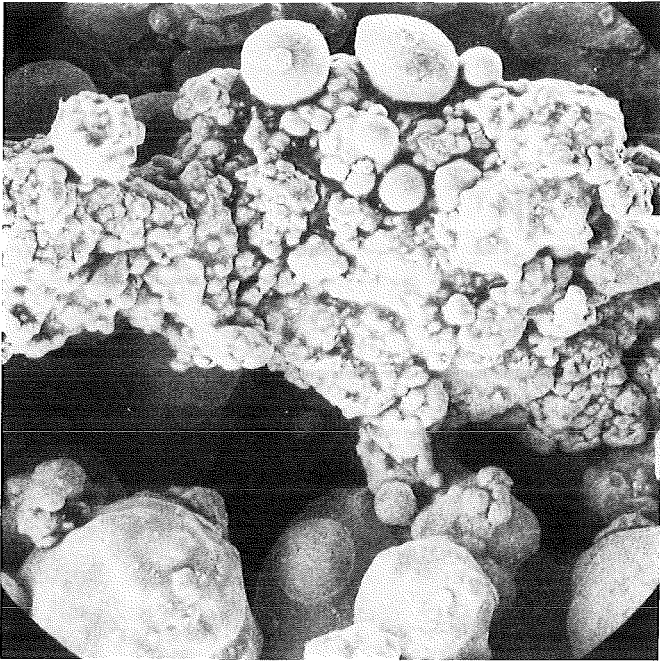
Literaturverzeichnis

- (1) Kieffer, R., Hotop, W.: Sinter Eisen u. Sinterstahl, S. 10f Springer-Verlag, Wien 1948
- (2) Eisenkolb, F.: Einführung in die Werkstoffkunde, Band 5, S. 16f, VEB Verlag Technik, Berlin
- (3) Zapf, G.: Pulvermetallurgie. In Spur, Stöferle: Handbuch der Fertigungstechnik, Band 1, Carl Hanser Verlag, München, Wien
- (4) Silbereisen, H.: Vorgänge bei der Verdichtung metallischer Pulver zu komplizierten Formkörpern, Planseeberichte f. Pulvermetallurgie, Band 7, Heft 2 (1959)
- (5) Winterberg, F.: Die Preßtechnik in der Pulvermetallurgie, Sonderdruck "Das Industrieblatt" 1962, DVA, Stuttgart
- (6) Patentblatt DB 976 579
- (7) Lenel, F.: Powder Metallurgy, Principles and Applications, MPIF, Princeton, N. J.
- (8) Rueckl, R.: The Loose-Pack-P/M-Process, J. of Powder Metallurgy & Powder Technology, Vol. 11 Nr. 3, 1975, S. 209f
- (9) Schelb, B.: Grundlegende Untersuchungen zum Loose-Pack-Verfahren, Diplomarbeit, Uni Karlsruhe 1978 (unveröffentlicht)
- (10) Kögler, H.: Cold-Box-Verfahren. In Spur, Stöferle: Handbuch der Fertigungstechnik, Band 1, Carl Hanser Verlag, München, Wien
- (11) Eisenkolb, F., Thümmel, F. (Herausgeber): Fortschritte der Pulvermetallurgie, Band 1, S. 249f, Akademie-Verlag, Berlin, 1963
- (12) Hauffe, K.: Oxidation von Metallen und Metallegierungen, S. 235, Springer-Verlag, Berlin, 1956
- (13) Eisen- und Stahlpulver für Schweißelektroden, Firmenschrift Mannesmann-Pulvermetall GmbH
- (14) Ehrenstein: Vorlesung Polymerwerkstoffe, Universität Karlsruhe, 1977
- (15) Brunauer, S., et. al.: The Adsorption of Gases in multi-molekular Layers, J. of Amer. Chem. Society 60 (1938), S. 309f

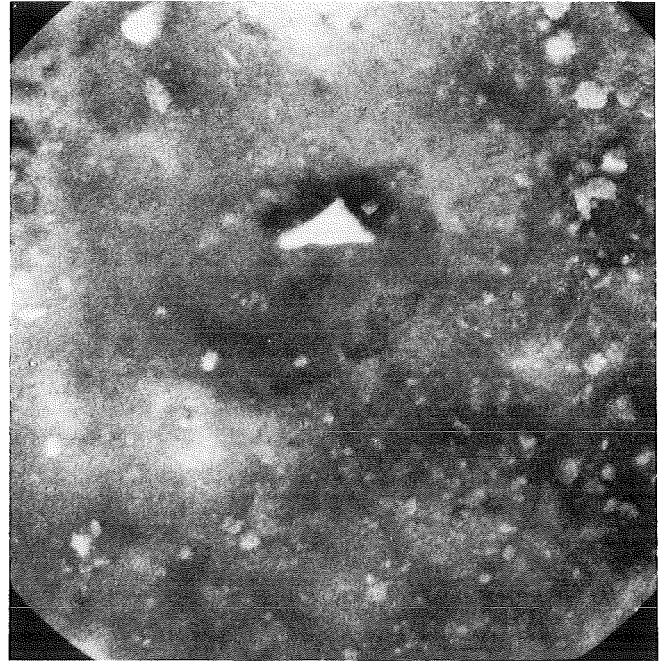
- (16) Haul, R., Dümbgen, G.: Vereinfachte Methode zur Messung von Oberflächengrößen durch Gasadsorption
Z. Chemie-Ingenieur-Technik, 5 (1960), S. 349f
- (17) Gall, L.: Über ein neues Gerät zur schnellen Bestimmung spezifischer Oberflächen, Angewandte Meß- und Regeltechnik 4 (1964), S. a107f
- (18) Zapf, G.: et. al.: Forschungsbericht des Landes Nordrhein-Westfalen Nr. 1403, S. 13f, Westdeutscher Verlag, Köln, 1965
- (19) Hewing, J.: Vorgänge beim Verdichten von Metallpulvern, Dissertation, Berlin 1972
- (20) Jones, W. D.: Fundamental Principles of Powder Metallurgy, S. 19, Edward Arnold LTD., London 1960
- (21) Edström, J. O.: The Mechanism of Reduction of Iron Oxides, J. of Iron and Steel Inst., S. 289f, Nov. 1953
- (22) Ulrich, K-H. et. al.: Über die Reduktion von Magnetit mit Kohlenoxid und Wasserstoff, Arch. Eisenhüttenwesen, S. 611 f, 1965
- (23) Riecke, E., et. al.: Über die Reduktion von Wüstit mit Wasserstoff - Wasserdampf- und Kohlenmonoxid - Kohlendioxid- Gemischen, Arch. Eisenhüttenwesen, S. 249f, 1967
- (24) Baldwin, B. G.: J. of Iron and Steel Inst., 1955, S. 30f
- (25) Specht, O. G., Zapffe, C. A.: American Institute of Mining and Metallurgy Eng. Tech. Pub. 1946, S. 1-46
- (26) Rupp, H.: Strukturveränderungen bei der Reduktion von Eisenoxiden, S. 86, Dissertation, TH Aachen 1980
- (27) Pluschkell, W., Yoshikoshi, H.: Wachstum der Eisenphasen auf Wüstit während der Reduktion in Wasserstoff- und Wasserdampf - Gemischen, Arch. Eisenhüttenwesen 1970, S. 715f
- (28) Kieffer, R. Hotop, W.: Sintereisen u. Sinterstahl, S. 31, Springer-Verlag, Wien
- (29) Dautzenberg, N.: Persönliche Mitteilung
- (30) Mc Kewan, W. M.: Kinetics of Iron Oxide Reduction, Transaction of the Metallurgical Soc. of AIME, S. 2f, Feb. 1960
- (31) Kögler, H.: Persönliche Mitteilung

A N H A N G

Bilder 31 - 119



a) 300 x REM



b) 3000 x REM

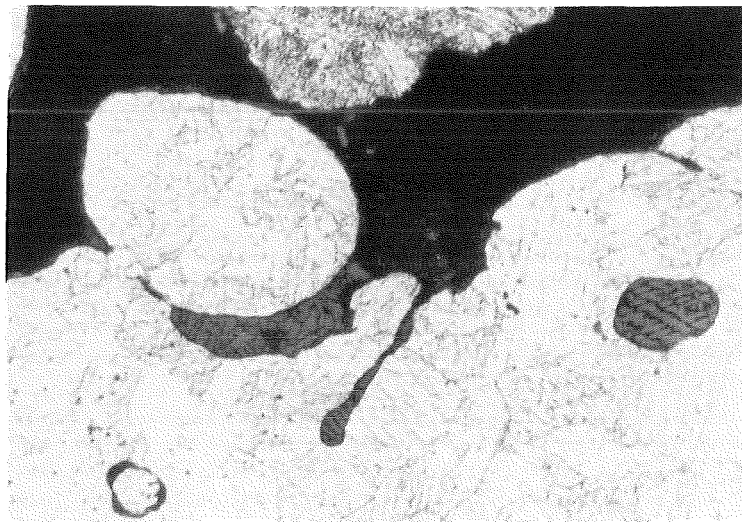
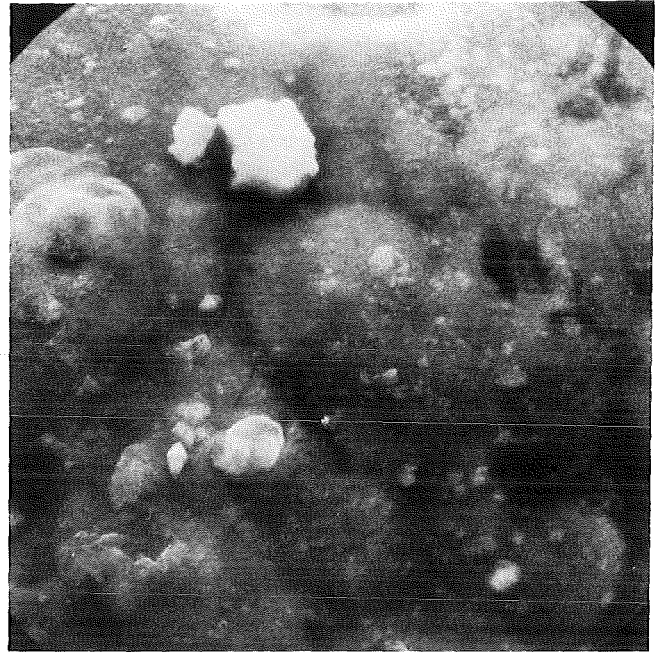
c) 1000 x, Ölimmersion,
geätzt mit 3 % HNO_3

Bild 31: Reduktionstemperatur 200° C



a) 300 x REM



b) 3000 x REM

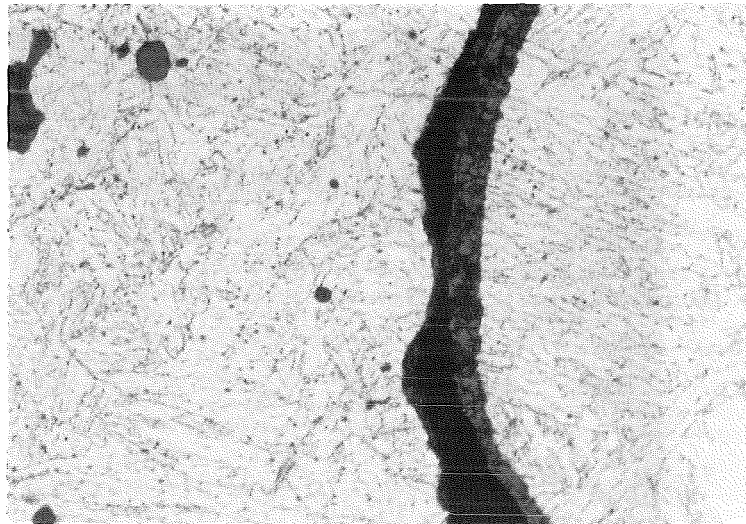
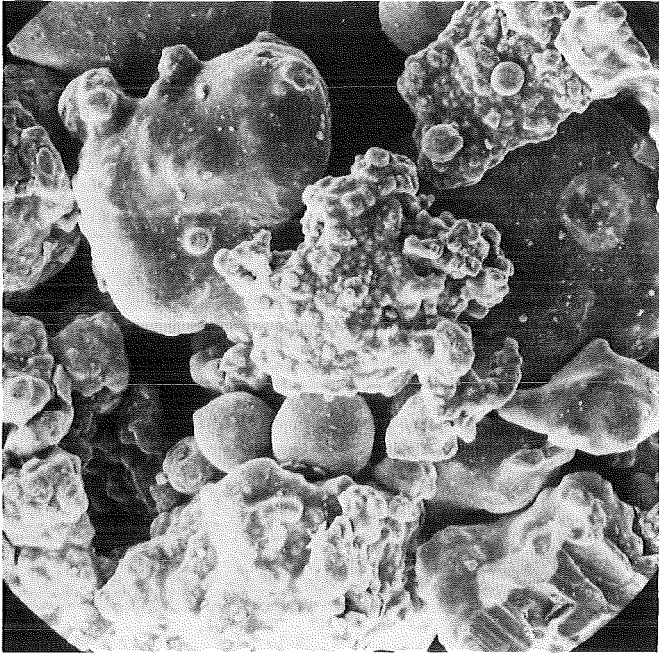
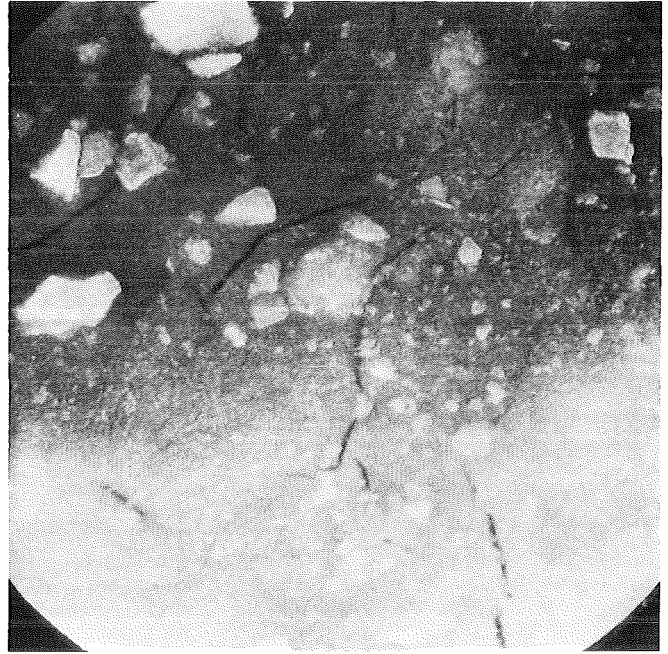
c) 1000 x, Ölimmersion,
geätzt mit 3 % HNO₃

