



# Masterarbeit

## Herstellung von PM-Stahl mit druckwasserverdünsten C-Masteralloys

ausgeführt am Institut für  
Chemische Technologien und Analytik  
der Technischen Universität Wien

Unter der Anleitung von  
Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. Herbert DANNINGER  
und  
Univ. Ass. Dipl.-Ing. Dr. techn. Christian GIERL-MAYER

vorgelegt von  
Magdalena JETZINGER, 1255064  
Siebenbrunnenfeldgasse 12/24, 1050 Wien

Wien, März – Dezember 2017

# Danksagung

Bedanken möchte ich mich an dieser Stelle bei meinen Betreuern Prof. Herbert Danninger und Dr. Christian Gierl-Mayer für die Möglichkeit, meine Diplomarbeit am Institut für chemische Technologien und Analytik durchführen zu können, sowie für die Unterstützung bei der Durchführung der Versuche und dem Verfassen dieser Arbeit. Zudem möchte ich mich noch einmal recht herzlich bedanken, dass ich am 36. Hagener Symposium Pulvermetallurgie teilnehmen durfte. Die Eindrücke, die ich dort sammeln konnte, und das „Hineinschnuppern“ in die doch relativ große und eng verbundene pulvermetallurgische Community waren für mich sehr lehrreich und auch motivierend.

John J. Dunkley und der Atomising Systems Ltd., Sheffield danke ich für die Lieferung des druckwasserverdünsten Masteralloy-Pulvers, welches ich im Rahmen dieser Arbeit charakterisieren durfte.

Ebenso gilt mein Dank meinen Kollegen und Kolleginnen am Institut, insbesondere der Arbeitsgruppe Pulvermetallurgie, für die große Hilfsbereitschaft und die gute Arbeitsatmosphäre.

Abschließend möchte ich noch meiner Familie und meinem Freund danken, dafür, dass sie mich in jeder Lebenslage unterstützen und ich mich immer auf sie verlassen kann.

# Kurzfassung

Die Einführung des Kohlenstoffs erfolgt bei PM-Stählen üblicherweise durch die Beimischung von Graphit zum Eisenbasispulver. Diese Methode ist aber mit einigen Nachteilen behaftet, wie der möglichen Pulverentmischung oder dem Wegstauben („Dusting“) des Graphits. Zusätzlich wird vor allem bei hochdruckverpressten Werkstücken die erzielbare Pressdichte durch die niedrige Dichte des Graphits stark limitiert, da sich der Graphit beim Sintern auflöst und es zur Ausbildung von Sekundärporosität kommt.

Um diese Probleme zu umgehen, erfolgte in dieser Arbeit die Zugabe des Kohlenstoffs in Form von „C-Masteralloys“. Dabei wird der Kohlenstoff an Stelle des elementaren Graphits als im Eisenpulver eingelagerter Zementit ( $\text{Fe}_3\text{C}$ ) eingebracht, welcher einen Kohlenstoffgehalt von 6,7 Masse% aufweist. Da nur ein gewisser Prozentsatz des C-Masteralloys mit dem Eisenbasispulver vermengt werden muss, wird die Verpressbarkeit der Pulvermischung nur marginal beeinflusst.

Durch eine neue Methode des Wasserverdürens, die Ultra-Hochdruck-Wasserverdüsung, konnte das C-Masteralloypulver in der gewünschten Größe und Form hergestellt werden. Das Pulver wurde anschließend diversen Wärmebehandlungen unterzogen, wodurch weitere Verbesserungen in Bezug auf Festigkeit und Härte der hergestellten Werkstücke erzielt werden konnten.

Im Rahmen dieser Masterarbeit werden die Eigenschaften von Sinterstählen Fe-0,6%C aus C-Masteralloys mit einer entsprechenden Referenz, die über den Standardprozess der Graphit-Beimischung hergestellt worden ist, verglichen. Es zeigte sich, dass mit dem C-Masteralloy trotz geringfügig schlechterer Verpressbarkeit bessere Materialeigenschaften erzielt werden konnten.

**Stichwörter:** C-Masteralloy, Wasserverdüsung, Sinterung, Kohlenstoffdiffusion

# Abstract

The standard process to introduce carbon into PM steels is to admix fine graphite to the base ferrous powder. However, this method encounters some drawbacks, namely powder segregation during mixing and dusting of the fine graphite during the filling process. Moreover, the volume requirement of the added graphite is obstructive when pressing to very high relative densities. If the graphite is dissolved in the iron matrix during sintering, pores will remain at these points (secondary porosity), that limit the theoretical density of the compact.

In this work the carbon was introduced via C-masteralloys, to avoid the problems mentioned above. Instead of admixing the graphite to the iron base powder, in the C-masteralloy the carbon is present as cementite  $\text{Fe}_3\text{C}$ , which has a carbon content of 6.7 mass%. Since only a limited percentage of the C-masteralloy is mixed with the base powder, the effect on compressibility is marginal.

Through a new method of water atomisation, the ultra-high pressure water atomisation, C-masteralloys were produced in the desired size and shape. Proper heat treatment of the powder resulted in better properties (tensile strength and hardness) of the sintered material compared to conventional produced Fe-C steels.

This work compares the behaviour of Fe-0.6%C produced by standard techniques with the C-masteralloy approach. It is shown that although the compressibility differs slightly, the material properties reach better results for the C-masteralloy approach.

**Keywords:** masteralloy, water atomisation, sintering, carbon diffusion

# Inhaltsverzeichnis

<b>1</b>	<b>Einführung und Zielsetzung.....</b>	<b>1</b>
<b>2</b>	<b>Grundlagen.....</b>	<b>3</b>
2.1	Allgemeines zur Pulvermetallurgie .....	3
2.2	Pulverherstellung.....	5
2.2.1	Druckwasserverdüsung.....	5
2.3	Pulvervarianten .....	8
2.4	Wärmebehandlungen.....	12
2.4.1	Wärmebehandlung des C-Masteralloypulvers .....	13
2.4.2	Sintern von Eisen-Kohlenstoff Presslingen.....	16
<b>3</b>	<b>Durchführung.....</b>	<b>18</b>
3.1	Verwendete Pulver .....	18
3.1.1	ASC 100.29.....	18
3.1.2	C-Masteralloy .....	18
3.1.3	Naturgraphit (UF 4).....	19
3.1.4	Hoechst Wachs C .....	19
3.2	Wärmebehandlungen des Pulvers .....	20
3.2.1	Weichglühung (900° C für 1 h unter N <sub>2</sub> ) .....	20
3.2.2	Rekristallisationsglühung (600° C für 1 h unter H <sub>2</sub> ) .....	21
3.2.3	Versuche zur Optimierung der Weichglühung .....	21
3.2.4	Dilatometer-Messungen .....	25
3.3	Charakterisierung der Pulver.....	27
3.3.1	REM Aufnahmen.....	27
3.3.2	O-Analyse.....	27
3.3.3	C-Analyse.....	28

3.3.4	Metallographie .....	28
3.3.5	Pulverschleife .....	29
3.3.6	Mikrohärtebestimmung.....	30
3.4	Herstellung und Charakterisierung der Pulvermischungen Fe-0,6%C .....	30
3.4.1	Fließfähigkeit.....	31
3.4.2	Füllichte.....	32
3.4.3	Ausstoßwiderstand .....	33
3.5	Matrizenpressen der Pulver .....	34
3.5.1	Zugprobenwerkzeug nach DIN EN ISO 2740 (24) (für 600 MPa Pressung)	35
3.5.2	Hochdruckwerkzeug (für 1200 MPa Pressung).....	36
3.6	Wärmebehandlung der Presslinge.....	37
3.6.1	Entwachsen .....	37
3.6.2	Sintern .....	38
3.7	Zugversuch .....	40
3.8	Charakterisierung der Zugfestigkeitsproben.....	42
3.8.1	Metallographie .....	42
3.8.2	Lichtmikroskopie .....	42
3.8.3	Mikrohärte .....	43
3.8.4	Vickershärte .....	43
3.8.5	C-Analyse.....	44
<b>4</b>	<b>Ergebnisse .....</b>	<b>45</b>
4.1	Wärmebehandlungen.....	45
4.1.1	Optimierung der Wärmebehandlung.....	45
4.1.2	Dilatometer-Messungen .....	50
4.2	Charakterisierung der Pulver.....	59
4.2.1	REM-Aufnahmen .....	59
4.2.2	O-Analyse.....	61

4.2.3	C-Analyse.....	62
4.2.4	Pulverschleife .....	63
4.2.5	Mikrohärte .....	65
4.3	Charakterisierung der Pulvermischungen.....	66
4.3.1	Fließfähigkeit.....	66
4.3.2	Füllichte.....	68
4.3.3	Ausstoßwiderstand .....	69
4.4	Dichtebestimmungen .....	72
4.4.1	Gründichte .....	72
4.4.2	Sinterdichte .....	74
4.5	Zugversuch .....	76
4.6	Charakterisierung der Zugfestigkeitsproben.....	80
4.6.1	Lichtmikroskopie .....	80
4.6.2	Mikrohärte .....	89
4.6.3	Vickers-Makrohärte .....	91
4.6.4	C-Analyse.....	93
<b>5</b>	<b>Zusammenfassung.....</b>	<b>95</b>

# 1 Einführung und Zielsetzung

Das am häufigsten verwendete Legierungselement in der Eisenpulvermetallurgie ist der Kohlenstoff. Durch ihn erhalten Präzisionsteile ihre erhöhte Festigkeit und Härte (1), da der Kohlenstoff bei gegebenem Massenanteil die Eisenmatrix viel stärker verfestigt, als es metallische Legierungszusätze zu tun vermögen (2).

Die Einführung des Kohlenstoffs erfolgt üblicherweise durch Beimischung von feinem Graphit zum reinen Eisenpulver, welcher sich während des späteren Sintervorganges in der Matrix löst (1). Dafür sind Temperaturen deutlich über dem Fe-C-Eutektoid nötig. Dieses würde im thermodynamisch stabilen System Eisen-Graphit bei ca. 750° C liegen, es hat sich aber gezeigt, dass eine nennenswerte Auflösung des Graphits in Fe-0,8%C Presslingen erst bei Temperaturen über 900° C erfolgt (3).

Außerdem nimmt Graphit mit einer Dichte von ca. 2,26 g cm<sup>-3</sup> (4) im Pressling verhältnismäßig viel Volumen im Vergleich zum Eisen (7,86 g cm<sup>-3</sup>) ein, was die maximal erreichbare Pressdichte, die theoretische Dichte der Mischung, herabsetzt. Löst sich der Graphit beim Sintern, bleiben an seiner Stelle Sekundärporen zurück. Dieser Effekt limitiert vor allem bei hochdruckverpressten Proben die erzielbare Dichte des Werkstücks massiv. Zusätzlich kommt es durch den großen Unterschied in Dichte und Partikelgröße zwischen Graphit und Eisen während der Verarbeitung leicht zur Entmischung der Pulver und zum Wegstauben („Dusting“) des feinen und leichten Graphits.

Um diese Probleme zu umgehen, erfolgte in dieser Arbeit die Zugabe des Kohlenstoffs in Form von „C-Masteralloys“. Dabei wird dem Eisenpulver an Stelle des elementaren Graphits ein Eisen-Zementit (Fe<sub>3</sub>C)-Verbundpulver zugegeben, wobei der Zementit einen Kohlenstoffgehalt von 6,7 Masse% aufweist. Da nur ein gewisser Prozentsatz des C-Masteralloys mit dem Eisenbasispulver vermengt wird, wird die Verpressbarkeit nur marginal beeinflusst (2). Zudem besitzt Zementit eine Dichte von 7,69 g cm<sup>-3</sup>, wodurch die theoretische Dichte nur mehr durch evtl. zugegebene Presshilfsmittel limitiert wird (4), und auch das Löseverhalten des Zementits im Eisen übersteigt jenes des Graphits (3).

Durch eine neue Methode des Wasserverdüsens, die Ultra-Hochdruck-Wasserverdüsung, konnte das C-Masteralloypulver in der gewünschten Größe und Form hergestellt werden (4). Das Pulver wurde im Rahmen dieser Masterarbeit noch verschiedenen Wärmebehandlungen unterzogen, und die Eigenschaften von Sinterstahl Fe-0,6%C aus C-Masteralloy wurden mit einer entsprechenden Referenz, die nach dem üblichen Verfahren durch die Beimischung von Graphit (UF4) zum Eisenpulver hergestellt wurde, verglichen. Die erhaltenen Ergebnisse werden beschrieben und diskutiert; die Einzelresultate sind im Anhang angeführt.

## 2 Grundlagen

### 2.1 Allgemeines zur Pulvermetallurgie

Durch die Pulvermetallurgie können viele in der Schmelzmetallurgie anfallende Beschränkungen umgangen werden, wodurch sie sich in den letzten Jahrzehnten einen festen Platz in der Technik sichern konnte. Sie zeichnet sich durch eine Vielfalt an einsetzbaren Werkstoffen kombiniert mit einer Vielzahl an möglichen Verfahren aus (5). Durch die immer komplexer werdenden Anforderungen an Werkstoffe im Zuge der technischen Entwicklung wird die Bedeutung der Pulvermetallurgie auch in Zukunft noch stetig weiter wachsen, die Schmelzmetallurgie wird sie aber aus gegenwärtiger Sicht zumindest im Bereich der Präzisionsteile nicht verdrängen, da die Pulver, die komplex aufgebauten Presswerkzeuge und teilweise auch die Sinteranlagen (einschließlich der Schutzgase und Vakua) relativ teuer sind und auch die Leistungsfähigkeit beim Pressen nicht beliebig gesteigert werden kann. Allgemein lohnt sich der Einsatz von Sinterbauteilen vor allem bei komplizierten Werkzeuggestalten, hohen Genauigkeitsanforderungen und teuren Werkstoffen in einer gewissen Mindestlosgröße (6).

Die Einteilung der Pulvermetallurgie erfolgt in zwei große Gebiete. Dies wären zum einen die pulvermetallurgischen Werkstoffe, zum anderen die Formteile.

Unter den **pulvermetallurgischen Werkstoffen** versteht man Materialien, die nur über die pulvermetallurgische Route hergestellt werden können, nicht aber durch schmelzmetallurgische Verfahren. Zu nennen wäre hier z.B. das Hartmetall; das Wolframcarbidgebiet und die Kobalt-Binderphase würden sich beim Erhitzen entmischen bzw. würde das WC nicht schmelzen, sondern sich zersetzen. Aber auch Werkstoffe mit gesteuerter Porosität fallen in diese Sparte.

Die zweite große Linie in der Pulvermetallurgie sind die **Formteile**. Diese zeichnen sich durch komplizierte Geometrien, geometrische Präzision und ausgezeichnete Oberflächenqualität aus. Außerdem können diese in großer Stückzahl und mit hoher Materialausnutzung hergestellt werden, was sie vor allem für die Automobilindustrie lukrativ macht. Als bekannter Vertreter der PM-Formteile sei das Zahnriemenrad für den Nockenwellenantrieb in Automotoren hier angeführt (5).

Der pulvermetallurgische Herstellungsprozess gliedert sich in die Pulverherstellung, die Formgebung des Pulvers und die Wärmebehandlung.

Ein mögliches Verfahren zur **Pulverherstellung** ist das Verdüsen von Metallschmelzen durch Flüssigkeiten (z.B. Wasser) oder Gase (7). Außerdem können die Pulver durch Reduktionsverfahren mit festen Stoffen (z.B. Höganäs-Verfahren) oder durch elektrochemische Abscheidung hergestellt werden (8).

Auch bei der **Formgebung** gibt es viele verschiedene Möglichkeiten. Als äußerst wirtschaftliches Verfahren ist hier vor allem das Matrizenpressen zu nennen, aber auch das Pulverspritzgießen und das kaltisostatische Pressen zählen zu den bereits gut etablierten Verfahren.

Auf die Formgebung folgt die **Wärmebehandlung**, die meist in Form einer Sinterung durchgeführt wird. Zusätzlich stellen aber auch das heißisostatische Pressen und das Schmieden mögliche Verfahren dar.

Oft werden anschließend noch diverse Folgearbeitgänge zum Erzielen bestimmter Werkstoffeigenschaften oder zum Erreichen gewisser Maßtoleranzen durchgeführt (7).

## 2.2 Pulverherstellung

### 2.2.1 Druckwasserverdüsung

Eine der industriell bedeutendsten Methoden, um Metallpulver herzustellen, ist die Verdüsung einer Metallschmelze durch Wasser (7).

Am Beginn einer solchen Druckwasserverdüsung steht die Herstellung einer Schmelze des entsprechenden Metalls (inkl. diverser Legierungselemente), welches verdüst werden soll. Diese Schmelze wird überhitzt (6) und passiert anschließend eine Keramikdüse im Boden des Eingießtrichters (siehe *Abbildung 2*). Dort strömt sie dann im einfachsten Fall im freien Fall senkrecht nach unten, bis sie kurz darauf auf den auf die Schmelze gerichteten Hochdruckwasserstrahl trifft. Dieser tritt zumeist aus einer konzentrisch angeordneten Ringdüse unter einem Winkel von ca. 30° aus (7). Durch den Wasserstrahl kommt es zur Zerstäubung des Schmelzstrahls, und die entstehenden Tröpfchen erstarren noch in der Bewegung im Verdüsungsbehälter (6). Es besteht auch die Möglichkeit, zwei bis vier Einzeldüsen an Stelle der Ringdüse zu verwenden (7).

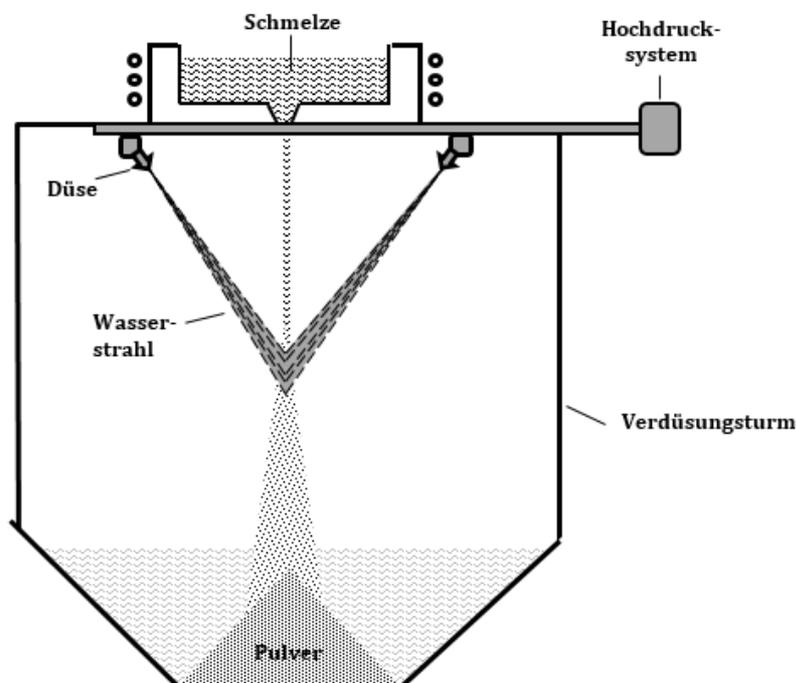


Abbildung 1: Druckwasserverdüsung<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Univ. Ass. Dipl.-Ing. Dr. techn. Christian Gierl-Mayer

Der Arbeitsdruck bei der konventionellen Druckwasserverdüsung kann im Bereich von 3 bis 50 MPa gewählt werden, in technischen Anlagen herrschen meist Drücke zwischen 10 und 20 MPa vor (6). Die verdüsten Pulver weisen eine recht unregelmäßige, spratzige Gestalt auf. Dies ist zum einen auf die rasche Erstarrung der Metall-Tröpfchen zurückzuführen, wodurch den entstehenden Partikeln nicht genügend Zeit bleibt, sich unter Einfluss ihrer Oberflächenspannung zu Kugeln zusammenzuziehen (7). Zum anderen trägt auch die Sauerstoffaufnahme beim Verdüsen durch Wasser maßgeblich dazu bei. Oxidierte Oberflächen haben eine deutlich niedrigere Oberflächenenergie als metallische (ca. 2 Größenordnungen), die Triebkraft, Kugeln auszubilden, ist somit geringer (9).

Die mittlere Partikelgröße wird maßgeblich von zwei Faktoren bestimmt: Dem Wasserdruck und der Überhitzung der Schmelze. Je höher der Verdüsungsdruck gewählt wird, desto höher ist auch die Geschwindigkeit, mit der das Wasser auf die Metallschmelze trifft, und so auch der Feinanteil des resultierenden Pulvers. Grob gilt, dass eine Verdopplung des Wasserdrucks die mittlere Partikelgröße um ca. 40 % senkt. Außerdem führen heißere Schmelzen auf Grund der niedrigeren Viskosität und Oberflächenspannung zu feineren Pulvern (7).

Im Gegensatz zur Wasserverdüsung weisen gasverdüste Pulver eher sphärische Partikel (10) und allgemein höhere Schüttdichten auf (11). Bei der Verwendung von Inertgasen können außerdem niedrigere Sauerstoffgehalte erzielt werden als bei der Druckwasserverdüsung (10). Die Produktionskosten von inertgasverdüsten Pulvern übersteigen die von wasserverdüsten Pulvern jedoch bei weitem (11). Wird nun der Druck bei der Wasserverdüsung höher gewählt (Ultra-Hochdruck-Wasserverdüsung, z.B. 70 MPa (12)), können jedoch auch hier nahezu kugelförmige Partikel erzeugt werden. Durch den hohen Druck wird der Schmelzstrahl zu dementsprechend feineren Partikeln zerstäubt, die sich unter dem Einfluss der Oberflächenspannung schneller zusammenziehen können (11).

Prinzipiell muss eine Wasserverdüsungsanlage entweder unter Stickstoff gesetzt oder mit viel Luft gespült werden, da es beim Kontakt der frisch geschaffenen Metalloberfläche mit dem Verdüsungswasser zur Oxidation des Pulvers bzw. zur Zerlegung der Wassermoleküle kommt. Die Freisetzung von Wasserstoff ist die Folge.

Wird dessen Anteil nicht unter der Zündgrenze von ca. 5% gehalten, kommt es zur Knallgasreaktion.

Auf die Verdüsung folgt die Glühung des Pulvers unter Wasserstoff oder in gespaltenem Ammoniak (75% N<sub>2</sub>, 25% H<sub>2</sub>) bei 800 - 900° C im Durchlaufofen (7) (Hubbalkenofen, Förderbandofen (6)). Dadurch wird seine feinkörnige Struktur vergrößert und somit ein weicherer Pulver erzielt (9). Auch die Oberflächenoxide, die sich bei der Verdüsung gebildet haben, werden bei der Glühung reduziert. Es kommt zur Verminderung des Sauerstoffgehalts des Pulvers von ca. 1 Masse% auf Werte unter 0,1 Masse%, Kohlenstoffreste gehen dabei in Form von CO weg. Da während des Reduktionsglühens die feinen, druckwasserverdünnten Pulverteilchen etwas zusammensintern, werden sie anschließend noch schonend aufgemahlen (um möglichst wenig Kaltverfestigung einzubringen) und gesiebt.

Neben Eisen können unter anderem auch niedrig legierte Stähle, rostfreie Stähle und hochlegierte Werkzeugstähle wasserverdünnt werden. Wichtig ist nur, dass die Oxide aus der Verdüsung wirtschaftlich reduziert werden können (7). Die konventionellen Legierungselemente der Pulvermetallurgie, wie Cu, Ni oder Mo, bereiten hier keine Schwierigkeiten, da deren Oxide sich leicht mit H<sub>2</sub> reduzieren lassen. Greift man hingegen zu billigeren, sauerstoffaffineren Legierungselementen, wie Cr, Mn oder Si, wie sie z.B. für schmelzmetallurgische Einsatz- und Vergütungsstähle verwendet werden, bedarf es einer speziellen Nachreduktion (6). Beim VIDOP-Prozess (Japan) werden z.B. Pulver mit erhöhtem C-Gehalt eingesetzt. Die Reduktion geschieht dann durch Umsetzung des C mit den Oxiden im Zuge einer Vakuumglühung, wobei das entstehende CO laufend abgepumpt wird. Durch Senkung des Partialdrucks kommt es zur Verschiebung des Reaktionsgleichgewichtes, wodurch sogar die Oxide von Cr und Mn reduziert werden können (13, 14). Alternativ können auch geeignete Desoxidationsmittel beigemischt werden (6).

## 2.3 Pulvervarianten

In der Pulvermetallurgie gibt es für Mehrkomponentensysteme bei der Wahl des Ausgangsmaterials verschiedene Möglichkeiten. Zum einen kann das Basispulver vor der Formgebung mit diversen Zusätzen **vermischt** werden (siehe *Abbildung 1b*). Metallische Legierungspulver oder Graphit, zumindest aber Presshilfsmittel werden eingemischt.

Zu den Presshilfsmitteln zählen organische Zusätze, die dazu dienen, die Reibung der Presslinge an den Matrizenwänden herabzusetzen bzw. das Anschweißen der Pulverteilchen („Anreiben“) zu verhindern. Verwendet werden z.B. Zinkstearat oder andere Stearinsäureverbindungen in Gehalten von 0,5 - 0,8 Masse% (5), vor allem aber Amidwachse, da sie fast rückstandslos aus dem Formteil ausgetrieben werden können. Wichtig ist jeweils eine gute Schmierwirkung, da dadurch der Gleitmittel-Gehalt im Pulvergemisch reduziert werden kann. Hohe Gehalte an Presshilfsmitteln führen in der Regel zu schlechteren Fließfähigkeiten der Pulver. Außerdem beeinflussen sie vor allem bei hochdichten Sinterformteilen die theoretische Dichte negativ.

Ein weiterer Nachteil, den der Einsatz von Presshilfsmitteln mit sich bringt, ist der zusätzliche Energie- und Zeitaufwand, der durch den Entwachsungsvorgang entsteht. Im Labormaßstab besteht die Möglichkeit der direkten Schmierung der Matrize vor jedem Pressvorgang, um die Verwendung von Presshilfsmittel zu umgehen, wirtschaftlich hat sich dieses Verfahren jedoch bisher noch nicht in die Produktion integrieren lassen (6).

Bei Legierungsbestandteilen, die sich während des Sinterns lösen, kann sich an der Stelle, an der ein solches Pulverteilchen schmilzt oder sich auflöst, eine sogenannte Sekundärpore ausbilden. Die dadurch entstehende bimodale Porenverteilung aus großen Sekundärporen und feinen Poren aus der Pulververdichtung ist aus bruchmechanischer Sicht ungünstig (7), weshalb es zweckmäßig ist, Legierungszusätze als feine Pulver zuzumischen. Allerdings besteht des Weiteren beim Mischen von Pulvern mit stark unterschiedlichen Dichten beim Transport und der Handhabung die Gefahr der Entmischung. Vor allem das „Dusting“ („Wegstauben“) von Graphit oder feinen Cu-Pulvern sind bekannte Beispiele hierfür, aber auch andere Feinpulver wie Mo oder Ni neigen zur Segregation durch Dusting oder Klumpenbildung.

Um der möglichen Entmischung vorzubeugen, können **fertiglegierte** (engl. „pre-alloy“) Pulver (siehe *Abbildung 1a*) herangezogen werden, welche die gewünschten metallischen Legierungszusätze bereits in der entsprechenden Konzentration enthalten. Dies führt zu einer sehr gleichmäßigen Verteilung der Legierungselemente, jedoch bewirken diese Zusätze auch eine Verfestigung des Materials und somit eine Verschlechterung der Verpressbarkeit (5). Angewendet wird diese Legierungstechnik z.B. für rostfreie Stähle oder Schnellarbeitsstähle (15).

Durch Verwendung sogenannter **anlegierter** Pulver (siehe *Abbildung 1d*) kann sowohl die oben erwähnte Mischkristallverfestigung als auch die Entmischung verhindert werden (5). Meist werden dabei die Legierungselemente zuvor in der Form ihrer Oxide dem Eisenpulver zugemischt. Bei der anschließenden gemeinsamen Glühung bei mäßigen Temperaturen werden die Legierungselemente reduziert und an die Eisenpulverteilchen angebonden, jedoch ohne eine wirkliche Legierung zu bilden, dazu kommt es erst bei der anschließenden Sinterung (15). Nicht geeignet für die Anlegierungstechnik sind daher sehr sauerstoffaffine und damit schwer reduzierbare Elemente, diese werden günstiger über Vorlegierungspulver in die Mischung eingebracht.

Werden die Prozessparameter beim Anlegieren optimal gewählt, werden die Teilchengestalt und die Oberflächenstruktur des Basispulvers praktisch nicht verändert, wodurch dessen gute Verpressbarkeit erhalten bleibt. Wie beim Mischen von Pulvern findet die erforderliche Homogenisierung auch beim Anlegieren während des Sinterprozesses statt. Der Vorteil gegenüber dem mechanischen Mischen ist aber, wie oben schon erwähnt, dass das „Dusting“ der Legierungselemente verhindert werden kann. Dadurch können sehr feine Legierungspulver verwendet werden, was mit kürzeren für die Legierungsbildung notwendigen Diffusionszeiten einhergeht (6).

Beim Vorlegieren bzw. bei **Masterlegierungen** (siehe *Abbildung 1c*) werden dem Basispulver an Stelle der elementaren Legierungspulver Verbindungen oder komplexe Legierungen der gewünschten Legierungselemente zugemischt (15). Diese pulverförmigen Legierungsträger enthalten die Legierungselemente meist in hoher Konzentration (6), weshalb bei niedrig legierten Stählen nur ein niedriger Prozentsatz dieser „Masteralloys“ mit dem Basispulver vermengt werden muss. Dies führt dazu, dass im Gegensatz zum Fertiglegieren das Material weniger stark verfestigt wird, wobei

trotzdem die Nachteile des konventionellen Mischens (Entmischung, Dusting, Ausbildung von Sekundärporosität) weitgehend umgangen werden können (2). Derzeit sind Masterlegierungen allerdings erst bei sehr wenigen Teileherstellern im Einsatz (7). Beispiele wären Ferrochrom, Ferromangan, Ferromolybdän (8).

Der Einsatz von **beschichteten Pulvern** (siehe *Abbildung 1e*) führt zu einer gleichmäßigen Verteilung der Legierungselemente und zur Vermeidung von Segregation. Die Basispulverteilchen werden hierzu mit einer Schicht an Legierungselementen versehen, deren Dicke mit dem gewünschten Legierungsgehalt korreliert. Möglich sind nicht nur einfache Schichten, sondern auch diverse Schichtfolgen aus mehreren Legierungselementen.

Die meisten Methoden, die außer den mechanischen Verfahren standardmäßig zur Oberflächenbeschichtung eingesetzt werden, können auch hier herangezogen werden (PVD, CVD, elektrolytische Methoden, ... ) (6), allerdings sind die beschichteten Pulver im Vergleich zu den anderen Pulvervarianten um einiges kostenintensiver (8).

Verglichen mit Pulvermischungen eignen sich beschichtete Pulver vor allem dann sehr gut, wenn eine geringe Menge einer zweiten Komponente eingebracht werden soll. Ein Beispiel hierfür wäre die gleichmäßige Verteilung von Sinteradditiven in hochschmelzenden Pulvern.

Häufige Verwendung finden die beschichteten Pulver vor allem bei den Legierungselementen Cu (Cu-beschichtetes W-Pulver bei Kontaktwerkstoffen) und Ni (Ni beschichtete Al- bzw. C-Teilchen für Turbinenteile) (6).

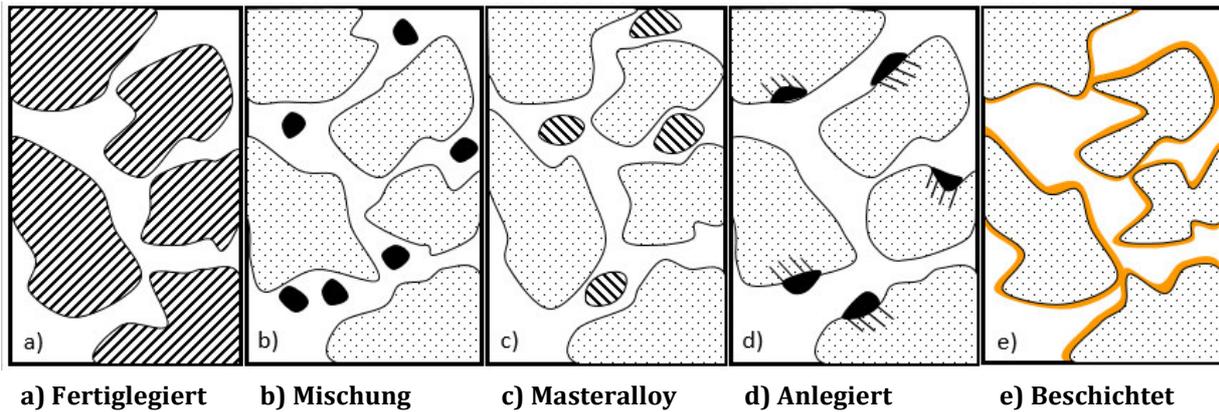


Abbildung 2: Legierungsvarianten der Pulvermetallurgie<sup>2</sup>

Allgemein werden von den hergestellten Pulvern vor allem gute Fließfähigkeiten und hohe Füllichten gefordert, um beim automatisierten Pressvorgang eine rasche und gleichmäßige Befüllung der Matrize zu erzielen. Auch die Verpressbarkeit ist eine wichtige Pulvercharakteristik, da sie über die maximal erreichbaren Pressdichten entscheidet. All diese Eigenschaften werden wesentlich von der Größenverteilung der Pulverteilchen bestimmt. Zu feine Pulver fließen durch die höhere Reibung im Pulverhaufwerk meist nicht mehr ausreichend und führen außerdem zu geringeren Füll- und Pressdichten. Sind die Pulver hingegen zu grob, führt dies zu unzureichender Sinterfähigkeit (5).

<sup>2</sup> Univ. Ass. Dipl.-Ing. Dr. techn. Christian Gierl-Mayer (nach G. Zapf)

## 2.4 Wärmebehandlungen

Die große Bedeutung metallischer Werkstoffe rührt vor allem von ihren vielseitigen Eigenschaften her. Diese sind zum einen auf die Legierungselemente zurückzuführen, zum anderen tragen aber auch geeignete Wärmebehandlungsverfahren maßgeblich dazu bei (16).

Definiert ist das Wärmebehandeln als „Folge von Wärmebehandlungsschritten, in deren Verlauf ein Werkstück ganz oder teilweise Zeit-Temperatur-Folgen unterworfen wird, um eine Änderung seiner Eigenschaften und/oder seines Gefüges herbeizuführen. Gegebenenfalls kann während der Behandlung die chemische Zusammensetzung des Werkstoffes geändert werden.“ (17).

Die charakteristische Zeit-Temperatur-Folge setzt sich dabei prinzipiell aus drei Schritten zusammen: Zu Beginn erfolgt die **Erwärmung** auf die erforderliche Behandlungstemperatur, gefolgt von dem **Halten** der Behandlungstemperatur. Abschließend wird noch die **Abkühlung** von der Behandlungs- auf Raumtemperatur durchgeführt (18).

Das Wärmebehandeln ermöglicht zum einen **durchgreifende Eigenschaftsverbesserungen**, die sich über den gesamten Querschnitt von Halbzeugen und Werkstücken ziehen, wie z.B. die Erhöhung der Härte und Festigkeit und die Verbesserung der Zerspanbarkeit und Umformbarkeit. Des Weiteren besteht die Möglichkeit, dass Eigenspannungen abgebaut werden oder die Sprödbrechneigung herabgesetzt wird (19). Beispiele wären das Glühen, Härten, Anlassen, Vergüten oder Bainitisieren (18).

Es können aber auch **örtliche Eigenschaftsanpassungen** an die Bauteilbeanspruchung durchgeführt werden, von denen nicht das ganze Werkstück betroffen ist, sondern nur gezielte Bereiche. Dabei kommt es zur Veränderung der Werkstoffzusammensetzung und/oder des Gefügestands (19). Will man z.B. nur die Randschicht verändern, greift man unter anderem zum Randschichthärten, Aufkohlen, Carbonitrieren, Nitrieren oder Nitrocarburieren (18).

Zusätzlich können Wärmebehandlungen auch zu **Werkstoffeinsparungen** führen (19). Das Verhältnis zwischen Beanspruchbarkeit, Werkstückgeometrie und Abmessungen wird optimiert (18), wodurch die erforderlichen Bauteilquerschnitte verringert werden können (19).

### 2.4.1 Wärmebehandlung des C-Masteralloypulvers

In dieser Arbeit wurde das C-Masteralloypulver entsprechend der Wärmebehandlung in (2) einer Art Weichglühung bei 900° C unterzogen, wobei sich laut (2) durch die äußerst langsame Abkühlung grobe, runde Zementit-Partikel in der Mikrostruktur des C-Masteralloys ausbilden sollten. Damit sollte ein weicheres, besser verpressbares Gefüge eingestellt werden. Nach dem anschließenden Mahlen folgte noch eine Spannungsarmglühung/Rekristallisationsglühung bei 600° C, um evtl. eingebaute Eigenspannungen und Kaltverfestigung wieder abzubauen. Auf die entsprechenden Vorgänge soll im Folgenden noch weiter eingegangen werden.

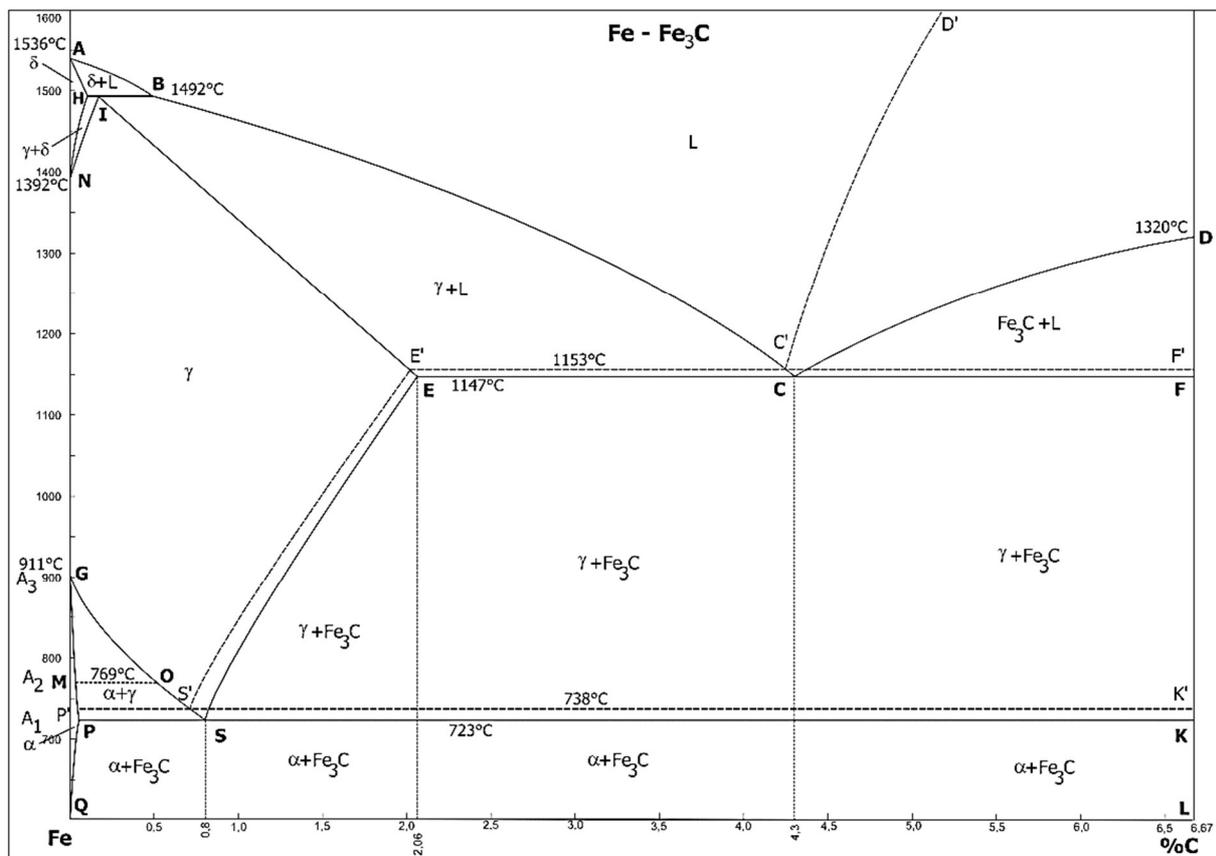


Abbildung 3: Eisen-Kohlenstoff-Diagramm mit Gefügebeschreibung<sup>3</sup>

<sup>3</sup> <https://de.wikipedia.org/wiki/Eisen-Kohlenstoff-Diagramm>, 02.08.2017

### 2.4.1.1 Weichglühen / GKZ-Glühung

Die treibende Kraft beim GKZ-Glühen (Glühen auf kugeligen Zementit) ist die Abnahme der Grenzflächenenergie, unter der sich der Zementit zunehmend globular einformt (16). Dies geht mit einer Verminderung der Härte einher, was auch das Hauptziel des Weichglühens / GKZ-Glühens darstellt (20).

Geglüht wird beim GKZ-Glühen bei Kohlenstoffgehalten über 0,8 Masse% üblicherweise im Zweiphasengebiet Austenit-Zementit. Dabei wird ein Teil der Carbide im Austenit aufgelöst (Teilaustenitisierung) und vom Austenit aufgenommen. Beim Abkühlen lagert sich dieser Kohlenstoff dann an den verbliebenen, bereits eingeformten Carbiden an und vergrößert diese (16).

Die Wahl der Abkühlungsgeschwindigkeit hängt vom gewünschten Endgefüge ab (19). Zum Erreichen eines Gefüges aus globularen Carbiden muss sie aber auf jeden Fall im Bereich der Rückumwandlung des Austenits liegen, da sonst mit lamellarer Perlitbildung, wenn nicht sogar Martensit zu rechnen ist (16).

### 2.4.1.2 Spannungsarmglühen

Die Wirkung des Spannungsarmglühens besteht in der Entfernung der Eigenspannungen im Material, welche bei der Verarbeitung eingebracht wurden. Dabei kommt es zu keinerlei Gefügeveränderungen im Werkstoff. Je nach Legierungsgehalt beginnt der Abbau der Eigenspannungen bei unterschiedlichen Temperaturen, unter den verschiedenen Wärmebehandlungen stellt die Spannungsarmglühung aber jene bei der niedrigsten Temperatur dar (16).

Unter Eigenspannungen versteht man statische Spannungen, die ohne die Einwirkung von äußeren Kräften oder Momenten auftreten und sich im Inneren des Materials gegenseitig im Gleichgewicht halten (18).

Je nach der Größenordnung der Bereiche, innerhalb denen Eigenspannungen gleicher Größe und Richtung nahezu gleichmäßig wirken, unterscheidet man zwischen Eigenspannungen I, II und III Art, die Eigenspannungen I. Art ziehen sich dabei über die größten Materialbereiche unter ihnen. Ein Beispiel hierfür wäre das Auftreten von

Zugspannungen im Randbereich und Druckspannungen im Kernbereich eines Werkstücks.

Eigenspannungen können verschiedene Ursachen haben. Kommt es z.B. bei einer Wärmebehandlung zu Gefügeumwandlungen, die mit einer Volumenänderung einhergehen, kann es in den betroffenen Bereichen zu unterschiedlichen Eigenspannungsverteilungen kommen. Thermisch bedingte Eigenspannungen treten dagegen auf, wenn in einem Werkstück örtlich stark unterschiedliche Temperaturen herrschen, wodurch die einzelnen Bereiche unterschiedliche Abmessungen anstreben, die sie aber aufgrund ihrer festen Verbindung miteinander nicht realisieren können (19).

#### **2.4.1.3 Rekristallisationsglühen**

Wird die Temperatur beim Wärmebehandeln verformter Metalle noch etwas weiter erhöht, sodass das Temperaturniveau über dem der Spannungsarmglühung und auch der Erholung liegt, kommt es zur Rekristallisation im Gefüge (16).

Beim Rekristallisationsglühen bildet sich das Gefüge durch die thermisch aktivierten Platzwechsel benachbarter Atome neu aus. Dieser Vorgang zieht sich über die Großwinkelkorngrenzen hinweg (Korngrenzenwanderung). Es bilden sich neue, ungestörte, polygonale Kristallite auf Kosten der ursprünglichen, verformten. Die treibende Kraft dafür rührt unter anderem von der Differenz der Versetzungsdichten im erholten und in rekristallisierten Gefüge (21), weshalb zu Beginn eine gewisse Mindestdeformation vorliegen muss (kritischer Verformungsgrad) (19). Unter Verringerung der Korngrenzenfläche kommt es anschließend zum Wachstum dieser neu gebildeten Kristallite. Je geringer die ursprüngliche Deformation, desto höher liegt prinzipiell die benötigte Rekristallisationstemperatur und desto gröber ist auch das entstehende Korn (21).

Durch eine erfolgreiche Rekristallisationsglühung können Kaltverfestigungen im Material abgebaut werden, wodurch die plastische Verformbarkeit wiederhergestellt (19) und die Härte verringert wird (21).

## 2.4.2 Sintern von Eisen-Kohlenstoff Presslingen

### 2.4.2.1 Graphitauflösung beim Sintern von Stählen

Der Kohlenstoff ist das am häufigsten verwendete Legierungselement in der Eisen-Pulvermetallurgie, da durch ihn in Präzisionsteilen eine erhöhte Härte und Festigkeit erzielt werden kann. Die Herstellung erfolgt hierzu üblicherweise über das Zumischen von Graphit zum Eisenbasispulver, welches anschließend verpresst und gesintert wird. Für die erwähnte Mischkristallverfestigung muss sich der Kohlenstoff beim Sintern allerdings erst in der Eisenmatrix lösen (1).

Kohlenstoff ist ein Austenitstabilisator, seine Löslichkeit im Ferrit ist vernachlässigbar, im Austenit löst er sich hingegen unter allen üblichen Legierungselementen der Pulvermetallurgie am schnellsten auf. Deshalb würde man vielleicht vermuten, dass die Graphitauflösung direkt nach dem Ferrit ( $\alpha$ )-Austenit ( $\gamma$ )-Übergang abläuft.

Auch das Phasendiagramm Fe-C lässt einen Zusammenhang zwischen der Menge an gelöstem Kohlenstoff in der Eisenmatrix und der Phasenumwandlungstemperatur Ferrit-Austenit vermuten, da diese bei Fe-0,8%C mit ca. 730° C (metastabiles System), bei reinem Eisen hingegen erst mit ca. 910° C angegeben ist.

Dem entgegen zeigten diverse Untersuchungen allerdings, dass die Phasenumwandlung bei weit niedrigeren Temperaturen abläuft als die Kohlenstoffauflösung. Während die Phasenumwandlung  $\alpha \rightarrow \gamma$  bei Fe-0,8%C nach 60 min isothermer Sinterung bei 780° C abgeschlossen ist, kann eine nennenswerte Kohlenstoffauflösung erst nach einer Sinterung unter H<sub>2</sub>-Atmosphäre bei über 900° C erzielt werden (22).

### 2.4.2.2 Zementitauflösung beim Sintern von Stählen (C-Masteralloy-Route)

Es hat sich gezeigt, dass durch die Einführung des Kohlenstoffs über ein Eisen-Zementit-Verbundpulver (anstatt über den Graphit) die Kohlenstoffauflösung bereits bei niedrigeren Temperaturen initiiert werden kann.

In (23) wurden C-Masteralloypulver durch Mischen von Eisenpulver mit Graphit, Reaktionsglühen bei 1100° C und anschließendes Weichglühen bei 900° C hergestellt. Bei diesen C-Masteralloypulvern wurden Kohlenstoffgehalte von 0,2 Masse%, 0,5 Masse% und 0,8 Masse% durch Vermengen mit der entsprechenden Menge an Reineisenpulver eingestellt und mit den daraus hergestellten Proben im Dilatometer Abbruchversuche durchgeführt. Bei diesen Versuchen wurden die Proben mit konstanter Rate auf eine definierte Temperatur (700° C, 800° C, 900° C, 1000° C) aufgeheizt und danach möglichst schnell abgekühlt, um das eingestellte Gefüge möglichst „einzufrieren“.

Aus diesen Untersuchungen ging hervor, dass aufgrund der vorgegangenen Glühungen beim C-Masteralloy bereits bei 700° C einzelne perlitische Phasen im Gefüge beobachtbar sind. Bei 800° C ist schon eine leichte Umverteilung des Kohlenstoffs über den Probenquerschnitt zu sehen. Erst bei 900° C sind auch bei der Referenzprobe (Eisenpulver+Graphit) perlitische Bereiche zu beobachten, diese sind allerdings von Beginn an relativ gleichmäßig verteilt, wodurch bei 1000° C keine Unterschiede mehr in den Aufnahmen von Referenz und C-Masteralloy erkennbar sind (23).

Diese Ergebnisse sind zwar nicht unbedingt für die Sinterung praktisch relevant, da diese normalerweise ohnehin über 1000° C durchgeführt wird, sie können aber z.B. bei vorgesinterten Materialien eine Rolle spielen, die im Anschluss erneut gepresst werden (22).

## 3 Durchführung

### 3.1 Verwendete Pulver

#### 3.1.1 ASC 100.29

ASC 100.29 ist ein wasserverdüstertes Reineisenpulver der Firma Höganäs AB mit hoher Reinheit (0,002 % C) und guter Verpressbarkeit. Die Partikelgröße liegt laut Angaben der Firma Höganäs AB zwischen 20 und 180  $\mu\text{m}$  (24).

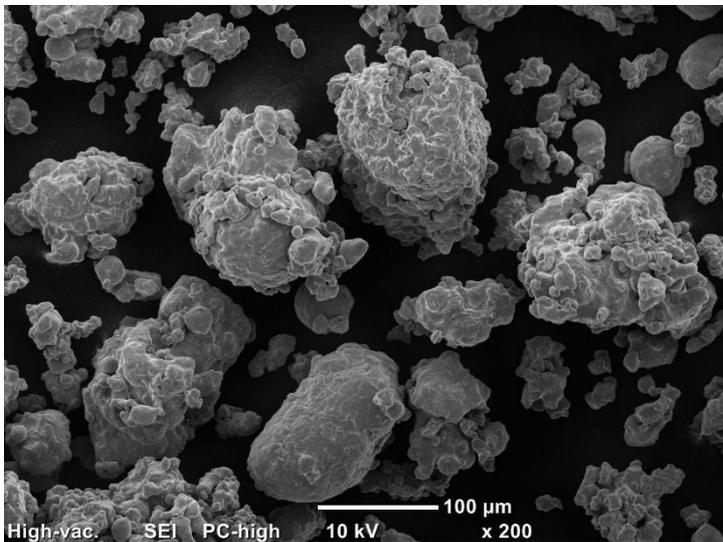
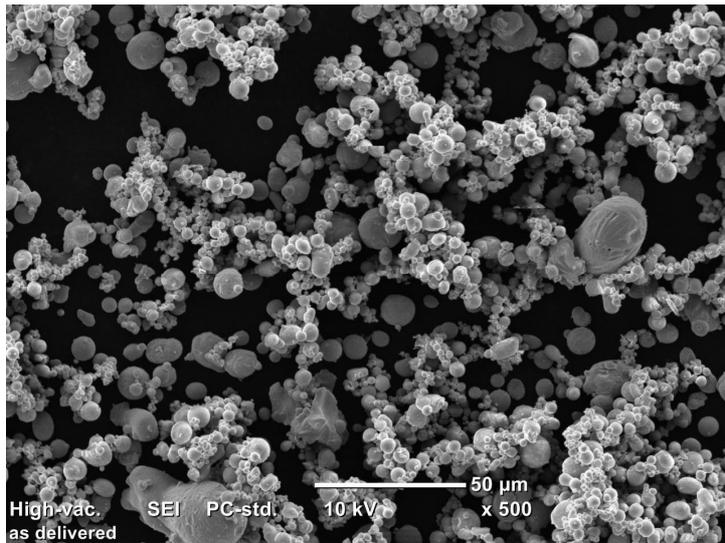


Abbildung 4: Wasserverdüstertes Reineisenpulver ASC 100.29; 200x

#### 3.1.2 C-Masteralloy

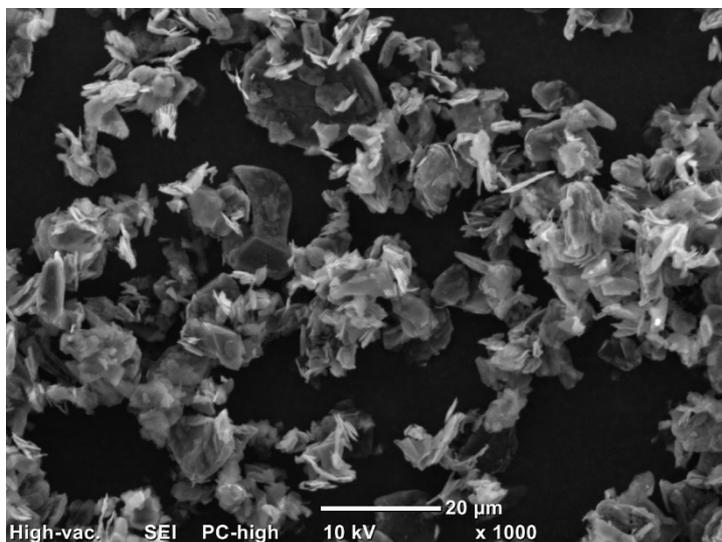
Das C-Masteralloypulver wurde von John J. Dunkley, Atomising Systems Ltd., Sheffield, geliefert. Dabei handelt es sich um ein ultra-hochdruckwasserverdüstertes Eisen-Zementit ( $\text{Fe}_3\text{C}$ )-Verbundpulver.



**Abbildung 5: C-Masteralloypulver „As Delivered“; 500x**

### 3.1.3 Naturgraphit (UF 4)

Als Kohlenstoff-Legierungspulver wurde Naturgraphit UF4 (ultrafein) der Kropfmühl GmbH, Deutschland herangezogen.



**Abbildung 6: Naturgraphit UF4; 1000x**

### 3.1.4 Hoechst Wachs C

Als Presshilfsmittel diente Hoechst Wachs C (HWC, „Distearylethylendiamid“, engl. „Ethylene bis(stearamide)“) der Breitländer GmbH, Deutschland.

## 3.2 Wärmebehandlungen des Pulvers

### 3.2.1 Weichglühung (900° C für 1 h unter N<sub>2</sub>)

Zunächst wurde das verdünte C-Masteralloypulver in ein Stahlschiffchen gefüllt und im Entwachsungs-ofen der TU Wien (Hersteller: AHT) (siehe *Abbildung 7*) einer Weichglühung in Stickstoffatmosphäre (5.0) bei einem Durchfluss von 2 Nl min<sup>-1</sup> unterzogen. Der Ofen verfügt über ein Rohr aus hitzebeständigem Stahl (Werkstoffnr.: 1.4841) und wurde mit folgendem Temperaturprogramm im Chargenbetrieb gefahren:

1. Aufheizphase: mit einer Rate von 19,4 K min<sup>-1</sup> von RT auf 900° C (  $\pm$  45 min)
2. Haltezeit: 60 min bei 900° C
3. Abkühlphase: mit einer Rate von 0,5 K min<sup>-1</sup> auf ca. 300° C, dann Ofenkühlung

Trotz der freien Pulverschüttung kam es zum Zusammensintern des Pulvers, wodurch dieses mechanisch mittels Hammer zerkleinert werden musste. Mit Hilfe einer Schwermetall-Schwingmühle des Herstellers Humboldt Wedag wurde das Pulver für 5 min fein gemahlen, und anschließend wurden mögliche Verunreinigungen und Grobanteile durch ein 150 µm-Sieb abgetrennt.



**Abbildung 7: Entwachsungs-ofen (AHT), Einschubrichtung von rechts nach links, Gasfluss gegenläufig dazu**

### 3.2.2 Rekristallisationsglühung (600° C für 1 h unter H<sub>2</sub>)

Das weichgeglühte und gemahlene Pulver wurde in ein Stahlschiffchen gefüllt und bei 600° C unter Wasserstoffatmosphäre (5.0) und einem Durchfluss von 2 l min<sup>-1</sup> für 1 h im Entwachsungs-ofen rekristallisationsgeglüht. Ziel dieser Wärmebehandlung war es, die Kaltverfestigung abzubauen, die durch den Mahlprozess eingebracht wurde. Zum Abkühlen wurde das Schiffchen ohne zusätzliche Kühlung für 1,5 h in der Abkühlzone des Ofens belassen.

In vorgegangenen Versuchen wurde die Rekristallisationsglühung unter Stickstoff (5.0) durchgeführt. Bei dieser Wärmebehandlung kam es vermutlich durch Undichtheit des Ofens zur Oxidation des Pulvers und somit zu einem Anstieg des Sauerstoffgehaltes von 0,258 Masse% auf 3,320 Masse%. Anschließende Reduktionsbehandlungen gingen mit einer drastischen Erniedrigung des Kohlenstoffgehaltes einher (4,610 Masse% auf 2,450 Masse%). Da die Rekristallisationsglühung unter Wasserstoff auf Anhieb gut funktionierte, wurde die Wahl der Atmosphäre entsprechend adaptiert.

### 3.2.3 Versuche zur Optimierung der Weichglühung

Um herauszufinden, ob andere Wärmebehandlungen noch bessere Ergebnisse als die durchgeführte Weichglühung liefern würden, wurden Presslinge des C-Masteralloypulvers über einen Paraffin-Ansatz hergestellt und im Dilatometer nach verschiedenen Temperatur-Zeit-Zyklen geglüht.

#### 3.2.3.1 Paraffin-Ansatz

Um das reine C-Masteralloypulver pressbar zu machen, wurde dem Pulver Paraffin beigefügt. Dazu wurden 100 g des C-Masteralloypulvers mit 2 g Paraffin (2 Masse%) und ca. 200 ml Cyclohexan versetzt und für 10 min im Taumelmischer (*siehe Abbildung 12*) vermischt, um das Paraffin vollständig im Cyclohexan zu lösen. Anschließend wurde das Lösungsmittel am Rotavapor abgezogen, sodass nur das mit Paraffin bedeckte C-Masteralloypulver zurückblieb. Zur vollständigen Trocknung wurde das Gemisch über Nacht in einem Vakuum-Trockenschrank bei 90° C gelagert.

Das trockene Pulver wurde anschließend zum Zerkleinern für 1 min in die Schwingmühle gegeben. Allerdings haftete das Pulver dadurch am Rand der Schwingmühle an und verklumpte beim Herunterkratzen wieder, weshalb das Pulver für eine erfolgreiche Granulierung zusätzlich noch durch ein Sieb mit einer Körnung von 700  $\mu\text{m}$  gesiebt werden musste.

### 3.2.3.2 Pressen der Proben und Wärmebehandlungen

An der 100 kN-Prüfmaschine (siehe *Abbildung 13*) wurde die Paraffin-Pulver Mischung mithilfe des 11,27 mm-Rondenwerkzeuges (siehe *Abbildung 14*) zu 10 Presslingen verpresst. Pro Probe wurden ca. 7 g eingewogen und bei einem Pressdruck von ca. 200 MPa (20 kN Last) verdichtet.

Die Presslinge wurden anschließend im Entwachsungs-ofen bei 500° C unter N<sub>2</sub>-Atmosphäre (Durchfluss: 2 Nl min<sup>-1</sup>) für 1 h entwacht und zum Abkühlen für 30 min in der Kühlzone des Ofens geschoben.

Danach wurden 5 dieser Presslinge im Dilatometer verschiedenen Wärmebehandlungen unterzogen. Diese sind in *Tabelle 1* angeführt.

**Tabelle 1: Wärmebehandlungen im Dilatometer**

Probe	Aufheizphase	Haltezeit	Abkühlung
1	auf 900° C mit 10 K min <sup>-1</sup>	1 h	Auf 300° C mit 0,5 K min <sup>-1</sup> Auf 25° C mit 10 K min <sup>-1</sup>
2	Auf 680° C mit 10 K min <sup>-1</sup>	2 h	Auf 25° C 10 K min <sup>-1</sup>
3	Auf 700° C mit 10 K min <sup>-1</sup>	2 h	Auf 25° C 10 K min <sup>-1</sup>
4	Auf 700° C mit 10 K min <sup>-1</sup>	2 h	Auf 300° C mit 0,5 K min <sup>-1</sup> Auf 25° C mit 10 K min <sup>-1</sup>
5	Auf 680° C mit 10 K min <sup>-1</sup>	6 h	Auf 25° C 10 K min <sup>-1</sup>

### 3.2.3.3 Weiterverarbeitung der wärmebehandelten Proben

#### Auswahl über die Mikrohärtigkeit (HV 0,01)

Mittels Handsäge wurden die Proben 1-5 der Höhe nach halbiert und eine Hälfte davon jeweils mit dem Kalteinbettmaterial infiltriert.

Dazu diente ein Harz/Härter-Gemisch aus 25 Teilen des Epoxidharzes Bisphenol-A-diglycidylether („Epofix Resin“ des Herstellers Struers) und 3 Teilen des Härter Triethylentetramin („Epofix Hardener“ Struers). Die Einbettformen wurden zu Beginn mit Vaseline eingefettet, um das spätere Entformen zu erleichtern.

Die Proben wurden in der Mitte der Einbettformen platziert und diese anschließend mit dem Einbettmaterial befüllt. Danach wurden die Formen in den Exsikkator gestellt, und zur Infiltration der Proben wurde viermal auf ca. 100 mbar evakuiert. Ausgehärtet wurden die Proben für ca. 18 h (siehe *Abbildung 8*).



