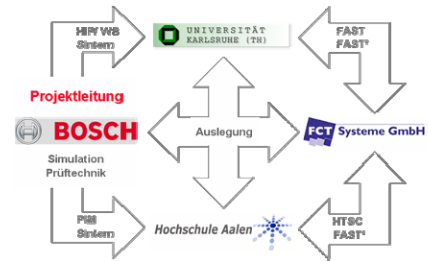


Federführer:

Robert Bosch GmbH  
Forschung und Vorentwicklung – Werkstoffe  
Postfach 10 60 50  
70049 Stuttgart



## **Neue Werkstoffsysteme für höchste Druckbeanspruchung in Hydraulikkomponenten – HPMat**

### **Abschlussbericht (Gesamtbericht aller Verbundpartner)**

Förderkennzeichen: 03X3509

Laufzeit des Vorhabens: 01.07.2006-31.12.2009

Berichtszeitraum: 01.07.2006-31.12.2009

Hauptsächlich beteiligte wissenschaftliche Mitarbeiter:

#### **Robert Bosch GmbH (RB)**

Antje Winkelmann (Projektleitung)  
Gaetan Deromelaere  
Arne Huber  
Ulrich Koblmiller

#### **FCT Systeme GmbH (FCT)**

Dr. Jürgen Hennicke (Projektleitung)  
Heinz U. Kessel  
Tobias Kessel

#### **Institut für Keramik im Maschinenbau (IKM), KIT**

Prof. Dr. Michael J. Hoffmann (Projektleitung)  
Dr. Rainer Oberacker  
Sebastian Schwarz

#### **Hochschule Aalen (HTW)**

Dr. Alwin Nagel (Projektleitung)  
Dirk Staudenecker  
Sébastien Reymann

Datum: 25.06.2010

Verteiler: Mitarbeiter; PTJ Hr. Haag; Bosch: Hr. Borak, Dr. Selten, Dr. Barth

Unterschrift:

## Inhaltsübersicht

<b>1. Kurzdarstellung</b>	<b>3</b>
1.1 Aufgabenstellung	3
1.2 Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde	3
1.3 Planung und Ablauf des Vorhabens	5
1.4 Wissenschaftlicher und technischer Stand zum Projektstart	6
1.4.1 Dieseleinspritztechnik	
1.4.2 Pulverspritzgießen (PIM)	
1.4.3 SPS/FAST-Technologie	
1.4.4 Hochtemperatur-Squeeze-Casting (HTSC)	
1.4.5 Kavitations-Verschleißverhalten	
1.5 Verwendete Fachliteratur	9
1.6 Zusammenarbeit mit anderen Stellen	10
<b>2. Ausführliche Projekt-Darstellung</b>	<b>10</b>
2.1 Erzielte Ergebnisse	10
2.1.1 Robert Bosch GmbH	
2.1.2 Institut für Keramik im Maschinenbau, KIT	
2.1.3 FCT Systeme GmbH	
2.1.4 Hochschule Aalen	
2.2 Voraussichtlicher Nutzen, Verwertbarkeit der Ergebnisse	70
2.2.1 Robert Bosch GmbH	
2.2.1 FCT Systeme GmbH	
2.2.3 Hochschule Aalen	
2.2.4 Institut für Keramik im Maschinenbau, KIT	
2.3 Während der Durchführung des Vorhabens dem Zuwendungs- empfänger bekannt gewordene Ergebnisse Dritter	72
2.4 Erfolgte und geplante Veröffentlichungen des Ergebnisses	72
2.4.1 Bereits erfolgte Veröffentlichungen	
2.4.2 Geplante Veröffentlichungen	
<b>3. Erfolgskontrollbericht</b>	<b>72</b>

# 1. Kurzdarstellung

## 1.1 Aufgabenstellung

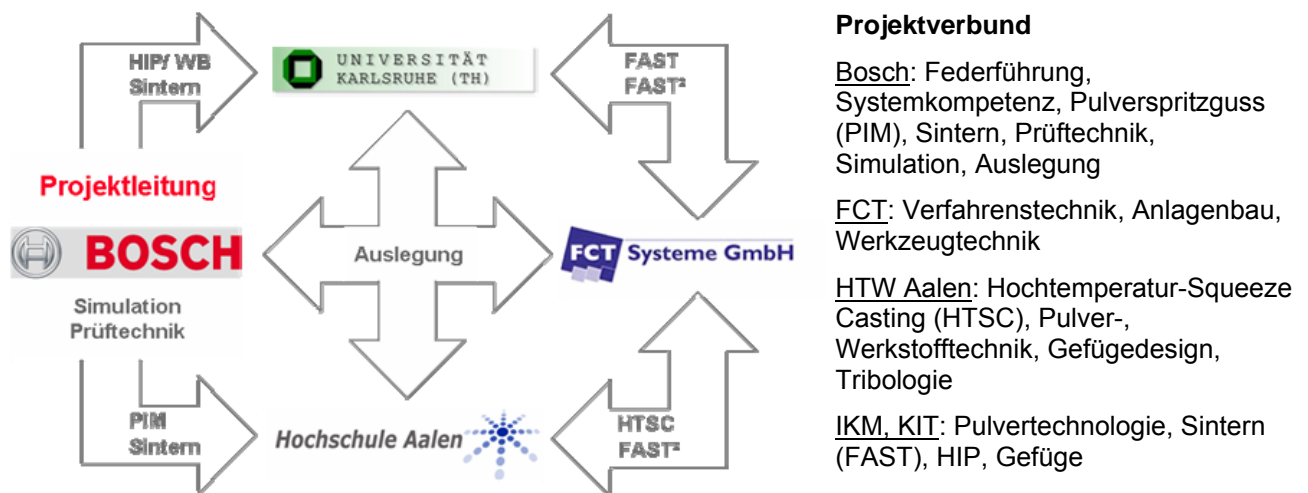
Zur Erreichung der zukünftigen Abgasnormen für Dieselfahrzeuge in Europa und den USA und zur Schonung der fossilen Brennstoffvorräte ist eine signifikante Reduktion der Emissionen und des Verbrauchs unabdingbar. Eine wesentliche Schlüsseltechnologie zur Erreichung dieser Ziele ist die Beherrschung höchster Einspritzdrücke von 3000 bar und mehr. Mit konventionellen Werkstofflösungen ist eine weitere deutliche Drucksteigerung gegenüber dem Stand der Technik (2000 bar, Pkw Piezo-Common-Rail-Injektor 3. Generation) jedoch technisch nicht realisierbar.

Als Lösungsansatz sollten im Rahmen des Verbundprojekts hochfeste, verschleißbeständige Stahl-Hartstoff-Verbundwerkstoffsysteme erforscht werden, hergestellt über pulvertechnologische Verfahrenswege, wie Pulverspritzgießen (PIM) und Sparkplasmasintern (SPS, FAST), sowie preformbasierte Metall-Keramik-Verbundwerkstoffe (metal matrix composites, MMC), infiltriert mittels Hochtemperatur Squeeze Casting (HTSC).

Als Gesamtziel des Vorhabens sollte die Darstellbarkeit von Werkstoffverbunden mit zielführenden Eigenschaften abschließend mit dem Aufbau und der Hochdruck-Erprobung eines Demonstrators dokumentiert werden.

## 1.2 Voraussetzungen, unter denen das Vorhaben durchgeführt wurde

Das Forschungsvorhaben wurde als Verbundprojekt unter Federführung der Robert Bosch GmbH, Zentralbereich Forschung und Vorausentwicklung, in u.g. Konsortium durchgeführt:



**Abb. 1:** Übersicht Projektverbund HPMat

Aufgrund vorhergehender gemeinsamer Forschungsaktivitäten war bereits zum Projektstart eine starke Vernetzung der Partner untereinander gegeben.

Im Folgenden sind die wissenschaftlichen und technischen Qualifikationen der Verbundpartner zu Projektbeginn aufgeführt, die eine maßgebliche Voraussetzung zum Gelingen des Vorhabens darstellen:

Die *Robert Bosch GmbH* entwickelt als einer der Technologietreiber unter den Kfz-Zulieferern seit vielen Jahren Einspritzsysteme. Dabei wird auch bei Bosch der Weg zu immer höheren Einspritzdrücken verfolgt. Dementsprechend existieren ein umfassendes System-Know-How sowie die erforderlichen Schlüsselfähigkeiten zur Werkstoffentwicklung, Charakterisierung sowie zum Design und zur Auslegung von hoch beanspruchten Bauteilen. Darüber hinaus verfügt Bosch über umfangreiche Kenntnisse der Entwicklung, Herstellung und Auslegung keramischer Bauteile, da diese seit langem Bestandteil der Produktpalette (z.B. Zündkerze, Lambda-Sonde) sind. Auch im Bereich Metall-Matrix-Verbundwerkstoffe (MMC) kann Bosch langjährige Erfahrung vorweisen. In Kooperation mit der HTW Aalen werden Verfahren zur Herstellung, Materialanpassung und Gefügeoptimierung von Leichtmetall-MMCs entwickelt. Zur Charakterisierung dieser vielseitigen Materialklasse und Bewertung ihrer Zuverlässigkeit unter anwendungsgemäßen Bedingungen werden adäquate Untersuchungsmethoden etabliert.

Aufgrund der großen Anwendungsbreite von Stählen im gesamten Produktportfolio verfügt Bosch über umfangreiche Kenntnisse bezüglich Herstellverfahren, Materialeigenschaften und Auslegungsmethoden, sowohl für schmelz- als auch für pulvermetallurgische Werkstoffe. Dabei wird insbesondere an neuen, kostengünstigen Verfahren, wie beispielsweise dem Metallpulverspritzgießen, intensiv geforscht.

Die *FCT-Firmengruppe* hat eine mehr als 20jährige Erfahrung auf dem Gebiet der Sondermaschinen für die technische Keramik und Pulvermetallurgie. Innerhalb der Firmengruppe bearbeitet die FCT-Systeme GmbH Engineeringprojekte, insbesondere die Neuentwicklung innovativer Wärmebehandlungsanlagen, den Bau von Prototypen und Pilotserien bis hin zu schlüsselfertigen Produktionslinien. Eine wichtige projektbezogene Vorarbeit ist die sog. FAST-Sinteranlage (Field Assisted Sintering Technology). Ein Laborprototyp für Bauteile mit max. 80 mm Ø wurde im Rahmen eines EU-Projekts entwickelt (EU-FP5-“GROWTH”-Project N° GRD1-2001-40737 “Field Assisted Sintering Technology for the Densification of Nanostructured Powders and Fabrication of Functionally Graded Materials”). Die erfolgreiche EU-Forschung ist inzwischen in eine erste Kleinserie von Laboranlagen für den Bereich F&E eingeflossen (siehe IKM Uni Karlsruhe). Für eine industrielle Großserienanwendung ist ein neues Konzept FAST<sup>2</sup> zu entwickeln und umzusetzen.

Die *Hochschule Aalen* hat in mehreren wissenschaftlichen Forschungsprojekten intensiv Aluminium-Metall-Matrix-Verbundwerkstoffe (MMC) auf Basis der Preform-Infiltration hergestellt und charakterisiert. In einem laufenden Verbundprojekt mit vier weiteren institutionellen Partnern liegt die Projektleitung bei der Hochschule Aalen. Ergebnisse dazu zeigen, dass die bekannten herausragenden Eigenschaftskombinationen der MMC-Werkstoffe vor allem hinsichtlich Festigkeit und Tribologie auch unter höchst ökonomischer und ressourcenschonender Herstellung erzielt werden können. Ausgehend von diesen Leichtmetall-MMCs wird auch an höher schmelzenden Matrices geforscht. Erste Arbeiten zur Schmelzinfiltration von hoch reaktiven Titanmatrixverbundwerkstoffen liegen vor. Die Methodik der quantitativen Gefügeanalyse als Werkzeug für das Gefügedesign von neuen Materialien (Herstellungs-Gefüge-Eigenschaftskorrelation) wird intensiv angewandt und in verschiedenen Forschungsprojekten weiterentwickelt. Insbesondere hochfeste hochreine Stähle wurden in mehreren Forschungsvorhaben quantitativ charakterisiert und werkstofflich bewertet. Die vollautomatische Auswertung des Reinheitsgrads wird mit hoch auflösender optischer Mikroskopie und Elektronenmikroskopie weiterentwickelt. Tribologische messtechnische Kompetenzen zu Metallen und Verbundwerkstoffen wurden in Zusammenarbeit mit der Universität Karlsruhe bei der Charakterisierung von keramischen Komponenten für Benzin-Kraftstoffpumpen erweitert.