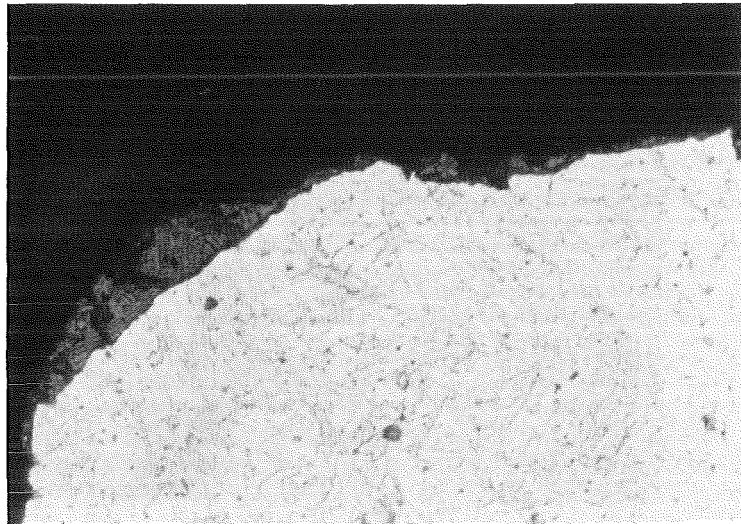
Bild 32: Reduktionstemperatur 280° C



a) 300 x REM

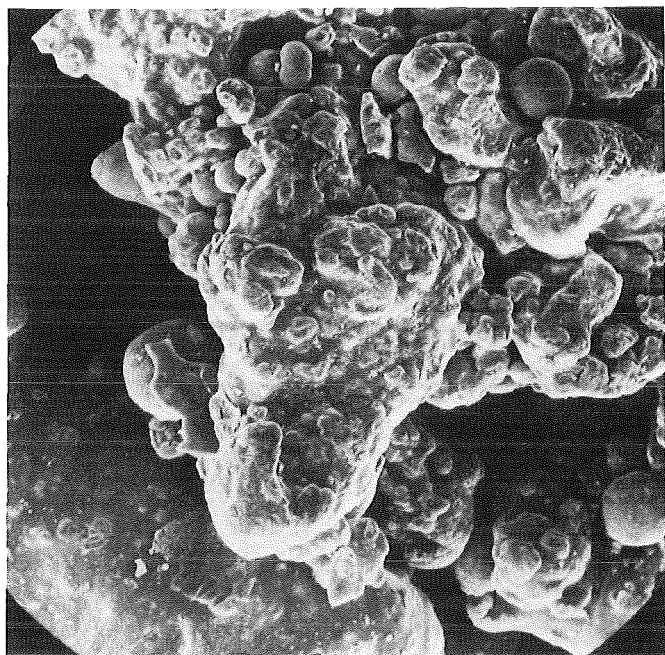


b) 3000 x REM

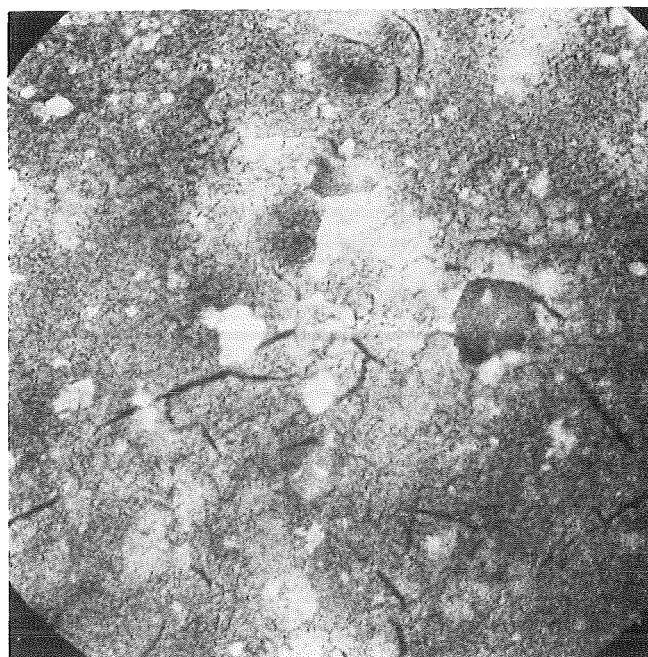


c) 1000 x, Ölimmersion,
geätzt mit 3 % HNO₃

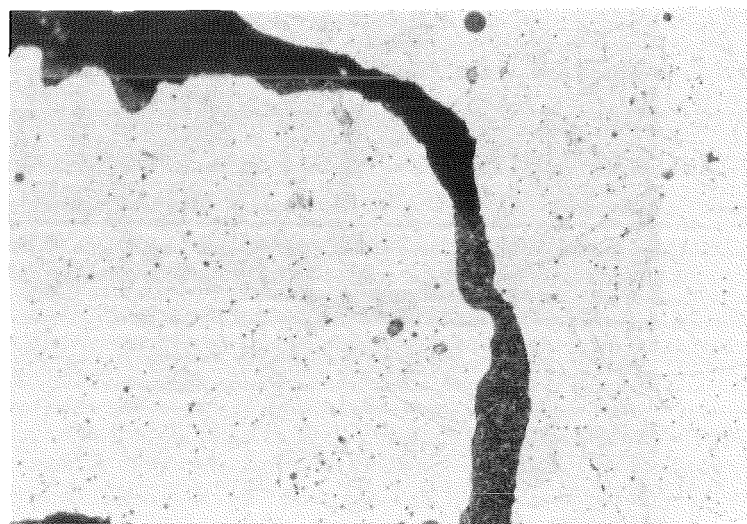
Bild 33: Reduktionstemperatur 360° C



a) 300 x REM

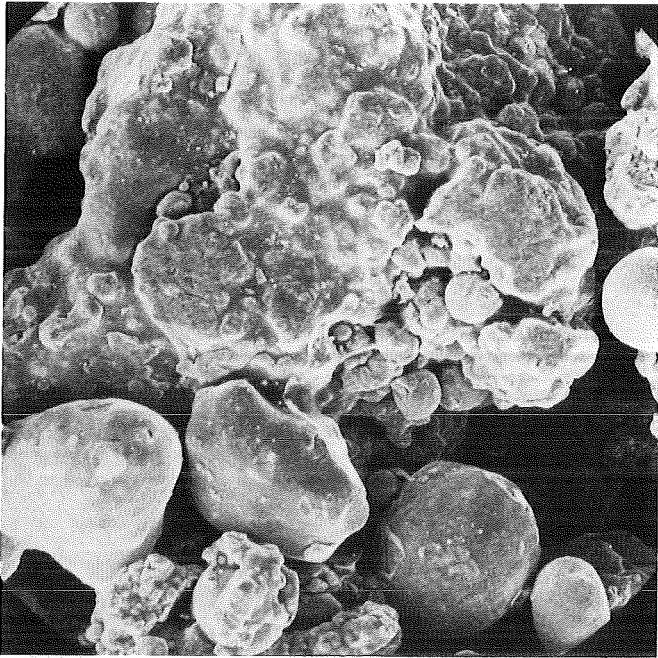


b) 3000 x REM



c) 1000 x, Ölimmersion,
geätzt mit 3 % HNO_3

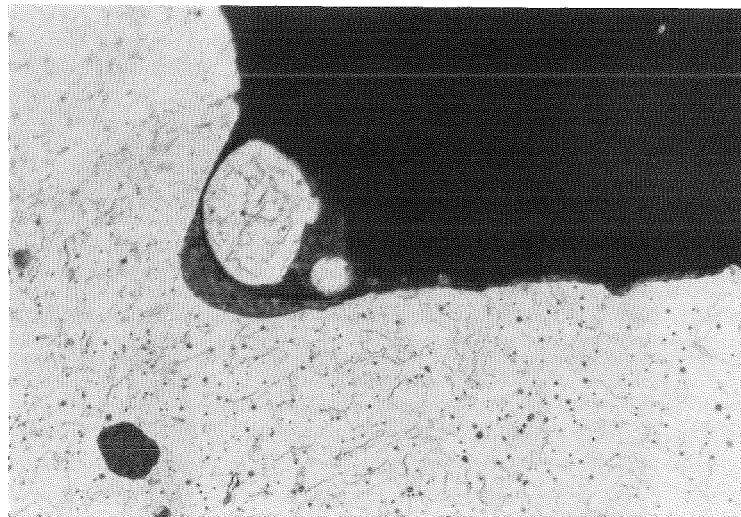
Bild 34: Reduktionstemperatur 440° C



a) 300 x REM

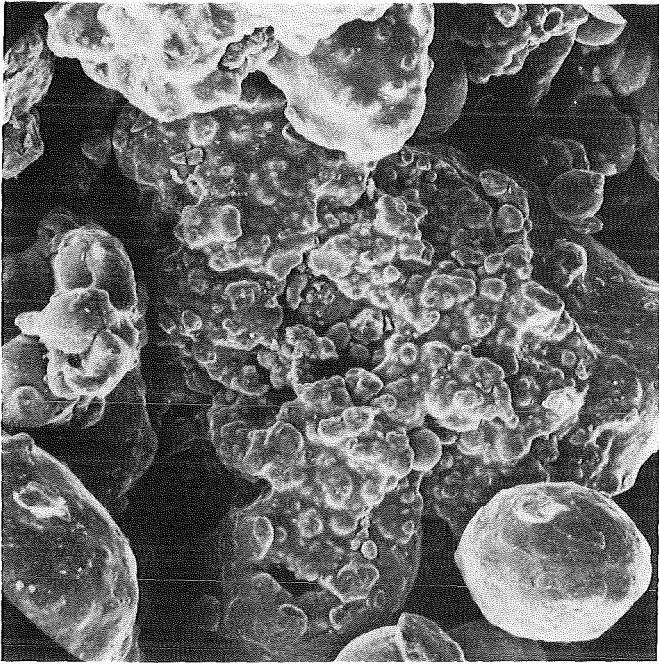


b) 3000 x REM

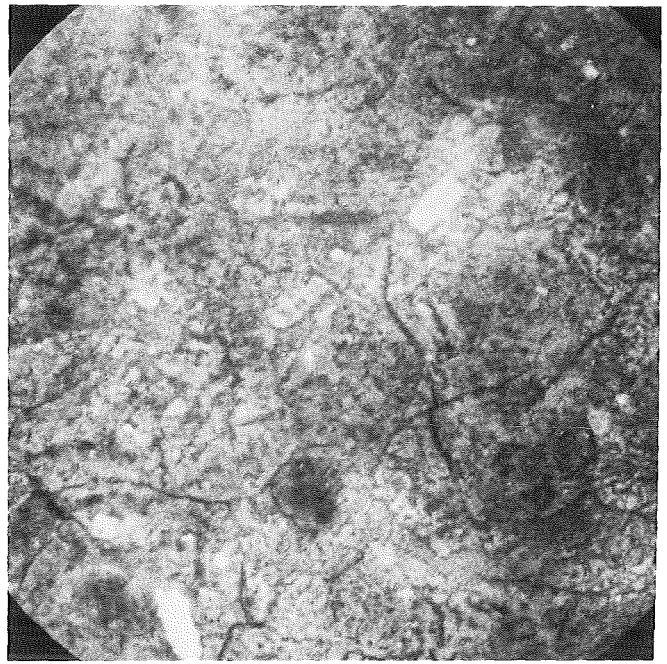


c) 1000 x, Ölimmersion,
geätzt mit 3 % HNO_3

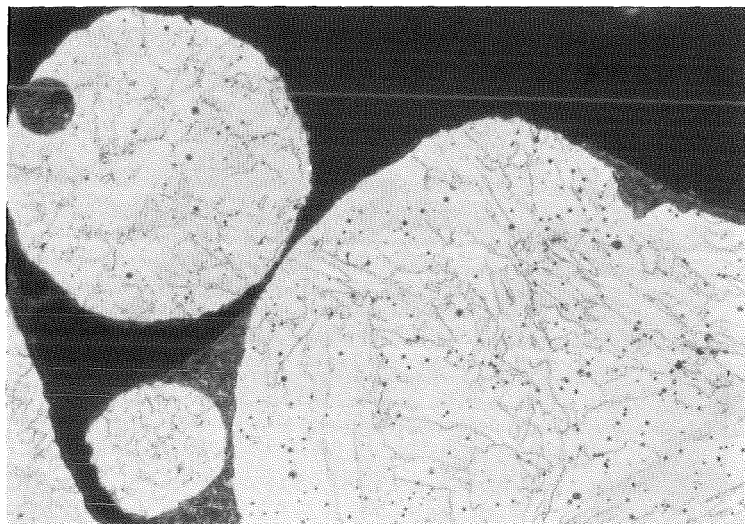
Bild 35: Reduktionstemperatur 480° C



a) 300 x REM

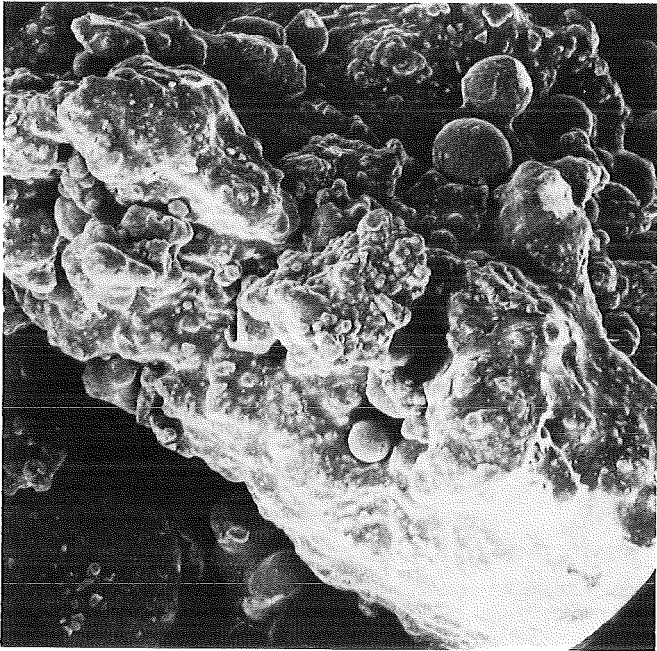


b) 3000 x REM

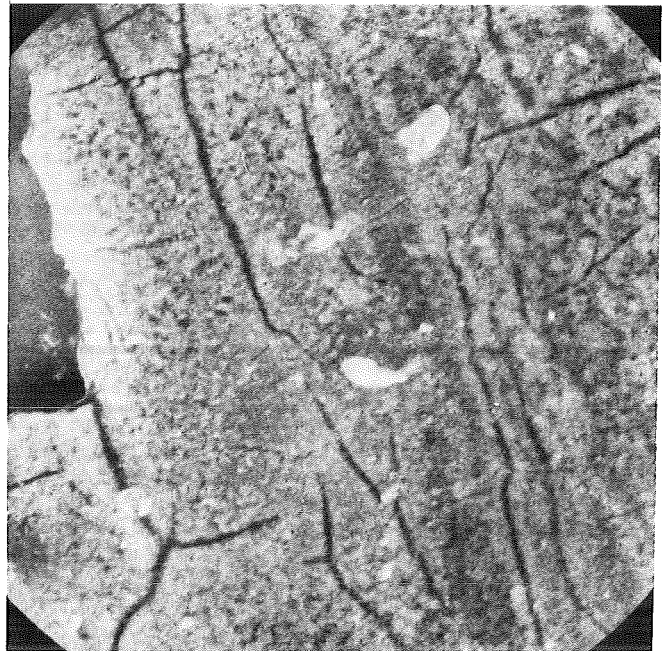


c) 1000 x, Ölimmersion,
geätzt mit 3 % HNO_3

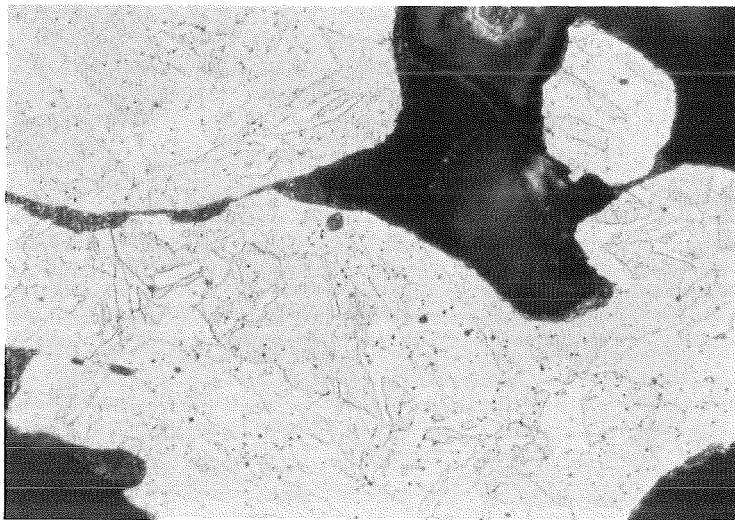
Bild 36: Reduktionstemperatur 520° C



a) 300 x REM

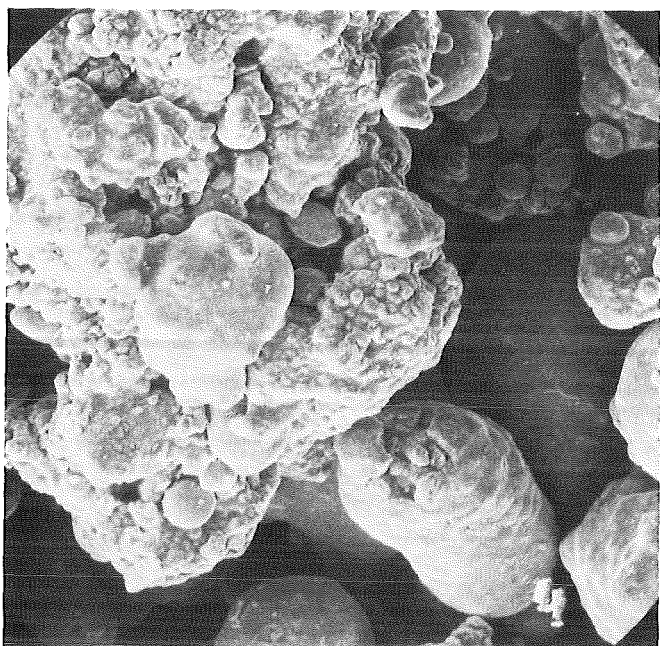


b) 3000 x REM

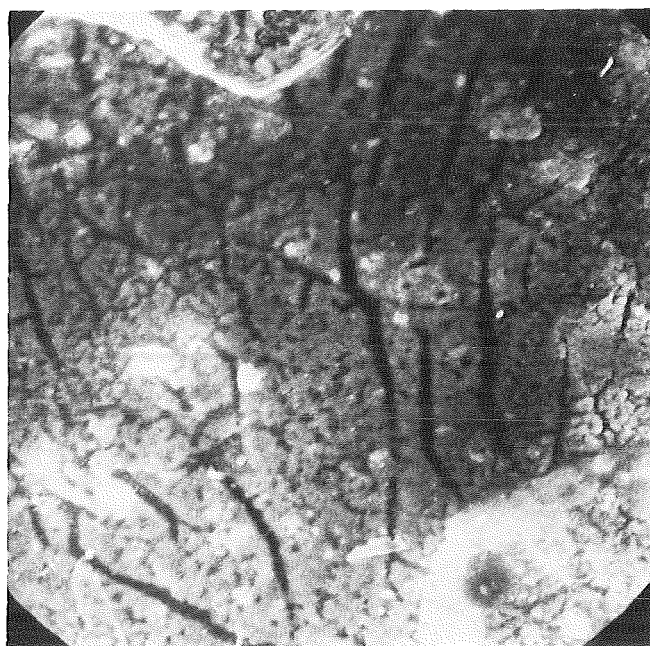


c) 1000 x, Ölimmersion,
geätzt mit 3 % HNO_3

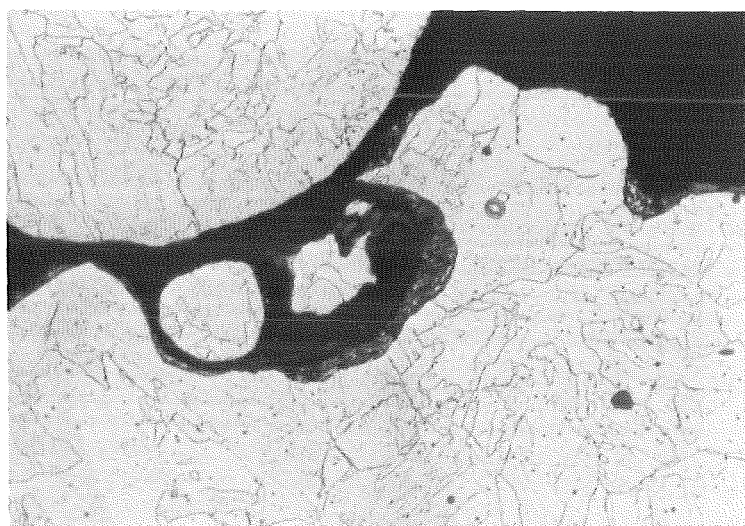
Bild 37: Reduktionstemperatur 560° C



a) 300 x REM

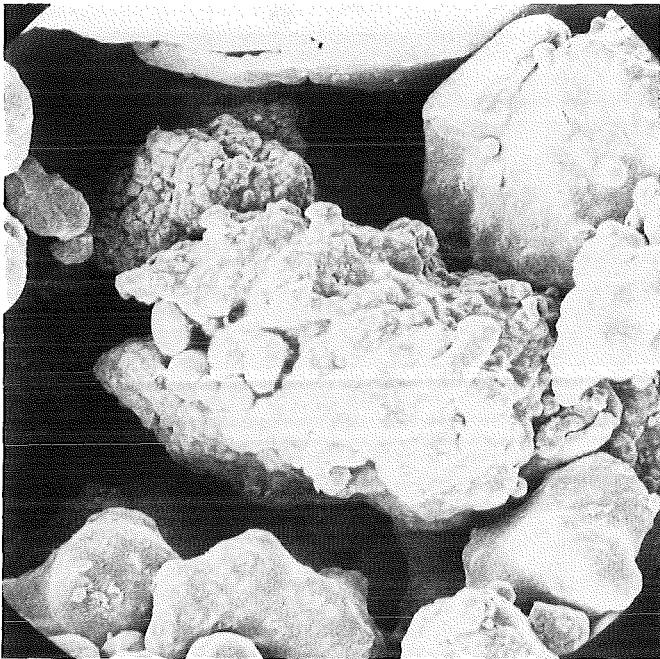


b) 3000 x REM

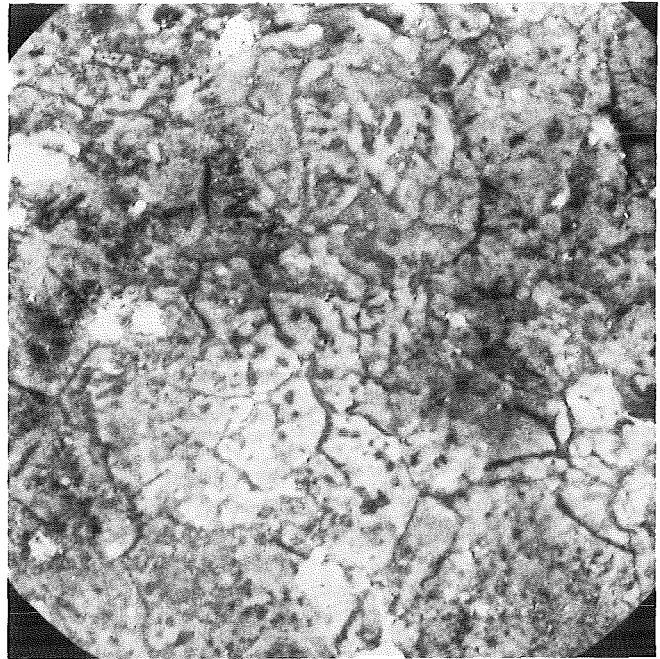


c) 1000 x, Ölimmersion,
geätzt mit 3 % HNO_3

Bild 38: Reduktionstemperatur 600° C



a) 300 x REM



b) 3000 x REM

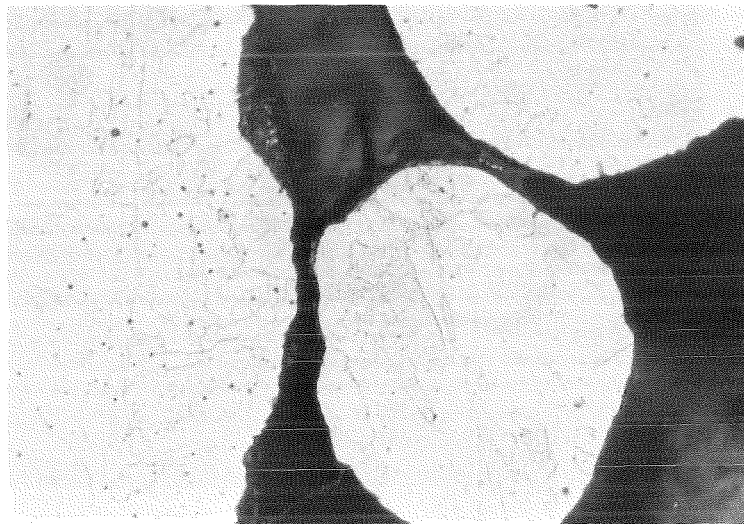
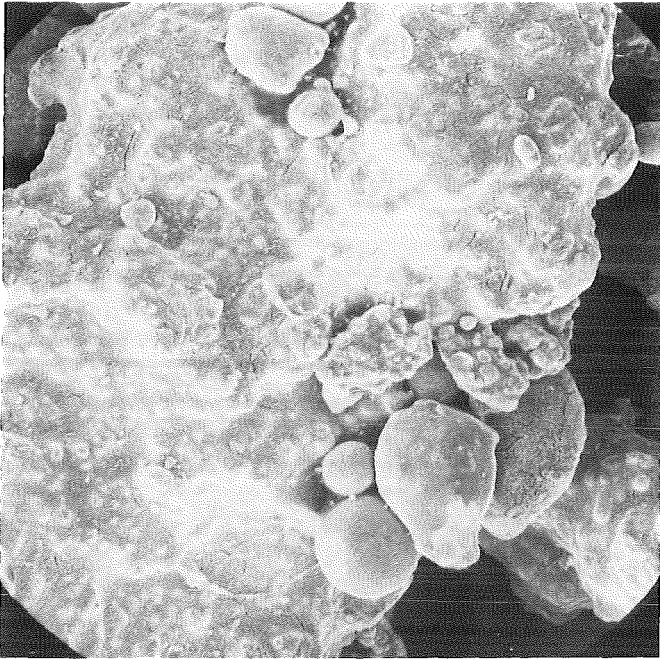
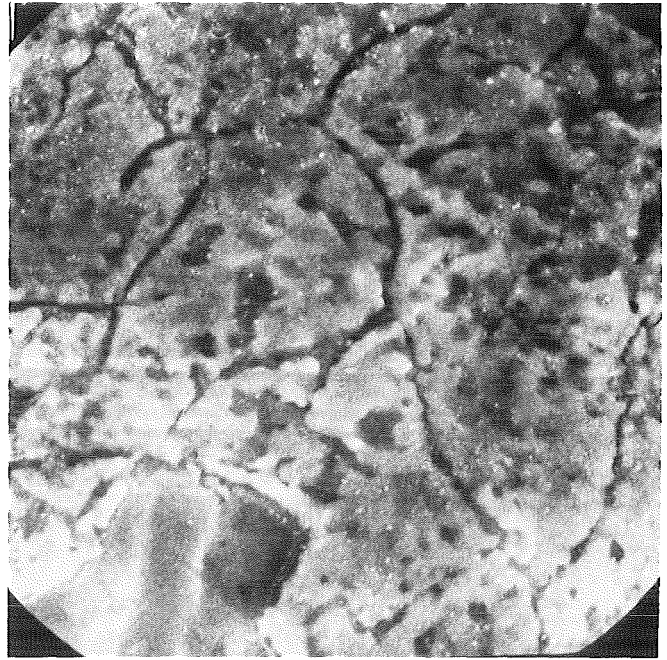
c) 1000 x, Ölimmersion,
geätzt mit 3 % HNO_3

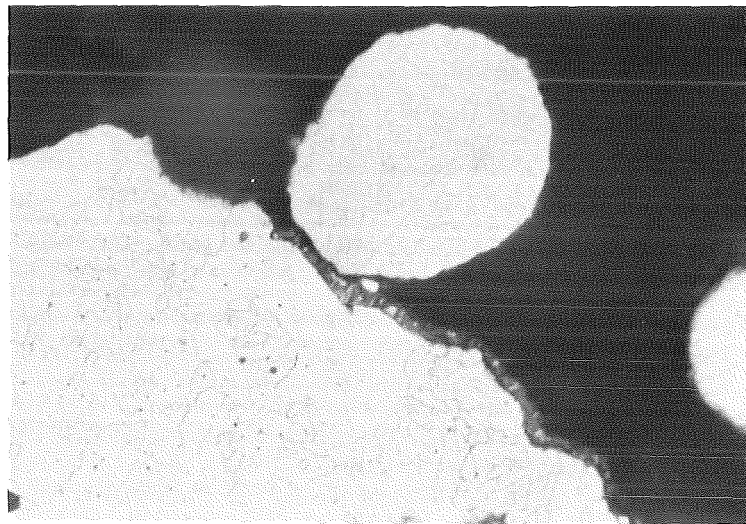
Bild 39: Reduktionstemperatur 640° C



a) 300 x REM

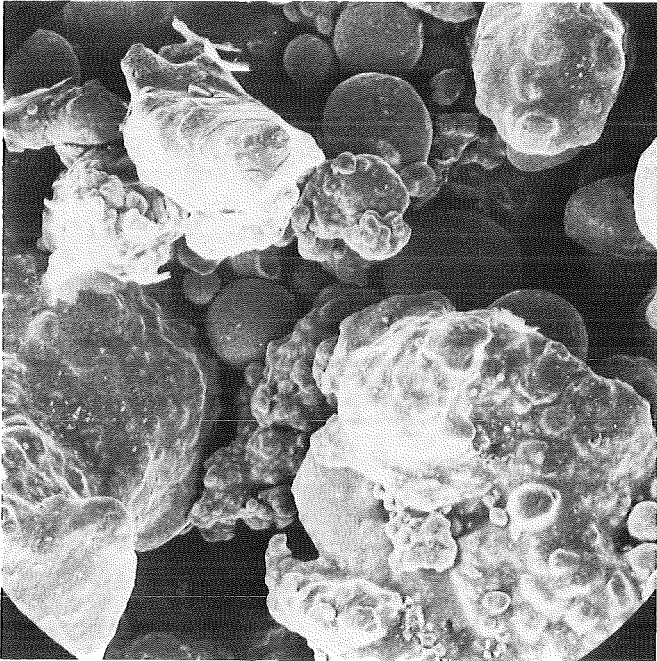


b) 3000 x REM

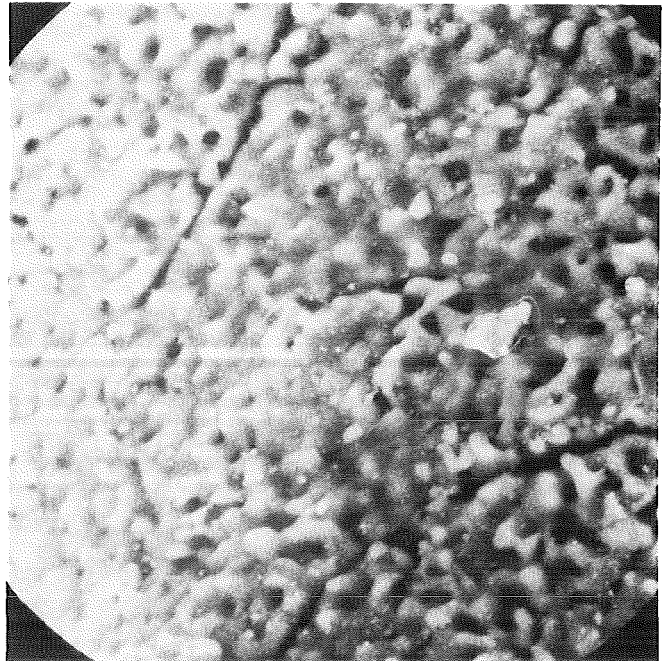


c) 1000 x, Ölimmersion,
geätzt mit 3 % HNO_3

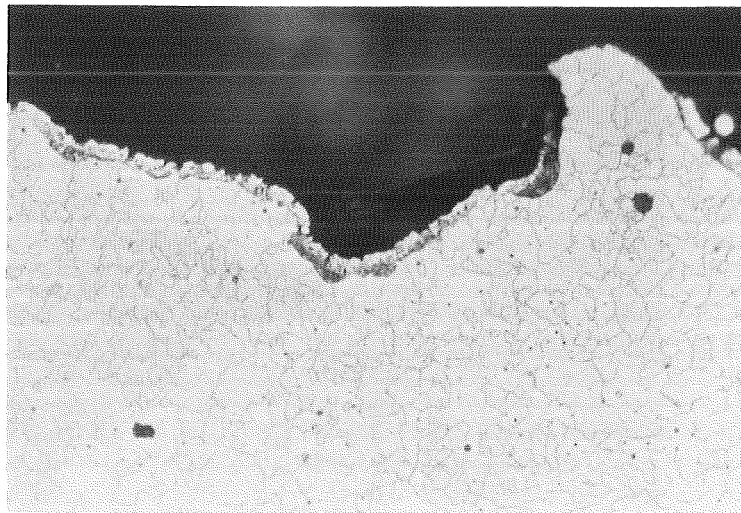
Bild 40: Reduktionstemperatur 680° C



a) 300 x REM



b) 3000 x REM

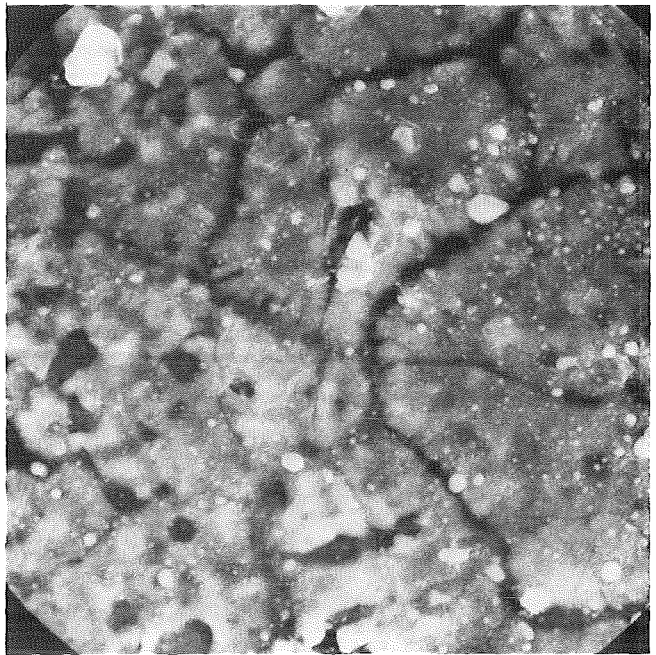


c) 1000 x, Ölimmersion,
geätzt mit 3 % HNO₃

Bild 41: Reduktionstemperatur 720° C



a) 300 x REM



b) 3000 x REM

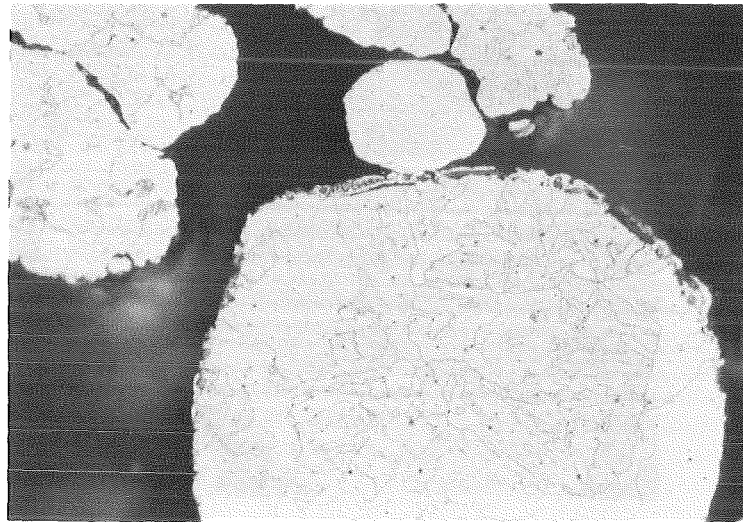
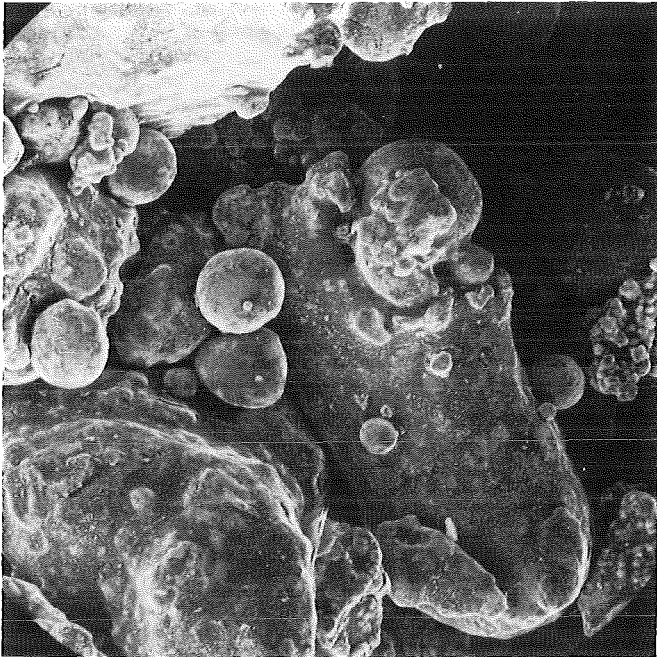
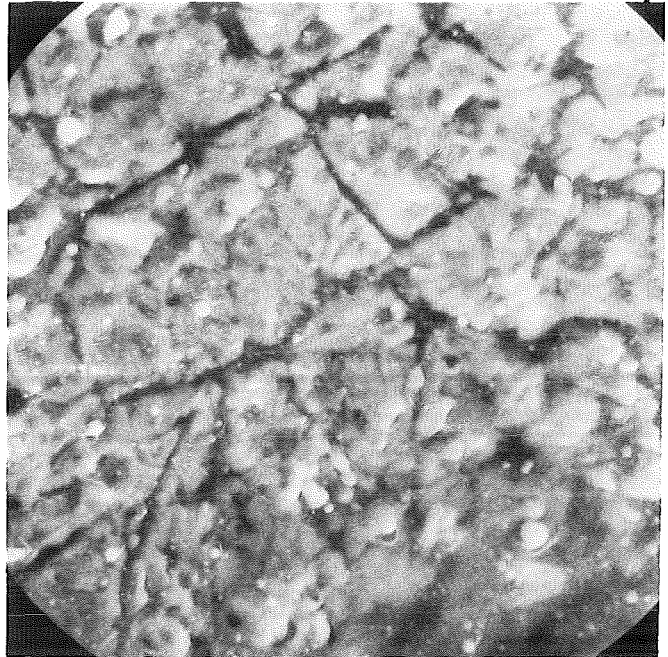
c) 1000 x, Ölimmersion,
geätzt mit 3 % HNO_3