**Abbildung 8: Infiltration**

Nach der erfolgreichen Infiltration der Proben wurden diese maschinell mittels Struers „TegraPol-31“ (Probenhalter: „TegraForce-5“, Dosiergerät: „TegraDoser-5“) geschliffen und poliert. Verwendet wurden hierzu folgende Scheiben der Firma Struers:

1. MD-Piano 220
2. MD-Allegro, 9  $\mu\text{m}$  Diamantsuspension

Anschließend wurden die Proben noch mittels Diamantsuspension (Körnung: 7  $\mu\text{m}$ ) poliert.

Von den fertig polierten Proben wurde die Mikrohärtigkeit bei einer Prüflast von 0,01 kg (HV 0,01) analog zu 3.3.6. *Mikrohärtigkeitsbestimmung* gemessen.

### **Auswahl über die Pressdichte**

Die übrigen Hälften der Proben 2-5 wurden mithilfe eines Mörsers in einer Reibschale aufgerieben. Probe 1 wurde aufgrund ihrer erhöhten Festigkeit an der Schwingmühle aufgemahlen. Von den Pulvern wurde der Kohlenstoffgehalt analog zu 3.3.3. C-Analyse über Verbrennungsanalyse bestimmt. Allerdings erfolgte die Messung des Kohlenstoffgehaltes pro Probe nur einmal, da nicht genügend Pulver für eine Mehrfachbestimmung zur Verfügung stand.

Bei allen Proben wurde anschließend ein Kohlenstoffgehalt von 0,6 Masse% durch Beimengung der entsprechenden Menge an Reineisenpulver ASC 100.29 eingestellt. Weiters wurden noch 0,5 Masse% des Presshilfsmittels HWC hinzugegeben und die Mischungen am Taumelmischer (*siehe Abbildung 12*) für 10 min homogenisiert.

Zusätzlich zu den Pulvermischungen 1-5 wurde noch eine Referenzpulvermischung mit 0,6 Masse% C hergestellt. Dazu wurde das Eisenpulver ASC 100.29 mit der entsprechenden Menge an Graphit UF4 und 0,5 Masse% HWC vermischt und analog zu den restlichen Proben am Taumelmischer homogenisiert.

Zur Charakterisierung der Pressdichte wurden die Pulver an der 100 kN-Prüfmaschine (*siehe Abbildung 13*) mithilfe des Rondenwerkzeuges (*siehe Abbildung 14*) verpresst. Pro Probe wurden ca. 7 g eingewogen und bei einem Pressdruck von ca. 600 MPa (60 kN Last) und einem Traversenvorschub von  $5 \text{ mm min}^{-1}$  verdichtet.

Das Ausstoßen der Presslinge erfolgte bei einem Traversenvorschub von  $50 \text{ mm min}^{-1}$ . Neben der Pressdichte wurde auch der Ausstoßwiderstand charakterisiert. Dafür wurde die maximal gemessene Kraft beim Ausstoßvorgang durch die Mantelfläche des Presszylinders dividiert (*siehe Formel 2*).

Nach dem Ausstoßen der Presslinge wurden diese ausgewogen und deren Höhe und Durchmesser vermessen, um anschließend auf die Pressdichte schließen zu können.

### 3.2.4 Dilatometer-Messungen

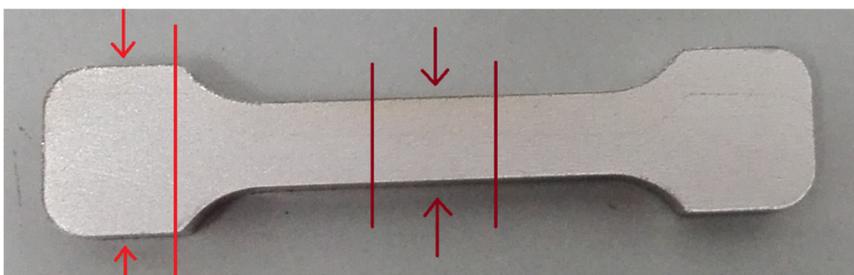
Für die Analyse der C-Masteralloys und der Referenz im Dilatometer wurden analog zu 3.4. *Herstellung und Charakterisierung der Pulvermischungen Fe-0,6%C* Pulvermischungen der Referenz, des C-Masteralloypulvers „As Delivered“ und des rekristallisationsgeglühten C-Masteralloypulvers mit einem Kohlenstoffgehalt von 0,6 Masse% C hergestellt. Diese Pulver wurden wie in 3.5. *Matrizenpressen der Pulver* jeweils bei 600 MPa und bei 1200 MPa mittels Matrizen­schmierung verpresst, allerdings wurde für die 600 MPa Proben nicht das Zugprobenwerkzeug verwendet, sondern jenes zum Pressen von Charpyproben (330 kN bei einer Matrizen­grundfläche von 5,50 cm<sup>2</sup>).

Von den hergestellten Presslingen wurde anschließend jeweils ein kleines Stück vom Ende abgetrennt. Bei den 600 MPa verpressten Proben waren alle diese Stücke ca. gleich lang (Messlänge ca. 10,40 mm), siehe *Abbildung 9*.



**Abbildung 9: 600 MPa verpresste Charpyproben, Abtrennung von Probenstücken zur Messung im Dilatometer (Messrichtung rot gekennzeichnet)**

Bei den 1200 MPa Proben wurden bei den C-Masteralloys Stücke mit einer Messlänge von ca. 12,12 mm vom Probenkopf abgetrennt, bei der Referenz wurde aufgrund von zwei Fehlmessungen mit den Probenköpfen hingegen ein 6,15 mm langes Stück von der Dehnzone der Probe für die Dilatometermessung verwendet (siehe *Abbildung 10*).



**Abbildung 10: 1200 MPa verpresste Zugversuchsproben, Abtrennung von Probenstücken zur Messung im Dilatometer (rot: Fe-0,6%C Proben aus C-Masteralloy „As delivered“ und rekristallisationsgeglüht, bordeauxrot: Fe-0,6%C Referenzprobe)**

Die Probenstücke wurden anschließend in einem horizontalen Schubstangendilatometer (Netzsch DIL 402 C) quer zur Probenachse (und quer zur Pressrichtung) untersucht. Gemessen wurde die Längenänderung in Bezug auf die Temperatur. Die Proben werden dabei in einem Probenhalter im Ofen erwärmt, wobei das Ende der Probe gegen ein festes Widerlager geschoben wird. Das andere Ende drückt gegen ein bewegliches Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Rohr, das die eintretenden Längenänderungen auf einem induktiven Wegaufnehmer überträgt. Zur Messung der Temperatur dienen ein Thermoelement im Ofen und ein weiteres direkt über der Probe.

Die Proben wurden jeweils mit 10 K min<sup>-1</sup> auf 1300° C aufgeheizt, diese Temperatur wurde für eine halbe Stunde gehalten, bevor die Proben wieder mit 10 K min<sup>-1</sup> abgekühlt wurden. Die Referenz wurde diesem Programm zweimal ausgesetzt, wobei zwischen erster und zweiter Wärmebehandlung 23 Tage lagen.

Mithilfe der Messungen sollte neben der Maßänderung der Proben während der Wärmebehandlung auch das Auflöseverhalten des Kohlenstoffs in den Proben verfolgt werden. Zusätzlich sollte mittels gekoppelter Massenspektrometrie geprüft werden, inwiefern der Zusatz von Kohlenstoff als Zementit die carbothermische Reduktion beeinflusst.

## 3.3 Charakterisierung der Pulver

### 3.3.1 REM Aufnahmen

Zur Pulvercharakterisierung wurden vom C-Masteralloy sowohl im Ausgangszustand als auch nach dem Weich- und Rekristallisationsglühen Rasterelektronenmikroskopie-Aufnahmen angefertigt.

Die Messungen wurden an einem Tischrasterelektronenmikroskop „JCM-6000“ der Firma Jeol durchgeführt. Dieses ist auf Vergrößerungen bis zu ca. 4000x limitiert, zeichnet sich aber vor allem durch eine einfache Bedienung und kurze Probenwechselzeiten aus.

Die Messungen wurden jeweils bei Beschleunigungsspannungen von 5 kV und 10 kV durchgeführt.

### 3.3.2 O-Analyse

Der Sauerstoffgehalt der Pulver wurde im Zuge der Arbeit nach (25) mittels Trägergas-Heißextraktion durch einen „TC400-Stickstoff, Sauerstoff-Analysator“ der Firma LECO bestimmt.

Das Pulver wird dazu in Zinnkapseln eingewogen und in das Gerät überführt. Die Probe wird zu Beginn kräftig mit Helium gespült und anschließend in einen auf über 2000° C vorgeheizten Graphit-Tiegel fallen gelassen. Das Zinn schmilzt gemeinsam mit dem Pulver auf, der Sauerstoff aus der Probe reagiert mit dem Kohlenstoff des Tiegels zu CO. CO wird katalytisch in CO<sub>2</sub> umgewandelt und über einen Heliumstrom zum Infrarotanalysator transportiert. Durch Kalibration mittels Standards kann aus der Absorption auf den Sauerstoffgehalt des Pulvers rückgerechnet werden.

Zur Kalibrierung (Einpunktkalibration) wurden jeweils ca. 0,05 g der LECO-Referenzsubstanz „Jernkontoret JK 47“ mit einem Sauerstoffgehalt von 1,09 % verwendet. Pro Probe wurden immer 3 Messungen durchgeführt.

### 3.3.3 C-Analyse

Die Bestimmung des Kohlenstoffgehalts erfolgte nach (26) durch Verbrennungsanalyse in einem „CS230-Kohlenstoff, Schwefel-Determinator“ der Firma LECO.

Dabei wird das Pulver in einem Induktionsofen im Sauerstoffstrom verbrannt, wodurch der Kohlenstoff in der Probe als CO bzw. CO<sub>2</sub> entweicht und weiter zum Infrarotdetektor transportiert wird. Aus der Messung der Infrarotabsorption kann über Standards auf den Kohlenstoffgehalt des Pulvers rückgerechnet werden.

Pro Probe wurden je 3 Messungen durchgeführt. Vor allen Messungen wurde jeweils ein Spatel voll Wolframflakes („Leocell“) zum Tiegel hinzugefügt, um die Verbrennung zu beschleunigen. Zur Kalibrierung (Einpunktkalibration) wurden jeweils ca. 0,5 g der LECO-Referenzsubstanz „501-024“ mit einem C-Gehalt von 3,29 % verwendet.

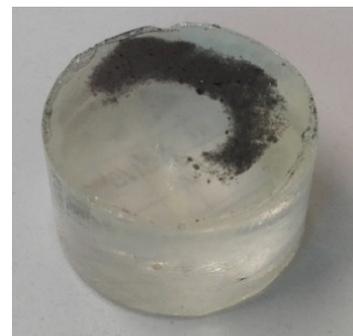
### 3.3.4 Metallographie

#### 3.3.4.1 Kalteinbettung der Pulver

Zur Anfertigung der Pulverschliffe wurde das C-Masteralloypulver im Ausgangszustand, nach dem Weichglühen und nach dem Rekristallisationsglühen jeweils kalt eingebettet.

Dazu wurde ein Harz/Härter-Gemisch aus 25 Teilen des Epoxidharzes Bisphenol-A-diglycidylether und 3 Teilen des Härters Triethylentetramin hergestellt. Die Einbettformen wurden zu Beginn mit Vaseline eingefettet, um das spätere Entformen zu erleichtern.

Das Pulver wurde mit etwas Harz/Härter-Gemisch „aufgeschlämmt“ und in die Formen überführt. Anschließend wurden die Formen mit dem Harz/Härter Gemisch aufgefüllt und für ca. 18 h ausgehärtet (siehe *Abbildung 11*).



**Abbildung 11: Kalteinbettung**

### 3.3.4.2 Schleifen/Polieren

Nach erfolgreichem Einbetten der Pulver wurden diese manuell mit Schleifpapieren abnehmender Körnung in folgender Reihenfolge präpariert:

1. P240 Schleifpapier, Körnung: 58  $\mu\text{m}$
2. P400 Schleifpapier, Körnung: 35  $\mu\text{m}$
3. P600 Schleifpapier, Körnung: 25  $\mu\text{m}$
4. P1200 Schleifpapier, Körnung: 15  $\mu\text{m}$

Anschließend wurden die Proben noch mittels Diamantsuspension (Körnung: 7  $\mu\text{m}$ ) poliert.

### 3.3.5 Pulverschliffe

Für die Aufnahmen der einzelnen Pulverschliffe wurden die Proben mit 3%iger Nital-Lösung (Salpetersäure in Ethanol) geätzt, um die Carbide im Gefüge sichtbar zu machen. Die Dauer der Ätzung war von Probe zu Probe unterschiedlich, gestoppt wurde die Reaktion jeweils durch Reinigung des Schliffes mit Wasser und Seife. Anschließend wurden die Proben noch mit Isopropanol ab gespült und trockengeföhnt.

Aufgrund des erhöhten Feinanteils der Pulver wurden die Aufnahmen der Pulverschliffe am Tischrasterelektronenmikroskop durchgeführt. Um entsprechende Bilder ohne lokale Aufladungen zu erhalten, mussten die Proben zuvor für 30 Sekunden mit Gold (zur Erhöhung der elektrischen Leitfähigkeit) besputtert werden. Zusätzlich wurden die Proben vor der Messung jeweils am Rand mit einem Stück Graphit-Klebestreifen versehen.

Die Messungen wurden jeweils bei Beschleunigungsspannungen von 10 kV und 15 kV durchgeführt.

### 3.3.6 Mikrohärtebestimmung

Die Bestimmung der Mikrohärte erfolgte halbautomatisch mit Hilfe eines „ecoHARD XM 1270A“-Mikrohärteprüfautomaten der Firma AHOTEC an den eingebetteten Proben bei einer Prüflast von 0,01 kg (HV 0,01). Gemessen wurden je zehn, über das Mikroskop selektierte Prüfpositionen, da die Mikrohärte durch die geringe Partikelgröße der Pulver und die unterschiedlich gute Einbettung der Pulverpartikel zum Teil große Schwankungen ergab. Die Härtewerte wurden nach dem Vermessen der Diagonalen der Abdrücke automatisch von der Software errechnet.

## 3.4 Herstellung und Charakterisierung der Pulvermischungen Fe-0,6%C

Zur Gewährleistung der Vergleichbarkeit der unterschiedlichen Pulvervarianten untereinander wurde bei allen Pulvern ein Kohlenstoffgehalt von 0,6 Masse% eingestellt.

Dazu wurden das C-Masteralloypulver und das rekristallisationsgeglühte Pulver mit der entsprechenden Menge an Reineisenpulver ASC 100.29 vermengt.

Zusätzlich wurde noch eine Referenzpulvermischung hergestellt. Hierbei wurde das Eisenpulver ASC 100.29 im entsprechenden Verhältnis mit Naturgraphit UF4 vermischt.

Bei sämtlichen Varianten wurden Pulvermischungen mit und ohne Presshilfsmittel hergestellt. Im Fall der Presshilfsmittelzugabe wurden den Pulvern je 0,5 Masse% HWC beigemischt.

Die Pulvermischungen wurden jeweils in PE-Flaschen eingewogen und nach der Hinzugabe von einigen Stahlkugeln sowie einer Stahlspirale für ca. 10 min am Taumelmischer (Turbula® T2F des Herstellers Willy A. Bachofen AG-Maschinenfabrik, siehe *Abbildung 12*) homogenisiert.



**Abbildung 12: Taumelmischer  
Turbula®T2F (Willy A.  
Bachofen AG-Maschinenfabrik)**

### 3.4.1 Fließfähigkeit

Die Bestimmung der Fließfähigkeit erfolgte mittels Hall-Trichter, der an einem Stativ mit schwingungsfreier Grundplatte befestigt wurde. Es wurden ca. 50 g des zu bestimmenden Pulvers eingewogen und die Zeit gemessen, die dieses brauchte, um den Trichter zu passieren. Die Passierzeit entspricht der Fließfähigkeit in  $s (50 \text{ g})^{-1}$ . Bei einigen Messungen wurden, entgegen der Norm (27), die Pulver nach der Messung nicht verworfen, sondern wieder mit dem übrigen Pulver vermischt, da die verfügbare Menge sonst nicht für drei Wiederholungsmessungen gereicht hätte.

Gemessen wurden die hergestellten Pulvermischungen (Referenzpulver, C-Masteralloypulver und rekristallisationsgeglühtes Pulver zu je 0,6 Masse% C) jeweils mit und ohne Presshilfsmittel.

### 3.4.2 Fülldichte

Die Bestimmung der Fülldichte erfolgte mit Hilfe des Hall-Trichters im Zuge der Fließfähigkeitsmessung, weshalb statt der in der Norm (28) vorgesehenen 100 g Pulvermenge, 50 g verwendet wurden. Unter dem Hall-Trichter wurde ein genormter Zylinder platziert, dessen Volumen entsprechend der geringeren verwendeten Pulvermenge von 25 cm<sup>3</sup> auf 12,5 cm<sup>3</sup> adaptiert wurde. Das vom Zylinder überstehende Pulver wurde vorsichtig mit Hilfe einer Karte abgetrennt, ohne das Pulver dabei zu verdichten, und der Zylinder anschließend ausgewogen. Aus der Pulvermasse konnte mittels Volumen des Zylinders auf die Fülldichte geschlossen werden (siehe *Formel 1*).

$$\rho_{ac} = \frac{m}{V} \quad \text{(Formel 1)}$$

$\rho_{ac}$	...	Fülldichte nach dem Trichterverfahren / g cm <sup>-3</sup>
m	...	Masse des Pulvers/ g
V	...	Volumen des Bechers/ cm <sup>3</sup>

### 3.4.3 Ausstoßwiderstand

Zur Charakterisierung des Ausstoßwiderstands wurden die jeweiligen Pulver an der 100 kN-Prüfmaschine „1474“ des Herstellers ZWICK (siehe *Abbildung 13*) mit einem Traversenvorschub von  $5 \text{ mm min}^{-1}$  verdichtet. Verwendet wurde dabei ein Rondenwerkzeug aus Stahl (siehe *Abbildung 14*) mit einem Durchmesser von 11,27 mm, woraus eine Zylindergrundfläche von rund  $1 \text{ cm}^2$  resultierte.

Das Werkzeug wurde jeweils mit ca. 7 g des zu verpressenden Pulvers befüllt und mit 20, 40 bzw. 60 kN gepresst. Bei einer Grundfläche von rund  $1 \text{ cm}^2$  entspricht dies Pressdrücken von ca. 200, 400 und 600 MPa.

Das Ausstoßen der Presslinge erfolgte mit  $50 \text{ mm min}^{-1}$ . Zur Berechnung des Ausstoßwiderstands wurde die maximal gemessene Kraft beim Ausstoßvorgang durch die Mantelfläche des Presszylinders dividiert (siehe *Formel 2*).

$$F_E = \frac{F_{\max}}{d \cdot \pi \cdot h} \quad \text{(Formel 2)}$$

$F_E$	...	Ausstoßkraft / $\text{N mm}^{-2}$
$F_{\max}$	...	maximal gemessene Kraft / N
$d$	...	Durchmesser des Presslings / mm
$h$	...	Höhe des Presslings / mm



Abbildung 13: 100 kN-Prüfmaschine „1474“ (ZWICK)



Abbildung 14: 11,27 mm Rondenwerkzeug aus Stahl

## 3.5 Matrizenpressen der Pulver

Das Referenzpulver, das C-Masteralloypulver und das rekristallisationsgeglühte C-Masteralloypulver wurden uniaxial an einer hydraulischen 1500 kN-Pressen der Firma Jessernigg & Urban (siehe *Abbildung 15*) zu Zugproben verpresst.

Gepresst wurde bei 600 MPa (387 kN bei einer Matrizenrundfläche von 6,45 cm<sup>2</sup>) in einem Presswerkzeug mit einer Stahl-Schwebematrize nach (29). Bei 1200 MPa (547 kN bei einer Matrizenrundfläche von 4,56 cm<sup>2</sup>) wurde in einem speziellen Werkzeug mit Hartmetallmatrize verpresst. Dieses wies einen etwas kürzeren und breiteren Stempel als die Norm-Variante auf, wodurch dem höheren Druck besser standgehalten werden konnte (siehe *Abbildung 16*).

Die Pulver, die kein HWC enthielten, wurden nur bei 1200 MPa verpresst. Bei ihnen wurde die Matrize vor jedem Pressvorgang mit dem Kalibrieröl „MULTICAL T 80“ (Lieferant: BUSSETTI & Co) geschmiert.

Nach Abwägen und Abmessen der Proben konnten die Grundflächen der Proben über die Matrizenrundfläche bestimmt werden.



**Abbildung 15: Hydraulische 1500 kN-Pressen (Jessernigg & Urban)**

### 3.5.1 Zugprobenwerkzeug nach DIN EN ISO 2740 (24) (für 600 MPa Pressung)

#### 3.5.1.1 Gründichtebestimmung

Die Gründichten ( $\rho_{\text{Grün}}$ ) der Zugversuchsproben, die bei 600 MPa verpresst wurden, konnten über die Grundfläche der Pressmatrize und den eingeführten Auffederungsfaktor des Grünlings bestimmt werden. Dieser entspricht dem Verhältnis der Presslinglänge  $l$  zur Länge der Matrize  $l_0$ .

Die Grundfläche der Matrize beträgt 1,0 Square Inch (6,4516 cm<sup>2</sup>) und die Länge der Matrize beläuft sich auf 8,97 cm. Um die tatsächliche Grundfläche des Presslings zu erhalten, wurde die Grundfläche der Matrize mit dem Quadrat des Auffederungsfaktors multipliziert. Durch Multiplikation mit der Höhe des Presslings konnte auf das Volumen geschlossen werden (siehe *Formel 3*).

Die Gründichte errechnete sich anschließend durch Division der Masse des Presslings durch dessen Volumen (siehe *Formel 4*).

$$V = f^2 \cdot A \cdot h \quad \text{(Formel 3)}$$

$$\rho_{\text{Grün}} = \frac{m}{V} \quad \text{(Formel 4)}$$

V	...	Volumen des Presslings / cm <sup>3</sup>
f	...	Auffederungsfaktor ( $= \frac{l}{l_0}$ ) / -
A	...	Grundfläche der Matrize / cm <sup>2</sup>
h	...	Höhe des Presslings / mm
$\rho_{\text{Grün}}$	...	Gründichte des Presslings / g cm <sup>-3</sup>
m	...	Masse des Presslings / g

## 3.5.2 Hochdruckwerkzeug (für 1200 MPa Pressung)

### 3.5.2.1 Gründichtebestimmung

Analog zur Gründichtebestimmung nach (29) wurde auch bei den Proben, die mittels Hochdruckwerkzeug bei 1200 MPa verpresst wurden, die Gründichte ( $\rho_{\text{Grün}}$ ) über die Grundfläche der Pressmatrize bestimmt. Allerdings wurde das Volumen hier ohne den oben eingeführten Auffederungsfaktor errechnet.

Beim Pressen mit dem Hartmetallwerkzeug wurde im Vergleich zum Stahlwerkzeug zwar der doppelte Pressdruck aufgewendet, dem entgegen war aber auf Grund des Werkzeugmaterials und des kürzeren Stempels mit einer geringen Absolut-Auffederung zu rechnen.

Die Grundfläche des Hochdruckwerkzeuges beträgt 4,56 cm<sup>2</sup>.



Abbildung 16: Zugfestigkeitsproben (nach DIN EN ISO 2740 und Hochdruckproben)

## 3.6 Wärmebehandlung der Presslinge

### 3.6.1 Entwachsen

Für das Entfernen des Presshilfsmittels HWC wurden die Grünlinge bei 600° C unter Argon-Atmosphäre (Qualität 5.0) bei einem Gasfluss von 2 l min<sup>-1</sup> für 45 min entwacht.

Durchgeführt wurde diese Wärmebehandlung im Chargenbetrieb im Entwachsungs-ofen (siehe *Abbildung 7*). Die Proben wurden dazu in hitzeresistente Stahlschiffchen gestapelt und in die bereits aufgeheizte Heizzone des Ofens gestellt. Nach der Haltezeit von 45 min wurden sie weiter in die wassergekühlte Abkühlzone des Ofens geschoben.

Vor der Sinterung wurden die Proben noch ausgewogen, um die Vollständigkeit der Entwachsung zu kontrollieren.

#### 3.6.1.1 Prüfen auf vollständige Entwachsung der Zugfestigkeitsproben

Zur Kontrolle, ob die 0,5 Masse% an Presshilfsmittel in den Proben im Entwachsungsvorgang vollständig ausgetrieben werden konnten, wurden die Probestäbe vor und nach der Entwachsung ausgewogen und der prozentuelle Anteil der Massenabnahme bestimmt (siehe *Formel 5*).

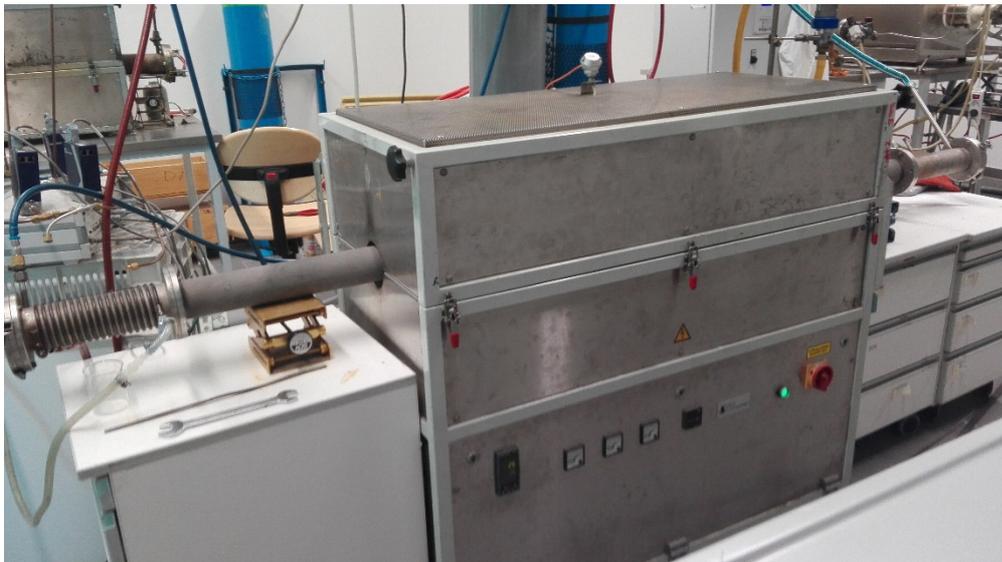
$$\Delta m = \frac{m_{\text{vor}} - m_{\text{nachher}}}{m_{\text{vor}}} \cdot 100 \quad \text{(Formel 5)}$$

$\Delta m$	...	Massenabnahme / %
$m_{\text{vor}}$	...	Masse vor der Wärmebehandlung / g
$m_{\text{nachher}}$	...	Masse nach der Wärmebehandlung / g

### 3.6.2 Sintern

Nach vollständiger Entwachsung wurden die Zugversuchsproben bei zwei unterschiedlichen Temperaturen gesintert.

Bei 1120° C wurde für 30 min gesintert, bei den Proben, welche bei 1250° C gesintert wurden, wurde eine Sinterzeit von 60 min gewählt. Beim Ofen handelte es sich um einen horizontal betriebenen Silitstabofen mit gasdichter Kanthal APM-Superlegierungsmuffel (siehe *Abbildung 17*). Als Sinteratmosphäre diente in beiden Fällen Stickstoff (Qualität 5.0) unter einem Durchfluss von 2  $\text{Nl min}^{-1}$ . Nach der entsprechenden Haltezeit wurden die Stahlschiffchen mit den sich darin befindlichen Proben weiter in die wassergekühlte Abkühlzone des Ofens geschoben. Die auf Raumtemperatur abgekühlten Proben wurden anschließend in ein Becherglas mit handelsüblichem Imprägnierspray für Outdoorbekleidung der Firma Erdal getaucht, um bei der nachfolgenden Sinterdichtebestimmung nach Archimedes einer Wasseraufnahme über die Poren während der Messung entgegenzuwirken.



**Abbildung 17: Silitstabofen mit gasdichter Kanthal APM-Superlegierungsmuffel, Einschubrichtung von rechts nach links, Gasfluss gegenläufig dazu**

### 3.6.2.1 Sinterdichtebestimmung

Die Sinterdichtebestimmung erfolgte nach dem Archimedes'schen Prinzip ( $\rho_{\text{Archimedes}}$ ). Dafür wurde jeweils das Gewicht der Proben an Luft und in Wasser bestimmt. Wichtig ist dabei (vor allem bei offenporigen Sinterteilen) eine saubere Imprägnierung, um der Wasseraufnahme der Proben während der Messung entgegenzuwirken. Aus der gemessenen Gewichts Differenz (hervorgerufen durch die Auftriebskraft) und der Dichte des Wassers bei der entsprechenden Temperatur (0,997 g cm<sup>-3</sup> bei 24° C (30)) konnte mittels *Formel 6* auf die Sinterdichte der Proben geschlossen werden. Der Auftrieb der Proben an Luft wurde dabei jeweils vernachlässigt.

$$\rho_{\text{Archimedes}} = \frac{m_L}{m_L - m_{H_2O}} \cdot \rho_{H_2O} \quad \text{(Formel 6)}$$

$\rho_{\text{Archimedes}}$	...	Sinterdichte nach Archimedes / g cm <sup>-3</sup>
$m_L$	...	Probenmasse an Luft / g
$m_{H_2O}$	...	Probenmasse in Wasser / g
$\rho_{H_2O}$	...	Dichte des Wassers bei Raumtemperatur

Beim Sintern kann es zu einem gewissen Verzug bei den Proben kommen. Durch den statischen Auftrieb des Körpers kann dieser bei der durchgeführten Archimedes'schen Methode erfasst werden. Bei einer volumetrischen Dichtebestimmung würde es dadurch hingegen zur Verfälschung der Messwerte kommen, weshalb die Sinterdichtebestimmung nach Archimedes als die präzisere Variante gilt.

## 3.7 Zugversuch

Der Zugversuch wurde an der 100 kN-Prüfmaschine bei einer Traversengeschwindigkeit von  $2,5 \text{ mm min}^{-1}$  durchgeführt.

Die Maschine wurde dazu vom Pressenaufbau (siehe *Abbildung 13*) entsprechend für den Zugversuch umgebaut (siehe *Abbildung 18*).

An den Zugproben wurden mittels O-Ringen dünne Metallstäbchen unter einem Winkel von ca.  $3^\circ$  befestigt (siehe *Abbildung 19*), die als Ausmesshilfe für das optische Extensometer dienten.

Die Zugversuchsproben wurden anschließend in das Gerät eingespannt und bis zum Bruch gedehnt. Das Gerät zeichnete während des Versuchs laufend die Kraft- und Längenänderung auf, wodurch mittels Software auf die Zugfestigkeit und Bruchdehnung geschlossen werden konnte.



Abbildung 18: 100 kN-Prüfmaschine „1474“ (ZWICK)

Die Zugfestigkeit ergibt sich dabei aus dem Quotienten der beim Versuch maximal aufgewendeten Kraft und dem Ausgangsquerschnitt in der Mitte des Zugstabes (siehe *Formel 7*).

$$R_m = \frac{F_{max}}{b \cdot h} \quad \text{(Formel 7)}$$

$R_m$	...	Zugfestigkeit / MPa
$F_{max}$	...	maximale Kraft im Spannungs-Dehnungs-Diagramm/ N
$b$	...	Breite in der Mitte des Zugstabes vor dem Versuch/ mm
$h$	...	Höhe des Zugstabes vor dem Versuch / mm

Für die Bruchdehnung gilt folgende Beziehung (siehe *Formel 8*) (31).

$$A = \frac{L_u - L_0}{L_0} \cdot 100 \quad \text{(Formel 8)}$$

A ... Bruchdehnung / %

$L_u$  ... Messlänge nach dem Bruch / mm

$L_0$  ... Anfangsmesslänge / mm

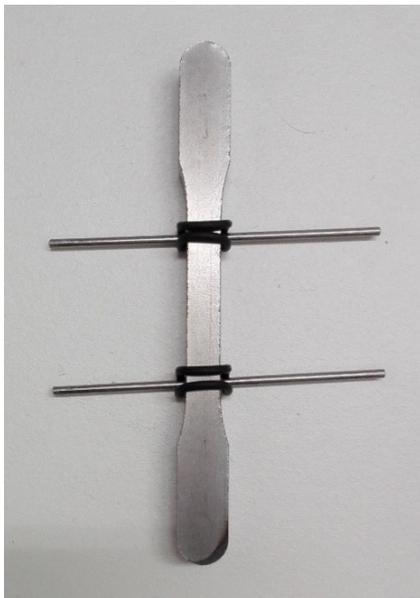


Abbildung 19: Zugversuchsprobe

## 3.8 Charakterisierung der Zugfestigkeitsproben

### 3.8.1 Metallographie

Von den breiten Enden der gebrochenen Zugproben wurde jeweils ein kleines Stück mittels „Struers Labotom-5“ abgeschnitten. Die Probenstücke wurden anschließend in einem „Struers CitoPress-1“-Geräts warm in Bakelitharz („MultiFast“-Bakelit) eingebettet.

Nach erfolgreichen Einbetten der Proben wurden diese maschinell geschliffen und poliert. Verwendet wurden hierzu folgende Scheiben der Firma Struers:

1. MD-Piano 220
2. MD-Allegro, 9  $\mu\text{m}$  Diamantsuspension

Anschließend wurden die Proben noch mittels Diamant- (Körnung: 7  $\mu\text{m}$ ) bzw.  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Suspension (Körnung: 1  $\mu\text{m}$ ) poliert, um die Poren freizulegen und die Kratzer auf der Oberfläche der Proben zu minimieren.

### 3.8.2 Lichtmikroskopie

Die lichtmikroskopischen Aufnahmen wurden an einem metallographischen Umkehrmikroskop „GX51“ des Herstellers Olympus angefertigt.

Zur Darstellung der Porenverteilungen in den zuvor angefertigten Schliffen wurden Bilder mit 50- und 100-facher Vergrößerung aufgenommen.

Anschließend wurden für die Gefügeanalyse die verschiedenen Phasen sichtbar gemacht. Dies erfolgte durch eine Ätzung mit 1%iger Nital-Lösung. Die Dauer der Ätzung war von Probe zu Probe unterschiedlich, gestoppt wurde die Reaktion jeweils durch Reinigung des Schliffes mit Wasser und Seife. Nach dem Abspülen mit Isopropanol und Trockenfönen wurden die Schliffe im Lichtmikroskop analysiert. Es wurden Aufnahmen des Gefüges in 200-, 500- und 1000-facher Vergrößerung aufgenommen.

### 3.8.3 Mikrohärte

Die Bestimmung der Mikrohärte wurde wie in 3.3.6. *Mikrohärtebestimmung* halbautomatisch an den eingebetteten Proben durchgeführt.

Die Prüflast betrug 0,05 kg (HV 0,05). Es wurden pro Probe wieder zehn über das Mikroskop selektierte Prüfpositionen gemessen. Die Härtewerte wurden nach dem Ausmessen der Diagonalen der Abdrücke automatisch von der Software errechnet.

### 3.8.4 Vickershärte

Die Härtebestimmung nach Vickers erfolgte bei einer Prüflast von 10 kg (HV 10) an einem Makrohärtemessgerät „EMCO M4V-025“ der Firma EMCO-Test.

Es wurde jede Messposition auf den eingebetteten Proben manuell angefahren und gesetzt. Die Auswertung erfolgte separat am Lichtmikroskop, an dem die Diagonalen des Eindrucks ausgemessen wurden.

Zur Bestimmung der Vickershärte musste die Prüflast von 10 kg zuvor noch mittels Normalfallbeschleunigung in Newton umgerechnet werden (siehe *Formel 9*).

$$F = g_N \cdot m \quad (\text{Formel 9})$$

F ... Prüflast / N

$g_N$  ... Normalfallbeschleunigung = 9,80665 / m s<sup>-2</sup>

m ... Prüflast / kg

Anschließend konnte mit Hilfe der errechneten Prüflast in Newton und den ausgemessenen Diagonalen auf die Vickershärte geschlossen werden (siehe *Formel 10*).

$$HV = \frac{0,189 \cdot F}{d^2} \quad \text{(Formel 10)}$$

HV ... Härte nach Vickers

d .... Diagonalenlänge des Eindrucks,  $d = \frac{d_1 + d_2}{2}$  / mm

### 3.8.5 C-Analyse

Für die Kohlenstoffanalyse der Sinterlinge wurden von den gebrochenen Zugversuchsproben mittels Präzisionstrennmaschine „Accutom-50“ des Herstellers Struers und einer Universaltrennscheibe „50A15“ jeweils drei kleine Scheiben zu je ca. 0,5 g abgeschnitten.

Von diesen Scheiben wurde anschließend analog zu 3.3.3. *C-Analyse* über eine Verbrennungsanalyse der C-Gehalt bestimmt.

# 4 Ergebnisse

## 4.1 Wärmebehandlungen

### 4.1.1 Optimierung der Wärmebehandlung

#### 4.1.1.1 Auswahl über die Mikrohärtigkeit (HV 0,01) der C-Masteralloypulver

Um herauszufinden, ob andere Wärmebehandlungen des C-Masteralloypulvers weitere Eigenschaftsverbesserungen mit sich bringen würden, wurden wie beschrieben über einen Paraffin-Ansatz Presslinge hergestellt und im Dilatometer verschiedenen Glühbehandlungen unterzogen. Diese seien zur besseren Übersicht erneut in *Tabelle 2* angeführt.

**Tabelle 2: Wärmebehandlungen der Presslinge (aus C-Masteralloypulver über Paraffin-Ansatz) im Dilatometer**

Probe	Aufheizphase	Haltezeit	Abkühlung
1	auf 900° C mit 10 K min <sup>-1</sup>	1 h	Auf 300° C mit 0,5 K min <sup>-1</sup> Auf 25° C mit 10 K min <sup>-1</sup>
2	Auf 680° C mit 10 K min <sup>-1</sup>	2 h	Auf 25° C 10 K min <sup>-1</sup>
3	Auf 700° C mit 10 K min <sup>-1</sup>	2 h	Auf 25° C 10 K min <sup>-1</sup>
4	Auf 700° C mit 10 K min <sup>-1</sup>	2 h	Auf 300° C mit 0,5 K min <sup>-1</sup> Auf 25° C mit 10 K min <sup>-1</sup>
5	Auf 680° C mit 10 K min <sup>-1</sup>	6 h	Auf 25° C 10 K min <sup>-1</sup>

Zuerst wurde versucht, mögliche Verbesserungen über die Mikrohärtigkeit zu detektieren.

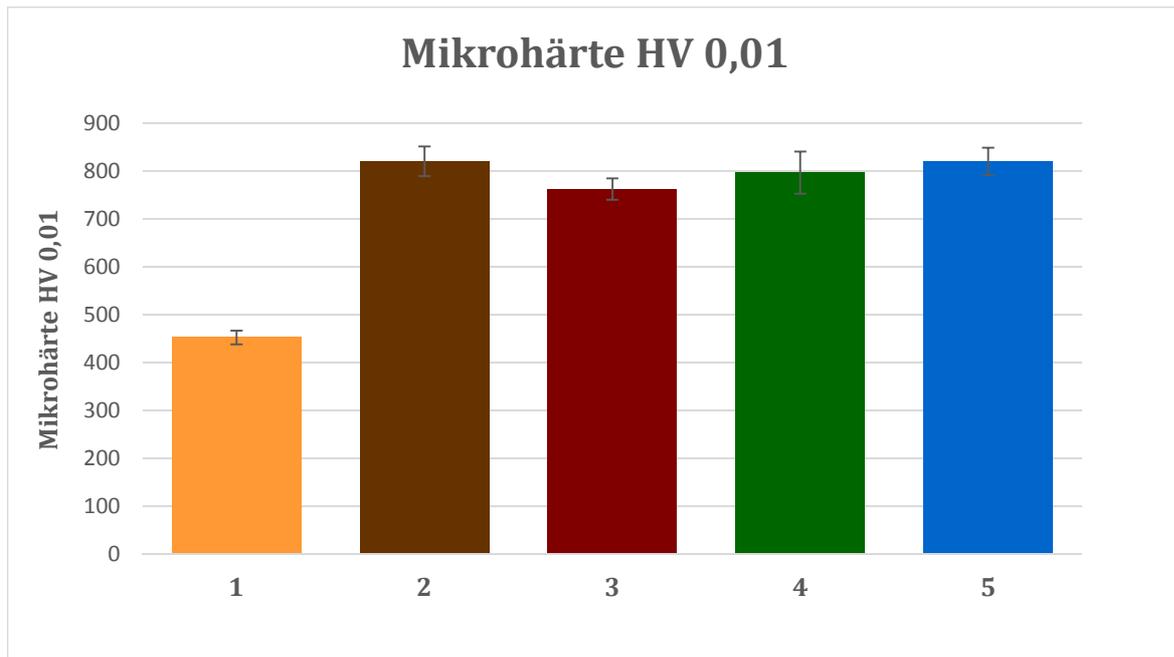


Abbildung 20: Mikrohärte HV 0,01, C-Masteralloypulver; gepresst, entwachst, im Dilatometer unterschiedlich wärmebehandelt.

Tabelle 3: Mikrohärte HV 0,01, C-Masteralloypulver

Probe	$\bar{x}_{\text{Mikrohärte}}$	$\sigma_{\text{Mikrohärte}}$
1	452	14
2	820	31
3	762	22
4	797	44
5	820	29

Unter den verschiedenen Proben überstieg nur die Wärmebehandlung der Probe 1 die A<sub>1</sub>-Linie (723° C) im Fe-C-Diagramm. Diese Probe repräsentiert die ursprünglich durchgeführte Weichglühung des C-Masteralloypulvers und führte dementsprechend zur Zusammensinterung des verpressten Pulvers. Die Mikrohärtebestimmung ergab für Probe 1 einen HV 0,01 Wert von  $452 \pm 14$ . Bei der im Kapitel 4.2.5. *Mikrohärte* beschriebenen Mikrohärtebestimmung der C-Masteralloypulver führte das weichgeglühte Pulver zu einem HV 0,01 Wert von  $753 \pm 17$ , das rekristallisationsgeglühte Pulver zu  $853 \pm 49$  HV 0,01.

Diese deutlichen Unterschiede im weichgeglühten C-Masteralloy bei der Messung am Sinterling und an der Pulvereinbettung lassen darauf schließen, dass die C-Masteralloypulver zu fein sind, um deren Mikrohärte über die durchgeführte Kalteinbettung am Prüfautomaten bestimmen zu können. Evtl. würde aber die Verwendung von härteren Einbettmaterialien als der Araldit eine Messung ermöglichen.

Proben 2-5 wurden, wie schon erwähnt, unterhalb der  $A_1$ -Temperatur gegläht, wodurch es bei der Wärmebehandlung kaum zum Zusammensintern der Presslinge kam. Ihre Mikrohärtebestimmung gestaltete sich deshalb ähnlich problematisch wie die der eingebetteten Pulver und ergab keine aussagekräftigen Ergebnisse. Alle 4 Proben weisen ähnliche Mikrohärtewerte im Bereich zwischen 762 und 820 HV<sub>0,01</sub> auf.

Da sich die Mikrohärte als ungeeignetes Auswahlverfahren erwies, wurde versucht, die Presslinge über deren Pressdichte zu charakterisieren.

#### 4.1.1.2 Auswahl über die Pressdichten der C-Masteralloy-Pulvermischungen (Fe-0,6%C)

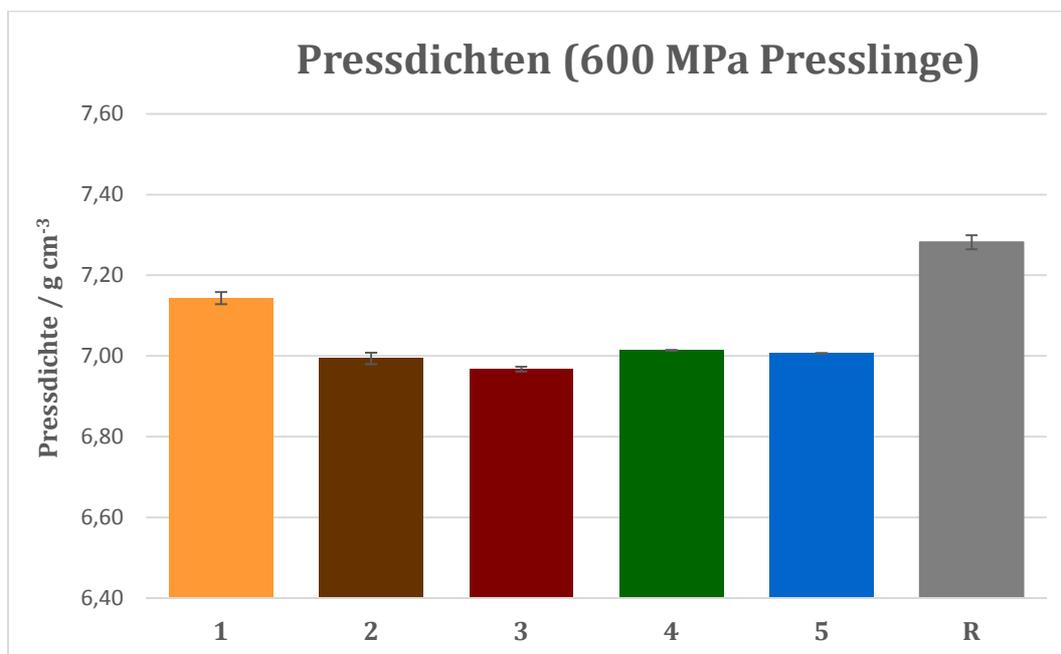


Abbildung 21: Pressdichten geometrisch (600 MPa Presslinge), C-Masteralloypulver; gepresst, entwacht, im Dilatometer unterschiedlich wärmebehandelt, aufgemahlen. Einstellung: Fe-0,6%C mit ASC 100.29, +0,5 Masse% HWC.

Tabelle 4: Pressdichten geometrisch (600 MPa Presslinge), C-Masteralloypulver

Probe	$\bar{x}_{\text{Pressdichte}} / \text{g cm}^{-3}$	$\sigma_{\text{Pressdichte}} / \text{g cm}^{-3}$
1	7,14	0,02
2	6,99	0,01
3	6,97	0,01
4	7,01	0,00
5	7,01	0,00
R	7,28	0,02

Nach dem Ausstoßen der Presslinge aus dem Presswerkzeug wurden diese zur Bestimmung ihrer Pressdichten vermessen und ausgewogen. Die erhaltenen Dichten liegen für eine Verpressung von Fe-0,6% C bei 600 MPa relativ hoch und könnten unter anderem auf ungleichmäßige Höhen der Presslinge zurückzuführen sein, was durch eine volumetrische Dichtebestimmung nicht berücksichtigt werden kann.

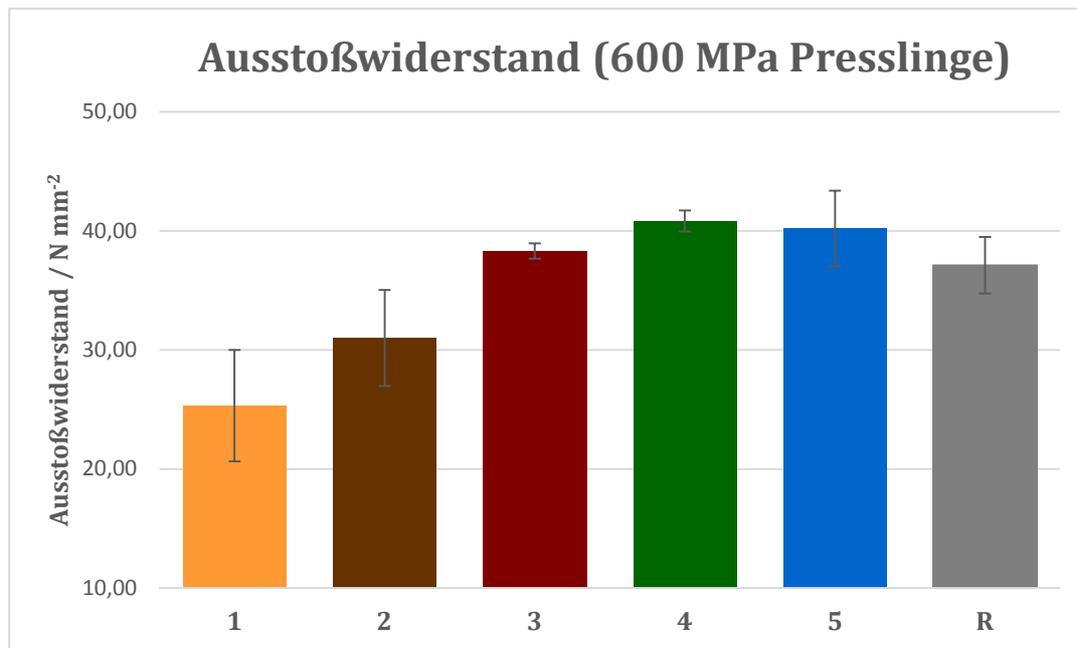
Unter den verschiedenen, wärmebehandelten Proben wies keine der Proben 2-5 eine höhere Pressdichte als Probe 1 auf (ca.  $0,13 \text{ g cm}^{-3}$  Differenz zur Probe 4, die unter den Proben 2-5 die höchste Pressdichte aufwies). Die durchgeführte Weichglühung des C-Masteralloys stellte sich so unter den getesteten Wärmebehandlungen als die vielversprechendste heraus.

Im Zuge der Pressdichtenbestimmung wurde auch der Ausstoßwiderstand der Proben charakterisiert. Für die Referenz konnte ein Ausstoßwiderstand von  $37,10 \text{ N mm}^{-2}$  gemessen werden, was auch mit dem in 4.3.3. *Ausstoßwiderstand* bestimmten Wert von  $40,52 \text{ N mm}^{-2}$  übereinstimmt. Unter den Proben 2-5 konnte jeweils kein niedrigerer Ausstoßwiderstand als bei Probe 1 (durchgeführter Weichglühung) erzielt werden, für die ein Wert von  $25,31 \text{ N mm}^{-2}$  erhalten wurde. Damit unterschreitet der für das weichgeglühte C-Masteralloy bestimmte Ausstoßwiderstand den in 4.3.3. für das rekristallisationsgeglühte C-Masteralloypulver bestimmten bei weitem. Hierfür wurde ein Wert von  $59,00 \text{ N mm}^{-2}$  erhalten.

Die Versuche zur Optimierung der Wärmebehandlung zeigten so zum einen, dass in Bezug auf Pressdichte und Ausstoßwiderstand keine der geprüften Wärmebehandlungen bessere Ergebnisse lieferte als die durchgeführte Weichglühung. Zum anderen stellte sich heraus, dass das weichgeglühte Pulver einen deutlich niedrigeren Ausstoßwiderstand als das rekristallisationsgeglühte Pulver aufweist.

In dieser Arbeit wurden nur Fe-0,6% C Pulvermischungen der Referenz (ASC. 100.29 + Graphit), des ungeglühten C-Masteralloypulvers und des rekristallisationsgeglühten C-Masteralloypulvers charakterisiert und weiterverarbeitet zu Sinterlingen, deren mechanische Eigenschaften anschließend geprüft wurden. Die experimentellen Versuche zur Optimierung der Wärmebehandlung wurden erst nach der Charakterisierung der Fe-0,6% C Pulvermischungen durchgeführt, zeigen aber, dass sich auf Grund des niedrigen Ausstoßwiderstandes auch eine Fe-0,6% C Mischung des weichgeglühten Pulvers als interessant herausstellen könnte und sich so für weitere

Versuche anbieten würde. Würde das weichgeglühte Pulver nach dem Pressen und Sintern ähnliche Härte- und Zugfestigkeitswerte aufweisen wie das rekristallisationsgeglühte Pulver, wäre es diesem vorzuziehen, da niedrigere Ausstoßwiderstände mit weniger Matrizenverschleiß beim Pressen einhergehen.



**Abbildung 22: Ausstoßwiderstand, C-Masteralloypulver (600 MPa Presslinge); gepresst, entwachst, im Dilatometer unterschiedlich wärmebehandelt, aufgemahlen. Einstellung: Fe-0,6%C mit ASC 100.29, +0,5 Masse% HWC.**

**Tabelle 5: Ausstoßwiderstand, C-Masteralloypulver (600 MPa Presslinge).**

Probe	$\bar{x}_{P_{\text{Ausstoßwiderstand}}} / \text{N mm}^{-2}$	$\sigma_{\text{Ausstoßwiderstand}} / \text{N mm}^{-2}$
1	25,31	4,67
2	30,99	4,03
3	38,30	0,64
4	40,81	0,89
5	40,20	3,17
R	37,10	2,36

Sämtliche Messwerte zur Optimierung der Wärmebehandlung sind dem **Anhang B 1. Optimierung der Wärmebehandlung** zu entnehmen.

## 4.1.2 Dilatometer-Messungen

### 4.1.2.1 Mit 600 MPa verpresste Proben

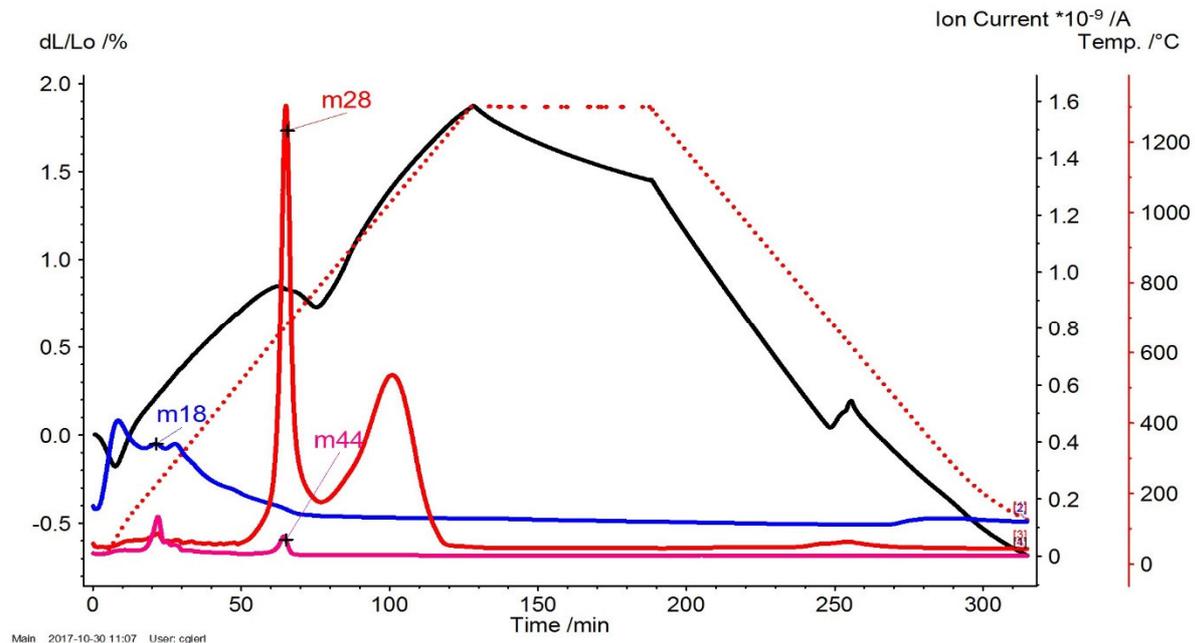


Abbildung 23: Dilatometerkurven Referenz Fe-0.6%Graphit, gepresst bei 600 MPa mit Matrizenschmierung; Maximaltemperatur: 1300° C, Ar-Atmosphäre.

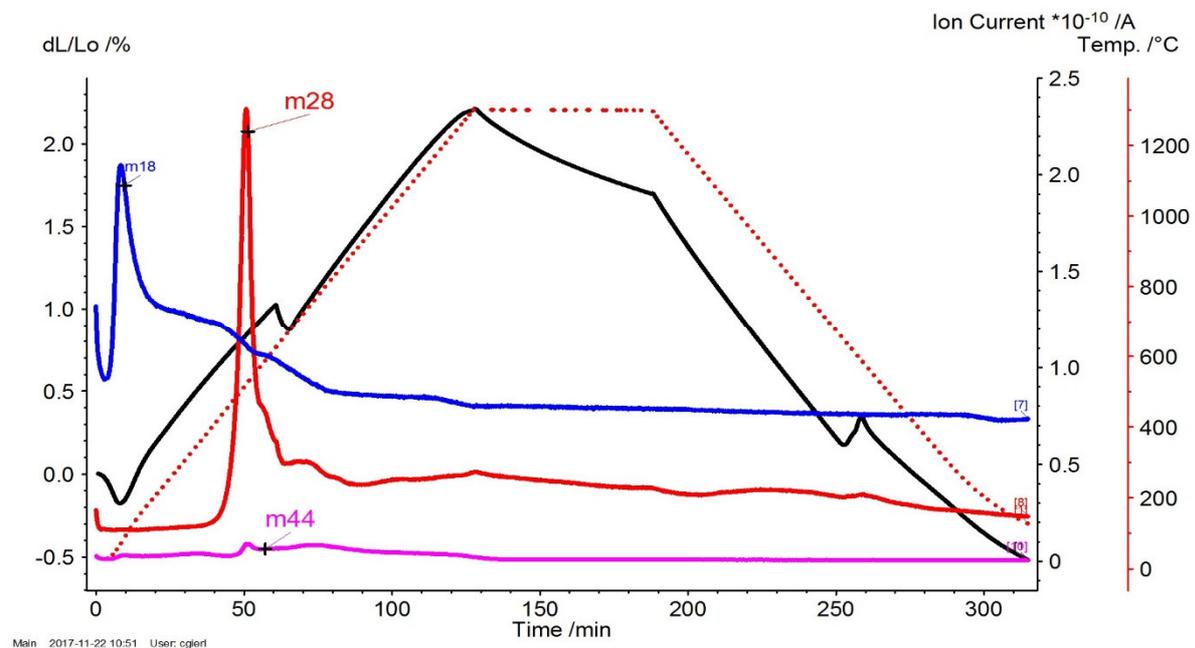
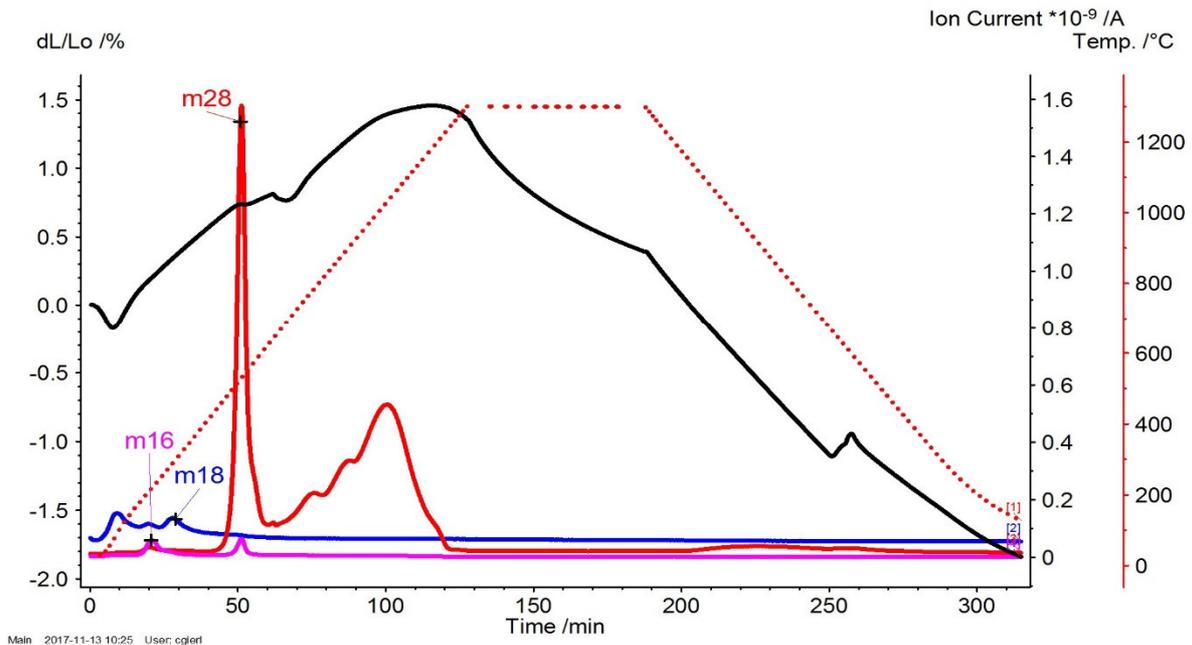
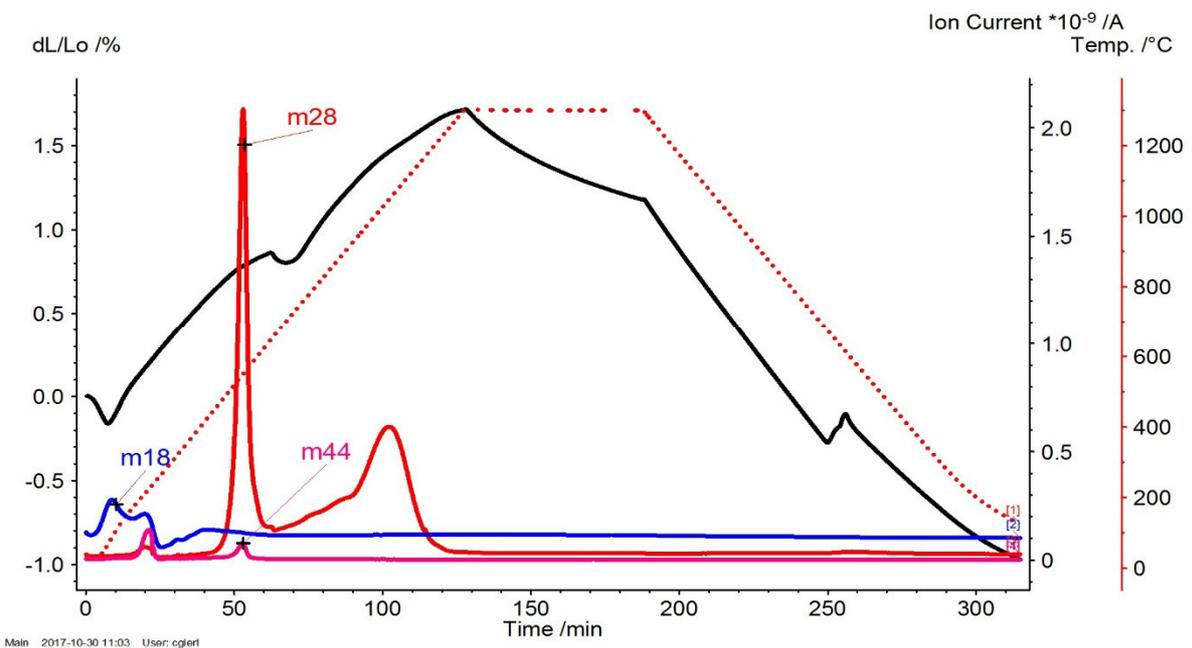


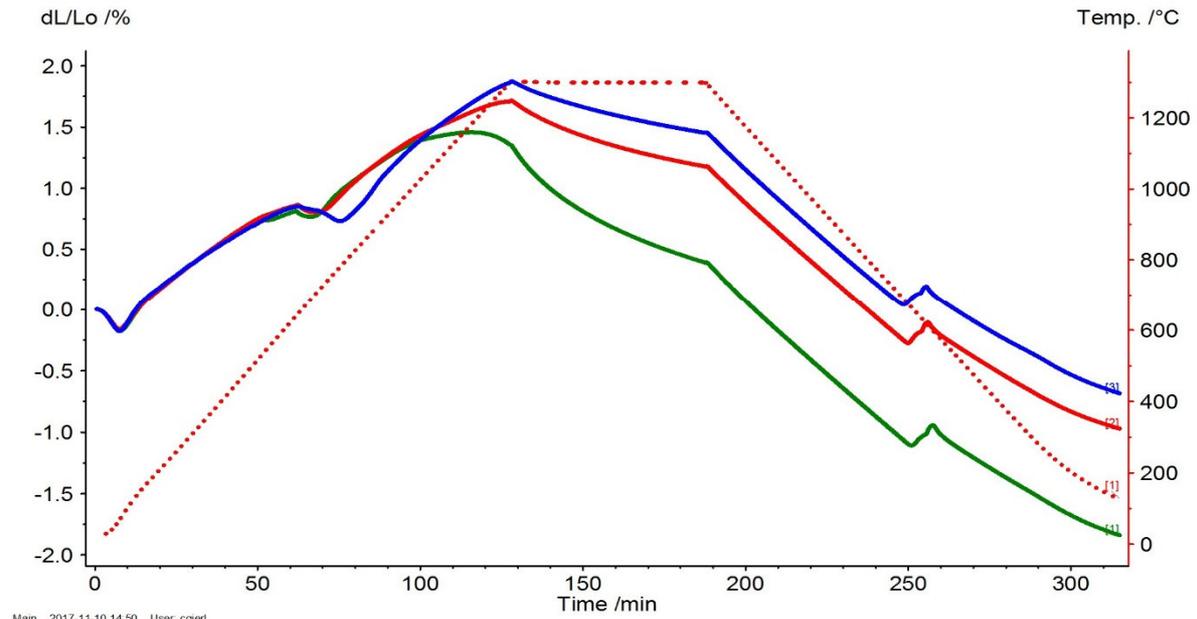
Abbildung 24: Dilatometerkurven Zweitfahrt Referenz Fe-0.6%Graphit, gepresst bei 600 MPa mit Matrizenschmierung; Maximaltemperatur: jeweils 1300° C, Ar-Atmosphäre.