Das *Institut für Keramik im Maschinenbau (IKM)* des *Karlsruher Instituts für Technologie (KIT)* verfügt über eine langjährige Expertise im Bereich der Herstellung von Werkstoffen mit Hilfe pulvertechnischer Verfahren. Die derzeitigen Arbeiten konzentrierten sich auf keramische Werkstoffe und Keramik-Metall-Verbundwerkstoffe. Dabei wurden grundlegende Forschungsarbeiten zur Aufbereitung und Stabilisierung keramischer Suspensionen durchgeführt, als auch zur Verdichtung über druckloses Sintern und durch druckunterstützte Sinterverfahren. Die dem Institut zur Verfügung stehende heißisostatische Presse (HIP) ist mit einem selbst entwickelten Dilatometer ausgestattet, womit der Verdichtungsprozess bis zu Temperaturen von 2000 °C und Drücken von 200 MPa verfolgt werden kann. Darüber hinaus beschäftigt sich das IKM mit der mikrostrukturellen Charakterisierung durch optische Mikroskopie und Elektronenmikroskopie als auch mit der mechanischen Prüfung der hergestellten Werkstoffe und Komponenten. Im IKM ist damit die komplette Kette von der Pulveraufbereitung über die Verdichtung bis zur Charakterisierung vorhanden. Im Rahmen eines Sonderforschungsbereiches (SFB 483) werden so Untersuchungen zur Entwicklung keramischer Komponenten für eine Benzineinspritzpumpe durchgeführt. In Kooperation mit der HTW Aalen und anderen Partnern wird die Möglichkeit einer lokalen Verstärkung mit Metall-Keramik-Verbundwerkstoffen untersucht. Seit April 2005 steht dem Institut eine Spark-Plasma-Sinteranlage (FAST-Anlage) zur Verfügung, an der bis dato Sinteruntersuchungen an  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - und  $\text{Si}_3\text{N}_4$ -Keramiken durchgeführt wurden. Auf dem Gebiet der PM-Stähle gibt es aus früheren Arbeiten starke Kompetenzen, auch speziell zu hartstoffhaltigen Sinterstählen.

### 1.3 Planung und Ablauf des Vorhabens

Das Verbundvorhaben war in drei Projektphasen gegliedert:

- 1. Projektjahr: Basisentwicklung, Designfestlegung, Aufbau Anlagentechnik
- 2. Projektjahr: Exemplarischer Nachweis der Realisierbarkeit von Werkstoffverbunden mit zielführenden Eigenschaften
- 3. Projektjahr: Aufbau und Hochdruck-Erprobung des Demonstrators, abschließende Bewertung des technischen und wirtschaftlichen Nutzens

Aufgrund unerwarteter technischer Schwierigkeiten bei der Umsetzung der Arbeitspakete AP10 „Anlagenbau HTSC und Werkzeugtechnik“ und AP26 „Darstellung und Hochdruck-Erprobung von Demonstrator“ (s.u.) und zeitlicher Verzögerung unmittelbar damit verbundener Arbeitspakete wurde im Einvernehmen aller Projektpartner und mit Zustimmung seitens BMBF das Verbundprojekt zuwendungsneutral um sechs Monate verlängert.

Der Arbeitsplan umfasste die anwendungstechnische Auslegung des Demonstratorbauteils und die daraus abgeleiteten Werkstoff- und Verfahrensanforderungen. Stahl-Hartstoff-Verbundwerkstoffsysteme sollten entsprechend dieser Vorgaben maßgeschneidert werden. Abb. 2 gibt einen Überblick über die im Verbundprojekt untersuchten Werkstoffvarianten und Verfahrensrouten.

Unter Berücksichtigung der in Abschnitt 1.2 aufgeführten Kompetenzen der einzelnen Projektpartner wurden die Arbeitspakete entsprechend der Projektziele ausgestaltet, wie in Tabelle 1 zusammengefasst.




Werkstoffvarianten	Dispersionswerkstoff	Stahl-MMC	Inlay-Verbund
	Stahl + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , ZrO <sub>2</sub> , WC, TiC, TiB <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -, TiN-Preforms infiltriert mit Stahl	Stahl mit höchstem Inlay (Hartmetall, ZrO <sub>2</sub> )
Verfahrensrouten	FAST, PIM	HTSC	FAST, PIM, HTSC
Morphologie (schematisch)			

Abb. 2: Übersicht untersuchter Werkstoff- und Verfahrensvarianten

Tabelle 1: Übersicht Arbeitspakete und Verantwortlichkeiten

AP	Arbeitspaket-Beschreibung	Verantwortung
AP1	Grundsatzuntersuchungen Stabilität Stahl-/Hartstoff-Verbunde	IKM
AP2	Tribometrie Basiswerkstoffe, Hartstoffe, Verbunde	HTW
AP3	Mechan. Charakterisierung von Basiswerkstoffen/Dispersionen	RB
AP4	Vorauslegung, Beanspruchungsanalysen	RB
AP5	Basiswerkstoff Stahl für HTSC	HTW
AP6	Verfahrenstechnik und Anlagenauslegung HTSC	HTW
AP7	Verdichtung von Dispersionswerkstoffen	IKM
AP8	Darstellung von Stahl-/Hartstoff-Verbunden durch Cosintern	IKM
AP9	Verfahrensentwicklung und Aufbau FAST <sup>2</sup> -Anlage	FCT
AP10	Anlagenbau HTSC und Werkzeugtechnik	FCT
AP11	Basiswerkstoff Hartstoff	RB
AP12	Anlagentechnik und Basiswerkstoff Stahl für PIM	RB
AP13	Prüf- und Auslegungsmethoden für Werkstoffverbunde	RB
AP14	Darstellung Werkstoffverbund (Preform/Inlay) mittels HTSC	HTW
AP15	Darstellung von Stahl-/Hartstoff-Verbunden mittels FAST	IKM
AP16	Darstellung Werkstoffverbund mittels FAST <sup>2</sup> -Anlage	FCT
AP17	Darstellung Werkstoffverbund mittels PIM	RB
AP18	Gefügedesign/ -bewertung von Werkstoffverbunden	HTW
AP19	Bewertung anwendungsrelevanter Eigenschaften	RB
AP20	Untersuchungen zum Einfluss der Stahlmatrix	IKM
AP21	Wärmebehandlung von Stählen im Werkstoffverbund	HTW
AP22	Werkstoff- und Verfahrenstechnik für konturnahes HTSC	HTW
AP23	Druckunterstützte Nachverdichtung von Werkstoffverbunden	IKM
AP24	Darstellung eines vereinfachten Demonstrators mittels FAST <sup>2</sup>	FCT
AP25	Werkstoff-/ und Verfahrensoptimierung für PIM	RB
AP26	Darstellung und Hochdruck-Erprobung von Demonstrator	RB
AP27	Anwendungsbewertung für Werkstoffverbunde	RB
AP28	Bewertung Ressourcen-, Kosteneffizienz, Robustheit Verfahren	alle

## 1.4 Wissenschaftlicher und technischer Stand zum Projektstart

### 1.4.1 Dieseleinspritztechnik

Die Notwendigkeit der Reduzierung von Kraftstoffverbrauch und Emissionen hat inzwischen zur Realisierung von Einspritzdrücken über 2000 bar geführt. So hat das Pumpe-Düse (PD) Einspritzsystem im neuen VW Passat 2,0 l-Dieselmotor (125 kW) einen Spitzendruck von 2200 bar. Ein PD-System integriert Einspritzpumpe und -düse in einem Bauteil. Die Nockenwelle treibt dabei mit einem Rollenkipphel den Pumpenkolben an. Das zweite wichtige Einspritzsystem ist das Common-Rail-System. Hier sind seit dem Jahr 2003 Systeme

mit 1600 bar Raildruck in Serie. Über Entwicklungen hin zu 2000 bar wurde berichtet [KAM-05].

Das maximal erreichbare Druckniveau ist vor allem durch die Grenzen der Festigkeit gegeben. Darüber hinaus sind steigende Systemdrücke auch mit weiteren Herausforderungen verbunden, welche zu berücksichtigen sind. So wird im Zusammenhang mit Common-Rail-Systemen eine zunehmende Beanspruchung des Düsensitzes beschrieben, welche aus dem angestiegenen Systemdruck alleine nicht zu erklären ist. Es bestand schon früh die Hypothese, dass die Ursache in Druckschwingungen im System liegt, die durch die Einspritzungen selbst verursacht werden. Dementsprechend müssen bei der Evaluierung von neuen Werkstoffsystemen für Hochdrucksysteme auch Verschleißphänomene analysiert werden. In diesem Zusammenhang sind insbesondere Kavitationsprozesse in Hochdruckleitungen zu betrachten. Insgesamt ist zu resümieren, dass heutige Werkstoffkonzepte wie hochreine Stähle auf der Basis von 100Cr6 für Spitzendrücke jenseits von 3000 bar nicht geeignet sind.

#### **1.4.2 Pulverspritzgießen (PIM)**

Dieses Verfahren ist insbesondere für die Massenfertigung kleiner, komplex geformter Teile interessant. Werkstoffseitig werden derzeit vorrangig Stähle (MIM: metal injection moulding) und Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Keramiken (CIM: ceramic injection moulding) verarbeitet. Darüber hinaus findet PIM bei weiteren Metallen, Keramiken und auch Hartmetallen Anwendung [ZAU-05]. Neben der Frage der maximal erreichbaren Verdichtung, welche maßgeblich von der Charakteristik der eingesetzten Pulver abhängt (teilweise durch Patente geschützt [BAU-99]), ist vor allem die der einstellbaren Maßhaltigkeit von PIM-Teilen von großer Bedeutung. Als Stand der Technik werden gegenwärtig Toleranzen von +/- 0,3 % der Bauteilabmessung angesehen [HEA-04]. Es wurde jedoch auch schon über Maßabweichungen von lediglich +/- 0,15 % berichtet [VON-98], welche damit nahe an die in der konventionellen Pulvertechnik (Pulvertrocknenpressen, Sintern, Kalibration) übliche Präzision von +/- 0,1 % heranreicht. Die Hauptursache der Dimensionsschwankungen liegt bei PIM in der Variation der Teilchengrößenverteilung der Ausgangspulver. Diese führen zu Schwankungen sowohl in der Gründichte des gespritzten Teils als auch in der Sinteraktivität und damit zu unterschiedlicher Sinterschwindung [HEA-04]. Daneben spielt auch die Wahl der Plastifizierer und die Feedstockaufbereitung eine wesentliche Rolle [ZAU-04]. Hier werden in der Regel keine Mischungen patentrechtlich geschützt, da sonst die Rezeptur offen gelegt werden müsste, aber am fertigen Erzeugnis dies nicht mehr nachgewiesen werden kann. Daher werden normalerweise nur Bauteile, teilweise die dazugehörigen Werkstoffe, patentiert [BAT-95].