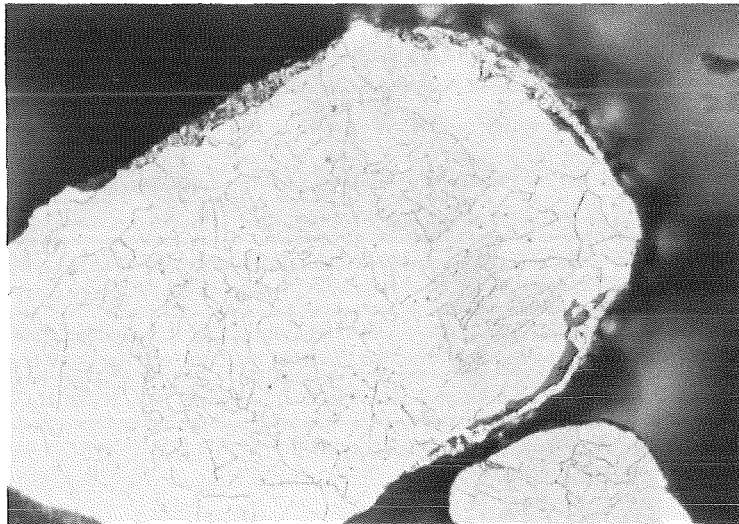
Bild 42: Reduktionstemperatur 760° C



a) 300 x REM

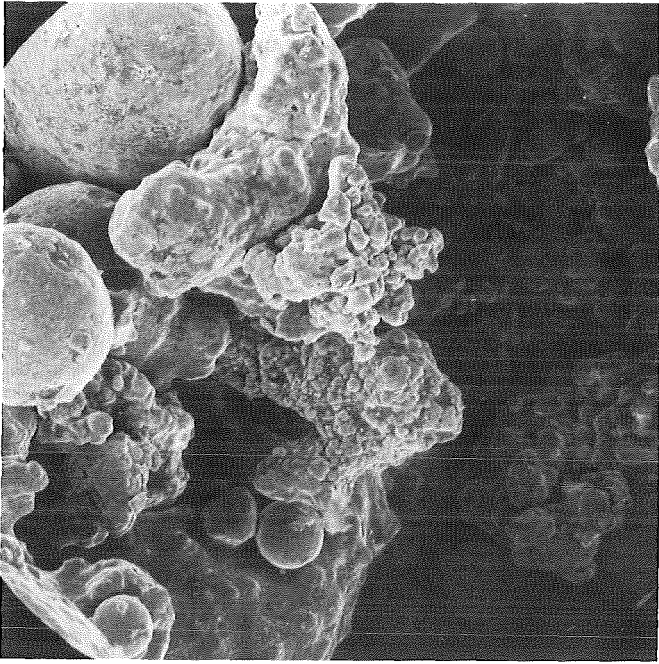


b) 3000 x REM

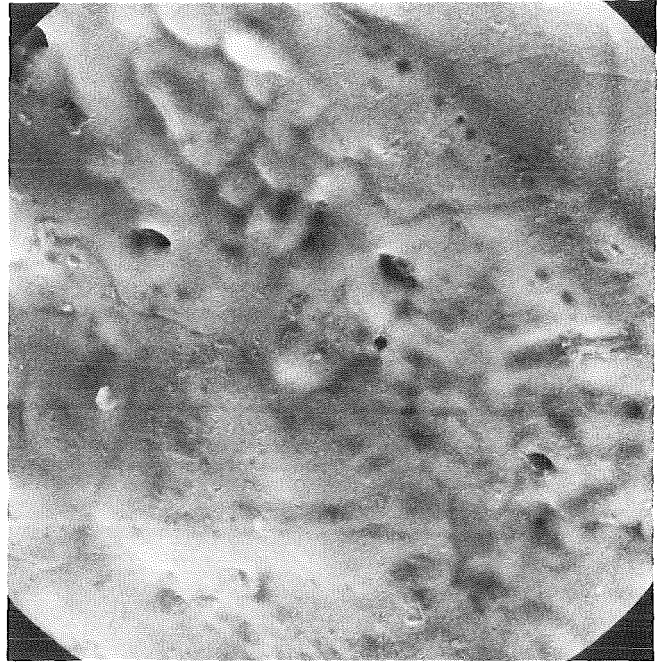


c) 1000 x, Ölimmersion,
geätzt mit 3 % HNO₃

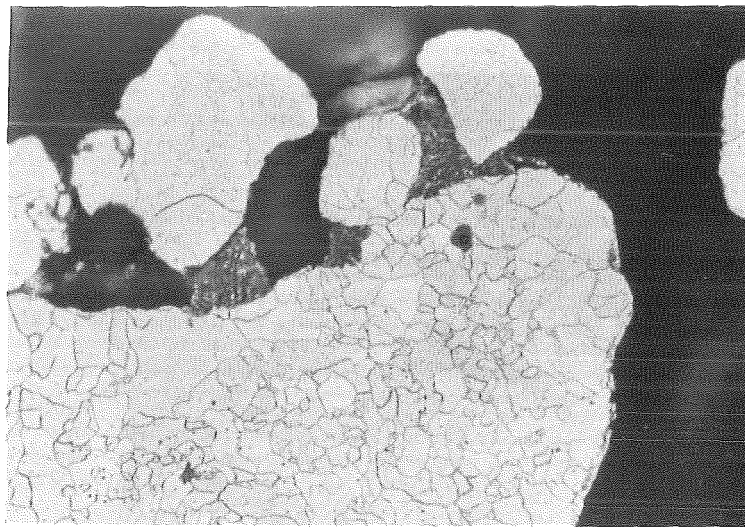
Bild 43: Reduktionstemperatur 800° C



a) 300 x REM

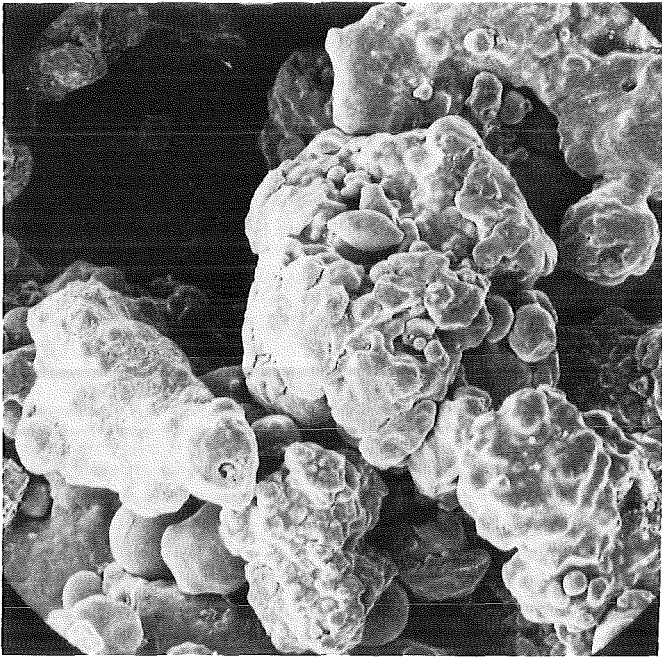


b) 3000 x REM

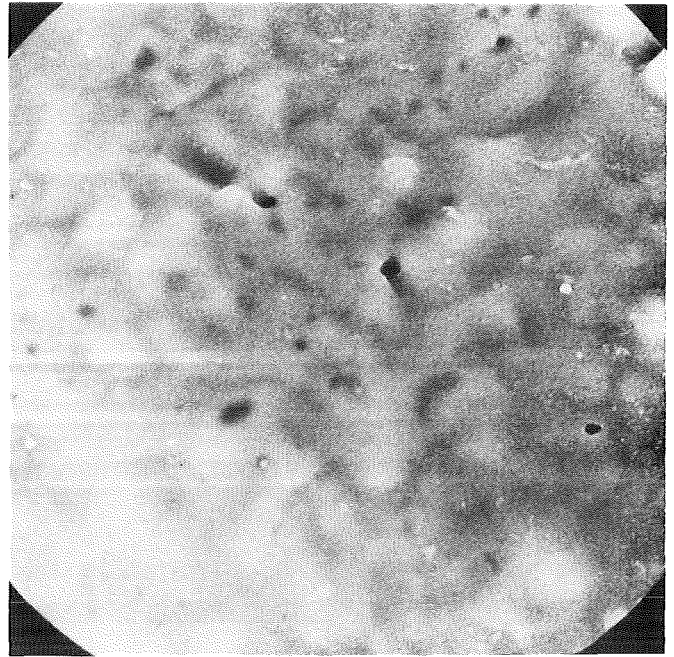


c) 1000 x, Ölimmersion,
geätzt mit 3 % HNO_3

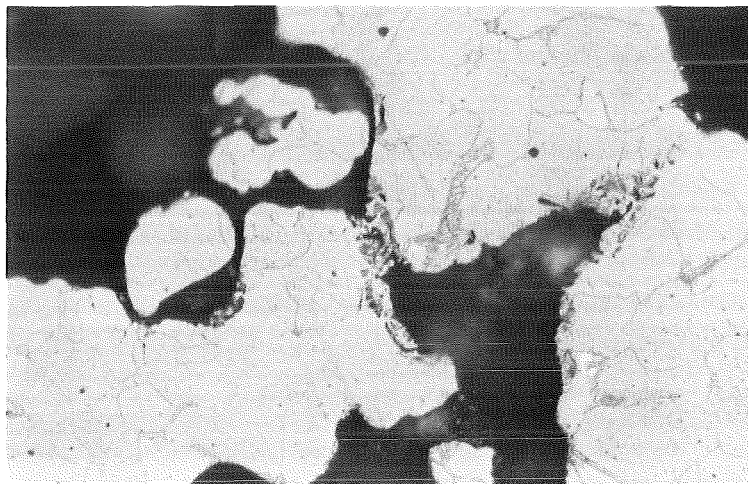
Bild 44: Reduktionstemperatur 840° C



a) 300 x REM

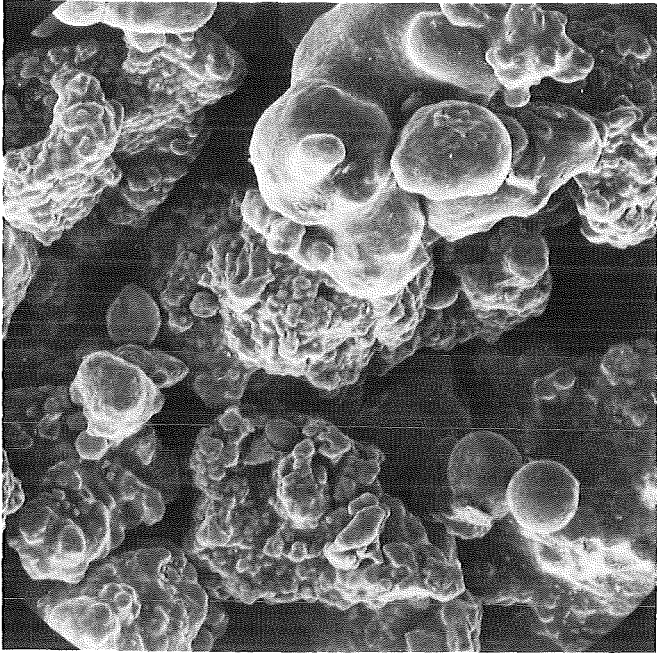


b) 3000 x REM



c) 1000 x, Ölimmersion,
geätzt mit 3 % HNO_3

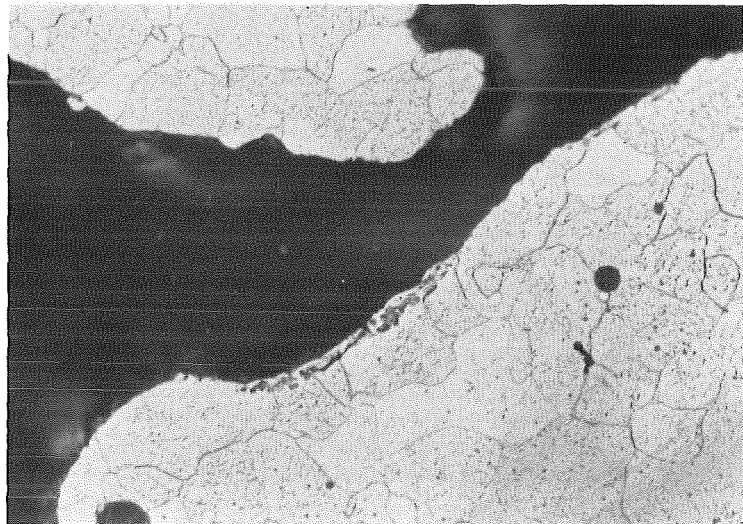
Bild 45: Reduktionstemperatur 880° C



a) 300 x REM

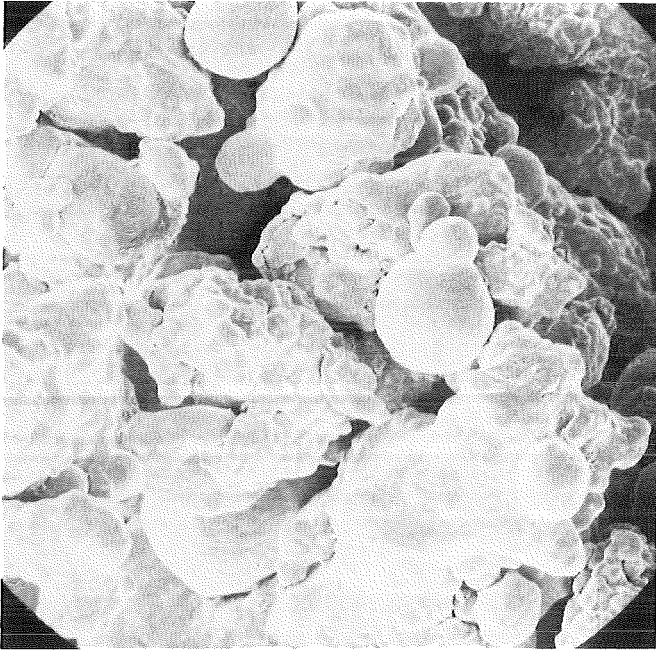


b) 3000 x REM



c) 1000 x, Ölimmersion,
geätzt mit 3 % HNO_3

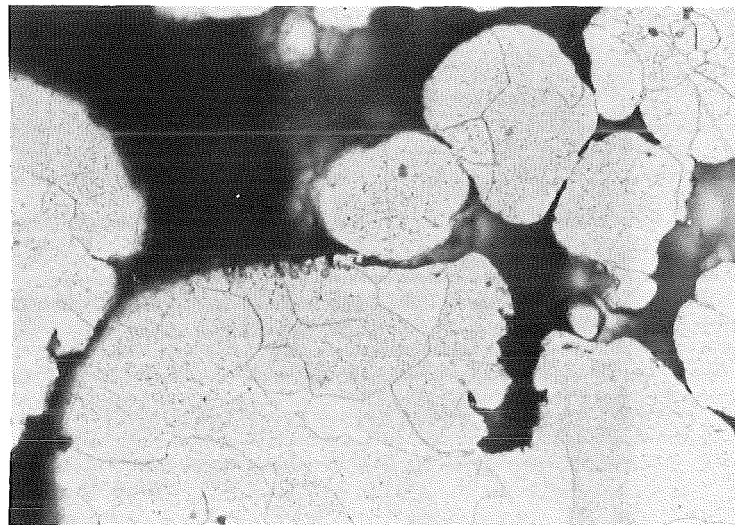
Bild 46: Reduktionstemperatur 920° C



a) 300 x REM

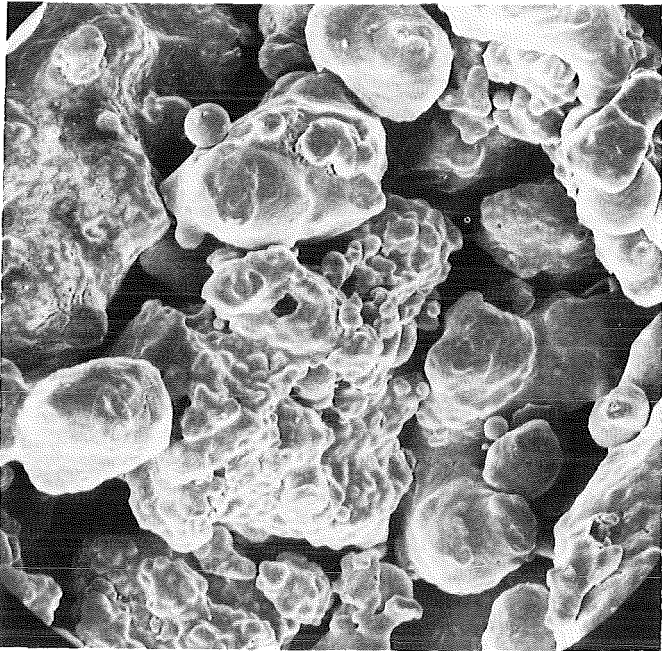


b) 3000 x REM



c) 1000 x, Ölimmersion,
geätzt mit 3 % HNO_3

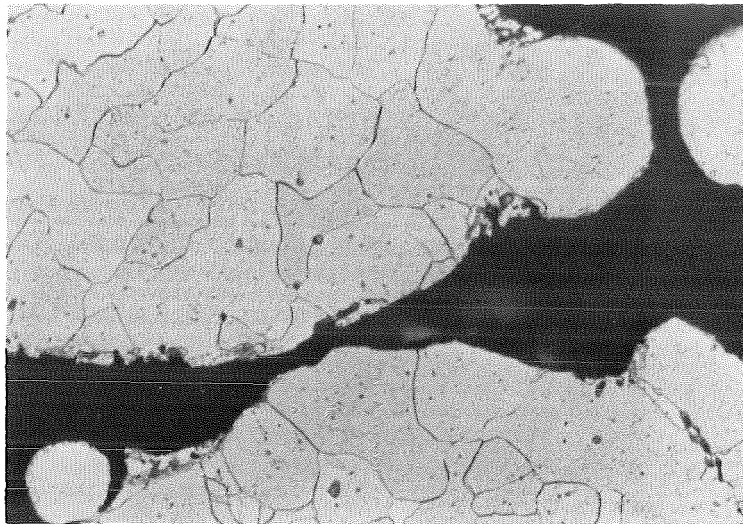
Bild 47: Reduktionstemperatur 960° C



a) 300 x REM

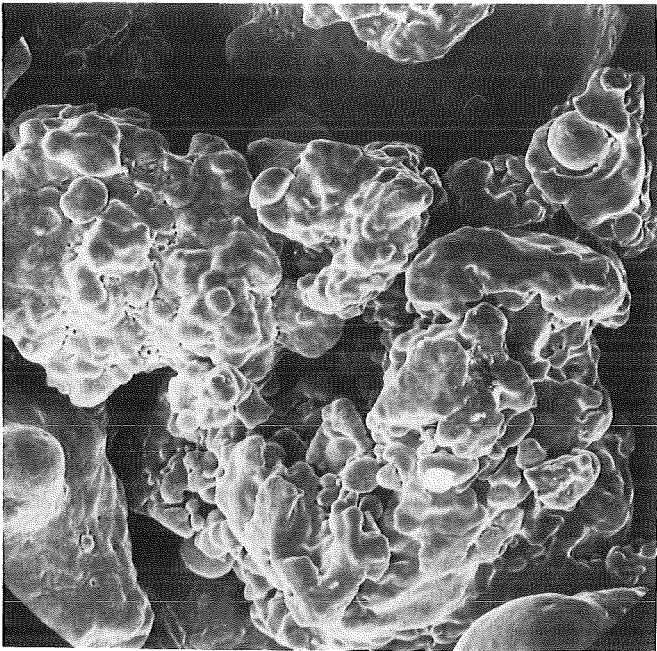


b) 3000 x REM

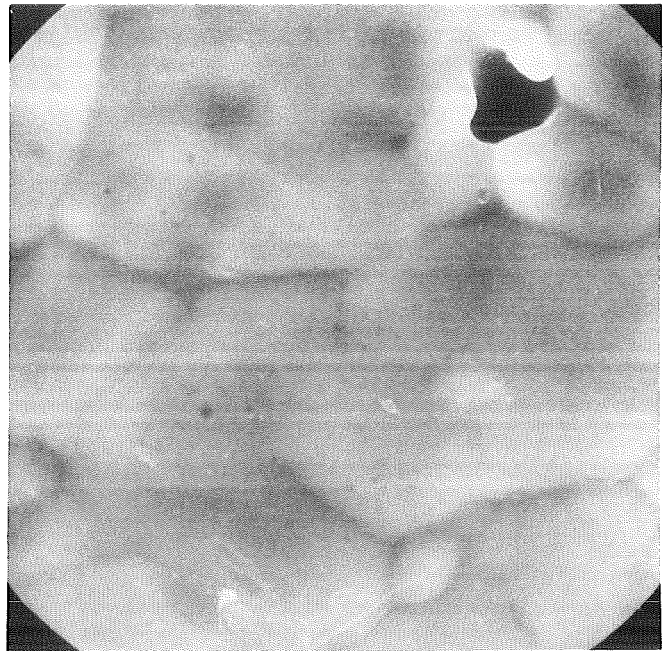


c) 1000 x, Ölimmersion,
geätzt mit 3 % HNO_3

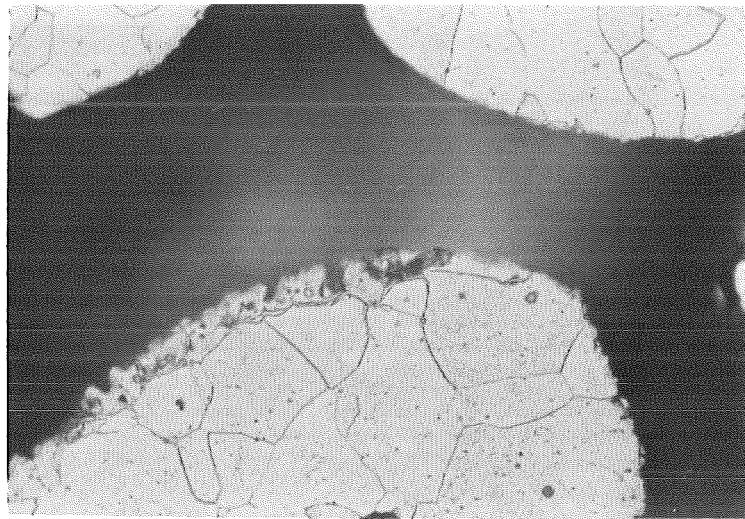
Bild 48: Reduktionstemperatur 1000° C



a) 300 x REM



b) 3000 x REM



c) 1000 x, Ölimmersion,
geätzt mit 3 % HNO₃

Bild 49: Reduktionstemperatur 1040° C

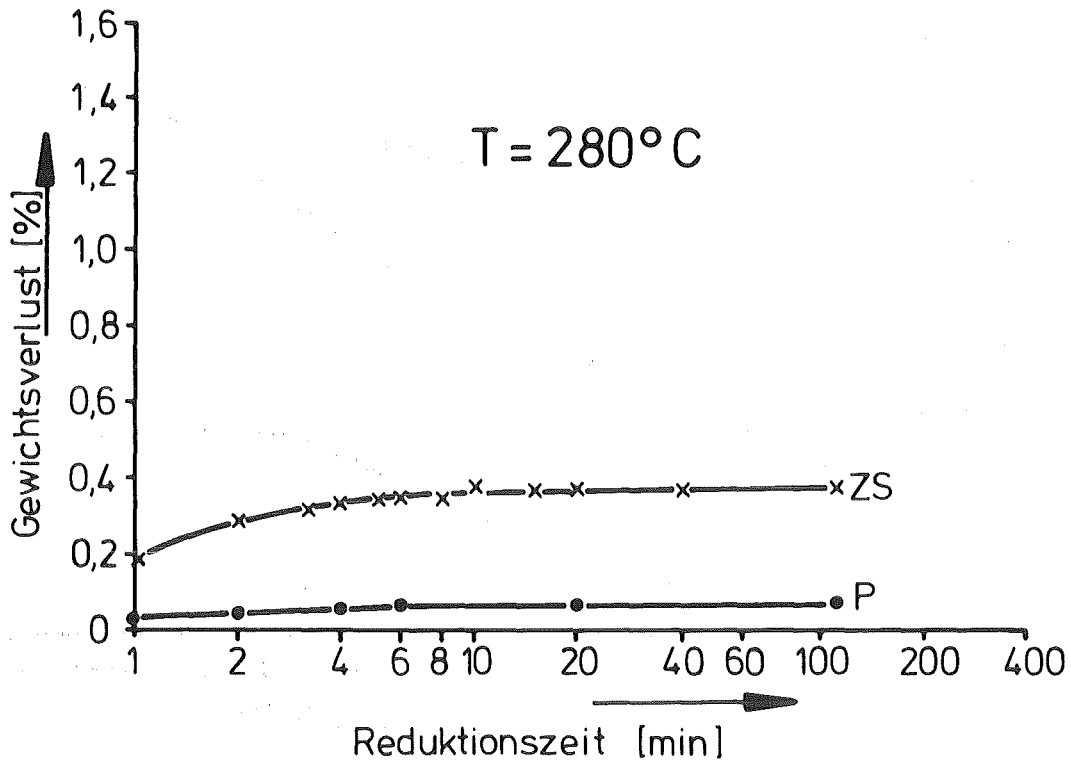


Bild 50 a: Gewichtsverlust in Abhängigkeit von der Reduktionszeit, $T = 280^{\circ}\text{C}$

P = Pulverprobe

ZS = ZS - Probe

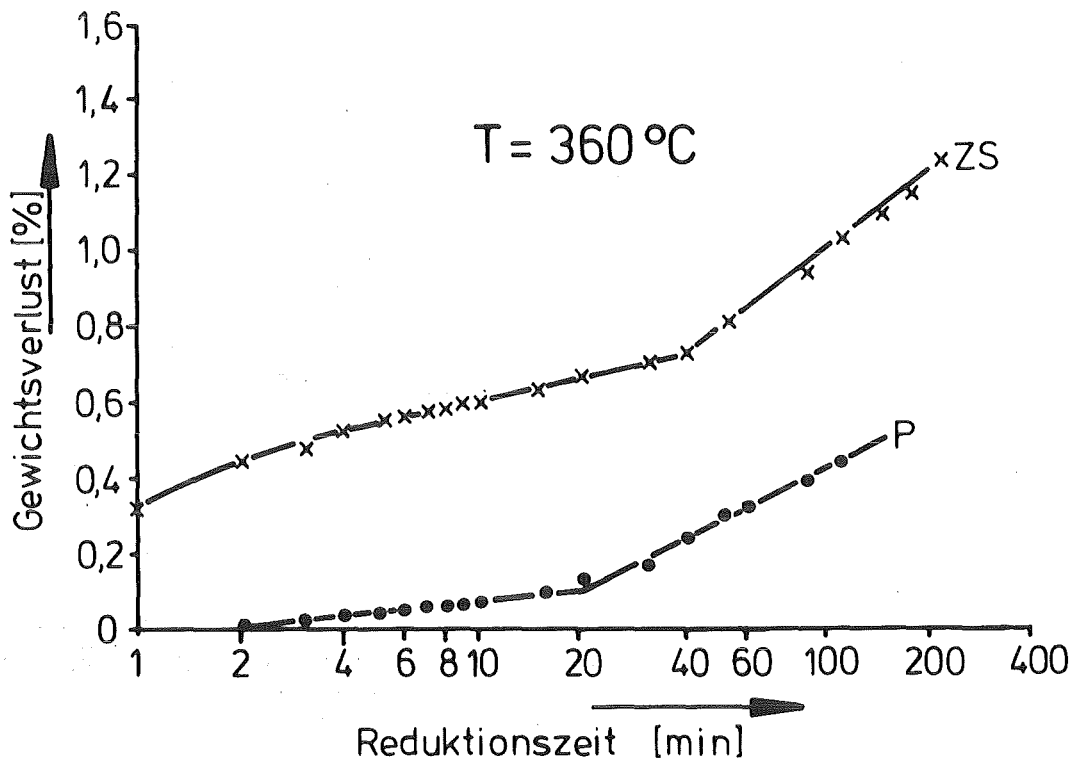


Bild 50 b: Gewichtsverlust in Abhängigkeit von der Reduktionszeit, $T = 360^{\circ}\text{C}$

P = Pulverprobe

ZS = ZS - Probe

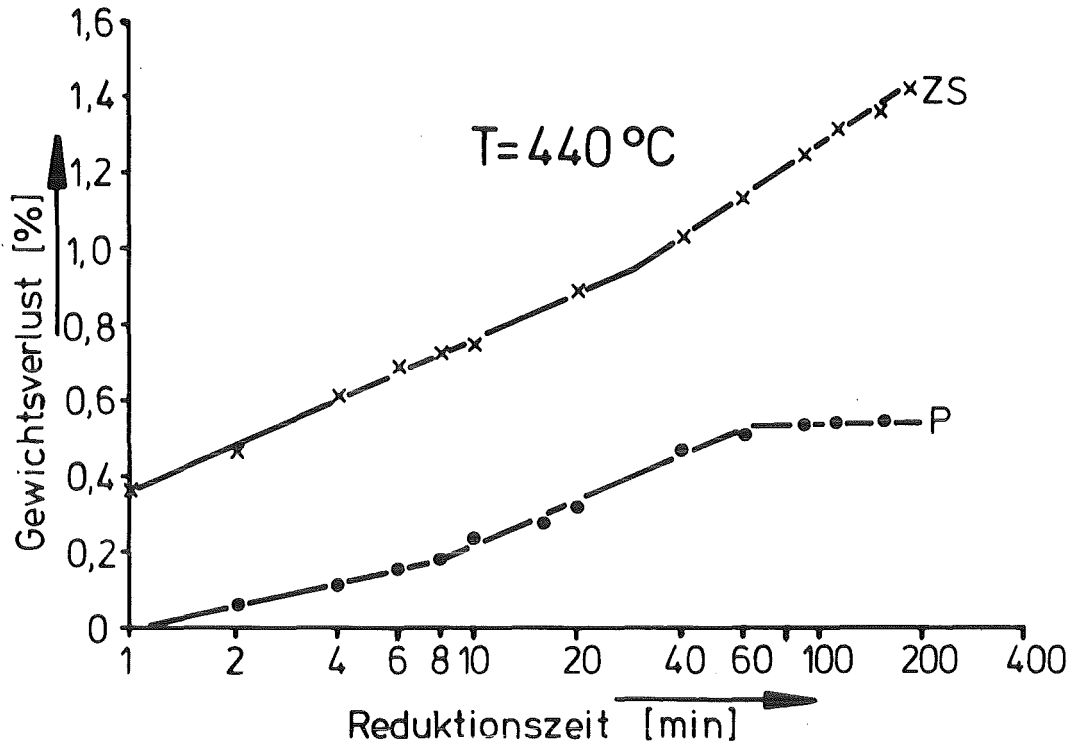


Bild 50 c: Gewichtsverlust in Abhängigkeit von der Reduktionszeit, $T = 440\text{ }^{\circ}\text{C}$

P = Pulverprobe

ZS = ZS - Probe

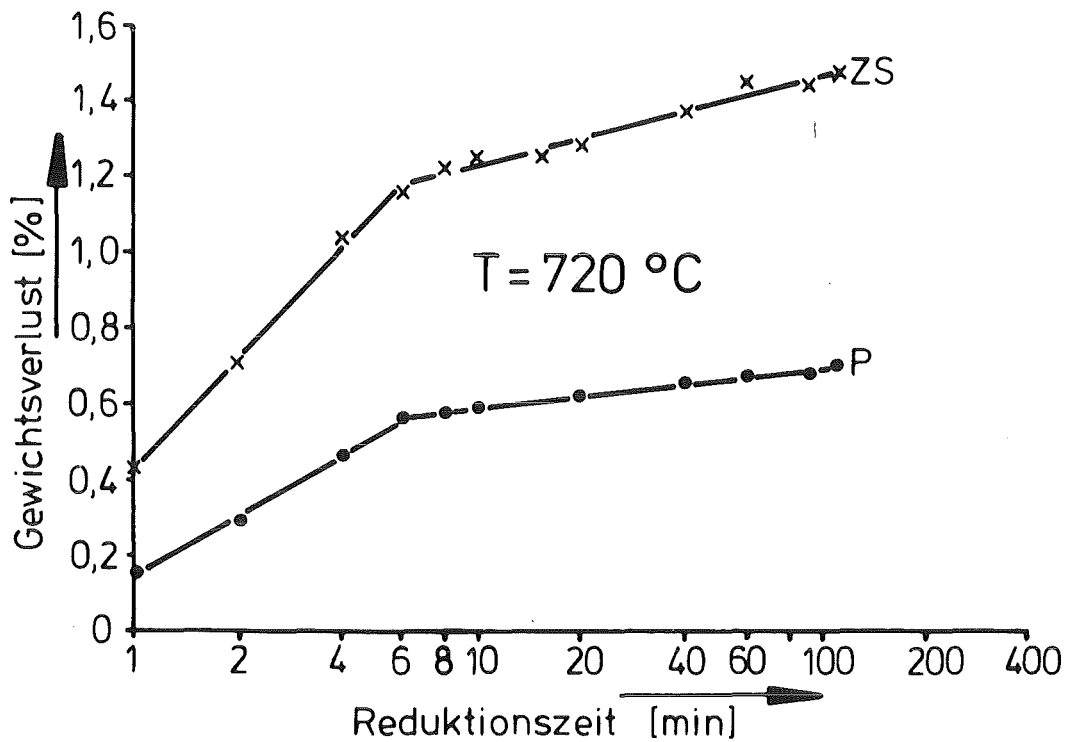


Bild 50 d: Gewichtsverlust in Abhängigkeit von der Reduktionszeit, $T = 720\text{ }^{\circ}\text{C}$

P = Pulverprobe

ZS = ZS - Probe

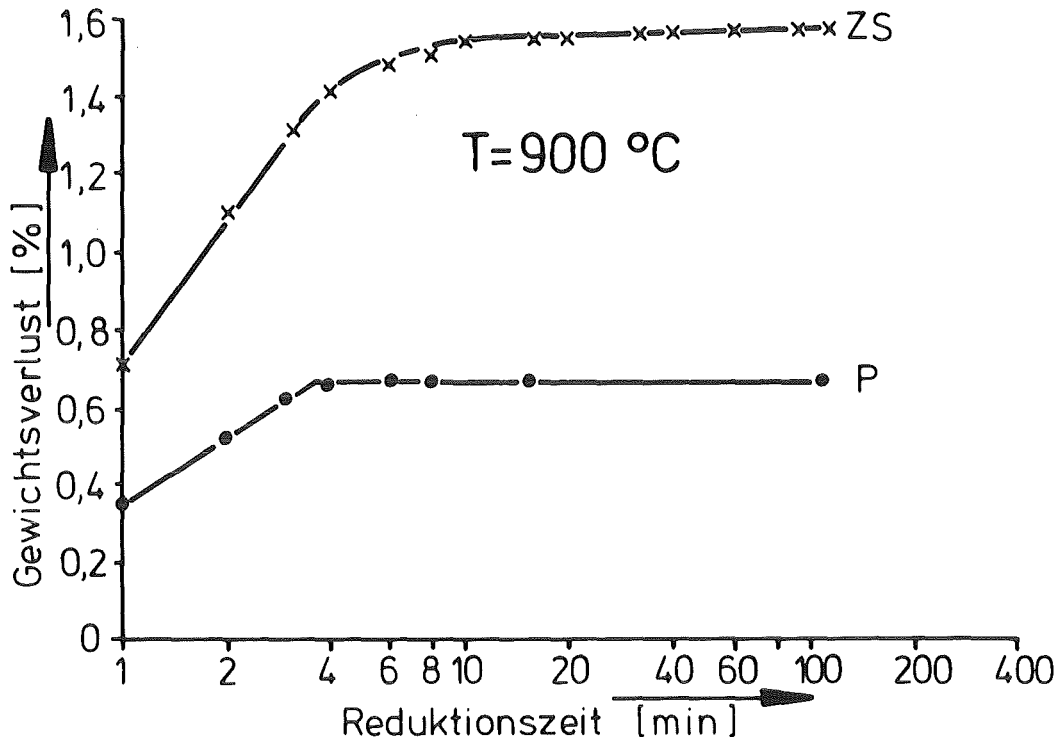


Bild 50 e: Gewichtsverlust in Abhängigkeit von der Reduktionszeit, $T = 900\text{ °C}$

P = Pulverprobe

ZS = ZS - Probe

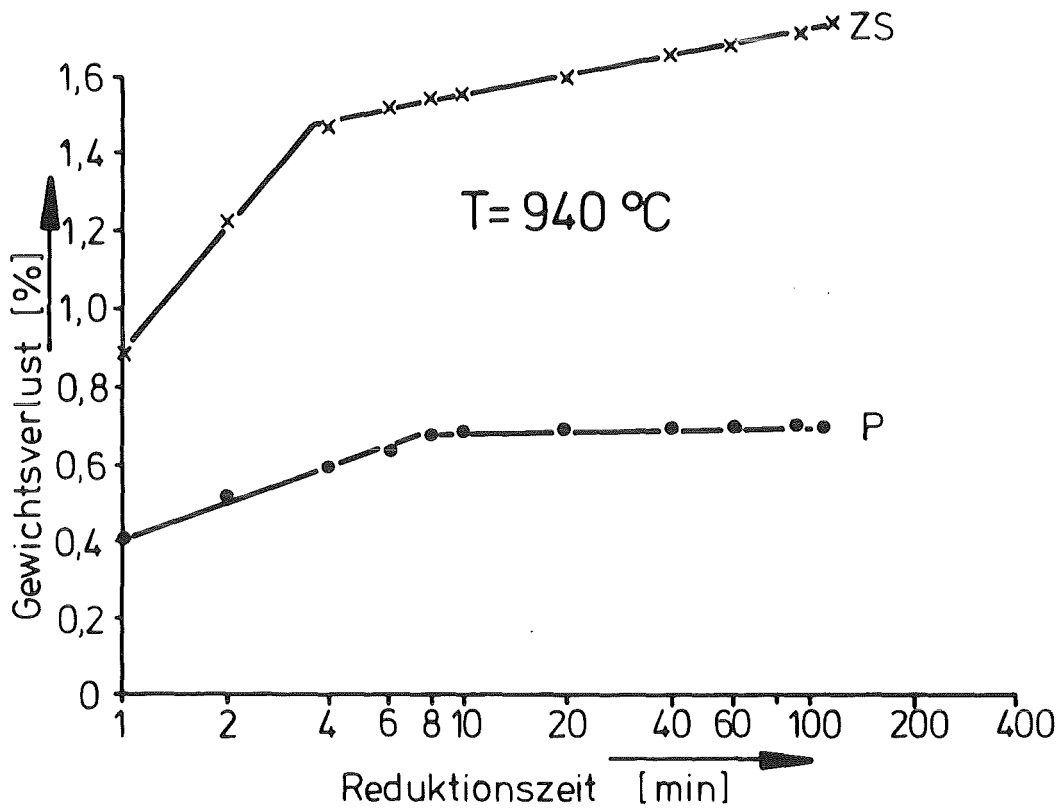


Bild 50 f: Gewichtsverlust in Abhängigkeit von der Reduktionszeit, $T = 940\text{ °C}$