**Abbildung 25:** Dilatometerkurven C-Masteralloy „as delivered“ auf Fe-0,6%C mit ASC 100.29, gepresst bei 600 MPa mit Matrizenschmierung; Maximaltemperatur: 1300° C, Ar-Atmosphäre.

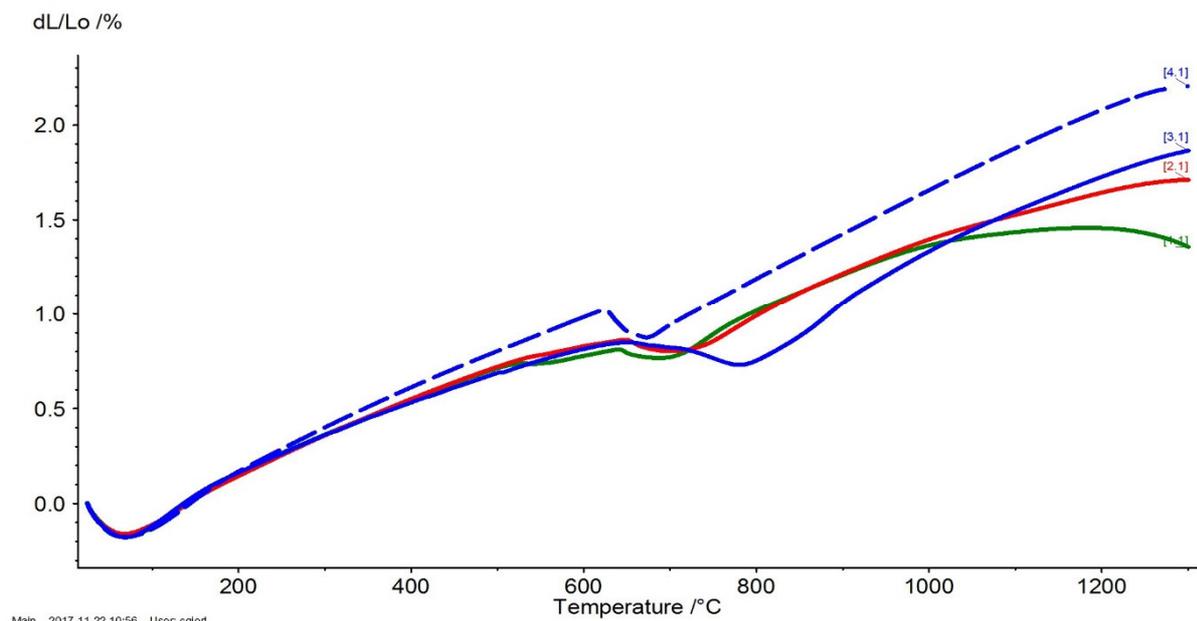


**Abbildung 26:** Dilatometerkurven rekristallisationsgeglühtes C-Masteralloy auf Fe-0,6%C mit ASC 100.29, gepresst bei 600 MPa mit Matrizenschmierung; Maximaltemperatur: 1300° C, Ar-Atmosphäre.



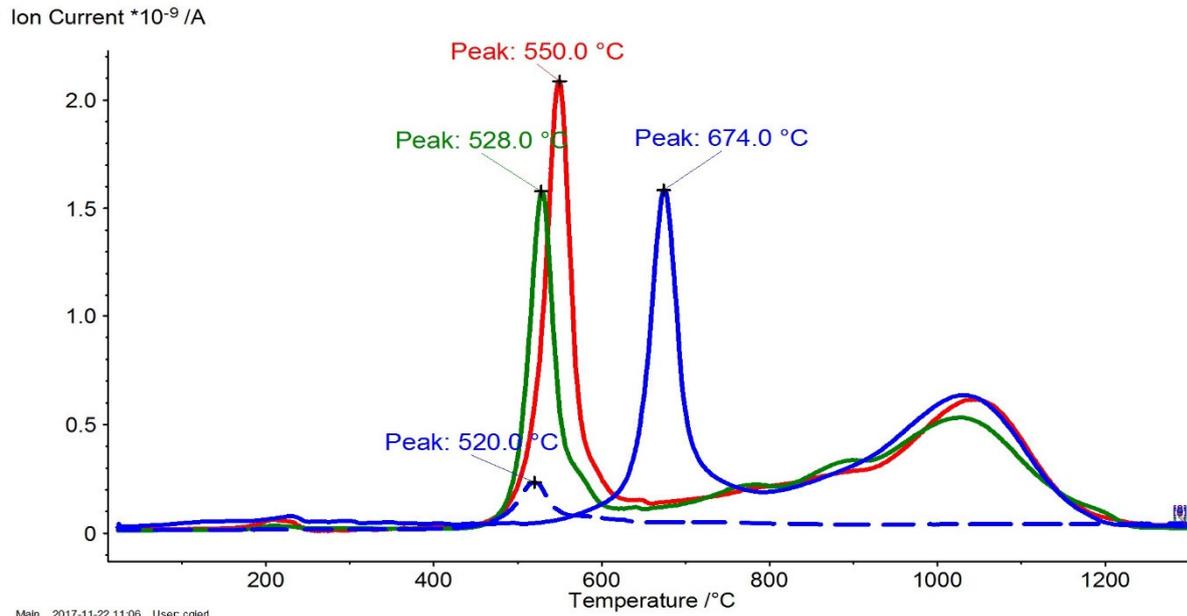
Main 2017-11-10 14:50 User: cglert

**Abbildung 27: Dilatometerkurven Fe-0,6%C, Vergleich von Referenz (blau), C-Masteralloy „as delivered“ (grün) und rekristallisationsgeglühtem C-Masteralloy (rot), gepresst bei 600 MPa mit Matrizenschmierung; Maximaltemperatur: 1300° C, Ar-Atmosphäre.**



Main 2017-11-22 10:56 User: cglert

**Abbildung 28: Dilatometerkurven Fe-0,6%C, Vergleich von Referenz (blau), Zweifahrt Referenz (blau strichliert), C-Masteralloy „as delivered“ (grün) und rekristallisationsgeglühtem C-Masteralloy (rot), gepresst bei 600 MPa mit Matrizenschmierung; Maximaltemperatur: 1300° C, Ar-Atmosphäre.**



**Abbildung 29: m-28 Entgasungskurven Fe-0,6%C, Vergleich von Referenz (blau), Zweitfahrt Referenz (blau strichliert) C-Masteralloy „as delivered“ (grün) und rekristallisationsgeglühtem C-Masteralloy (rot), gepresst bei 600 MPa mit Matrizenschmierung; Maximaltemperatur: 1300° C,**

Durch die Kopplung des Dilatometers mit einem Massenspektrometer konnten die Entgasungsvorgänge während der Wärmebehandlung analysiert werden. Zu Beginn kommt es zur Desorption von Wasser (m18) an den Proben. Die Entgasung von CO (m28) verläuft in zwei Stufen und kommt durch die Reduktion der Oxide durch den Kohlenstoff in den Proben zu Stande (carbothermische Reduktion). Der erste, relativ schmale CO-Peak zeigt die Reduktion der Oberflächenoxide. Der zweite CO-Peak stellt die Reduktion der inneren bzw. der in den Preßkontakten eingeschlossenen Oxide dar. Da der Sauerstoff dabei jeweils erst von den verschiedenen Stellen im Bulk an die Oberfläche gelangen muss, ist der Peak dementsprechend verbreitert.

Die blaue strichlierte Kurve in *Abbildung 28* und *Abbildung 29* stellt die Zweitfahrt der Referenz dar. Da bereits bei der ersten Wärmebehandlung der Referenz die inneren Oxide der Probe reduziert wurden, ist hier kein zweiter CO-Peak zu beobachten. Der im Vergleich zu den anderen Proben weitaus weniger intensive erste CO-Peak (Oberflächenreduktion) ist darauf zurückzuführen, dass die Referenz nach der ersten Wärmebehandlungen 23 Tage an Luft gelagert wurde, bevor sie erneut gemessen wurde, wodurch es wieder zu einer leichten, oberflächlichen Oxidation kam.

Vergleicht man die Temperaturen der Entgasungs-Peaks (siehe *Abbildung 29*), wird klar ersichtlich, dass bei den C-Masteralloys mit dem Zementit als Kohlenstoffquelle die Oberflächenreduktion bereits bei niedrigeren Temperaturen startet als bei der Referenz. Da nach der ersten Wärmebehandlung der Referenz der Kohlenstoff ebenfalls in Form von Zementit vorlag, war bei der Zweitfahrt der Referenz eine ähnlich frühere Desoxidation wie bei den C-Masteralloys zu beobachten.

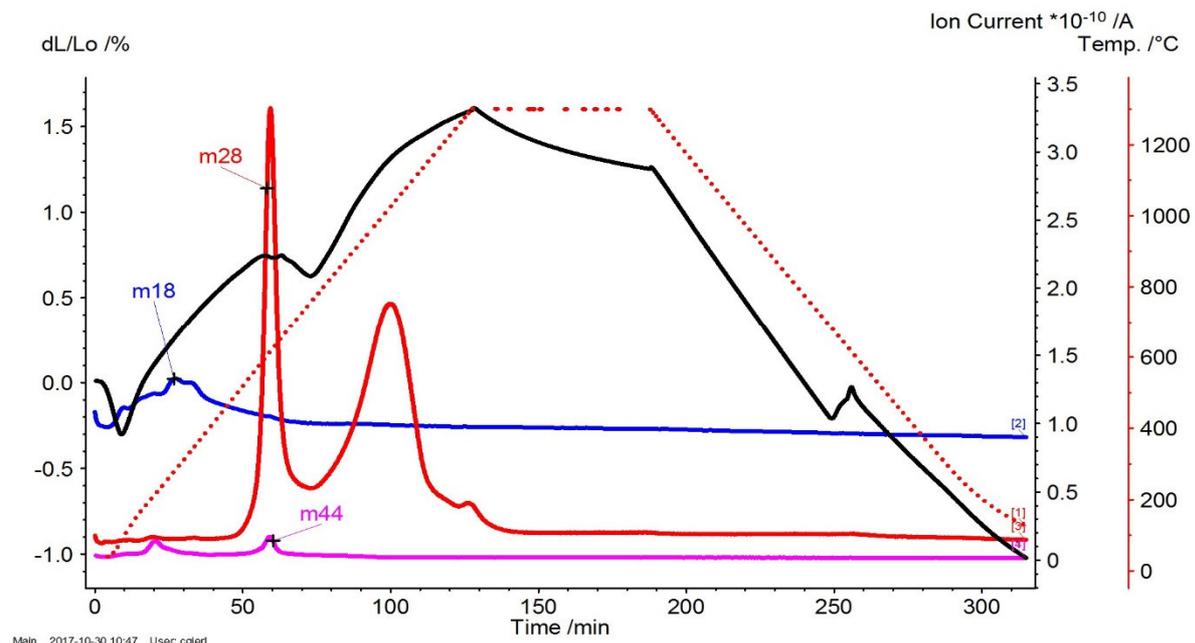
Betrachtet man die Dimensionsänderungen der Proben während der Wärmebehandlung, so ist anfangs (nach der Desorption des Wassers) eine Expansion mit steigender Temperatur zu beobachten. Abweichungen von der weitgehend linearen Längenzunahme weisen auf Phasenumwandlungen bzw. Änderung im Auflösverhalten der Legierungselemente hin.

Die Schrumpfung der Proben bei Temperaturen zwischen 680° C und 770° C beim Aufheizen ist auf den Phasenübergang von Ferrit ( $\alpha$ ) auf Austenit ( $\gamma$ ) zurückzuführen und verläuft jeweils kurz nach der detektierten Reduktion der Oberflächenoxide. Die Rückumwandlung bei der anschließenden Abkühlung erfolgt erst bei Temperaturen von ca. 600° C.

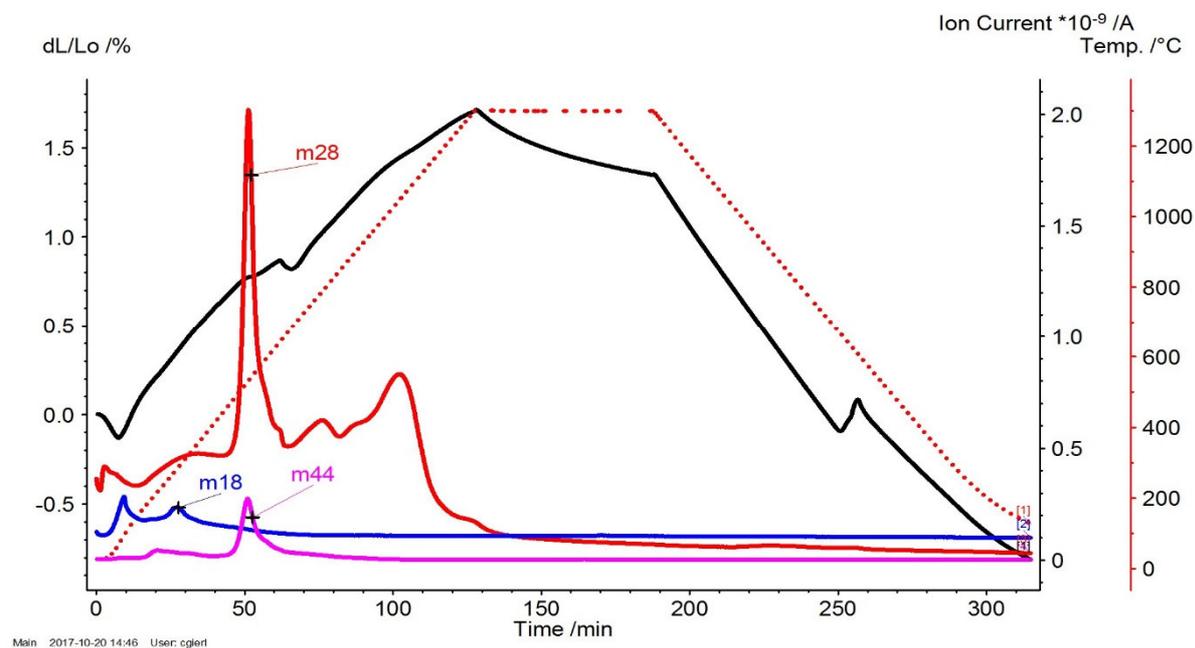
Vergleicht man jeweils die Längenänderungen am Ende der Wärmebehandlung in Bezug auf die Ausgangslänge, so wird ersichtlich, dass das C-Masteralloy am besten verdichtet. Die Referenz weist die niedrigste endgültige Schrumpfung auf, allerdings dehnt sich diese auch vor dem Sintern am stärksten aus.

Auf die Phasenumwandlung Ferrit ( $\alpha$ )–Austenit ( $\gamma$ ) zwischen 680° C und 770° C und die damit einhergehende Schrumpfung folgt wieder eine Expansion der Proben mit steigender Temperatur. Dabei ist nach einer gewissen Zeit eine Abnahme der Steigung zu beobachten (R: ca. 910° C; R<sub>2</sub>: ca. 770° C; B: ca. 770° C; D: ca. 840° C). Dieser Punkt charakterisiert jeweils den Beginn der Auflösung des Kohlenstoffs im Austenit. Die Messungen ergaben, dass die Kohlenstoffauflösung bei den C-Masteralloys bzw. bei der Zweitfahrt der Referenz mit dem Zementit als Kohlenstoffquelle jeweils schon bei niedrigeren Temperaturen startet als bei der ersten Wärmebehandlung der Referenz, bei der der Kohlenstoff über den Graphit eingebracht wurde.

## 4.1.2.2 Mit 1200 MPa verpresste Proben



**Abbildung 30: Dilatometerkurven Referenz Fe-0.6%Graphit, gepresst bei 1200 MPa mit Matrizenschmierung; Maximaltemperatur: 1300° C, Ar-Atmosphäre.**



**Abbildung 31: Dilatometerkurven C-Masteralloy „as delivered“ auf Fe-0,6%C mit ASC 100.29, gepresst bei 1200 MPa mit Matrizenschmierung; Maximaltemperatur: 1300° C, Ar-Atmosphäre.**

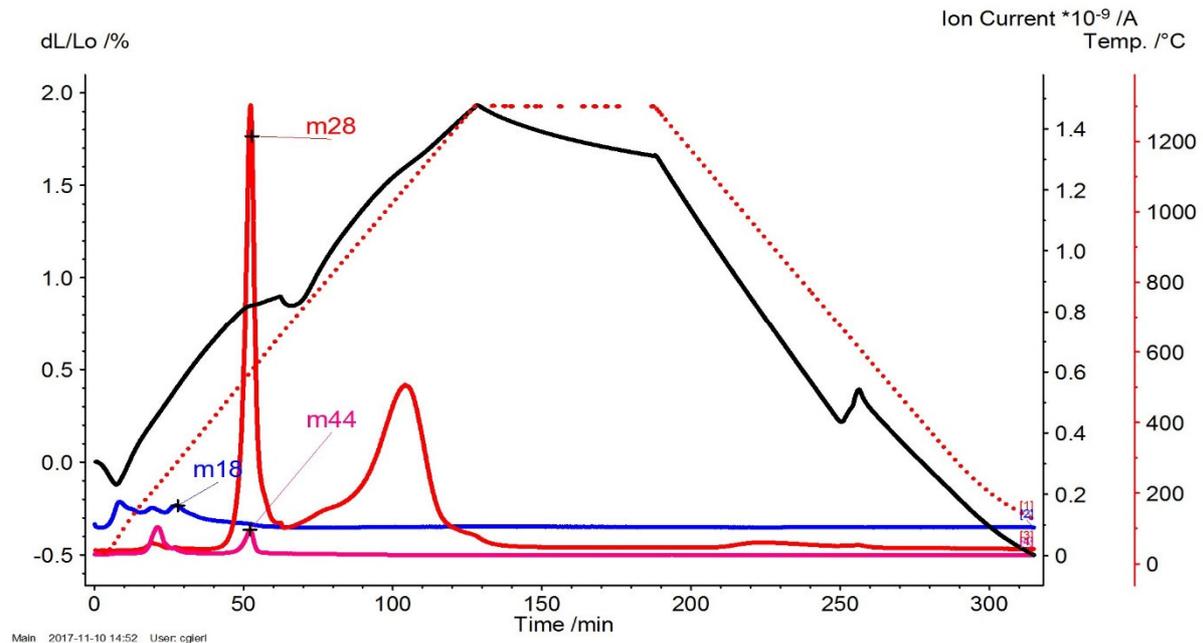


Abbildung 32: Dilatometerkurven rekristallisationsgeglühtes C-Masteralloy auf Fe-0,6%C mit ASC 100.29, gepresst bei 1200 MPa mit Matrizenschmierung; Maximaltemperatur: 1300° C, Ar-Atmosphäre.

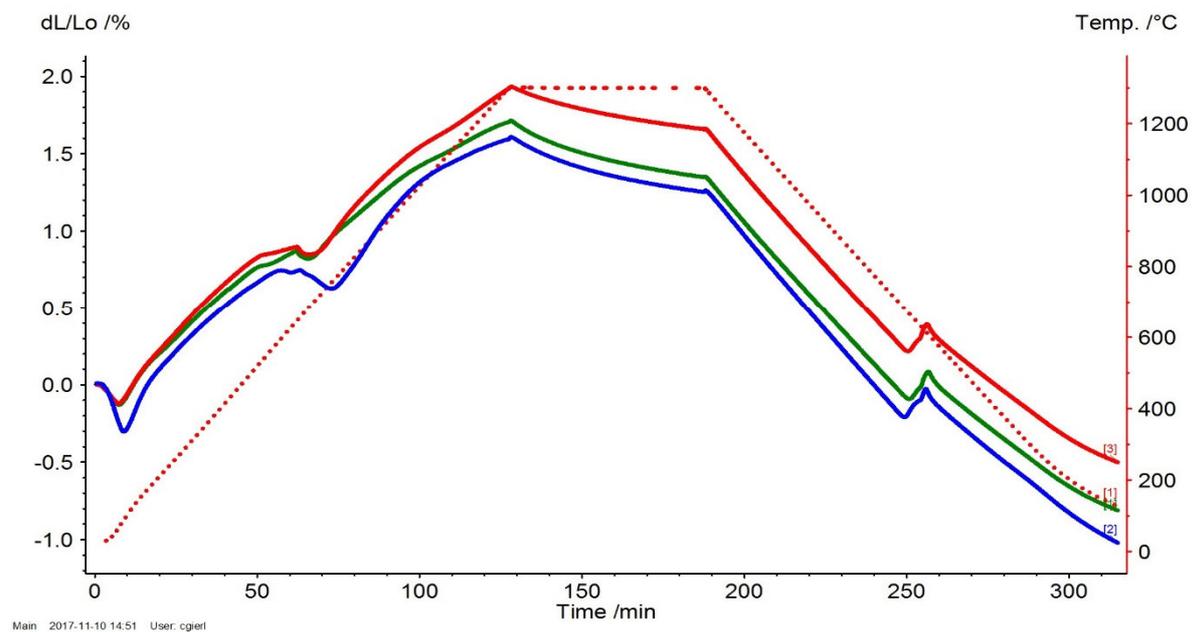
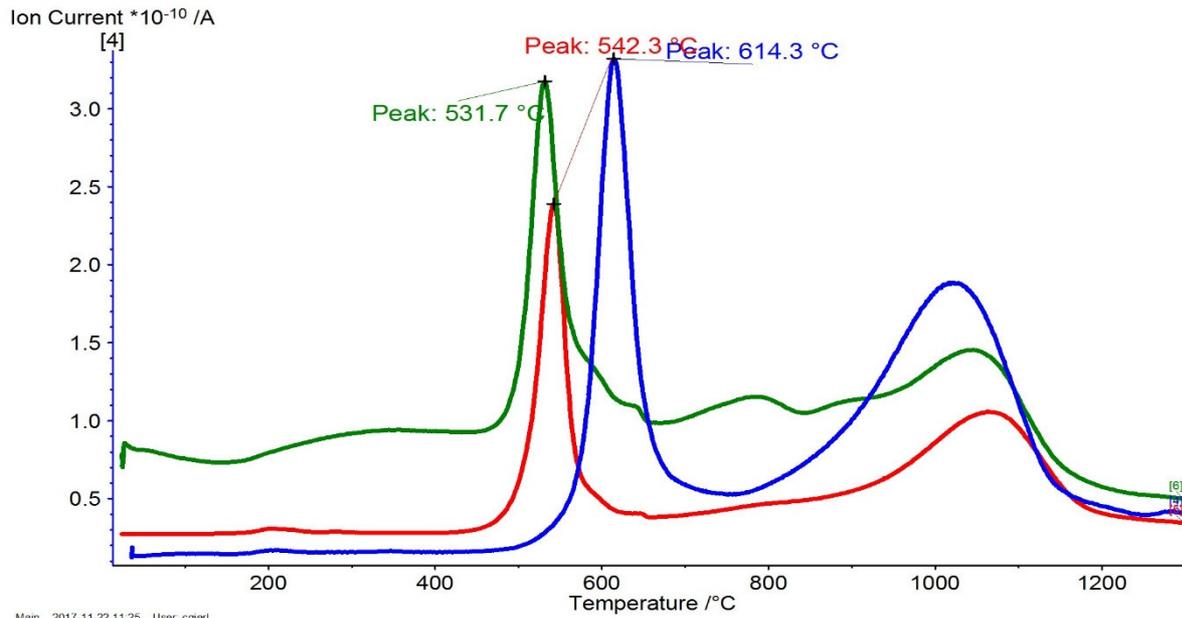


Abbildung 33: Dilatometerkurven Fe-0,6%C, Vergleich von Referenz (blau), C-Masteralloy „as delivered“ (grün) und rekristallisationsgeglühtem C-Masteralloy (rot), gepresst bei 1200 MPa mit Matrizenschmierung; Maximaltemperatur: 1300° C, Ar-Atmosphäre.



**Abbildung 34: m-28 Entgasungskurven Fe-0,6%C, Vergleich von Referenz (blau), C-Masteralloy „as delivered“ (grün) und rekristallisationsgeglühtem C-Masteralloy (rot), gepresst bei 1200 MPa mit Matrizenschmierung; Maximaltemperatur: 1300° C, Ar-Atmosphäre.**

Bei den 1200 MPa verpressten Proben wurde für die Dilatometermessung der Referenz ein kleineres Probenstück verwendet, als für die der C-Masteralloys (Länge: 6,15 mm statt 12,12 mm). Deshalb wies die Referenz deutlich niedrigere CO-Entgasungs-Intensitäten als die C-Masteralloys auf. In *Abbildung 34* wurden die CO-Peaks der Referenz zur besseren Darstellung verhältnismäßig vergrößert, die Vergleichbarkeit der Peakintensitäten zwischen den Probenreihen ist dadurch aber nicht gegeben.

Wie schon bei den 600 MPa verpressten Proben startete die Oberflächenreduktion auch bei den 1200 MPa verpressten Proben bei den C-Masteralloys (CO-Entgasungspeaks bei 531,7° C bzw. 542,3° C) bereits bei niedrigeren Temperaturen als bei der Referenz (CO-Entgasungspeak bei 614,3° C). Allerdings liegen die Peak-Temperaturen hier weit näher beisammen. Bei den 600 MPa verpressten Proben lag der erste CO-Entgasungspeak der Referenz ca. 60° C höher (674,0° C) als hier bei den 1200 MPa verpressten Proben. Zusätzlich ist bei allen 1200 MPa Proben jeweils ein niedrigeres Verhältnis von erstem zu zweitem CO-Peak zu beobachten, was darauf zurückzuführen ist, dass bei den hochdichten Proben weniger Sauerstoff an den Oberflächen und dafür mehr in den Presskontakten vorliegt.

Der Phasenübergang von Ferrit ( $\alpha$ ) auf Austenit ( $\gamma$ ) beim Aufheizen (erkennbar durch die abrupte Schrumpfung) verläuft wieder jeweils kurz nach der detektierten Reduktion der Oberflächenoxide zwischen 690° C und 780° C.

Anders als bei den 600 MPa Proben weist die Referenz bei den 1200 MPa Presslingen überraschenderweise nach der Sinterung die stärkste Verdichtung auf. Das C-Masteralloy verdichtet allerdings wieder besser als das rekristallisationsgeglühte C-Masteralloy. Wieder korreliert die Ausdehnung vor dem Sintern mit der erzielten Schrumpfung am Ende des Versuchs.

Die Auflösung des Kohlenstoffs im Austenit während der Sinterung begann jeweils wieder bei ähnlichen Temperaturen wie schon bei den 600 MPa verpressten Proben (R: ca. 920 ° C; B: ca. 760 ° C; D: ca. 820 ° C). Bei den C-Masteralloys startete sie somit aufgrund des Zementits als Kohlenstoffquelle erneut bereits bei niedrigeren Temperaturen als bei der Referenz.

## 4.2 Charakterisierung der Pulver

### 4.2.1 REM-Aufnahmen

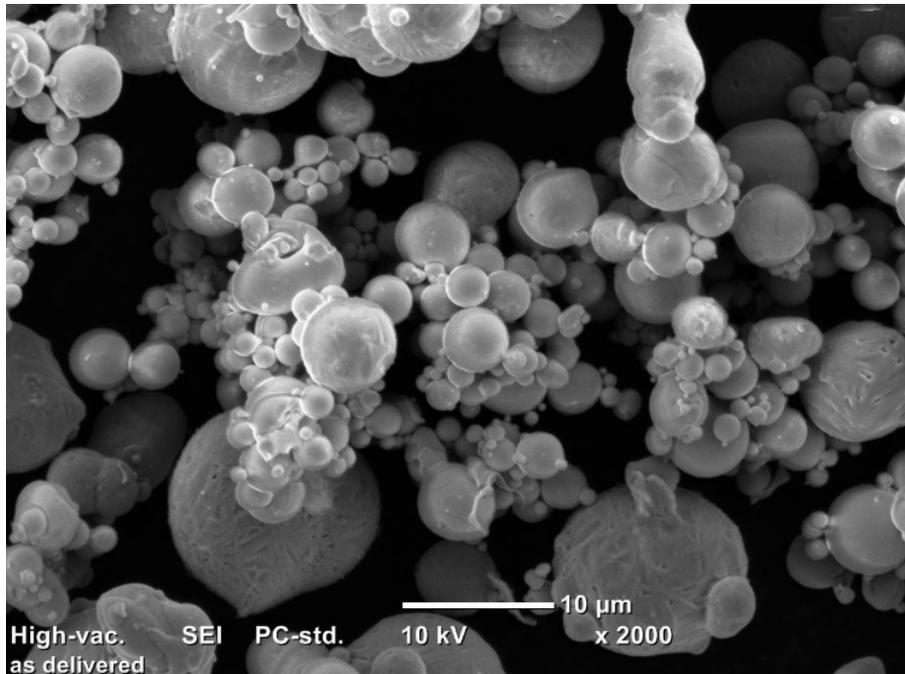


Abbildung 35: REM-Aufnahme, C-Masteralloypulver „As Delivered“; 2000x

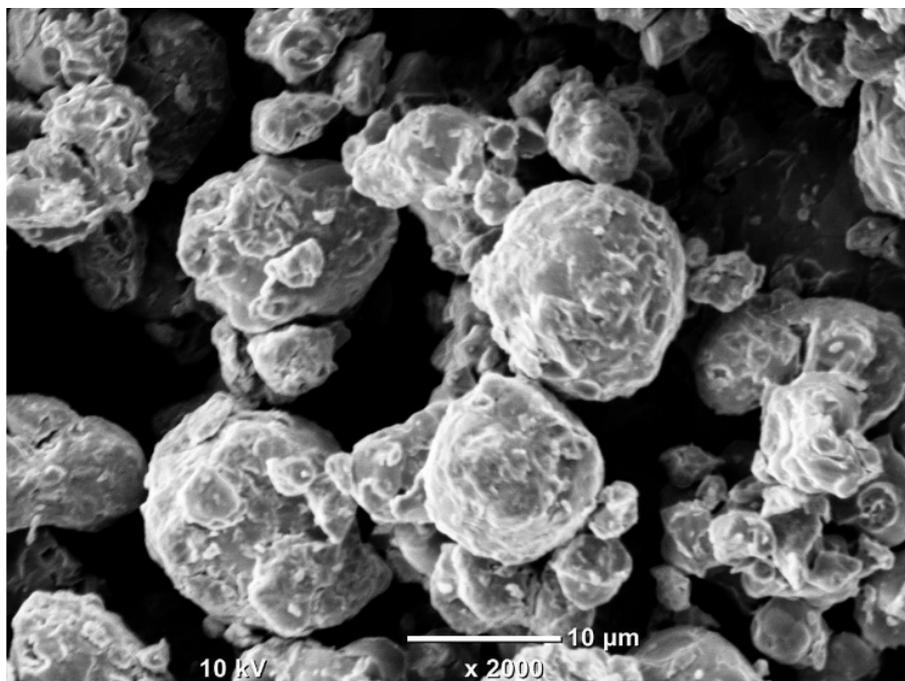
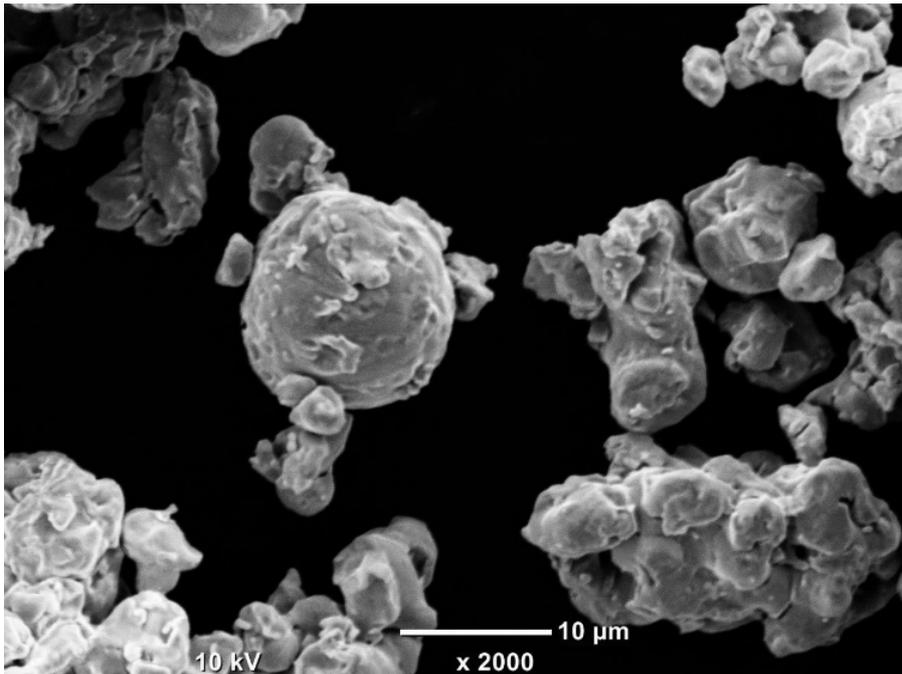


Abbildung 36: REM-Aufnahme, Weichgeglühtes C-Masteralloypulver; 2000x



**Abbildung 37: REM-Aufnahme, Rekristallisationsgeglühtes C-Masteralloypulver; 2000x**

*Abbildung 35* zeigt das C-Masteralloypulver nach der Herstellung über die Ultra-Hochdruck-Wasserverdüsung. Durch den hohen Druck, mit dem das Wasser dabei auf den Schmelzstrahl gerichtet wurde, konnte dieser zu extrem feinen Partikeln zerstäubt werden, welche sich unter Einfluss der Oberflächenspannung noch vor der Erstarrung sphärisch einformen konnten.

*Abbildung 36* zeigt das Pulver nach der Weichglühung. Beobachtbar ist eine deutliche Strukturierung in der Oberfläche der Pulverpartikel im Vergleich zum Ausgangspulver.

Nach dem Weichglühen musste das stark zusammengesinterte Pulver wieder aufgemahlen werden, wodurch Eigenspannungen und Kaltverfestigung ins Material eingebaut wurden. Durch eine entsprechende Rekristallisationsglühung sollte die plastische Verformbarkeit wieder hergestellt werden. *Abbildung 37* stellt das fertige, rekristallisationsgeglühte Pulver da.

Weitere Vergrößerungen sind im **Anhang B 2.1 REM-Aufnahmen** angeführt.

## 4.2.2 O-Analyse

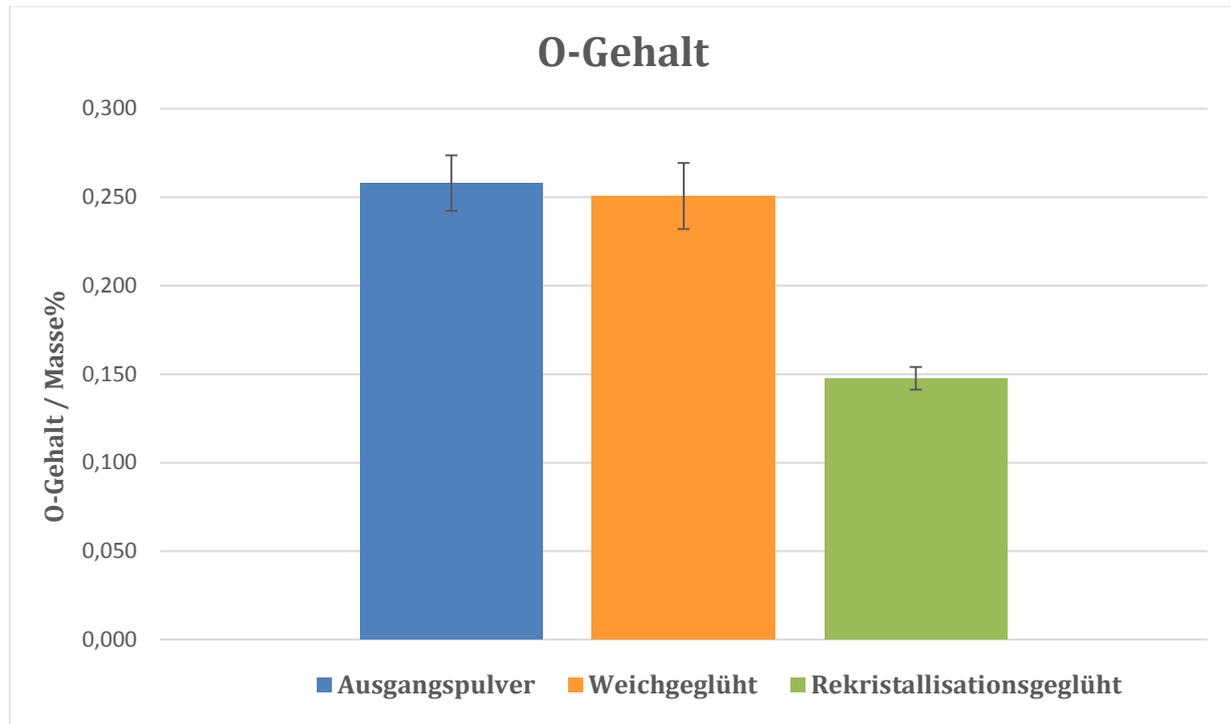


Abbildung 38: O-Analyse von C-Masteralloypulvern

Tabelle 6: O-Gehalt von C-Masteralloypulvern

Pulver	$\bar{x}_{O\text{-Gehalt}} / \text{Masse}\%$	$\sigma_{O\text{-Gehalt}} / \text{Masse}\%$
Ausgangspulver	0,258	0,016
Weichgeglüht	0,251	0,019
Rekristallisationsgeglüht	0,148	0,006

Der Sauerstoffgehalt konnte bei der Weichglühung (900° C, 1 h) unter N<sub>2</sub>-Atmosphäre weitgehend konstant gehalten werden (das Ausgangspulver liegt mit einem Sauerstoffgehalt von 0,258 Masse% im Schwankungsbereich des weichgeglühten Pulvers mit 0,251 Masse% Sauerstoff).

Die Rekristallisationsglühung (600° C, 1 h) wurde unter H<sub>2</sub>-Atmosphäre durchgeführt. Es kam zur Reduktion des Pulvers und einem resultierenden Sauerstoffgehalt von 0,148 Masse% (siehe **Anhang B 2.2. O-Analyse**). Die mit den Glühungen einhergehende Reduktion des Kohlenstoffgehalts fiel mit rund 5% in Bezug auf das Ausgangspulver eher gering aus und lag somit durchaus im akzeptablen Bereich.

### 4.2.3 C-Analyse

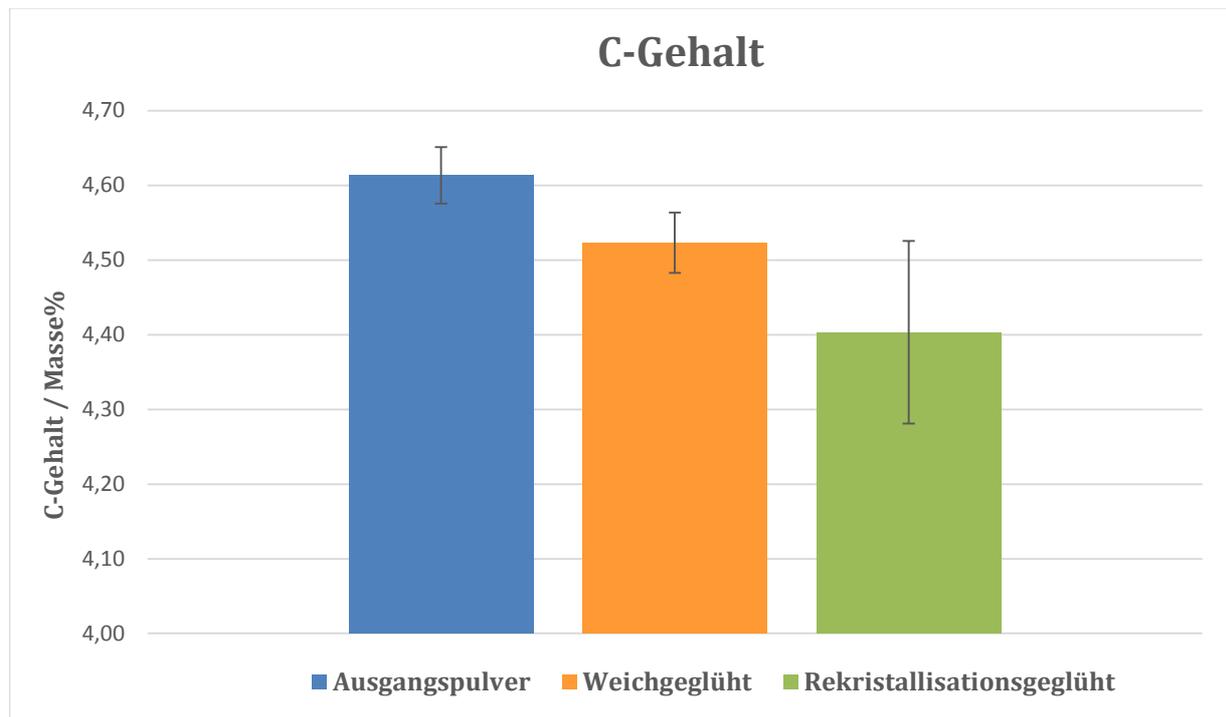


Abbildung 39: C-Analyse von C-Masteralloypulvern

Tabelle 7: C-Gehalt von C-Masteralloypulvern

Pulver	$\bar{x}_{C\text{-Gehalt}} / \text{Masse}\%$	$\sigma_{C\text{-Gehalt}} / \text{Masse}\%$
Ausgangspulver	4,61	0,04
Weichgeglüht	4,52	0,04
Rekristallisationsgeglüht	4,40	0,12

Beim Weichglühen (900° C, 1 h) unter N<sub>2</sub>-Atmosphäre sank der Kohlenstoffgehalt von den anfänglichen 4,61 Masse% auf 4,52 Masse%, was einer Reduktion um rund 2% entspricht.

Wie oben schon erwähnt, führte das Rekristallisationsglühen (600° C, 1 h) unter H<sub>2</sub>-Atmosphäre zu einer weiteren Abnahme um rund 3%, wodurch das fertige Pulver einen Kohlenstoffgehalt von 4,40 Masse% aufwies (siehe **Anhang B** 2.3. C-Analyse)

Ein derart hoher Kohlenstoffgehalt ist Voraussetzung für den Einsatz von C-Masteralloypulvern, da man bei der Stahlherstellung einen möglichst geringen Prozentsatz des C-Masteralloys mit dem Eisen-Basispulver vermengen möchte. Andernfalls würde man die Kompressibilität der Pulvermischung zunehmend verschlechtern, wodurch die Vorteile gegenüber dem Einsatz von fertiglegierten Pulvern nicht mehr gegeben wären.

## 4.2.4 Pulverschleife

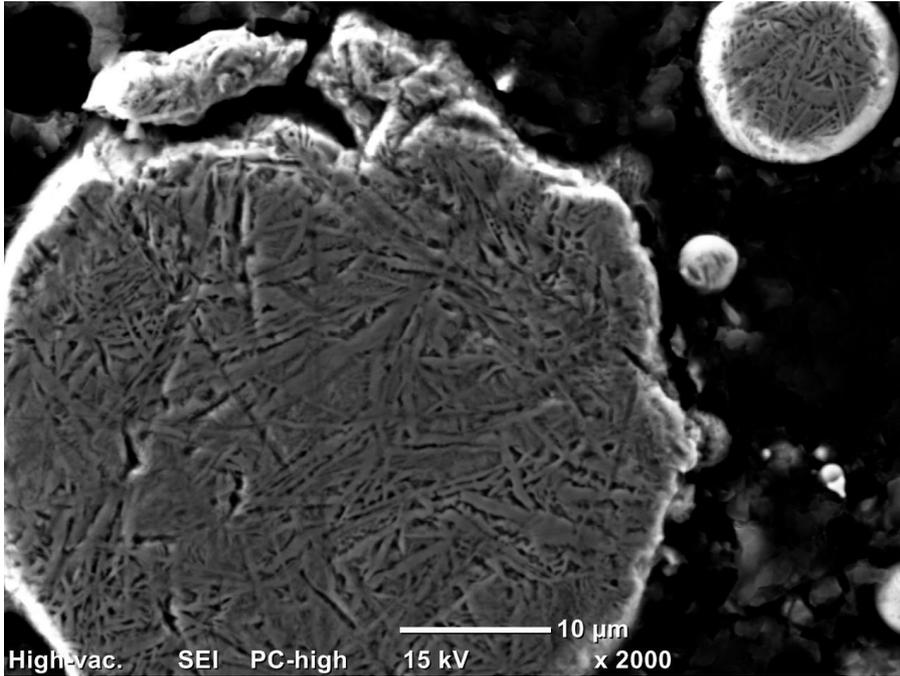


Abbildung 40: REM-Aufnahme, C-Masteralloypulver „As Delivered“; 2000x  
Kalteingebettet, maschinell geschliffen/poliert,  
Ätzung mit 3%iger Nital, Ag-besputtert 30 sec.

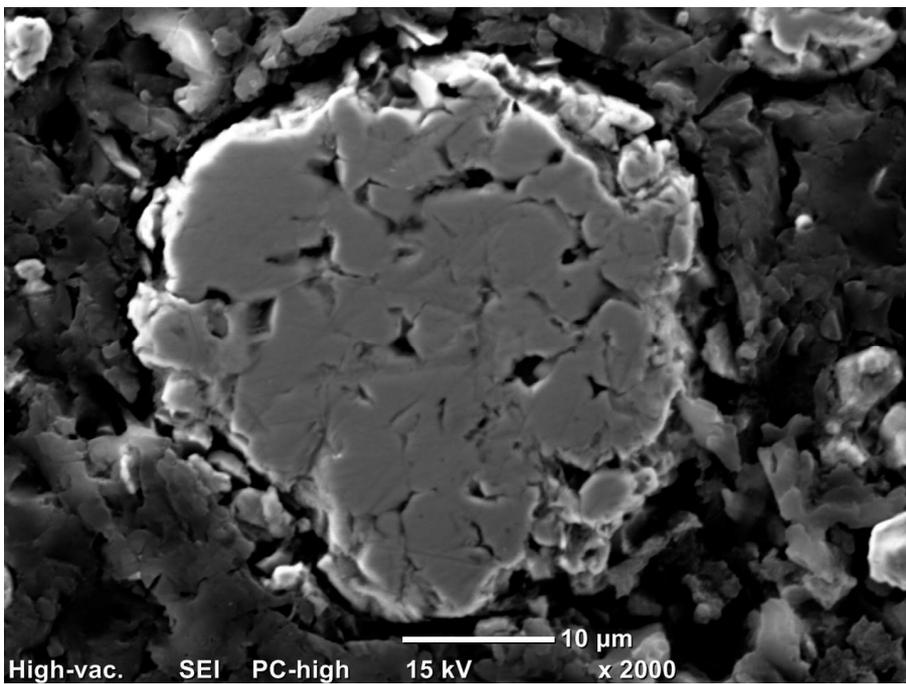
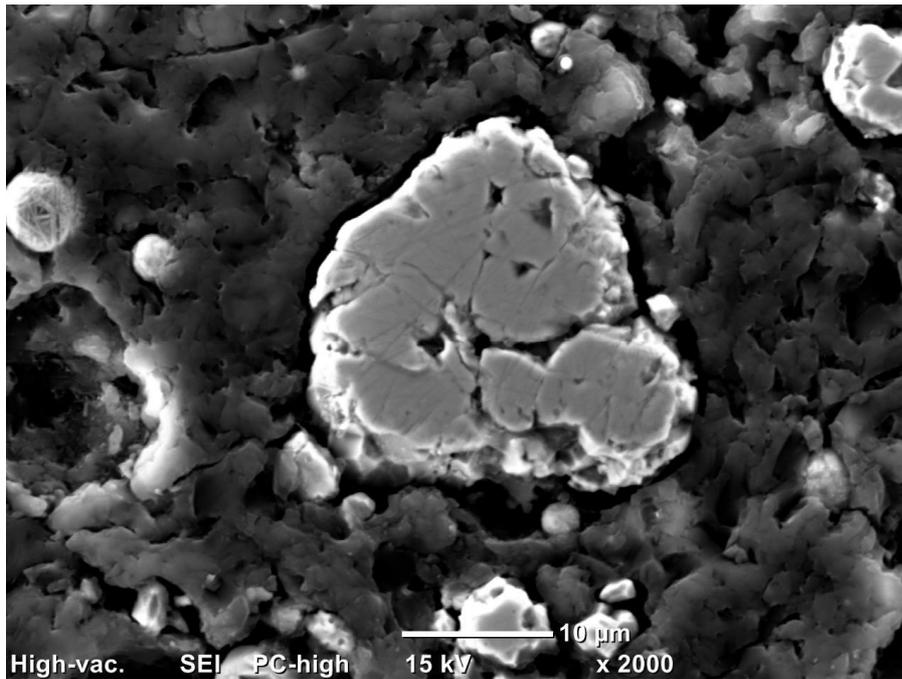


Abbildung 41: REM-Aufnahme, Weichgeglühtes C-Masteralloypulver; 2000x  
Kalteingebettet, maschinell geschliffen/poliert,  
Ätzung mit 3%iger Nital, Ag-besputtert 30 sec.



**Abbildung 42: Rekristallisationsgeglühtes C-Masteralloypulver; 2000x Kalteingebettet, maschinell geschliffen/poliert, Ätzung mit 3%iger Nital, Ag-besputtert 30 sec.**

*Abbildung 40* zeigt das C-Masteralloypulver ohne durchgeführte Wärmebehandlung. In der Mikrostruktur konnten durch die Ätzung die feinen Zementitlamellen des Perlits deutlich sichtbar gemacht werden.

*Abbildung 41* zeigt das Pulver nach der Weichglühung. Beobachtbar ist eine deutliche Vergrößerung der Zementitphasen im Vergleich zum Ausgangspulver. Während der Glühung im Zweiphasengebiet löste sich offensichtlich ein Teil des Zementits im Austenit. Bei der anschließenden langsamen Abkühlung lagerte sich dieser Kohlenstoff wieder an den verbliebenen, kugeligen Carbiden an und vergrößerte diese.

In *Abbildung 42* ist die REM-Aufnahme des rekristallisationsgeglühten Pulvers angeführt, welches ebenfalls den vergrößerten Zementit in seiner Mikrostruktur aufweist.

Für weitere Vergrößerungen ist der **Anhang B 2.4 Pulverschleife** heranzuziehen.

## 4.2.5 Mikrohärte

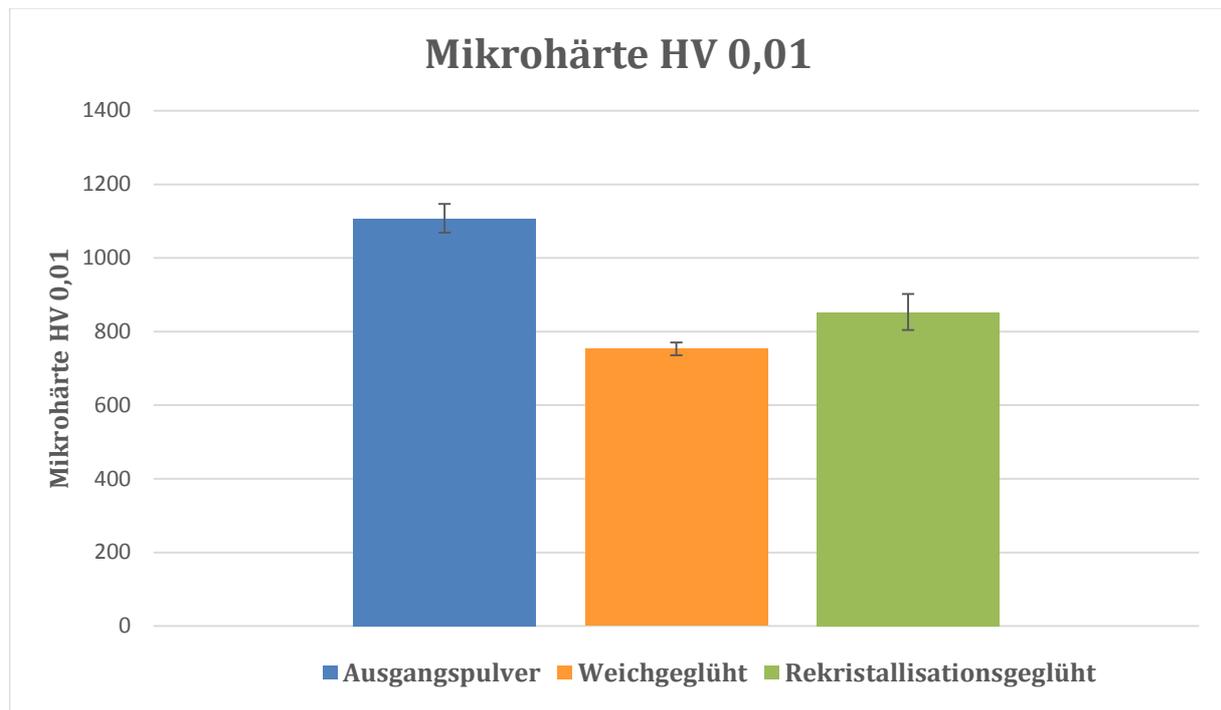


Abbildung 43: Mikrohärte HV 0,01 von C-Masteralloypulvern

Tabelle 8: Mikrohärte HV 0,01 von C-Masteralloypulvern

Pulver	$\bar{x}_{\text{Mikrohärte}}$	$\sigma_{\text{Mikrohärte}}$
Ausgangspulver	1108	39
Weichgeglüht	753	17
Rekristallisationsgeglüht	853	49

Die Mikrohärtebestimmung der Pulver stellte sich (wie schon in 4.1.1.1. *Auswahl über die Mikrohärte (HV 0,01)* erwähnt) als eher problematisch heraus. Durch den hohen Feinanteil der Pulver konnten die Pulverpartikel selbst bei der geringsten einstellbaren Prüflast des Mikrohärteprüfautomaten von 0,01 kg nur schwer vom Gerät erfasst werden. Dies führte dazu, dass bei den meisten Härtebestimmungen nur das Einbettmaterial gemessen wurde, erkennbar durch geringe HV 0,01 Mikrohärtewerte im Bereich zwischen ca. 50 - 150. Doch selbst wenn der Eindruck direkt auf den Partikeln platziert werden konnte, ist es fraglich, ob die Werte nicht durch ein Eindringen des Pulverkorns ins Einbettmaterial während der Messung verfälscht wurden und deshalb weit über den tatsächlichen Härtewerten der Pulver liegen.

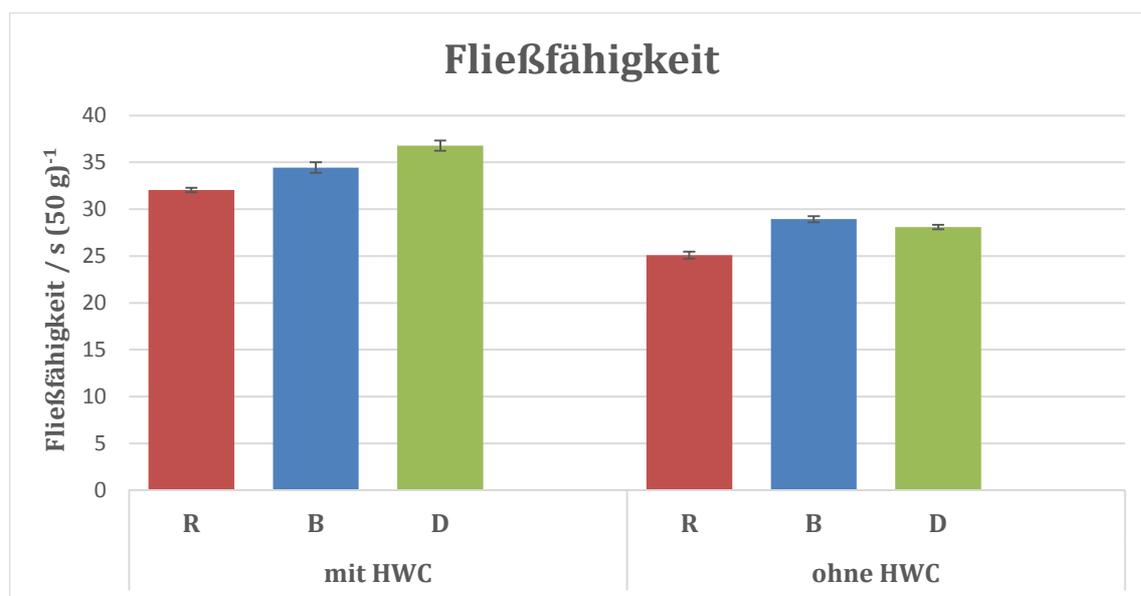
Laut Messungen würde das Ausgangsmaterial einen HV 0,01 Wert von 1108 aufweisen. Nach dem Weichglühen reduzierte sich dieser Wert auf 753 und das anschließende Rekristallisationsglühen ließ den Wert wieder auf 853 ansteigen.

Diese Werte liegen vergleichsweise sehr hoch. In der Literatur lassen sich größere C-Masteralloys mit Härten bis zu maximal  $446 \pm 139$  finden (2).

Sämtliche Einzelmesswerte hierzu sind dem **Anhang B 2.5. Mikrohärt**e zu entnehmen.