#### **1.4.3 SPS/FAST-Technologie**

FAST/SPS ist ein von FCT entwickeltes, hochmodernes Spark-Plasma-Sinterverfahren, das aus dem konventionellen Heißpressen abgeleitet wurde. Der Hauptvorteil des Spark-Plasma-Sinterverfahrens FAST/SPS liegt in der schnellen Verdichtung von Pulvern, wodurch sich deutlich verbesserte und sogar völlig neuartige Materialien herstellen lassen. Hierbei wurde eine große Bandbreite verschiedener Materialien von Metallen, Legierungen und intermetallischen Verbindungen über Boride, Karbide, Nitride, Silizide und Oxide bis hin zu allen denkbaren Gemischen und Systemen spezieller Materialien untersucht. SPS/FAST-Untersuchungen wurden unter anderem an Nickel-Nanopulver (Partikelgröße ca. 100 nm) durchgeführt und zeigten, dass bei der Verdichtung eines metallischen Pulvers ein Werkstoff mit extrem feinkörnigem Gefüge (150 – 250 nm Korngröße) entsteht. Daneben ermöglicht das Verfahren die einfache Einstellung von Temperaturgradienten innerhalb des Sinterkörpers während der Verdichtung. Dies erlaubt die Herstellung von Gradienten- und

Schichtwerkstoffen mit stark voneinander abweichenden Eigenschaften und Sintertemperaturen.

Obwohl die meisten Ergebnisse aus wissenschaftlichen Untersuchungen stammen, zeigen sie vielversprechende und interessante Möglichkeiten zur Nutzung im Rahmen von industriellen Herstellungsverfahren. Im Gegensatz zu wissenschaftlichen Untersuchungen sind im Rahmen einer industriellen Fertigung allerdings geeignete und individuell abgestimmte Anlagen zur Realisierung eines Herstellungsverfahrens mit optimaler Kosteneffizienz erforderlich. Der industrielle Erfolg des FAST/SPS-Verfahrens hängt entscheidend von der Verfügbarkeit entsprechend optimierter Anlagen ab.

#### **1.4.4 Hochtemperatur-Squeeze-Casting (HTSC)**

Squeeze Casting ist ein Gießverfahren, das bei Leichtmetallguss zur Herstellung von werkstofflich hochwertigen Bauteilen und für Verbundwerkstoffsysteme (Faser- und Partikelverstärkung) bekannt ist. Bei gemäßigt schneller, möglichst laminarer Formfüllung werden hohe Drücke von 10 bis über 100 MPa angewandt. Die kontrollierte Formfüllung und die verfahrensbedingt sehr schnellen Abkühlraten führen zu sehr feinkörnigen Gefügen. Ein Verfahren zur Herstellung solcher sehr feinkörniger Aluminiumlegierungen ist in [DUR-03] patentiert. Hierbei wird eine niedrig temperierte Aluminiumschmelze in einem evakuierten Presswerkzeug mit einem Gießdruck von bis zu 140 MPa vergossen.

Hochtemperatur Squeeze Casting (HTSC) bei über 1000 °C wird bisher fast ausschließlich als Entwicklungsverfahren betrieben. Für die industrielle Fertigung von Elektromotorrotoren ist ein Verfahren patentiert, bei welchem elektrolytisches Kupfer bei ca. 1000 °C in einem nicht evakuierten Graphit-Presswerkzeug mit einem Druck von ca. 150 MPa vergossen wird [THI-94]. Durch die hohen Abkühlraten im Squeeze Casting konnten sogar metallische Gläser mit herausragenden Werkstoffeigenschaften erzeugt werden [ZHA-98]. Auf Grund der Reaktivität des verwendeten Legierungstyps wird der komplette Prozess unter Hochvakuum durchgeführt [INO-00]. Auch bei Nickel-Basislegierungen konnten deutlich verbesserte Werkstoffeigenschaften im Vakuum-Druckguss erzielt werden. So zeigte sich gegenüber den konventionell eingesetzten Feingießverfahren eine um Faktor 10 geringere Korngröße. Dies kann unter gleich bleibender Qualität in einer Dauerform in größeren Stückzahlen reproduzierbar realisiert werden [LAR-98]. Die Standzeit der Dauerformen aus Standard-Warmarbeitsstählen ist jedoch durch die hohen Temperaturen begrenzt. Forschungsergebnisse aus der Elektromotorenfertigung zeigen jedoch, dass neue innovative Materialien für Dauerformen den thermischen Wechselbeanspruchungen bei Kupferdruckguss standhalten können [CDA-01]. Erste Versuche zum Druckguss von teilflüssigem Stahl (Thixogießen) wurden bei Temperaturen von 1300 °C erfolgreich durchgeführt [BRA-05]. Hierbei wurden eigens ein mehrteiliges Gießkammersystem und ein dem Gießprozess angepasster Gießkolben entwickelt und patentiert. Die Kombination aus den neuesten Erkenntnissen der Werkstoffforschung für Dauerformen und der dadurch ermöglichten kostengünstigen Herstellung von Stahl-Verbundwerkstoffen durch Druckinfiltration keramischer Vorformen im Druckguss wurde bisher nicht erforscht.

#### **1.4.5 Kavitations-Verschleißverhalten**

Die Verschleißerscheinungsformen bei Kavitation werden durch den Gefügestand des beanspruchten Werkstoffs maßgeblich beeinflusst. Bei polykristallinen Metallen ist ein Einfluss der unterschiedlichen Gitterorientierung auf die Kavitationsresistenz festzustellen, wobei Korngrenzen eine Behinderung darstellen [CZI-95]. Bei austenitischen Stählen konnte eine eindeutige Verbesserung der Kavitationsresistenz durch eine Reduzierung der Korngröße nachgewiesen werden [BER-05].



Keramische Werkstoffe zeigen ein Materialschädigungsverhalten mit einer primären Inkubationsphase, einem anschließenden progressiven Anstieg der Abtragsgeschwindigkeit bis sich schließlich eine konstante Abtragsrate einstellt. Es tritt zunächst eine Zerrüttung des Kristallverbundes ein. Wenn sich eine genügend hohe Zahl von Anrissen gebildet hat, tritt Materialabtrag auf. Die Mechanismen sind einerseits ein Versagen der Grenzflächen und andererseits transkristalline Brüche. Nicht allein die Härte der Keramik, sondern auch die Bruchzähigkeit beeinflusst das Kavitationsverhalten [PIL-66]. Dies konnte bei vergleichenden Untersuchungen am verbesserten Werkstoffverhalten von teilstabilisiertem Zirkonoxid gegenüber Aluminiumoxid gezeigt werden [PEN-88].

## 1.5 Verwendete Fachliteratur

- [BAT-95] Bata; George, T.: *Fuel injector armature assembly*. US Patent 5427319
- [BAU-99] Baum, L. W.; Wright, M.: *Composition and process for metal injection molding*. US Patent 5993507
- [BER-05] Bergilozzi, G.; Di Schinob, A.; Ahmeda, S. I.; Kennyb, J. M.; Haefke, H.: *Cavitation wear behaviour of austenitic stainless steels with different grain sizes*. Wear, 258 (1-4), 2005, 503-510
- [BRA-05] Bramann, H.; Afrath, C.; Fehlbier, M.; Bührig-Polaczek, A.: *Neue Wege für den Stahlguss – Thioxgießen*. Giesserei-Rundschau 52, Heft 1/2 (2005), 14-17
- [CDA-01] CDA-Copper Development Association: *Technology Transfer - The Die-Cast Copper Motor Rotor*. www.copper.org; 30.09.2003; 1-18
- [CHE-02] Cheng et al., Materials Letters 57 (2002), 969-974
- [CZI-95] Czichos, H.; Habig, K. H.: *Tribologie Handbuch*. Vieweg Verlag, 1992
- [DRU-03] Drury, P. E.; Evans, J. M.; Buckman, S. W.; Gibbs, R. N.: *Casting process*. Kanadisches Patent CA000002119566C, 2003
- [FAR-98] Farooque, M. et al.; Journal of Materials Science, vol. 33, (1998), 2927-2930
- [GUO-04] Guo, Z. t al.; Materials Science and Engineering, vol. A373, (2004), 10-20
- [HEA-04] Heaney, D.-F.; Zauner, R.; Binet, C.; Cowan, K.; Piemme, J.: *Variability of powder characteristics and their effect on dimensional variability of powder injection moulded components*. Powder Metallurgy 47 [1], (2004) 145-150
- [INO-00] Inoue, A.: *Mechanical properties of Zr-based bulk glassy alloys containing nanoscale compound particles*. Intermetallics 8, (5-6) , May 2000, 455-468
- [KAM-05] Kampmann, S. et al. (Robert Bosch GmbH): *Common Rail Systeme zur Erreichung künftiger EU-Emissionsstandards*. Tagungsband des 26. Internationalen Wiener Motorensymposium 2005, H. P. Lenz (Ed.), Fortschritt-Berichte VDI Reihe 12 Nr. 595, (2005), 229-245
- [KAP-04] Kapoor, R.; Batra, I.S.; Materials Science and Engineering, vol. A371, (2004), 324-334
- [LAR-98] Larsen, D.: *Vacuum Diecasting Yields Quality Parts*. Foundry Management and Technology February 1998, 43-47
- [LI-95] Li, X.; Yin, Z.; Materials Letters, Vol. 24, (2005), 239-242
- [PEN-88] Pennefather, R. C.; Hankey, S. E.; Hutchings, R.; Ball, A.: *Recent observations of the erosion of hard materials*. Materials Science and Engineering, 105-106 (2), 1988, 389-394
- [PER-04] Pereloma, E.V. et al.; Acta Materialia, vol. 52, (2004), 5589-5602
- [PIL-66] Piltz, H. H.: *Werkstoffzerstörung durch Kavitation*. VDI-Verlag Düsseldorf, 1966
- [SHA-00] Sha, W.; Scripta Materialia, Vol. 42, (2000)
- [STA-05] Stack und Jana, Tribology International 38 (2005), 995-1006

- [TAV-03] Tavares, S.S.M. et al.; Journal of Alloys and Compounds, 358, (2003), 152-156
- [THI-04] Thieman, T. H.; Kamm, R. J.: *Production of copper die cast rotors for electric motors*. US Patent US000005332026A, 1994
- [VON-98] Vonderohe, T.; Hauck, P.; McCabe T.; Hastrich, J.: *Dimensional tolerance control of PIM parts in production*. Advances in powder metallurgy and particulate materials, Vol.5, Princeton, NJ; MPIF, (1998), 49-57
- [WHI-95] Whitehouse und Clyne, Acta metall. Mater. ,Vol 43 (5),1995, 2107-2114
- [ZAU-04] Zauner, R. et al.: *Variability of feedstock viscosity and its correlation with dimensional variability of green powder injection moulded components*. Powder Metallurgy 47 (1), (2004), pp
- [ZAU-05] Zauner, R., Korb, G.: *Microstructured Components by Micro Powder Injection Moulding*. Proc. of the 16th Int. Plansee Seminar in Reutte, Austria, (2005), Volume 2, 59-68
- [ZHA-98] Zhang, T.; Inoue, A.: *Mechanical properties of Zr-Ti-Al-Ni-Cu bulk amorphous sheets prepared by squeeze casting*. Materials Transactions JIM 39 (12); DEC 1998, 1230-1237
- [ZHO-03] Zhou et al., Wear 255 (2003), 134-138.

## 1.6 Zusammenarbeit mit anderen Stellen

Über das Konsortium des Projektverbunds hinaus fand seitens Robert Bosch GmbH eine bilaterale Kooperation mit dem Fraunhofer Institut für Keramische Technologien und Systeme (IKTS) in Dresden statt.

Zu Beginn des Projekts wurde ein gemeinsamer Workshop zum Thema „Herstellung und Eigenschaften von Hartmetallen“ durchgeführt. Ziel war ein Abgleich von Stand der Technik und Wissenschaft und die Identifizierung möglicher Anknüpfungspunkte für eine weitere Kooperation. Infolgedessen wurde das IKTS wiederholt mit der Präparation von Hartmetallen für mechanische Charakterisierung und Kavitationsprüfungen, zum Teil in schwer zu fertigenden Sondergeometrien, beauftragt. Zudem wurden am IKTS Thermoanalysen durchgeführt, um das Entbinderungs- und Sinterverhalten verschiedener Hartmetallsorten untersuchen zu können.