P = Pulverprobe

ZS = ZS - Probe

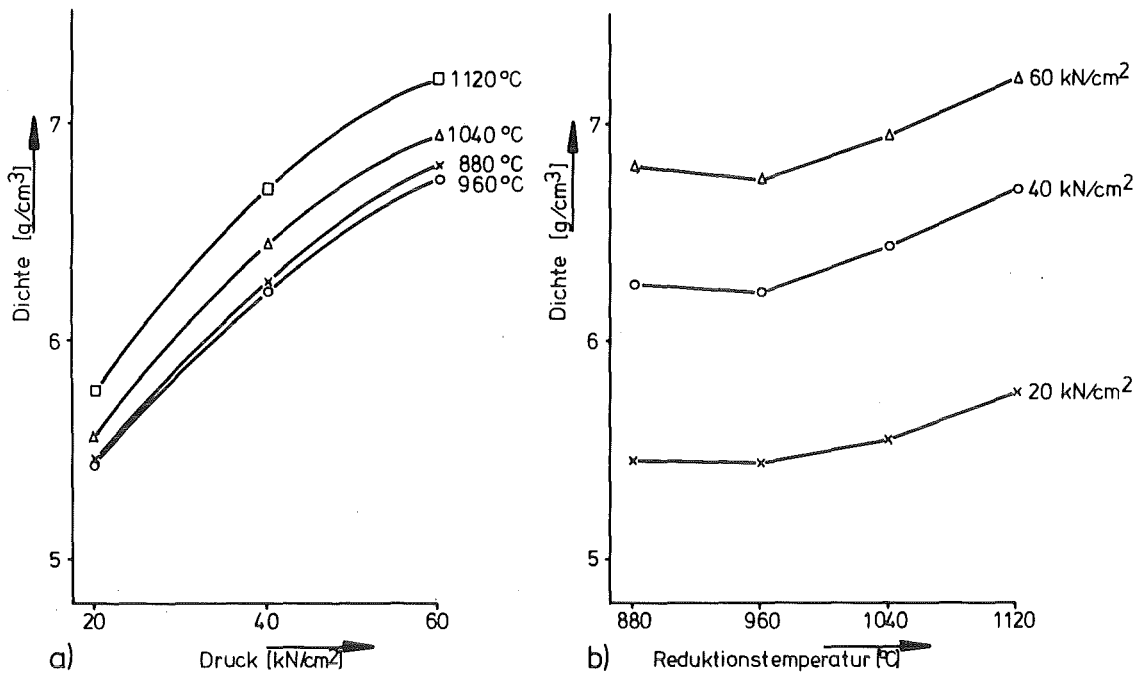


Bild 51: Eltrix-400: Nachverdichtbarkeit als Funktion des Nachverdichtungsdrucks (a) und der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30$ min)

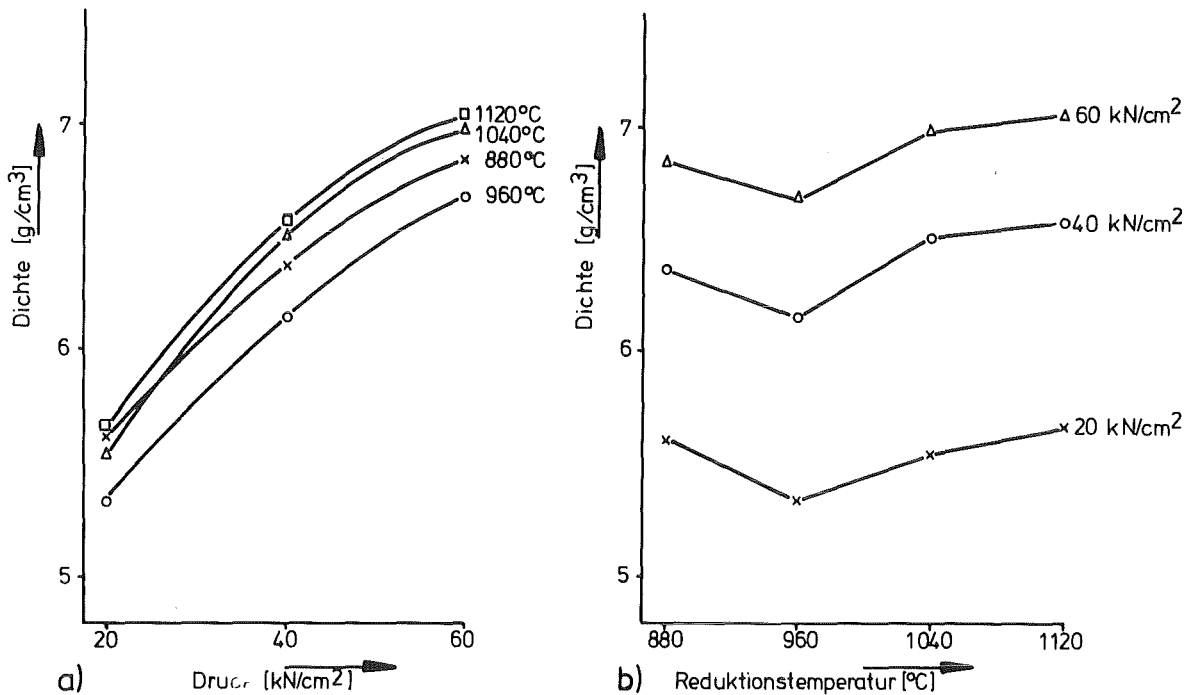


Bild 52: ASC-roh: Nachverdichtbarkeit als Funktion des Nachverdichtungsdrucks (a) und der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30$ min)

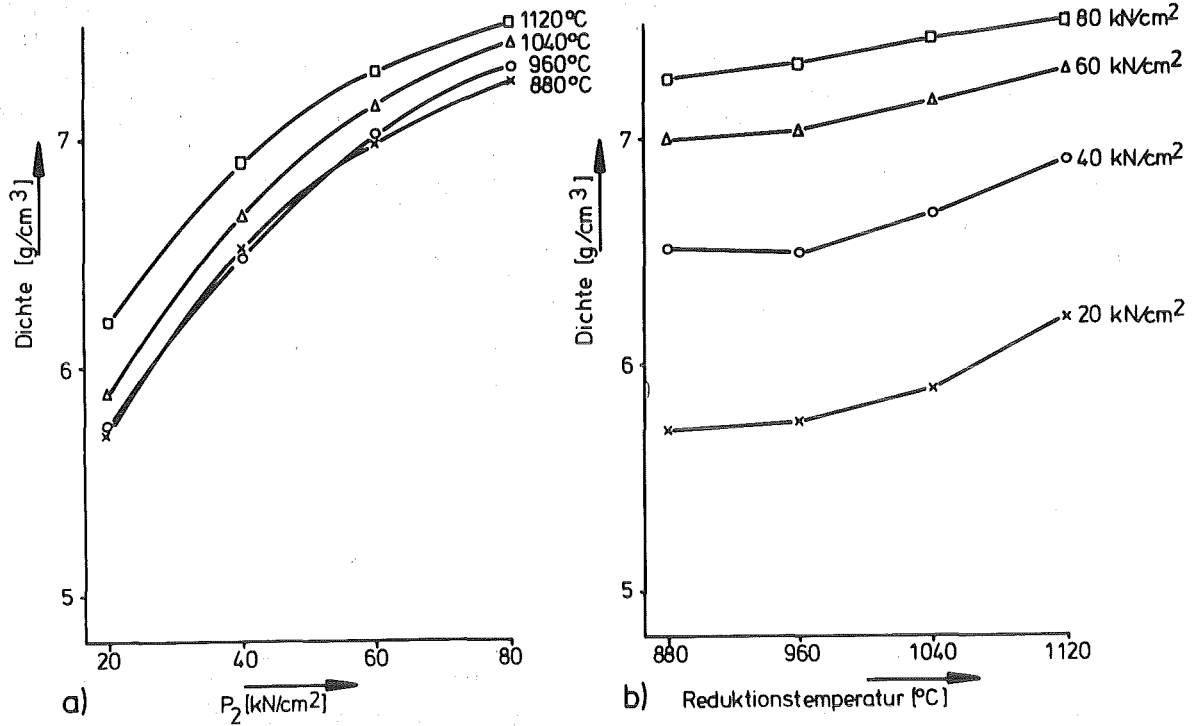


Bild 53: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 20 \text{ kN/cm}^2$:
Dichte nach P_2 als Funktion (a) und der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30 \text{ min}$)

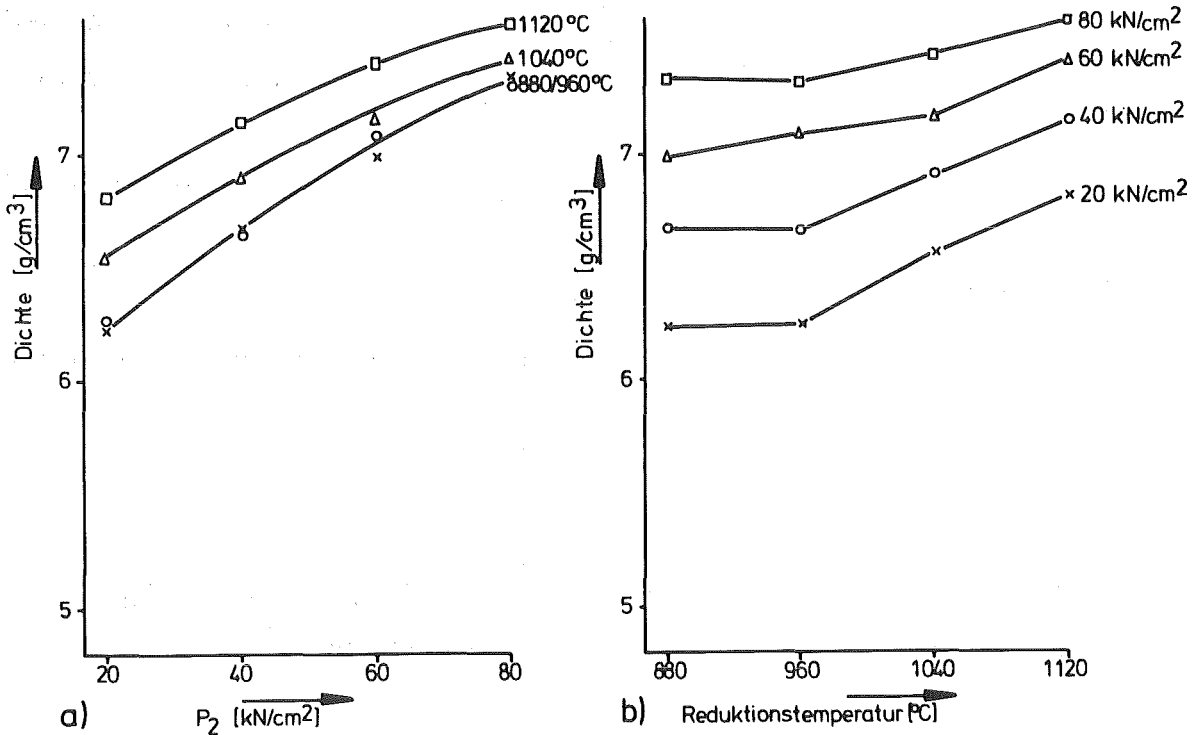


Bild 54: Eltrix 400, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 40 \text{ kN/cm}^2$:
Dichte nach P_2 (a) und der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30 \text{ min}$)

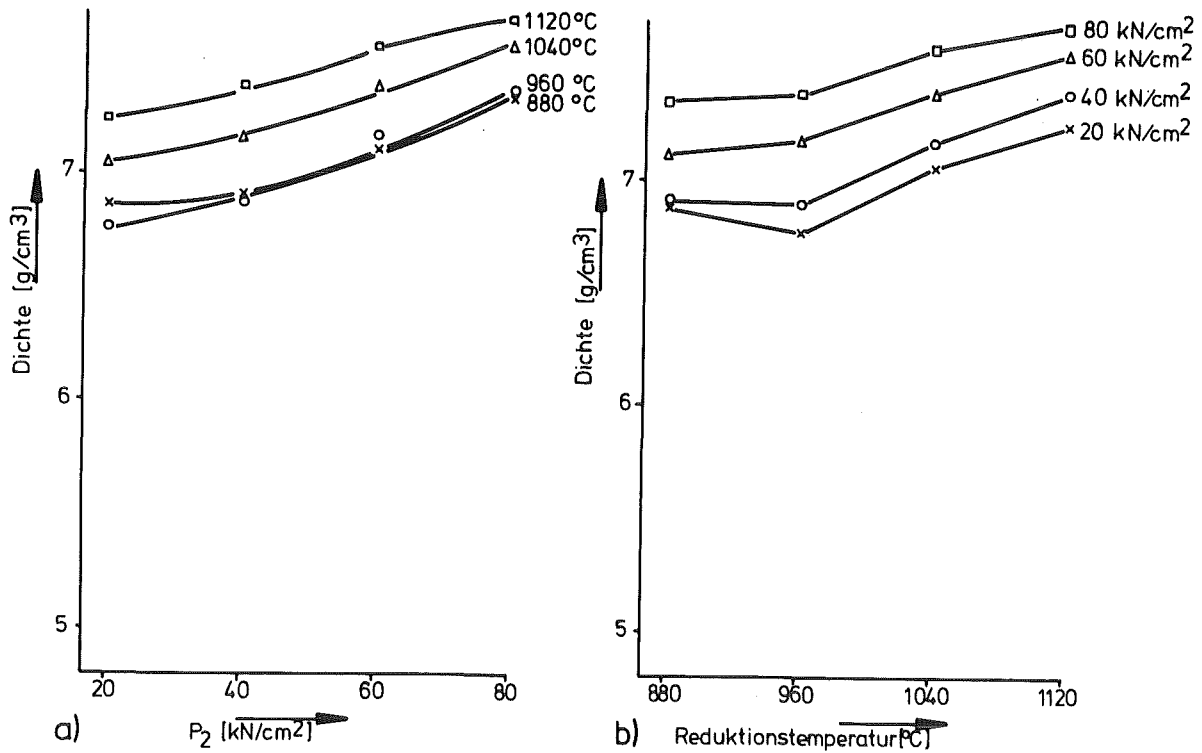


Bild 55: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 60 \text{ KN}/\text{cm}^2$:
Dichte nach P_2 als Funktion von P_2 (a) und der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30 \text{ min}$)

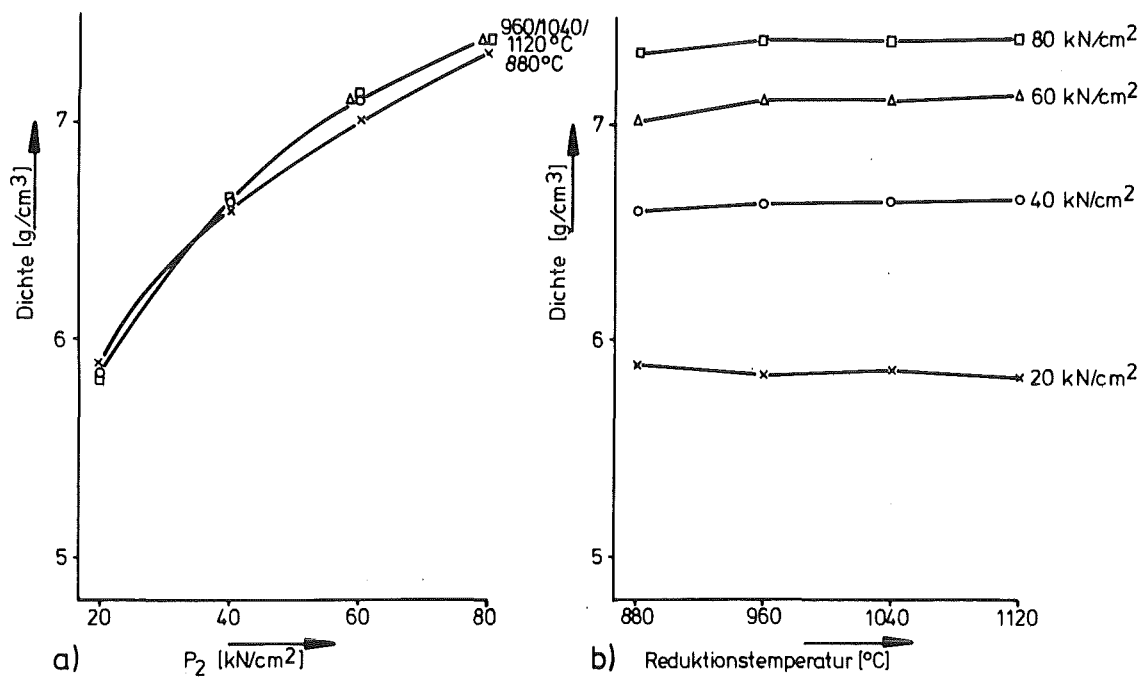


Bild 56: ASC-roh, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 20 \text{ KN}/\text{cm}^2$:
Dichte nach P_2 als Funktion von P_2 (a) und der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30 \text{ min}$)

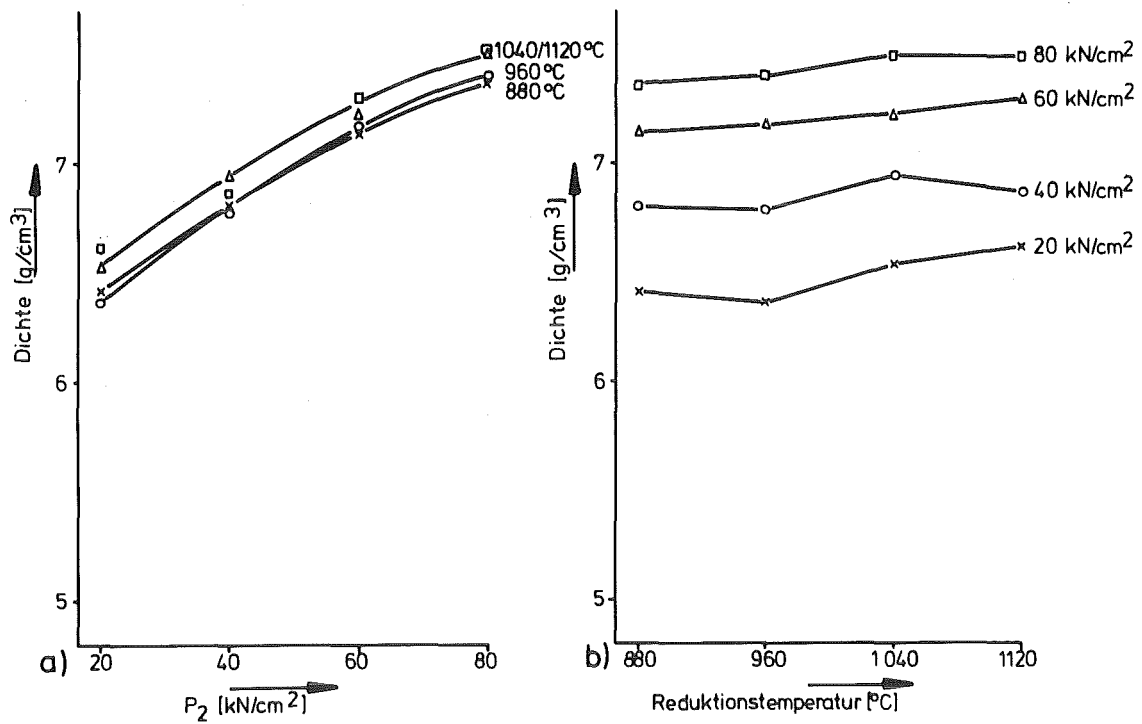


Bild 57: ASC-roh, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 40 \text{ kN/cm}^2$:
Dichte nach P_2 als Funktion von P_2 (a) und der
Reduktionstemperatur (b) ($t = 30 \text{ min}$)

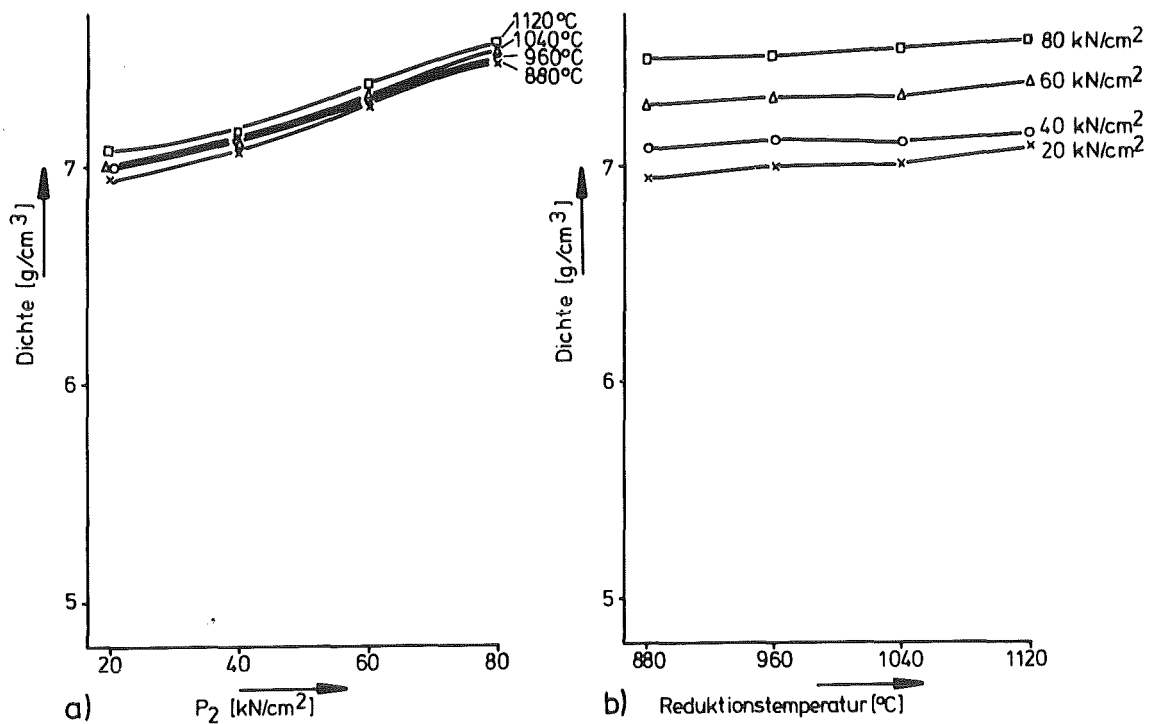


Bild 58: ASC-roh, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 60 \text{ kN/cm}^2$:
Dichte nach P_2 als Funktion von P_2 (a) und der
Reduktionstemperatur (b) ($t = 30 \text{ min}$)

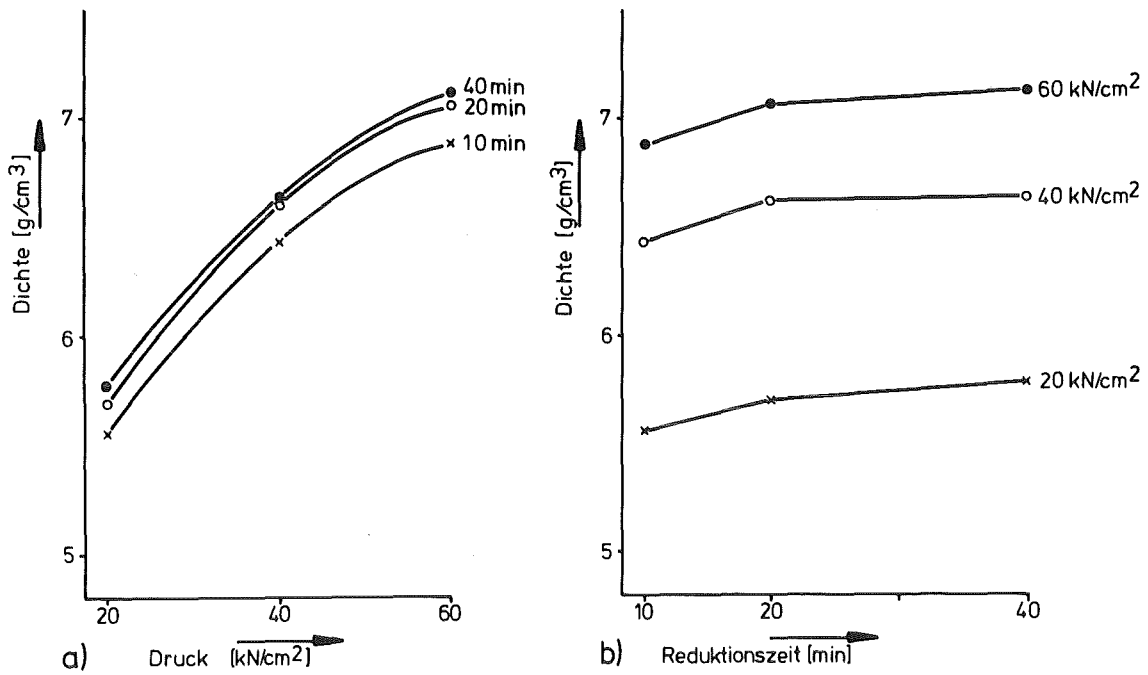


Bild 59: Eltrix-400, Nachverdichtbarkeit als Funktion des Nachverdichtungsdrucks (a) und der Reduktionszeit (b) ($T = 1080^\circ \text{C}$)

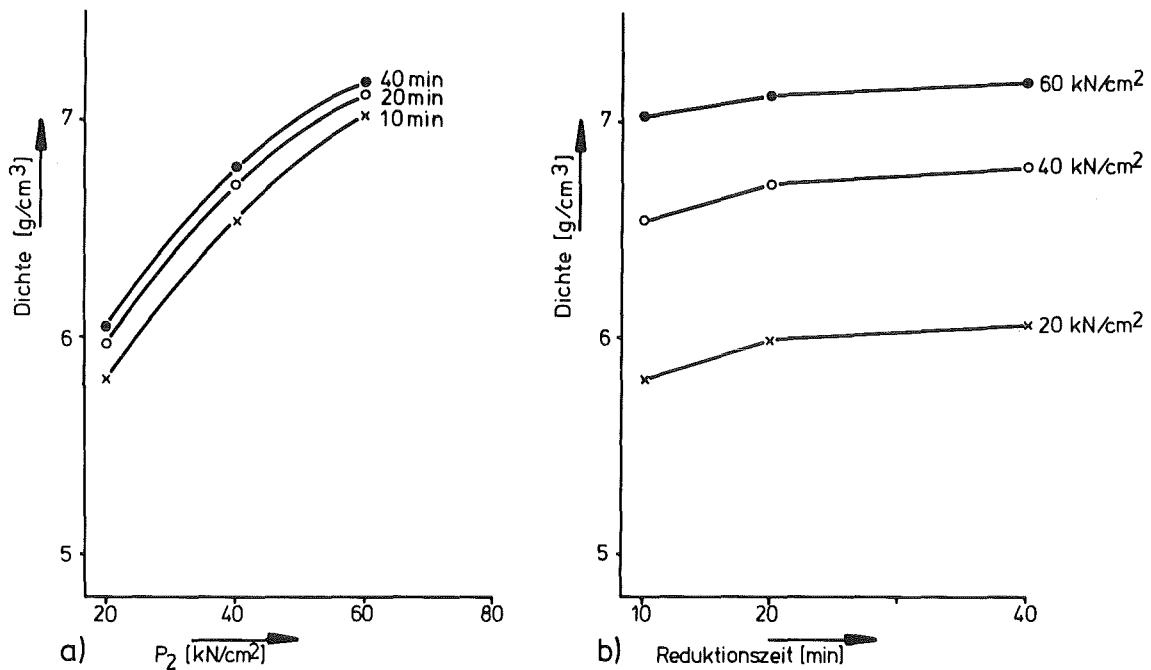


Bild 60: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 20 \text{ kN}/\text{cm}^2$: Dichte nach P_2 als Funktion von P_2 (a) und von der Reduktionstemperatur (b) ($T = 1080^\circ \text{C}$)

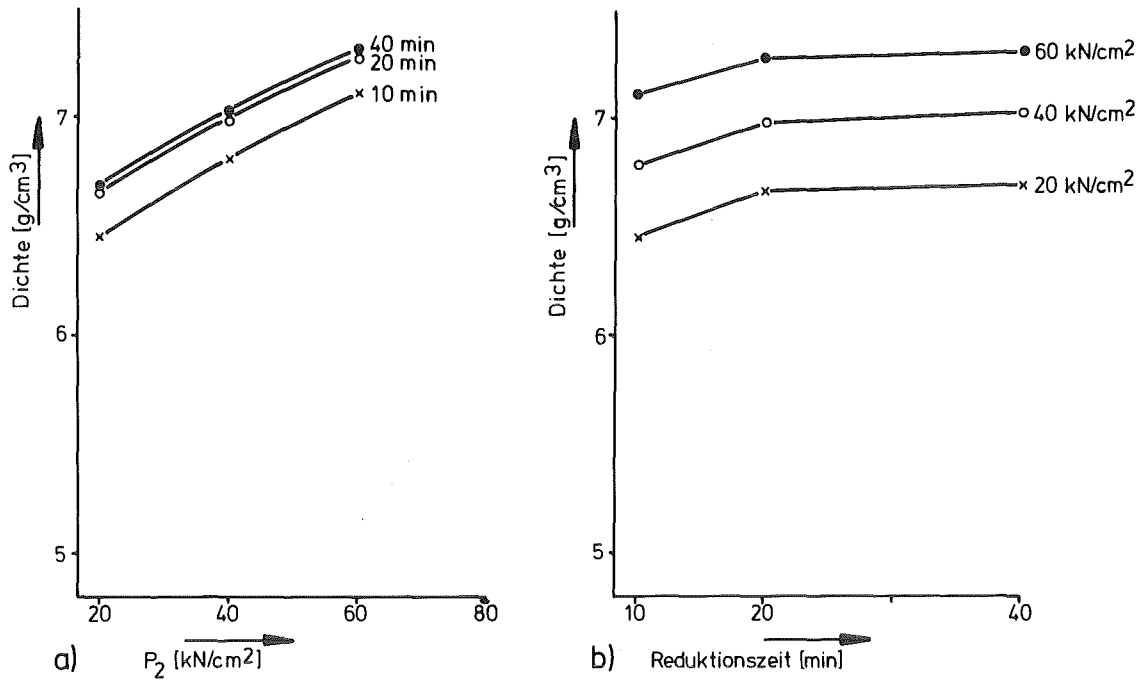


Bild 61: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 40 \text{ kN/cm}^2$:
Dichte nach P_2 als Funktion von P_2 (a) und von der
Reduktionszeit (b) ($T = 1080^\circ \text{C}$)