## 4.3 Charakterisierung der Pulvermischungen

### 4.3.1 Fließfähigkeit



**Abbildung 44: Fließfähigkeit von Pulvermischungen Fe-0.6%C, gemessen mit Hall-Trichter.**

**R** = Referenzpulver (ASC 100.29 + Naturgraphit UF4);

**B** = C-Masteralloypulver „as delivered“ mit ASC 100.29;

**D** = Rekristallisationsgeglühtes C-Masteralloypulver mit ASC 100.29

**Tabelle 9: Fließfähigkeit von Pulvermischungen Fe-0.6%C, gemessen mit Hall-Trichter.**

Fe-0,6%C	mit HWC		ohne HWC	
	$\bar{x}_{\text{Fließfähigkeit}} / s (50 \text{ g})^{-1}$	$\sigma_{\text{Fließfähigkeit}} / s (50 \text{ g})^{-1}$	$\bar{x}_{\text{Fließfähigkeit}} / s (50 \text{ g})^{-1}$	$\sigma_{\text{Fließfähigkeit}} / s (50 \text{ g})^{-1}$
<b>R</b>	32,04	0,23	25,11	0,37
<b>B</b>	34,45	0,57	28,94	0,33
<b>D</b>	36,79	0,55	28,09	0,25

In *Abbildung 44* sind die verschiedenen Fließfähigkeiten der Pulvermischungen dargestellt. Für die einzelnen Messwerte ist **Anhang B 3.1. Fließfähigkeit** heranzuziehen.

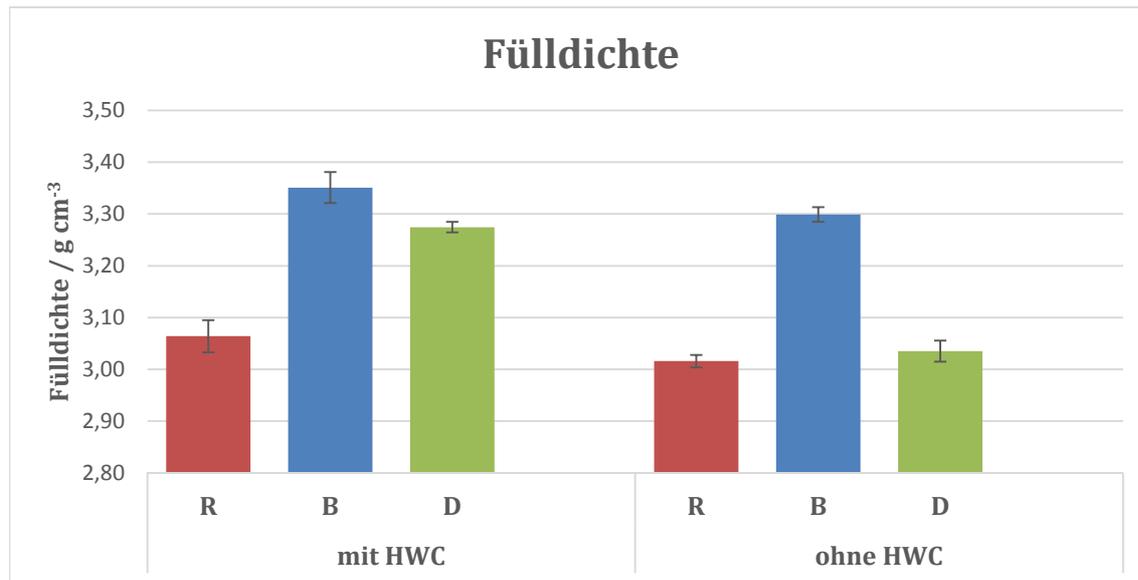
Die Fließfähigkeit eines Pulvers ist Voraussetzung für dessen industriellen Einsatz, da beim automatischen Pressvorgang nur so eine rasche Befüllung der Matrize gewährleistet werden kann. Generell fließen feinere Pulver aufgrund ihrer höheren inneren Reibung meist schlechter.

Die Zugabe des Presshilfsmittels führte bei allen Pulvervarianten zur Verschlechterung der Fließfähigkeit um durchschnittlich  $7 \text{ s (50 g)}^{-1}$ , ist aber wie erwähnt im großtechnischen Maßstab notwendig, um dem Werkzeugverschleiß durch das „Anreiben“ bzw. Anschweißen der Pulverteilchen an den Matrizenwänden entgegenzuwirken.

Die Referenz (R) schnitt mit  $32,04 \text{ s (50 g)}^{-1}$  (bzw.  $25,11 \text{ s (50 g)}^{-1}$ ) am besten ab, der höhere Feinanteil des C-Masteralloypulvers (B) führte hingegen zu etwas längeren Fließzeiten von  $34,45 \text{ s (50 g)}^{-1}$  (bzw.  $28,94 \text{ s (50 g)}^{-1}$ ). Das rekristallisationsgeglühte Pulver (D) lag im Falle der HWC-Zugabe mit  $36,79 \text{ s (50 g)}^{-1}$  noch etwas höher als das ungeglühte C-Masteralloypulver, bei den Mischungen ohne HWC jedoch mit  $28,09 \text{ s (50 g)}^{-1}$  etwas darunter.

Prinzipiell sind diese geringfügigen Unterschiede aber von sekundärem Interesse, Hauptkriterium bei der Auswahl des Pulvers ist, dass dieses überhaupt fließfähig ist.

### 4.3.2 Fülldichte



**Abbildung 45: Fülldichte von Pulvermischungen Fe-0.6%C, gemessen mit Hall-Trichter und kleinem Gefäß (12,5 cm<sup>3</sup>).**

R = Referenzpulver (ASC 100.29 + Naturgraphit UF4);

B = C-Masteralloypulver „as delivered“ mit ASC 100.29;

D = Rekristallisationsgeglühtes C-Masteralloypulver mit ASC 100.29

**Tabelle 10: Fülldichte von Pulvermischungen Fe-0.6%C, gemessen mit Hall-Trichter und kleinem Gefäß (12,5 cm<sup>3</sup>).**

Fe-0,6%C	mit HWC		ohne HWC	
	$\bar{x}_{\text{Fülldichte}} / \text{g cm}^{-3}$	$\sigma_{\text{Fülldichte}} / \text{g cm}^{-3}$	$\bar{x}_{\text{Fülldichte}} / \text{g cm}^{-3}$	$\sigma_{\text{Fülldichte}} / \text{g cm}^{-3}$
R	3,06	0,03	3,02	0,01
B	3,35	0,03	3,30	0,01
D	3,28	0,01	3,04	0,02

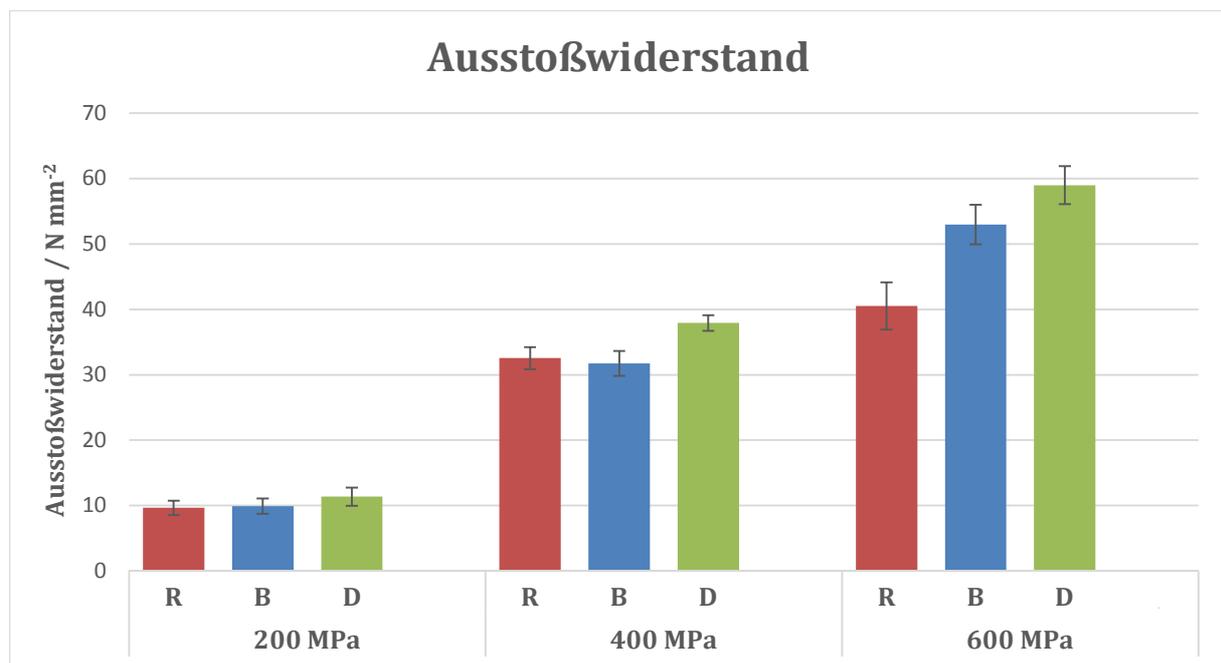
Auch die Fülldichte stellt eine äußerst wichtige Pulvercharakteristik dar, da höhere Fülldichten beim Pressvorgang mit gleichmäßigeren Matrizenbefüllungen einhergehen und vor allem kürzere Stempelwege und damit Presstempel ermöglichen.

Wie in *Abbildung 45* ersichtlich, führte die Presshilfsmittelzugabe jeweils zur Erhöhung der Fülldichtewerte, wobei mit dem C-Masteralloypulver (B; 3,35 g cm<sup>-3</sup> bzw. 3,30 g cm<sup>-3</sup>) in beiden Fällen sogar bessere Werte als mit der Referenz (R; 3,06 g cm<sup>-3</sup> bzw. 3,02 g cm<sup>-3</sup>) erzielt werden konnten.

Auch das rekristallisationsgeglühte Pulver (D;  $3,28 \text{ g cm}^{-3}$  bzw.  $3,04 \text{ g cm}^{-3}$ ) lag bei der HWC-Mischung mit  $+0,21 \text{ g cm}^{-3}$  deutlich über der Referenz, ohne Presshilfsmittel wurden hingegen ähnliche Werte erzielt.

Die einzelnen Messwerte sind jeweils in **Anhang B 3.2. Fülldichte** angeführt.

### 4.3.3 Ausstoßwiderstand



**Abbildung 46: Ausstoßwiderstand von Presslingen aus Pulvermischungen Fe-0.6%C + 0,5 Masse% HWC.**

R = Referenzpulver (ASC 100.29 + Naturgraphit UF4);

B = C-Masteralloypulver „as delivered“ mit ASC 100.29;

D = Rekristallisationsgeglühtes C-Masteralloypulver mit ASC 100.29

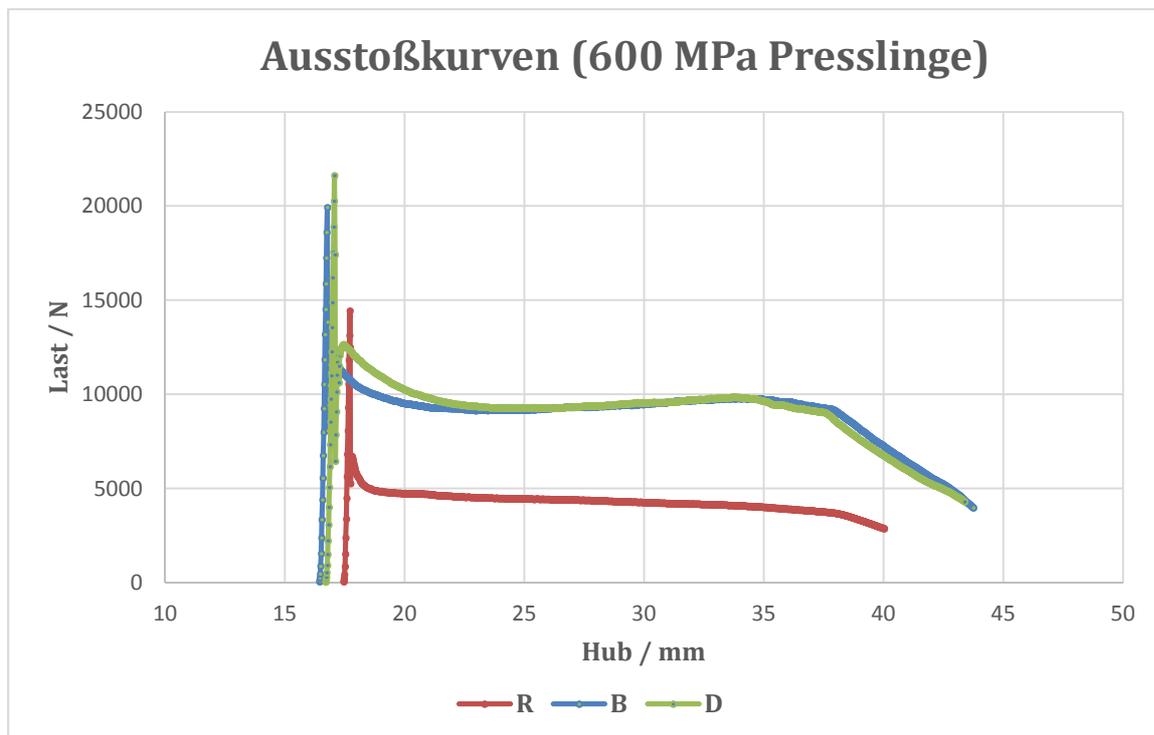
**Tabelle 11: Ausstoßwiderstand von Presslingen aus Pulvermischungen Fe-0.6%C + 0,5 Masse% HWC.**

Fe-0,6%C +0,5 Masse% HWC	200 MPa		400 MPa		600 MPa	
	$\bar{x}_{\text{Ausstoß}} / \text{N mm}^{-2}$	$\sigma_{\text{Ausstoß}} / \text{N mm}^{-2}$	$\bar{x}_{\text{Ausstoß}} / \text{N mm}^{-2}$	$\sigma_{\text{Ausstoß}} / \text{N mm}^{-2}$	$\bar{x}_{\text{Ausstoß}} / \text{N mm}^{-2}$	$\sigma_{\text{Ausstoß}} / \text{N mm}^{-2}$
R	9,66	1,10	32,55	1,69	40,52	3,62
B	9,91	1,16	31,73	1,91	52,96	3,03
D	11,35	1,40	37,92	1,20	59,00	2,89

Ein weiterer wichtiger industrieller Aspekt in Bezug auf den Einsatz von Pulvern ist die Kraft, die benötigt wird, um den Pressling nach dem Verpressen aus dem Werkzeug auszustoßen. Zu hohe Ausstoßkräfte sind mit höheren Werkzeugkosten verbunden, da das Matrizenmaterial schneller verschleißt.

Im Verlauf der Messung musste zu Beginn die meiste Kraft aufgebracht werden, um den Pressling aus der Ruhelage in Bewegung zu versetzen (Haftreibung). Über die maximale in diesem Bereich aufzuwendende Kraft konnte mittels Division durch die Mantelfläche des Presslings auf den Ausstoßwiderstand des Pulvers geschlossen werden.

Trägt man die Last (in Newton) in einem Diagramm gegen den Hub (in mm) auf (siehe *Abbildung 47*), so folgt auf das stark ausgeprägte Maximum zu Beginn ein Plateau, welches mit der Gleitreibung des Presslings im Werkzeug korreliert. Erst wenn der Pressling im Verlauf des Auspressvorgangs zum Teil nicht mehr mit dem Werkzeug in Kontakt steht, beginnt die Last markant zu sinken, bis die Prüfmaschine ab einem zuvor eingestellten Minimalwert den Versuch beendet.



**Abbildung 47: Ausstoßkurven von Presslingen aus Pulvermischungen Fe-0.6%C + 0,5 Masse% HWC.**

**R** = Referenzpulver (ASC 100.29 + Naturgraphit UF4);

**B** = C-Masteralloypulver „as delivered“ mit ASC 100.29;

**D** = Rekristallisationsgeglühtes C-Masteralloypulver mit ASC 100.29

Je höher der Druck beim vorangegangenen Verpressen gewählt wurde, desto fester hafteten die Presslinge anschließend an den Matrizenwänden an und desto höher fiel auch der gemessene Ausstoßwiderstand aus.

Bei 200 MPa lagen die Ausstoßwiderstände so noch relativ niedrig und unterschieden sich untereinander nur geringfügig (R: 9,66 N mm<sup>-2</sup>, B: 9,91 N mm<sup>-2</sup>, D: 11,35 N mm<sup>-2</sup>).

Die bei 400 MPa gepressten Proben wiesen schon deutlich höhere Ausstoßwiderstände auf (R: 33,81 N mm<sup>-2</sup>, B: 31,73 N mm<sup>-2</sup>, D: 37,92 N mm<sup>-2</sup>). Die Referenz (R) und das ungeglühte C-Masteralloypulver (B) verhielten sich hier noch sehr ähnlich, bei 600 MPa waren hingegen auch hier deutliche Unterschiede erkennbar (R: 40,52 N mm<sup>-2</sup>, B: 52,96 N mm<sup>-2</sup>, D: 59,00 N mm<sup>-2</sup>). In allen Fällen war der Ausstoßwiderstand aber beim rekristallisationsgeglühten C-Masteralloypulver (D) etwas höher als bei dem ungeglühten C-Masteralloypulver (B) und der Referenz (R).

Für die einzelnen Messwerte sei auf **Anhang B 3.3. Ausstoßwiderstand** verwiesen.

## 4.4 Dichtebestimmungen

### 4.4.1 Gründichte

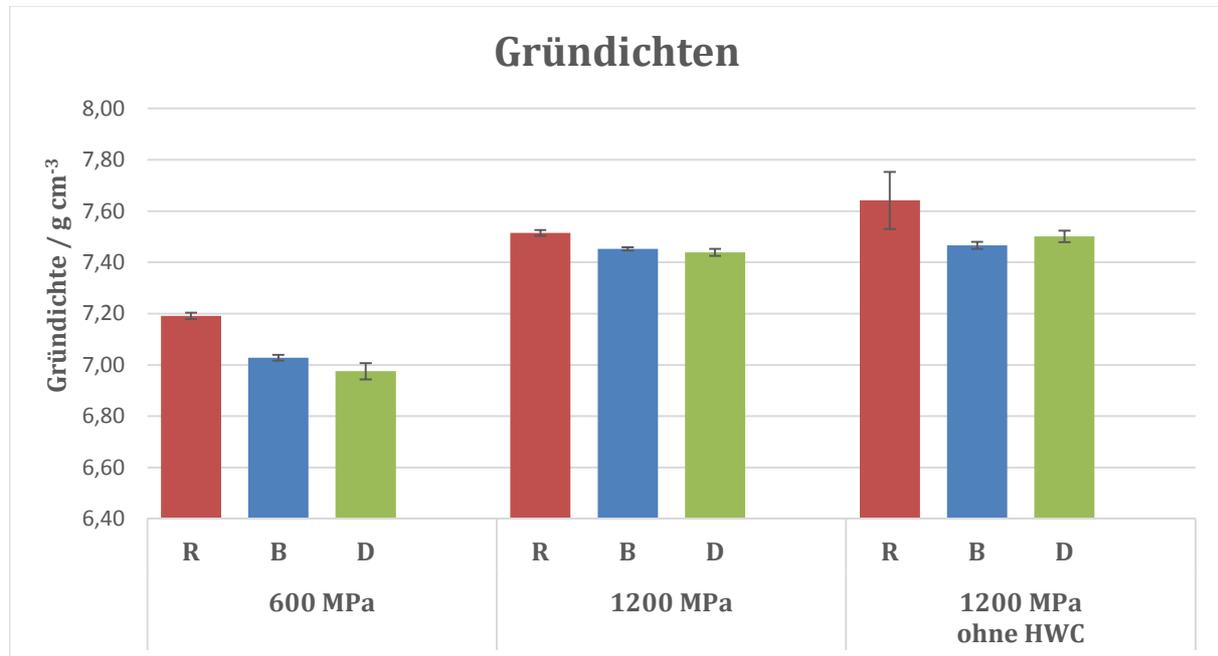


Abbildung 48: Gründichten von Presslingen aus Pulvermischungen Fe-0.6%C.

R = Referenzpulver (ASC 100.29 + Naturgraphit UF4);

B = C-Masteralloypulver „as delivered“ mit ASC 100.29;

D = Rekristallisationsgeglühtes C-Masteralloypulver mit ASC 100.29

Tabelle 12: Gründichten (geometrisch) von Presslingen aus Pulvermischungen Fe-0.6%C.

Fe-0,6%C	600 MPa +0,5 Masse% HWC		1200 MPa +0,5 Masse% HWC		1200 MPa	
	$\bar{x}_{\text{Gründichte}} / \text{g cm}^{-3}$	$\sigma_{\text{Gründichte}} / \text{g cm}^{-3}$	$\bar{x}_{\text{Gründichte}} / \text{g cm}^{-3}$	$\sigma_{\text{Gründichte}} / \text{g cm}^{-3}$	$\bar{x}_{\text{Gründichte}} / \text{g cm}^{-3}$	$\sigma_{\text{Gründichte}} / \text{g cm}^{-3}$
R	7,19	0,01	7,52	0,01	7,64	0,11
B	7,03	0,01	7,45	0,01	7,47	0,01
D	6,98	0,03	7,44	0,01	7,50	0,02

Aus *Abbildung 48* geht hervor, dass die Referenzpulvermischung (R) mit dem Graphit als Kohlenstoffquelle die beste Verpressbarkeit aufweist. Bei den 600 MPa Presslingen liegt sie mit einer Gründichte von  $7,19 \text{ g cm}^{-3}$  deutlich über dem C-Masteralloy (B;  $7,03 \text{ g cm}^{-3}$ ) und dem rekristallisationsgeglühten C-Masteralloy (D;  $6,98 \text{ g cm}^{-3}$ ). Dies ist auf den härteren Zementit zurückzuführen, über den der Kohlenstoff ins Pulver eingebracht wurde. Zusätzlich weisen die C-Masteralloypulver durch die Ultrahochdruck-Wasserverdüsung einen deutlich höheren Feinanteil als das Eisenbasispulver (ASC 100.29) auf, der Feinanteil der Referenz beschränkt sich somit

lediglich auf die (sehr weichen) Graphitzusätze. Ein erhöhter Feinanteil, wie er bei den C-Masteralloypulvern auftritt, führt in der Regel auch zu einer Verschlechterung der Verpressbarkeit, kann dafür aber sinteraktivierend wirken (32).

Die Gründichten des rekristallisationsgeglühten C-Masteralloy liegen bei den HWC-Mischungen etwas niedriger als beim ungeglühten C-Masteralloy.

Bei 1200 MPa wurden Pulvermischungen mit- und ohne Presshilfsmittelzugabe zu Zugproben verpresst. Beim Pressen der Proben, die kein HWC enthielten, wurde die Matrize vor jedem Pressvorgang mit dem Kalibrieröl „Multical T 80“ geschmiert.

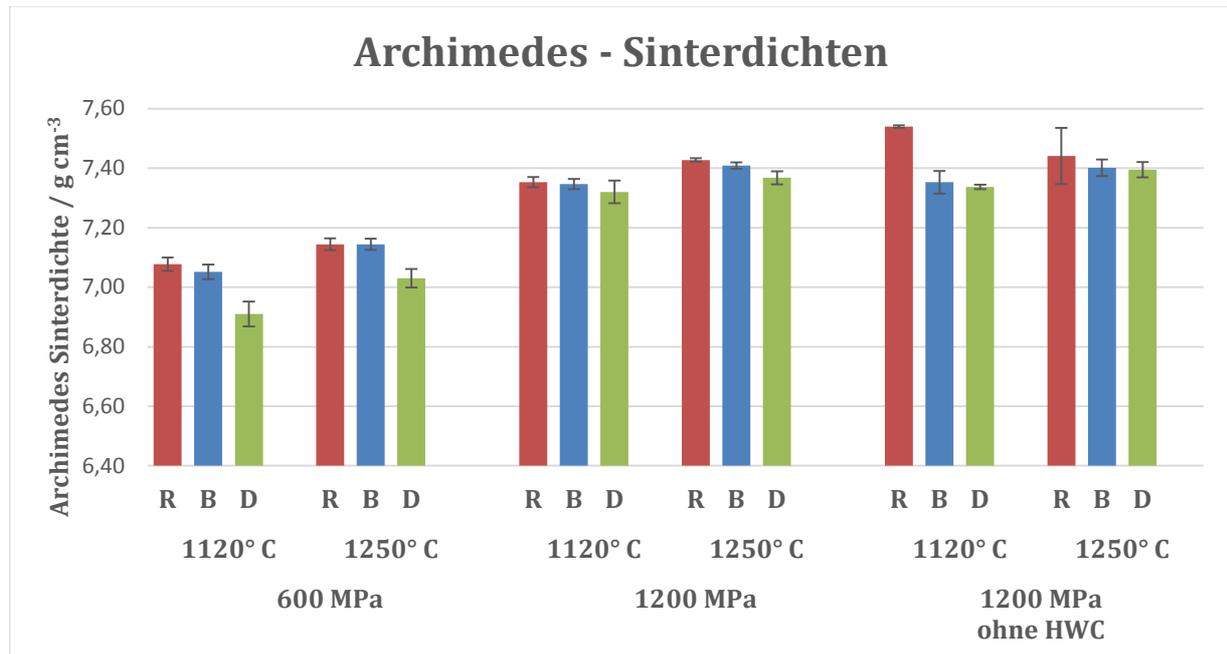
Betrachtet man die Hochdruckproben mit HWC-Zugabe (R:  $7,52 \text{ g cm}^{-3}$ , B:  $7,45 \text{ g cm}^{-3}$ , D:  $7,44 \text{ g cm}^{-3}$ ) im Vergleich zu den bei 600 MPa verpressten Proben, fallen die Differenzen zwischen den einzelnen Probereihen beim erhöhten Pressdruck von 1200 MPa schon viel geringer aus als bei 600 MPa, da hierbei schon viel näher am Bereich der theoretisch möglichen Dichte gearbeitet wird und so die Verdichtung durch den Graphit zunehmend stärker limitiert wird als durch Zementit.

Da die Beimischung des Presshilfsmittels zur Herabsetzung der theoretischen Dichte der Hochdruck-Zugproben führt, wiesen die Presslinge ohne HWC höhere Gründichten auf (R:  $7,64 \text{ g cm}^{-3}$ , B:  $7,47 \text{ g cm}^{-3}$ , D:  $7,50 \text{ g cm}^{-3}$ ). Sie sind aber aufgrund des erhöhten Arbeitsaufwandes, der mit der dadurch notwendigen Matrizenschmierung einhergeht, industriell nicht relevant. Anzumerken sei hier noch die auffallend hohe Standardabweichung bei den mit 1200 MPa verpressten Referenzproben ohne HWC-Zugabe. Bei zwei der Proben (1200-5R und 1200-6R) kam es beim Verpressen wohl zu Komplikationen, wodurch deren Dichten deutlich niedriger liegen, als die der restlichen vier Proben.

Insgesamt liegen alle bestimmten Gründichtewerte relativ hoch, wenn man bedenkt, dass die theoretische Dichte von Fe-0,6%Graphit bei  $7,74 \text{ g cm}^{-3}$  liegt (9). Dies ist auf die Art der Dichtebestimmung zurückzuführen. Die Gründichten wurden alle volumetrisch bestimmt, wodurch eventuelle Abweichungen von der Probengeometrie nicht erfasst werden konnten. Die spätere Sinterdichtenbestimmung wurde nach der allgemein präziseren Archimedes'schen Methode durchgeführt, bei der ein evtl. auftretender Probenverzug durch den statischen Auftrieb des Körpers erfasst werden kann.

Die Einzelwerte sind dem **Anhang B 4.1. Gründichte** zu entnehmen.

## 4.4.2 Sinterdichte



**Abbildung 49: Archimedes-Sinterdichten von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C.**

R = Referenzpulver (ASC 100.29 + Naturgraphit UF4);

B = C-Masteralloypulver „as delivered“ mit ASC 100.29;

D = Rekristallisationsgeglühtes C-Masteralloypulver mit ASC 100.29

**Tabelle 13: Archimedes-Sinterdichten von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C + 0,5 Masse% HWC, gepresst bei 600 MPa.**

Fe-0,6%C	1120° C		1250° C	
	$\bar{x}_{Archimedes} / \text{g cm}^{-3}$	$\sigma_{Archimedes} / \text{g cm}^{-3}$	$\bar{x}_{Archimedes} / \text{g cm}^{-3}$	$\sigma_{Archimedes} / \text{g cm}^{-3}$
R	7,078	0,022	7,144	0,020
B	7,052	0,025	7,145	0,019
D	6,910	0,042	7,030	0,032

**Tabelle 14: Archimedes-Sinterdichten von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C + 0,5 Masse% HWC, gepresst bei 1200 MPa.**

Fe-0,6%C	1120° C		1250° C	
	$\bar{x}_{Archimedes} / \text{g cm}^{-3}$	$\sigma_{Archimedes} / \text{g cm}^{-3}$	$\bar{x}_{Archimedes} / \text{g cm}^{-3}$	$\sigma_{Archimedes} / \text{g cm}^{-3}$
R	7,353	0,017	7,428	0,006
B	7,347	0,017	7,409	0,011
D	7,321	0,038	7,368	0,022

**Tabelle 15: Archimedes-Sinterdichten von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C gepresst bei 1200 MPa mit Matrizenschmierung.**

Fe-0,6%C	1120° C		1250° C	
	$\bar{x}_{Archimedes} / \text{g cm}^{-3}$	$\sigma_{Archimedes} / \text{g cm}^{-3}$	$\bar{x}_{Archimedes} / \text{g cm}^{-3}$	$\sigma_{Archimedes} / \text{g cm}^{-3}$
<b>R</b>	7,540	0,004	7,441	0,095
<b>B</b>	7,353	0,038	7,402	0,028
<b>D</b>	7,337	0,008	7,395	0,025

Abbildung 49 zeigt die Sinterdichten nach Archimedes der hergestellten Proben, die einzelnen Werte sind dem **Anhang B 4.3.1. Sinterdichte (Archimedes)** zu entnehmen.

Vor allem bei den bei 1200 MPa mit HWC verpressten Proben kommt in der Referenz die sich ausbildende Sekundärporosität zum Tragen und limitiert die Sinterdichten der Referenzpulvermischung. Beim Sintern löst sich der Graphit und hinterlässt an seiner Stelle Poren, was einen der Nachteile der Pulvermischung im Vergleich zur Masteralloy-Route darstellt.

Beim ungeglühten C-Masteralloy (B) konnte bei den mittels HWC hergestellten Proben die schlechtere Kompressibilität im Vergleich zur Referenzmischung (R), die auf den härteren Zementit als Kohlenstoffquelle und den höheren Feinanteil zurückzuführen ist, durch die Sinterung weitgehend kompensiert werden.

Auch das am schlechtesten verpressbare rekristallisationsgeglühte C-Masteralloy (D) erreicht bei den HWC-Varianten mit zunehmenden Pressdruck immer ähnliche Sinterdichten im Vergleich zur Referenz, die Sinteraktivität ist aber etwas niedriger als beim ungeglühten C-Masteralloypulver.

Die Proben, die mittels Matrizenschmierung hergestellt wurden, weisen nur mehr im Falle der Referenz höhere Dichten als die entsprechenden HWC-Proben auf. Bei den Masteralloy-Varianten wurden überraschenderweise mit- und ohne Presshilfsmittel ähnliche Sinterdichten erhalten. Durch die bereits in 4.4.1. *Gründichte* erwähnten Pressfehler der Proben 1200-5R und 1200-6R weist allerdings auch die Sinterdichte der mittels Matrizenschmierung hergestellten Referenz wieder eine deutlich erhöhte Standardabweichung auf.

## 4.5 Zugversuch

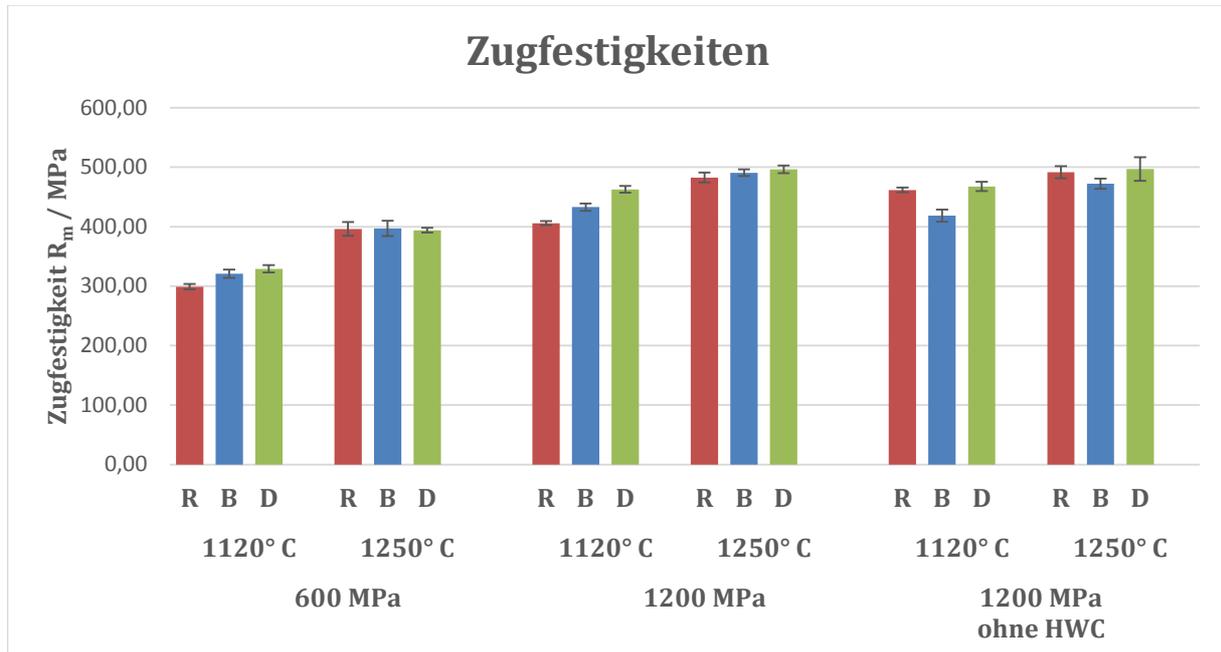


Abbildung 50: Zugfestigkeiten von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C.

R = Referenzpulver (ASC 100.29 + Naturgraphit UF4);

B = C-Masteralloypulver „as delivered mit ASC 100.29;

D = Rekristallisationsgeglühtes C-Masteralloypulver mit ASC 100.29

Tabelle 16: Zugfestigkeiten von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C + 0,5 Masse% HWC, gepresst bei 600 MPa.

Fe-0,6%C	1120° C		1250° C	
	$\bar{x}_{R_m}$ / MPa	$\sigma_{R_m}$ / MPa	$\bar{x}_{R_m}$ / MPa	$\sigma_{R_m}$ / MPa
R	299,1	4,7	396,3	11,4
B	321,0	6,9	397,3	12,9
D	328,9	6,2	394,1	3,8

Tabelle 17: Zugfestigkeiten von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C + 0,5 Masse% HWC, gepresst bei 1200 MPa.

Fe-0,6%C	1120° C		1250° C	
	$\bar{x}_{R_m}$ / MPa	$\sigma_{R_m}$ / MPa	$\bar{x}_{R_m}$ / MPa	$\sigma_{R_m}$ / MPa
R	405,9	3,4	482,7	8,4
B	432,9	6,1	490,7	5,6
D	462,7	5,5	496,4	6,3

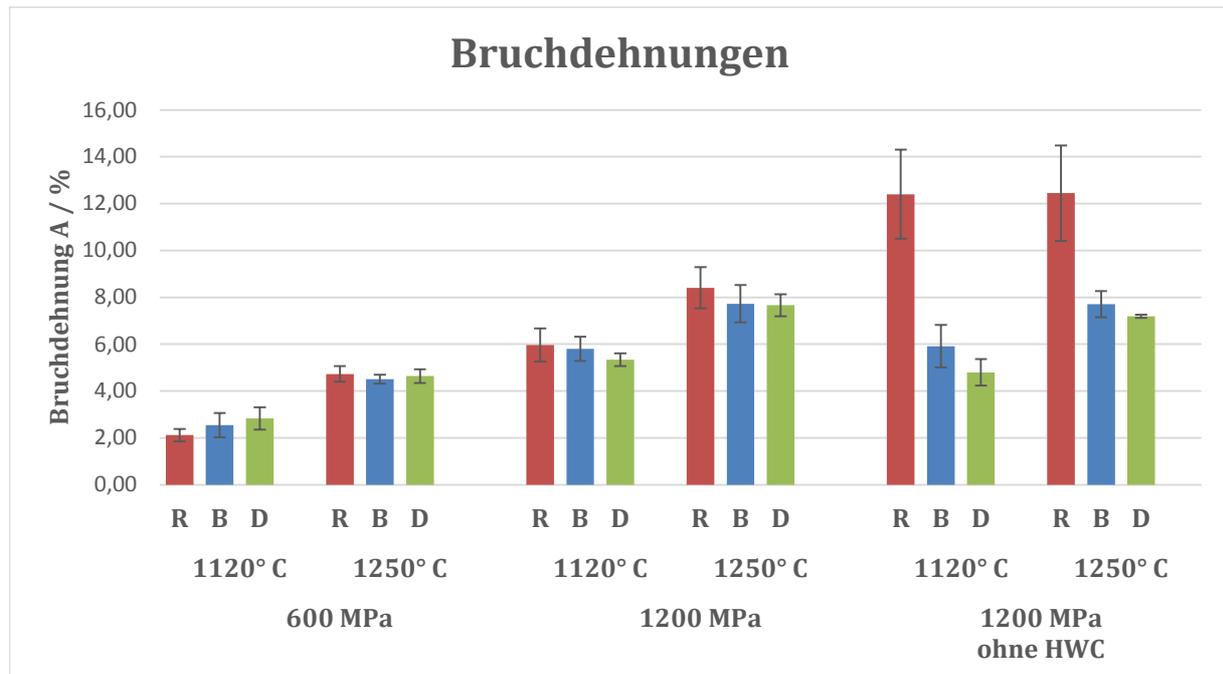
**Tabelle 18: Zugfestigkeiten von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C gepresst bei 1200 MPa mit Matrizenschmierung.**

Fe-0,6%C	1120° C		1250° C	
	$\bar{x}_{R_m}$ / MPa	$\sigma_{R_m}$ / MPa	$\bar{x}_{R_m}$ / MPa	$\sigma_{R_m}$ / MPa
<b>R</b>	461,7	4,3	491,6	10,1
<b>B</b>	418,7	10,2	472,2	8,4
<b>D</b>	467,6	7,7	496,9	19,9

Der Zugversuch ergab, dass mit dem rekristallisationsgeglühten C-Masteralloy (D) im Falle der HWC-Zugabe vor allem bei der Sintertemperatur von 1120° C deutlich höhere Zugfestigkeiten als mit der Referenz (R) erzielbar sind. Die Werte des rekristallisationsgeglühten C-Masteralloys übersteigen die der Referenz um rund 10 % (600 MPa) bzw. 14 % (1200 MPa). Das ungeglühte C-Masteralloy (B) liegt jeweils zwischen der Referenz und dem rekristallisationsgeglühten C-Masteralloy. Diese Ergebnisse sind vor allem wegen der niedrigeren Sinterdichte des rekristallisationsgeglühten C-Masteralloys bemerkenswert.

Bei 1250° fallen die Unterschiede nicht mehr ganz so gravierend aus. Auffällig ist, dass das rekristallisationsgeglühte C-Masteralloy bei den mit 600 MPa verpressten Proben etwas tiefer als die Referenz liegt. Hierbei könnte es sich aber auch um Messirregularitäten handeln, da die später bestimmte Vickershärte (HV 10) des rekristallisationsgeglühten Pulvers (welche mit der Zugfestigkeit korreliert) deutlich höher liegt als die der Referenz oder des ungeglühten C-Masteralloys.

Betrachtet man die Proben, die über Matrizenschmierung hergestellt worden sind, kam es insgesamt zu niedrigeren Zugfestigkeiten als bei den entsprechenden HWC-Proben. Die Referenz und das rekristallisationsgeglühte C-Masteralloy liegen hierbei jeweils ungefähr gleich auf, das ungeglühte C-Masteralloy schneidet aber auffallend schlechter ab und entspricht somit nicht dem bei den HWC-Proben beobachteten Trend.



**Abbildung 51: Bruchdehnungen von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C.**

R = Referenzpulver (ASC 100.29 + Naturgraphit UF4);

B = C-Masteralloypulver „as delivered mit ASC 100.29;

D = Rekristallisationsgeglühtes C-Masteralloypulver mit ASC 100.29

**Tabelle 19: Bruchdehnungen von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C + 0,5 Masse% HWC, gepresst bei 600 MPa.**

Fe-0,6%C	1120° C		1250° C	
	$\bar{x}_A / \%$	$\sigma_A / \%$	$\bar{x}_A / \%$	$\sigma_A / \%$
<b>R</b>	2,1	0,3	4,7	0,3
<b>B</b>	2,5	0,5	4,5	0,2
<b>D</b>	2,8	0,5	4,6	0,3

**Tabelle 20: Bruchdehnungen von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C + 0,5 Masse% HWC, gepresst bei 1200 MPa.**

Fe-0,6%C	1120° C		1250° C	
	$\bar{x}_A / \%$	$\sigma_A / \%$	$\bar{x}_A / \%$	$\sigma_A / \%$
<b>R</b>	6,0	0,7	8,4	0,9
<b>B</b>	5,8	0,5	7,7	0,8
<b>D</b>	5,3	0,3	7,7	0,5

**Tabelle 21: Bruchdehnungen von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C gepresst bei 1200 MPa mit Matrizenschmierung.**

Fe-0,6%C	1120° C		1250° C	
	$\bar{x}_A / \%$	$\sigma_A / \%$	$\bar{x}_A / \%$	$\sigma_A / \%$
<b>R</b>	12,4	1,9	12,5	2,0
<b>B</b>	5,9	0,9	7,7	0,6
<b>D</b>	4,8	0,6	7,2	0,1

In *Abbildung 51* sind die entsprechenden Bruchdehnungen aus dem Zugversuch dargestellt. Während sämtlichen HWC-Varianten untereinander recht ähnliche Bruchdehnungen aufwiesen, kam es bei den über Matrizenschmierung hergestellten Proben zu einer deutlich erhöhten Bruchdehnung der Referenz.

Die Bruchdehnung wird in der Regel vor allem bei hochdichten Sinterlingen viel stärker von geringen Dichteunterschieden beeinflusst als die Zugfestigkeit. Allerdings sind die Dichteunterschiede zwischen den über Matrizenschmierung hergestellten Proben vor allem bei den 1250° C gesinterten Proben zu gering, um derartige Bruchdehnungsdifferenzen ausschließlich darüber erklären zu können. Hier müssen auch andere Faktoren beigetragen haben, wie zum Beispiel möglicherweise aufgetretene Pressdefekte.

Sämtliche Messwerte zum Zugversuch sind dem **Anhang B** im Kapitel 5. *Zugversuch* zu entnehmen.

## 4.6 Charakterisierung der Zugfestigkeitsproben

### 4.6.1 Lichtmikroskopie

#### 4.6.1.1 Porosität

Im Folgenden sind die angefertigten Lichtmikroskop-Aufnahmen angeführt. Die Aufnahmen zur Darstellung der Porenverteilung sind jeweils in 50-facher Vergrößerung aufgenommen worden, die Gefügedarstellungen in 500-facher Vergrößerung. Für weitere Vergrößerungen ist der **Anhang B 6.1. Lichtmikroskopie** heranzuziehen.

#### Sinterung bei 1120° C

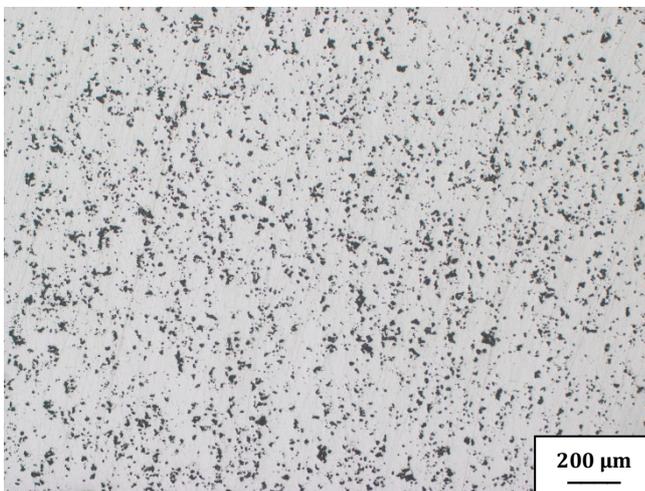


Abbildung 52: Fe-0.6%C; R (ASC 100.29+UF4) +0,5 Masse% HWC, gepresst bei 600 MPa, gesintert bei 1120° C, 50x

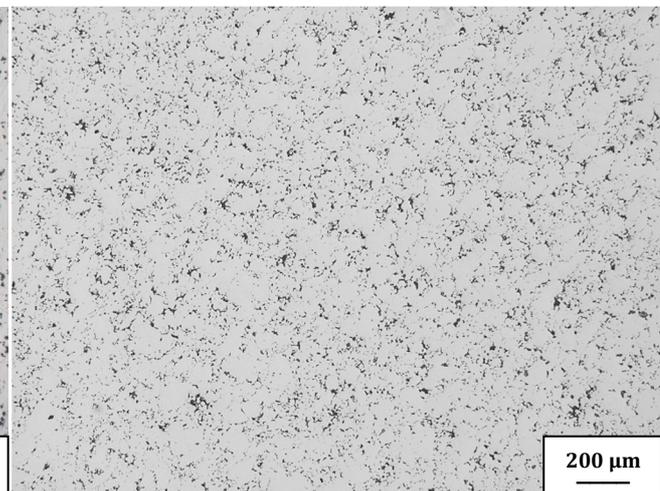


Abbildung 53: Fe-0.6%C; R (ASC 100.29+UF4) +0,5 Masse% HWC, gepresst bei 1200 MPa, gesintert bei 1120° C, 50x.

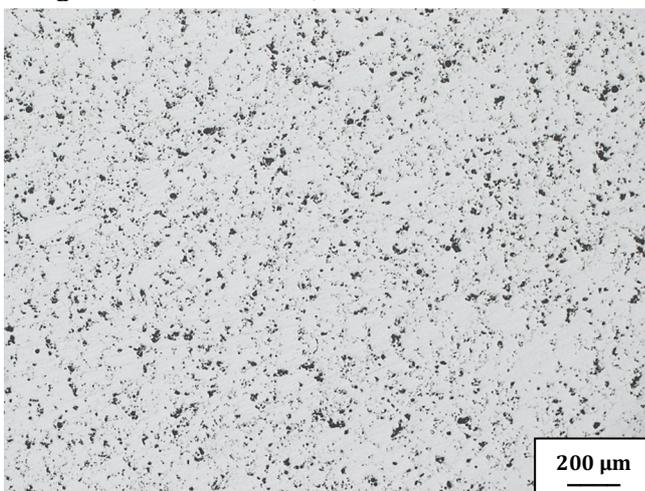


Abbildung 54: Fe-0.6%C; B (ASC 100.29+C-Masteralloy) +0,5 Masse% HWC, gepresst bei 600 MPa, gesintert bei 1120° C, 50x

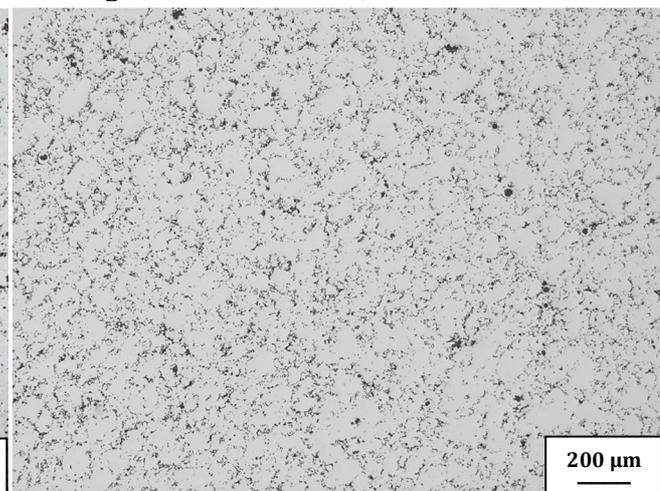
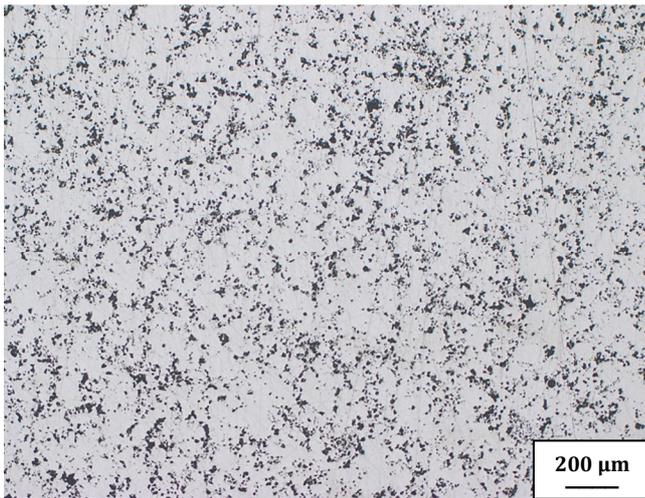
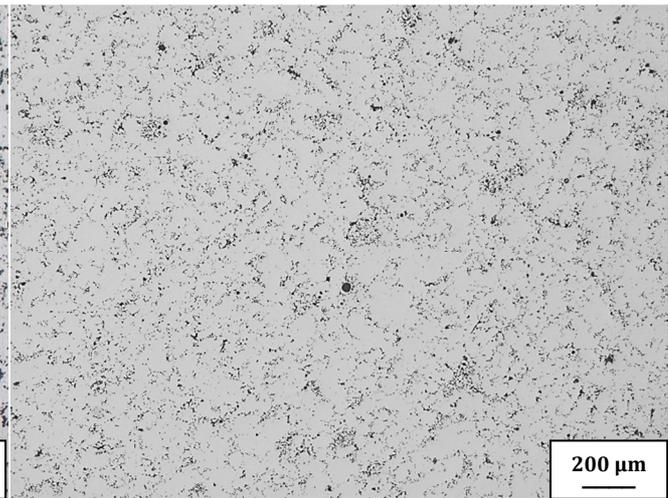


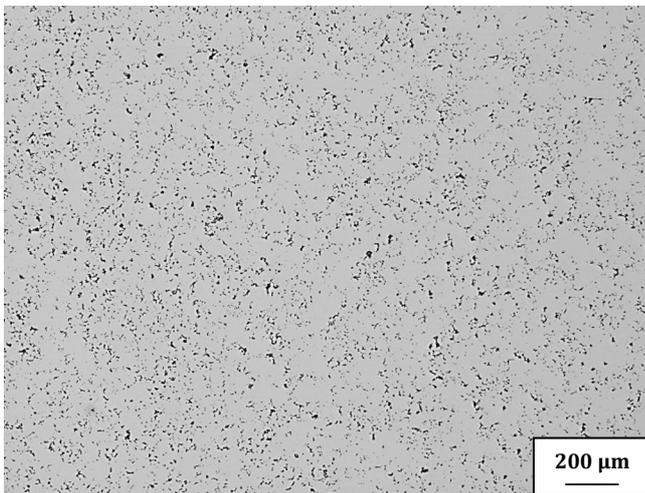
Abbildung 55: Fe-0.6%C; B (ASC 100.29+C-Masteralloy) +0,5 Masse% HWC, gepresst bei 1200 MPa, gesintert bei 1120° C, 50x



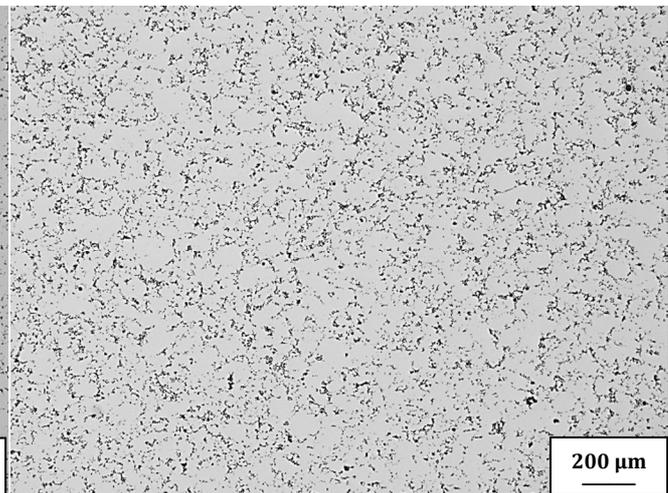
**Abbildung 56: Fe-0.6%C; D (ASC 100.29+geglühtes C-Masteralloy) +0,5 Masse% HWC, gepresst bei 600 MPa, gesintert bei 1120° C, 50x**



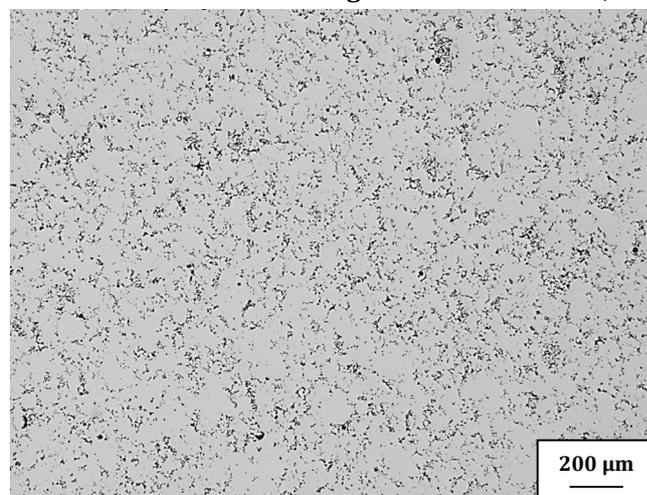
**Abbildung 57: Fe-0.6%C; D (ASC 100.29+ geglühtes C-Masteralloy) +0,5 Masse% HWC, gepresst bei 1200 MPa, gesintert bei 1120° C, 50x**



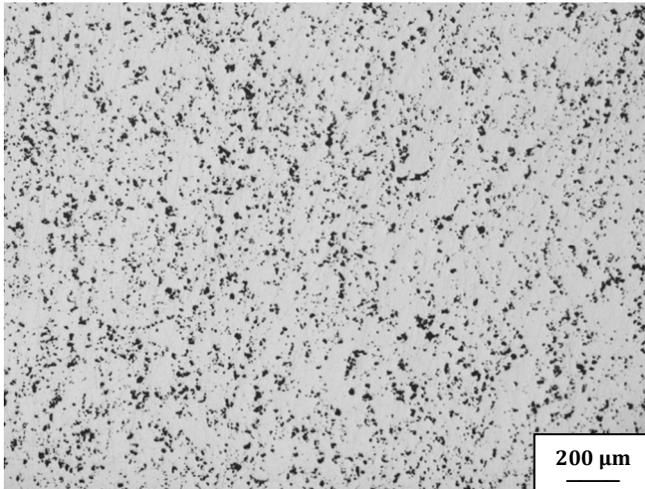
**Abbildung 58: Fe-0.6%C; R (ASC 100.29+UF4) gepresst bei 1200 MPa, gesintert bei 1120° C, 50x.**



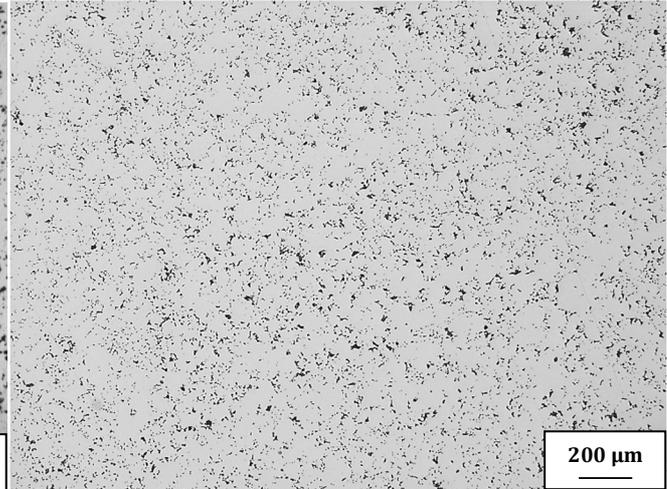
**Abbildung 59: Fe-0.6%C; B (ASC 100.29+C-Masteralloy), gepresst bei 1200 MPa, gesintert bei 1120° C, 50x**



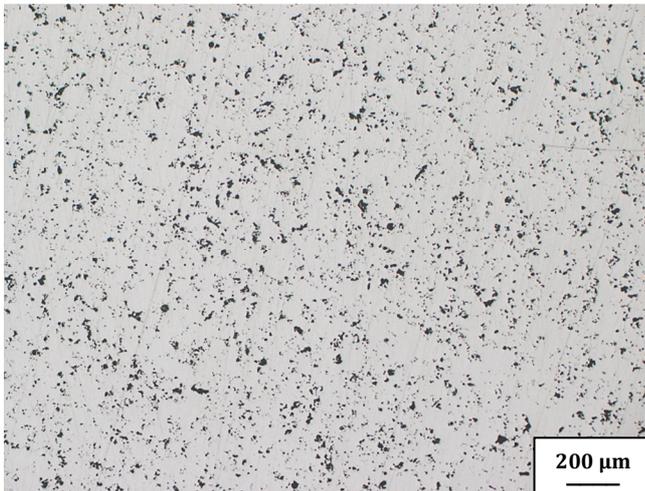
**Abbildung 60: Fe-0.6%C; D (ASC 100.29+ geglühtes C-Masteralloy), gepresst bei 1200 MPa, gesintert bei 1120° C, 50x**

**Sinterung bei 1250° C**

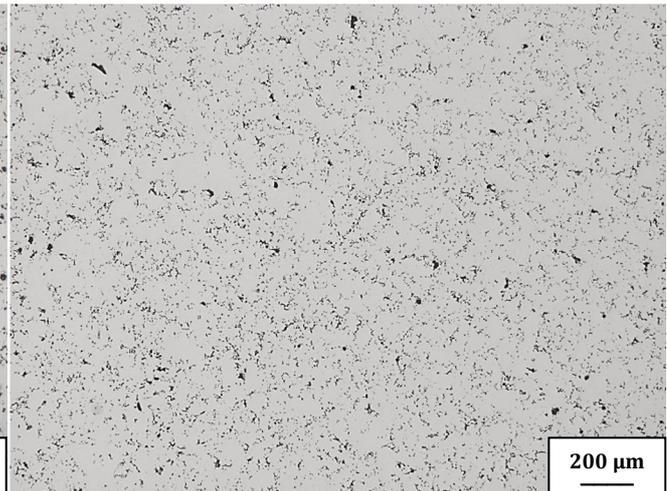
**Abbildung 61: Fe-0.6%C; R (ASC 100.29+UF4) +0,5 Masse% HWC, gepresst bei 600 MPa, gesintert bei 1250° C, 50x**



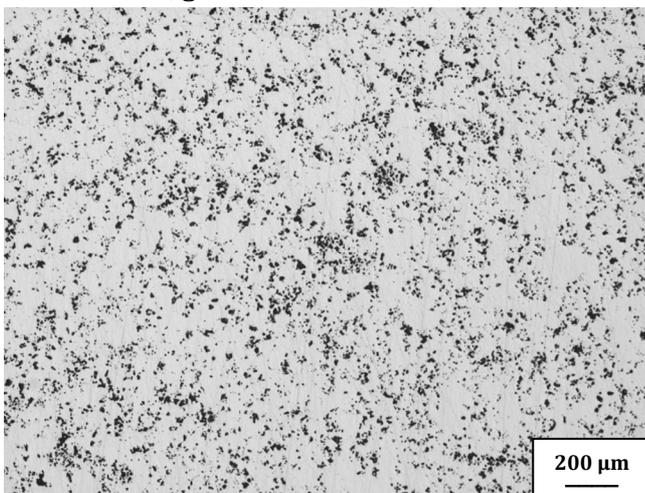
**Abbildung 62: Fe-0.6%C; R (ASC 100.29+UF4) +0,5 Masse% HWC, gepresst bei 1200 MPa, gesintert bei 1250° C, 50x.**



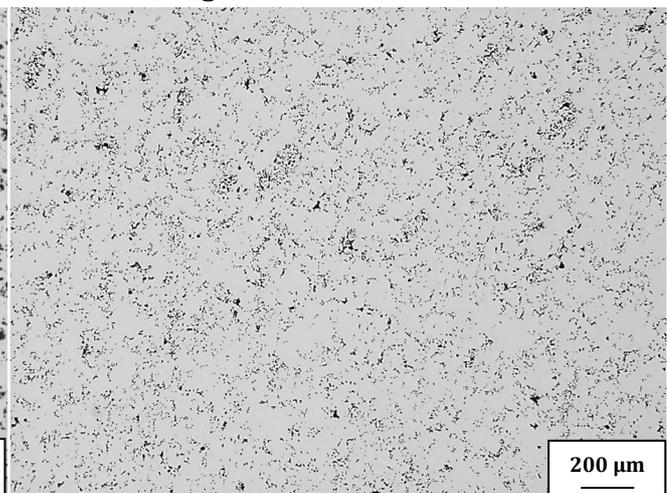
**Abbildung 63: Fe-0.6%C; B (ASC 100.29+C-Masteralloy) +0,5 Masse% HWC, gepresst bei 600 MPa, gesintert bei 1250° C, 50x**



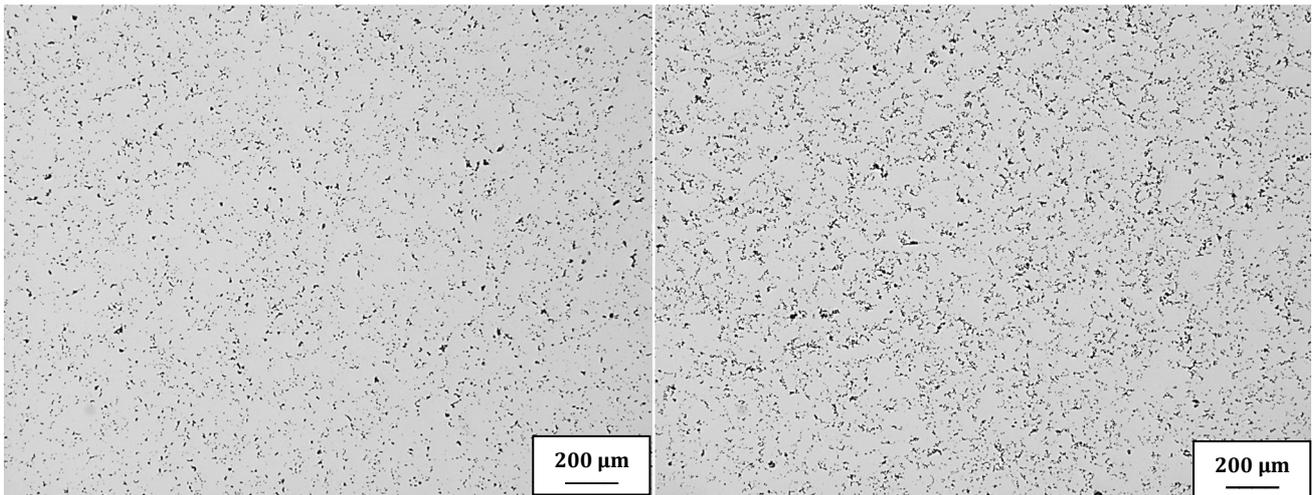
**Abbildung 64: Fe-0.6%C; B (ASC 100.29+C-Masteralloy) +0,5 Masse% HWC, gepresst bei 1200 MPa, gesintert bei 1250° C, 50x**



**Abbildung 65: Fe-0.6%C; D (ASC 100.29+geglühtes C-Masteralloy) +0,5 Masse% HWC, gepresst bei 600 MPa, gesintert bei 1250° C, 50x**

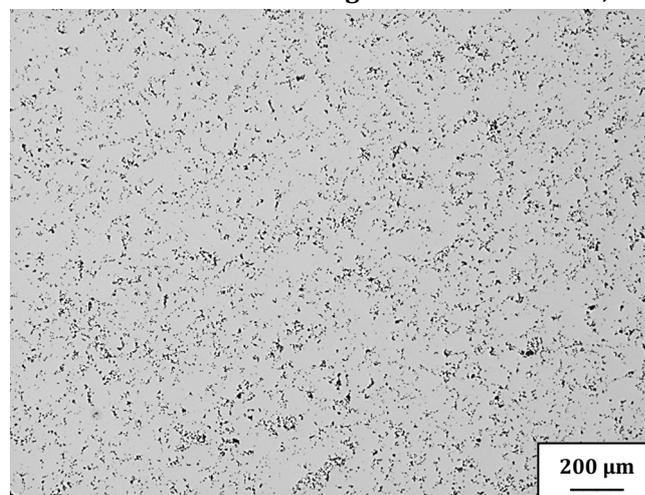


**Abbildung 66: Fe-0.6%C; D (ASC 100.29+geglühtes C-Masteralloy) +0,5 Masse% HWC, gepresst bei 1200 MPa, gesintert bei 1250° C, 50x**



**Abbildung 67: Fe-0.6%C; R (ASC 100.29+UF4)  
gepresst bei 1200 MPa, gesintert bei  
1250° C, 50x.**

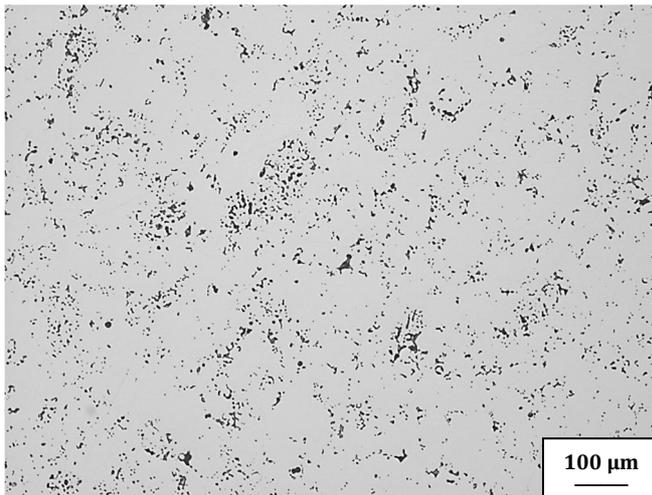
**Abbildung 68: Fe-0.6%C; B (ASC 100.29+C-  
Masteralloy), gepresst bei 1200 MPa,  
gesintert bei 1250° C, 50x**



**Abbildung 69: Fe-0.6%C; D (ASC 100.29+ geglähtes  
C-Masteralloy), gepresst bei 1200 MPa,  
gesintert bei 1250° C, 50x**

Unter den bei 600 MPa verpressten Proben wies das C-Masteralloypulver (B) die feinste Porosität auf. In den Proben, die aus dem rekristallisationsgeglühten Pulver (D) hergestellt wurden, ist eine deutlich gröbere Porenverteilung festzustellen. Generell ist in allen Mikrostrukturen aber eine relativ gleichmäßige Porenverteilung zu beobachten.