## 2. Ausführliche Projekt-Darstellung

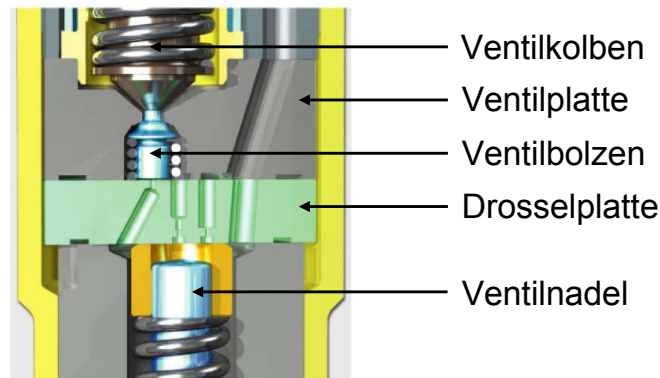
### 2.1 Erzielte Ergebnisse

#### 2.1.1 Robert Bosch GmbH

##### Simulation und Bauteilauslegung (AP26)

Projektziel ist der Nachweis der Darstellbarkeit von Werkstoffverbunden mit zielführenden Eigenschaften. Die Machbarkeit soll mit dem Aufbau eines Demonstrators dokumentiert werden. Dieser wird eine geometrisch vereinfachte Ventilplatte im Schaltventil eines Common Rail Piezoinjektors CRI3.x der Robert Bosch GmbH sein (Abb. 3). Die maßgeblichen anwendungsrelevanten Eigenschaften für das Bauteil im Betrieb sind die mechanische Stabilität und die Kavitationsbeständigkeit des Werkstoffs. Folgende Werkstoffe

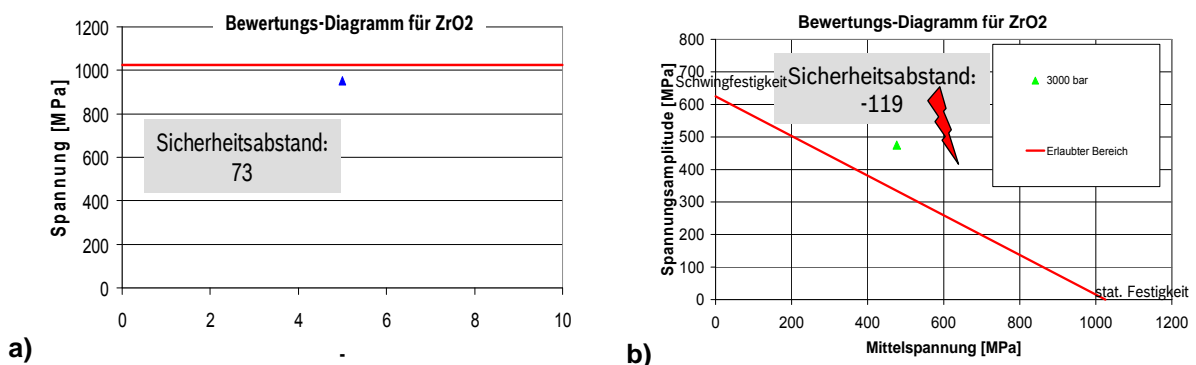
stehen zur Verfügung: Stähle (z.B. 100Cr6) als Metallmatrix und Hartstoffe (z.B. Keramiken oder Hartmetall) als Inlay im Bereich des Ventilbolzens, wo die Kavitationsbeständigkeit eine wichtige Rolle spielt.



**Abb. 3:** Schaltventil des Commonrail-Injektor-Systems

Um das Design des Demonstratorbauteils definieren zu können, wurde eine FEM-unterstützte Auswahl geeigneter Werkstoffkombinationen durchgeführt. Zur Bewertung der mechanischen Stabilität wurde sowohl die statische Festigkeit als auch die Schwingfestigkeit der Werkstoffe in Betracht gezogen. Ein simulatorischer Vergleich zwischen verschiedenen Inlay-Keramiken (z.B.  $\text{Al}_2\text{O}_3$  oder  $\text{ZrO}_2$ ) zeigt, dass  $\text{ZrO}_2$  hinsichtlich Beanspruchung und Beanspruchbarkeit die besten Eigenschaften erzielt. Beim Vergleich unterschiedlicher Inlay-Hartmetallwerkstoffe mit einer Ventilplatte aus 100Cr6-Stahl zeigten die Werkstoffe WC-20Co und WC-8Ni die besten Eigenschaften (ebenfalls hinsichtlich Beanspruchung und Beanspruchbarkeit) und erscheinen zielführend (siehe auch Abschnitt zur Materialcharakterisierung).

Am Beispiel des Werkstoffverbunds 100Cr6- $\text{ZrO}_2$  werden zwei unterschiedliche Konzepte zur Bewertung der mechanischen Festigkeit verglichen. Bei beiden Bewertungskonzepten wird der Stahl mit einem sogenannten Haigh-Diagramm, das sowohl die Steckgrenze als auch die Dauerfestigkeit berücksichtigt, bewertet.



**Abb. 4:** Bewertungsdiagramme für den Inlay-Werkstoff  $\text{ZrO}_2$  entsprechend den unterschiedlichen Bewertungskonzepten: a) Konzept A, b) Konzept B

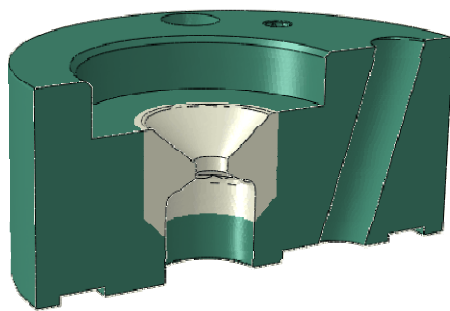
Beim Bewertungskonzept A (siehe Abb. 4 a)) werden die Spannungen des Inlay-Werkstoffs nur mit der statischen Festigkeit verglichen. Die auftretende Spannung liegt für diese Werkstoffkombination unterhalb der Festigkeit, d.h. im erlaubten Bereich. Beim Bewertungskonzept B (siehe Abb. 4 b)) werden bei der Bewertung des Inlay-Werkstoffs sowohl die statische Festigkeit als auch die Schwingfestigkeit bei  $10^9$  Zyklen verwendet. Dafür wurden Literaturwerte für die Schwingfestigkeit in der Bewertung benutzt. Die Spannungen im  $\text{ZrO}_2$ -Inlay liegen außerhalb des erlaubten Bereichs. Dies liegt an der geringen Schwingfestigkeit bei hoher Zyklenzahl, wodurch Inlays aus Keramik nach dem

verwendeten Bewertungskonzept mittels Haigh-Diagramm keine ausreichende Festigkeit aufweisen. Hingegen erscheint die Werkstoffkombination Stahl-Hartmetall hinsichtlich der mechanischen Stabilität zielführend.

Da der Demonstrator in einem Hochdruckprüfstand getestet werden soll, müssen die maßgeblichen Fertigungstoleranzen (oft bis zu  $2\ \mu\text{m}$ ) der Seriengeometrie eingehalten werden, um eine ausreichende Dichtigkeit von Ventilplatte und –bolzen zu gewährleisten.

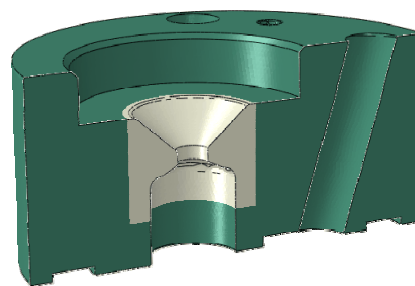
Für die FEM-basierte Bauteilauslegung der Ventilplatte mit Inlay wurden folgende Belastungsschritte angenommen: (1) Etablierung des Kontakts, (2) Abkühlung von Hochtemperatur auf Raumtemperatur, (3) Verpressen mit 27 kN, (4) Temperaturerhöhung von Raumtemperatur auf  $100\ \text{°C}$ , (5) Aufbringen der Bolzenlast, (6) Aufbringen des Hochdrucks von 3300 bar, (7) Aufbringen des Niederdrucks (entspricht 0 bar).

Es wurden zwei unterschiedliche Konfigurationen untersucht: die Ventilplatte aus 100Cr6 mit einem Inlay aus WC-8Ni-Hartmetall; hierbei wurden beim Inlay zwei unterschiedliche Winkel berücksichtigt,  $45^\circ$  und  $90^\circ$ , siehe Abb. 5 a) und b). Ein durchgehendes Inlay wurde bei der Designauswahl verworfen, da die Wandstärke des Inlays im Bereich der sog. Schrauben an der Unterseite der Ventilplatte zu dünn wäre. Die Simulationsberechnungen ergaben, dass bei einem  $45^\circ$ -Inlay verglichen mit einem  $90^\circ$ -Inlay keine signifikanten Unterschiede in der Spannungsverteilung auftreten.



Ventilplatte aus 100Cr6, Inlay aus N09

a): Ventilplatte mit  $45^\circ$ -Inlay

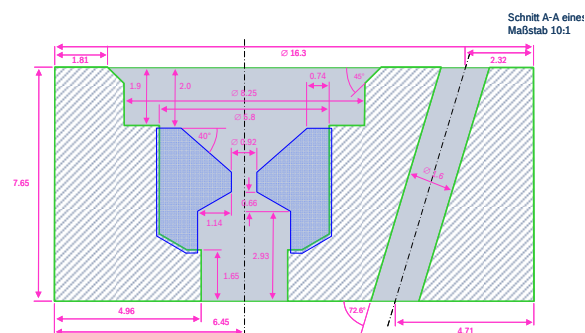


Ventilplatte aus 100Cr6, Inlay aus N09

b): Ventilplatte mit  $90^\circ$ -Inlay

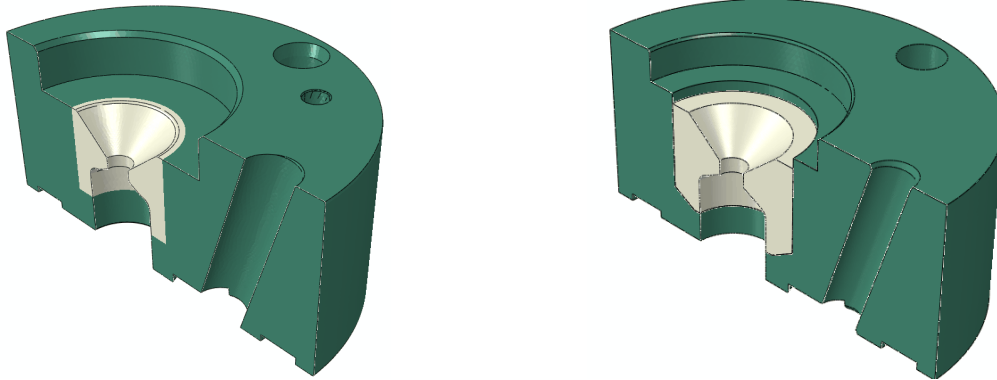
**Abb. 5:** FE-Modelle mit unterschiedlichen Inlay-Geometrien

Daher wurde der Abschlusswinkel nach fertigungstechnischen Überlegungen auf  $30^\circ$  festgelegt. Ferner zeigen die Simulationsergebnisse, dass bei den zwei untersuchten Varianten die relevanten Spannungen im erlaubten Bereich nah an der kritischen Zone liegen. Die Form des Stahl-Hartmetall-Rohlings für die Herstellung des Demonstrators ist in Abb. 6 illustriert.



**Abb. 6:** Form des Demonstratorrohlings

Die reale Geometrie des Demonstrators weicht leicht von der Geometrie der ursprünglichen Ventilplatte ab. 6 Unterschiede wurden festgestellt und sind in Abb. 7 a) und b) dargestellt: (1) Durchmesser der Hochdruckleitung, (2) Fase am Metallkorpus, (3) Übergang Inlay/Korpus, (4) Inlay-Geometrie, (5) Bolzen-Kontaktstelle, (6) Leckagebohrung. Aus der realen Geometrie wurde CAD-Daten erstellt, die als Basis für die Modellierung dienen.