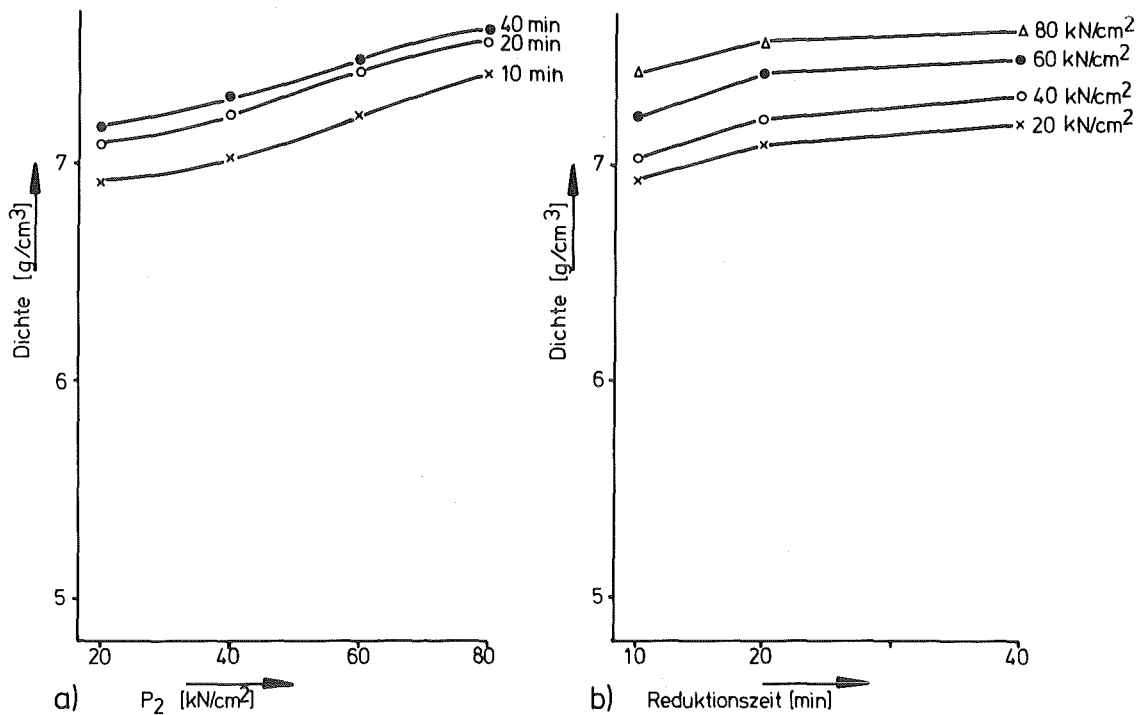


Bild 62: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 60 \text{ kN/cm}^2$:
Dichte nach P_2 als Funktion von P_2 (a) und der
Reduktionszeit (b) ($T = 1080^\circ \text{C}$)

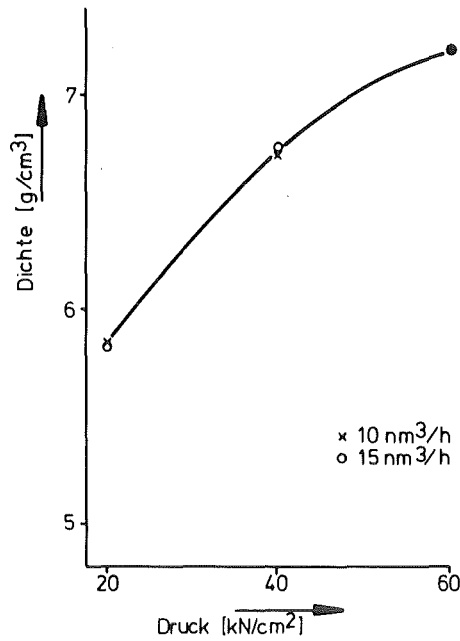


Bild 63: Eltrix-400, Einfachstertertechnik: Dichte als Funktion des Nachverdichtungsgrades für verschiedene Schutzgasdurchsätze ($T = 1080^{\circ} \text{C}$, $t = 30 \text{ min}$)

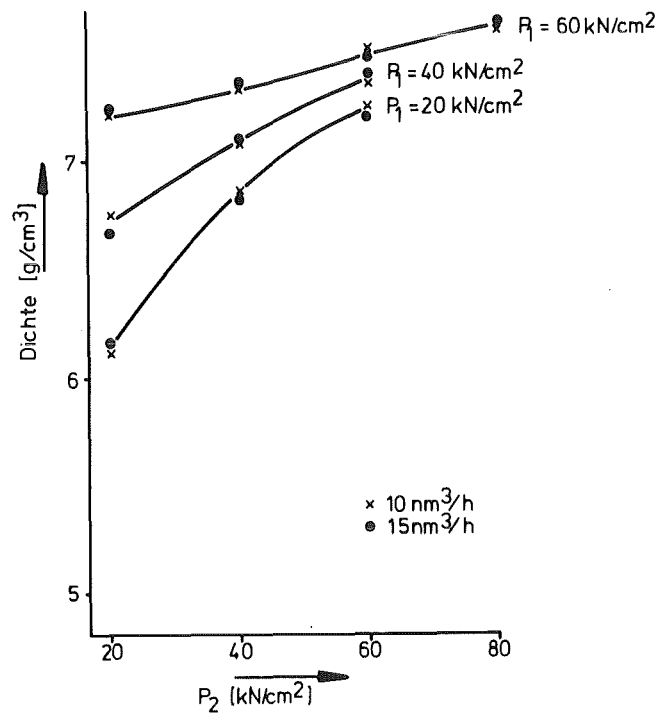


Bild 64: Eltrix-400, Zweifachstertertechnik: Dichte nach P_2 für verschiedene Nachverdichtungsdrücke und Schutzgasdurchsätze ($T = 1080^{\circ} \text{C}$, $t = 30 \text{ min}$)

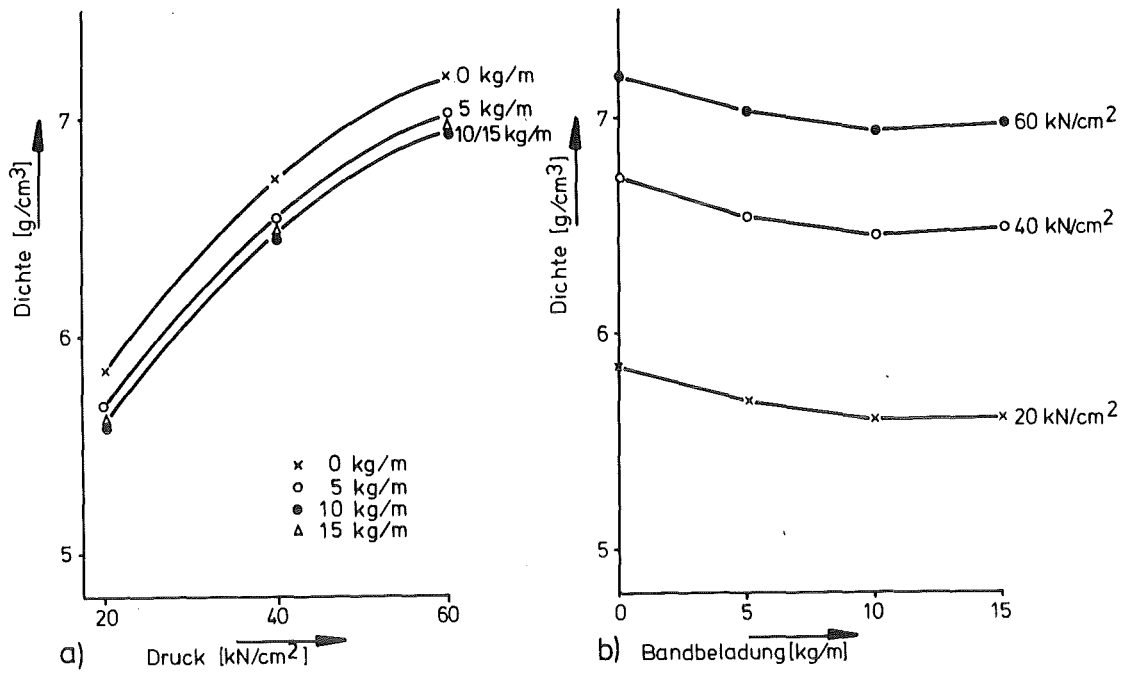


Bild 65: Eltrix-400, Einfachsintertechnik: Nachverdichtbarkeit als Funktion des Nachverdichtungsdruckes (a) und der Bandbelastung (b) ($T = 1080^{\circ} \text{C}$, $t = 30 \text{ min}$)

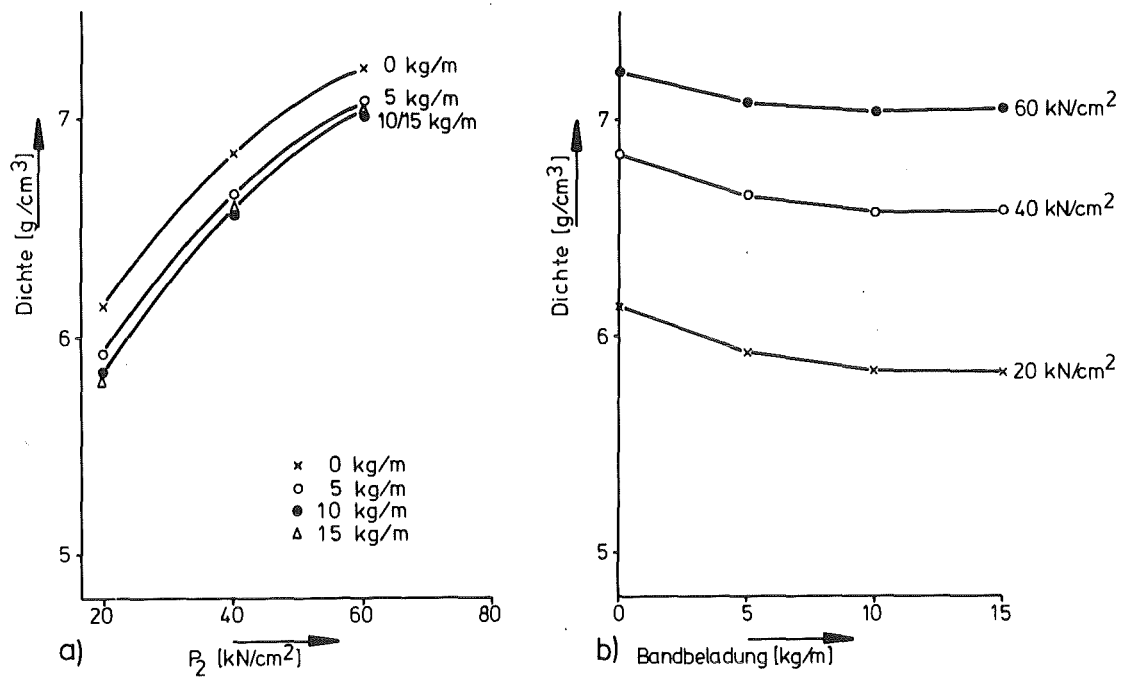


Bild 66: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 20 \text{ kN/cm}^2$: Dichte nach P_2 als Funktion von P_2 (a) und der Bandbelastung (b) ($T = 1080^{\circ} \text{C}$, $t = 30 \text{ min}$)

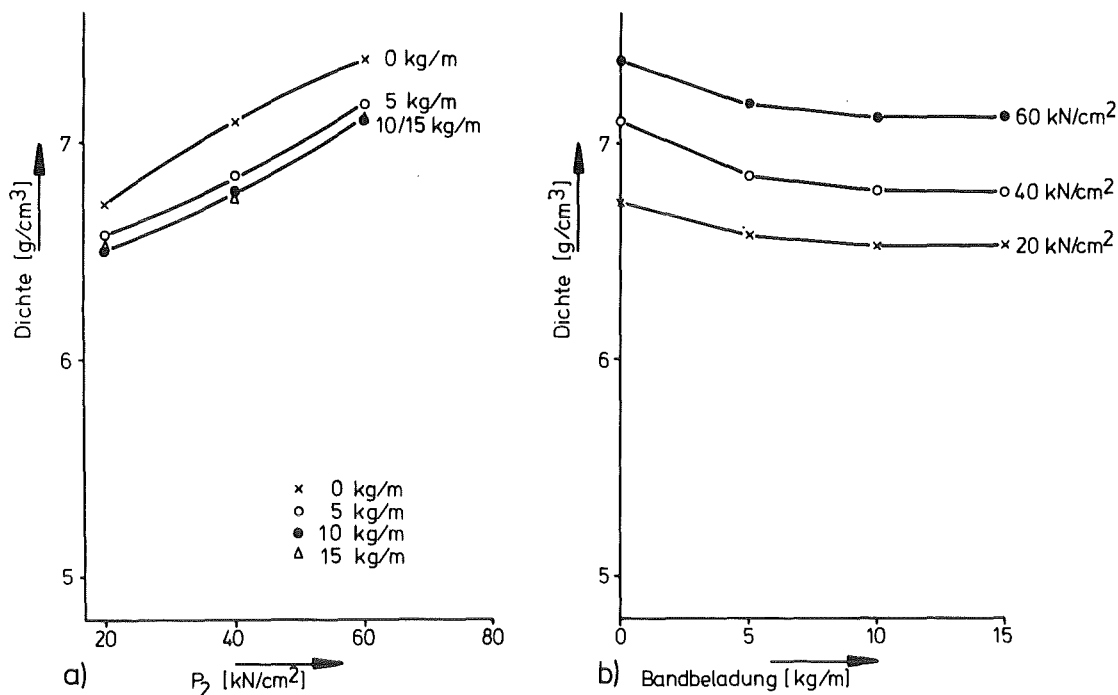


Bild 67: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 40 \text{ KN/cm}^2$:
 Dichte nach P_2 als Funktion von P_2 (a) und der
 Bandbelastung (b) ($T = 1080^\circ \text{ C}$, $t_2 = 30 \text{ min}$)

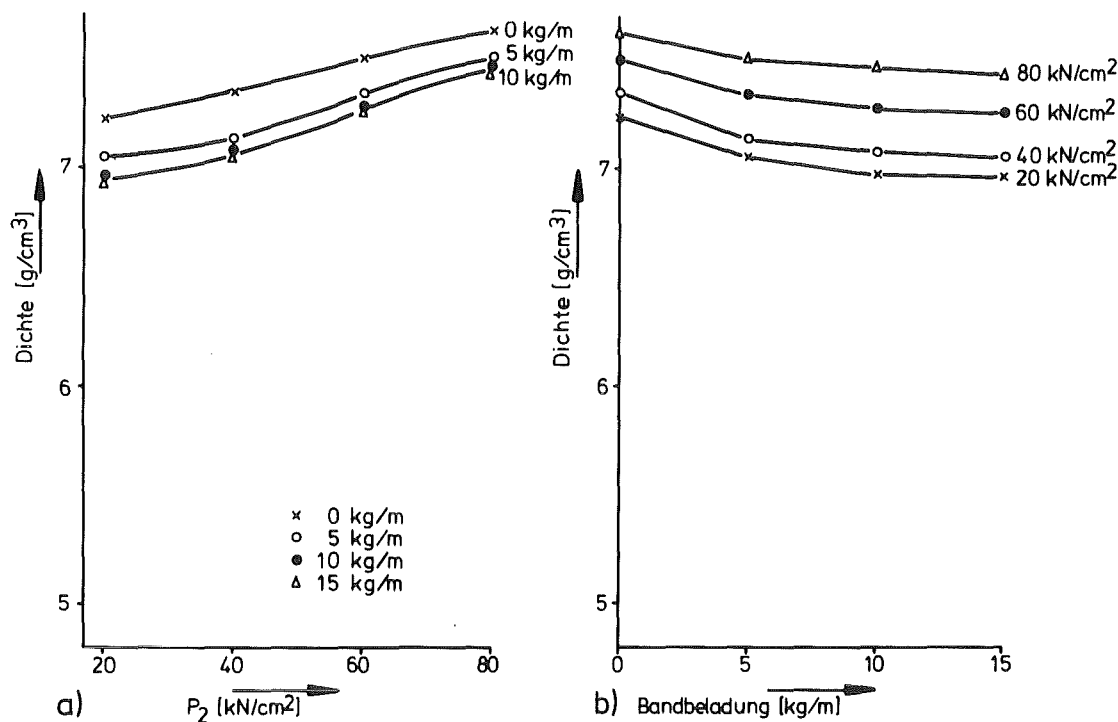


Bild 68: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$:
 Dichte nach P_2 als Funktion von P_2 (a) und der Band-
 belastung (b) ($T = 1080^\circ \text{ C}$, $t = 30 \text{ min}$)

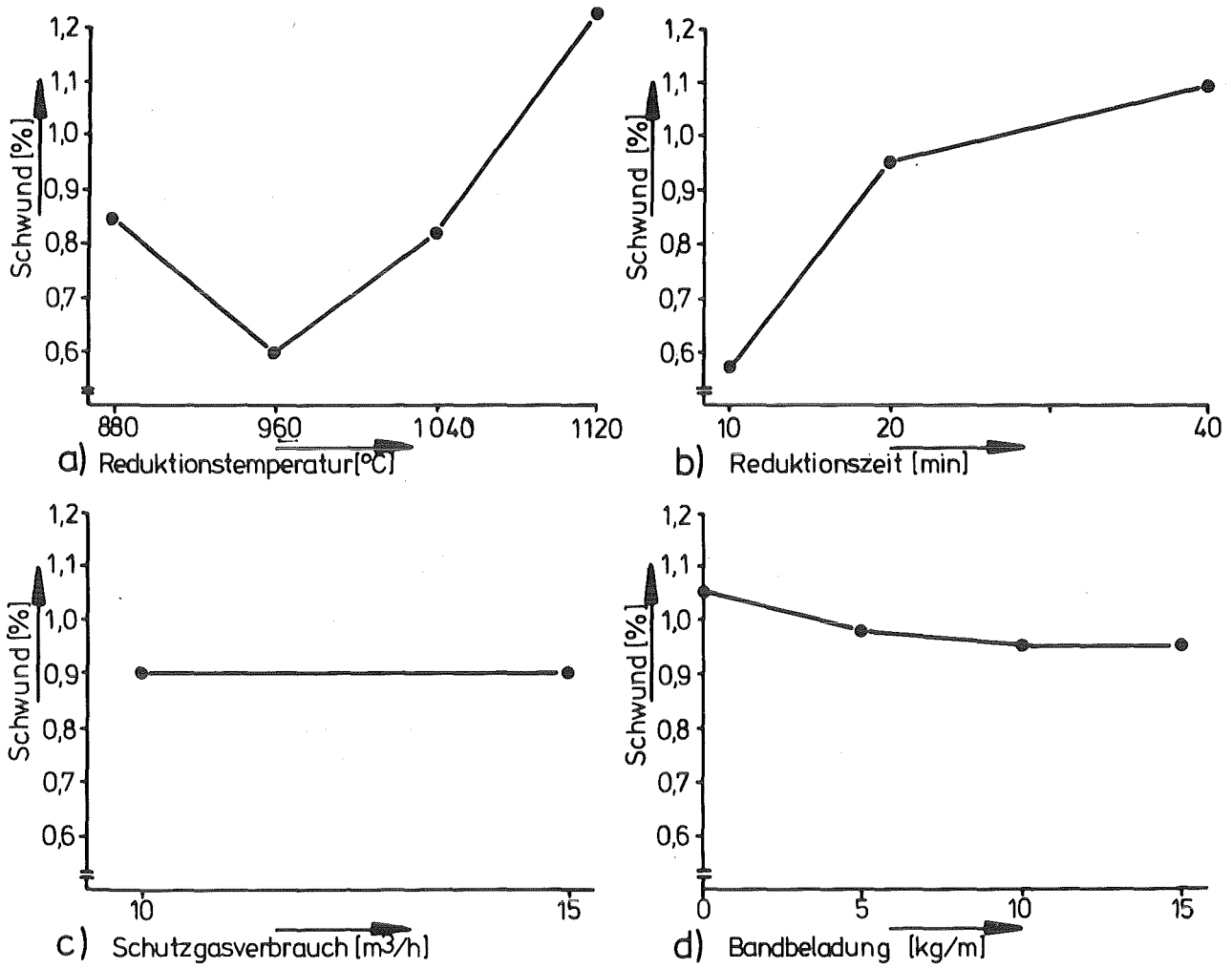


Bild 69: Abhängigkeit des Schwundes vor ZS - Proben von den Reduktionsbedingungen.

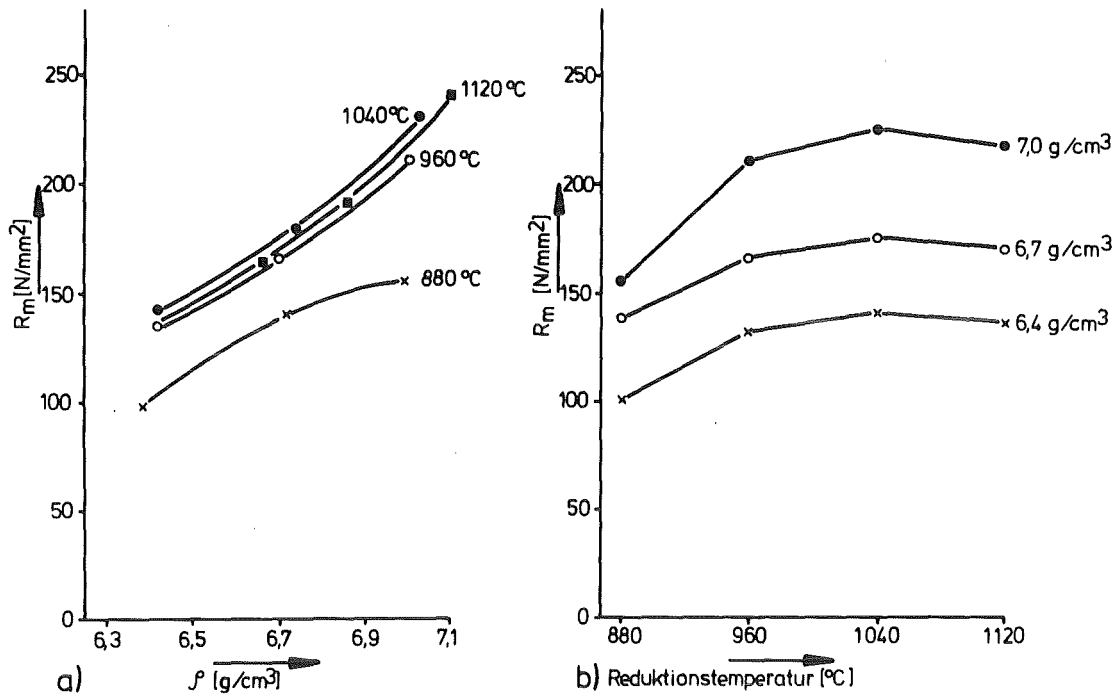


Bild 70: Eltrix-400, Einzelsintertechnik: Zugfestigkeit R_m als Funktion der Dichte (a) und der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30$ min)

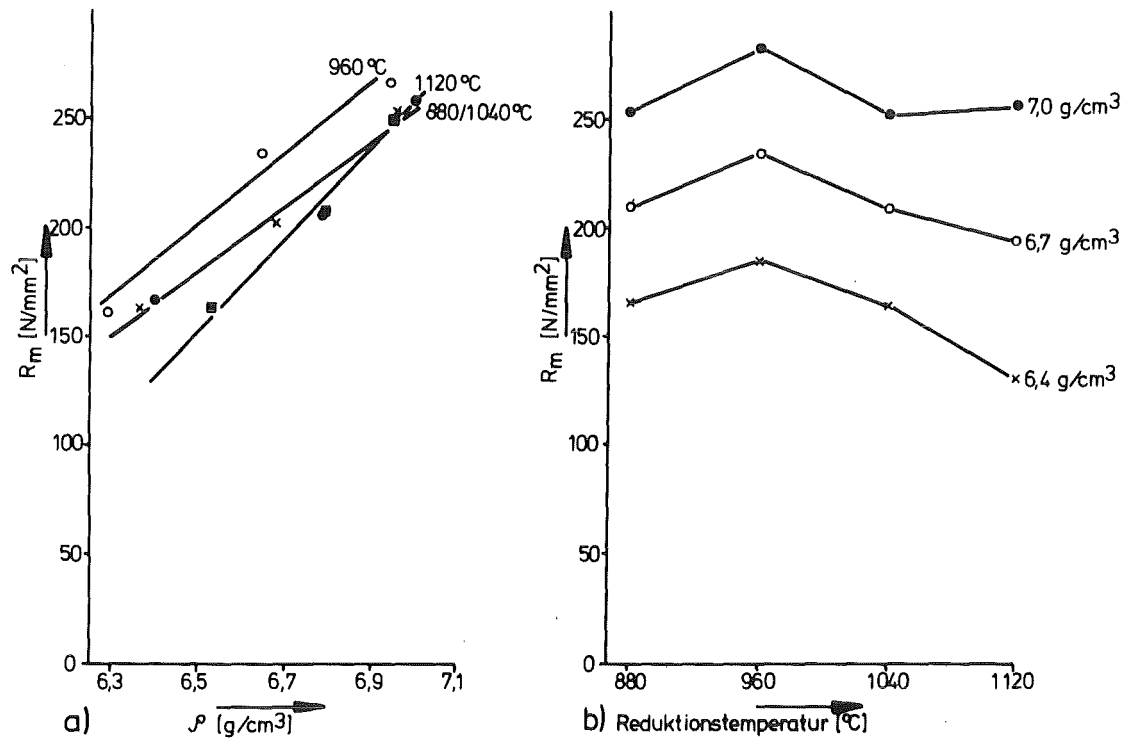


Bild 71: ASC-Rohpulver, Einzelsintertechnik: Zugfestigkeit R_m als Funktion der Dichte (a) und der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30$ min)

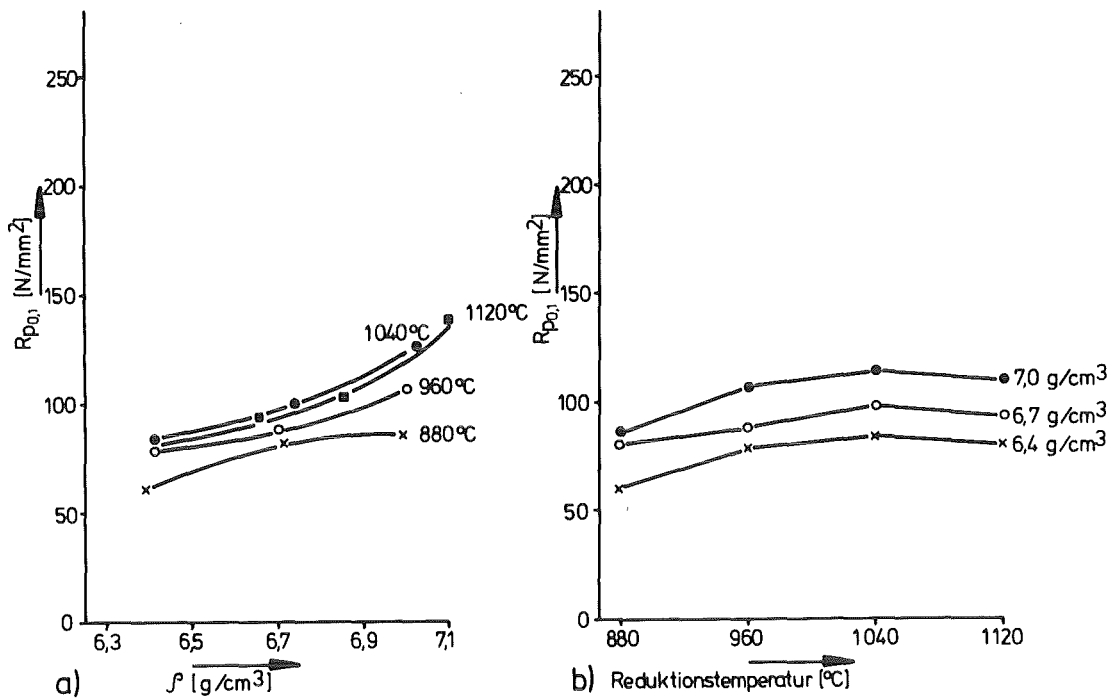


Bild 72: Eltrix-400, Einzelsintertechnik: 0,1 % Dehngrenze $R_{p0,1}$ als Funktion der Dichte (a) und der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30 \text{ min}$)

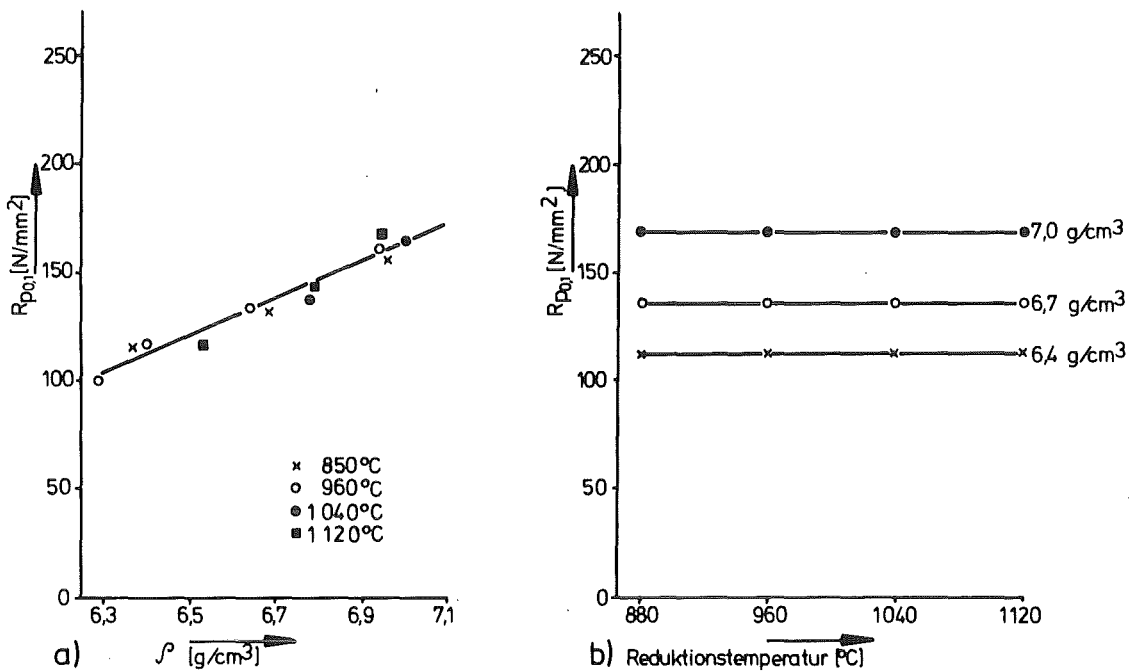


Bild 73: ASC-Rohpulver, Einzelsintertechnik: 0,1 % Dehngrenze $R_{p0,1}$ als Funktion der Dichte (a) und der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30 \text{ min}$)