Beim genaueren Betrachten der 1200 MPa Proben werden allerdings vor allem beim rekristallisationsgeglühten Pulver (siehe *Abbildung 57* und *Abbildung 66*) sehr feine Porenanhäufungen sichtbar. In *Abbildung 70* ist zur besseren Veranschaulichung die bei 100-facher Vergrößerung aufgenommene Lichtmikroskopie-Aufnahme des rekristallisationsgeglühten C-Masteralloy mit HWC bei der 1250° C Sinterung angeführt.



**Abbildung 70: Fe-0.6%C; D (ASC 100.29+ geglühtes C-Masteralloy) +0,5 Masse% HWC, gepresst bei 1200 MPa, gesintert bei 1250° C, 100x**

Diese Cluster sind vermutlich auf den hohen Feinanteil und die Oberflächenstruktur des eingemischten, rekristallisationsgeglühten C-Masteralloypulvers zurückzuführen. Die feinen Pulver scheinen leicht Klumpen zu bilden, die auch nach dem Sintern noch erhalten bleiben, was darauf schließen lässt, dass zumindest im Fall des rekristallisationsgeglühten C-Masteralloys beim Herstellen der Pulvermischungen das trockene Einmischen der feinen Pulvern nicht optimal ist (32).

Eventuell würde auch eine stufenweise Herstellung der Fe-0,6%C C-Masteralloy Mischungen der Clusterbildung entgegenwirken. HWC kann verklumpungsfördernd wirken, weshalb eine Homogenisierung des Eisenbasispulvers mit dem C-Masteralloypulver und eine erst anschließende Hinzumischung des HWC bessere Ergebnisse liefern könnte.

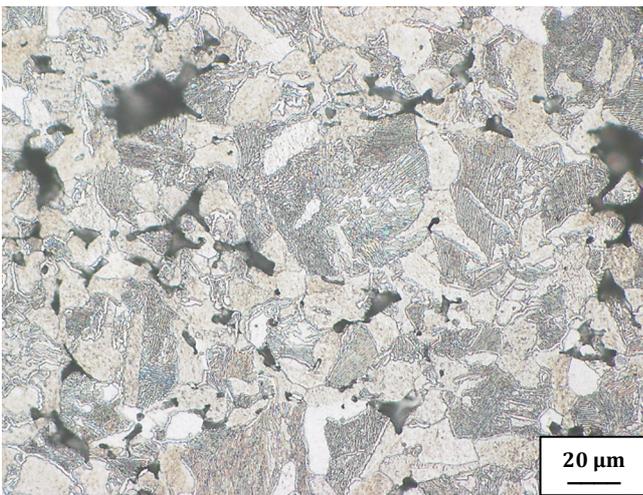
Die verklumpungsfördernde Wirkung des HWC kann auch anhand der Schifffbilder beobachtet werden. Im Fall der über HWC-Mischungen hergestellten Proben sind die Cluster deutlicher ausgeprägt, als bei den über Matrizenschmierung (siehe *Abbildung 60* und *Abbildung 69*) hergestellten Proben.

Anhand der Sinterdichten der C-Masteralloys wurde festgestellt, dass das ungeglühte C-Masteralloypulver eine höhere Sinteraktivität als das rekristallisationsgeglühte C-Masteralloypulver aufweist. Die vermehrte Clusterbildung beim rekristallisationsgeglühten C-Masteralloy könnte hier eine Erklärung liefern. Feine Teilchen können beim Sintern zur Erhöhung der Sinteraktivität führen, indem sie sich in

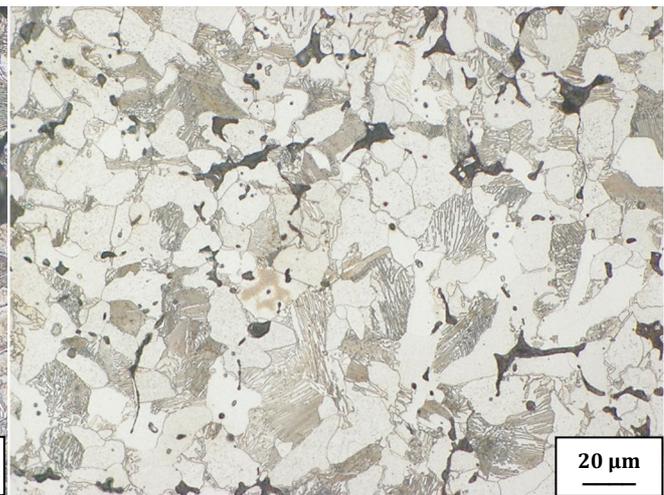
die Zwischenräume der großen Partikel legen, um die Diffusionswege zu verkürzen. Kommt es hingegen zur Clusterbildung, weiten die Cluster die Wege zwischen den groben Partikeln eher auf, wodurch die Diffusion behindert wird (32).

#### 4.6.1.2 Gefügeanalyse

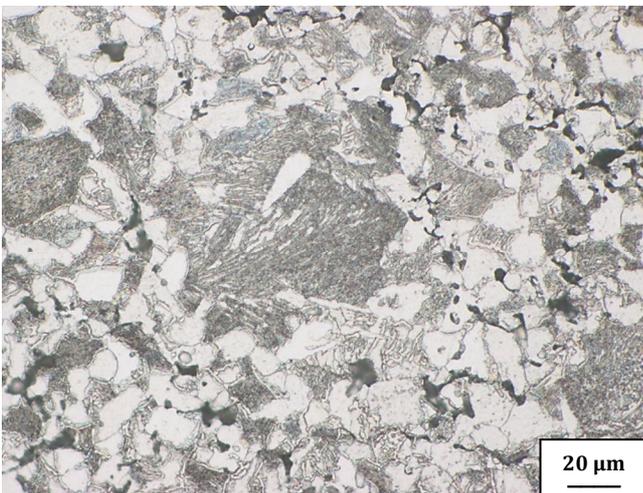
##### Sinterung bei 1120° C



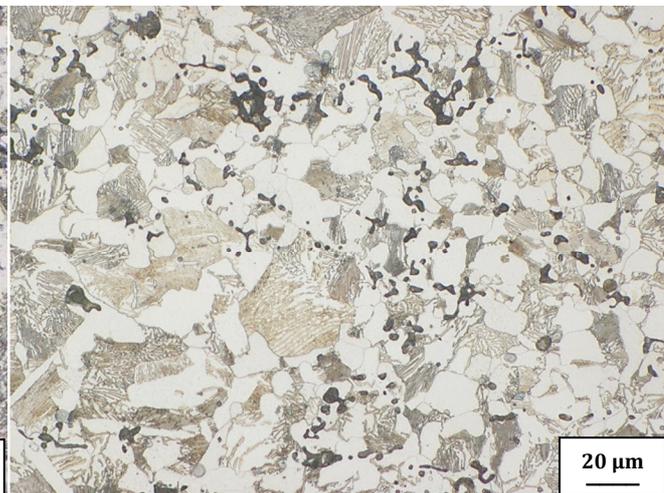
**Abbildung 71: Fe-0.6%C; R (ASC 100.29+UF4)  
+0,5 Masse% HWC, gepresst bei 600 MPa,  
gesintert bei 1120° C, 1% Nital, 500x**



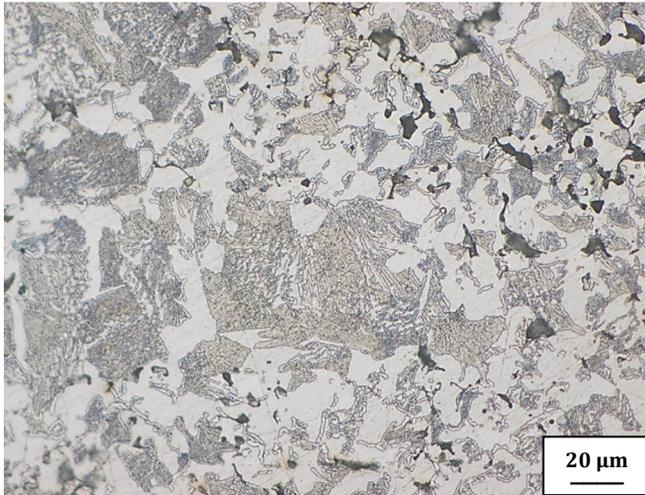
**Abbildung 72: Fe-0.6%C; R (ASC 100.29+UF4)  
+0,5 Masse% HWC, gepresst bei 1200 MPa,  
gesintert bei 1120° C, 1% Nital, 500x**



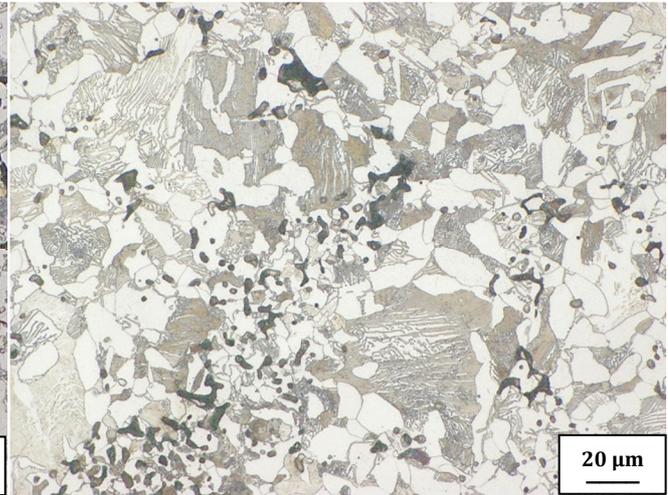
**Abbildung 73: Fe-0.6%C; B (ASC 100.29+C-  
Masteralloy) +0,5 Masse% HWC, gepresst bei  
600 MPa, gesintert bei 1120° C, 1% Nital, 500x**



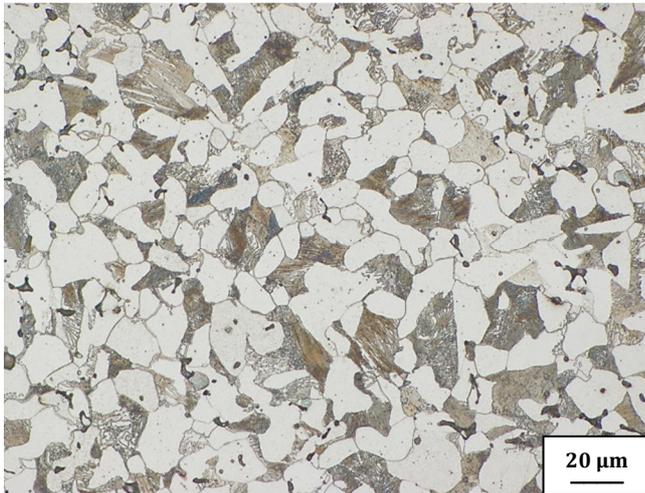
**Abbildung 74: Fe-0.6%C; B (ASC 100.29+C-  
Masteralloy) +0,5 Masse% HWC, gepresst bei  
1200 MPa, gesintert bei 1120° C, 1% Nital, 500x**



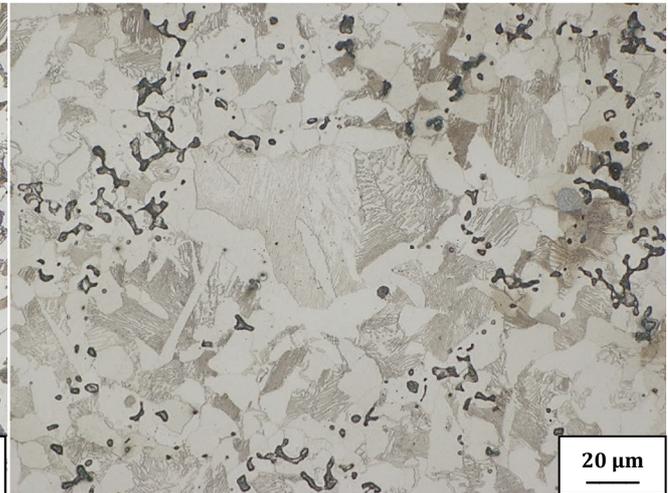
**Abbildung 75: Fe-0.6%C; D (ASC 100.29+geglühtes C-Masteralloy) +0,5 Masse% HWC, gepresst bei 600 MPa, gesintert bei 1120° C, 1% Nital, 500x**



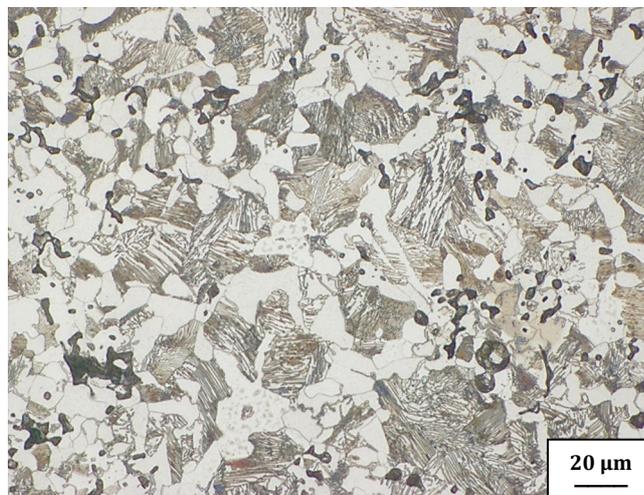
**Abbildung 76: Fe-0.6%C; D (ASC 100.29+geglühtes C-Masteralloy) +0,5 Masse% HWC, gepresst bei 1200 MPa, gesintert bei 1120° C, 1% Nital, 500x**



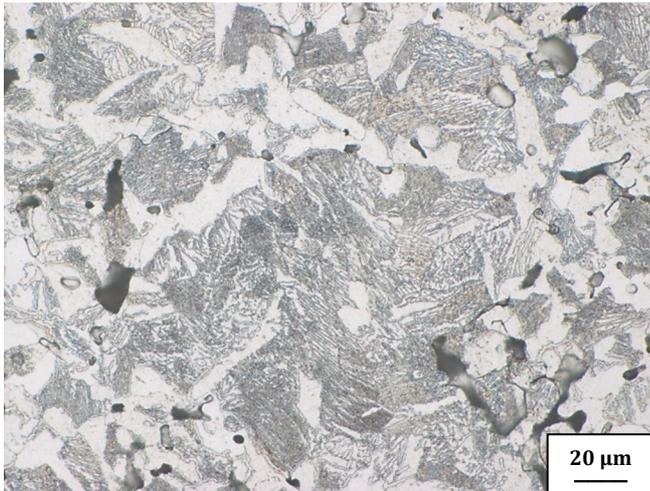
**Abbildung 77: Fe-0.6%C; R (ASC 100.29+UF4) gepresst bei 1200 MPa, gesintert bei 1120° C, 1% Nital, 500x.**



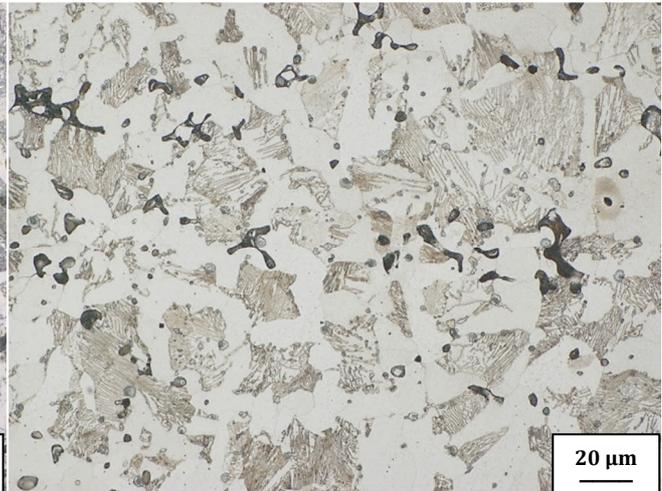
**Abbildung 78: Fe-0.6%C; B (ASC 100.29+C-Masteralloy), gepresst bei 1200 MPa, gesintert bei 1120° C, 1% Nital, 500x**



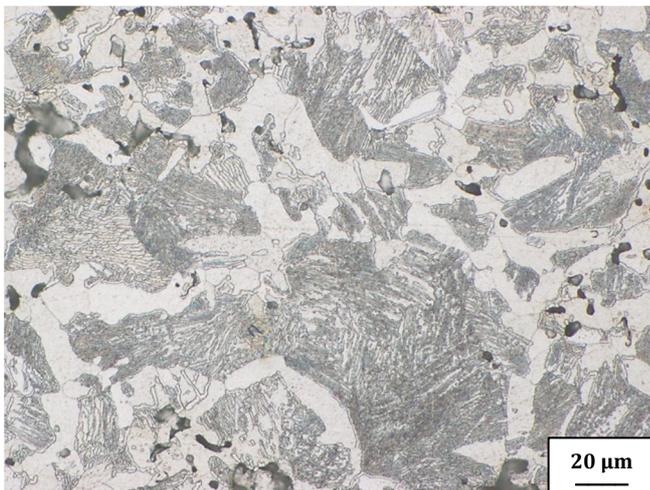
**Abbildung 79: Fe-0.6%C; D (ASC 100.29+ geglühtes C-Masteralloy), gepresst bei 1200 MPa, gesintert bei 1120° C, 1% Nital 500x**

**Sinterung bei 1250° C**

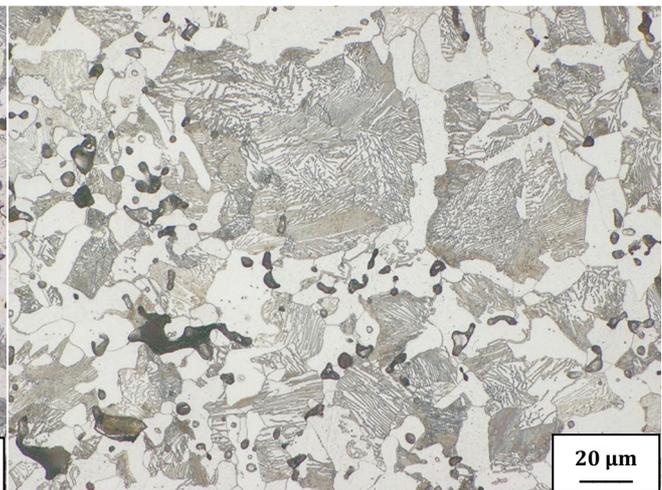
**Abbildung 80: Fe-0.6%C; R (ASC 100.29+UF4)  
+0,5 Masse% HWC, gepresst bei 600 MPa,  
gesintert bei 1250° C, 1% Nital, 500x**



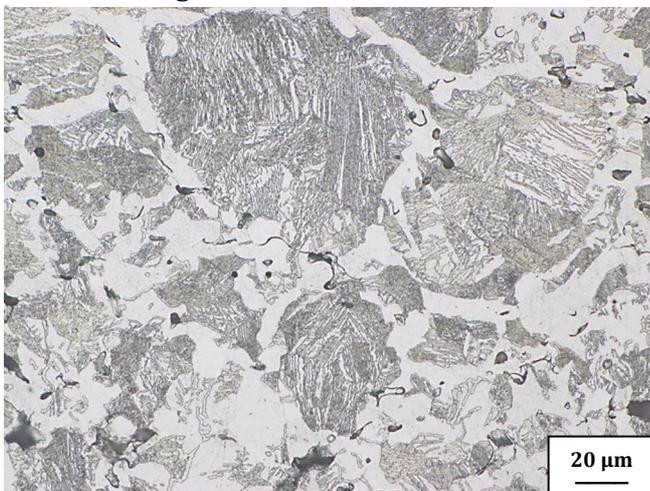
**Abbildung 81: Fe-0.6%C; R (ASC 100.29+UF4)  
+0,5 Masse% HWC, gepresst bei 1200 MPa,  
gesintert bei 1250° C, 1% Nital, 500x**



**Abbildung 82: Fe-0.6%C; B (ASC 100.29+C-  
Masteralloy) +0,5 Masse% HWC, gepresst bei  
600 MPa, gesintert bei 1250° C, 1% Nital, 500x**



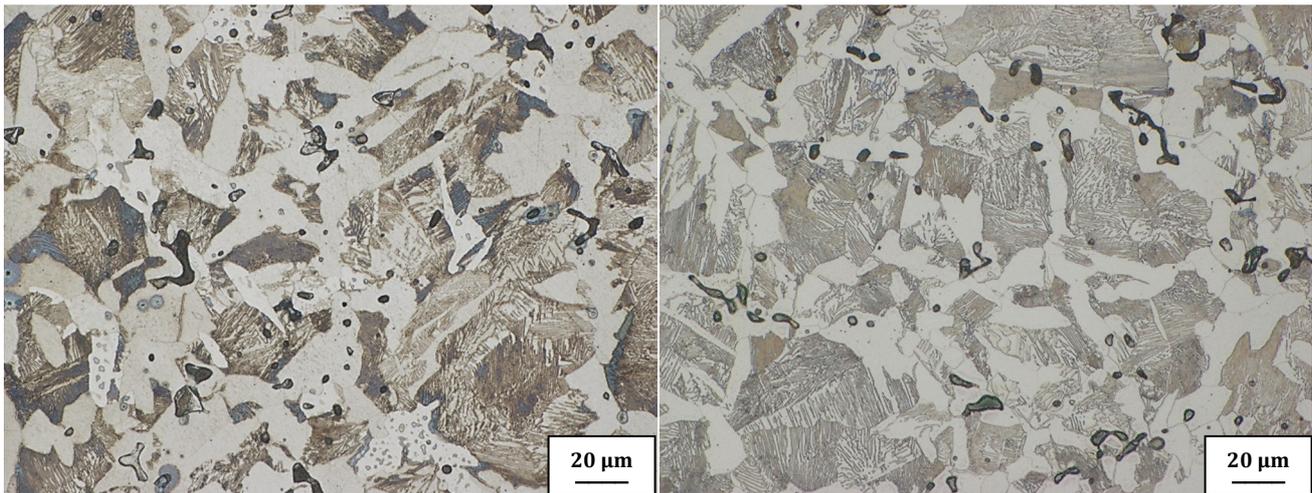
**Abbildung 83: Fe-0.6%C; B (ASC 100.29+C-  
Masteralloy) +0,5 Masse% HWC, gepresst bei  
1200 MPa, gesintert bei 1250° C, 1% Nital, 500x**



**Abbildung 84: Fe-0.6%C; D (ASC 100.29+geglühtes  
C-Masteralloy) +0,5 Masse% HWC, gepresst bei  
600 MPa, gesintert bei 1250° C, 1% Nital, 500x**

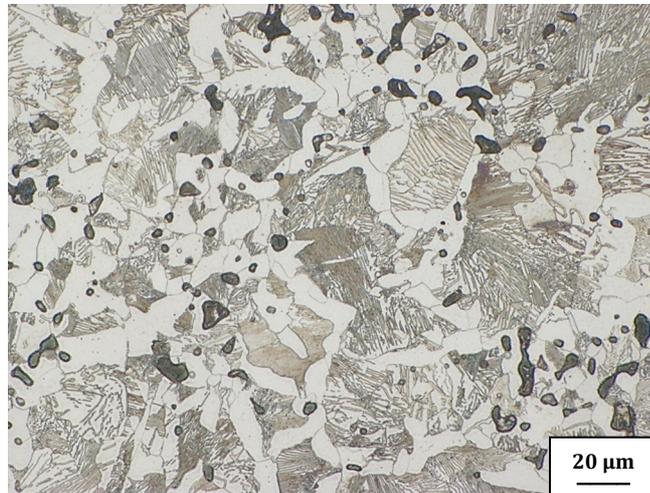


**Abbildung 85: Fe-0.6%C; D (ASC 100.29+geglühtes  
C-Masteralloy) +0,5 Masse% HWC, gepresst bei  
1200 MPa, gesintert bei 1250° C, 1% Nital, 500x**



**Abbildung 86: Fe-0.6%C; R (ASC 100.29+UF4)  
gepresst bei 1200 MPa, gesintert bei  
1250° C. 1% Nital, 500x.**

**Abbildung 87: Fe-0.6%C; B (ASC 100.29+C-  
Masteralloy), gepresst bei 1200 MPa,  
gesintert bei 1250° C, 1% Nital, 500x**



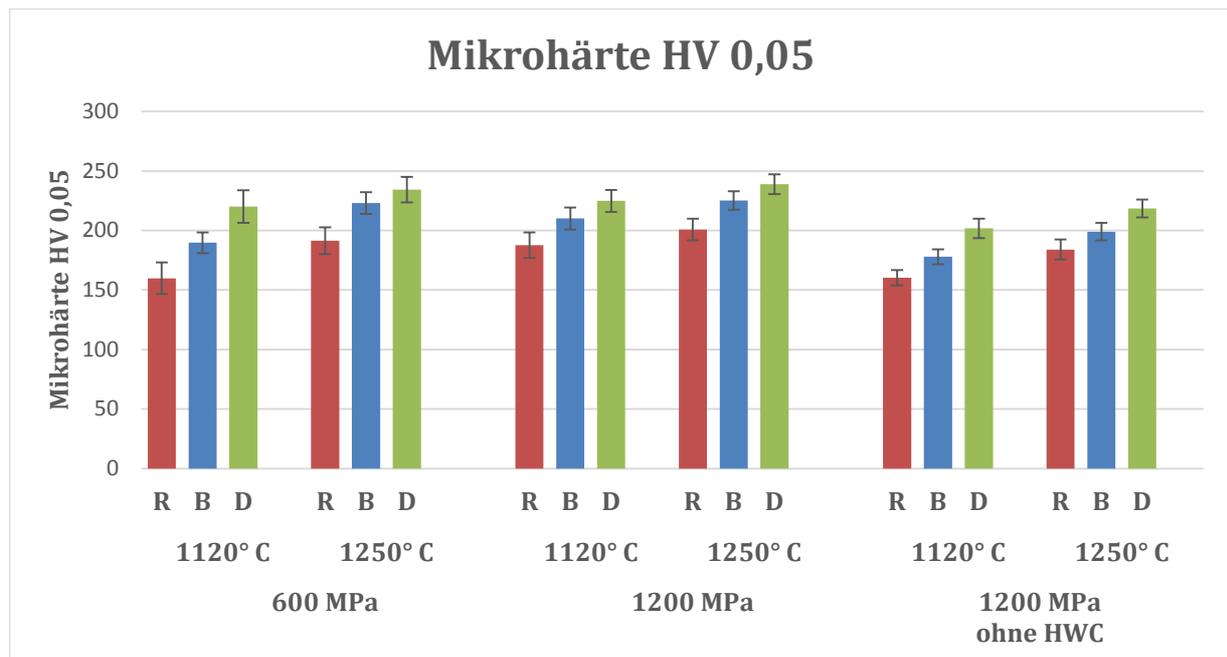
**Abbildung 88: Fe-0.6%C; D (ASC 100.29+ geglühtes  
C-Masteralloy), gepresst bei 1200 MPa,  
gesintert bei 1250° C, 1% Nital 500x**

Um das Gefüge sichtbar zu machen, wurden die Schiffe mit 1%iger Nital-Lösung geätzt. Bei allen Proben ist das typische Gefüge eines untereutektoiden Stahls zu erkennen, welches sich aus Perlit und primären Ferrit zusammensetzt. Dieses zieht sich jeweils homogen über den ganzen Probenquerschnitt und zwar nicht nur bei der 1250° C Sinterung, sondern auch bei der niedrigeren Sintertemperatur von 1120° C. Auffallend ist vor allem, dass die perlitischen Bereiche bei den 1200 MPa verpressten Proben jeweils etwas kleiner ausfallen, als bei ihren 600 MPa Analoga.

In den geätzten Schliften (siehe z.B. *Abbildung 76*) ist außerdem wieder die zuvor erwähnte feine Porenanhäufung im rekristallisationsgeglühten C-Masteralloy sehr deutlich zu erkennen. In den Gefügebildern werden aber durch die höhere Vergrößerung auch bei den ungeglühten C-Masteralloyschliffen diverse

Porenanhäufungen sichtbar (siehe z.B. *Abbildung 74*). Auch hier gilt es also, die Art der Pulververmischung zu überdenken, da so vielleicht auch im Falle des ungeglühten C-Masteralloys noch bessere mechanische Eigenschaften erzielt werden könnten.

#### 4.6.2 Mikrohärte



**Abbildung 89: Mikrohärte HV 0,05 von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C.**

R = Referenzpulver (ASC 100.29 + Naturgraphit UF4);

B = C-Masteralloypulver „as delivered“ mit ASC 100.29;

D = Rekristallisationsgeglühtes C-Masteralloypulver mit ASC 100.29

**Tabelle 22: Mikrohärte HV 0,05 von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C + 0,5 Masse% HWC, gepresst bei 600 MPa.**

Fe-0,6%C	1120° C		1250° C	
	$\overline{x_{HV\ 0,05}}$	$\sigma_{HV\ 0,05}$	$\overline{x_{HV\ 0,05}}$	$\sigma_{HV\ 0,05}$
<b>R</b>	160	13	192	11
<b>B</b>	190	9	223	9
<b>D</b>	220	14	234	11

**Tabelle 23: Mikrohärtte HV 0,05 von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C + 0,5 Masse% HWC, gepresst bei 1200 MPa.**

Fe-0,6%C	1120° C		1250° C	
	$\overline{x_{HV\ 0,05}}$	$\sigma_{HV\ 0,05}$	$\overline{x_{HV\ 0,05}}$	$\sigma_{HV\ 0,05}$
<b>R</b>	188	11	201	9
<b>B</b>	210	9	225	8
<b>D</b>	225	9	239	8

**Tabelle 24: Mikrohärtte HV 0,05 von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C gepresst bei 1200 MPa mit Matrizenschmierung.**

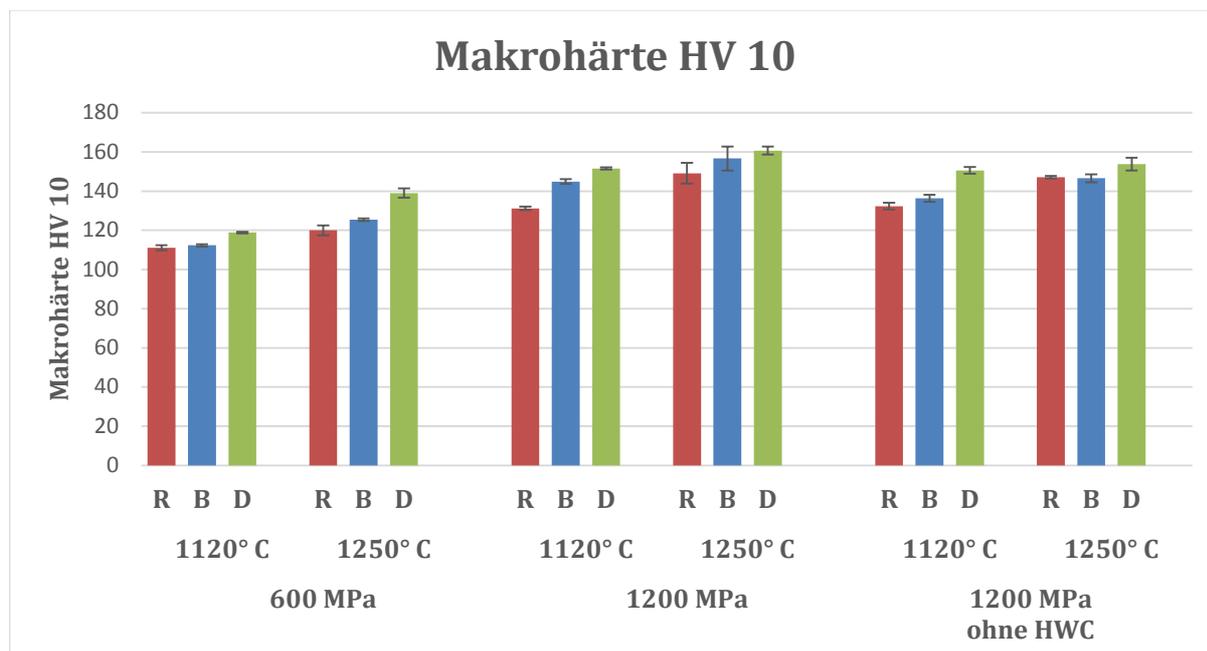
Fe-0,6%C	1120° C		1250° C	
	$\overline{x_{HV\ 0,05}}$	$\sigma_{HV\ 0,05}$	$\overline{x_{HV\ 0,05}}$	$\sigma_{HV\ 0,05}$
<b>R</b>	160	6	184	8
<b>B</b>	178	6	199	7
<b>D</b>	202	8	218	7

Die Mikrohärtmessung wurde bei einer Prüflast von 0,05 kg durchgeführt. Für die einzelnen Messwerte sei auf **Anhang B 6.2 Mikrohärtte** verwiesen.

Dabei ist klar zu erkennen, dass die Referenz (R) bei allen Varianten die niedrigste Mikrohärtte aufweist. Das C-Masteralloy (B) liegt jeweils etwas höher und das rekristallisationsgeglühte C-Masteralloy (D) weist jeweils die höchsten HV 0,05 Härtewerte auf.

Dies entspricht weitgehend dem Trend, der auch bei der Zugfestigkeit zu beobachten ist. Nur bei den über Matrizenschmierung hergestellten Proben kam es beim Zugversuch zu Irregularitäten, wodurch das C-Masteralloy jeweils etwas niedrigere Zugfestigkeiten als die Referenz aufwies. Bei der Mikrohärttebestimmung konnten diese Irregularitäten aber nicht beobachtet werden, was dafür spricht, dass das Problem nicht in der Matrix liegt, sondern in der Porenstruktur/im Teilchenverbund.

### 4.6.3 Vickers-Makrohärte



**Abbildung 90: Makrohärte HV 10 von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C.**

R = Referenzpulver (ASC 100.29 + Naturgraphit UF4);

B = C-Masteralloypulver „as delivered“ mit ASC 100.29;

D = Rekristallisationsgeglühtes C-Masteralloypulver mit ASC 100.29

**Tabelle 25: Makrohärte HV 10 von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C + 0,5 Masse% HWC, gepresst bei 600 MPa.**

Fe-0,6%C	1120° C		1250° C	
	$\bar{x}_{HV 10}$	$\sigma_{HV 10}$	$\bar{x}_{HV 10}$	$\sigma_{HV 10}$
R	111	1	120	3
B	112	1	125	1
D	119	0	139	2

**Tabelle 26: Makrohärte HV 10 von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C + 0,5 Masse% HWC, gepresst bei 1200 MPa.**

Fe-0,6%C	1120° C		1250° C	
	$\bar{x}_{HV 10}$	$\sigma_{HV 10}$	$\bar{x}_{HV 10}$	$\sigma_{HV 10}$
R	131	1	149	5
B	145	1	157	6
D	152	1	161	2

**Tabelle 27: Makrohärte HV 10 von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C gepresst bei 1200 MPa mit Matrizenschmierung.**

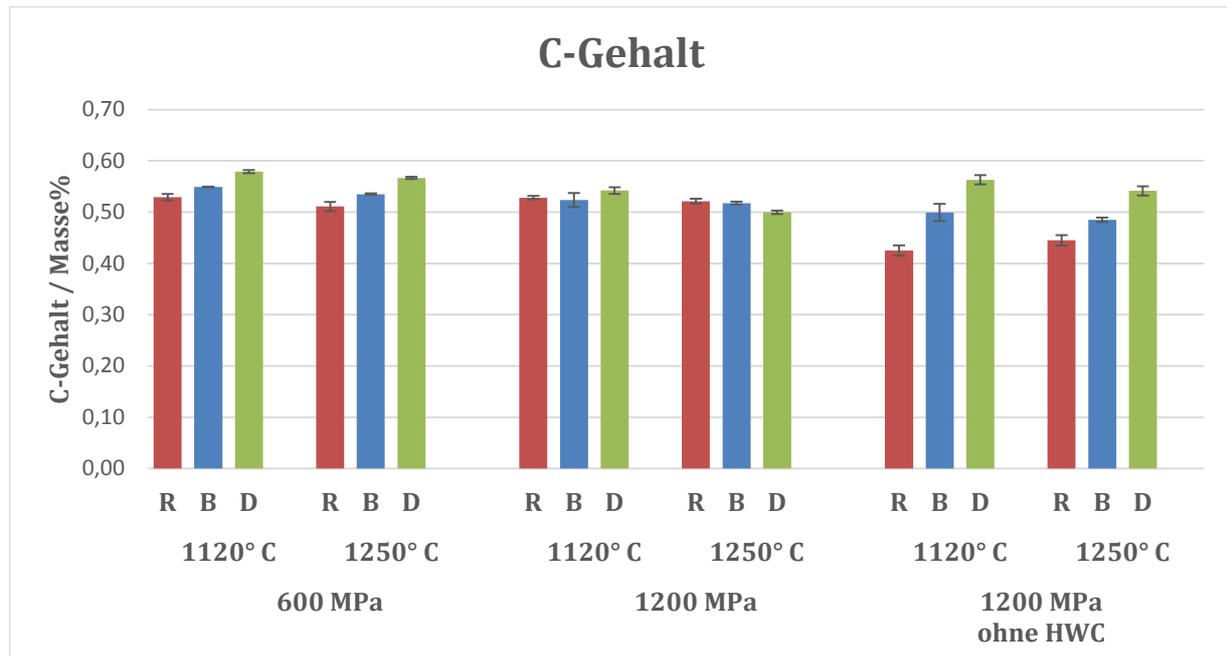
Fe-0,6%C	1120° C		1250° C	
	$\overline{x_{HV\ 10}}$	$\sigma_{HV\ 10}$	$\overline{x_{HV\ 10}}$	$\sigma_{HV\ 10}$
<b>R</b>	132	2	147	2
<b>B</b>	136	2	147	2
<b>D</b>	151	2	154	36

Zur Bestimmung der Makrohärte wurde die Vickershärte bei einer Prüflast von 10 kg gemessen. Der beobachtete Trend entspricht weitgehend wieder dem der Zugfestigkeit.

Wie bei der Zugfestigkeit konnten auch bei der Vickershärte (HV 10) bei der 1120° C Sinterung prozentuell ähnlich höhere Werte beim rekristallisationsgeglühten C-Masteralloy (D) als bei der Referenz (R) erzielt werden (600 MPa: 7 %, 1200 MPa: 16 %), siehe **Anhang B 6.3. Vickershärte**.

Allerdings schnitt das rekristallisationsgeglühte C-Masteralloy bei der Vickershärtebestimmung im Vergleich zum Zugversuch auch bei der 1250° C Sinterung deutlich besser als die Referenz ab (600 MPa: 16 %, 1200 MPa: 8 %).

### 4.6.4 C-Analyse



**Abbildung 91: C-Analyse von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C.**

R = Referenzpulver (ASC 100.29 + Naturgraphit UF4);

B = C-Masteralloypulver „as delivered“ mit ASC 100.29;

D = Rekristallisationsgeglühtes C-Masteralloypulver mit ASC 100.29

**Tabelle 28: C-Analyse von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C + 0,5 Masse% HWC, gepresst bei 600 MPa.**

Fe-0,6%C	1120° C		1250° C	
	$\bar{x}_{R_m}$ / MPa	$\sigma_{R_m}$ / MPa	$\bar{x}_{R_m}$ / MPa	$\sigma_{R_m}$ / MPa
<b>R</b>	0,529	0,006	0,511	0,009
<b>B</b>	0,549	0,001	0,535	0,002
<b>D</b>	0,579	0,003	0,567	0,002

**Tabelle 29: C-Analyse von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C + 0,5 Masse% HWC, gepresst bei 1200 MPa.**

Fe-0,6%C	1120° C		1250° C	
	$\bar{x}_{R_m}$ / MPa	$\sigma_{R_m}$ / MPa	$\bar{x}_{R_m}$ / MPa	$\sigma_{R_m}$ / MPa
<b>R</b>	0,528	0,003	0,521	0,005
<b>B</b>	0,523	0,014	0,518	0,003
<b>D</b>	0,542	0,007	0,500	0,004

**Tabelle 30: C-Analyse von Sinterkörpern aus Pulvermischungen Fe-0.6%C gepresst bei 1200 MPa mit Matrizenschmierung.**

Fe-0,6%C	1120° C		1250° C	
	$\bar{x}_{R_m} / \text{MPa}$	$\sigma_{R_m} / \text{MPa}$	$\bar{x}_{R_m} / \text{MPa}$	$\sigma_{R_m} / \text{MPa}$
<b>R</b>	0,425	0,010	0,445	0,010
<b>B</b>	0,499	0,017	0,485	0,004
<b>D</b>	0,563	0,009	0,541	0,009

Die meist höheren C-Gehalte des rekristallisationsgeglühten C-Masteralloy (D) sind vermutlich zum Großteil auf dessen niedrigeren O-Gehalt zurückzuführen. Durch das Rekristallisationsglühen des C-Masteralloypulvers unter H<sub>2</sub>-Atmosphäre wurde dessen O-Gehalt von 0,258 Masse% auf 0,148 Masse% gesenkt. Höhere O-Gehalte führen beim Sintern zunehmend zur Abnahme des Kohlenstoffgehalts, da der Kohlenstoff in Form von CO aus der Probe gefrischt wird.

Im Allgemeinen führen höhere C-Gehalte zu höheren Zugfestigkeiten und Härten. Bei den 1200 MPa gepressten und bei 1250° C gesinterten Proben weist das rekristallisationsgeglühte C-Masteralloy jedoch sogar bei niedrigeren C-Gehalten höhere Zugfestigkeitswerte als die Referenz (R) auf (siehe **Anhang B 6.4. C-Analyse**).

Zusätzlich kommt es beim ungeglühten C-Masteralloy (B) bei höheren C-Gehalten durchaus auch zu ähnlichen (oder niedrigeren) Zugfestigkeiten, wie bei der Referenz (R) oder es treten bei ähnlichem C-Gehalten höhere Zugfestigkeiten als bei der Referenz auf.

Der Kohlenstoffgehalt trägt so zwar zur Festigkeiten bei, stellt aber nicht den einzigen beeinflussenden Faktor dar.

## 5 Zusammenfassung

Die Dilatometermessungen mit gekoppelter Massenspektrometrie ergaben, dass die Desoxidation der Probenoberfläche bei den C-Masteralloys mit dem Zementit als Kohlenstoffquelle bereits bei deutlich niedrigeren Temperaturen startet als bei der Referenz, bei der der Kohlenstoff über den Graphit eingebracht wurde. Außerdem beginnt die Auflösung des Kohlenstoffs im Austenit bei der Wärmebehandlung der C-Masteralloys jeweils schon bei niedrigeren Temperaturen als bei der Referenz.

Die durchgeführte Weichglühung des C-Masteralloypulvers führte zu einer Strukturierung der anfänglich eher sphärischen, feinen Partikel, zum anderen wurde eine Vergrößerung der Zementitphasen erzielt. Die Rekristallisationsglühung wurde zum Abbau von Eigenspannungen und über den Mahlprozess eingebrachten Kaltverfestigungen durchgeführt. Insgesamt konnte der Sauerstoffgehalt des C-Masteralloypulvers durch die Wärmebehandlungen reduziert werden, ohne dabei den Kohlenstoffgehalt des Pulvers gravierend zu senken. Zu hohe Sauerstoffgehalte hätten beim nachfolgenden Sintern der Werkstücke zum „Frischen“ des Kohlenstoffs aus den Proben geführt.

Der Versuch, die Mikrohärtigkeit der C-Masteralloypulver über eine Kalteinbettung zu bestimmen, scheiterte selbst bei einer Prüflast von nur 0,01 kg aufgrund des hohen Feinanteils der einzelnen Pulver und führte somit zu keinen signifikanten Ergebnissen.

Die Fließfähigkeiten der einzelnen Pulvermischungen (Fe-0,6%C) wurden durch die Verwendung von Presshilfsmitteln jeweils etwas verschlechtert. Zudem führte die Feinheit des C-Masteralloypulvers zu geringfügig schlechteren Fließfähigkeiten als bei der Referenz. Bei der Füllichtenbestimmung wurden hingegen sowohl für das ungeglühte als auch für das wärmebehandelte C-Masteralloypulver höhere Werte als für die Referenz gemessen.

Das rekristallisationsgeglühte C-Masteralloypulver wies einen etwas höheren Ausstoßwiderstand als das ungeglühten C-Masteralloypulver und die Referenz auf. Aus den Versuchen zur Optimierung der Wärmebehandlung ging aber hervor, dass das weichgeglühte C-Masteralloypulver einen deutlich niedrigeren Ausstoßwiderstand als das rekristallisationsgeglühte C-Masteralloypulver aufweist. Da ein niedrigerer

Ausstoßwiderstand mit weniger Matrizenverschleiß beim Pressen einhergeht, würde sich so für weitere Untersuchungen die Charakterisierung und Weiterverarbeitung einer Fe-0,6%C-Mischung des weichgeglühten C-Masteralloys anbieten.

Allgemein wies die Referenzpulvermischung mit dem Graphit als Kohlenstoffquelle die beste Verpressbarkeit auf. Die Gründichte des rekristallisationsgeglühten C-Masteralloy lag jeweils noch etwas niedriger als die des ungeglühten C-Masteralloys. Neben dem härteren Zementit als Kohlenstoffquelle könnte auch der erhöhte Feinanteil der C-Masteralloypulver zu den niedrigeren Gründichten beigetragen haben, insbesondere wenn diese Pulver Cluster bilden. Dieser führt in der Regel zu einer Verschlechterung der Verpressbarkeit, kann dafür aber sinteraktivierend wirken.

Vor allem bei den hochdruckverpressten Proben kam bei der Sinterung die sich ausbildende Sekundärporosität der Referenz zum Tragen, wodurch die schlechtere Verpressbarkeit des C-Masteralloys zunehmend kompensiert werden konnte. Dennoch wies das rekristallisationsgeglühte C-Masteralloy etwas niedrigere Sinterdichten als die Referenz auf. Umso beeindruckender sind dadurch die nachfolgend bestimmten besseren mechanischen Eigenschaften (Zugfestigkeit, Härte) des rekristallisationsgeglühten C-Masteralloys im Vergleich zur Referenz.

Im Lichtmikroskop konnten vor allem im rekristallisationsgeglühten C-Masteralloy feine Porenanhäufungen beobachtet werden, die vermutlich auf den hohen Feinanteil und die Oberflächenstruktur des Pulvers zurückzuführen sind. Vereinzelt sind solche Cluster auch in den geätzten Schlifflinien des ungeglühten C-Masteralloy zu beobachten. Die feinen Pulver scheinen leicht Klumpen zu bilden, die auch nach dem Sintern noch erhalten bleiben, was darauf schließen lässt, dass beim Herstellen der Pulvermischungen das trockene Einmischen der feinen Pulver nicht optimal ist. Da HWC verklumpungsfördernd wirkt, könnte hier aber auch schon eine separate Vermischung des Eisenbasispulvers mit den C-Masteralloys und anschließend erst mit dem HWC bessere Ergebnisse liefern.

Die vermehrt beim rekristallisationsgeglühten C-Masteralloy auftretende Clusterbildung könnte auch eine Erklärung für dessen schlechtere Sinteraktivität im Vergleich zum ungeglühten C-Masteralloy liefern. Feine Teilchen können beim Sintern zur Erhöhung der Sinteraktivität führen, indem sie sich in die Zwischenräume der großen Partikel legen, um die Diffusionswege zu verkürzen. Kommt es hingegen zur Clusterbildung

weiten die Cluster die Wege zwischen den groben Partikeln eher auf, wodurch die Diffusion behindert wird.

Im Zugversuch konnten mit dem rekristallisationsgeglühten C-Masteralloy deutlich höhere Zugfestigkeiten als mit der Referenz erzielt werden. Bei der 1120° C Sinterung wies das rekristallisationsgeglühte C-Masteralloy sogar bis zu 14 % höhere Zugfestigkeiten, als die Referenz auf. All die beobachteten Festigkeitssteigerungen durch den Einsatz des rekristallisationsgeglühten C-Masteralloys konnten bei den mittels HWC verpressten Proben ohne signifikante Einbußen in den Bruchdehnungen erhalten werden. Bei den über Matrizenschmierung hergestellten Proben wies die Referenz allerdings deutlich höhere Bruchdehnungen als die C-Masteralloys auf.

Auch bei der Mikro- (HV 0,05) und Vickershärtebestimmung (HV 10) waren ähnliche Trends wie beim Zugversuch zu beobachten. Im Fall der Vickershärte konnten beim rekristallisationsgeglühten C-Masteralloy sogar sowohl bei der 1120° C Sinterung, als auch bei der 1250° C Sinterung Härtesteigerungen von bis zu 16 % im Vergleich zur Referenz erzielt werden.

Insgesamt zeigen die Ergebnisse, dass die Verwendung der Masteralloys als Kohlenstoffträger interessantes Potential zeigt, vor allem wenn hohe Dichten angestrebt werden. Die Resultate sind sicher noch nicht optimal, was z.B. aus den beobachteten Porenclustern abgeleitet werden kann; hier ist bei der Mischtechnik noch Verbesserungsbedarf gegeben. Es ist aber zu berücksichtigen, dass es sich beim Referenzmaterial um ein über Jahrzehnte hin optimiertes System handelt, während die Masteralloy-Route eine Neuentwicklung ist.

# Literatur

1. H. Danninger, G. Frauendienst, K.-D. Streb, R. Ratzl, Dissolution of different graphite grades during sintering of PM steels. *Materials Chemistry and Physics* **67**, 72-77 (2001).
2. C. Gierl, H. Danninger, Y. Hemmatpour, Eisen-Kohlenstoff-Masteralloy. *AT507707A1, Iron Carbon Masteralloy, Patent: USA, Nr. 9,359,662 B2*, (2010).
3. H. Danninger, C. Gierl, H. Gschiel, M. Dlapka, Iron-carbon masteralloy-A promising approach for introducing carbon into high density sintered steels. *Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials* *p*, 1-11 (2011).
4. C. Gierl-Mayer, M. Jetzinger, J. M., J. Dunkley, H. Danninger, C-Masteralloy an innovative approach to introduce carbon in PM-steels. *Proc. EuroPM2017*, (2017).
5. H. Danninger, *Pulvermetallurgie: Beispiele für den Produkteinsatz*. (WIFI Österreich, 1996).
6. W. Schatt, K. P. Wieters, B. Kieback, *Pulvermetallurgie: Technologien und Werkstoffe*. (Springer Berlin Heidelberg, 2006).
7. P. Beiss, *Pulvermetallurgische Fertigungstechnik*. (Springer Berlin Heidelberg, 2013).
8. C. Gierl-Mayer, H. Danninger, Vorlesungsskript: Pulvermetallurgie und Sinterwerkstoffe I. *TU Wien*, (2015).
9. Zitat, Univ. Prof. Dipl.-Ing. Dr. techn. Herbert Danninger. *Technische Universität Wien*, (2017).
10. P. K. Samal, J. W. Newkirk, *ASM Handbook: Powder metallurgy*. (ASM International, 2015).
11. J. Hamill, C. Schade, N. Myers, Water atomized fine powder technology. *Gas* **80**, 90 (2001).
12. Y. Seki, S. Okamoto, H. Takigawa, N. Kawai, Effect of atomization variables on powder characteristics in the high-pressured water atomization process. *Metal Powder Report* **45**, 38-40 (1990).
13. K. Ogura, S. Takajo, N. Yamato, Y. Maeda, Y. Morioka, Cr and Mn Containing, Low Oxygen Steel Powder Produced by Water-Atomisation and Vacuum-Annealing. *Metal Powder Report* **42**, 292-294 (1987).
14. S. Unami, K. Ogura, S. Uenosono, Effect of V on the Strength of Sintered Cr-Mo Alloyed Steel Powder Compacts. *Proc. PM'98 World Congress Granada, EPMA, Shrewsbury UK* **3**, 173-177 (1998).
15. F. J. Esper, *Pulvermetallurgie: das flexible und fortschrittliche Verfahren für wirtschaftliche und zuverlässige Bauteile ; mit 15 Tabellen*. (Expert-Verlag, 1996).

16. G. Spur, H. W. Zoch, *Handbuch Wärmebehandeln und Beschichten*. (Carl Hanser Verlag GmbH & Company KG, 2015).
17. DIN EN 10052 Begriffe der Wärmebehandlung von Eisenwerkstoffen. (1993).
18. D. Liedtke, *Wärmebehandlung von Eisenwerkstoffen I: Grundlagen und Anwendungen*. (Expert-Verlag GmbH, 2014).
19. D. Kohtz, *Wärmebehandlung metallischer Werkstoffe: Grundlagen und Verfahren*. (Springer Berlin Heidelberg, 2013).
20. H. Berns, W. Theisen, *Eisenwerkstoffe: Stahl und Gusseisen*. (Springer Berlin Heidelberg, 2012).
21. H. Oettel, H. Schumann, *Metallografie: mit einer Einführung in die Keramografie*. (Wiley-VCH, 2011).
22. H. Danninger, C. Gierl, Processes in PM steel compacts during the initial stages of sintering. *Materials Chemistry and Physics* **67**, 49-55 (2001).
23. H. Gschiel, Diffusionslegierte Fe-C Masterlegierungen für die PM-Formteilmfertigung. *Diplomarbeit Technische Universität Wien*, (2011).
24. Material and Powder Properties - Höganäs Handbook for Sintered Components. [http://www.hoganas.com//globalassets/media/sharepoint-documents/HandbooksAllDocuments/Handbook1Material and Powder Properties December 2013 0674HOGinteractive.pdf](http://www.hoganas.com//globalassets/media/sharepoint-documents/HandbooksAllDocuments/Handbook1Material%20and%20Powder%20Properties%20December%202013%200674HOGinteractive.pdf), (2013).
25. DIN EN 10276-2 Chemische Analyse von Eisenwerkstoffen - Bestimmung des Sauerstoffgehalts von Stahl und Eisen - Teil 2: Messung der Infrarotabsorption nach Aufschmelzen unter Inertgas. (2003).
26. DIN EN ISO 9556 Stahl und Eisen - Bestimmung des Gesamtkohlenstoffgehalts - Verfahren mit Infrarotabsorption nach Verbrennung im Induktionsofen. (2002).
27. DIN EN ISO 4490 Metallpulver - Ermittlung der Durchflussrate mit Hilfe eines Kalibrierten Trichters (Hall Flowmeter). (2014).
28. DIN EN ISO 3923-1 Metallpulver - Ermittlung der Füllichte - Teil 1: Trichterverfahren. (2010).
29. DIN EN ISO 2740 Sintermetalle, ausgenommen Hartmetalle - Zugstäbe. (2009).
30. Wasserdichtetabelle. [http://www.wissenschaft-technik-ethik.de/wasser\\_dichte.html#kap02](http://www.wissenschaft-technik-ethik.de/wasser_dichte.html#kap02), (2004).
31. DIN EN ISO 6892-1 Metallische Werkstoffe - Zugversuch - Teil 1: Prüfverfahren bei Raumtemperatur. (2016).
32. C. Gierl, Herstellung von PM-Formteilen durch optimiertes Sintern. *Dissertation Technische Universität Wien*, (2000).