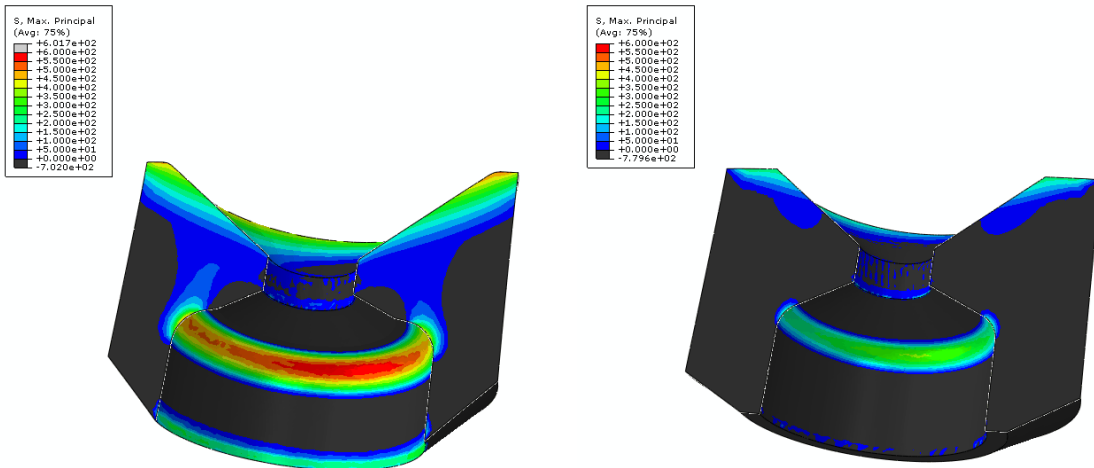


a): simulierte Demonstratorgeometrie

b): reale Demonstratorgeometrie

**Abb. 7:** Vergleich zwischen simulierter und realer Demonstratorgeometrie

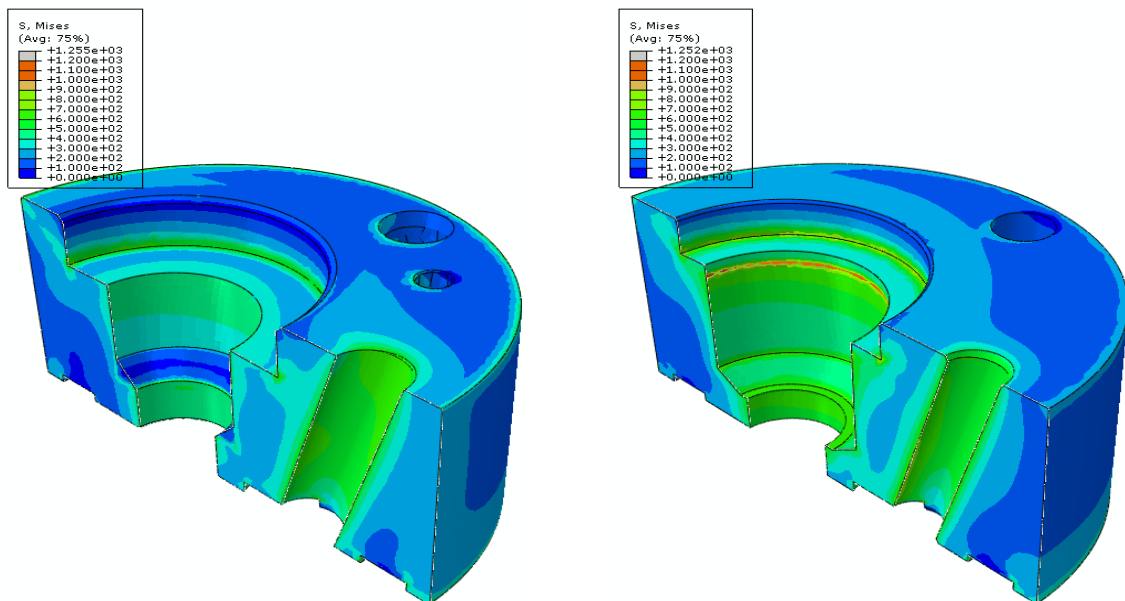
Aufgrund der unterschiedlichen Geometrien müssen die Beanspruchungen in der realen Geometrie neu bewertet werden. Die Beanspruchungen bei Hochdruck sind in Abb. 8 und Abb. 9 dargestellt.



a): ausgelegte Geometrie

b): reale Geometrie

**Abb. 8:** Vergleich der 1. Hauptspannung innerhalb des Inlays für die beiden Geometrien



a): ausgelegte Geometrie

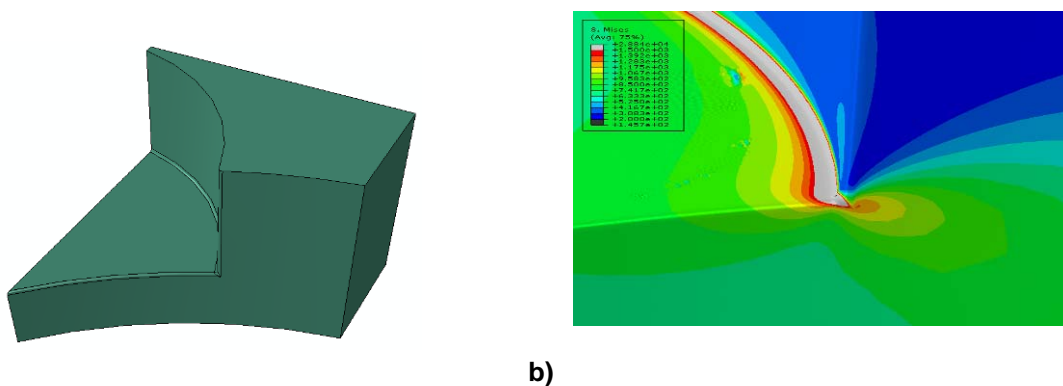
b): reale Geometrie

**Abb. 9:** Vergleich der Von-Mises-Spannung im Metallkorpus für die beiden Geometrien

Die Beanspruchung des HM-Inlays für die reale Geometrie ist kleiner als für die zunächst bei der Vorauslegung angenommen Geometrie (analog Serie). Dies liegt an der veränderten Bolzen-Kontaktstelle. Dadurch sinkt die Spannung an der unteren und oberen Seite des HM-Inlays. Die reale Geometrie ist damit weniger kritisch als die Seriengeometrie.

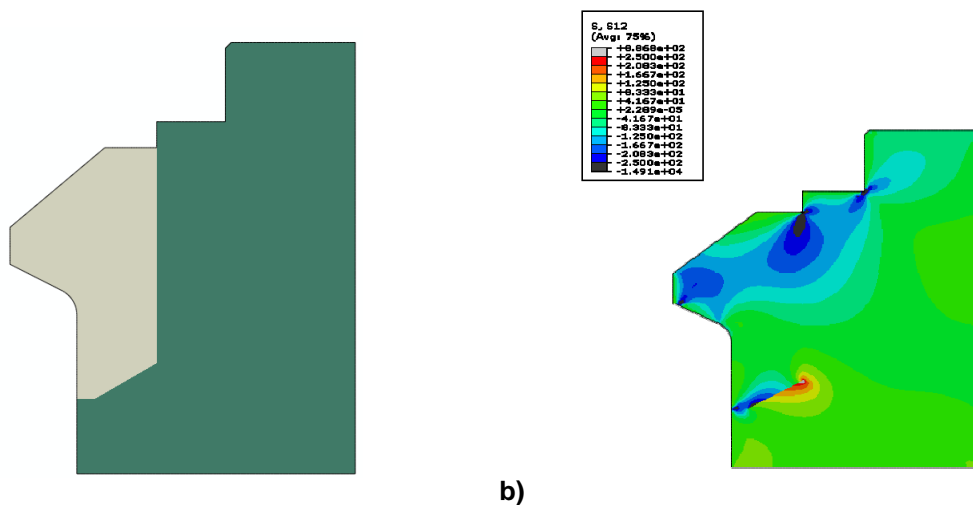
Der Metallkorpus aus 100Cr6 ist für die beiden Geometrien vergleichbar beansprucht. Es gibt in der realen Geometrie zwei kritischen Stellen für mögliche Ausfallursachen in der Hochdruckerprobung: (1) der Schraubenbereich auf der unteren Seite des Demonstratorbauteils, (2) die Grenzfläche zwischen Inlay / Korpus. Diese kritischen Stellen werden besonders betrachtet.

Zuerst werden die Spannungen in dem Schraubenbereich mittels eines Submodells untersucht. Die Ergebnisse des Submodells sind in Abb. 10 dargestellt. Die Spannungen liegen über der Streckgrenze von 100Cr6. Dies bedeutet, dass der Bereich kritisch ist und sehr wahrscheinlich ein Bruchsprung im Pulsversuch sein wird.



**Abb. 10:** Submodell (a) im Schraubenbereich sowie auftretende von-Mises-Spannungen (b)

Für die Untersuchung der Beanspruchung der Grenzfläche wird ein rotationssymmetrisches Modell aufgebaut, um das Bauteil nahe der Grenzfläche fein vernetzen zu können. Die Ergebnisse sind in Abb. 11 dargestellt. Die Scherspannungen liegen im Bereich der Grenzflächenfestigkeit, die im Rahmen des Projekts gemessen wurde (siehe Abschnitt Materialcharakterisierung). Daher ist zu erwarten, dass ein Versagen im Grenzflächenbereich während der Hochdruckerprobung auftreten kann. Daneben wurde auch der Schraubenbereich als kritische Stelle identifiziert. Bei den Hochdruckerprobungen zeigte sich, dass die Ventilplatten tatsächlich in diesen Bereichen versagen.



**Abb. 11:** Rotationssymmetrisches Modell zur Bewertung der Belastung der Grenzfläche (a) sowie auftretende Scherspannungen (b)

Am Ende des Projekts steht eine vorläufige Auslegungsmethodik zur Verfügung, um die Zuverlässigkeit von derartigen Verbundbauteilen betrachten zu können. Diese Auslegungsmethodik hat eine gute Übereinstimmung mit den Ergebnissen der Hochdruckerprobung für das Demonstratorbauteil ergeben.

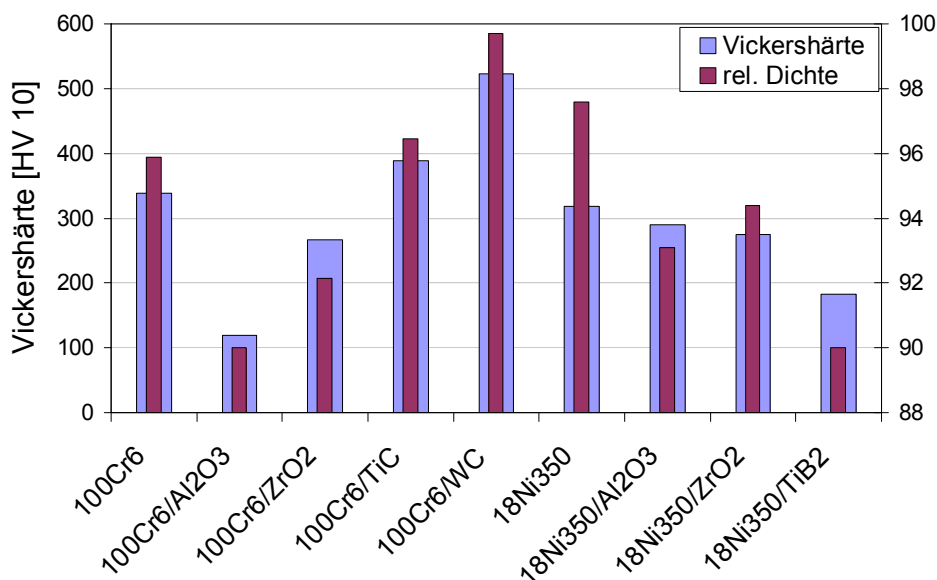
### Materialcharakterisierung (AP3, AP11, AP17, AP19, AP25)