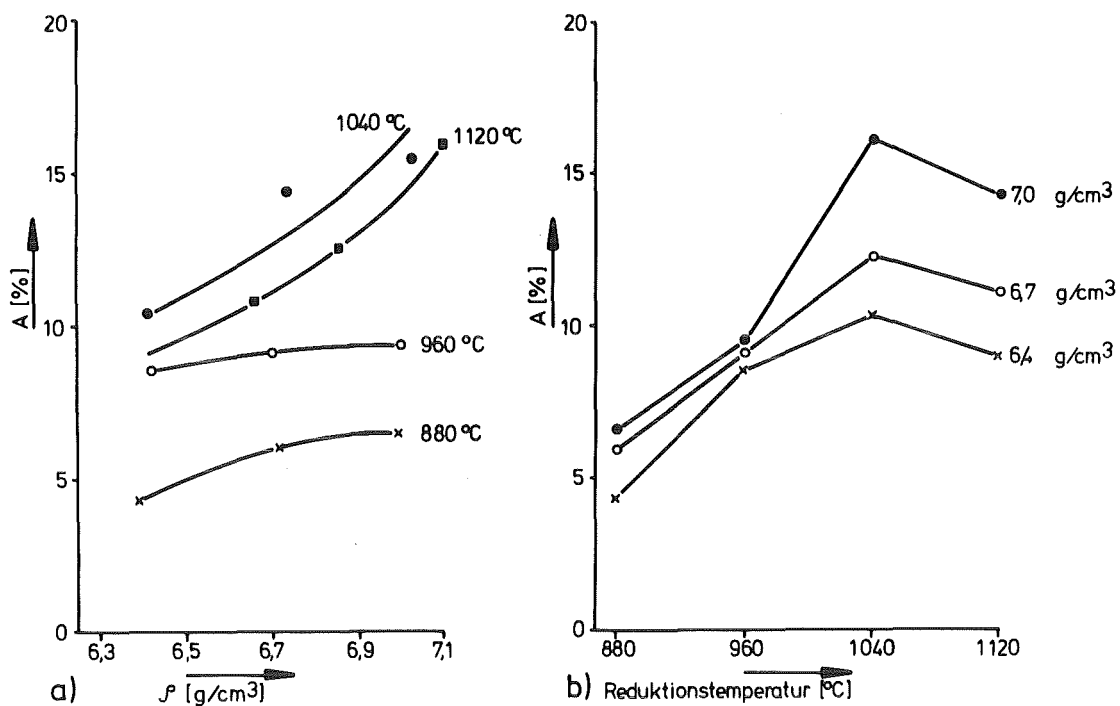


Bild 74: Eltrix-400, Einzelsintertechnik: Bruchdehnung A als Funktion der Dichte (a) und der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30$ min)

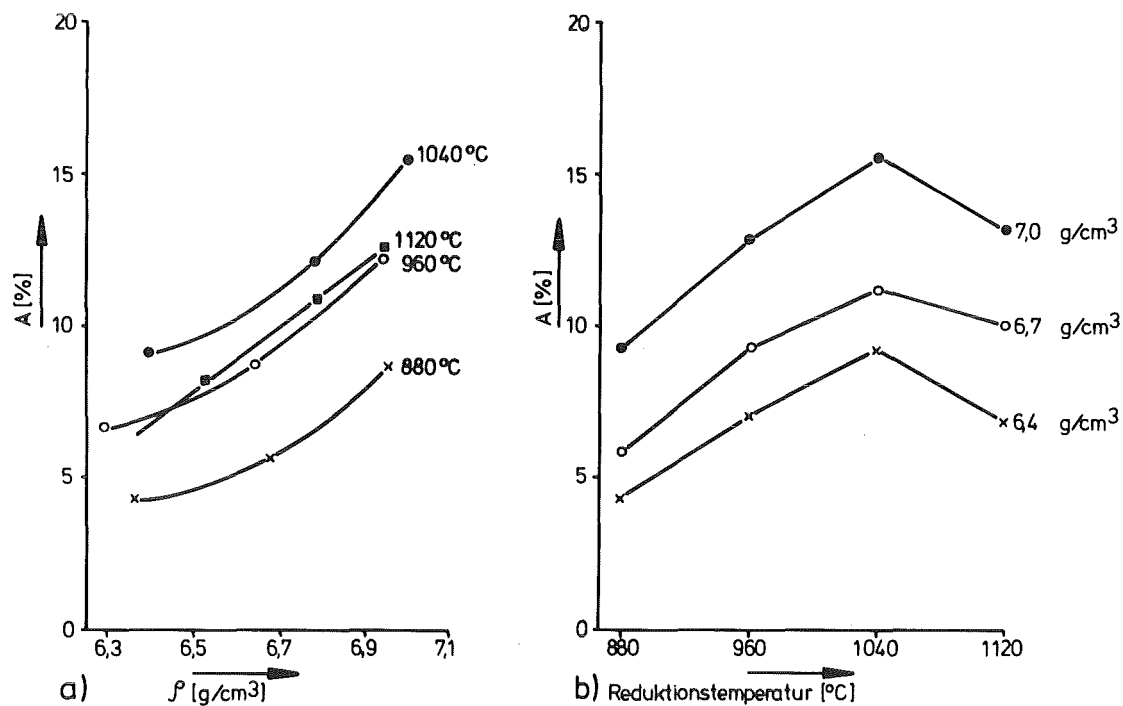


Bild 75: ASC-Rohpulver, Einzelsintertechnik: Bruchdehnung A als Funktion der Dichte (a) und der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30$ min)

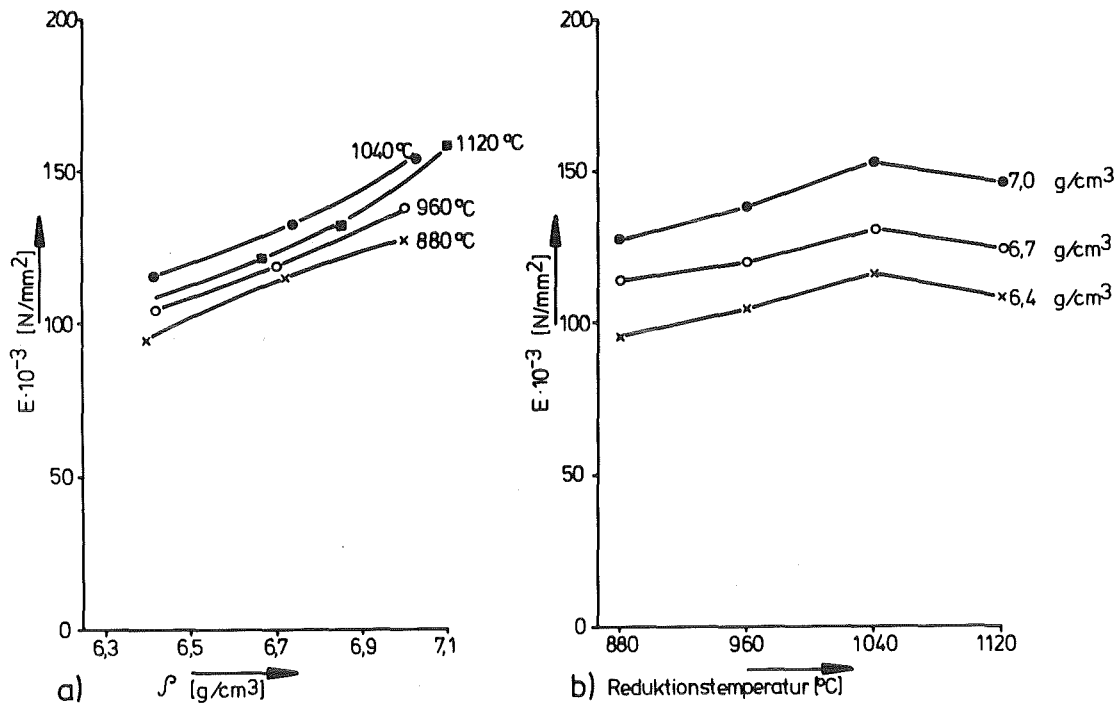


Bild 76: Eltrix-400, Einfachsintertechnik: Elastizitätsmodul E als Funktion der Dichte (a) und der Reduktionstemperatur (b) (t = 30 min)

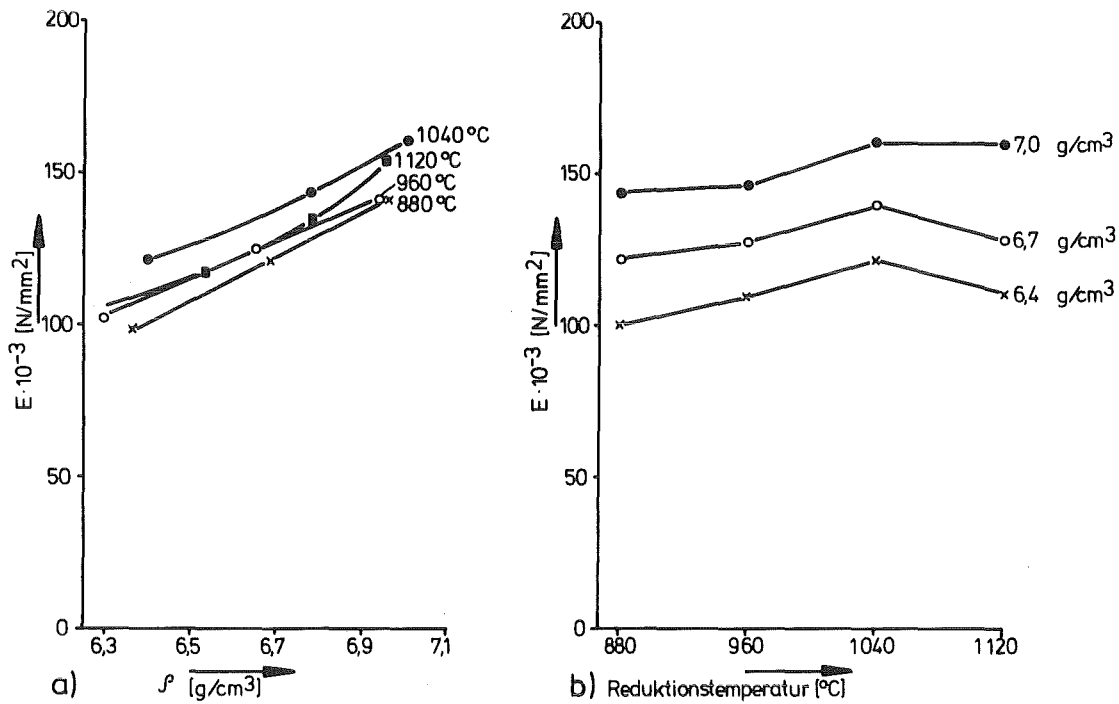


Bild 77: ASC-Rohpulver, Einfachsintertechnik: Elastizitätsmodul E als Funktion der Dichte (a) und der Reduktionstemperatur (b) (t = 30 min)

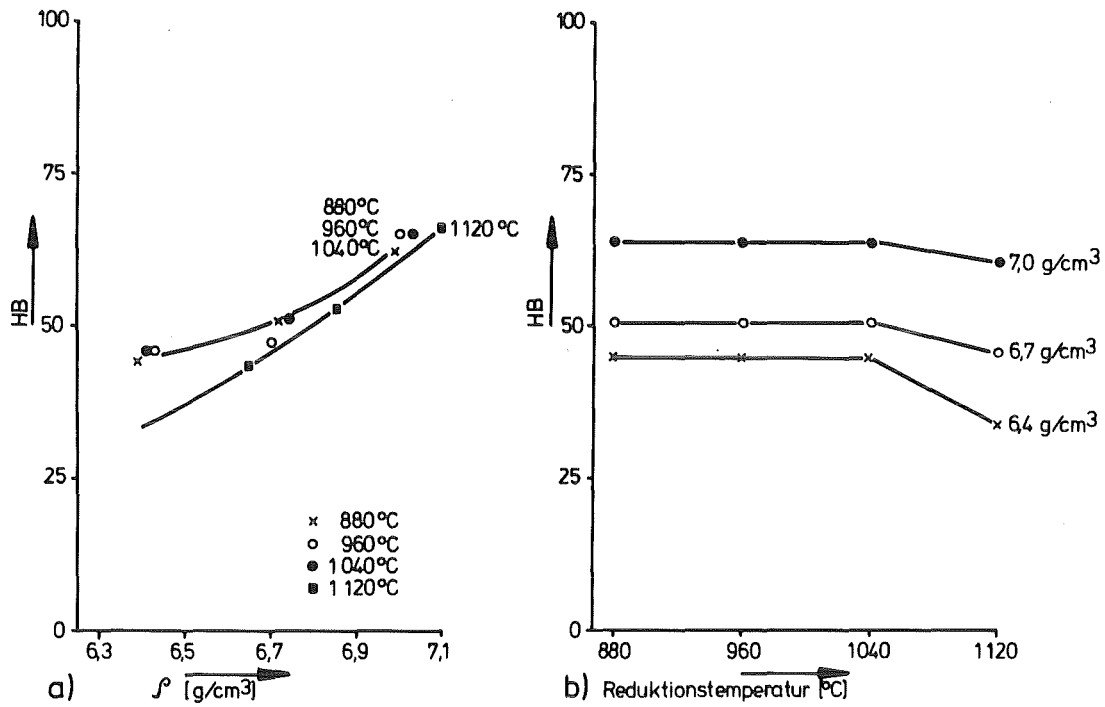


Bild 78: Eltrix-400, Einzelsintertechnik, Härte HB als Funktion der Dichte (a) und der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30$ min)

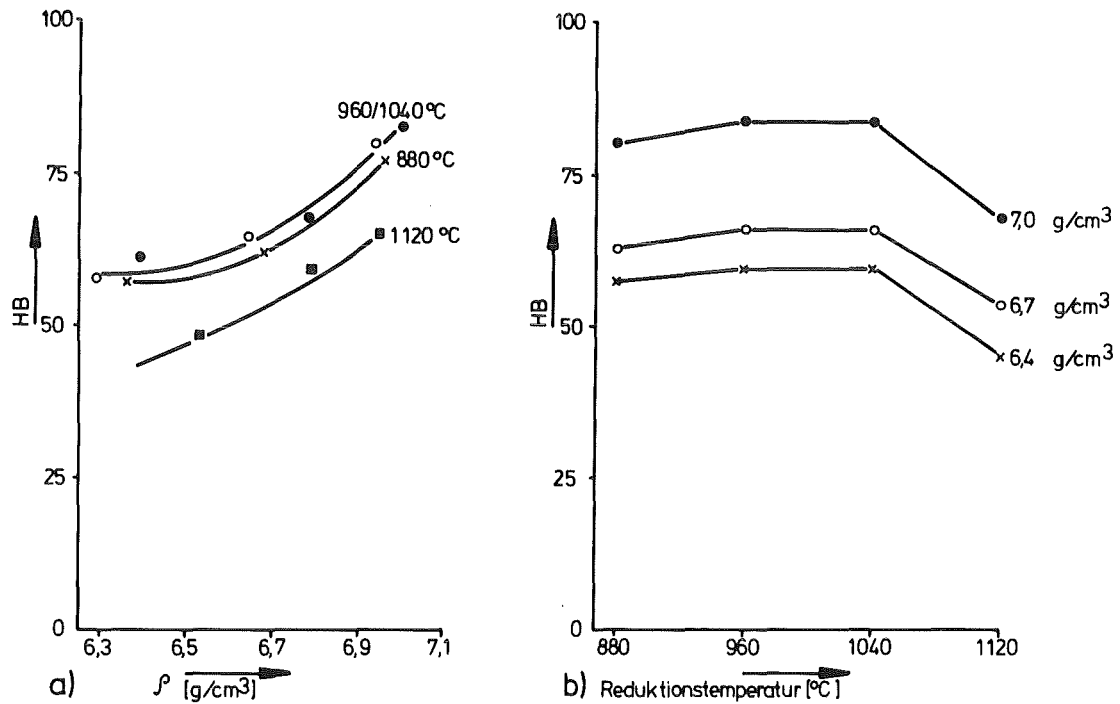


Bild 79: ASC-Rohpulver, Einzelsintertechnik: Härte HB als Funktion der Dichte (a) und der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30$ min)

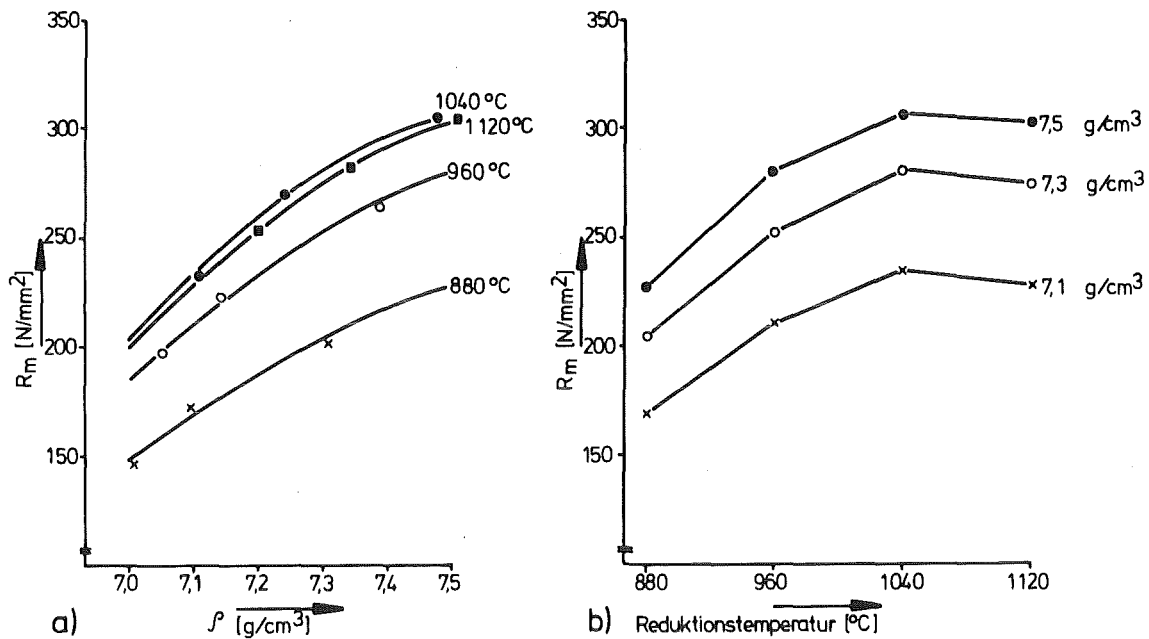


Bild 80: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$:
Zugfestigkeit R_m als Funktion der Dichte (a) und
der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30 \text{ min}$)

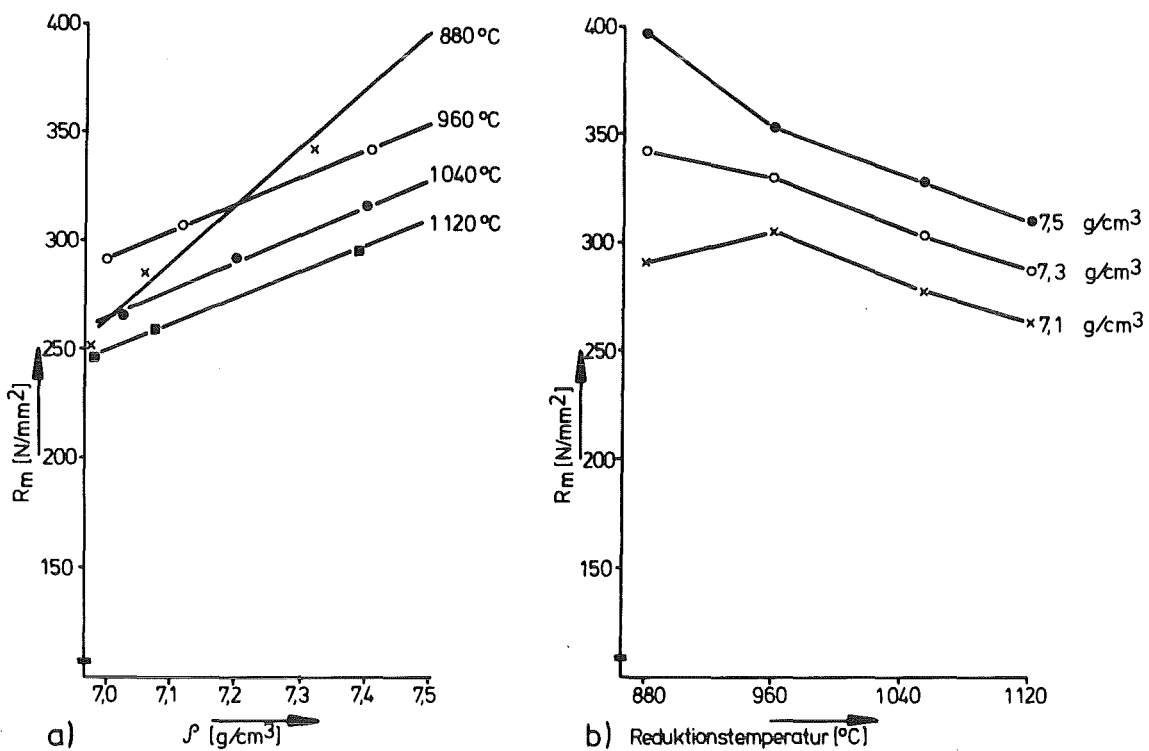


Bild 81: ASC-roh, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$:
Zugfestigkeit R_m als Funktion der Dichte (a) und
der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30 \text{ min}$)

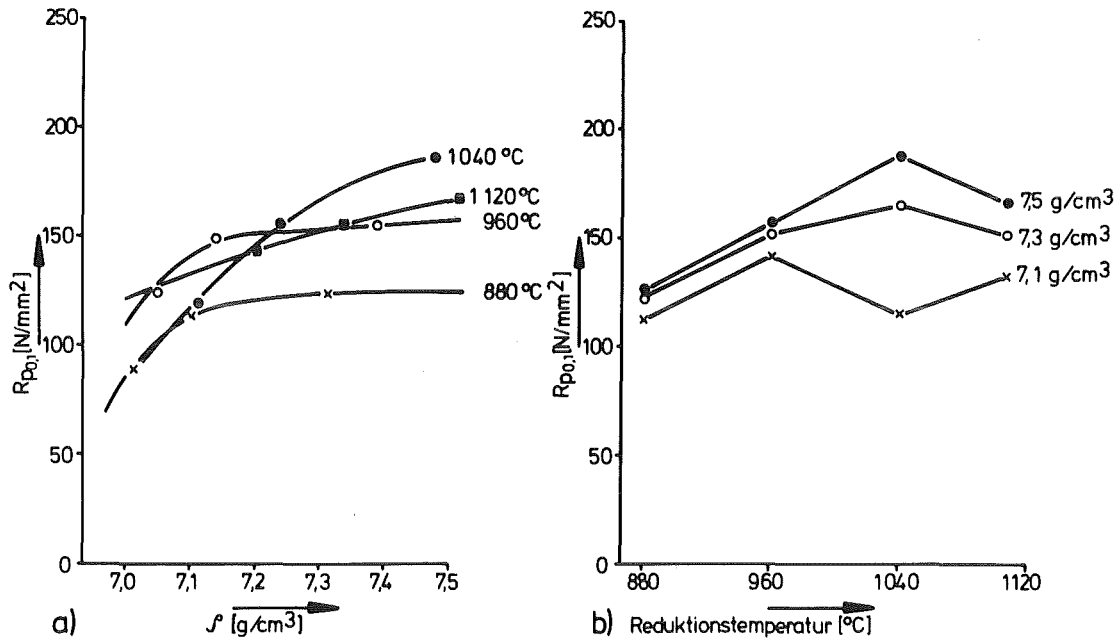


Bild 82: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$:
 0,1 % Dehngrenze $R_{p0.1}$ als Funktion¹ der Dichte (a)
 und der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30 \text{ min}$)

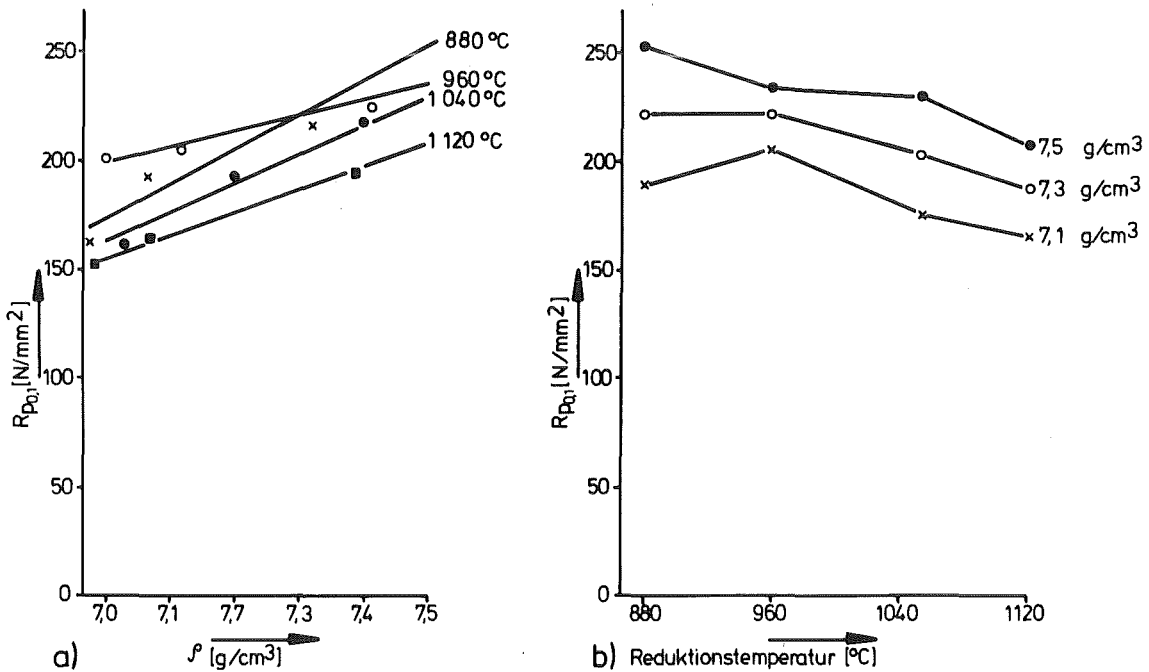


Bild 83: ASC-roh, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$:
 0,1 % dehngrenze $R_{p0.1}$ als Funktion der Dichte
 (a) und der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30 \text{ min}$)

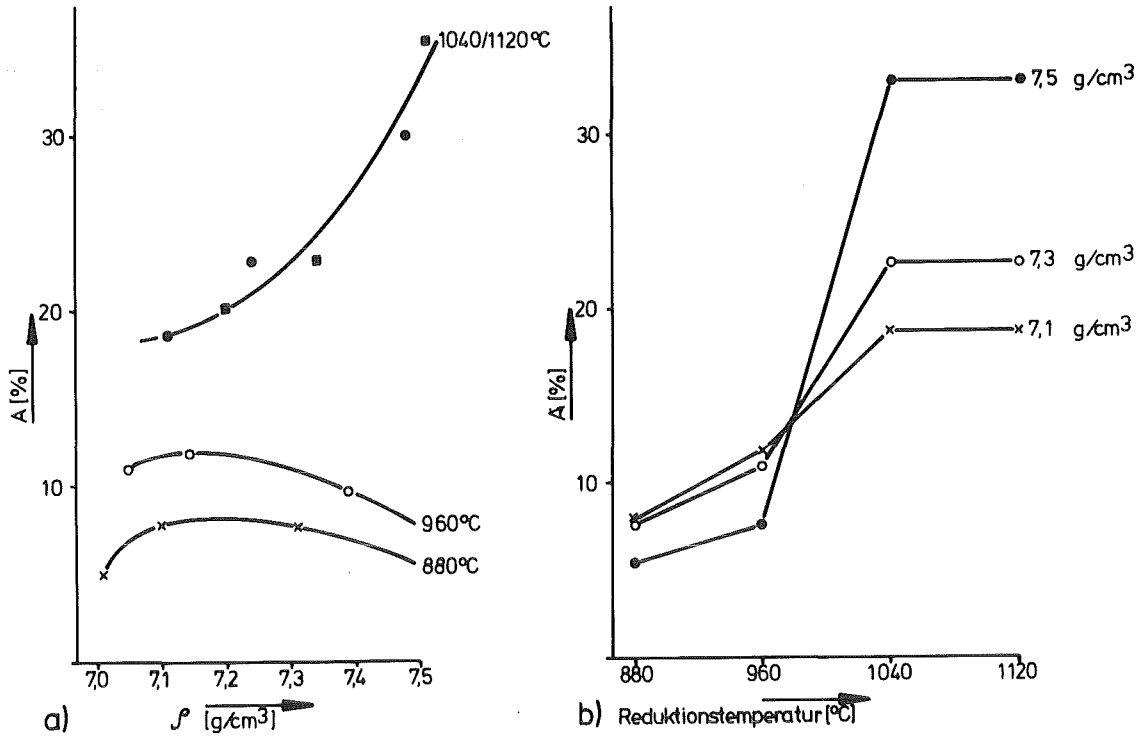


Bild 84: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 60 \text{ KN}/\text{cm}^2$:
Bruchdehnung A als Funktion der Dichte (a) und der
Reduktionstemperatur (b) ($t = 30 \text{ min}$)

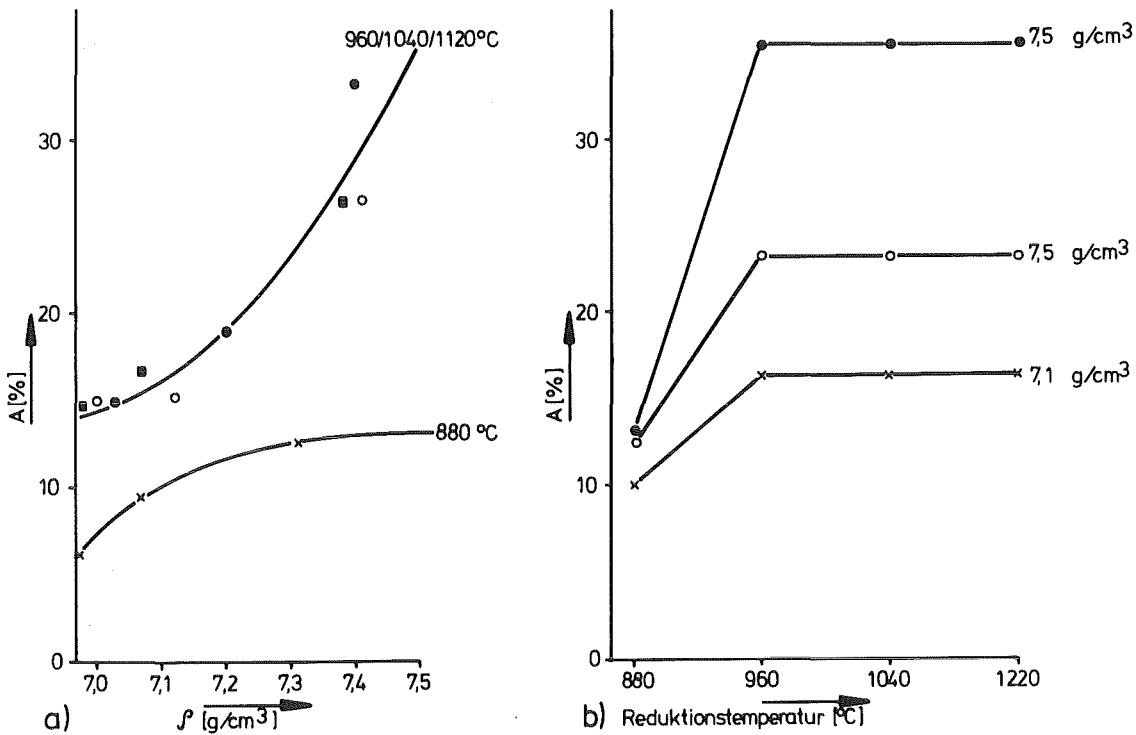


Bild 85: ASC-roh, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 60 \text{ KN}/\text{cm}^2$:
Bruchdehnung A als Funktion der Dichte (a) und
der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30 \text{ min}$)