# Anhang B: Messdaten

## 1. Optimierung der Wärmebehandlung

### 1.1. Auswahl über die Mikrohärtigkeit (HV 0,01)

Tabelle 31: Mikrohärtigkeit Paraffin-Probe 1

Paraffin 1	HV 0,01	HV 0,01 $\bar{x}$	HV 0,01 $\sigma$
1	467	452	14
2	446		
3	446		
4	432		
5	453		
6	453		
7	482		
8	439		
9	460		
10	446		

Tabelle 32: Mikrohärtigkeit Paraffin-Probe 2

Paraffin 2	HV 0,01	HV 0,01 $\bar{x}$	HV 0,01 $\sigma$
1	813	820	31
2	796		
3	847		
4	847		
5	813		
6	813		
7	847		
8	796		
9	866		
10	765		

Tabelle 33: Mikrohärte Paraffin- Probe 3

Paraffin 3	HV 0,01	HV 0,01 $\bar{x}$	HV 0,01 $\sigma$
1	780	762	22
2	735		
3	796		
4	750		
5	796		
6	750		
7	765		
8	735		
9	765		
10	750		

Tabelle 34 Mikrohärte Paraffin- Probe 4

Paraffin 4	HV 0,01	HV 0,01 $\bar{x}$	HV 0,01 $\sigma$
1	866	797	44
2	765		
3	750		
4	813		
5	780		
6	765		
7	830		
8	765		
9	866		
10	765		

Tabelle 35: Mikrohärte Paraffin- Probe 5

Paraffin 5	HV 0,01	HV 0,01 $\bar{x}$	HV 0,01 $\sigma$
1	847	820	29
2	830		
3	780		
4	830		
5	847		
6	830		
7	780		
8	780		
9	847		
10	830		

## 1.2. Auswahl über die Pressdichte

Tabelle 36: C-Gehalt von Paraffin Proben

Probe	C-Gehalt / Masse%
1	4,50 %
2	4,40 %
3	4,56 %
4	4,59 %
5	4,56 %

Tabelle 37: Ausstoßwiderstand (600 MPa Presslinge)

Probe	Durchmesser / mm	Höhe / mm	Mantelfläche / mm <sup>2</sup>	F <sub>max</sub> / N	Ausstoßwiderstand / N mm <sup>-2</sup>	Mittel / N mm <sup>-2</sup>
1	11,26	9,99	353,39	7775,1	22,00	25,31
	11,26	9,98	353,04	101000,9	28,61	
2	11,28	10,10	357,92	10072,8	28,14	30,99
	11,28	10,21	361,81	12243,7	33,84	
3	11,28	10,09	357,56	13533,4	37,85	38,30
	11,28	10,15	359,69	13940,3	38,76	
4	11,27	10,13	358,66	14412,2	40,18	40,81
	11,27	10,26	363,26	15055,0	41,44	
5	11,26	9,93	351,27	13331,9	37,95	40,20
	11,26	10,05	355,51	15087,1	42,44	
R	11,25	9,63	340,35	12059,8	35,43	37,10
	11,26	9,79	346,31	13428,9	38,78	

Tabelle 38: Pressdichten (600 MPa Presslinge)

Probe	Durchmesser / mm	Höhe / mm	Masse / g	Volumen / cm <sup>3</sup>	Dichte/ g cm <sup>-3</sup>	Mittel / g cm <sup>-3</sup>
1	11,26	9,99	7,1166	0,9948	7,15	7,14
	11,26	9,98	7,0884	0,9938	7,13	
2	11,28	10,10	7,0490	1,0093	6,98	6,99
	11,28	10,21	7,1463	1,0203	7,00	
3	11,28	10,09	7,0209	1,0083	6,96	6,97
	11,28	10,15	7,0716	1,0143	6,97	
4	11,27	10,13	7,0873	1,0105	7,01	7,01
	11,27	10,26	7,1788	1,0235	7,01	
5	11,26	9,93	6,9285	0,9888	7,01	7,01
	11,26	10,05	7,0113	1,0008	7,01	
R	11,25	9,63	6,9821	0,9572	7,29	7,28
	11,26	9,79	7,0872	0,9749	7,27	

## 2. Charakterisierung der Pulver

### 2.1. REM-Aufnahmen

#### 2.1.1. C-Masteralloypulver „As Delivered“

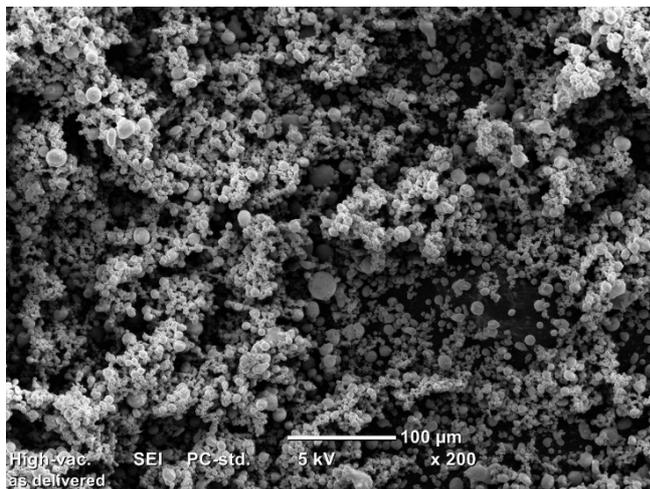


Abbildung 92: „As Delivered“, 200x

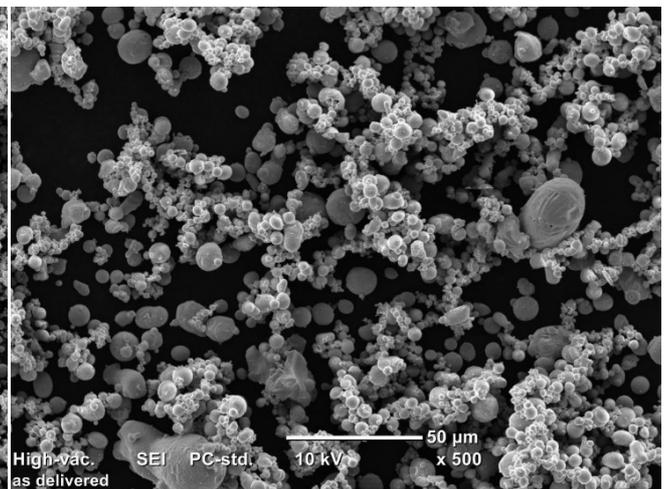


Abbildung 93: „As Delivered“, 500x

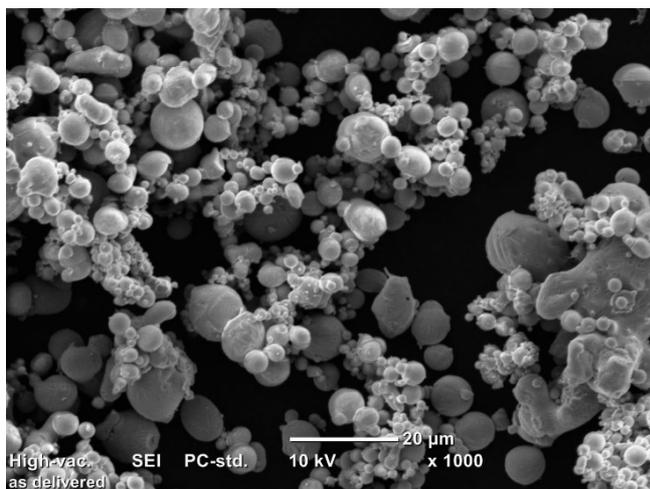


Abbildung 94: „As Delivered“, 1000x

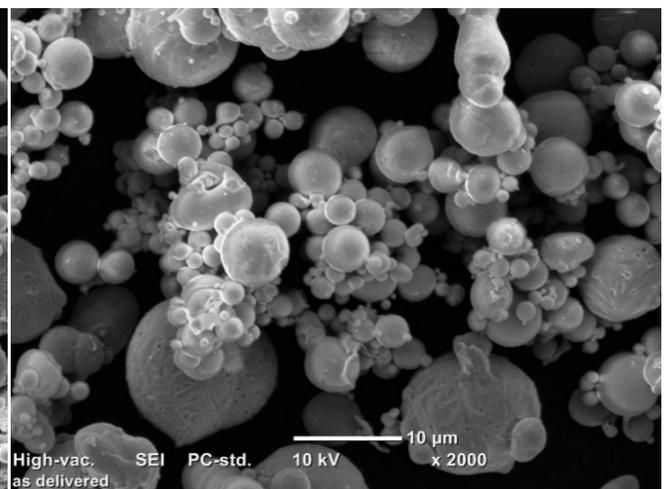


Abbildung 95: „As Delivered“, 2000x

### 2.1.2. Weichgeglühtes C-Masteralloypulver

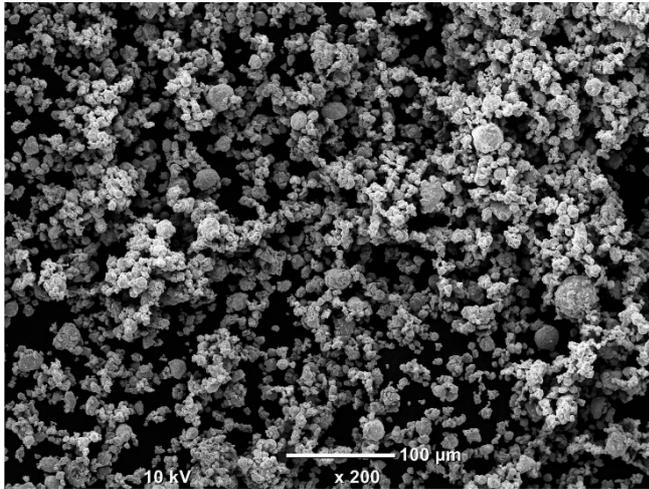


Abbildung 96: Weichgeglüht, 200x

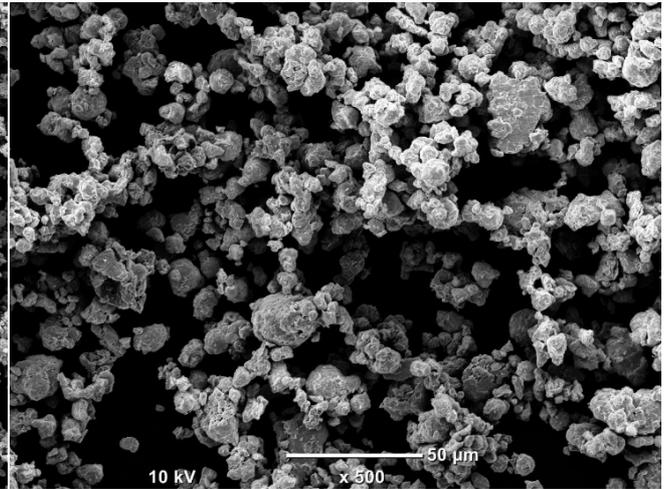


Abbildung 97: Weichgeglüht, 500x

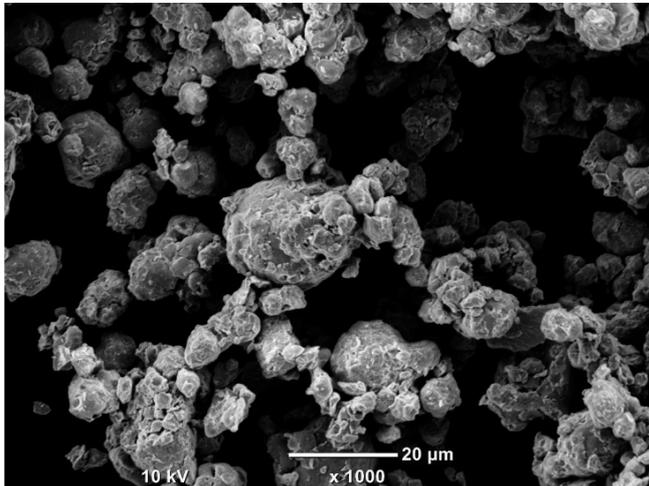


Abbildung 98: Weichgeglüht, 1000x

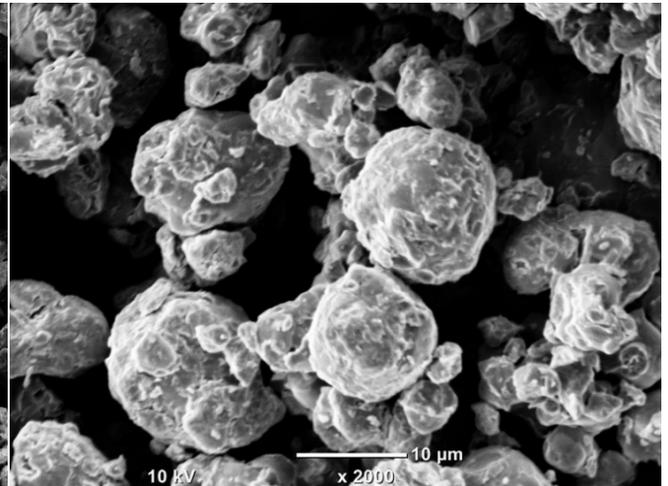


Abbildung 99: Weichgeglüht, 2000x

### 2.1.3. Rekristallisationsgeglühtes C-Masteralloypulver

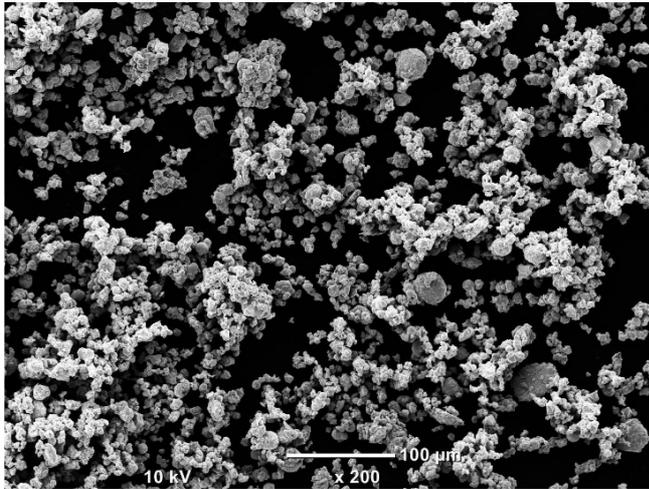


Abbildung 100: Rekristallisationsgeglüht, 200x

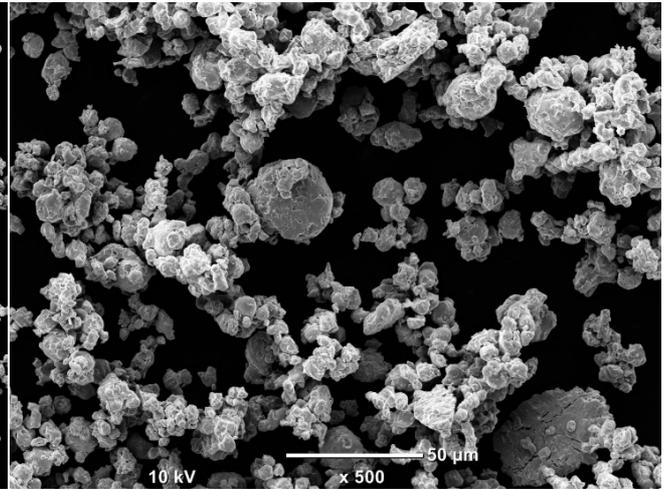


Abbildung 101: Rekristallisationsgeglüht, 500x

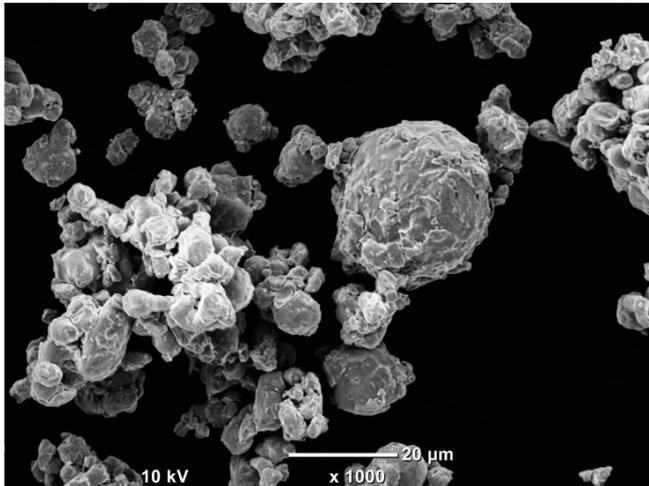


Abbildung 102: Rekristallisationsgeglüht, 1000x

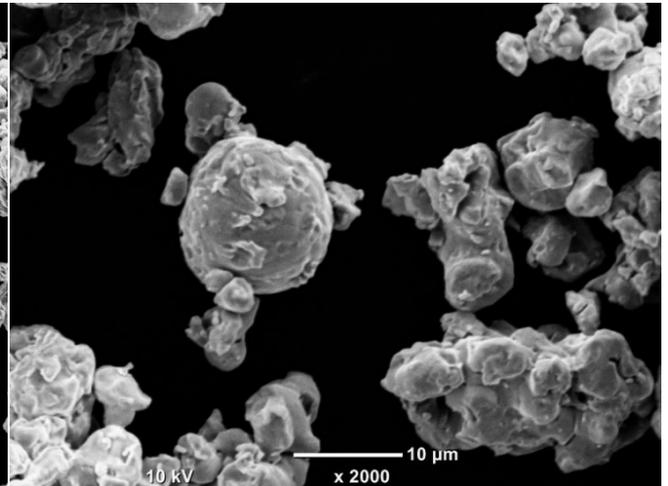


Abbildung 103: Rekristallisationsgeglüht, 2000x

## 2.2. O-Analyse

Tabelle 39: O-Gehalt: C-Masteralloypulver („As Delivered“)

„As Delivered“	O-Gehalt / Masse%	$\bar{x}_{O-Gehalt}$ / Masse%	$\sigma_{O-Gehalt}$ / Masse%
1	0,248	<b>0,258</b>	0,016
2	0,276		
3	0,250		

Tabelle 40: O-Gehalt: Weichgeglühtes C-Masteralloypulver

Weichgeglüht	O-Gehalt / Masse%	$\bar{x}_{O-Gehalt}$ / Masse%	$\sigma_{O-gehalt}$ / Masse%
1	0,272	<b>0,251</b>	0,019
2	0,243		
3	0,237		

Tabelle 41: O-Gehalt: Rekristallisationsgeglühtes C-Masteralloypulver

Rekristallisationsgegl.	O-Gehalt / Masse%	$\bar{x}_{O-Gehalt}$ / Masse%	$\sigma_{O-gehalt}$ / Masse%
1	0,144	<b>0,148</b>	0,006
2	0,144		
3	0,155		

## 2.3. C-Analyse

Tabelle 42: C-Gehalt: C-Masteralloypulver („As Delivered“)

„As delivered“	C-Gehalt / Masse%	$\bar{x}_{C-Gehalt}$ / Masse%	$\sigma_{C-gehalt}$ / Masse%
1	4,57	<b>4,61</b>	0,04
2	4,64		
3	4,63		

Tabelle 43: C-Gehalt: Weichgeglühtes C-Masteralloypulver

Weichgeglüht	C-Gehalt / Masse%	$\bar{x}_{C-Gehalt}$ / Masse%	$\sigma_{C-gehalt}$ / Masse%
1	4,50	<b>4,52</b>	0,04
2	4,50		
3	4,57		

Tabelle 44: C-Gehalt: Rekristallisationsgeglühtes C-Masteralloypulver

Rekristallisationsgegl.	C-Gehalt / Masse%	$\bar{x}_{C-Gehalt}$ / Masse%	$\sigma_{C-gehalt}$ / Masse%
1	4,43	<b>4,40</b>	0,12
2	4,51		
3	4,27		

## 2.4. Pulverschleife

### 2.4.1. C-Masteralloypulver „As Delivered“

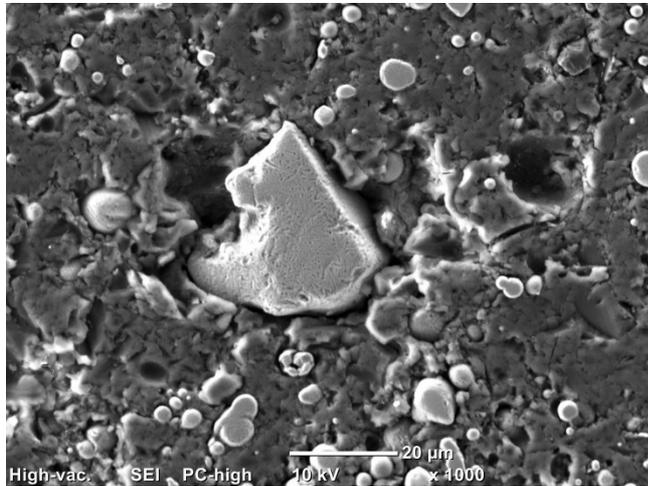


Abbildung 104: „As Delivered“, 1000x

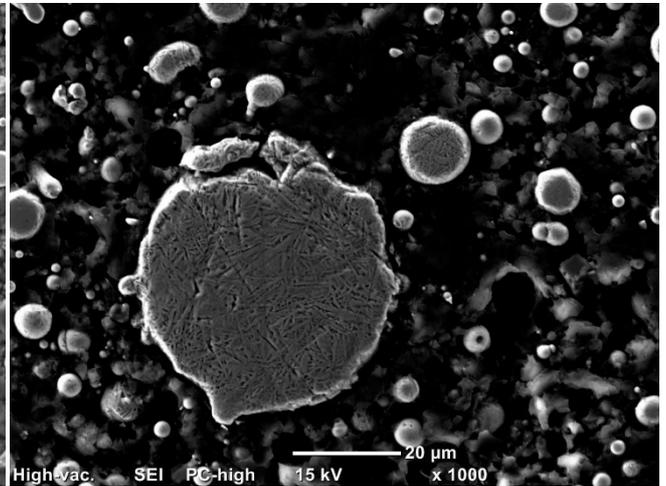


Abbildung 105: „As Delivered“, 1000x

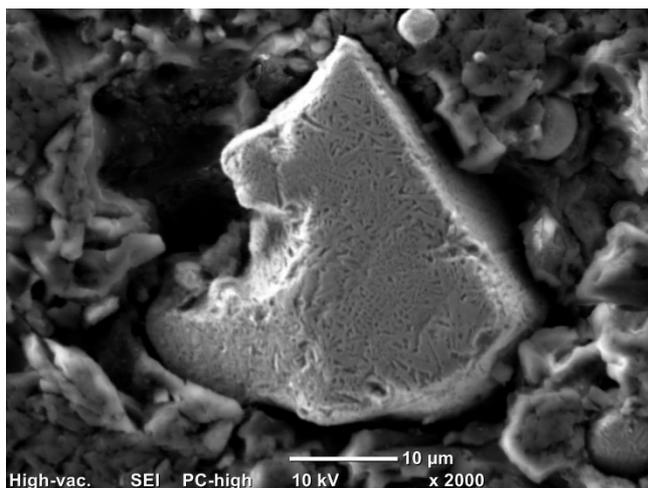


Abbildung 106: „As Delivered“, 2000x

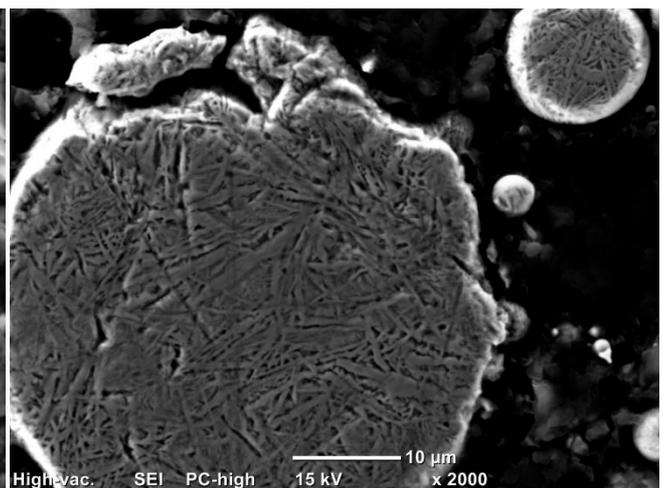


Abbildung 107: „As Delivered“, 2000x

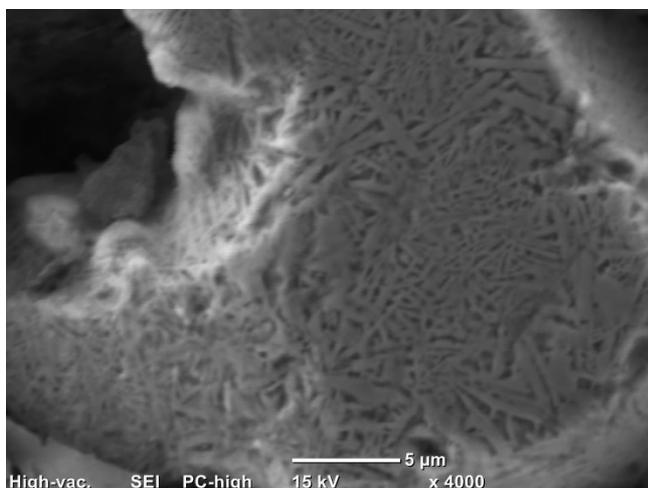


Abbildung 108: „As Delivered“, 4000x

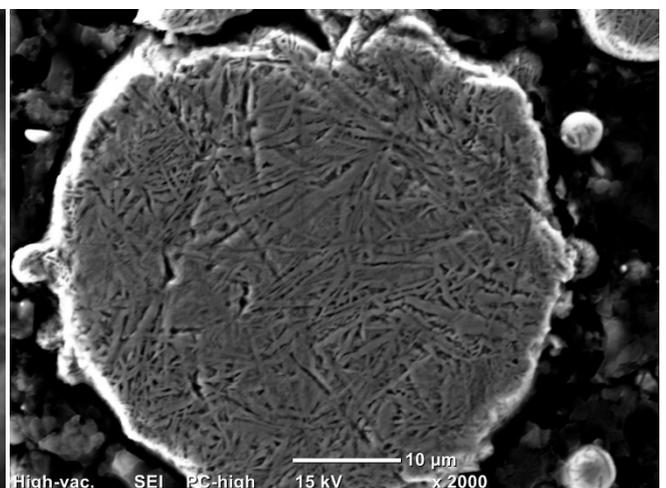


Abbildung 109: „As Delivered“, 2000x

## 2.4.2. Weichgeglühtes C-Masteralloypulver

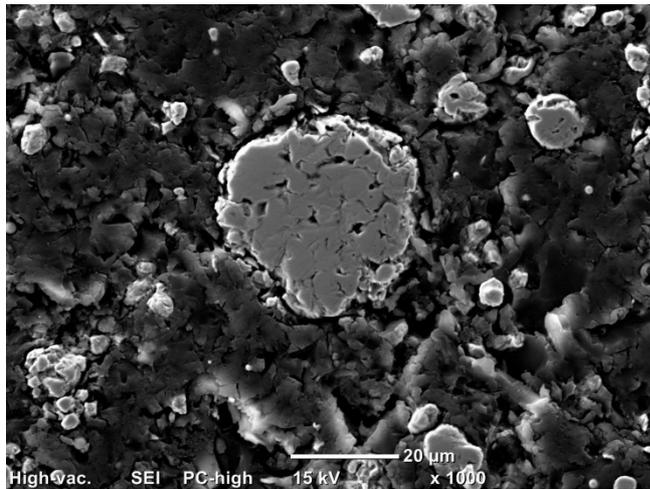


Abbildung 110: Weichgeglüht, 1000x

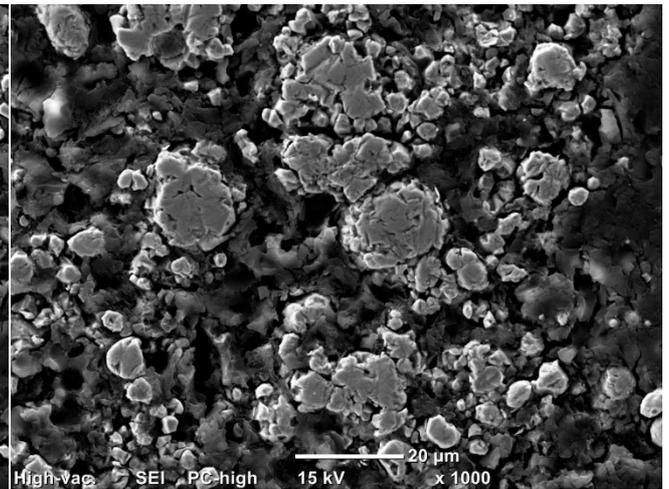


Abbildung 111: Weichgeglüht, 1000x

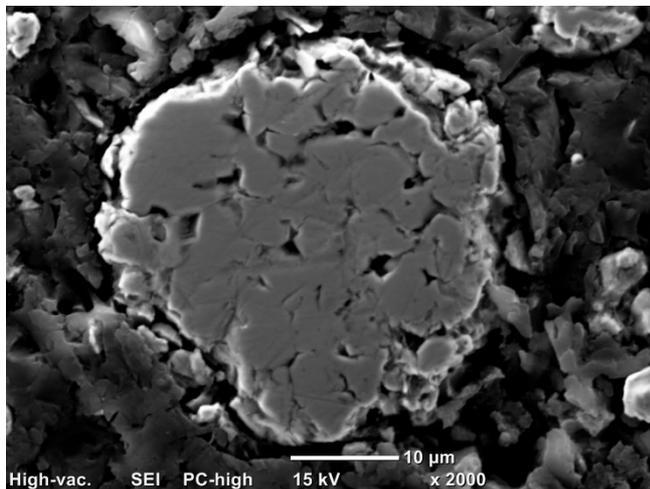


Abbildung 112: Weichgeglüht, 2000x

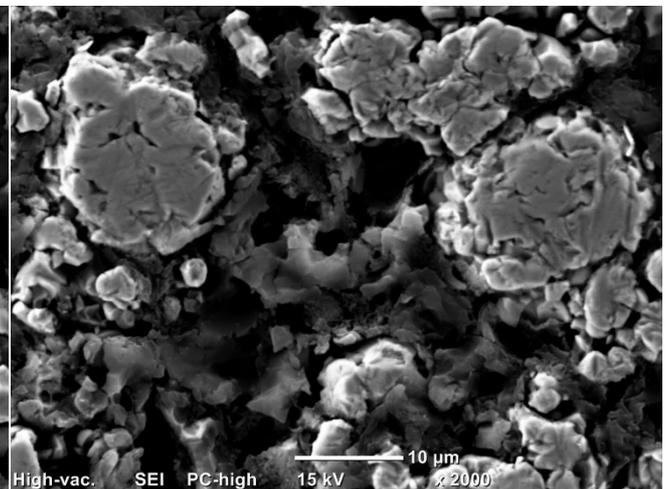


Abbildung 113: Weichgeglüht, 2000x

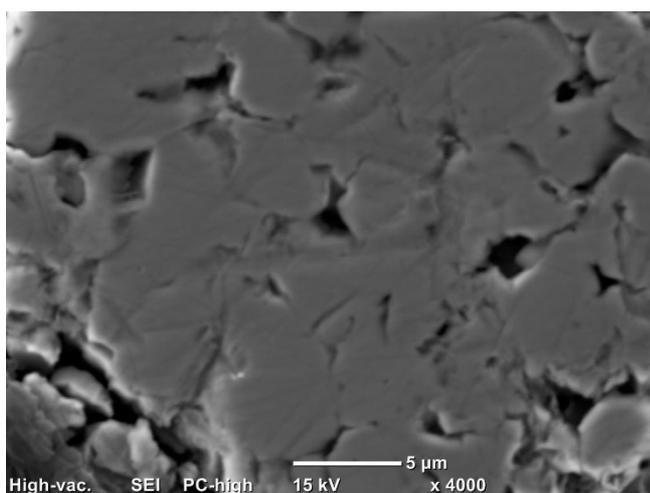


Abbildung 114: Weichgeglüht, 4000x

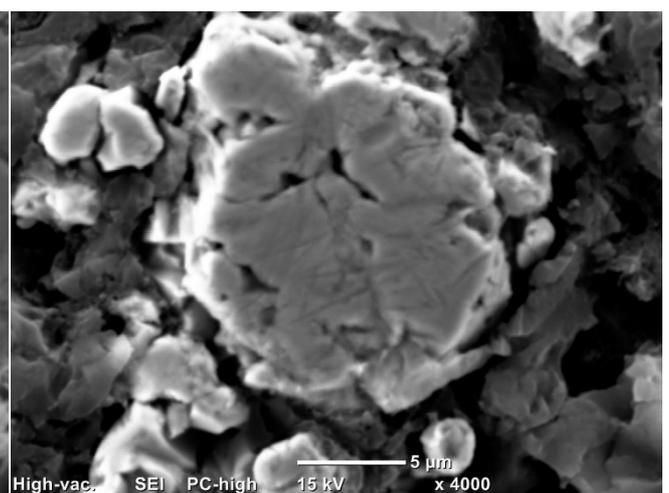


Abbildung 115: Weichgeglüht, 1000x

### 2.4.3. Rekristallisationsgeglühtes C-Masteralloypulver

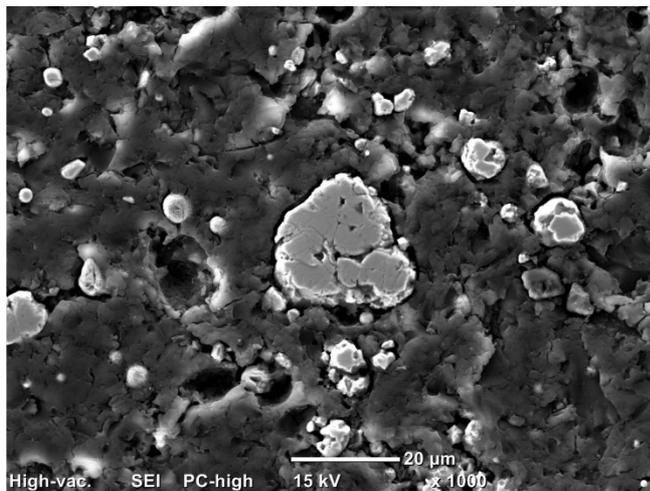


Abbildung 116: Rekristallisationsgeglüht, 1000x

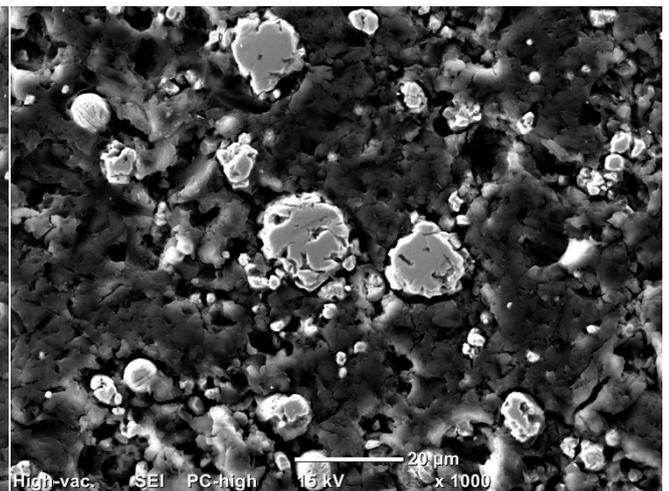


Abbildung 117: Rekristallisationsgeglüht, 1000x

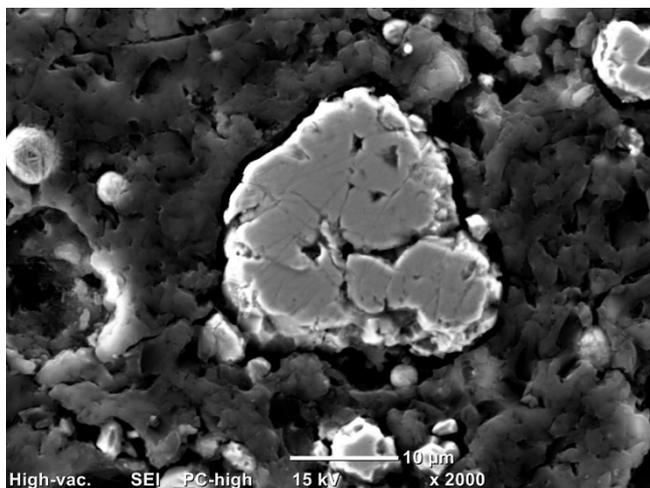


Abbildung 118: Rekristallisationsgeglüht, 2000x

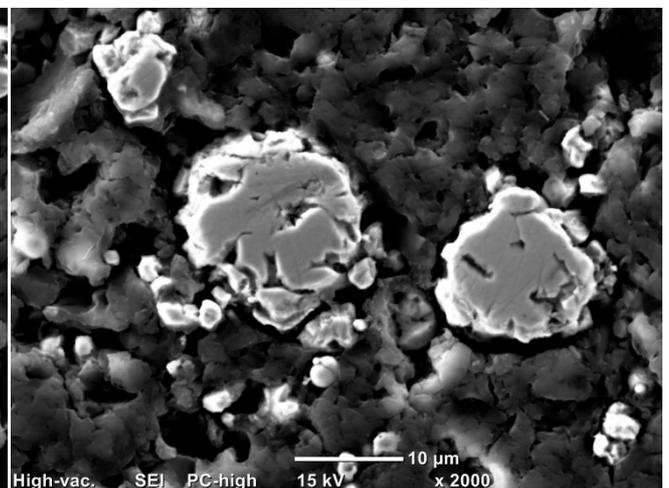


Abbildung 119: Rekristallisationsgeglüht, 2000x

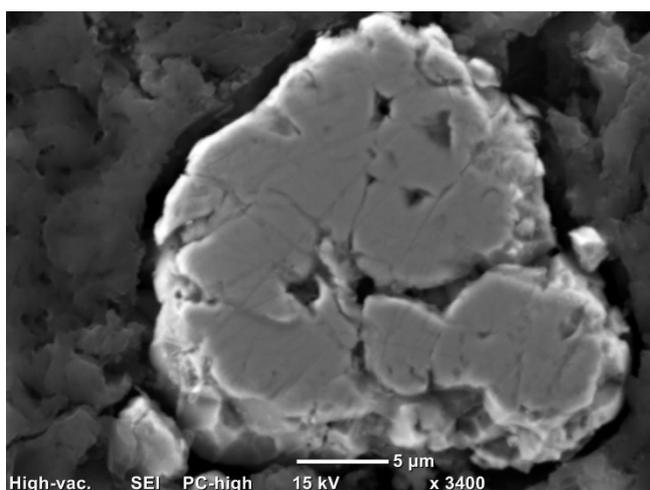


Abbildung 120: Rekristallisationsgeglüht, 3400x

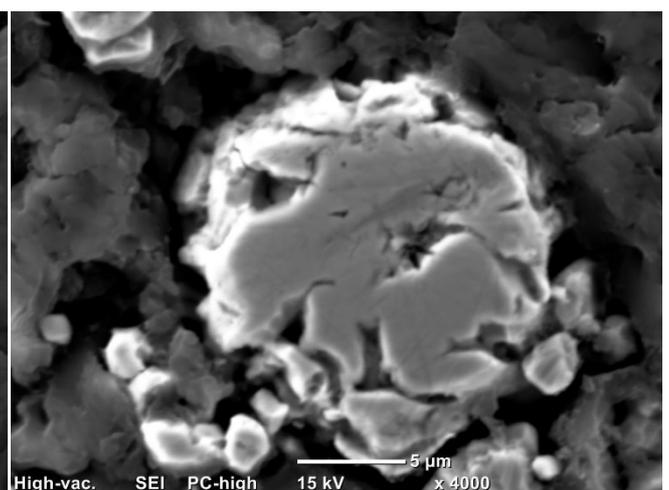


Abbildung 121: Rekristallisationsgeglüht, 4000x

## 2.5. Mikrohärte

Tabelle 45: Mikrohärte des C-Masteralloypulvers („As Delivered“)

„As delivered“	HV 0,01	HV 0,01 $\bar{x}$	HV 0,01 $\sigma$
1	1084	<b>1108</b>	39
2	1166		
3	1110		
4	1110		
5	1059		
6	1166		
7	1100		
8	1084		
9	1059		
10	1137		

Tabelle 46: Mikrohärte des weichgeglühten C-Masteralloypulvers

Weichgeglüht	HV 0,01	HV 0,01 $\bar{x}$	HV 0,01 $\sigma$
1	780	<b>753</b>	17
2	765		
3	750		
4	780		
5	750		
6	735		
7	735		
8	750		
9	735		
10	750		

Tabelle 47: Mikrohärte des rekristallisationsgeglühten C-Masteralloypulvers

Rekristallisationsgegl.	HV 0,01	HV 0,01 $\bar{x}$	HV 0,01 $\sigma$
1	830	<b>853</b>	49
2	830		
3	830		
4	847		
5	830		
6	780		
7	904		
8	904		
9	944		
10	830		

### 3. Charakterisierung der Pulvermischungen

#### Fe-0.6%C

#### 3.1. Fließfähigkeit

Tabelle 48: Fließfähigkeit von Pulvermischungen Fe-0,6%C (Basis: ASC 100.29)

Pulver	Fließfähigkeit / s (50 g) <sup>-1</sup>	Mittelwert Fließfähigkeit / s (50 g) <sup>-1</sup>	Stabw Fließfähigkeit / s (50 g) <sup>-1</sup>
Referenz (0,6% C) + HWC	32,22	<b>32,04</b>	0,23
	32,13		
	31,78		
Referenz (0,6% C)	24,97	<b>25,11</b>	0,37
	25,53		
	24,82		
C-Masteralloypulver „As Delivered“ (0,6% C) + HWC	34,93	<b>34,45</b>	0,57
	34,60		
	33,82		
C-Masteralloypulver „As Delivered“ (0,6% C)	28,58	<b>28,94</b>	0,33
	29,22		
	29,02		
Rekristallisationsgegl. C-Masteralloypulver (0,6% C) + HWC	36,86	<b>36,79</b>	0,55
	36,21		
	37,30		
Rekristallisationsgegl. C-Masteralloypulver (0,6% C)	27,84	<b>28,09</b>	0,25
	28,33		
	28,11		

## 3.2. Fülldichte

Tabelle 49: Fülldichte von Pulvermischungen Fe-0,6%C (Basis: ASC 100.29)

Pulver	Pulver im Zylinder/ g	Fülldichte / g cm <sup>-3</sup>	Mittelwert Fülldichte / g cm <sup>-3</sup>	Stabw Fülldichte / g cm <sup>-3</sup>
Referenz (0,6% C) + HWC	38,505	3,08	<b>3,06</b>	0,03
	37,848	3,03		
	38,538	3,08		
Referenz (0,6% C)	37,597	3,01	<b>3,02</b>	0,01
	37,872	3,03		
	37,624	3,01		
C-Masteralloypulver „As Delivered“ (0,6% C) + HWC	41,538	3,32	<b>3,35</b>	0,03
	41,829	3,35		
	42,282	3,38		
C-Masteralloypulver „As Delivered“ (0,6% C)	41,427	3,31	<b>3,30</b>	0,01
	41,074	3,29		
	41,198	3,30		
Rekristallisationsgegl. C-Masteralloypulver (0,6% C) + HWC	40,951	3,28	<b>3,28</b>	0,01
	40,797	3,26		
	41,047	3,28		
Rekristallisationsgegl. C-Masteralloypulver (0,6% C)	37,748	3,02	<b>3,04</b>	0,02
	37,84	3,03		
	38,231	3,06		

### 3.3. Ausstoßwiderstand

Tabelle 50: Ausstoßwiderstand - Referenz (0,6% C) + HWC (Basis: ASC 100.29)

Referenz (0,6% C)	Durchmesser / mm	Höhe / mm	Mantelfläche / mm <sup>2</sup>	F <sub>max</sub> / N	Ausstoß- widerstand / N mm <sup>-2</sup>	Mittel / N mm <sup>-2</sup>
200 MPa	11,21	12,33	434,23	4549,1	10,48	9,66
200 MPa	11,24	11,90	420,21	3531,7	8,40	
200 MPa	11,24	11,82	417,38	4210,0	10,09	
400 MPa	11,25	10,50	371,10	12804,6	34,50	32,55
400 MPa	11,25	10,34	365,45	11515,7	31,51	
400 MPa	11,25	10,28	363,33	11496,4	31,64	
600 MPa	11,26	9,84	348,08	14449,6	41,51	40,52
600 MPa	11,26	9,70	343,13	14939,8	43,54	
600 MPa	11,27	9,61	340,25	12420,2	36,50	

Tabelle 51: Ausstoßwiderstand - C-Masteralloypulver „as delivered“ (0,6% C) + HWC  
(Basis: ASC 100.29)

C-Masteralloy Pulver (0,6% C)	Durchmesser / mm	Höhe / mm	Mantelfläche / mm <sup>2</sup>	F <sub>max</sub> / N	Ausstoß- widerstand / N mm <sup>-2</sup>	Mittel / N mm <sup>-2</sup>
200 MPa	11,24	11,69	412,79	4500,9	10,90	9,91
200 MPa	11,22	11,31	398,66	3443,4	8,64	
200 MPa	11,22	11,24	396,20	4039,0	10,19	
400 MPa	11,26	10,51	371,78	11289,6	30,37	31,73
400 MPa	11,26	10,37	366,83	12437,1	33,90	
400 MPa	11,26	10,34	365,77	11305,4	30,91	
600 MPa	11,27	9,99	353,70	17855,2	50,48	52,96
600 MPa	11,28	9,99	354,02	19946,7	56,34	
600 MPa	11,28	9,85	349,06	18172,8	52,06	

Tabelle 52: Ausstoßwiderstand - Rekristallisationsgeglühtes C-Masteralloypulver (0,6% C) + HWC  
(Basis: ASC 100.29)

Rekristall. gegl. Pulver (0,6% C)	Durchmesser / mm	Höhe / mm	Mantelfläche / mm <sup>2</sup>	F <sub>max</sub> / N	Ausstoß- widerstand / N mm <sup>-2</sup>	Mittel / N mm <sup>-2</sup>
200 MPa	11,24	11,95	421,97	4237,7	10,04	11,35
200 MPa	11,23	11,89	419,48	4694,8	11,19	
200 MPa	11,22	11,74	413,82	5304,8	12,82	
400 MPa	11,26	10,84	383,46	14161,6	36,93	37,92
400 MPa	11,26	10,45	369,66	14511,9	39,26	
400 MPa	11,26	10,79	381,69	14336,2	37,56	
600 MPa	11,27	10,30	364,68	21632,3	59,32	59,00
600 MPa	11,27	9,96	352,64	21763,9	61,72	
600 MPa	11,27	10,21	361,49	20229,2	55,96	

## 4. Dichtebestimmungen

### 4.1. Gründichte

**600**  $\triangleq$  bei 600 MPa gepresst

**1200**  $\triangleq$  bei 1200 MPa gepresst

**RF**  $\triangleq$  aus Referenz (ASC 100.29 + Graphit + HWC), eingestellt auf 0,6% C; 600 MPa

**BF**  $\triangleq$  aus C-Masteralloypulver, mit ASC 100.29 eingestellt auf 0,6% C + HWC; 600 MPa

**DF**  $\triangleq$  aus rekristallisationsgegl. C-Masteralloypulver, mit ASC 100.29 eingestellt auf 0,6% C + HWC; 600 MPa

**R**  $\triangleq$  aus Referenz (ASC 100.29 + Graphit), eingestellt auf 0,6% C; 1200 MPa

**B**  $\triangleq$  aus C-Masteralloypulver, mit ASC 100.29 eingestellt auf 0,6% C; 1200 MPa

**D**  $\triangleq$  aus rekristallisationsgegl. C-Masteralloypulver, mit ASC 100.29 eingestellt auf 0,6% C; 1200 MPa

**HWC**  $\triangleq$  mit Höchst Wachs C (HWC) versetzt

**Tabelle 53: Abmessungen und Gründichten der Zugversuchsproben**

Probe aus <b>Referenz</b> (0,6% C)	Höhe / mm	Länge / mm	f (l/l <sub>0</sub> )	Masse / g	Volumen / cm <sup>3</sup>	$\rho_{\text{Grün}}$ / g cm <sup>-3</sup>
<b>600-1RF</b>	5,84	89,79	1,0010	27,2156	3,7753	7,21
<b>600-2RF</b>	5,82	89,79	1,0010	27,1081	3,7624	7,21
<b>600-3RF</b>	5,85	89,79	1,0010	27,2353	3,7818	7,20
<b>600-4RF</b>	5,96	89,79	1,0010	27,6573	3,8529	7,18
<b>600-5RF</b>	5,87	89,79	1,0010	27,2800	3,7947	7,19
<b>600-6RF</b>	5,94	89,79	1,0010	27,6284	3,8399	7,20
<b>Mittelwert</b>						<b>7,20</b>
<b>Standardabweichung</b>						<b>0,01</b>
<b>600-7RF</b>	5,94	89,78	1,0009	27,5972	3,8391	7,19
<b>600-8RF</b>	5,92	89,79	1,0010	27,5350	3,8270	7,20
<b>600-9RF</b>	5,91	89,79	1,0010	27,4874	3,8206	7,20
<b>600-10RF</b>	5,86	89,79	1,0010	27,2838	3,7882	7,20
<b>600-11RF</b>	5,98	89,79	1,0010	27,7607	3,8658	7,18
<b>600-12RF</b>	5,96	89,79	1,0010	27,6560	3,8529	7,18
<b>600-13RF</b>	5,98	89,79	1,0010	27,7123	3,8658	7,17
<b>Mittelwert</b>						<b>7,19</b>
<b>Standardabweichung</b>						<b>0,01</b>

Tabelle 54: Abmessungen und Gründichten der Zugversuchsproben

Probe aus C-Masteralloypulver (auf 0,6% C)	Höhe / mm	Länge / mm	f (l/l <sub>0</sub> )	Masse / g	Volumen / cm <sup>3</sup>	$\rho_{\text{Grün}} / \text{g cm}^{-3}$
600-1BF	6,82	89,97	1,0030	31,1530	4,4265	7,04
600-2BF	6,77	89,97	1,0030	30,9433	4,3941	7,04
600-3BF	6,86	89,97	1,0030	31,3033	4,4525	7,03
600-4BF	6,76	89,97	1,0030	30,8287	4,3876	7,03
600-5BF	6,79	89,97	1,0030	30,9168	4,4070	7,02
600-6BF	6,86	89,98	1,0031	31,3901	4,4535	7,05
<b>Mittelwert</b>						<b>7,03</b>
<b>Standardabweichung</b>						<b>0,01</b>
600-7BF	6,85	89,98	1,0031	31,2279	4,4470	7,02
600-8BF	6,82	89,97	1,0030	31,1063	4,4265	7,03
600-9BF	6,80	89,98	1,0031	31,0210	4,4145	7,03
600-10BF	6,75	89,98	1,0031	30,7475	4,3821	7,02
600-11BF	6,84	89,97	1,0030	31,2138	4,4395	7,03
600-12BF	6,89	89,97	1,0030	31,4390	4,4720	7,03
600-13BF	6,81	89,99	1,0032	30,9885	4,4220	7,01
<b>Mittelwert</b>						<b>7,02</b>
<b>Standardabweichung</b>						<b>0,01</b>

Tabelle 55: Abmessungen und Gründichten der Zugversuchsproben

Probe aus Rekristall: gegl. Pulver (auf 0,6% C)	Höhe / mm	Länge / mm	f (l/l <sub>0</sub> )	Masse / g	Volumen / cm <sup>3</sup>	$\rho_{\text{Grün}} / \text{g cm}^{-3}$
600-1DF	6,86	89,96	1,0029	31,0692	4,4515	6,98
600-2DF	6,76	89,92	1,0025	30,5417	4,3827	6,97
600-3DF	6,76	89,94	1,0027	30,4750	4,3847	6,95
600-4DF	6,80	89,94	1,0027	30,6986	4,4106	6,96
600-5DF	6,76	89,94	1,0027	30,8102	4,3847	7,03
600-6DF	6,84	89,92	1,0025	31,0999	4,4346	7,01
<b>Mittelwert</b>						<b>6,98</b>
<b>Standardabweichung</b>						<b>0,03</b>
600-7DF	6,74	89,92	1,0025	30,6615	4,3697	7,02
600-8DF	6,90	89,94	1,0027	31,1119	4,4755	6,95
600-9DF	6,80	89,94	1,0027	30,4920	4,4106	6,91
600-10DF	6,74	89,94	1,0027	30,5295	4,3717	6,98
600-11DF	6,82	89,92	1,0025	30,8254	4,4216	6,97
600-12DF	6,70	89,94	1,0027	30,2928	4,3457	6,97
<b>Mittelwert</b>						<b>6,97</b>
<b>Standardabweichung</b>						<b>0,03</b>

Tabelle 56: Abmessungen und Gründichten der Zugversuchsproben

Probe aus Referenz (0,6% C)	Höhe / mm	Länge / mm	f (l/l <sub>0</sub> )	Masse / g	Volumen / cm <sup>3</sup>	ρ <sub>Grün</sub> / g cm <sup>-3</sup>
1200-1R HWC	5,75	55,16	-	19,6407	2,6220	7,49
1200-2R HWC	5,79	55,16	-	19,8042	2,6402	7,50
1200-3R HWC	5,79	55,16	-	19,8478	2,6402	7,52
1200-4R HWC	5,72	55,17	-	19,6208	2,6083	7,52
1200-5R HWC	5,87	55,16	-	20,1206	2,6767	7,52
1200-6R HWC	5,82	55,16	-	19,9514	2,6539	7,52
<b>Mittelwert</b>						<b>7,51</b>
<b>Standardabweichung</b>						<b>0,01</b>
1200-7R HWC	5,66	55,16	-	19,4430	2,5810	7,53
1200-8R HWC	5,86	55,17	-	20,0862	2,6722	7,52
1200-9R HWC	5,85	55,16	-	20,0564	2,6676	7,52
1200-10R HWC	5,86	55,16	-	20,0614	2,6722	7,51
1200-11R HWC	5,84	55,16	-	20,0302	2,6630	7,52
1200-12R HWC	5,80	55,16	-	19,8923	2,6448	7,52
<b>Mittelwert</b>						<b>7,52</b>
<b>Standardabweichung</b>						<b>0,01</b>

Tabelle 57: Abmessungen und Gründichten der Zugversuchsproben

Probe aus Referenz (0,6% C)	Höhe / mm	Länge / mm	f (l/l <sub>0</sub> )	Masse / g	Volumen / cm <sup>3</sup>	ρ <sub>Grün</sub> / g cm <sup>-3</sup>
1200-1R	5,58	55,13	-	19,6268	2,5445	7,71
1200-2R	5,56	55,13	-	19,5433	2,5354	7,71
1200-3R	5,62	55,13	-	19,7486	2,5627	7,71
<b>Mittelwert</b>						<b>7,71</b>
<b>Standardabweichung</b>						<b>0,00</b>
1200-4R	5,68	55,14	-	19,9185	2,5901	7,69
1200-5R	5,74	55,14	-	19,8960	2,6174	7,60
1200-6R	5,86	55,15	-	19,8540	2,6722	7,43
<b>Mittelwert</b>						<b>7,57</b>
<b>Standardabweichung</b>						<b>0,13</b>

Tabelle 58: Abmessungen und Gründichten der Zugversuchsproben

Probe aus C-Masteralloypulver (auf 0,6% C)	Höhe / mm	Länge / mm	f (l/l <sub>0</sub> )	Masse / g	Volumen / cm <sup>3</sup>	$\rho_{\text{Grün}} / \text{g cm}^{-3}$
1200-1B HWC	6,57	55,25	-	22,3460	2,9959	7,46
1200-2B HWC	6,67	55,25	-	22,6327	3,0415	7,44
1200-3B HWC	6,74	55,25	-	22,8946	3,0734	7,45
1200-4B HWC	6,63	55,25	-	22,5264	3,0233	7,45
1200-5B HWC	6,70	55,25	-	22,7909	3,0552	7,46
1200-6B HWC	6,68	55,25	-	22,6750	3,0461	7,44
<b>Mittelwert</b>						<b>7,45</b>
<b>Standardabweichung</b>						<b>0,01</b>
1200-7B HWC	6,57	55,25	-	22,3571	2,9959	7,46
1200-8B HWC	6,67	55,26	-	22,6732	3,0415	7,46
1200-9B HWC	6,49	55,25	-	22,0475	2,9594	7,45
1200-10B HWC	6,45	55,25	-	21,9111	2,9412	7,45
1200-11B HWC	6,52	55,26	-	22,1605	2,9731	7,45
1200-12B HWC	6,67	55,26	-	22,6748	3,0415	7,46
<b>Mittelwert</b>						<b>7,45</b>
<b>Standardabweichung</b>						<b>0,01</b>

Tabelle 59: Abmessungen und Gründichten der Zugversuchsproben

Probe aus C-Masteralloypulver (auf 0,6% C)	Höhe / mm	Länge / mm	f (l/l <sub>0</sub> )	Masse / g	Volumen / cm <sup>3</sup>	$\rho_{\text{Grün}} / \text{g cm}^{-3}$
1200-1B	6,57	55,27	-	22,4309	2,9959	7,49
1200-2B	6,39	55,27	-	21,7932	2,9138	7,48
1200-3B	6,53	55,28	-	22,2042	2,9777	7,46
<b>Mittelwert</b>						<b>7,47</b>
<b>Standardabweichung</b>						<b>0,02</b>
1200-4B	6,50	55,27	-	22,0868	2,9640	7,45
1200-5B	6,44	55,28	-	21,9203	2,9366	7,46
1200-6B	6,49	55,28	-	22,0714	2,9594	7,46
<b>Mittelwert</b>						<b>7,46</b>
<b>Standardabweichung</b>						<b>0,01</b>

Tabelle 60: Abmessungen und Gründichten der Zugversuchsproben

Probe aus <b>Rekristall.</b> <b>gegl. Pulver</b> <b>(auf 0,6% C)</b>	Höhe / mm	Länge / mm	f (l/l <sub>0</sub> )	Masse / g	Volumen / cm <sup>3</sup>	<b>ρ<sub>Grün</sub> / g cm<sup>-3</sup></b>
<b>1200-1D HWC</b>	6,18	55,20	-	20,8810	2,8181	7,41
<b>1200-2D HWC</b>	6,17	55,20	-	20,9402	2,8135	7,44
<b>1200-3D HWC</b>	6,23	55,20	-	21,1188	2,8409	7,43
<b>1200-4D HWC</b>	6,31	55,20	-	21,4023	2,8774	7,44
<b>1200-5D HWC</b>	6,19	55,21	-	20,9532	2,8226	7,42
<b>1200-6D HWC</b>	6,27	55,20	-	21,3050	2,8591	7,45
<b>Mittelwert</b>						<b>7,43</b>
<b>Standardabweichung</b>						<b>0,02</b>
<b>1200-7D HWC</b>	6,35	55,21	-	21,5383	2,8956	7,44
<b>1200-8D HWC</b>	6,33	55,21	-	21,4965	2,8865	7,45
<b>1200-9D HWC</b>	6,25	55,20	-	21,1715	2,8500	7,43
<b>1200-10D HWC</b>	6,24	55,20	-	21,1622	2,8454	7,44
<b>1200-11D HWC</b>	6,14	55,20	-	20,8455	2,7998	7,45
<b>1200-12D HWC</b>	6,19	55,20	-	21,0522	2,8226	7,46
<b>1200-13D HWC</b>	6,28	55,20	-	21,3444	2,8637	7,45
<b>Mittelwert</b>						<b>7,44</b>
<b>Standardabweichung</b>						<b>0,01</b>

Tabelle 61: Abmessungen und Gründichten der Zugversuchsproben

Probe aus <b>Rekristall.</b> <b>gegl. Pulver</b> <b>(auf 0,6% C)</b>	Höhe / mm	Länge / mm	f (l/l <sub>0</sub> )	Masse / g	Volumen / cm <sup>3</sup>	<b>ρ<sub>Grün</sub> / g cm<sup>-3</sup></b>
<b>1200-1D</b>	5,69	55,20	-	19,4101	2,5946	7,48
<b>1200-2D</b>	5,53	55,19	-	18,9002	2,5217	7,50
<b>1200-3D</b>	5,65	55,20	-	19,3838	2,5764	7,52
<b>Mittelwert</b>						<b>7,50</b>
<b>Standardabweichung</b>						<b>0,02</b>
<b>1200-4D</b>	5,69	55,20	-	19,5338	2,5946	7,53
<b>1200-5D</b>	5,56	55,20	-	19,0488	2,5354	7,51
<b>1200-6D</b>	5,67	55,20	-	19,4024	2,5855	7,50
<b>1200-7D</b>	5,47	55,20	-	18,6263	2,4943	7,47
<b>Mittelwert</b>						<b>7,50</b>
<b>Standardabweichung</b>						<b>0,03</b>

## 4.2. Entwachsung

Tabelle 62: Massenabnahme nach Entwachsen der Presslinge (Referenz)

Probe aus Referenz (0,6% C)	Masse vor dem Entwachsen / g	Masse nach dem Entwachsen / g	Massenabnahme / %
600-1RF	27,2156	27,0851	0,48
600-2RF	27,1081	26,9790	0,48
600-3RF	27,2353	27,1062	0,47
600-4RF	27,6573	27,5242	0,48
600-5RF	27,2800	27,1472	0,49
600-6RF	27,6284	27,4960	0,48
600-7RF	27,5972	27,4650	0,48
600-8RF	27,5350	27,4013	0,49
600-9RF	27,4874	27,3540	0,49
600-10RF	27,2838	27,1513	0,49
600-11RF	27,7607	27,6256	0,49
600-12RF	27,6560	27,5223	0,48
600-13RF	27,7123	27,5767	0,49

Tabelle 63: Massenabnahme nach Entwachsen der Presslinge (C-Masteralloypulver „as delivered“ auf 0,6% C)

Probe aus C- Masteralloypulver (auf 0,6% C)	Masse vor dem Entwachsen / g	Masse nach dem Entwachsen / g	Massenabnahme / %
600-1BF	31,1530	30,9843	0,54
600-2BF	30,9433	30,7773	0,54
600-3BF	31,3033	31,1293	0,56
600-4BF	30,8287	30,6611	0,54
600-5BF	30,9168	30,7473	0,55
600-6BF	31,3901	31,2205	0,54
600-7BF	31,2279	31,0624	0,53
600-8BF	31,1063	30,9428	0,53
600-9BF	31,0210	30,8481	0,56
600-10BF	30,7475	30,5588	0,61
600-11BF	31,2138	31,0489	0,53
600-12BF	31,4390	31,2640	0,56
600-13BF	30,9885	30,8061	0,59

Tabelle 64: Massenabnahme nach Entwachsen der Presslinge (Rekristall. gegl. Pulver auf 0,6% C)

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	Masse vor dem Entwachsen / g	Masse nach dem Entwachsen / g	Massenabnahme / %
600-1DF	31,0692	30,9210	0,48
600-2DF	30,5417	30,4002	0,46
600-3DF	30,4750	30,3335	0,46
600-4DF	30,6986	30,5526	0,48
600-5DF	30,8102	30,6585	0,49
600-6DF	31,0999	30,9542	0,47
600-7DF	30,6615	30,5189	0,47
600-8DF	31,1119	30,9658	0,47
600-9DF	30,4920	30,3480	0,47
600-10DF	30,5295	30,3887	0,46
600-11DF	30,8254	30,6824	0,46
600-12DF	30,2928	30,1499	0,47