#### *Dispersionswerkstoffe*

Dispersionswerkstoffe stellen einen Verbund aus einer metallischen Matrix sowie darin eingelagerten Hartstoffen dar. Das Ziel bei der Herstellung dieser Verbundwerkstoffe ist es vor allem, die Verschleißbeständigkeit gegenüber dem reinen Matrixwerkstoff zu erhöhen. Als Hartstoffe kommen hierbei Oxide, Nitride, Karbide oder Boride in Betracht, wobei auf die gegenseitige chemische Beständigkeit beider Werkstoffe geachtet werden muss. Für die Untersuchungen wurden die beiden hochfesten Stähle 100Cr6 und 18Ni350 in Kombination mit jeweils 15 Vol.% der folgenden Hartstoffen ausgewählt:

- 100Cr6 + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>, WC, TiC
- 18Ni350 + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>, TiB<sub>2</sub>

Die Herstellung der Proben erfolgte über das Pulverspritzgießverfahren sowie eine anschließende Sinterung unter Argon bzw. Wasserstoff. Bei den Dispersionswerkstoffen mit den oxidischen Hartstoffen (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub>) wurde sowohl bei 100Cr6 als auch bei 18Ni350 eine nur unvollständige Anbindung zwischen der Matrix und den eingelagerten Teilchen beobachtet, was zu einer geringeren Härte und relativen Dichte gegenüber dem reinen Matrixwerkstoff führt. Bei 18Ni350/TiB<sub>2</sub> fand hingegen eine starke Reaktion der Hartstoffpartikel mit der Matrix statt, wobei sich die TiB<sub>2</sub>-Teilchen größtenteils auflösen und stattdessen andere Phasen entstehen. Von den untersuchten Werkstoffen zeigten lediglich die beiden Kombinationen von 100Cr6 mit TiC und WC eine gute Anbindung der Partikel zur Matrix, eine hohe Verdichtung sowie eine höhere Härte als der Matrixwerkstoff (siehe Abb. 12).



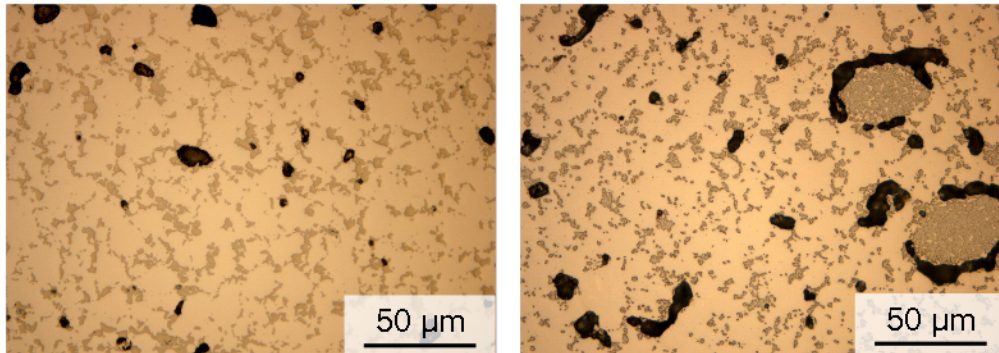
**Abb. 12:** Vickershärte und relative Dichte der hergestellten Dispersionswerkstoffe im Vergleich zu den reinen Matrixwerkstoffen 100Cr6 und 18Ni350 nach dem Sintern.

Diese beiden Dispersionswerkstoffe wurden daher in Hinblick auf ihre Festigkeit untersucht, wobei folgende Werte im bainitisierten Zustand ermittelt wurden:

- 100Cr6 + 15 Vol.% WC: Zugfestigkeit = 1282 ± 130 MPa

- 100Cr6 + 15 Vol.% TiC: Biegefestigkeit =  $1069 \pm 626$  MPa

Trotz der teilweise vorhandenen großen Agglomerate von WC-Teilchen (siehe Abb. 13) zeigen die 100Cr6/WC-Proben eine höhere Festigkeit sowie eine deutlich geringere Streuung als die 100Cr6/TiC-Proben. (Anmerkung: die Zugfestigkeit fällt vor allem bei Sprödwerkstoffen deutlich geringer aus als die Biegefestigkeit). Dies liegt vermutlich an der schlechteren Anbindung der TiC-Körner an die Matrix, wodurch die einzelnen 100Cr6-Körner recht stark voneinander separiert vorliegen.



**Abb. 13:** Gefügeaufnahmen von Dispersionswerkstoffen, welche über PIM hergestellt wurden.  
 Links: 100Cr6-15Vol.% TiC, 1 h unter Wasserstoff gesintert bei 1340°C.  
 Rechts: 100Cr6-15Vol.% WC, 1 h unter Wasserstoff gesintert bei 1270°C.

### Hartmetalle

Hartmetalle werden bisher nur selten als Strukturwerkstoffe eingesetzt, obwohl sie durchaus vielversprechende Eigenschaften wie eine hohe Festigkeit, Steifigkeit und Verschleißbeständigkeit besitzen. Der spärliche Einsatz dieser Materialklasse ist vor allem in dem im Vergleich zu Stählen geringen Bekanntheitsgrad begründet. Im Laufe des Projektes wurden daher verschiedene Hartmetallsorten in Hinblick auf die mechanischen und physikalischen Eigenschaften untersucht, um einen umfassenden Vergleich der verschiedenen Sorten untereinander aber auch zu Stahlwerkstoffen ziehen zu können. Um einen weiten Eigenschaftsbereich abzudecken, wurden Hartmetalle mit unterschiedlichen Binderanteilen, Binderarten, Korngrößen sowie Karbidphasen untersucht (siehe Tabelle 2).

**Tabelle 2:** Zusammensetzung und Korngröße der untersuchten Hartmetallsorten

HM-Sorte	Hartstoff	Binder	Binder-Anteil [Gew.-%]	Korngröße [µm]
V15	WC	Co	7	2,5
V25	WC	Co	11	2,5
V40	WC	Co	20	2,5
XM4	WC	Co	6	<1
XM10	WC	Co	10	<1
CN10	WC	Ni	10	2 - 3
MC90	WC-10TaC-6TiC	Co	9	2 - 3
F05	WC	Co	6	0,6
N07	WC	Ni	6,5	1,0
N09	WC	Ni	8	1,0

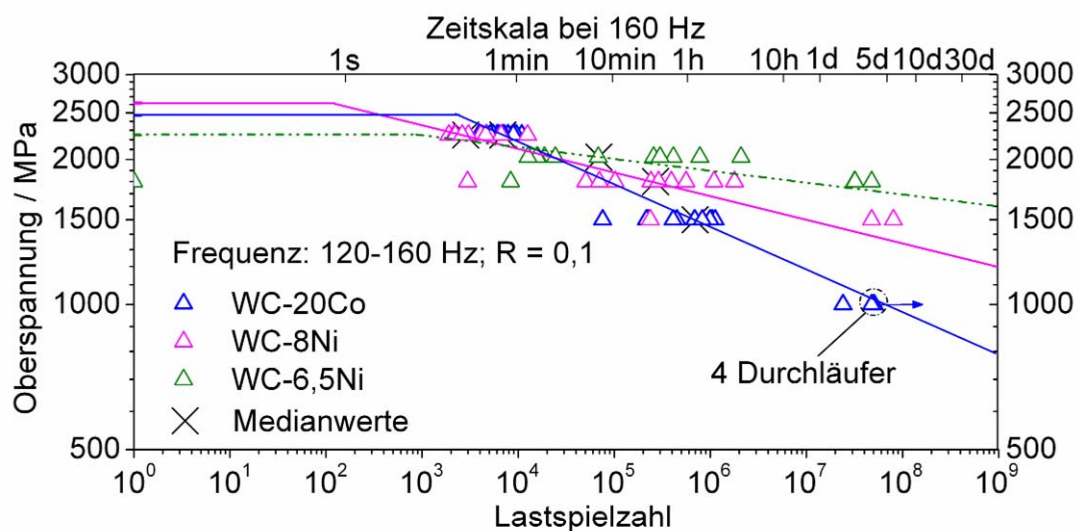


Die Biegebruchfestigkeit stellt den wichtigsten Materialkennwert von Hartmetallen dar und hängt von einer Vielzahl von Faktoren wie dem Binderanteil oder der Korngröße ab. Einen großen Einfluss haben allerdings auch Poren bzw. Inhomogenitäten im Gefüge, welche die Festigkeit erheblich reduzieren können. Dies war bei den Sorten XM4, XM10 und CN10 der Fall. Von den untersuchten Hartmetallen zeigte die feinkörnige Sorte F05 mit 6,5 Gew.% Co die höchste Festigkeit, jedoch auch einen geringen Weibull-Modul, wodurch eine hohe Streuung in Kauf genommen werden muss (siehe Tabelle 3). Das ausgewogenste Verhältnis zwischen einer hohen Festigkeit und einer geringen Streuung weist die konventionelle Sorte V25 mit einer Festigkeit von über 3.000 MPa und einem Weibull-Modul von 22 auf.

**Tabelle 3:** Kennwerte der untersuchten Hartmetallsorten

HM-Sorte	Festigkeit [MPa]	Weibull-Mod. [-]	Bruchzähigk. [MPa(m) <sup>1/2</sup> ]	E-Modul [GPa]	Härte [HV30]	WAK [10 <sup>-6</sup> /K]	Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]
V15	2930	13,8	12	607	1520	4,4	14,8
V25	3050	22,2	13,5 - 15,5	576	1350	5,6	14,4
V40	2600	28,9	16	491	1010	5,9	13,6
XM4	1730	7,7	8	628	1910	4,5	14,9
XM10	2250	6,0	10	580	1600	4,9	14,5
CN10	2300	6,8	15	578	1100	4,1	14,6
MC90	2350	15,5	11,5	548	1460	4,9	13,0
F05	3730	6,5	-	-	-	-	14,7
N07	2860	10,2	-	-	-	-	14,7
N09	3050	14,0	-	-	-	5,0	14,4

Für Strukturanwendungen wie der Ventilplatte stellt jedoch meist nicht die statische, sondern die dynamische Festigkeit das ausschlaggebende Charakteristikum für einen erfolgreichen Einsatz dar. Aus diesem Grund wurden Wöhler-Linien unter 4-Punkt-Biegung mit einem Lastverhältnis von 0,1 von drei verschiedenen Hartmetallsorten aufgenommen (siehe Abb. 14).



**Abb. 14:** Ergebnisse der Ermüdungsuntersuchungen an drei verschiedenen Hartmetallsorten. (4-Punkt-Biegeproben 3 x 4 x 45 mm, Lastverhältnis 0,1)

Hierbei zeigte sich, dass die Festigkeit mit steigendem Binderanteil stärker mit der Lastspielzahl abnimmt als bei binderärmeren Sorten. Aus diesem Grund wurde die Sorte N09 (WC-8Ni) für die Fertigung des Demonstratorbauteils ausgewählt, da dieses Hartmetall eine sehr hohe statische Festigkeit, einen hohen Weibull-Modul sowie eine geringere Ermüdungsneigung als die Sorte V25 (WC-20Co) aufweist.

In Tabelle 4 sind die wichtigsten Eigenschaften der untersuchten Hartmetallsorten zusammen mit typischen Werten des Wälzlagerstahles 100Cr6 aufgelistet. Bei der Festigkeit ist zu beachten, dass die bei den Hartmetallen ermittelte 4-Punkt-Biegefestigkeit nicht direkt mit der Zugfestigkeit von Stählen verglichen werden kann. Allerdings kann durchaus die Aussage getroffen werden, dass die Festigkeiten von Hartmetallen etwa mit denjenigen von Stählen übereinstimmen. Bei der Bauteilauslegung ist jedoch zu beachten, dass Hartmetalle eine hohe Kerbempfindlichkeit besitzen, wodurch die Geometrie entsprechend angepasst werden muss. Deutliche Unterschiede zwischen Stahl und Hartmetall treten beim E-Modul, der Härte, der thermischen Ausdehnung sowie der Dichte auf, was bei der Bauteilauslegung beachtet werden muss. Bei bestimmten Anwendungen können diese Eigenschaftsunterschiede genutzt werden wie beispielsweise durch den Aufbau von nützlichen Eigenspannungen im Falle der Ventilplatte.