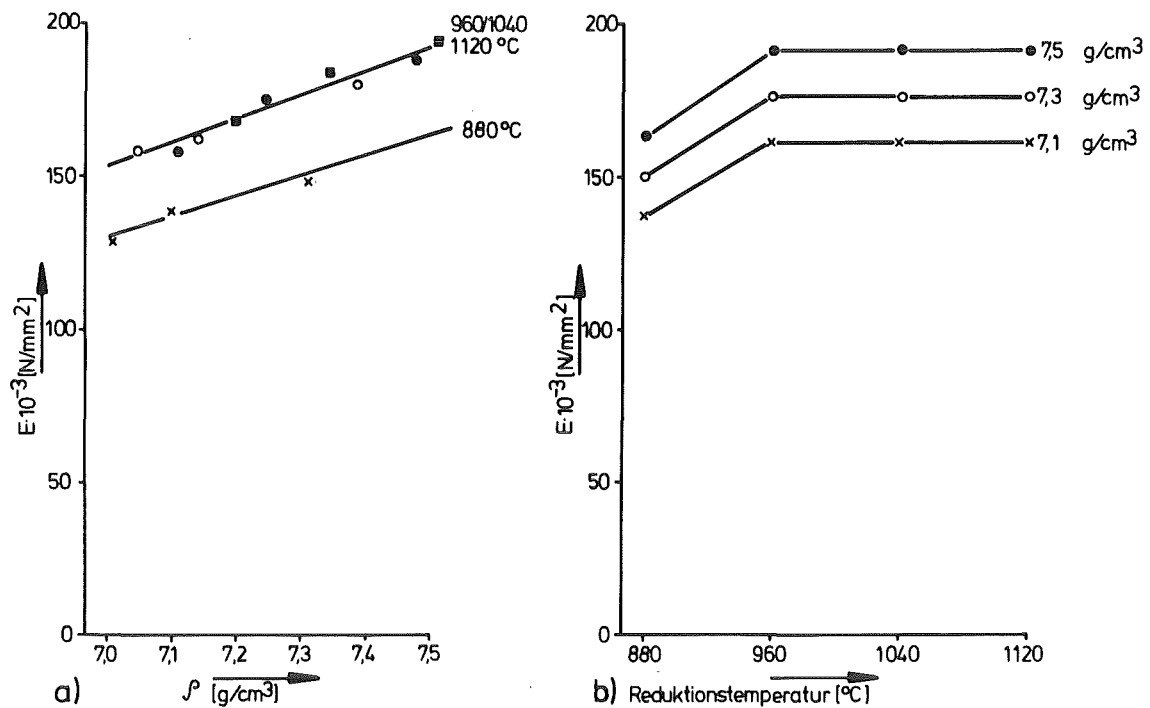


Bild 86: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$:
Elastizitätsmodul E als Funktion der Dichte (a)
und der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30 \text{ min}$)

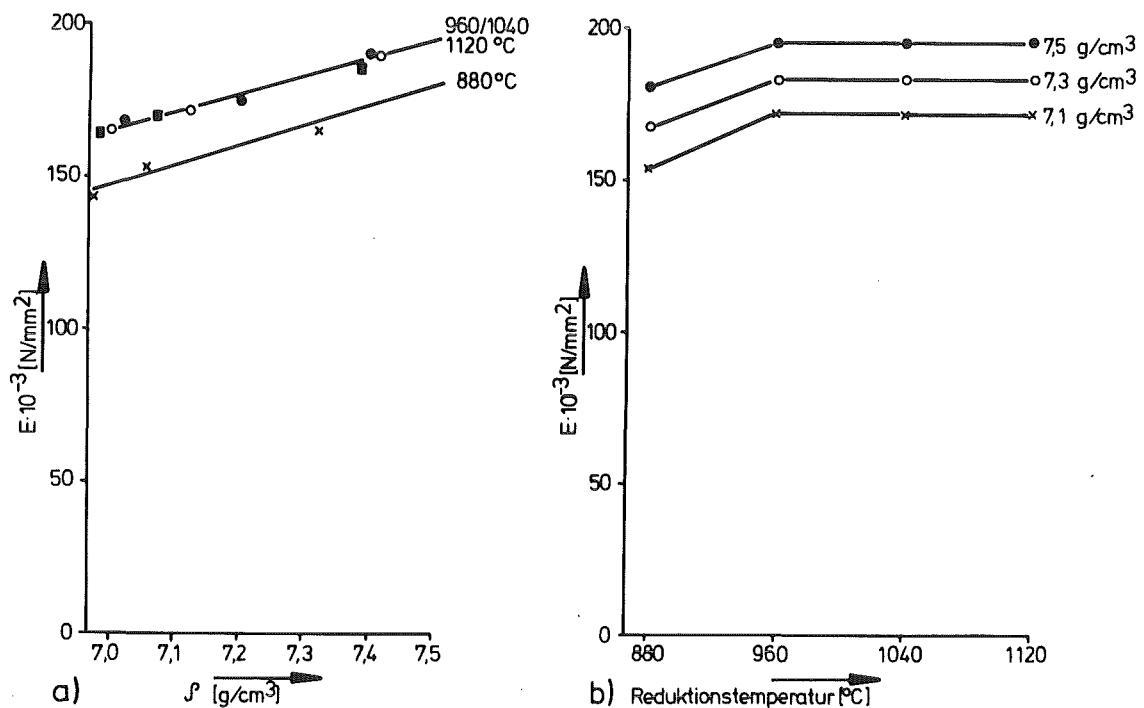


Bild 87: ASC-roh, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$:
Elastizitätsmodul E als Funktion der Dichte (a) und
der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30 \text{ min}$)

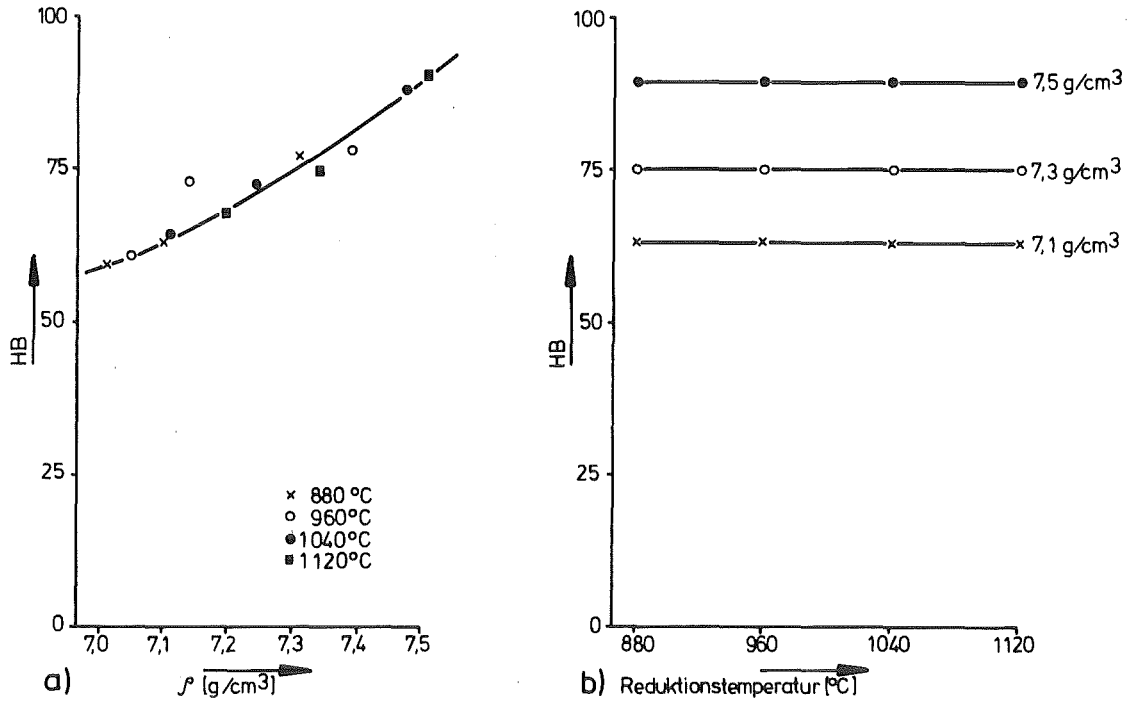


Bild 88: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$:
 Härte HB als Funktion der Dichte (a) und der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30 \text{ min}$)

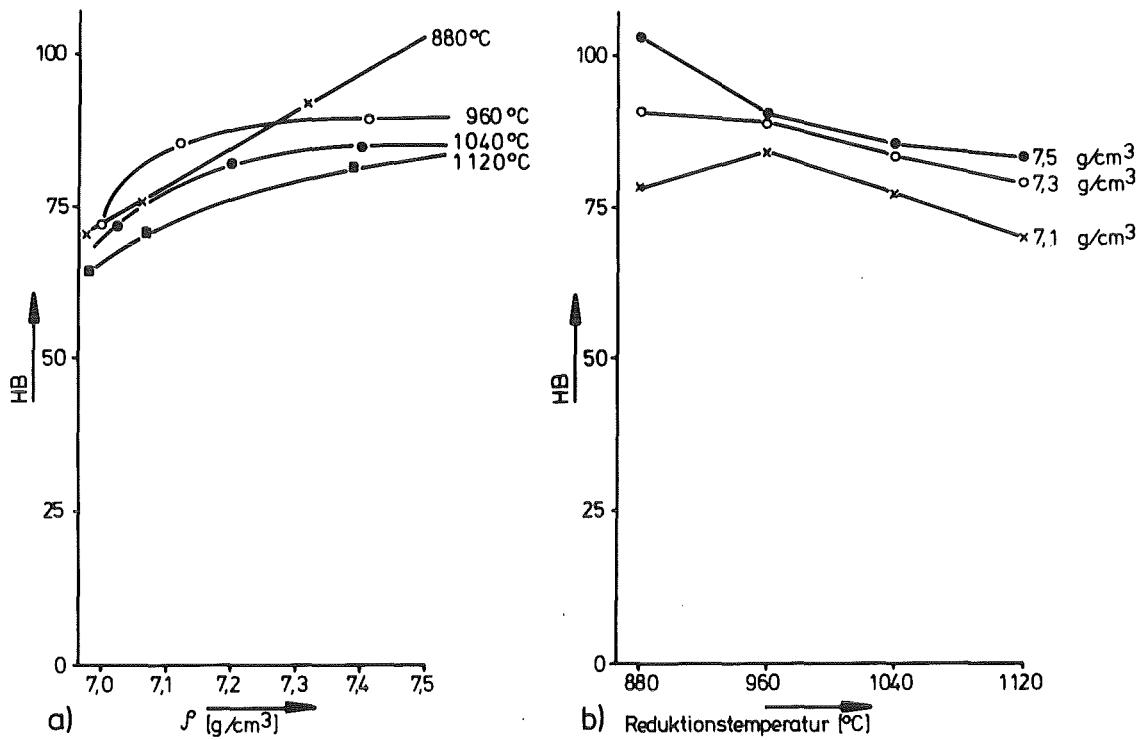


Bild 89: ASC-roh, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$:
 Härte HB als Funktion der Dichte (a) und der Reduktionstemperatur (b) ($t = 30 \text{ min}$)

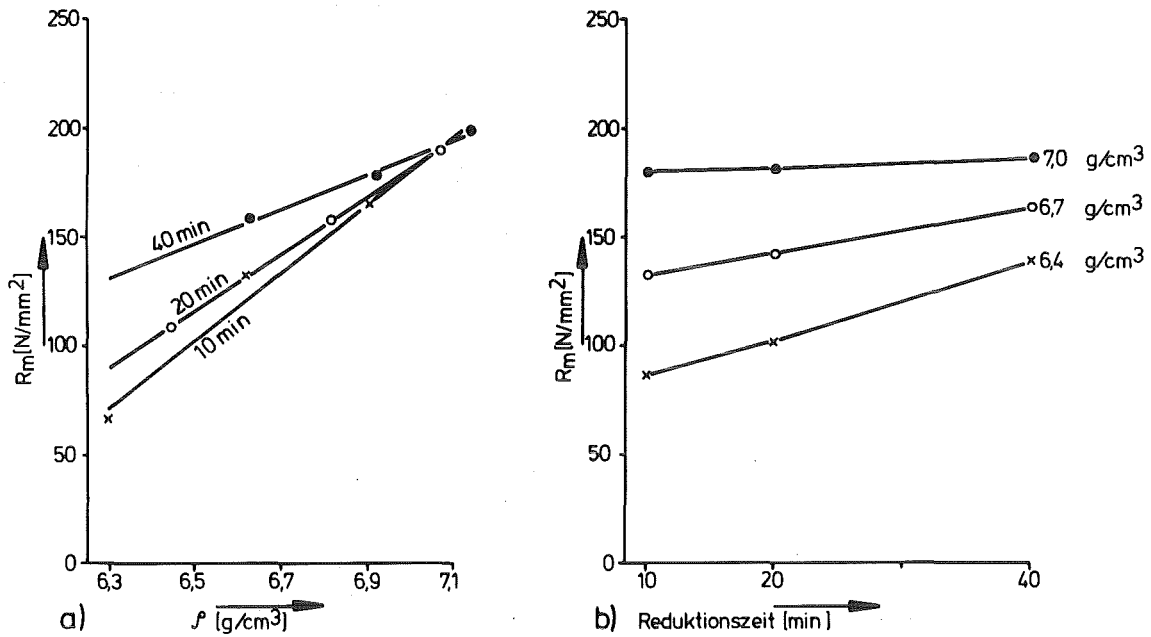


Bild 90: Eltrix-400, Einfachsintertechnik: Zugfestigkeit R_m als Funktion der Dichte (a) und der Reduktionszeit (b) ($T = 1080^\circ C$)

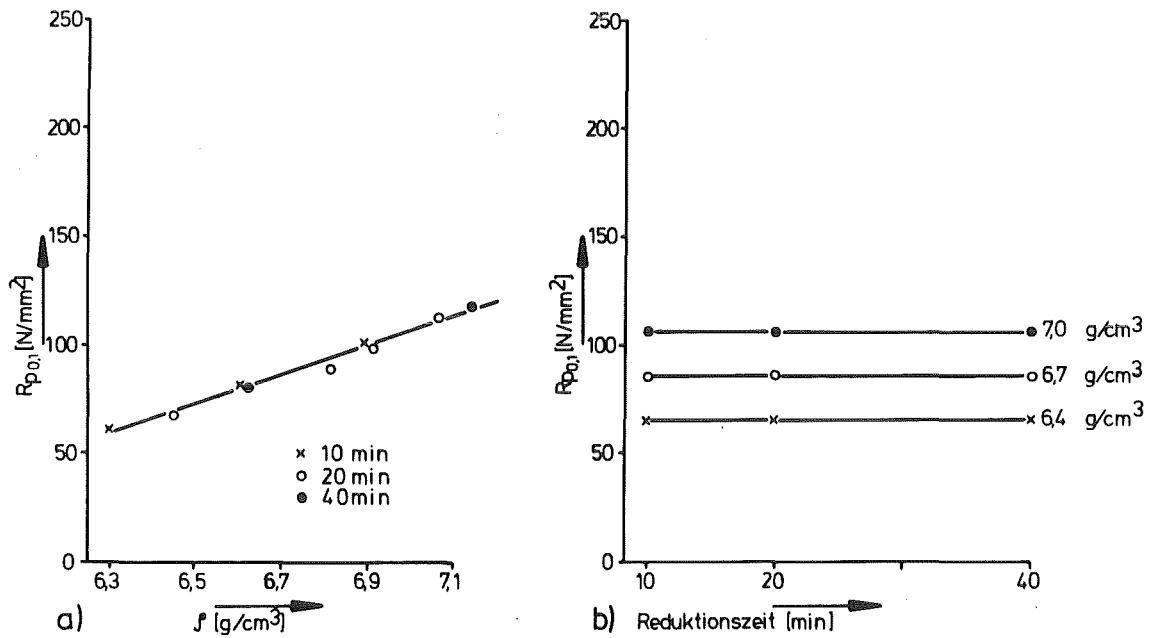


Bild 91: Eltrix-400, Einfachsintertechnik: 0,1 % Dehngrenze $R_{p0.1}$ als Funktion der Dichte (a) und der Reduktionszeit (b) ($T = 1080^\circ C$)

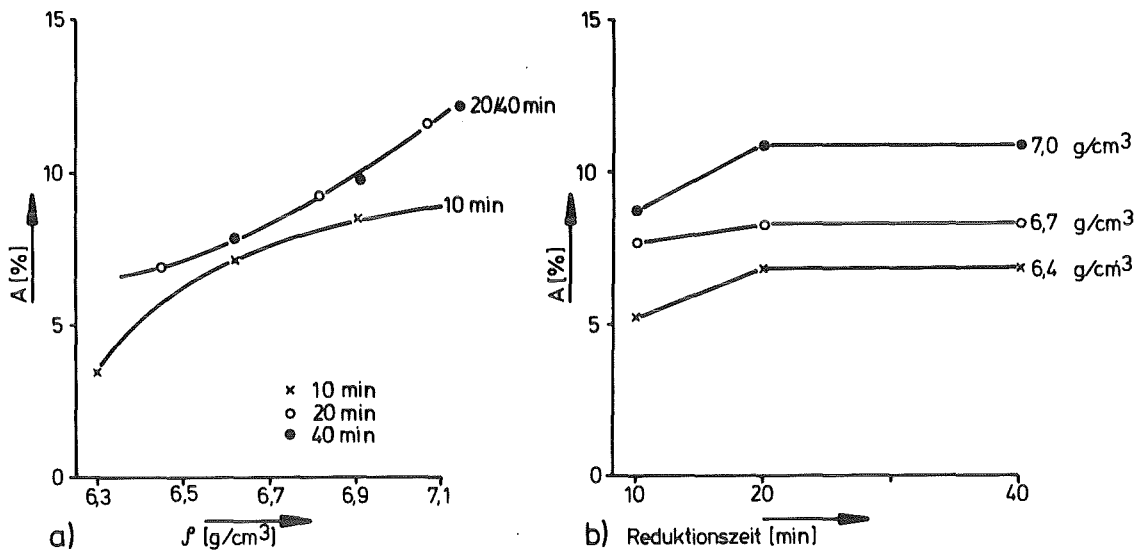


Bild 92: Eltrix-400, Einfachsinerttechnik: Bruchdehnung A als Funktion der Dichte (a) und der Reduktionszeit (b) ($T = 1080^{\circ} \text{C}$)

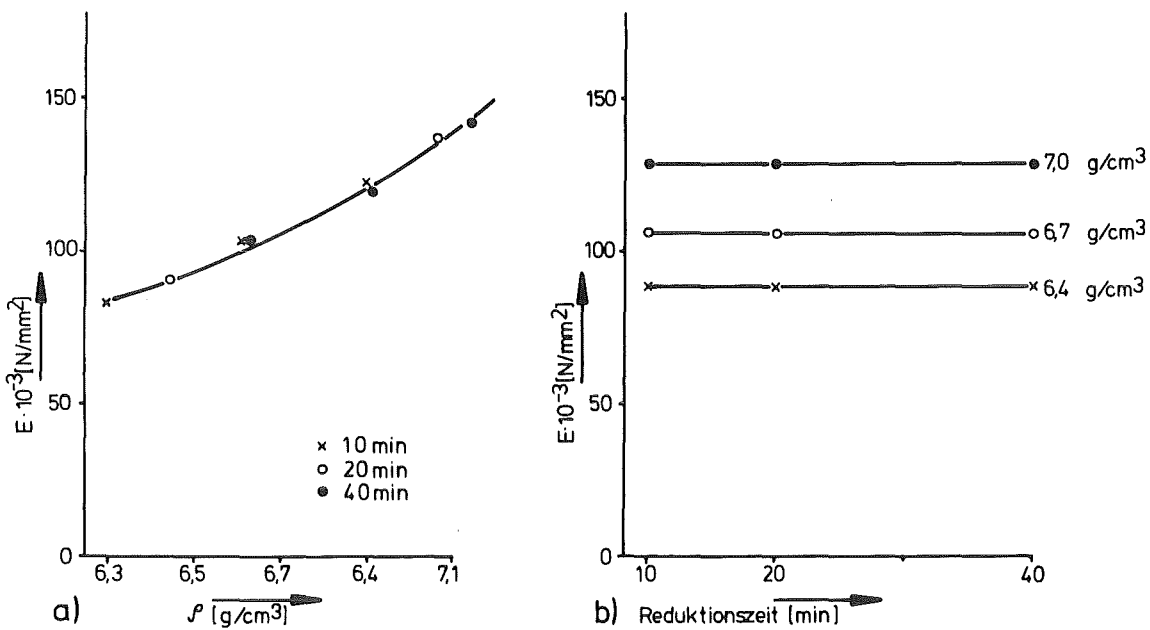


Bild 93: Eltrix-400, Einfachsinerttechnik: Elastizitätsmodul E als Funktion der Dichte (a) und der Reduktionszeit (b) ($T = 1080^{\circ} \text{C}$)

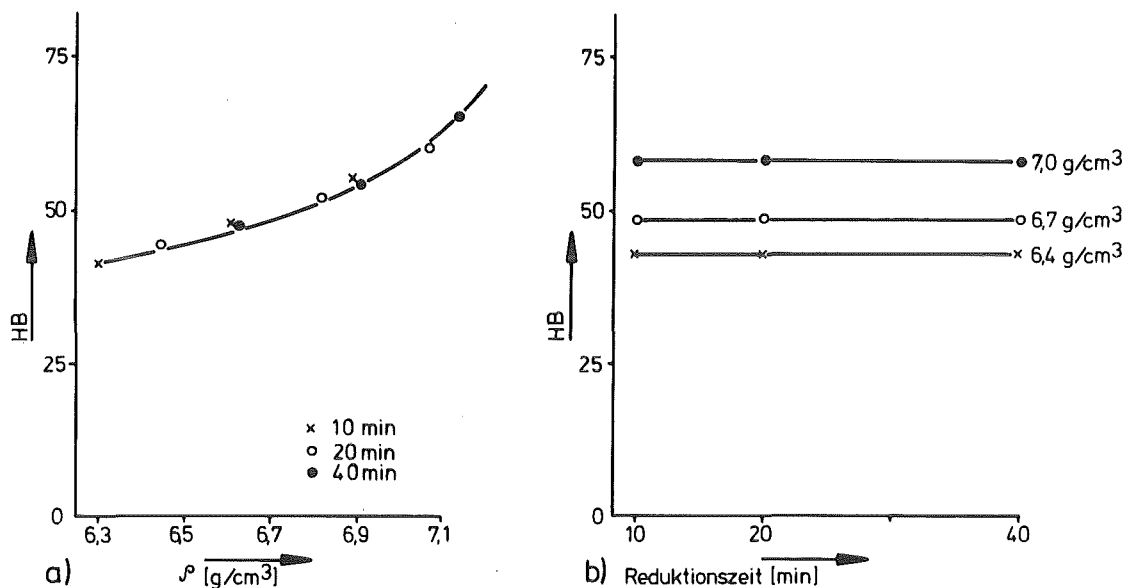


Bild 94: Eltrix-400, Einfachsintertechnik: Härte HB als Funktion der Dichte (a) und der Reduktionszeit (b) ($T = 1080^\circ \text{C}$)

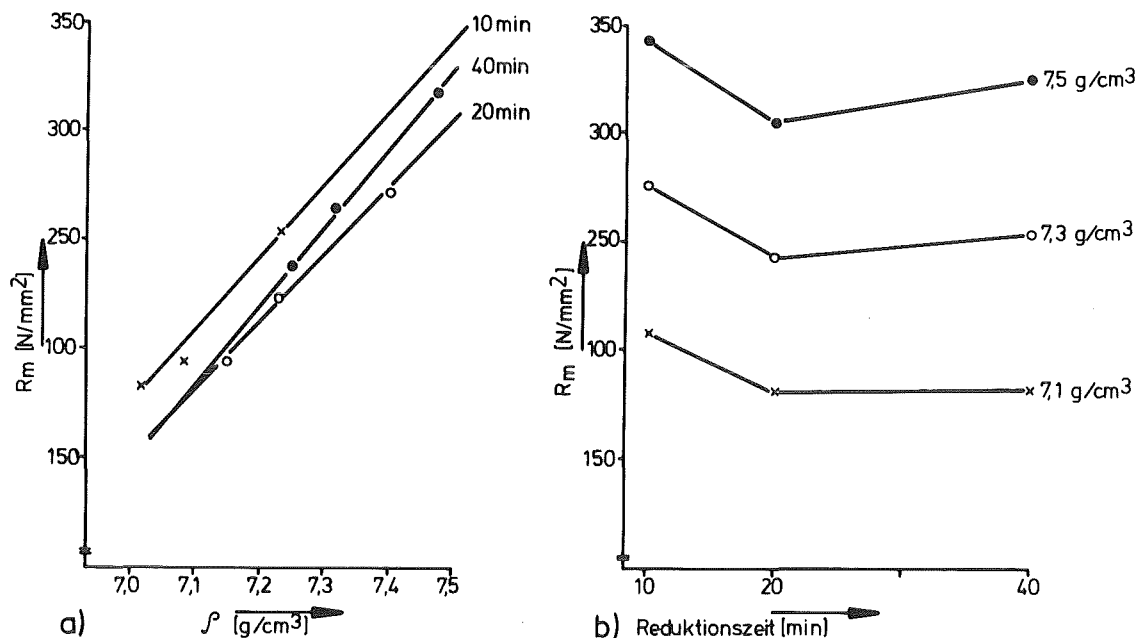


Bild 95: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$: Zugfestigkeit R_m als Funktion der Dichte (a) und der Reduktionszeit (b) ($T = 1080^\circ \text{C}$)

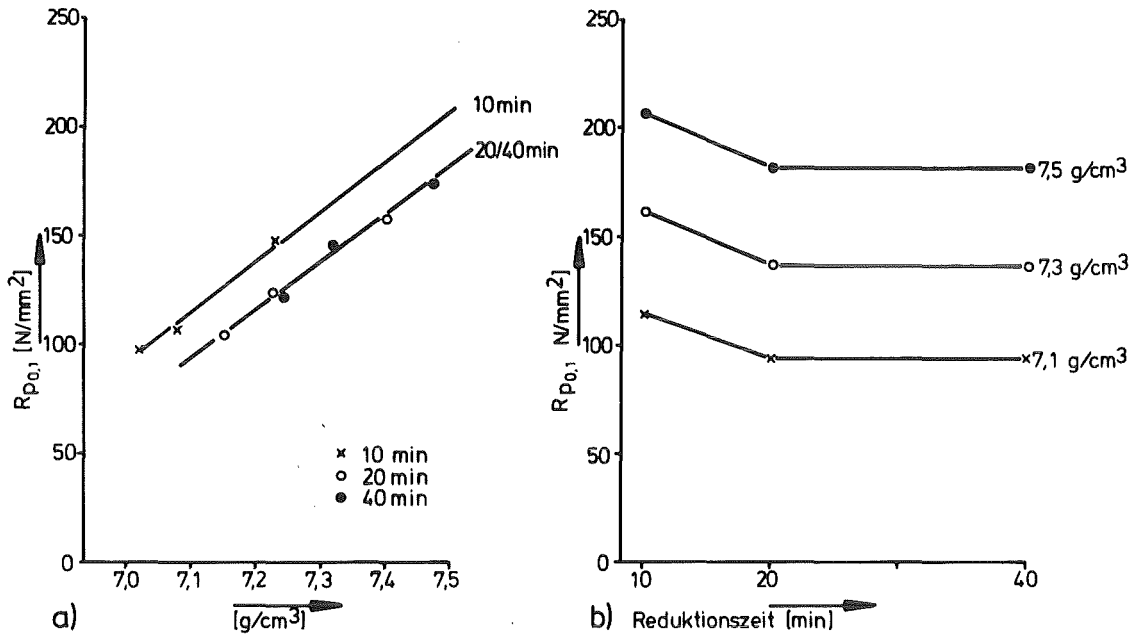


Bild 96: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$:
 0,1 % Dehngrenze $R_{p0.1}$ als Funktion¹ der Dichte (a)
 und der Reduktionszeit¹ (b) ($T = 1080^\circ \text{ C}$)

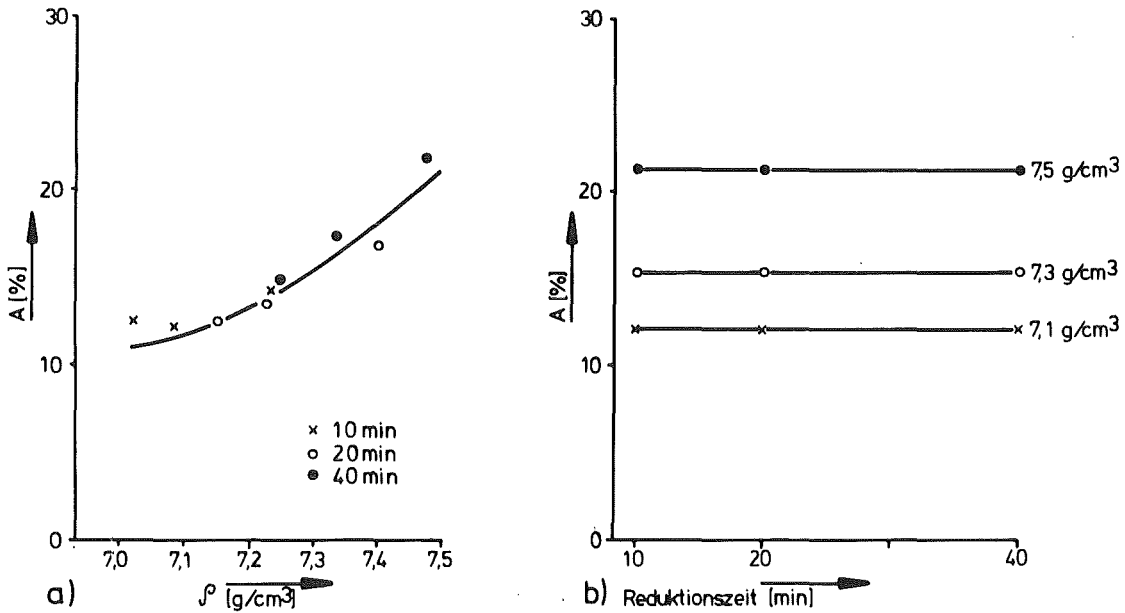


Bild 97: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$:
 Bruchdehnung A als Funktion der Dichte (a) und der
 Reduktionszeit (b) ($T = 1080^\circ \text{ C}$)