Tabelle 65: Massenabnahme nach Entwachsen der Presslinge (Referenz)

Probe aus Referenz (0,6% C)	Masse vor dem Entwachsen / g	Masse nach dem Entwachsen / g	Massenabnahme / %
1200-1R HWC	19,6407	19,5463	0,48
1200-2R HWC	19,8042	19,7089	0,48
1200-3R HWC	19,8478	19,7527	0,48
1200-4R HWC	19,6208	19,5268	0,48
1200-5R HWC	20,1206	20,0259	0,47
1200-6R HWC	19,9514	19,8571	0,47
1200-7R HWC	19,4430	19,3511	0,47
1200-8R HWC	20,0862	19,9912	0,47
1200-9R HWC	20,0564	19,9632	0,46
1200-10R HWC	20,0614	19,9676	0,47
1200-11R HWC	20,0302	19,9381	0,46
1200-12R HWC	19,8923	19,8003	0,46

Tabelle 66: Massenabnahme nach Entwachsen der Presslinge (C-Masteralloypulver „as delivered“ auf 0,6% C)

Probe aus C-Masteralloypulver (auf 0,6% C)	Masse vor dem Entwachsen / g	Masse nach dem Entwachsen / g	Massenabnahme / %
1200-1B HWC	22,3460	22,2288	0,52
1200-2B HWC	22,6327	22,5138	0,53
1200-3B HWC	22,8946	22,7745	0,52
1200-4B HWC	22,5264	22,4103	0,52
1200-5B HWC	22,7909	22,6738	0,51
1200-6B HWC	22,6750	22,5578	0,52
1200-7B HWC	22,3571	22,2417	0,52
1200-8B HWC	22,6732	22,5577	0,51
1200-9B HWC	22,0475	21,9339	0,52
1200-10B HWC	21,9111	21,7981	0,52
1200-11B HWC	22,1605	22,0502	0,50
1200-12B HWC	22,6748	22,5587	0,51

Tabelle 67: Massenabnahme nach Entwachsen der Presslinge (Rekristall. gegl. Pulver auf 0,6% C)

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	Masse vor dem Entwachsen / g	Masse nach dem Entwachsen / g	Massenabnahme / %
1200-1D HWC	20,8810	20,7740	0,51
1200-2D HWC	20,9402	20,8364	0,50
1200-3D HWC	21,1188	21,0150	0,49
1200-4D HWC	21,4023	21,2968	0,49
1200-5D HWC	20,9532	20,8512	0,49
1200-6D HWC	21,3050	21,2014	0,49
1200-7D HWC	21,5383	21,4337	0,49
1200-8D HWC	21,4965	21,3940	0,48
1200-9D HWC	21,1715	21,0712	0,47
1200-10D HWC	21,1622	21,0596	0,48
1200-11D HWC	20,8455	20,7474	0,47
1200-12D HWC	21,0522	20,9537	0,47
1200-13D HWC	21,3444	21,2429	0,48

### 4.3. Sinterdichte

Tabelle 68: Sinterparameter

Sintertemperatur	Proben	Zeit	Atmosphäre
1120° C	600-1RF bis 600-6RF 600-1BF bis 600-6BF 600-1DF bis 600-6DF  1200-1R HWC bis 1200-6R HWC 1200-1B HWC bis 1200-6B HWC 1200-1D HWC bis 1200-6D HWC 1200-1R bis 1200-3R 1200-1B bis 1200-3B 1200-1D bis 1200-3D	30 min	N <sub>2</sub>
1250° C	600-7RF bis 600-13RF 600-7BF bis 600-13BF 600-7DF bis 600-12DF  1200-7R HWC bis 1200-12R HWC 1200-7B HWC bis 1200-12B HWC 1200-7D HWC bis 1200-13D HWC 1200-4R bis 1200-6R 1200-4B bis 1200-6B 1200-4D bis 1200-7D	60 min	N <sub>2</sub>

**600** ≙ bei 600 MPa gepresst

**1200** ≙ bei 1200 MPa gepresst

**RF** ≙ aus Referenz (ASC 100.29 + Graphit + HWC), eingestellt auf 0,6% C; 600 MPa

**BF** ≙ aus C-Masteralloypulver, mit ASC 100.29 eingestellt auf 0,6% C + HWC; 600 MPa

**DF** ≙ aus rekristallisationsgegl. C-Masteralloypulver, mit ASC 100.29 eingestellt auf 0,6% C + HWC; 600 MPa

**R** ≙ aus Referenz (ASC 100.29 + Graphit), eingestellt auf 0,6% C; 1200 MPa

**B** ≙ aus C-Masteralloypulver, mit ASC 100.29 eingestellt auf 0,6% C; 1200 MPa

**D** ≙ aus rekristallisationsgegl. C-Masteralloypulver, mit ASC 100.29 eingestellt auf 0,6% C; 1200 MPa

**HWC** ≙ mit Höchst Wachs C (HWC) versetzt

### 4.3.1. Sinterdichte (Archimedes)

Tabelle 69: Sinterdichten (Archimedes) der Proben (Referenz)

Probe aus Referenz (0,6% C)	$m_p$ / g	$m_{H_2O}$ / g	$\rho_{\text{Archimedes}}$ / $\text{g cm}^{-3}$	Mittelwert $\rho_{\text{Archimedes}}$ / $\text{g cm}^{-3}$	Stabw $\rho_{\text{Archimedes}}$ / $\text{g cm}^{-3}$
600-1RF	27,0419	23,2441	7,101	7,078	0,022
600-2RF	26,9367	23,1510	7,096		
600-3RF	27,0627	23,2304	7,043		
600-4RF	27,4806	23,6121	7,084		
600-5RF	27,1053	23,2887	7,083		
600-6RF	27,4507	23,5729	7,060		
600-7RF	27,4249	23,5971	7,145	7,144	0,020
600-8RF	27,3601	23,5495	7,161		
600-9RF	27,3150	23,4837	7,110		
600-10RF	27,1317	23,3488	7,153		
600-11RF	27,5826	23,7425	7,163		
600-12RF	27,4964	23,6524	7,134		
600-13RF	-	-	-		

Tabelle 70: Sinterdichten (Archimedes) der Proben (C-Masteralloypulver „as delivered“  
auf 0,6% C)

Probe aus C- Masteralloypulver (auf 0,6% C)	$m_p$ / g	$m_{H_2O}$ / g	$\rho_{\text{Archimedes}}$ / $\text{g cm}^{-3}$	Mittelwert $\rho_{\text{Archimedes}}$ / $\text{g cm}^{-3}$	Stabw $\rho_{\text{Archimedes}}$ / $\text{g cm}^{-3}$
600-1BF	30,9452	26,5822	7,073	7,052	0,025
600-2BF	30,7388	26,4014	7,068		
600-3BF	31,0885	26,6875	7,045		
600-4BF	30,6198	26,2947	7,060		
600-5BF	30,7087	26,3706	7,060		
600-6BF	31,1779	26,7392	7,005		
600-7BF	31,0156	26,6915	7,153	7,145	0,019
600-8BF	30,8999	26,5977	7,163		
600-9BF	30,8071	26,5106	7,151		
600-10BF	30,5034	26,2424	7,139		
600-11BF	31,0049	26,6811	7,151		
600-12BF	31,2075	26,8546	7,150		
600-13BF	30,7416	26,4262	7,104		

Tabelle 71: Sinterdichten (Archimedes) der Proben (Rekristall.gegl. Pulver auf 0,6% C)

Probe aus <b>Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)</b>	$m_p /$ g	$m_{H_2O} /$ g	$\rho_{\text{Archimedes}} /$ <b><math>g\text{ cm}^{-3}</math></b>	<b>Mittelwert</b> $\rho_{\text{Archimedes}} / g\text{ cm}^{-3}$	Stabw $\rho_{\text{Archimedes}} / g\text{ cm}^{-3}$
<b>600-1DF</b>	30,8936	26,4279	<b>6,899</b>	<b>6,911</b>	0,042
<b>600-2DF</b>	30,3629	25,9504	<b>6,863</b>		
<b>600-3DF</b>	30,3081	25,9179	<b>6,885</b>		
<b>600-4DF</b>	30,5505	26,1409	<b>6,909</b>		
<b>600-5DF</b>	30,6539	26,2772	<b>6,985</b>		
<b>600-6DF</b>	30,9419	26,4839	<b>6,922</b>		
<b>600-7DF</b>	30,4984	26,1797	<b>7,043</b>	<b>7,030</b>	0,032
<b>600-8DF</b>	30,9461	26,5168	<b>6,968</b>		
<b>600-9DF</b>	30,3145	26,0204	<b>7,040</b>		
<b>600-10DF</b>	30,3489	26,0582	<b>7,054</b>		
<b>600-11DF</b>	30,6331	26,2970	<b>7,046</b>		
<b>600-12DF</b>	30,1057	25,8354	<b>7,031</b>		

Tabelle 72: Sinterdichten (Archimedes) der Proben (Referenz)

Probe aus Referenz (0,6% C)	$m_p$ / g	$m_{H_2O}$ / g	$\rho_{\text{Archimedes}}$ / $\text{g cm}^{-3}$	Mittelwert $\rho_{\text{Archimedes}}$ / $\text{g cm}^{-3}$	Stabw $\rho_{\text{Archimedes}}$ / $\text{g cm}^{-3}$
<b>1200-1R HWC</b>	19,5107	16,8656	<b>7,356</b>	<b>7,353</b>	0,017
<b>1200-2R HWC</b>	19,6768	16,9981	<b>7,326</b>		
<b>1200-3R HWC</b>	19,7181	17,0532	<b>7,379</b>		
<b>1200-4R HWC</b>	19,4871	16,8420	<b>7,347</b>		
<b>1200-5R HWC</b>	19,9904	17,2792	<b>7,353</b>		
<b>1200-6R HWC</b>	19,8178	17,1310	<b>7,356</b>		
<b>1200-7R HWC</b>	19,3197	16,7273	<b>7,432</b>	<b>7,428</b>	0,006
<b>1200-8R HWC</b>	19,9600	17,2787	<b>7,424</b>		
<b>1200-9R HWC</b>	19,9305	17,2561	<b>7,432</b>		
<b>1200-10R HWC</b>	19,9320	17,2521	<b>7,417</b>		
<b>1200-11R HWC</b>	19,9044	17,2329	<b>7,431</b>		
<b>1200-12R HWC</b>	19,7686	17,1152	<b>7,430</b>		

Tabelle 73: Sinterdichten (Archimedes) der Proben (Referenz)

Probe aus Referenz (0,6% C)	$m_p$ / g	$m_{H_2O}$ / g	$\rho_{\text{Archimedes}}$ / $\text{g cm}^{-3}$	Mittelwert $\rho_{\text{Archimedes}}$ / $\text{g cm}^{-3}$	Stabw $\rho_{\text{Archimedes}}$ / $\text{g cm}^{-3}$
<b>1200-1R</b>	19,5828	16,9919	<b>7,538</b>	<b>7,540</b>	0,004
<b>1200-2R</b>	19,5030	16,9249	<b>7,544</b>		
<b>1200-3R</b>	19,7058	17,0986	<b>7,538</b>		
<b>1200-4R</b>	19,8731	17,2348	<b>7,512</b>	<b>7,441</b>	0,095
<b>1200-5R</b>	19,8408	17,1947	<b>7,478</b>		
<b>1200-6R</b>	19,7692	17,0808	<b>7,334</b>		

**Tabelle 74: Sinterdichten (Archimedes) der Proben (C-Masteralloypulver „as delivered“ auf 0,6% C)**

Probe aus C-Masteralloypulver (auf 0,6% C)	$m_p$ / g	$m_{H_2O}$ / g	$\rho_{Archimedes}$ / $g\ cm^{-3}$	Mittelwert $\rho_{Archimedes}$ / $g\ cm^{-3}$	Stabw $\rho_{Archimedes}$ / $g\ cm^{-3}$
1200-1B HWC	22,1990	19,1945	7,369	7,347	0,017
1200-2B HWC	22,4888	19,4361	7,347		
1200-3B HWC	22,7445	19,6452	7,319		
1200-4B HWC	22,3717	19,3382	7,355		
1200-5B HWC	22,6439	19,5665	7,338		
1200-6B HWC	22,5211	19,4665	7,353		
1200-7B HWC	22,2042	19,2202	7,421	7,409	0,011
1200-8B HWC	22,5247	19,4934	7,411		
1200-9B HWC	21,8994	18,9444	7,391		
1200-10B HWC	21,7617	18,8311	7,406		
1200-11B HWC	22,0195	19,0554	7,409		
1200-12B HWC	22,5246	19,4961	7,417		

**Tabelle 75: Sinterdichten (Archimedes) der Proben (C-Masteralloypulver „as delivered“ auf 0,6% C)**

Probe aus C-Masteralloypulver (auf 0,6% C)	$m_p$ / g	$m_{H_2O}$ / g	$\rho_{Archimedes}$ / $g\ cm^{-3}$	Mittelwert $\rho_{Archimedes}$ / $g\ cm^{-3}$	Stabw $\rho_{Archimedes}$ / $g\ cm^{-3}$
1200-1B	22,3208	19,2754	7,310	7,353	0,038
1200-2B	21,6748	18,7425	7,372		
1200-3B	22,0728	19,0889	7,377		
1200-4B	21,9357	18,9763	7,392	7,402	0,028
1200-5B	21,8039	18,8573	7,380		
1200-6B	21,9658	19,0186	7,433		

Tabelle 76: Sinterdichten (Archimedes) der Proben (Rekristall gegl. Pulver auf 0,6% C)

Probe aus <b>Rekristall.</b> <b>gegl. Pulver</b> <b>(auf 0,6% C)</b>	$m_p /$ g	$m_{H_2O} /$ g	$\rho_{\text{Archimedes}} /$ $\text{g cm}^{-3}$	<b>Mittelwert</b> $\rho_{\text{Archimedes}} / \text{g cm}^{-3}$	<b>Stabw</b> $\rho_{\text{Archimedes}} / \text{g cm}^{-3}$
<b>1200-1D HWC</b>	20,7582	17,9024	<b>7,249</b>	<b>7,321</b>	0,038
<b>1200-2D HWC</b>	20,8189	17,9974	<b>7,359</b>		
<b>1200-3D HWC</b>	20,9916	18,139	<b>7,339</b>		
<b>1200-4D HWC</b>	21,2756	18,3802	<b>7,328</b>		
<b>1200-5D HWC</b>	20,8468	18,0120	<b>7,334</b>		
<b>1200-6D HWC</b>	21,1916	18,3022	<b>7,314</b>		
<b>1200-7D HWC</b>	21,4220	18,5132	<b>7,345</b>	<b>7,368</b>	0,022
<b>1200-8D HWC</b>	21,3932	18,4884	<b>7,345</b>		
<b>1200-9D HWC</b>	21,0604	18,2008	<b>7,345</b>		
<b>1200-10D HWC</b>	21,0252	18,1854	<b>7,384</b>		
<b>1200-11D HWC</b>	20,7069	17,9107	<b>7,385</b>		
<b>1200-12D HWC</b>	20,9103	18,0868	<b>7,386</b>		
<b>1200-13D HWC</b>	21,2044	18,3417	<b>7,387</b>		

Tabelle 77: Sinterdichten (Archimedes) der Proben (Rekristall.gegl. Pulver auf 0,6% C)

Probe aus <b>Rekristall.</b> <b>gegl. Pulver</b> <b>(auf 0,6% C)</b>	$m_p /$ g	$m_{H_2O} /$ g	$\rho_{\text{Archimedes}} /$ $\text{g cm}^{-3}$	<b>Mittelwert</b> $\rho_{\text{Archimedes}} / \text{g cm}^{-3}$	<b>Stabw</b> $\rho_{\text{Archimedes}} / \text{g cm}^{-3}$
<b>1200-1D</b>	19,3640	16,7321	<b>7,338</b>	<b>7,337</b>	0,008
<b>1200-2D</b>	18,8594	16,2932	<b>7,329</b>		
<b>1200-3D</b>	19,3446	16,7178	<b>7,344</b>		
<b>1200-4D</b>	19,4745	16,8592	<b>7,426</b>	<b>7,395</b>	0,025
<b>1200-5D</b>	18,9955	16,4231	<b>7,364</b>		
<b>1200-6D</b>	19,3473	16,7370	<b>7,392</b>		
<b>1200-7D</b>	18,5689	16,0660	<b>7,399</b>		

## 5. Zugversuch

Tabelle 78: Zugversuch (Referenz)

Probe aus Referenz (0,6% C)	F <sub>m</sub> / kN	R <sub>m</sub> / MPa	Mittel R <sub>m</sub> / MPa	Stabw R <sub>m</sub> / MPa	R <sub>p0,2</sub> / MPa	A / %	Mittel A / %	Stabw A / %	E / GPa
600-1RF	10,29	306,9	299,1	4,7	244,6	2,0	2,1	0,3	111,4
600-2RF	9,998	299,8			241,5	2,0			128,4
600-3RF	9,971	297,4			238,8	1,9			176,2
600-4RF	10,02	293,3			235,1	2,0			157,0
600-5RF	10,13	300,7			227,2	2,6			133,0
600-6RF	10,10	296,2			234,2	2,2			209,4
600-7RF	13,71	404,3	396,3	11,4	248,9	4,6	4,7	0,3	151,1
600-8RF	13,98	415,1			258,5	4,9			112,3
600-9RF	-	-			-	-			-
600-10RF	13,14	392,1			259,8	4,7			142,4
600-11RF	13,34	392,7			252,4	4,3			143,0
600-12RF	13,05	383,3			248,4	4,6			130,8
600-13RF	13,32	390,1			251,8	5,3			165,9

Tabelle 79: Zugversuch (C-Masteralloypulver „as delivered“ auf 0,6% C)

Probe aus C-Masteralloypulver (auf 0,6% C)	F <sub>m</sub> / kN	R <sub>m</sub> / MPa	Mittel R <sub>m</sub> / MPa	Stabw R <sub>m</sub> / MPa	R <sub>p0,2</sub> / MPa	A / %	Mittel A / %	Stabw A / %	E / GPa
600-1BF	12,20	315,2	321,0	6,9	251,0	2,1	2,5	0,5	129,4
600-2BF	12,53	326,8			228,5	2,7			95,28
600-3BF	12,18	313,5			260,8	1,7			111,9
600-4BF	12,09	316,2			252,5	3,0			122,6
600-5BF	12,47	324,3			256,3	2,8			134,9
600-6BF	12,81	329,8			256,9	3,0			132,2
600-7BF	15,66	404,8	397,3	12,9	255,9	4,6	4,5	0,2	151,8
600-8BF	15,82	411,5			256,2	4,5			139,3
600-9BF	15,53	406,7			232,5	4,7			167,4
600-10BF	14,32	378,4			260,1	4,4			169,8
600-11BF	15,23	396,2			274,4	4,7			146,5
600-12BF	14,92	386,1			269,3	4,2			144,2
600-13BF	-	-			-	-			-

Tabelle 80: Zugversuch (Rekristall. gegl. Pulver auf 0,6% C)

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	F <sub>m</sub> / kN	R <sub>m</sub> / MPa	Mittel R <sub>m</sub> / MPa	Stabw R <sub>m</sub> / MPa	R <sub>p0,2</sub> / MPa	A / %	Mittel A / %	Stabw A / %	E / GPa
600-1DF	12,81	326,4	328,9	6,2	254,8	2,7	2,8	0,5	209,40
600-2DF	12,25	318,5			238,9	2,4			105,40
600-3DF	12,88	334,7			245,5	2,7			121,60
600-4DF	12,78	328,6			244,9	3,7			119,30
600-5DF	12,80	330,2			262,8	2,5			129,50
600-6DF	13,13	335,2			256,1	3,1			169,90
600-7DF	15,31	399,2	394,1	3,8	269,9	4,4	4,6	0,3	120,40
600-8DF	15,41	393,6			262,2	4,3			216,40
600-9DF	-	-			-	-			-
600-10DF	15,12	396,3			259,1	4,8			113,10
600-11DF	15,11	391,9			241,8	5,0			94,37
600-12DF	14,81	389,3			268,8	4,6			126,10

Tabelle 81: Zugversuch (Referenz)

Probe aus Referenz (0,6% C)	F <sub>m</sub> / kN	R <sub>m</sub> / MPa	Mittel R <sub>m</sub> / MPa	Stabw R <sub>m</sub> / MPa	R <sub>p0,2</sub> / MPa	A / %	Mittel A / %	Stabw A / %	E / GPa
1200-1R HWC	-	-	405,9	3,4	-	-	6,0	0,7	-
1200-2R HWC	14,21	409,1			266,6	6,9			205,1
1200-3R HWC	14,18	408,3			268,8	5,7			222,0
1200-4R HWC	13,85	404,3			270,7	5,2			150,4
1200-5R HWC	-	-			-	-			-
1200-6R HWC	14,03	402,0			266,9	6,1			218,6
1200-7R HWC	16,40	483,2	482,7	8,4	276,9	8,0	8,4	0,9	243,0
1200-8R HWC	16,66	474,8			282,7	7,9			233,4
1200-9R HWC	17,26	493,5			288,5	7,2			323,0
1200-10R HWC	16,53	471,0			277,5	8,7			310,7
1200-11R HWC	16,95	486,2			274,0	9,0			219,1
1200-12R HWC	16,86	487,2			278,4	9,6			237,7

Tabelle 82: Zugversuch (Referenz)

Probe aus Referenz (0,6% C)	F <sub>m</sub> / kN	R <sub>m</sub> / MPa	Mittel R <sub>m</sub> / MPa	Stabw R <sub>m</sub> / MPa	R <sub>p0,2</sub> / MPa	A / %	Mittel A / %	Stabw A / %	E / GPa
1200-1R	15,45	458,3	461,7	4,3	276,9	13,2	12,4	1,9	147,3
1200-2R	15,63	466,5			293,1	13,8			208,0
1200-3R	15,60	460,4			296,5	10,2			155,8
1200-4R	17,08	498,7	491,6	10,1	282,3	13,9	12,5	2,0	298,7
1200-5R	16,73	484,4			283,3	11,0			298,6
1200-6R	-	-			-	-			-

Tabelle 83: Zugversuch (C-Masteralloypulver „as delivered“ auf 0,6% C)

Probe aus C-Masteralloypulver (auf 0,6% C)	F <sub>m</sub> / kN	R <sub>m</sub> / MPa	Mittel R <sub>m</sub> / MPa	Stabw R <sub>m</sub> / MPa	R <sub>p0,2</sub> / MPa	A / %	Mittel A / %	Stabw A / %	E / GPa
1200-1B HWC	17,18	437,5	432,9	6,1	300,7	6,0	5,8	0,5	156,6
1200-2B HWC	17,52	438,1			289,6	5,8			156,8
1200-3B HWC	17,57	436,1			298,9	6,5			242,8
1200-4B HWC	16,84	424,4			289,2	5,3			191,4
1200-5B HWC	17,45	435,2			298,8	5,1			161,6
1200-6B HWC	17,00	425,8			289,7	6,1			198,9
1200-7B HWC	19,53	498,2	490,7	5,6	299,4	7,4	7,7	0,8	185,7
1200-8B HWC	19,16	482,2			301,2	6,5			273,1
1200-9B HWC	19,13	494,9			296,6	8,2			259,5
1200-10B HWC	18,88	491,6			289,5	8,9			107,3
1200-11B HWC	18,97	487,8			304,5	7,8			326,7
1200-12B HWC	19,48	489,5			293,7	7,6			157,7

Tabelle 84: Zugversuch (C-Masteralloypulver „as delivered“ auf 0,6% C)

Probe aus C-Masteralloypulver (auf 0,6% C)	F <sub>m</sub> / kN	R <sub>m</sub> / MPa	Mittel R <sub>m</sub> / MPa	Stabw R <sub>m</sub> / MPa	R <sub>p0,2</sub> / MPa	A / %	Mittel A / %	Stabw A / %	E / GPa
1200-1B	16,98	429,1	418,7	10,2	298,3	6,9	5,9	0,9	200,6
1200-2B	16,01	418,2			278,9	5,9			156,7
1200-3B	15,97	408,7			274,1	5,0			115,7
1200-4B	17,96	462,5	472,2	8,4	284,1	7,4	7,7	0,6	189,7
1200-5B	18,39	477,2			299,6	8,4			562,8
1200-6B	18,47	477,0			282,5	7,4			192,4

Tabelle 85: Zugversuch (Rekristall. gegl. Pulver auf 0,6% C)

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	F <sub>m</sub> / kN	R <sub>m</sub> / MPa	Mittel R <sub>m</sub> / MPa	Stabw R <sub>m</sub> / MPa	R <sub>p0,2</sub> / MPa	A / %	Mittel A / %	Stabw A / %	E / GPa
1200-1D HWC	16,87	455,7	462,7	5,5	309,8	5,5	5,3	0,3	243,8
1200-2D HWC	17,39	469,0			319,5	5,2			148,9
1200-3D HWC	17,24	461,1			317,9	5,7			300,8
1200-4D HWC	17,42	460,7			320,9	5,2			268,2
1200-5D HWC	17,10	460,2			319,0	5,0			376,8
1200-6D HWC	17,70	469,7			315,2	5,5			207,6
1200-7D HWC	-	-	496,4	6,3	-	-	7,7	0,5	-
1200-8D HWC	-	-			-	-			-
1200-9D HWC	-	-			-	-			-
1200-10D HWC	18,18	487,9			291,2	8,2			398,6
1200-11D HWC	18,25	498,5			290,7	7,8			191,3
1200-12D HWC	18,40	496,3			291,5	7,5			223,4
1200-13D HWC	18,92	502,8			284,9	7,1			143,8

Tabelle 86: Zugversuch (Rekristall. gegl. Pulver auf 0,6% C)

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	F <sub>m</sub> / kN	R <sub>m</sub> / MPa	Mittel R <sub>m</sub> / MPa	Stabw R <sub>m</sub> / MPa	R <sub>p0,2</sub> / MPa	A / %	Mittel A / %	Stabw A / %	E / GPa
1200-1D	16,17	470,8	467,6	7,7	306,6	5,1	4,8	0,6	133,2
1200-2D	15,80	473,2			306,5	5,2			190,9
1200-3D	15,68	458,9			320,0	4,2			145,4
1200-4D	17,64	516,2	496,9	19,9	309,6	7,3	7,2	0,1	130,0
1200-5D	16,63	498,1			297,9	7,2			671,9
1200-6D	-	-			-	-			-
1200-7D	15,62	476,4			267,5	7,1			217,2

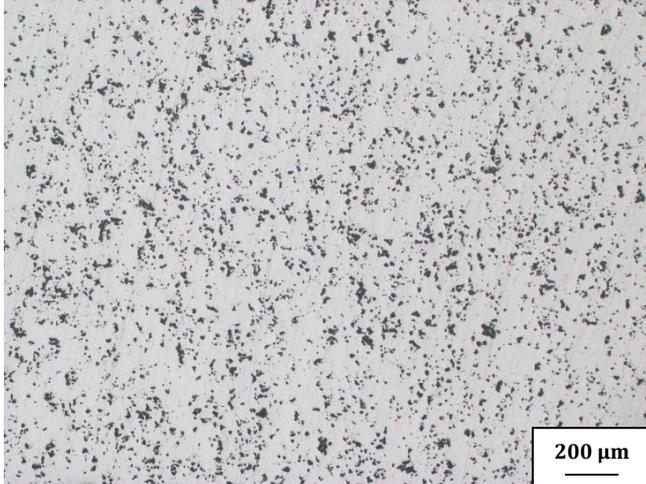
## 6. Charakterisierung der Zugfestigkeitsproben

### 6.1. Lichtmikroskopie

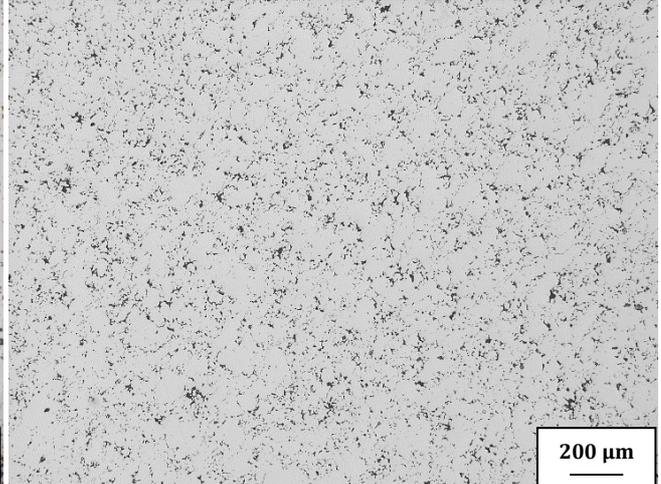
#### 6.1.1. Porosität

**Referenzproben**

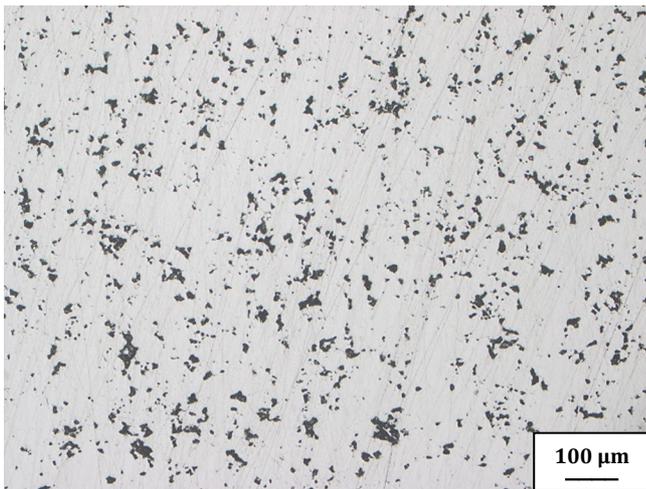
**1120° C Sinterung**



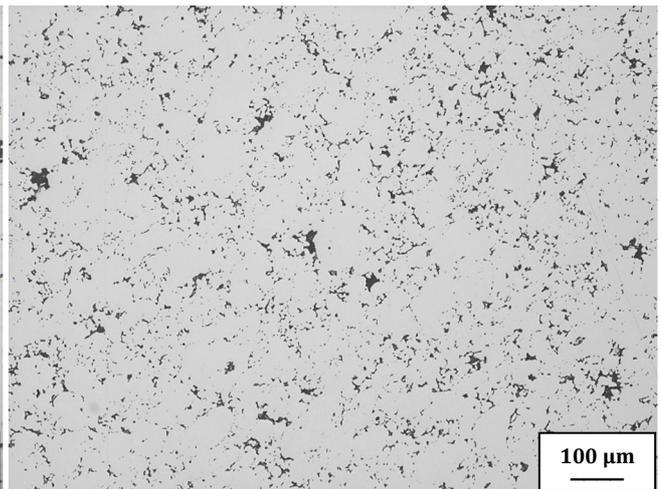
**Abbildung 122: 600 MPa, 50x**



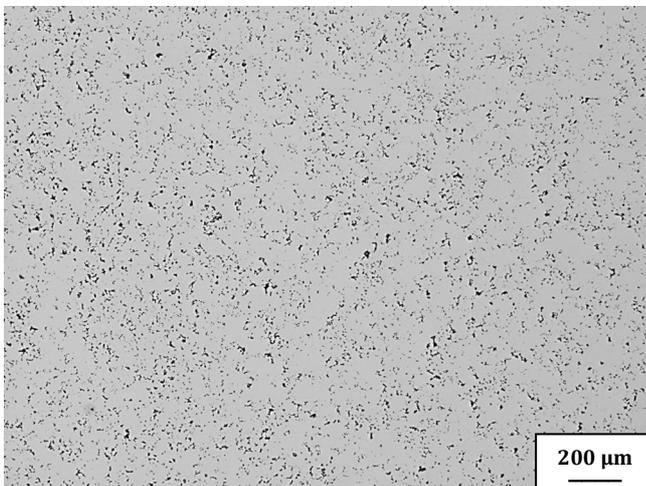
**Abbildung 123: 1200 MPa, 50x**



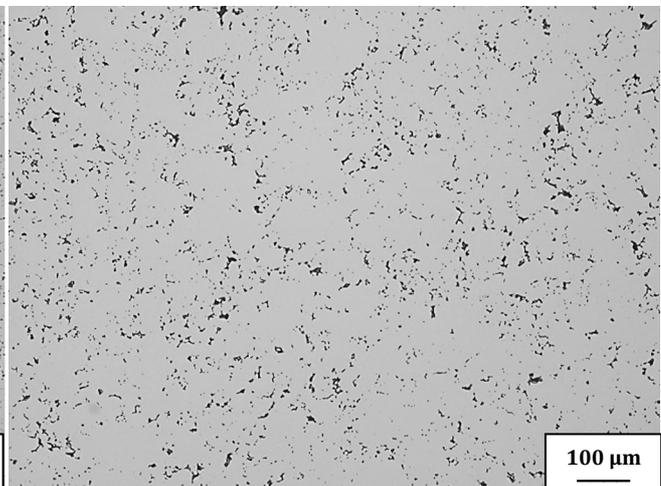
**Abbildung 124: 600 MPa, 100x**



**Abbildung 125: 1200 MPa, 100x**



**Abbildung 126: 1200 MPa ohne HWC, 50x**



**Abbildung 127: 1200 MPa ohne HWC, 100x**

1250° C Sinterung

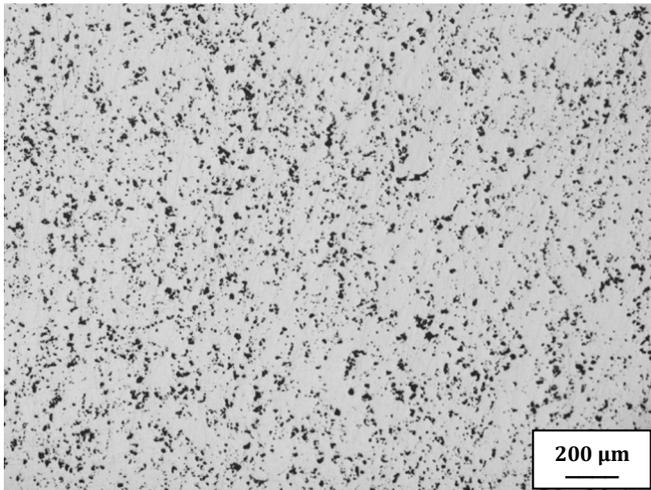


Abbildung 128: 600 MPa, 50x

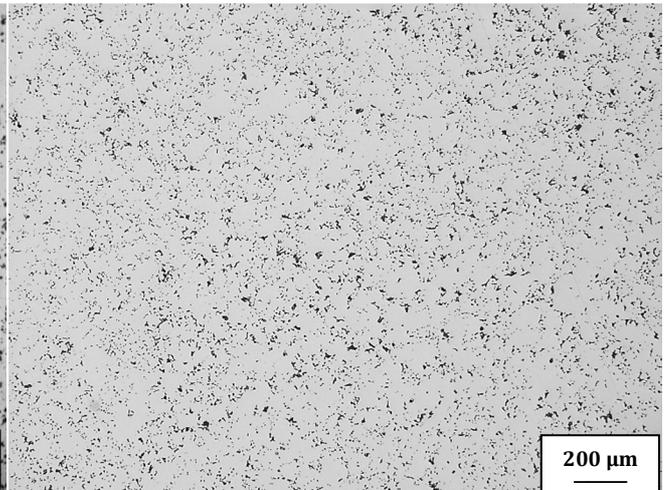


Abbildung 129: 1200 MPa, 50x

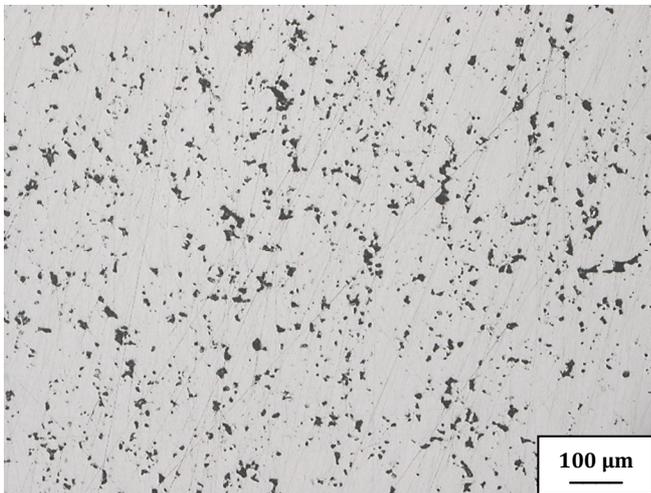


Abbildung 130: 600 MPa, 100x

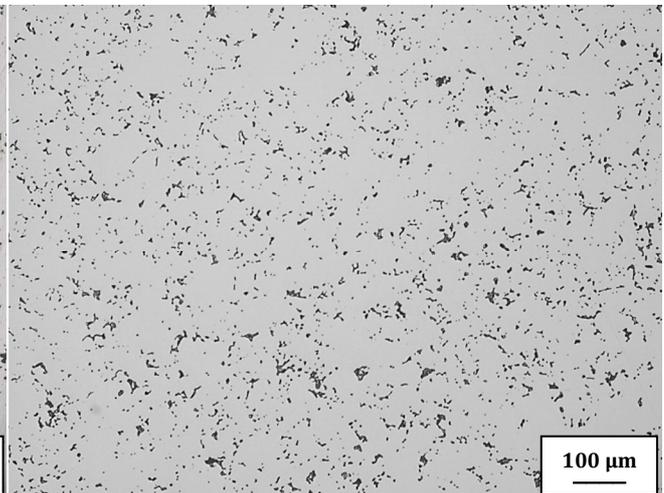


Abbildung 131: 1200 MPa, 100x

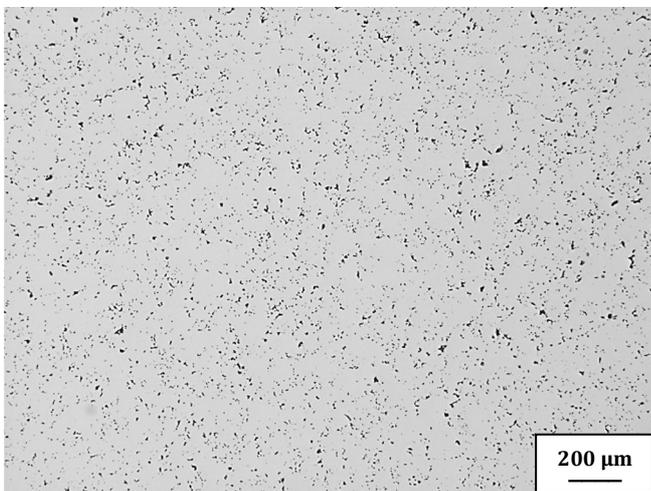


Abbildung 132: 1200 MPa ohne HWC, 50x

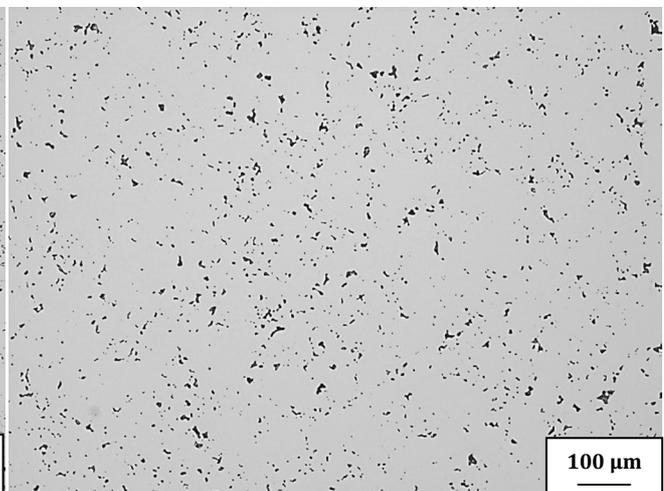
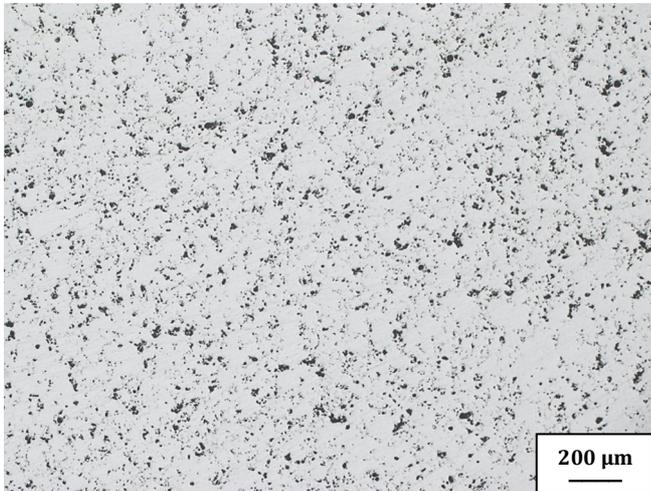


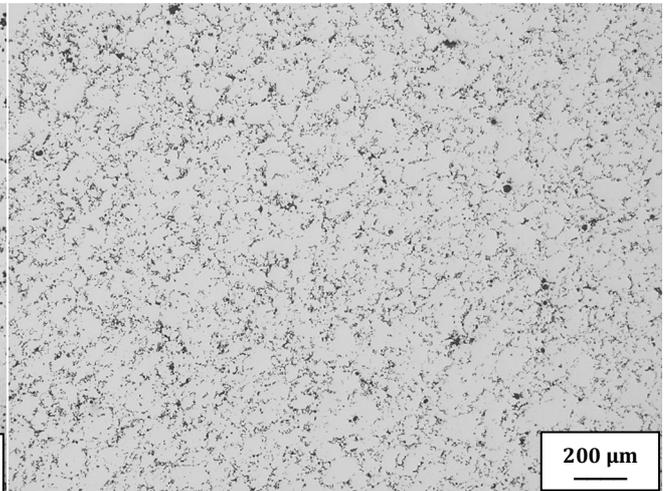
Abbildung 133: 1200 MPa ohne HWC, 100x

**C-Masteralloypulver „As Delivered“**

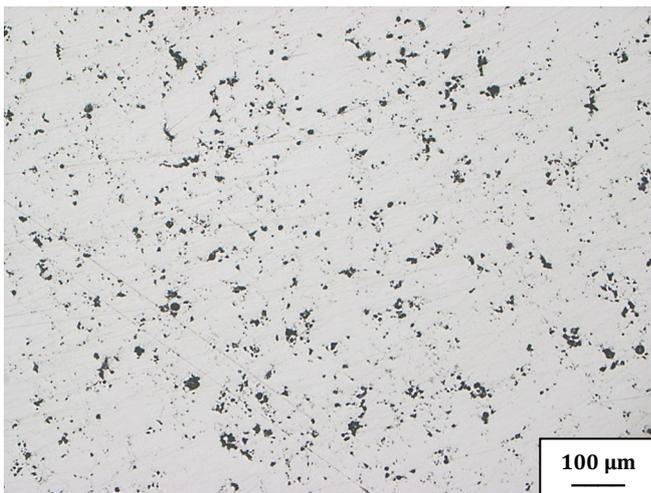
**1120° C Sinterung**



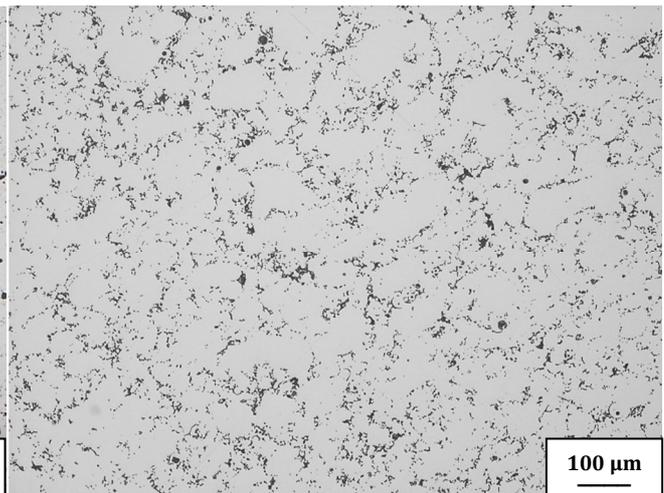
**Abbildung 134: 600 MPa, 50x**



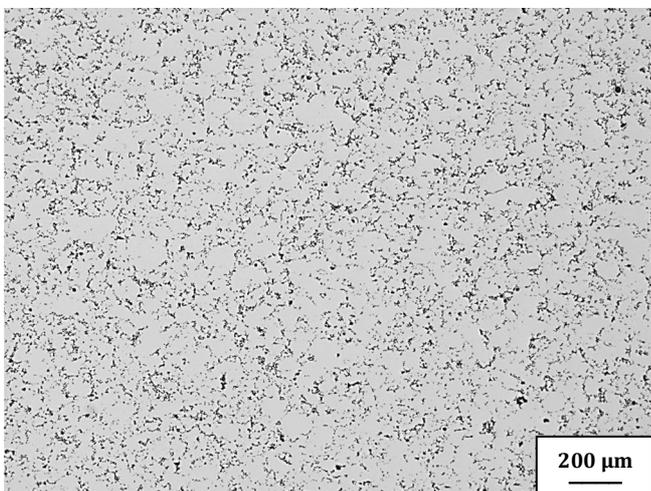
**Abbildung 135: 1200 MPa, 50x**



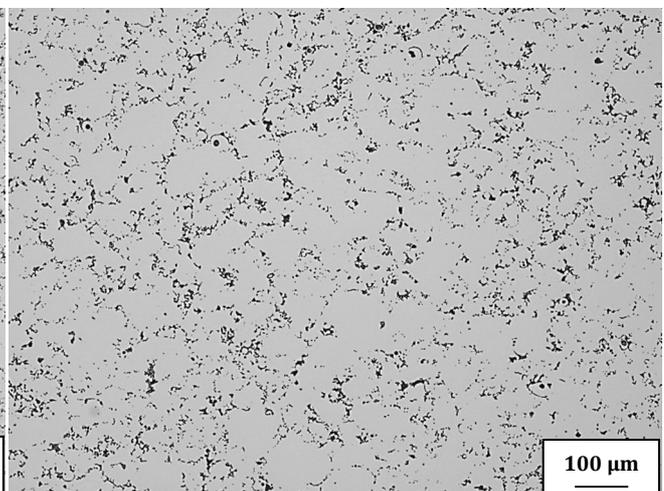
**Abbildung 136: 600 MPa, 100x**



**Abbildung 137: 1200 MPa, 100x**



**Abbildung 138: 1200 MPa ohne HWC, 50x**



**Abbildung 139: 1200 MPa ohne HWC, 100x**

1250° C Sinterung

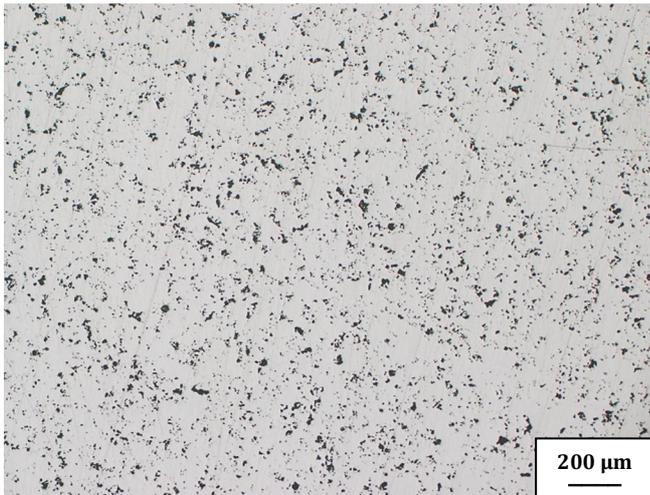


Abbildung 140: 600 MPa, 50x

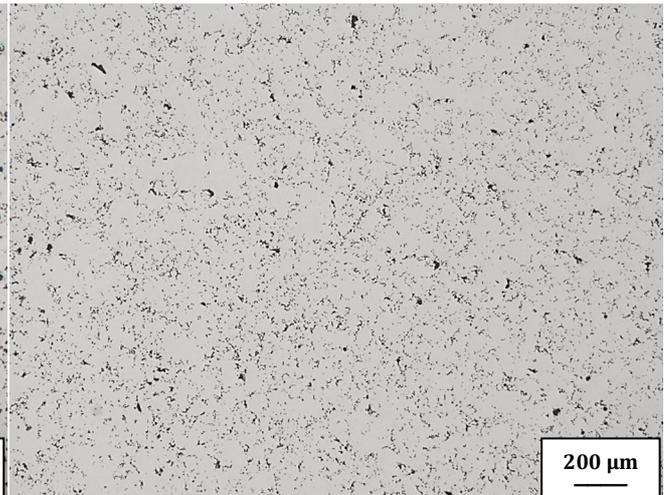


Abbildung 141: 1200 MPa, 50x

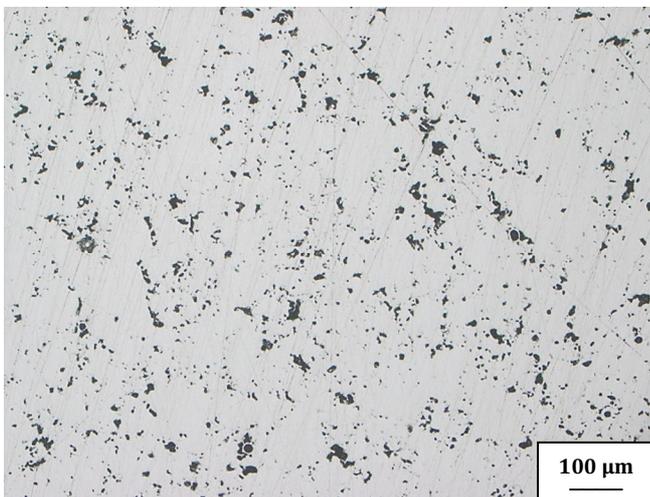


Abbildung 142: 600 MPa, 100x

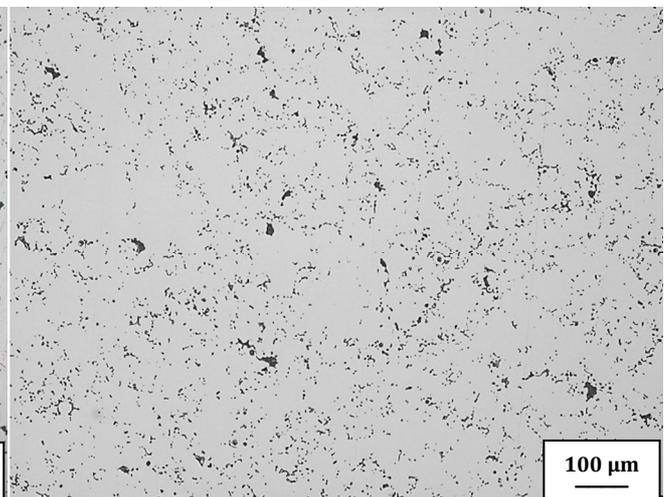


Abbildung 143: 1200 MPa, 100x

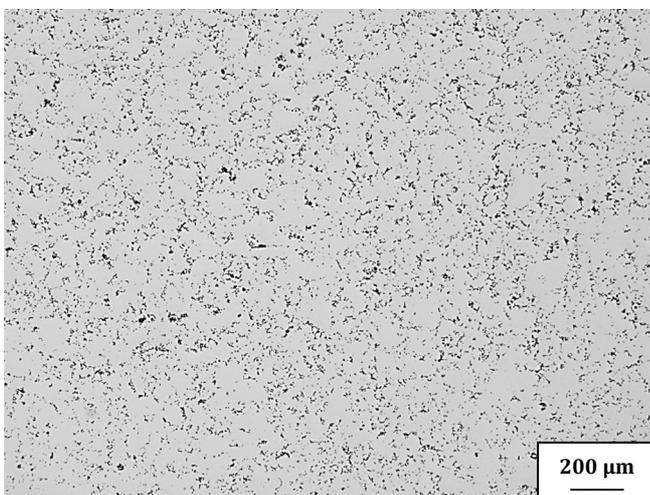


Abbildung 144: 1200 MPa ohne HWC, 50x

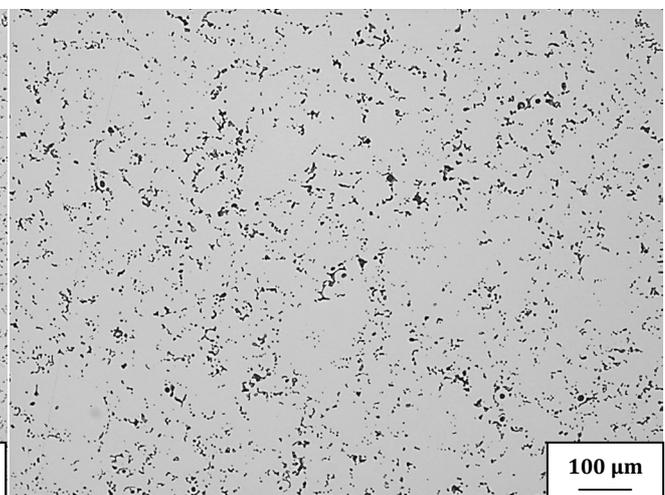
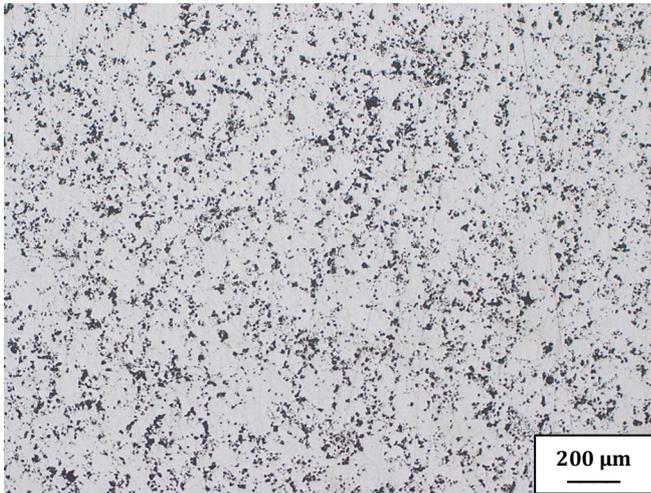