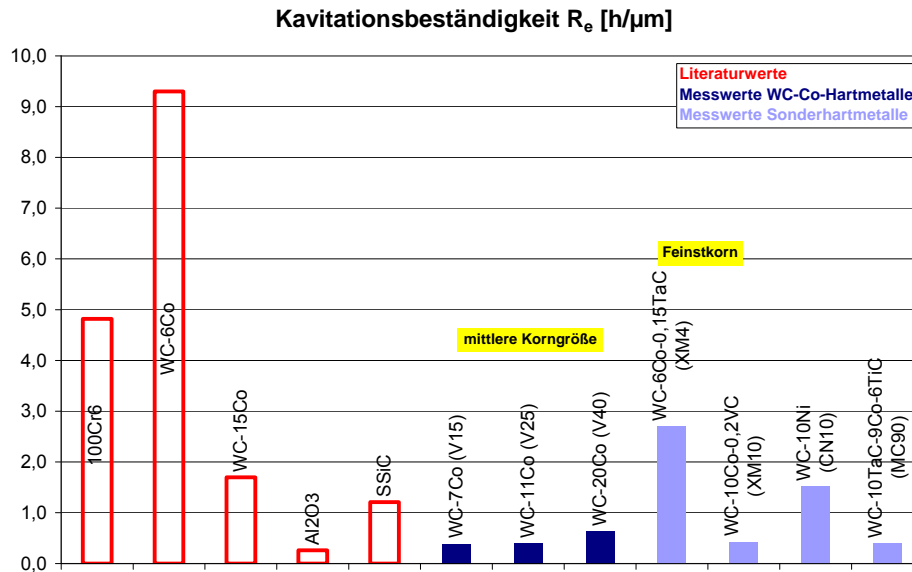
**Tabelle 4:** Vergleich der Werkstoffkennwerte der untersuchten Hartmetalle und des Stahls 100Cr6

Eigenschaft	Hartmetalle	100Cr6 <sup>1)</sup>
Festigkeit <sup>2)</sup> [MPa]	1.700 – 3.700	2.400
Weibull-Modul [-]	6 – 29	--
E-Modul [GPa]	490 – 630	210
Härte [HV 30]	1.000 – 1.900	720
Therm. Ausdehnung [1/K]	$4 - 6 \cdot 10^{-6}$	$12 \cdot 10^{-6}$
Bruchzähigkeit [MPa·m <sup>1/2</sup> ]	9 – 16	--
Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]	13 – 15	7,8

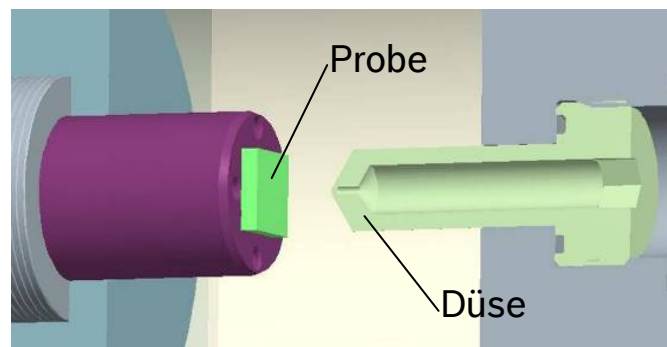
1) bainitisierter Zustand 2) Hartmetalle: 4-Punkt-Biegefestigkeit, 100Cr6: Zugfestigkeit

Neben den mechanischen und physikalischen Eigenschaften wurde auch die Kavitationsbeständigkeit ausgewählter Hartmetalle untersucht. Hierzu wurden zunächst Versuche gemäß der Norm ASTM G32-03 über eine indirekte Beanspruchung mit Ultraschall in Dieselöl durchgeführt. Wie in Abb. 15 zu sehen ist, weichen die ermittelten Werte der Kavitationsbeständigkeit deutlich von den Literaturwerten von Hartmetallen ab. Die beste Beständigkeit zeigte das feinkörnige und binderarme Hartmetall XM4, gefolgt von dem Hartmetall CN10 mit Ni-Binder. Bei den Untersuchungen wurde auch versucht, den Stahl 100Cr6 als Referenzwerkstoff zu charakterisieren, allerdings traten in diesem Falle Probleme durch Korrosion auf.

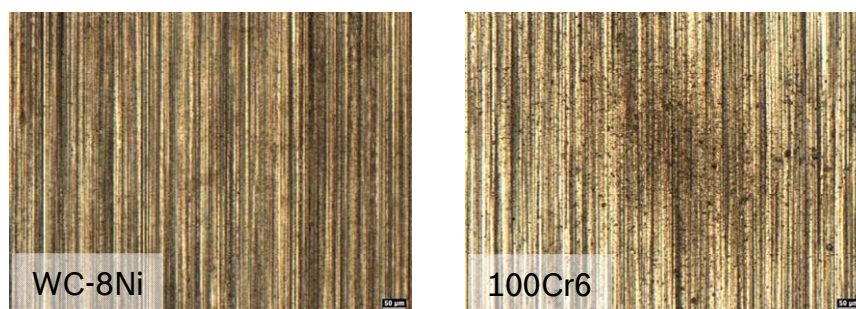
Um diese Schwierigkeiten zu umgehen und den Versuch unter realitätsnaheren Bedingungen durchführen zu können, wurde ein neuer Versuchsaufbau konzipiert (siehe Abb. 16). Hierbei durchströmt das Prüfmedium mit einer Druckdifferenz von bis zu etwa 130 bar eine Düse, wodurch sich Kavitationsblasen bilden. Diese treffen auf die Probe und führen dort zu einer Schädigung bzw. einem Materialabtrag. Proben des Hartmetalls N09 (WC-8Ni) sowie von 100Cr6 wurden 101 h bei 90 bar sowie 51 h bzw. 44,5 h bei 130 bar mit einem Auslassdruck von 4,1 bar getestet.



**Abb. 15:** Ergebnisse der Kavitationsuntersuchungen gemäß ASTM G32-03 im Vgl. zu Literaturwerten.



**Abb. 16:** Versuchsaufbau zur Untersuchung der Kavitationsbeständigkeit unter anwendungsnahen Bedingungen



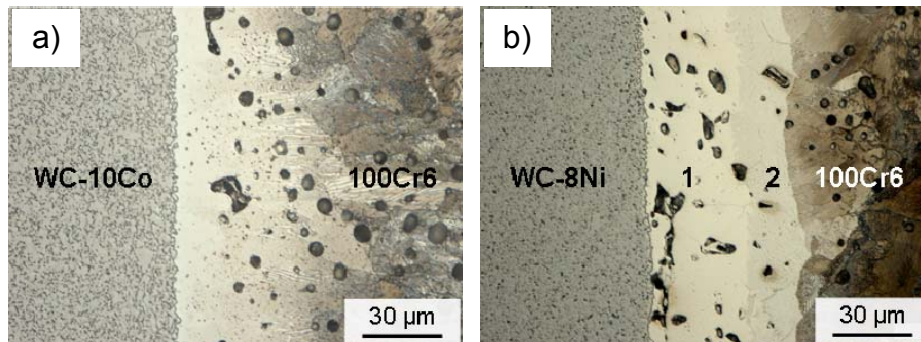
**Abb. 17:** Mikroskopische Aufnahme der Oberfläche der Kavitationsproben nach den Prüfungen

Die Proben zeigten nach den Versuchen nur eine geringe Schädigung der Oberfläche, so dass keine Quantifizierung des Abtrages beispielsweise über Gravimetrie möglich war (siehe Abb. 17). Allerdings lassen die Ergebnisse rein qualitativ den Schluss zu, dass das Hartmetall WC-8Ni eine deutlich bessere Kavitationsbeständigkeit aufweist als der Stahl 100Cr6.

#### *Stahl-Hartmetall-Verbunde*

Über das so genannte Sinterfügeverfahren (siehe Huber et al., 2009) wurden Stahl-Hartmetall-Verbunde aus 100Cr6 mit den beiden Hartmetallen WC-10Co und WC-8Ni hergestellt. Wie in Abb. 18 dargestellt, zeigen diese eine sehr gute Anbindung zwischen beiden Werkstoffen

sowie eine duktile Zwischenschicht. Diese besitzt im Falle der 100Cr6/WC-10Co-Verbunde eine ferritische Struktur. Hingegen treten bei den 100Cr6/WC-8Ni-Verbunden zwei Schichten auf, wobei Schicht 1 eine austenitische und Schicht 2 eine martensitische Struktur aufweist.

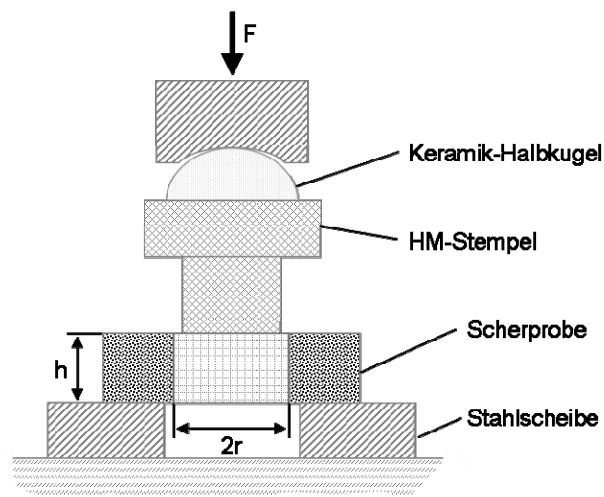


**Abb. 18:** Gefügestruktur der Grenzfläche der hergestellten Stahl-Hartmetall-Verbunde.

a) 100Cr6/WC-10Co. b) 100Cr6/WC-8Ni.

Beide Verbunde wurden unter Wasserstoff bei 1270°C für 2 h gesintert.

Die Grenzflächenfestigkeit der über das Sinterfügeverfahren hergestellten Stahl-Hartmetall-Verbunde wurde untersucht, da diese bei der Bauteilauslegung als kritische Kenngröße identifiziert wurde. Hierzu wurde die Auspresskraft an 100Cr6/WC-8Ni-Proben mit zylinderförmigem HM-Inlay gemessen. Der Versuchsaufbau ist in Abb. 19 dargestellt.