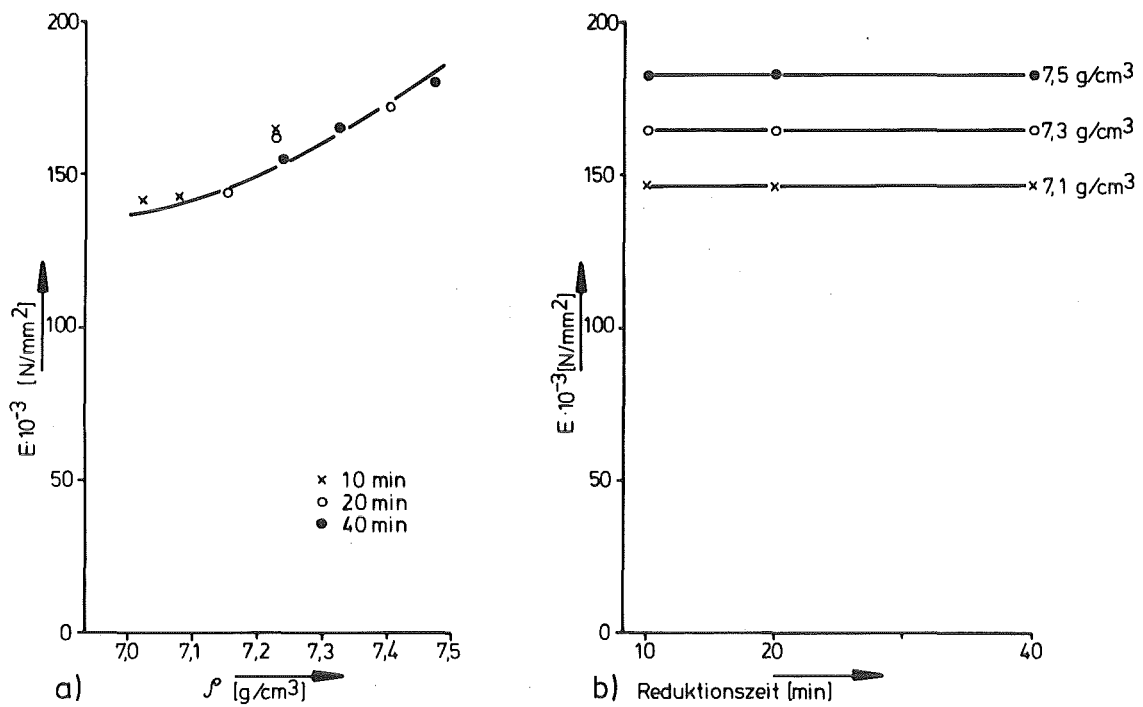


Bild 98: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$:
Elastizitätsmodul E als Funktion der Dichte (a) und
der Reduktionszeit (b) ($T = 1080^\circ \text{ C}$)

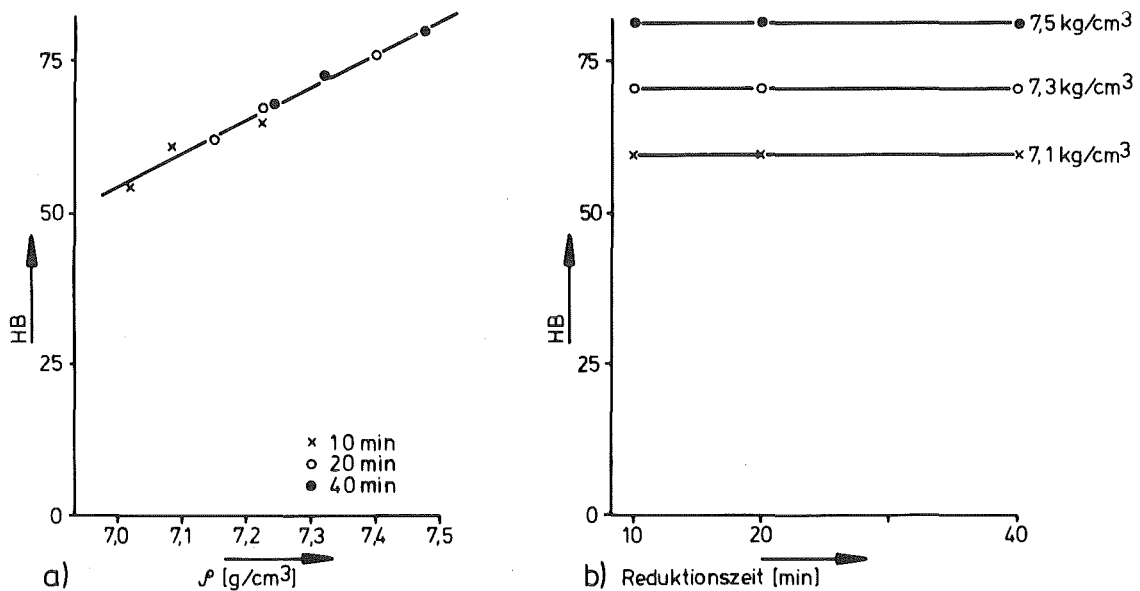


Bild 99: Eltrix-400, Zweifachsintertechnik, $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$:
Härte HB als Funktion der Dichte (a) und der Re-
duktionszeit (b) ($T = 1080^\circ \text{ C}$)

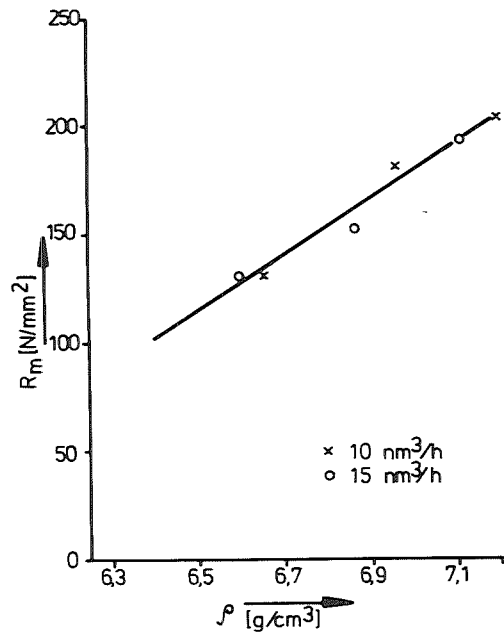


Bild 100: Eltrix-400, EST: Abhängigkeit der Zugfestigkeit R_m von der Dichte für verschiedene Schutzgasverbräuche
($T = 1080^\circ \text{C}$, $t = 30 \text{ min}$)

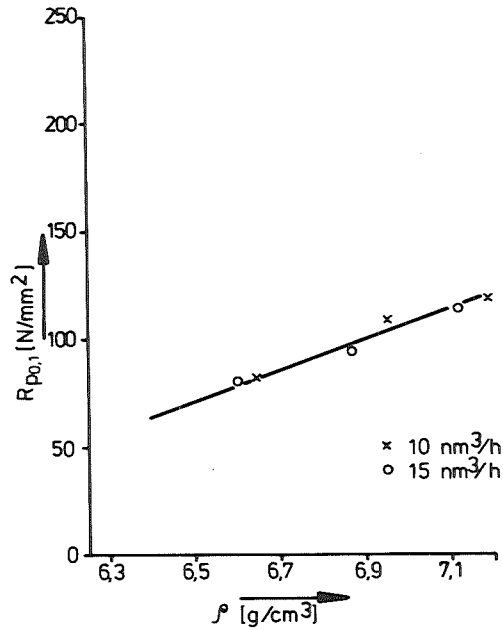


Bild 101: Eltrix-400, EST: Abhängigkeit der 0,1 % Dehngrenze $R_{p0.1}$ von der Dichte für verschiedene Schutzgasverbräuche
($T = 1080^\circ \text{C}$, $t = 30 \text{ min}$)

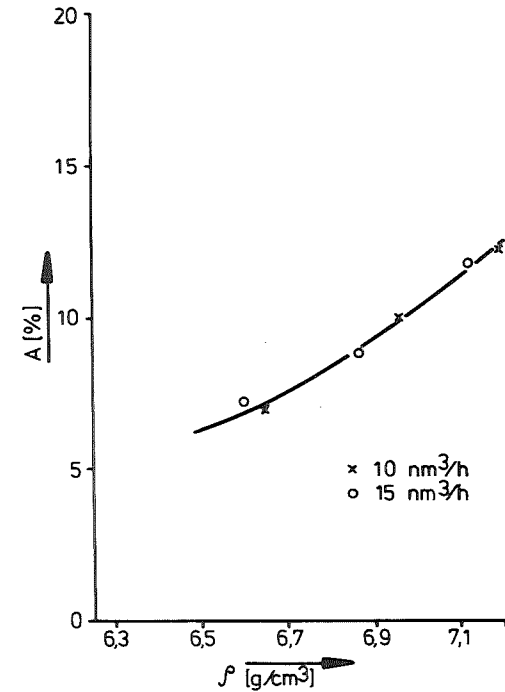


Bild 102: Eltrix-400, EST: Abhängigkeit der Bruchdehnung von der Dichte für verschiedene Schutzgasverbräuche
($T = 1080^\circ \text{C}$, $t = 30 \text{ min}$)

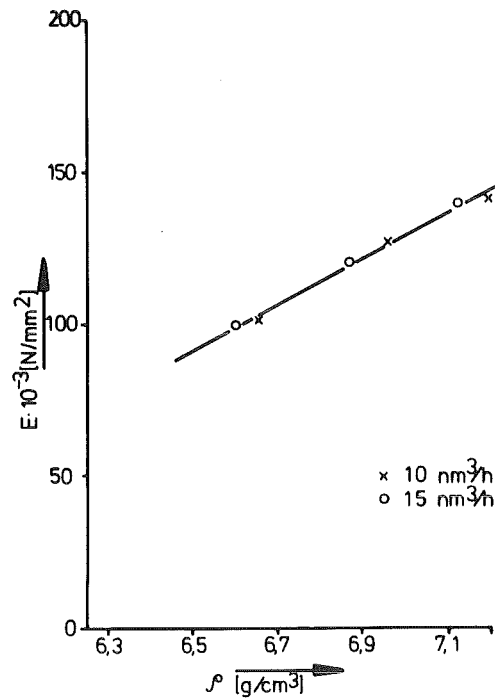


Bild 103: Eltrix-400, EST: Abhängigkeit des Elastizitätsmoduls E von der Dichte für verschiedene Schutzgasverbräuche ($T = 1080^\circ \text{C}$, $t = 30 \text{ min}$)

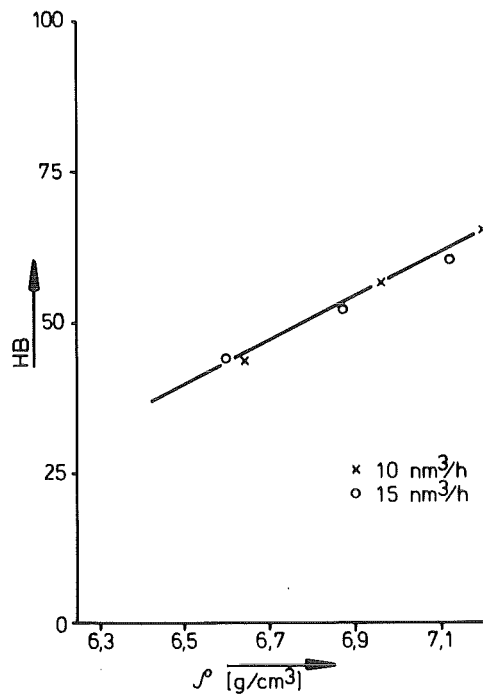


Bild 104: Eltrix-400, EST: Abhängigkeit der Härte HB von der Dichte für verschiedene Schutzgasverbräuche ($T = 1080^\circ \text{C}$, $t = 30 \text{ min}$)

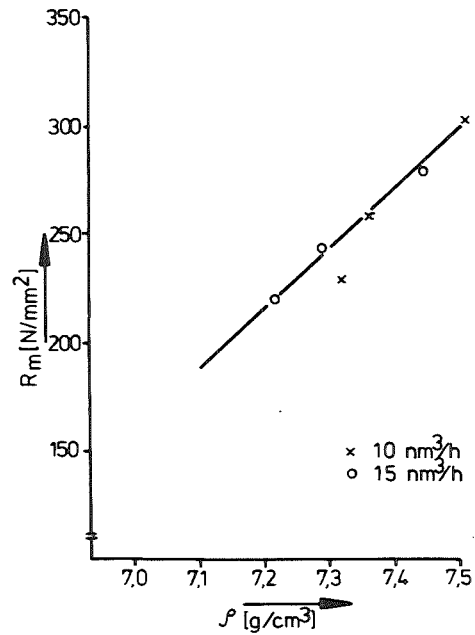


Bild 105: Eltrix-400, ZST, $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$: Zugfestigkeit R_m in Abhängigkeit von der Dichte ρ für verschiedene Schutzgasverbräuche ($T = 1080^\circ \text{ C}$, $t = 30 \text{ min}$)

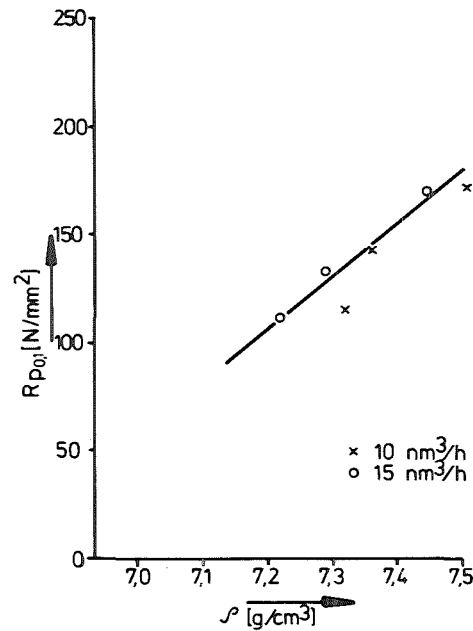


Bild 106: Eltrix-400, ZST, $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$: 0,1 % Dehngrenze $R_{p0.1}$ in Abhängigkeit von der Dichte ρ für verschiedene Schutzgasverbräuche ($T = 1080^\circ \text{ C}$, $t = 30 \text{ min}$)

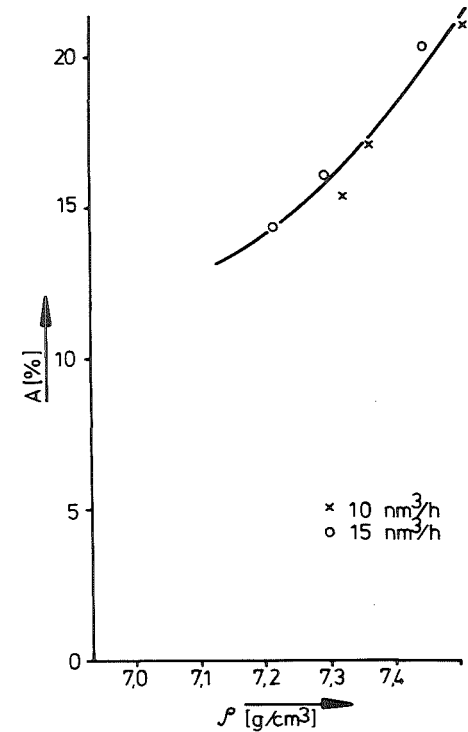


Bild 107: Eltrix-400, ZST, $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$: Bruchdehnung A in Abhängigkeit von der Dichte ρ für verschiedene Schutzgasverbräuche ($T = 1080^\circ \text{ C}$, $t = 30 \text{ min}$)

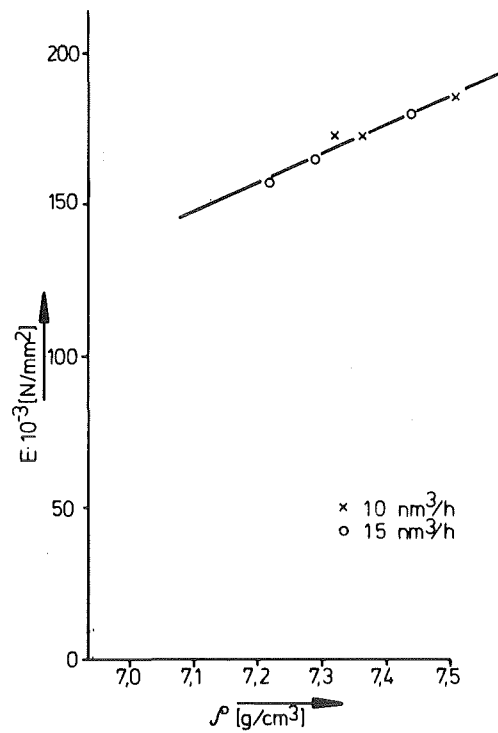


Bild 108: Eltrix-400, ZST, $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$: Elastizitätsmodul E in Abhängigkeit von der Dichte für verschiedene Schutzgasverbräuche ($T = 1080^\circ \text{ C}$, $t = 30 \text{ min}$)

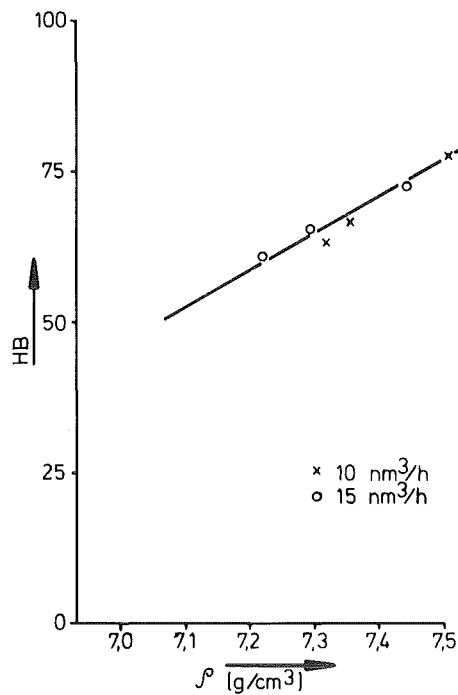


Bild 109: Eltrix-400, ZST, $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$: Härte HB in Abhängigkeit von der Dichte für verschiedene Schutzgasverbräuche ($T = 1080^\circ \text{ C}$, $t = 30 \text{ min}$)

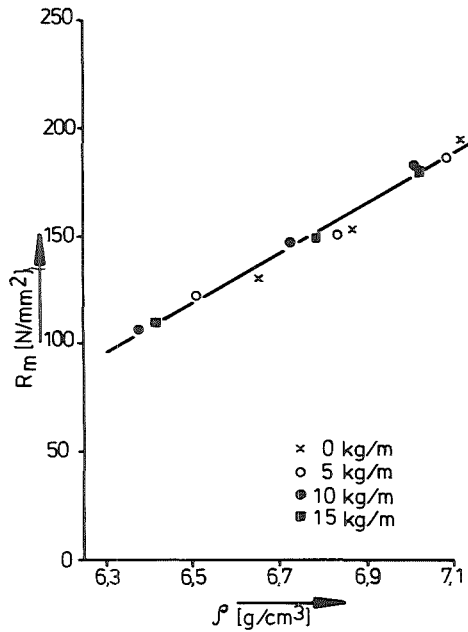


Bild 110: Eltrix-400, EST: Abhängigkeit der Zugfestigkeit von der Dichte für verschiedene Bandbeladungen
($T = 1080^\circ \text{C}$, $t = 30 \text{ min}$)

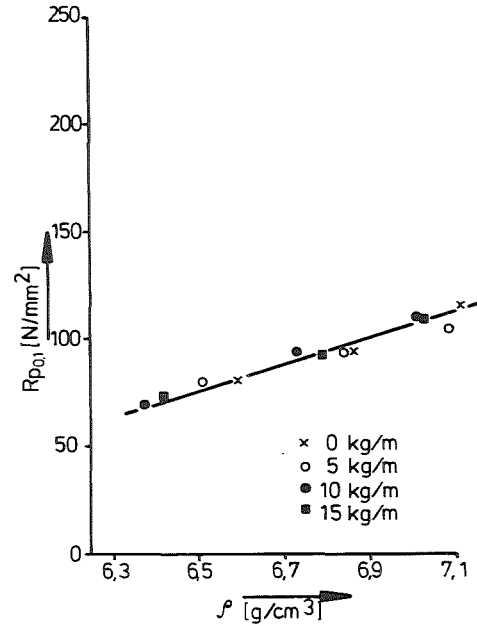


Bild 111: Eltrix-400, EST: Abhängigkeit der 0,1 % Dehngrenze von der Dichte für verschiedene Bandbeladungen
($T = 1080^\circ \text{C}$, $t = 30 \text{ min}$)

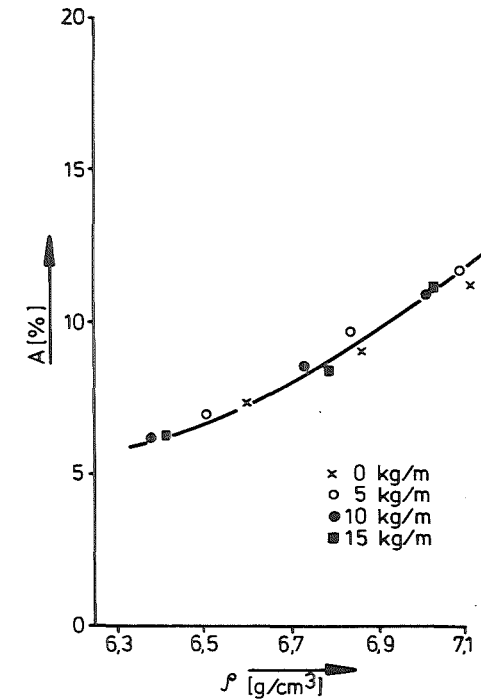


Bild 112: Eltrix-400, EST: Abhängigkeit der Bruchdehnung von der Dichte für verschiedene Bandbeladungen
($T = 1080^\circ \text{C}$, $t = 30 \text{ min}$)

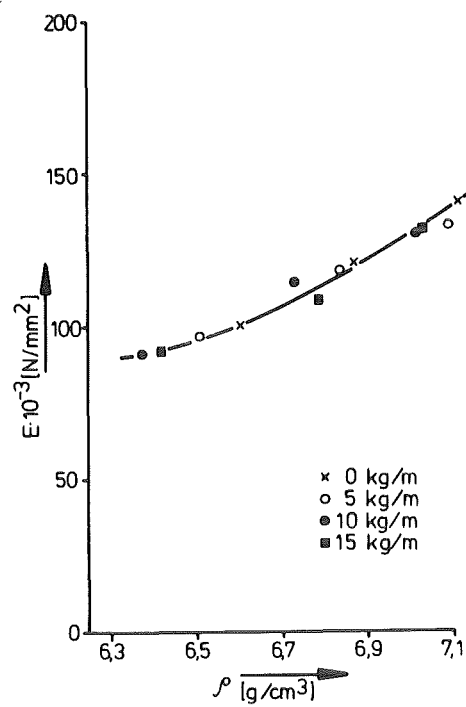


Bild 113: Eltrix-400, EST. Abhängigkeit des Elastizitätsmoduls von der Dichte für verschiedene Bandbelastungen ($T = 1080^\circ \text{C}$, $t = 30 \text{ min}$)

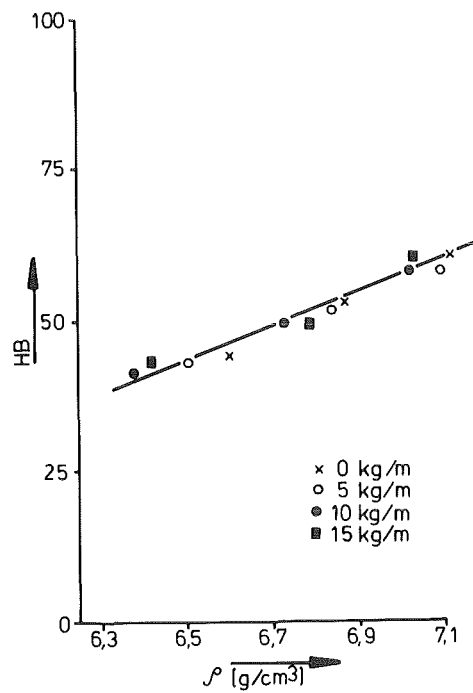


Bild 114: Eltrix-400, EST: Abhängigkeit der Härte von der Dichte für verschiedene Bandbelastungen ($T = 1080^\circ \text{C}$, $t = 30 \text{ min}$)

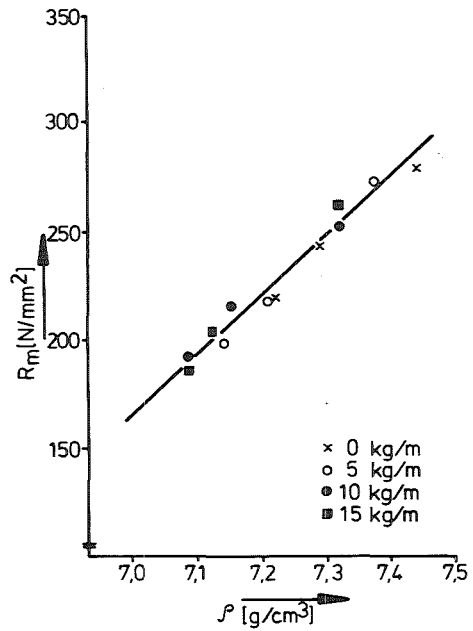


Bild 115: Eltfix-400, ZST, $P_1 = 60$ KN/cm²: Abhängigkeit der Zugfestigkeit von der Dichte für verschiedene Bandbelastungen. (T = 1080° C, t = 30 min)

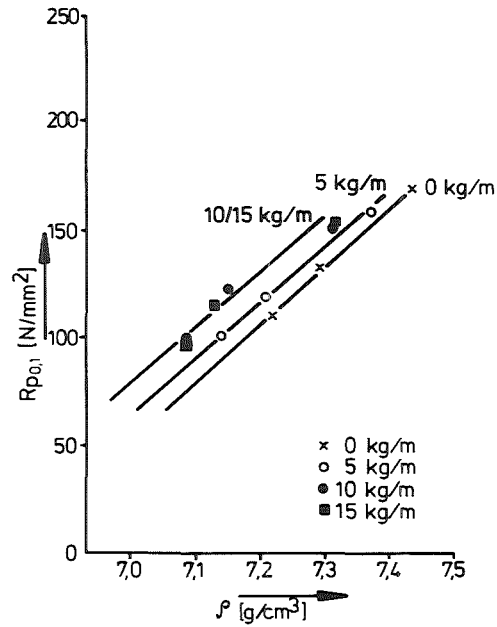


Bild 116: Eltfix-400, ZST, $P_1 = 60$ KN/cm²: Abhängigkeit der 0,1 % Dehngrenze von der Dichte für verschiedene Bandbelastungen. (T = 1080° C, t = 30 min)

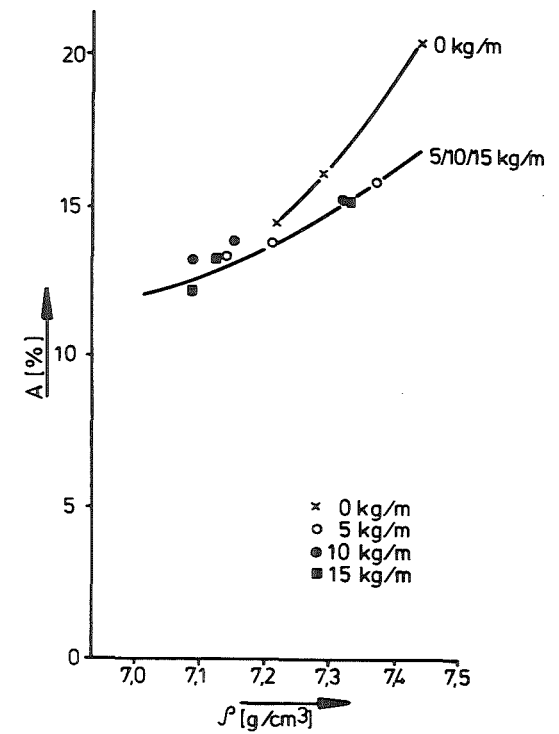


Bild 117: Eltfix-400, ZST, $P_1 = 60$ KN/cm²: Abhängigkeit der Bruchdehnung von der Dichte für verschiedene Bandbelastungen. (T = 1080° C, t = 30 min)

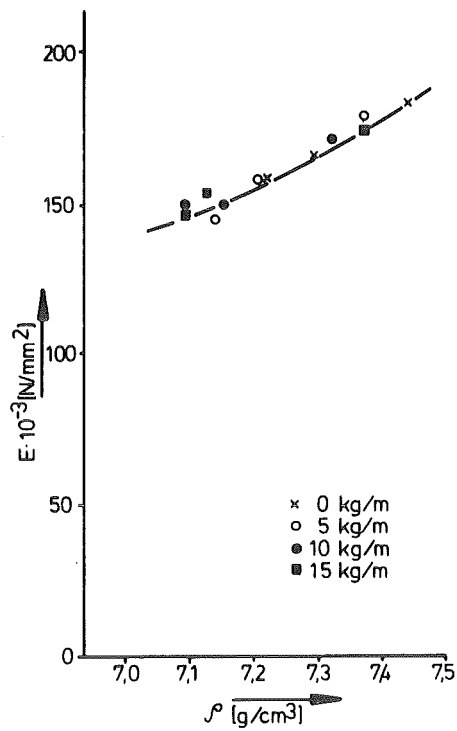


Bild 118: Eltrix-400, ZST, $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$: Abhängigkeit des Elastizitätsmoduls₁ von der Dichte für verschiedene Bandbelastungen ($T = 1080^\circ \text{ C}$, $t = 30 \text{ min}$)

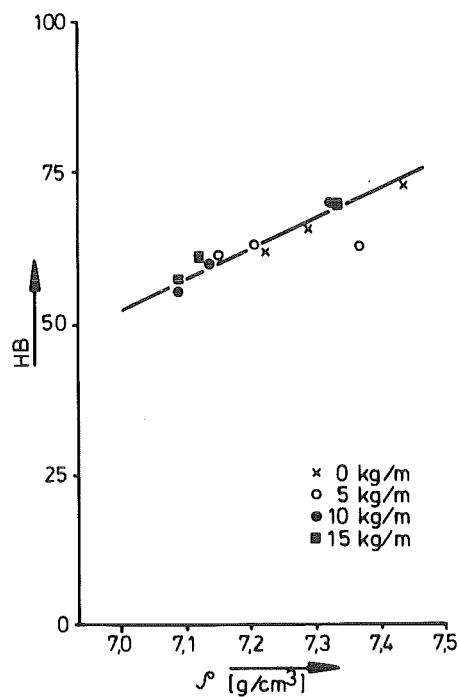


Bild 119: Eltrix-400, ZST, $P_1 = 60 \text{ KN/cm}^2$: Abhängigkeit der Härte von der Dichte für verschiedene Bandbelastungen ($T = 1080^\circ \text{ C}$, $t = 30 \text{ min}$)