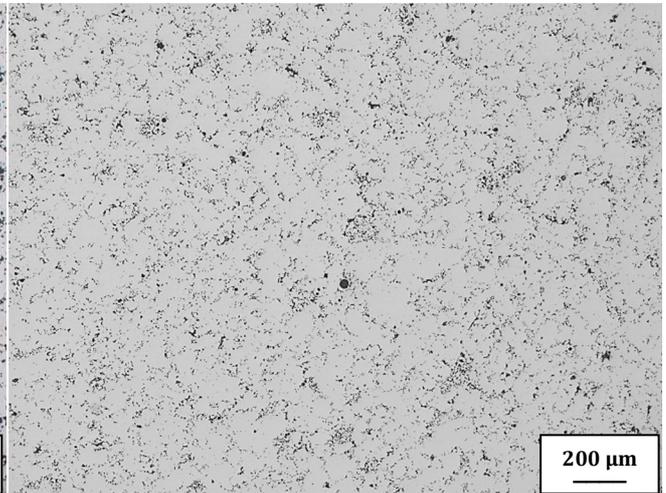
Abbildung 145: 1200 MPa ohne HWC, 100x

**Rekristallisationsgeglühtes Pulver**

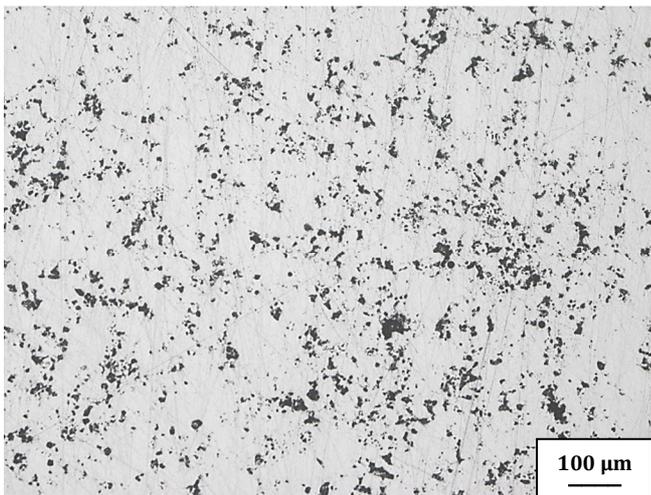
**1120° C Sinterung**



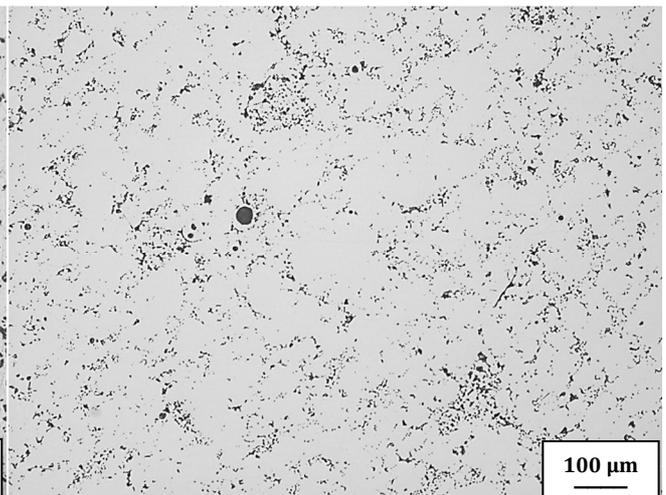
**Abbildung 146: 600 MPa, 50x**



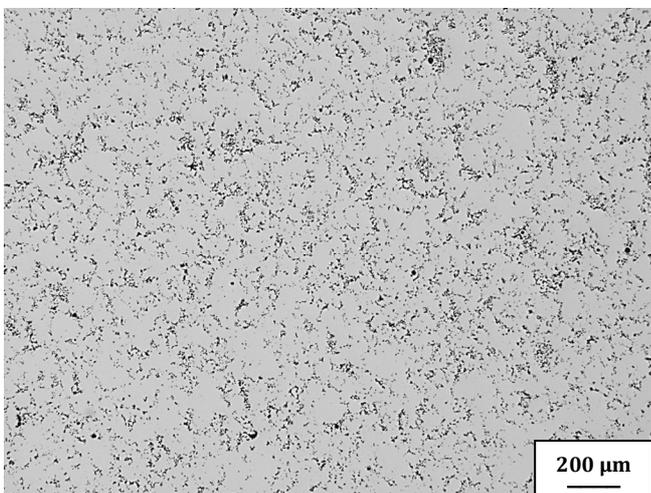
**Abbildung 147: 1200 MPa, 50x**



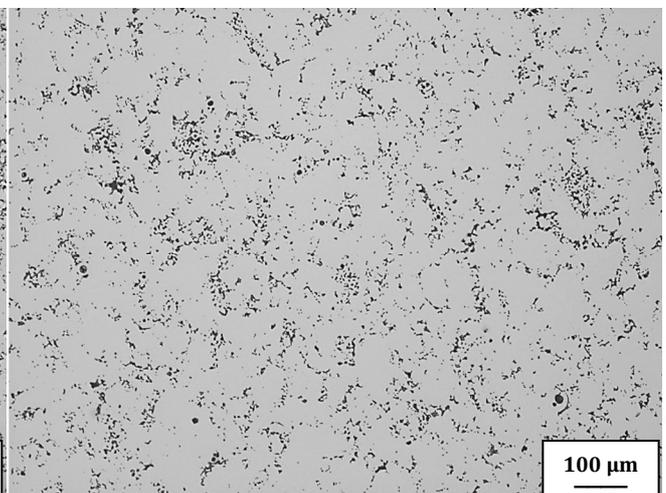
**Abbildung 148: 600 MPa, 100x**



**Abbildung 149: 1200 MPa, 100x**



**Abbildung 150: 1200 MPa ohne HWC, 50x**



**Abbildung 151: 1200 MPa ohne HWC, 100x**

1250° C Sinterung

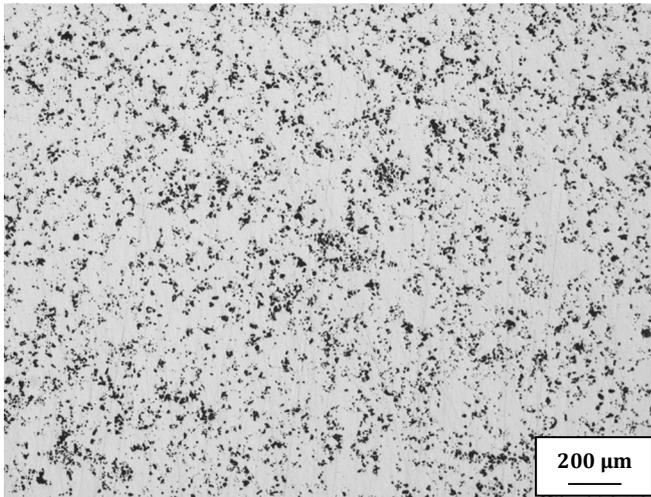


Abbildung 152: 600 MPa, 50x

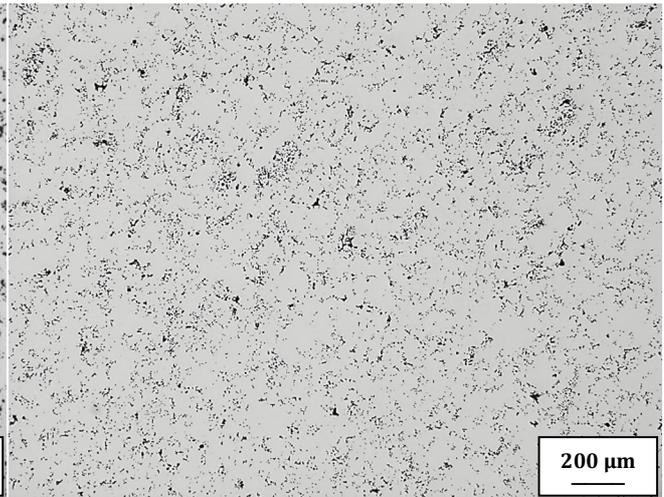


Abbildung 153: 1200 MPa, 50x

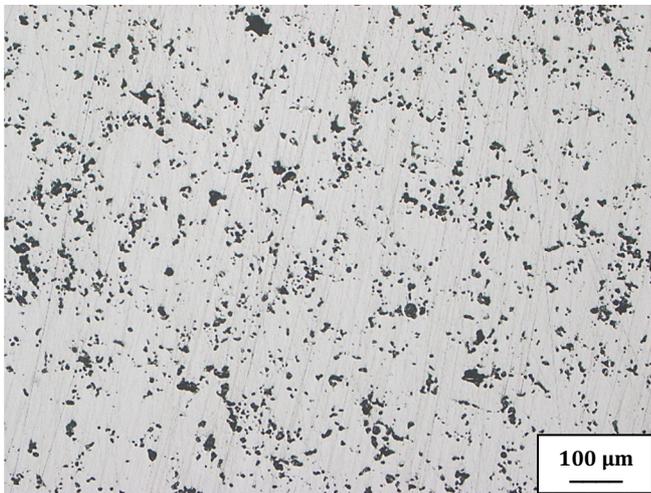


Abbildung 154: 600 MPa, 100x

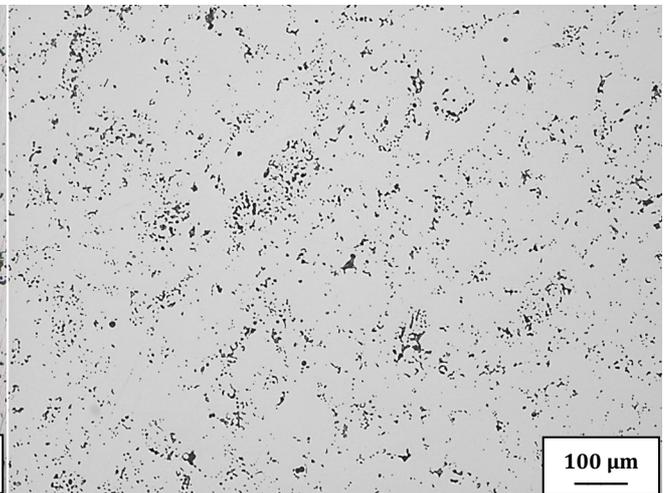


Abbildung 155: 1200 MPa, 100x

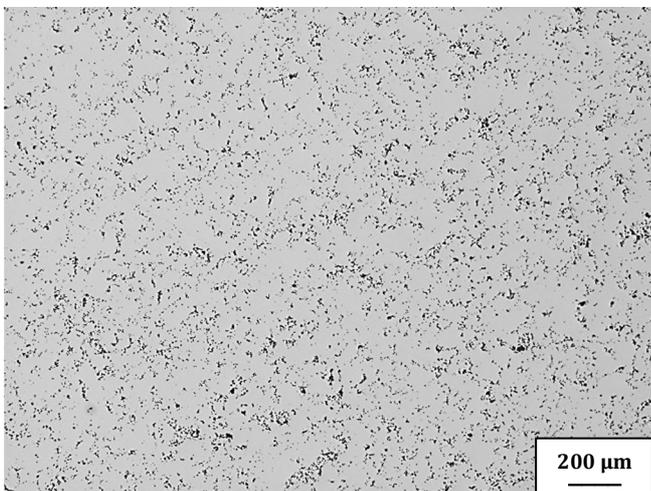


Abbildung 156: 1200 MPa ohne HWC, 50x

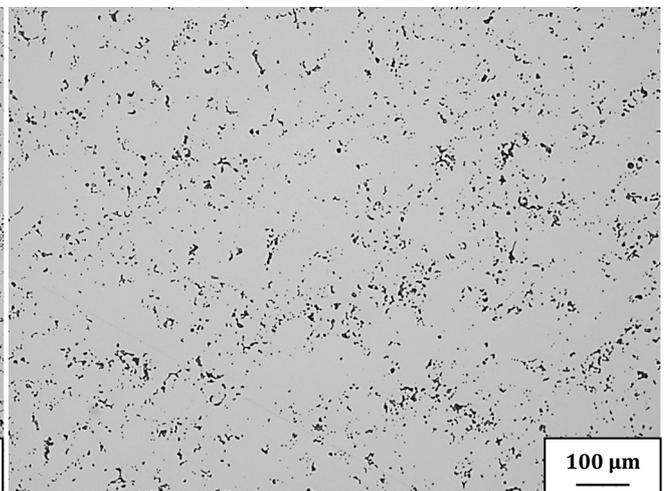


Abbildung 157: 1200 MPa ohne HWC, 100x

## 6.1.2. Gefügeanalyse

### Referenzproben

1120° C Sinterung



Abbildung 158: 600 MPa, 200x

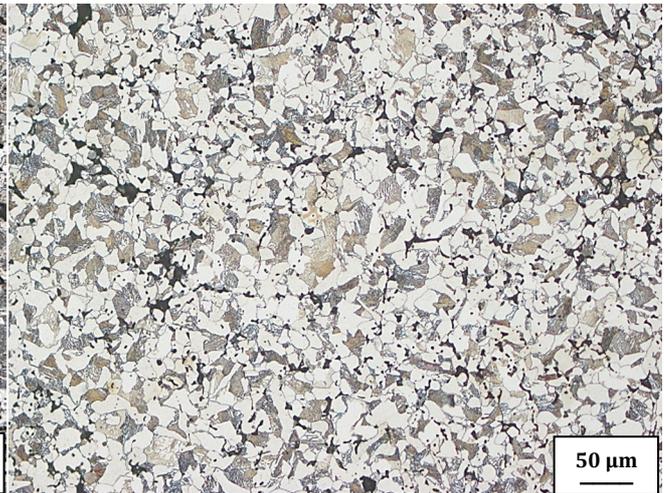


Abbildung 159: 1200 MPa, 200x

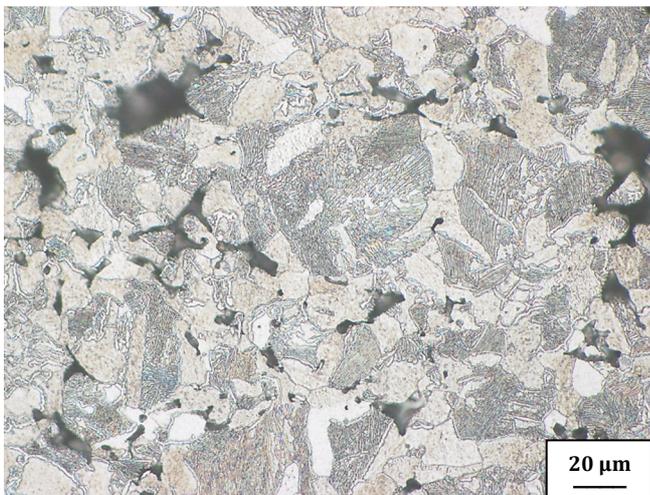


Abbildung 160: 600 MPa, 500x

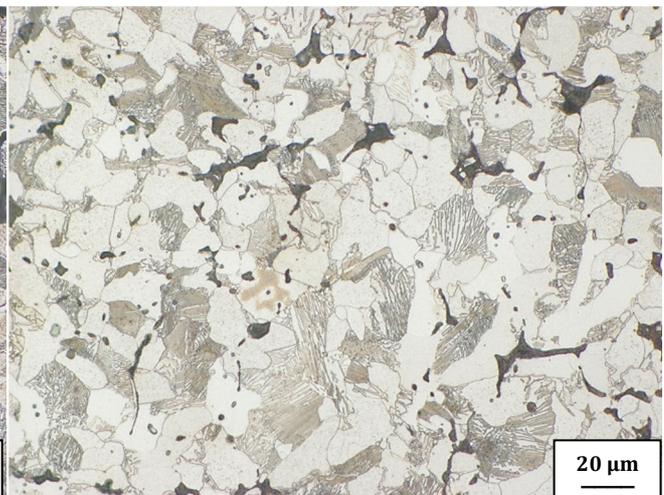


Abbildung 161: 1200 MPa, 500x

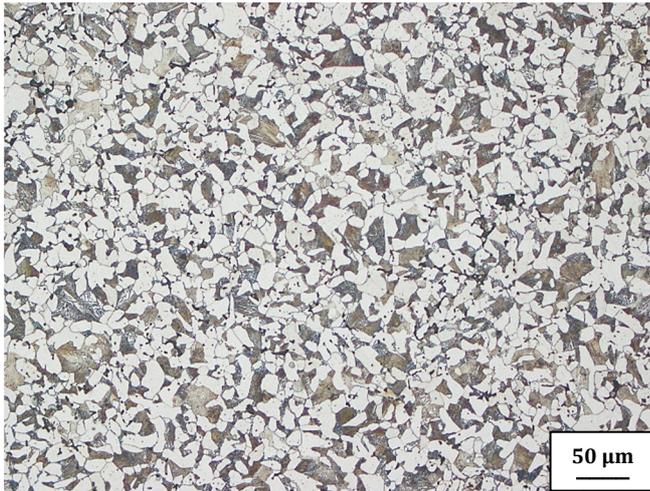


Abbildung 162: 1200 MPa ohne HWC, 200x

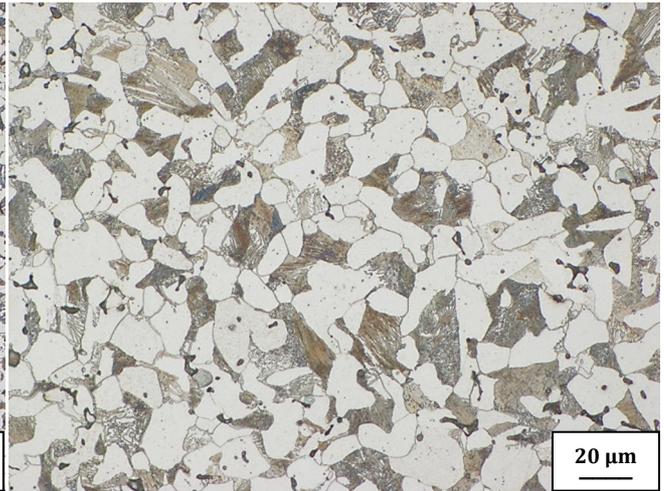


Abbildung 163: 1200 MPa ohne HWC, 500x

1250° C Sinterung

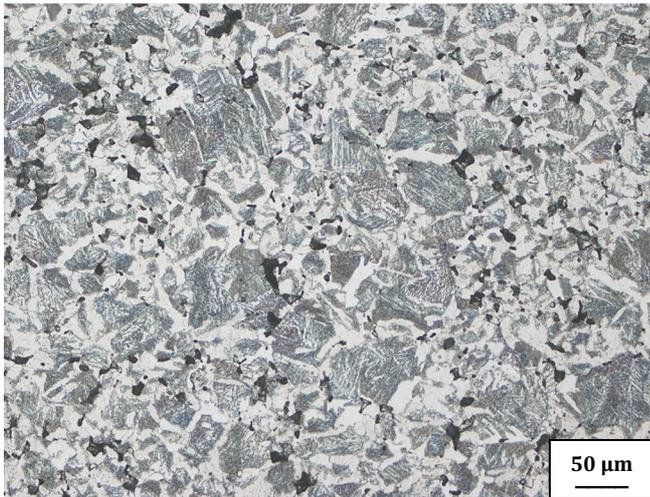


Abbildung 164: 600 MPa, 200x

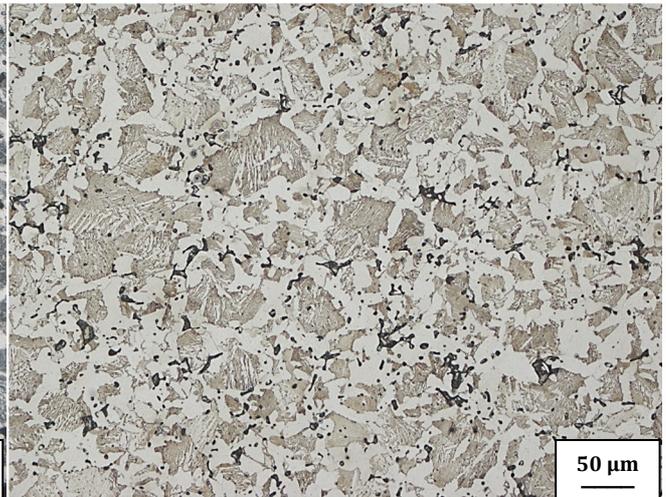


Abbildung 165: 1200 MPa, 200x

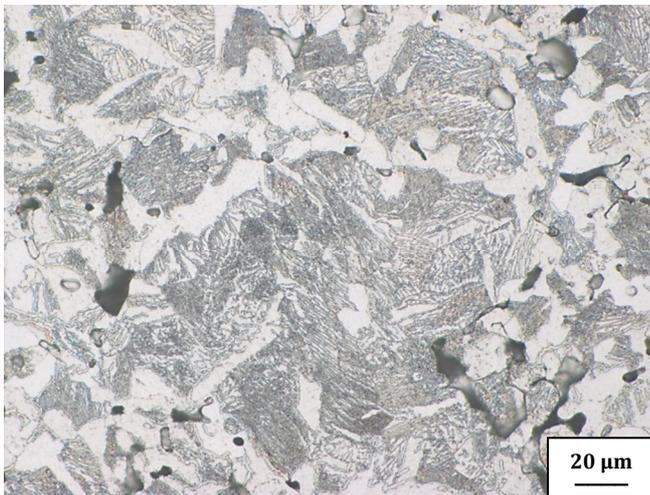


Abbildung 166: 600 MPa, 500x

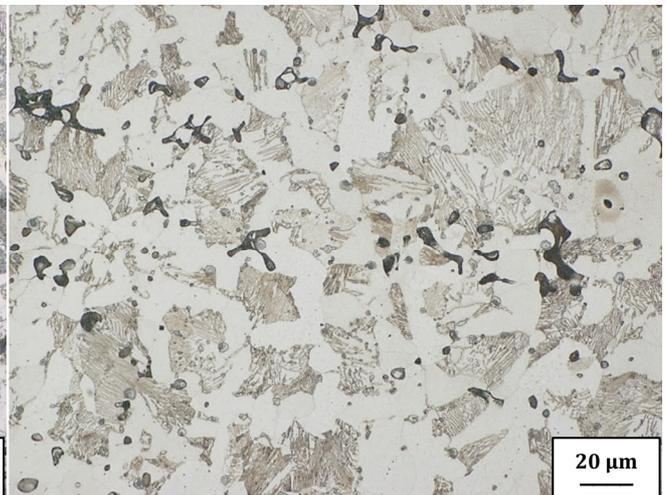


Abbildung 167: 1200 MPa, 500x

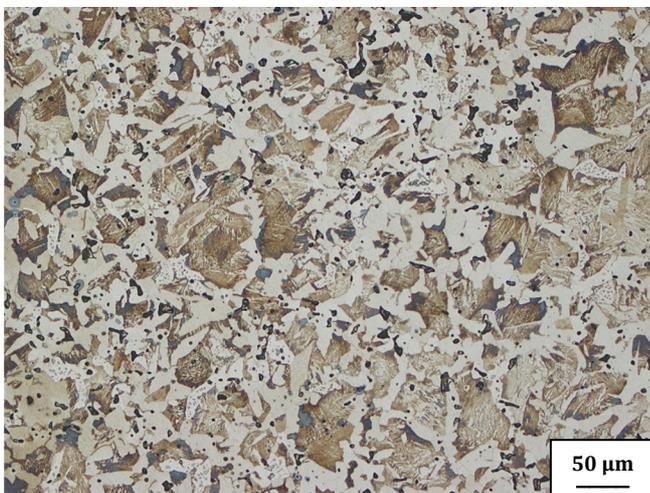


Abbildung 168: 1200 MPa ohne HWC, 200x

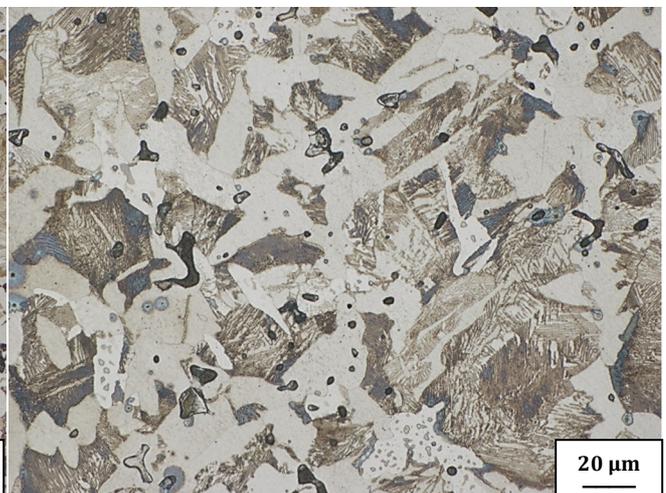
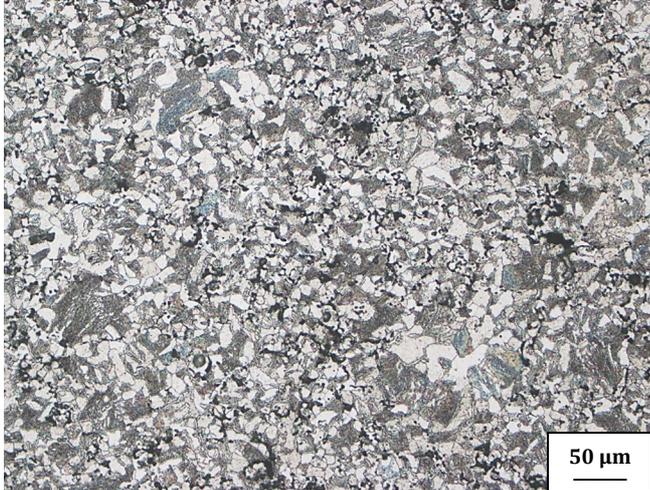
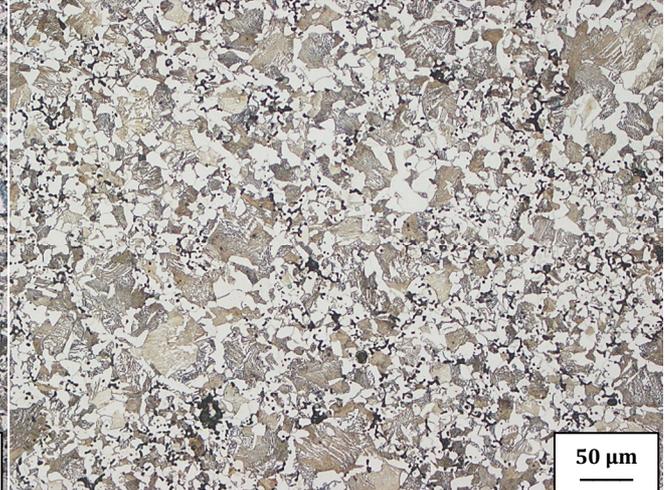
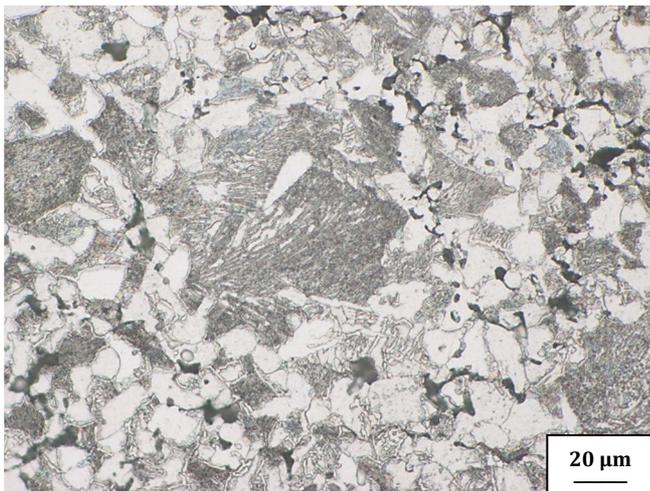
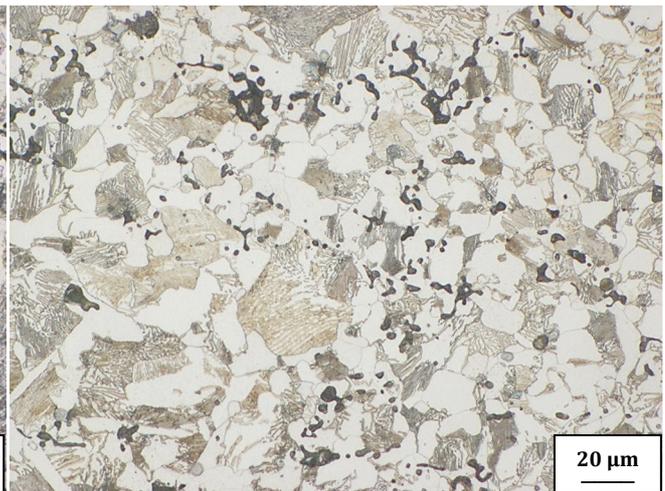
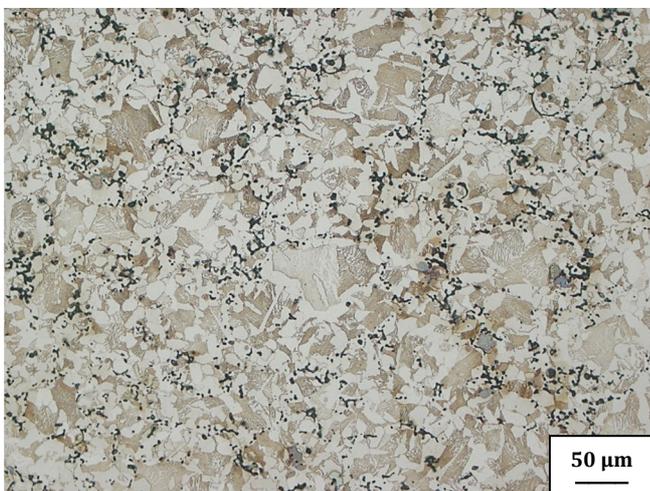


Abbildung 169: 1200 MPa ohne HWC, 500x

**C-Masteralloypulver „As delivered“****1120° C Sinterung****Abbildung 170: 600 MPa, 200x****Abbildung 171: 1200 MPa, 200x****Abbildung 172: 600 MPa, 500x****Abbildung 173: 1200 MPa, 500x****Abbildung 174: 1200 MPa ohne HWC, 200x****Abbildung 175: 1200 MPa ohne HWC, 500x**

1250° C Sinterung

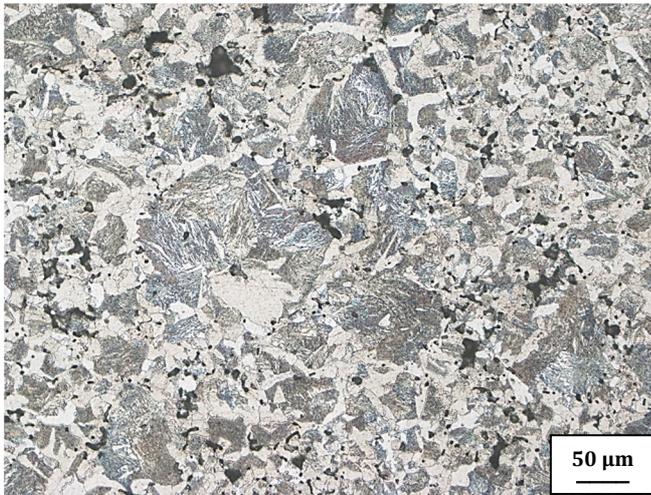


Abbildung 176: 600 MPa, 200x

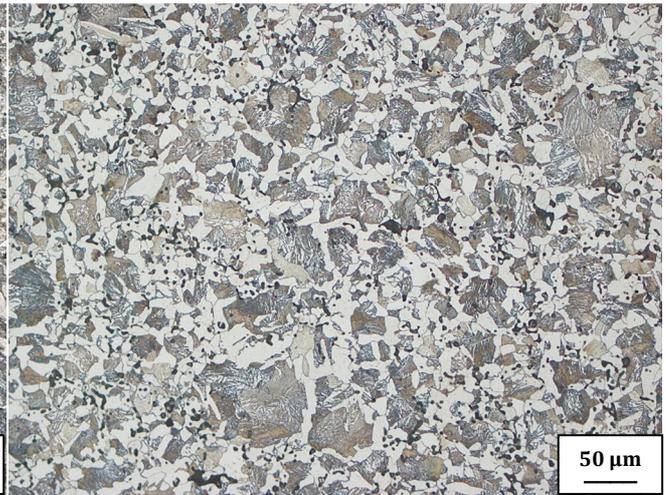


Abbildung 177: 1200 MPa, 200x

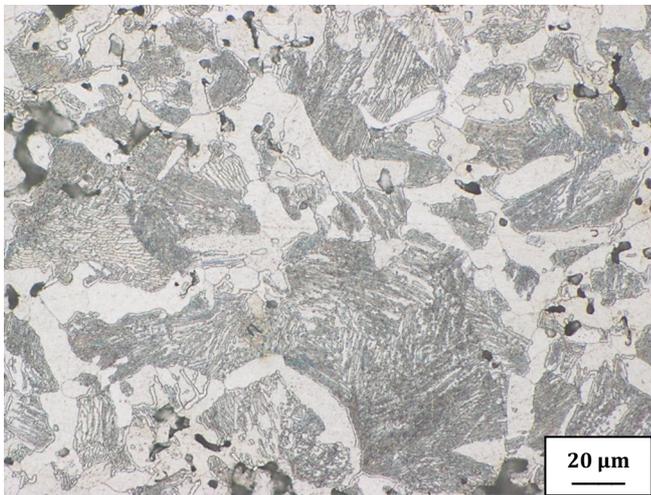


Abbildung 178: 600 MPa, 500x

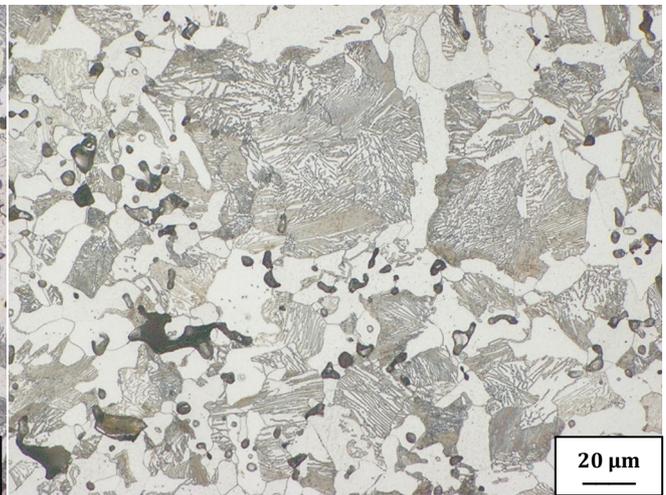


Abbildung 179: 1200 MPa, 500x

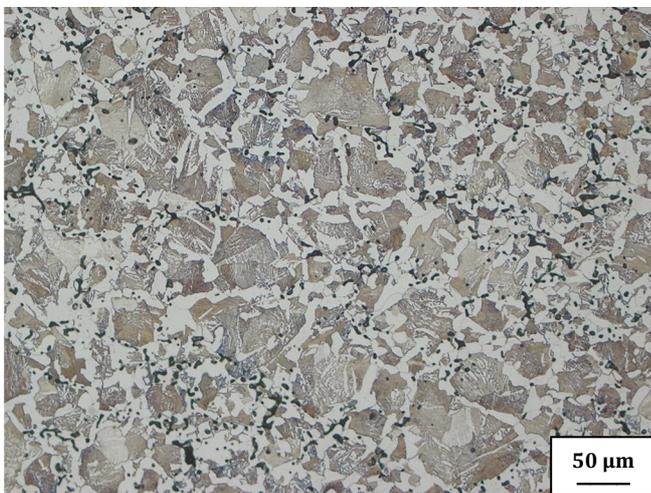


Abbildung 180: 1200 MPa ohne HWC, 200x

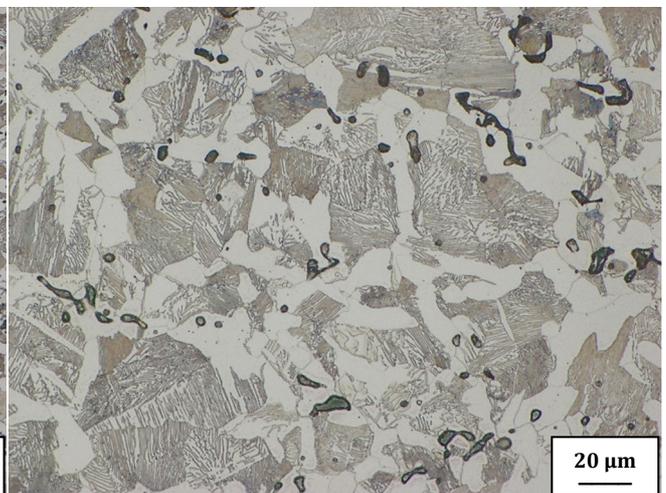
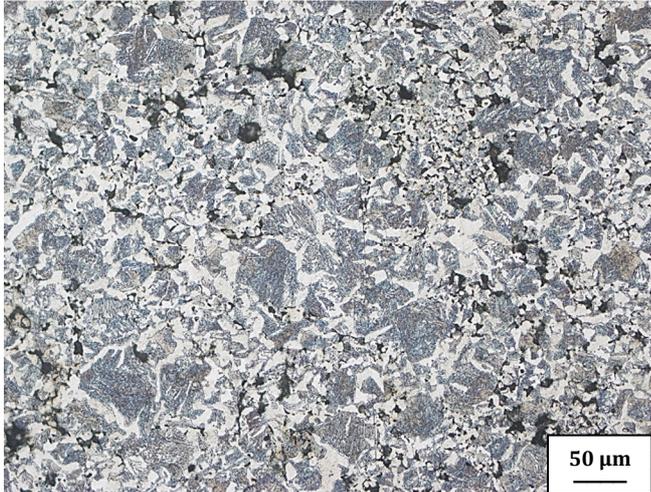


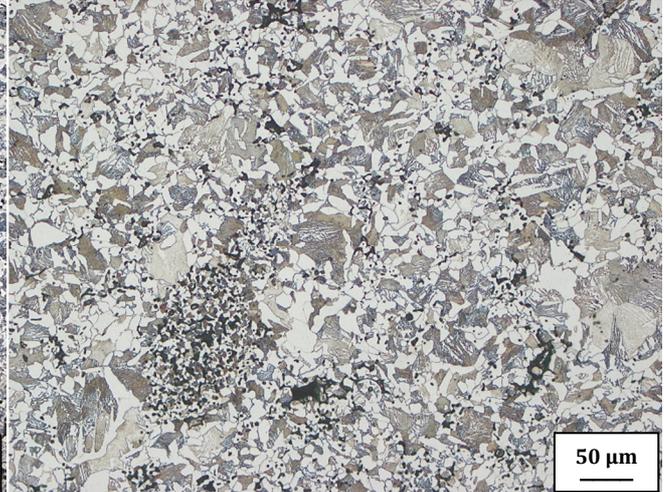
Abbildung 181: 1200 MPa ohne HWC, 500x

**Rekristallisationsgeglühtes Pulver**

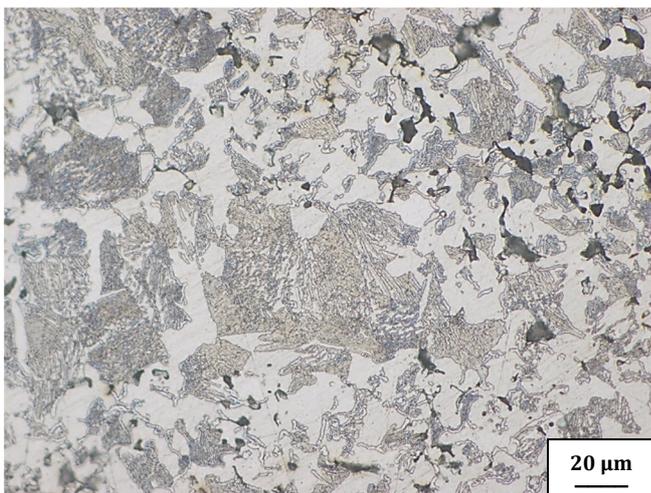
**1120° C Sinterung**



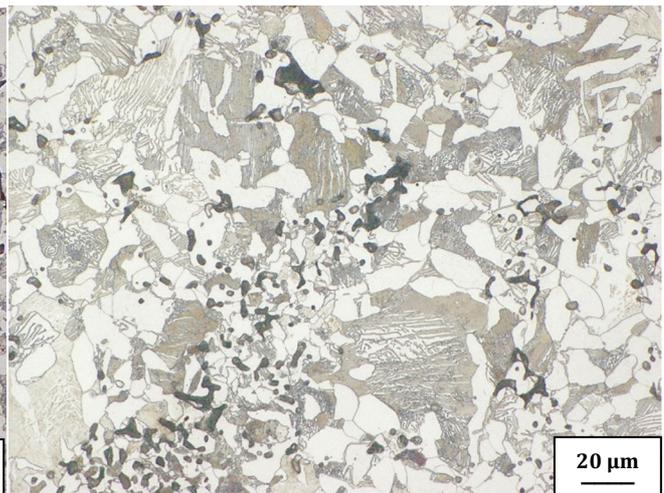
**Abbildung 182: 600 MPa, 200x**



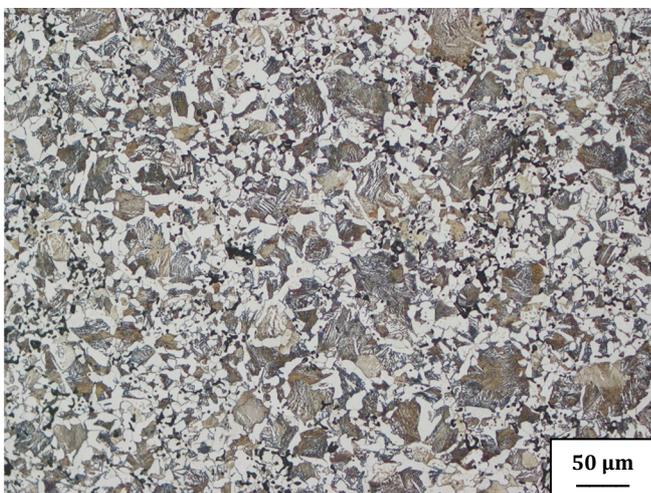
**Abbildung 183: 1200 MPa, 200x**



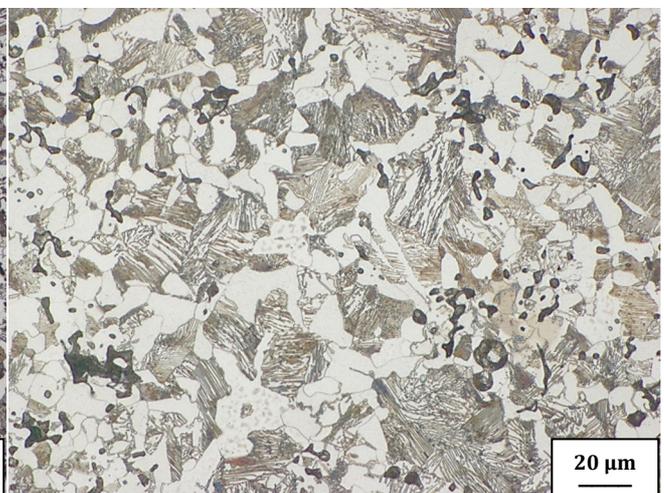
**Abbildung 184: 600 MPa, 500x**



**Abbildung 185: 1200 MPa, 500x**



**Abbildung 186: 1200 MPa ohne HWC, 200x**



**Abbildung 187: 1200 MPa ohne HWC, 500x**

1250° C Sinterung

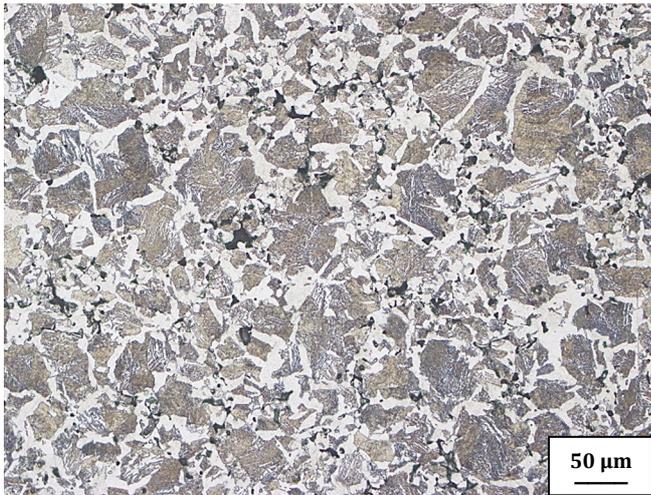


Abbildung 188: 600 MPa, 200x

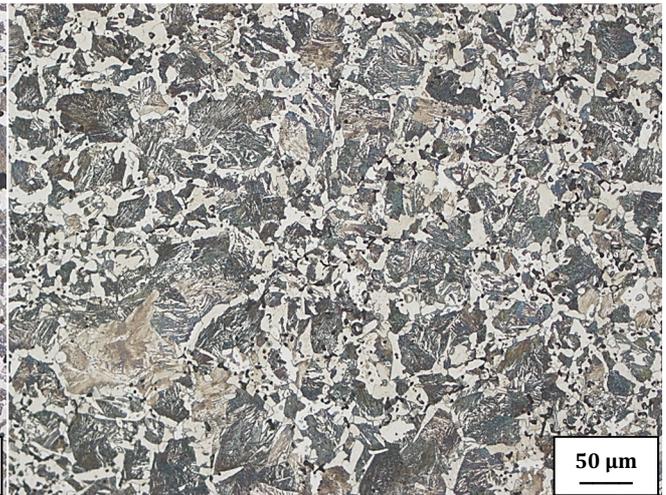


Abbildung 189: 1200 MPa, 200x

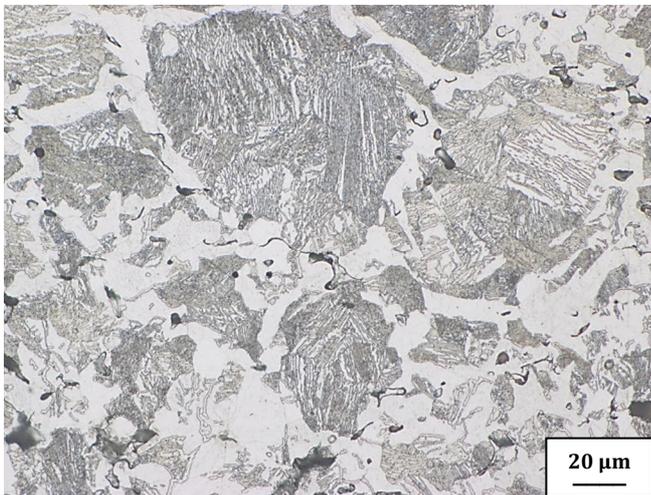


Abbildung 190: 600 MPa, 500x

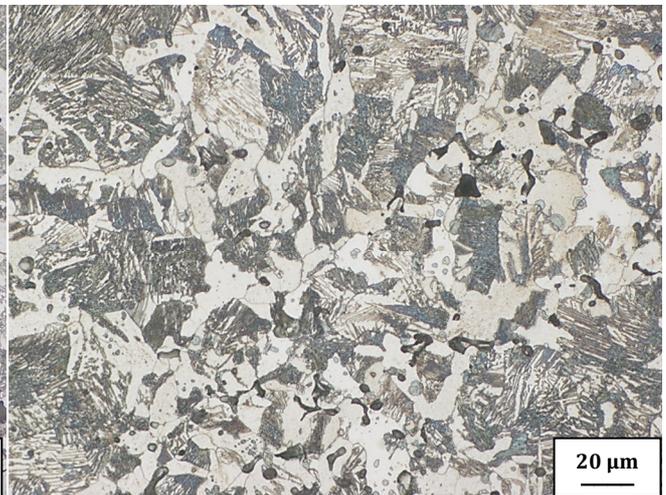


Abbildung 191: 1200 MPa, 500x

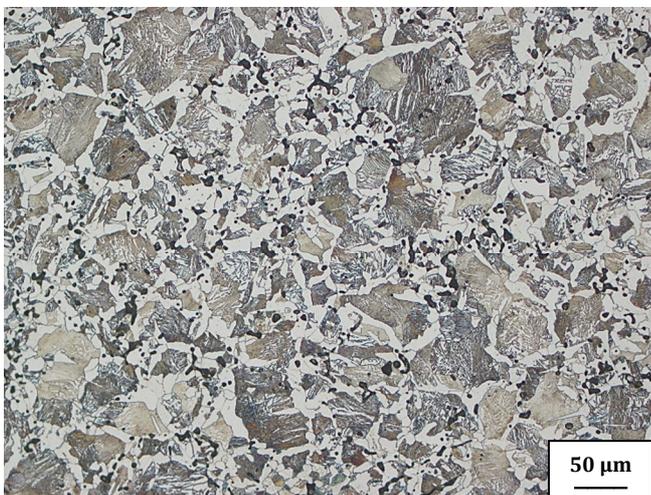


Abbildung 192: 1200 MPa ohne HWC, 200x

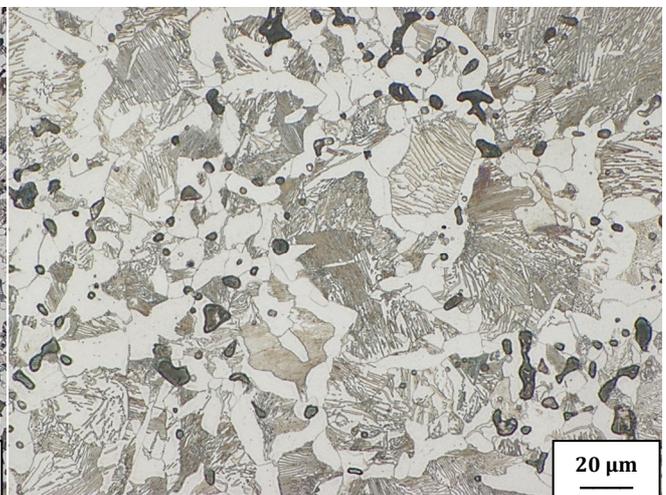


Abbildung 193: 1200 MPa ohne HWC, 500x

## 6.2. Mikrohärte

**Tabelle 87: Mikrohärte HV 0,05 der Probe 600-RF4 (aus Referenz)**

Probe aus Referenz (0,6% C)	HV 0,05	HV 0,05 $\bar{x}$	HV 0,05 $\sigma$
1	143	160	13
2	158		
3	143		
4	157		
5	173		
6	172		
7	147		
8	171		
9	155		
10	179		

**Tabelle 88: Mikrohärte HV 0,05 der Probe 600-RF10 (aus Referenz)**

Probe aus Referenz (0,6% C)	HV 0,05	HV 0,05 $\bar{x}$	HV 0,05 $\sigma$
1	184	192	11
2	192		
3	182		
4	204		
5	200		
6	184		
7	186		
8	215		
9	181		
10	187		

**Tabelle 89: Mikrohärte HV 0,05 der Probe 600-BF4 (aus C-Masteralloypulver auf 0,6% C)**

Probe aus C- Masteralloypulver (auf 0,6% C)	HV 0,05	HV 0,05 $\bar{x}$	HV 0,05 $\sigma$
1	184	190	9
2	188		
3	203		
4	183		
5	191		
6	204		
7	196		
8	179		
9	186		
10	183		

Tabelle 90: Mikrohärtigkeit HV 0,05 der Probe 600-BF10 (aus C-Masteralloypulver auf 0,6% C)

Probe aus C-Masteralloypulver (auf 0,6% C)	HV 0,05	HV 0,05 $\bar{x}$	HV 0,05 $\sigma$
1	215	223	9
2	239		
3	230		
4	222		
5	223		
6	222		
7	233		
8	224		
9	208		
10	215		

Tabelle 91: Mikrohärtigkeit HV 0,05 der Probe 600-1D (aus Rekristall. gegl. Pulver auf 0,6% C)

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	HV 0,05	HV 0,05 $\bar{x}$	HV 0,05 $\sigma$
1	227	220	14
2	230		
3	198		
4	227		
5	207		
6	231		
7	238		
8	227		
9	213		
10	203		

Tabelle 92: Mikrohärtigkeit HV 0,05 der Probe 600-7D (aus Rekristall. gegl. Pulver auf 0,6% C)

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	HV 0,05	HV 0,05 $\bar{x}$	HV 0,05 $\sigma$
1	253	234	11
2	254		
3	239		
4	268		
5	241		
6	237		
7	238		
8	273		
9	237		
10	231		

Tabelle 93: Mikrohärtigkeit HV 0,05 der Probe 1200-R2 HWC (aus Referenz)

Probe aus Referenz (0,6% C)	HV 0,05	HV 0,05 $\bar{x}$	HV 0,05 $\sigma$
1	176	188	11
2	191		
3	201		
4	182		
5	186		
6	183		
7	183		
8	190		
9	209		
10	175		

Tabelle 94: Mikrohärtigkeit HV 0,05 der Probe 1200-R7 HWC (aus Referenz)

Probe aus Referenz (0,6% C)	HV 0,05	HV 0,05 $\bar{x}$	HV 0,05 $\sigma$
1	199	201	9
2	194		
3	209		
4	191		
5	195		
6	195		
7	191		
8	217		
9	207		
10	209		

Tabelle 95: Mikrohärtigkeit HV 0,05 der Probe 1200-B1 HWC (aus C-Masteralloypulver auf 0,6% C)

Probe aus C- Masteralloypulver (auf 0,6% C)	HV 0,05	HV 0,05 $\bar{x}$	HV 0,05 $\sigma$
1	221	210	9
2	223		
3	219		
4	206		
5	208		
6	219		
7	203		
8	201		
9	200		
10	201		

Tabelle 96: Mikrohärtigkeit HV 0,05 der Probe 1200-B7 HWC (aus C-Masteralloypulver auf 0,6% C)

Probe aus C-Masteralloypulver (auf 0,6% C)	HV 0,05	HV 0,05 $\bar{x}$	HV 0,05 $\sigma$
1	221	225	8
2	222		
3	219		
4	243		
5	219		
6	225		
7	229		
8	231		
9	227		
10	217		

Tabelle 97: Mikrohärtigkeit HV 0,05 der Probe 1200-D1 HWC (aus Rekristall. gegl. Pulver auf 0,6% C)

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	HV 0,05	HV 0,05 $\bar{x}$	HV 0,05 $\sigma$
1	239	225	9
2	227		
3	218		
4	216		
5	215		
6	227		
7	239		
8	229		
9	214		
10	224		

Tabelle 98: Mikrohärtigkeit HV 0,05 der Probe 1200-D10 HWC (aus Rekristall. gegl. Pulver auf 0,6% C)

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	HV 0,05	HV 0,05 $\bar{x}$	HV 0,05 $\sigma$
1	232	239	8
2	230		
3	250		
4	233		
5	233		
6	237		
7	237		
8	237		
9	244		
10	255		

Tabelle 99: Mikrohärtigkeit HV 0,05 der Probe 1200-R1 (aus Referenz)

Probe aus Referenz (0,6% C)	HV 0,05	HV 0,05 $\bar{x}$	HV 0,05 $\sigma$
1	159	160	6
2	158		
3	163		
4	157		
5	155		
6	167		
7	150		
8	157		
9	172		
10	165		

Tabelle 100: Mikrohärtigkeit HV 0,05 der Probe 1200-R4 (aus Referenz)

Probe aus Referenz (0,6% C)	HV 0,05	HV 0,05 $\bar{x}$	HV 0,05 $\sigma$
1	184	184	8
2	175		
3	185		
4	180		
5	175		
6	188		
7	191		
8	194		
9	196		
10	172		

Tabelle 101: Mikrohärtigkeit HV 0,05 der Probe 1200-B1 (aus C-Masteralloypulver auf 0,6% C)

Probe aus C- Masteralloypulver (auf 0,6% C)	HV 0,05	HV 0,05 $\bar{x}$	HV 0,05 $\sigma$
1	184	178	6
2	186		
3	171		
4	172		
5	170		
6	176		
7	178		
8	182		
9	174		
10	186		

Tabelle 102: Mikrohärte HV 0,05 der Probe 1200-B4 (aus C-Masteralloypulver auf 0,6% C)

Probe aus C-Masteralloypulver (auf 0,6% C)	HV 0,05	HV 0,05 $\bar{x}$	HV 0,05 $\sigma$
1	190	199	7
2	208		
3	205		
4	192		
5	192		
6	209		
7	191		
8	204		
9	202		
10	197		

Tabelle 103: Mikrohärte HV 0,05 der Probe 1200-D1 (aus Rekristall. gegl. Pulver auf 0,6% C)

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	HV 0,05	HV 0,05 $\bar{x}$	HV 0,05 $\sigma$
1	203	202	8
2	191		
3	205		
4	206		
5	208		
6	202		
7	192		
8	206		
9	190		
10	215		

Tabelle 104: Mikrohärte HV 0,05 der Probe 1200-D4 (aus Rekristall. gegl. Pulver auf 0,6% C)

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	HV 0,05	HV 0,05 $\bar{x}$	HV 0,05 $\sigma$
1	232	218	7
2	212		
3	217		
4	219		
5	218		
6	220		
7	213		
8	209		
9	214		
10	230		

### 6.3. Vickershärte

**Tabelle 105: Vickershärte HV 10 der Probe 600-RF4 (aus Referenz)**

Probe aus Referenz (0,6% C)	HV 10	HV 10 $\bar{x}$	HV 10 $\sigma$
1	110	111	1
2	112		
3	112		

**Tabelle 106: Vickershärte HV 10 der Probe 600-RF10 (aus Referenz)**

Probe aus Referenz (0,6% C)	HV 10	HV 10 $\bar{x}$	HV 10 $\sigma$
1	120	120	3
2	122		
3	117		

**Tabelle 107: Vickershärte HV 10 der Probe 600-BF4 (aus C-Masteralloypulver auf 0,6% C)**

Probe aus C- Masteralloypulver (auf 0,6% C)	HV 10	HV 10 $\bar{x}$	HV 10 $\sigma$
1	112	112	1
2	113		
3	112		

**Tabelle 108: Vickershärte HV 10 der Probe 600-BF10 (aus C-Masteralloypulver auf 0,6% C)**

Probe aus C- Masteralloypulver (auf 0,6% C)	HV 10	HV 10 $\bar{x}$	HV 10 $\sigma$
1	125	125	1
2	125		
3	126		

**Tabelle 109: Vickershärte HV 10 der Probe 600-1D (aus Rekristall. gegl. Pulver auf 0,6% C)**

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	HV 10	HV 10 $\bar{x}$	HV 10 $\sigma$
1	119	119	0
2	118		
3	119		

**Tabelle 110: Vickershärte HV 10 der Probe 600-7D (aus Rekristall. gegl. Pulver auf 0,6% C)**

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	HV 10	HV 10 $\bar{x}$	HV 10 $\sigma$
1	136	139	2
2	141		
3	140		

Tabelle 111: Vickershärte HV 10 der Probe 1200-R2 HWC (aus Referenz)

Probe aus Referenz (0,6% C)	HV 10	HV 10 $\bar{x}$	HV 10 $\sigma$
1	132	131	1
2	130		
3	131		

Tabelle 112: Vickershärte HV 10 der Probe 1200-R7 HWC (aus Referenz)

Probe aus Referenz (0,6% C)	HV 10	HV 10 $\bar{x}$	HV 10 $\sigma$
1	155	149	5
2	144		
3	148		

Tabelle 113: Vickershärte HV 10 der Probe 1200-B1 HWC (aus C-Masteralloypulver auf 0,6% C)

Probe aus C- Masteralloypulver (auf 0,6% C)	HV 10	HV 10 $\bar{x}$	HV 10 $\sigma$
1	144	145	1
2	145		
3	146		

Tabelle 114: Vickershärte HV 10 der Probe 1200-B7 HWC (aus C-Masteralloypulver auf 0,6% C)

Probe aus C- Masteralloypulver (auf 0,6% C)	HV 10	HV 10 $\bar{x}$	HV 10 $\sigma$
1	157	157	6
2	163		
3	151		

Tabelle 115: Vickershärte HV 10 der Probe 1200-D1 HWC (aus Rekristall. gegl. Pulver auf 0,6% C)

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	HV 10	HV 10 $\bar{x}$	HV 10 $\sigma$
1	152	152	1
2	151		
3	151		

Tabelle 116: Vickershärte HV 10 der Probe 1200-D10 HWC (aus Rekristall.gegl. Pulver auf 0,6% C)

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	HV 10	HV 10 $\bar{x}$	HV 10 $\sigma$
1	163	161	2
2	159		
3	160		

Tabelle 117: Vickershärte HV 10 der Probe 1200-R1 (aus Referenz)

Probe aus Referenz (0,6% C)	HV 10	HV 10 $\bar{x}$	HV 10 $\sigma$
1	134	132	2
2	131		
3	132		

Tabelle 118: Vickershärte HV 10 der Probe 1200-R4 (aus Referenz)

Probe aus Referenz (0,6% C)	HV 10	HV 10 $\bar{x}$	HV 10 $\sigma$
1	147	147	2
2	148		
3	147		

Tabelle 119: Vickershärte HV 10 der Probe 1200-B1 (aus C-Masteralloypulver auf 0,6% C)

Probe aus C- Masteralloypulver (auf 0,6% C)	HV 10	HV 10 $\bar{x}$	HV 10 $\sigma$
1	134	136	2
2	138		
3	137		

Tabelle 120: Vickershärte HV 10 der Probe 1200-B4 (aus C-Masteralloypulver auf 0,6% C)

Probe aus C- Masteralloypulver (auf 0,6% C)	HV 10	HV 10 $\bar{x}$	HV 10 $\sigma$
1	148	147	2
2	144		
3	147		

Tabelle 121: Vickershärte HV 10 der Probe 1200-D1 (aus Rekristall. gegl. Pulver auf 0,6% C)

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	HV 10	HV 10 $\bar{x}$	HV 10 $\sigma$
1	149	151	2
2	152		
3	151		

Tabelle 122: Vickershärte HV 10 der Probe 1200-D4 (aus Rekristall.gegl. Pulver auf 0,6% C)

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	HV 10	HV 10 $\bar{x}$	HV 10 $\sigma$
1	157	154	3
2	155		
3	150		

## 6.4. C-Analyse

**Tabelle 123: C-Gehalt der Probe 600-RF4 (aus Referenz)**

Probe aus Referenz (0,6% C)	C-Gehalt / Masse%	$\bar{x}_{C-Gehalt} /$ Masse%	$\sigma_{C-Gehalt} /$ Masse%
1	0,536	<b>0,529</b>	0,006
2	0,528		
3	0,524		

**Tabelle 124: C-Gehalt der Probe 600-RF10 (aus Referenz)**

Probe aus Referenz (0,6% C)	C-Gehalt / Masse%	$\bar{x}_{C-Gehalt} /$ Masse%	$\sigma_{C-Gehalt} /$ Masse%
1	0,511	<b>0,511</b>	0,009
2	0,520		
3	0,502		

**Tabelle 125: C-Gehalt der Probe 600-BF4 (aus C-Masteralloypulver auf 0,6% C)**

Probe aus C- Masteralloypulver (auf 0,6% C)	C-Gehalt / Masse%	$\bar{x}_{C-Gehalt} /$ Masse%	$\sigma_{C-Gehalt} /$ Masse%
1	0,549	<b>0,549</b>	0,001
2	0,549		
3	0,550		

**Tabelle 126: C-Gehalt der Probe 600-BF10 (aus C-Masteralloypulver auf 0,6% C)**

Probe aus C- Masteralloypulver (auf 0,6% C)	C-Gehalt / Masse%	$\bar{x}_{C-Gehalt} /$ Masse%	$\sigma_{C-Gehalt} /$ Masse%
1	0,537	<b>0,535</b>	0,002
2	0,534		
3	0,534		

**Tabelle 127: C-Gehalt der Probe 600-1D (aus Rekristall. gegl. Pulver auf 0,6% C)**

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	C-Gehalt / Masse%	$\bar{x}_{C-Gehalt} /$ Masse%	$\sigma_{C-Gehalt} /$ Masse%
1	0,579	<b>0,579</b>	0,003
2	0,582		
3	0,576		

**Tabelle 128: C-Gehalt der Probe 600-7D (aus Rekristall. gegl. Pulver auf 0,6% C)**

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	C-Gehalt / Masse%	$\bar{x}_{C-Gehalt} /$ Masse%	$\sigma_{C-Gehalt} /$ Masse%
1	0,569	<b>0,567</b>	0,002
2	0,565		
3	0,566		

**Tabelle 129: C-Gehalt der Probe 1200-R2 HWC (aus Referenz)**

Probe aus Referenz (0,6% C)	C-Gehalt / Masse%	$\overline{x_{C-Gehalt}}$ / Masse%	$\sigma_{C-Gehalt}$ / Masse%
1	0,526	<b>0,528</b>	0,003
2	0,526		
3	0,532		

**Tabelle 130: C-Gehalt der Probe 1200-R7 HWC (aus Referenz)**

Probe aus Referenz (0,6% C)	C-Gehalt / Masse%	$\overline{x_{C-Gehalt}}$ / Masse%	$\sigma_{C-Gehalt}$ / Masse%
1	0,525	<b>0,521</b>	0,005
2	0,516		
3	0,523		

**Tabelle 131: C-Gehalt der Probe 1200-B1 HWC (aus C-Masteralloypulver auf 0,6% C)**

Probe aus C- Masteralloypulver (auf 0,6% C)	C-Gehalt / Masse%	$\overline{x_{C-Gehalt}}$ / Masse%	$\sigma_{C-Gehalt}$ / Masse%
1	0,521	<b>0,523</b>	0,014
2	0,511		
3	0,538		

**Tabelle 132: C-Gehalt der Probe 1200-B7 HWC (aus C-Masteralloypulver auf 0,6% C)**

Probe aus C- Masteralloypulver (auf 0,6% C)	C-Gehalt / Masse%	$\overline{x_{C-Gehalt}}$ / Masse%	$\sigma_{C-Gehalt}$ / Masse%
1	0,515	<b>0,518</b>	0,003
2	0,520		
3	0,518		

**Tabelle 133: C-Gehalt der Probe 1200-D1 HWC (aus Rekristall. gegl. Pulver auf 0,6% C)**

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	C-Gehalt / Masse%	$\overline{x_{C-Gehalt}}$ / Masse%	$\sigma_{C-Gehalt}$ / Masse%
1	0,549	<b>0,542</b>	0,007
2	0,541		
3	0,536		

**Tabelle 134: C-Gehalt der Probe 1200-D10 HWC (aus Rekristall. gegl. Pulver auf 0,6% C)**

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	C-Gehalt / Masse%	$\overline{x_{C-Gehalt}}$ / Masse%	$\sigma_{C-Gehalt}$ / Masse%
1	0,503	<b>0,500</b>	0,004
2	0,500		
3	0,496		

Tabelle 135: C-Gehalt der Probe 1200-R1 (aus Referenz)

Probe aus Referenz (0,6% C)	C-Gehalt / Masse%	$\overline{x_{C-Gehalt}}$ / Masse%	$\sigma_{C-Gehalt}$ / Masse%
1	0,437	<b>0,425</b>	0,010
2	0,419		
3	0,420		

Tabelle 136: C-Gehalt der Probe 1200-R4 (aus Referenz)

Probe aus Referenz (0,6% C)	C-Gehalt / Masse%	$\overline{x_{C-Gehalt}}$ / Masse%	$\sigma_{C-Gehalt}$ / Masse%
1	0,436	<b>0,445</b>	0,010
2	0,443		
3	0,456		

Tabelle 137: C-Gehalt der Probe 1200-1B (aus C-Masteralloypulver auf 0,6% C)

Probe aus C- Masteralloypulver (auf 0,6% C)	C-Gehalt / Masse%	$\overline{x_{C-Gehalt}}$ / Masse%	$\sigma_{C-Gehalt}$ / Masse%
1	0,503	<b>0,499</b>	0,017
2	0,514		
3	0,481		

Tabelle 138: C-Gehalt der Probe 1200-4B (aus C-Masteralloypulver auf 0,6% C)

Probe aus C- Masteralloypulver (auf 0,6% C)	C-Gehalt / Masse%	$\overline{x_{C-Gehalt}}$ / Masse%	$\sigma_{C-Gehalt}$ / Masse%
1	0,487	<b>0,485</b>	0,004
2	0,488		
3	0,480		

Tabelle 139: C-Gehalt der Probe 1200-1D (aus Rekristall. gegl. Pulver auf 0,6% C)

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	C-Gehalt / Masse%	$\overline{x_{C-Gehalt}}$ / Masse%	$\sigma_{C-Gehalt}$ / Masse%
1	0,556	<b>0,563</b>	0,009
2	0,560		
3	0,573		

Tabelle 140: C-Gehalt der Probe 1200-4D (aus Rekristall. gegl. Pulver auf 0,6% C)

Probe aus Rekristall. gegl. Pulver (auf 0,6% C)	C-Gehalt / Masse%	$\overline{x_{C-Gehalt}}$ / Masse%	$\sigma_{C-Gehalt}$ / Masse%
1	0,535	<b>0,541</b>	0,009
2	0,537		
3	0,552		