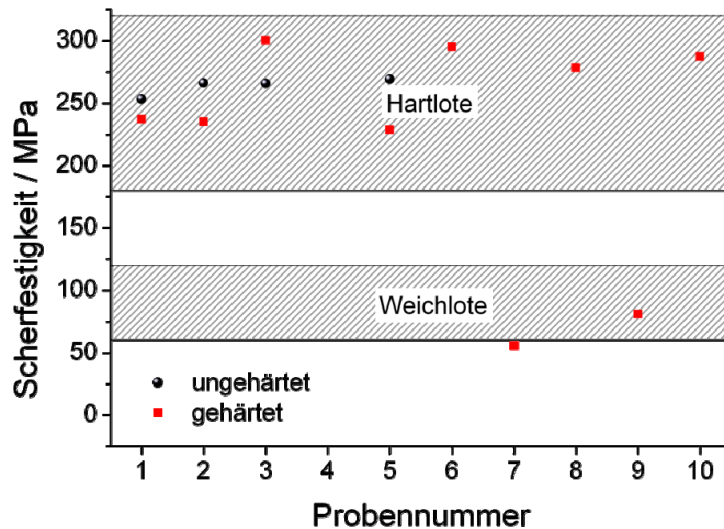


**Abb. 19:** Versuchsaufbau zur Bestimmung der Scherfestigkeit

Über die Auspresskraft  $F_A$  und die Probendimensionen kann die Scherfestigkeit  $\tau_s$  der Grenzfläche über die Gleichung

$$\tau_s = \frac{F_A}{2\pi r h}$$

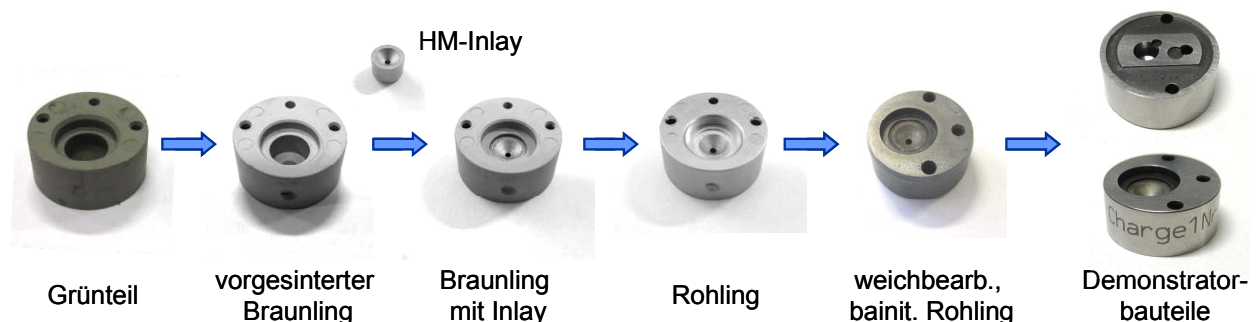
bestimmt werden. In Abb. 20 sind die Ergebnisse für gesinterte und bainitisierte 100Cr6/WC-8Ni-Verbunde dargestellt. Die Grenzflächenfestigkeit liegt im Bereich von 220 bis 300 MPa, was derjenigen von Hartloten entspricht. Hierbei ist kein Unterschied zwischen den beiden Wärmebehandlungszuständen zu erkennen, was darauf zurückzuführen ist, dass die duktile Zwischenschicht zwischen Stahl und Hartmetall nicht gehärtet werden kann. Es ist auffallend, dass zwei Proben eine deutlich geringere Grenzflächenfestigkeit zeigen. Dies ist auf eine Versprödung der Grenzfläche durch einen zu hohen Schwefelgehalt im Hartmetall zurückzuführen (siehe auch Befundung der Demonstratorbauteile).



**Abb. 20:** Ermittelte Scherfestigkeiten für gesinterte (ungehärtet) und bainitisierte (gehärtet) 100Cr6/WC-8Ni-Verbunde

### Demonstratorherstellung (AP 26)

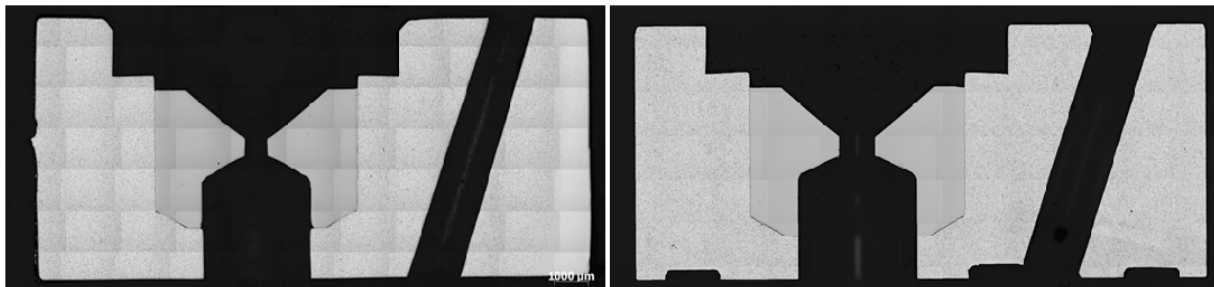
Als Demonstratorbauteil wurde zu Projektbeginn die Ventilplatte des Common-Rail-Injektors CRI 3.x ausgewählt. Die Herstellung dieser Bauteile erfolgte ebenfalls über das Sinterfügeverfahren. Hierzu wurden zunächst Rohlinge der Ventilplatte aus 100Cr6 über das Pulverspritzgießverfahren hergestellt, welche eine entsprechende Kavität für die bereits gesinterten Hartmetallinlays aufwiesen. Diese wurden von der Firma Tribo Hartstoff GmbH bezogen, wobei ein feinkörniges, Ni-gebundenes Hartmetall mit einem Binderanteil von 8 Gew.% ausgewählt wurde (WC-8Ni). Die Grünteile wurden lösungsmittelentbindert und anschließend in einem Prozess thermisch entbindert und bis 890°C vorgesintert. Die Vorsinterung dient dazu, bereits eine Schwindung des Stahlbauteiles zu erzielen, so dass das Hartmetallinlay passgenau in die Kavität eingesetzt werden kann. Auf diese Weise ist es möglich, die Ausrichtung beider Komponenten deutlich zu verbessern. Nach dem Einsetzen der Hartmetallinlays wurden die Verbundteile bei 1270°C für eine Stunde unter Vakuum fertig gesintert. Durch den Diffusionsaustausch während der Sinterung bildet sich zwischen dem Stahl und dem Hartmetall eine stoffschlüssige Anbindung aus. Um eine gute Anbindung zu erreichen, ist hierbei ein Übermaß des Hartmetallinlays erforderlich, welches etwa 5 Prozent des Durchmessers betrug.



**Abb. 21:** Fertigungsschritte zur Herstellung der Demonstratorbauteile.

Die Rohlinge waren geometrisch gegenüber dem Serienbauteil vereinfacht und so dimensioniert, dass sie nach der Sinterung ein geringes Aufmaß von etwa 0,2 mm im Bereich des Stahles und etwa 0,1 mm im Bereich des Hartmetalls gegenüber dem Serienbauteil aufwiesen. Dieses Aufmaß ist erforderlich, da während der Sinterung ein geringer Verzug des

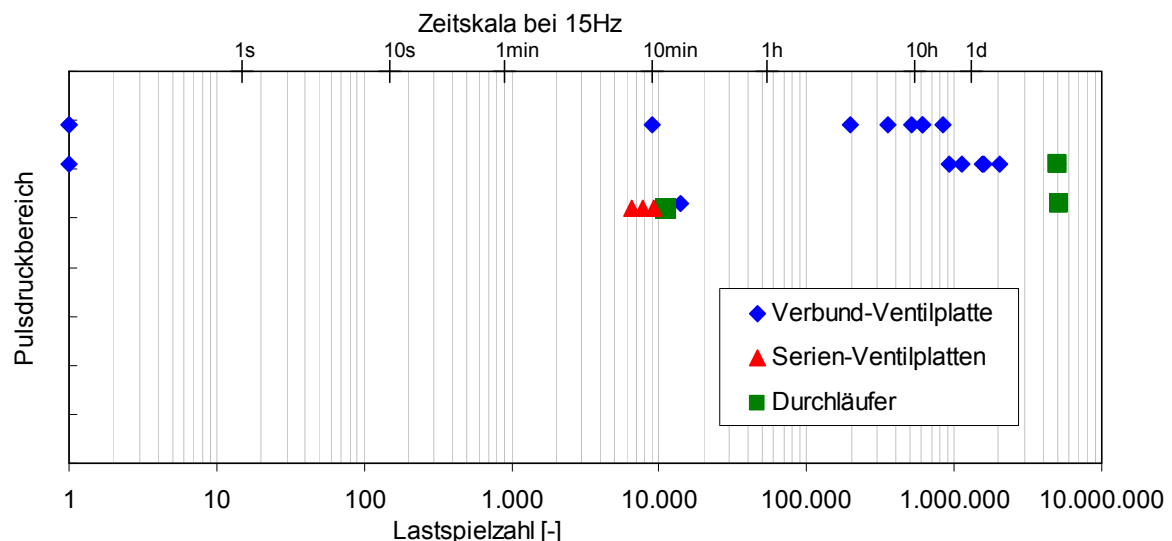
Stahlbauteiles auftritt. Die Rohlinge mussten daher nach der Sinterung mechanisch nachbearbeitet werden, um die Seriengeometrie abzubilden. Die Ventilplatten wurden allerdings nur an den für die Hochdruckpulsprüfung relevanten Stellen nachbearbeitet, nicht aber am oberen Ventilbereich (siehe auch Abschnitt Simulation und Bauteilauslegung). Die Teile wurden zunächst im weichen Zustand auf die Sollmaße bearbeitet und anschließend bainitisiert. Danach erfolgte das Schleifen der Bauteilbereiche, bei denen hohe Toleranzen eingehalten werden müssen, wie dem Sitzbereich oder den Planflächen. Eine Übersicht der Hauptfertigungsschritte ist in Abb. 21 dargestellt. In Abb. 22 sind zudem Querschliffe vor und nach der Nachbearbeitung dargestellt.



**Abb. 22:** Querschliffe der Demonstratorbauteile im Rohlingszustand (links) sowie nach der mechanischen Bearbeitung (rechts).

### Hochdruckerprobung (AP 26)

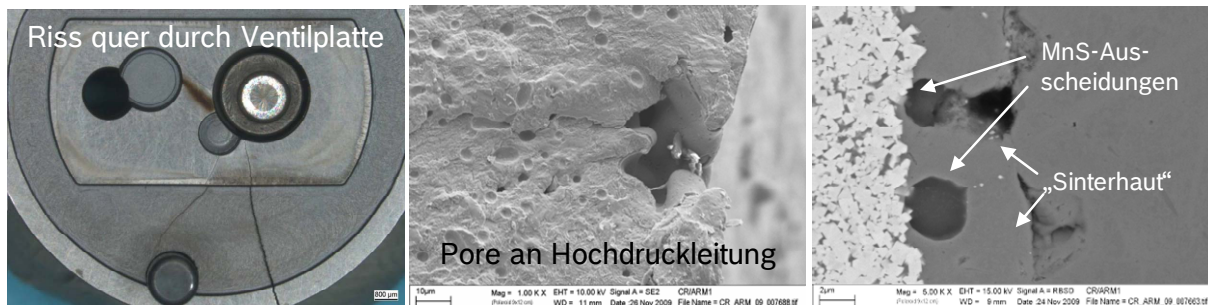
Um die Eignung von Hartmetall-Stahl-Verbundwerkstoffen für Hochdruckanwendungen nachzuweisen, wurden die hergestellten Demonstrator-Ventilplatten mit Hartmetall-Inlay (WC-8Ni) einer Hochdruck-Pulsations-Prüfung unterzogen in der die Ventilplatten einem pulsierenden Hochdruck von bis zu 4450 bar für bis zu 5 Mio. Lastwechsel ausgesetzt wurden. Die Ergebnisse sind qualitativ im Diagramm im Vergleich zu entsprechenden Serien-Ventilplatten dargestellt.



**Abb. 23:** Vergleich der Ergebnisse der Hochdruckpulsprüfungen der Serien- und Demonstratorbauteile

Die aufgetretenen Ausfälle wurden fraktographisch analysiert und die Bruchursache gesucht. Dabei wurden u.a. Brüche festgestellt, die an der Grenzfläche zwischen Hartmetall und Stahl ihren Ursprung hatten und die sich auf prozessbedingte Verunreinigung der Hartmetall-Inlay mit Schwefel zurückzuführen ließen. Derartige Verunreinigungen können bei der Herstellung der Hartmetalle einfach vermieden werden, wodurch die beobachteten Frühausfälle ausgeschlossen werden können. Weitere Brüche traten, wie bereits durch die Simulationen

erwartet worden war, an den Schnauben sowie im Bereich der Hochdruckleitung auf. Bruchauslösend waren in diesem Fall größere Poren (siehe Abb. 24). Über eine Drucksinterung der Bauteile kann die Porosität der Bauteile weiter deutlich gesenkt werden, wodurch die Zahl der Ausfälle minimiert werden kann. Wie die Simulation der Belastungszustände erwarten ließ, war innerhalb des Hartmetallinlays eine ausreichende Materialfestigkeit vorhanden, so dass - anders als bei den Serienventilplatten - keine Ausfälle im Ventilsitz auftraten.



**Abb. 24:** Befundung der gebrochenen Demonstratorbauteile.  
 Links: Foto einer gebrochenen Ventilplatte. Mitte: Oberflächenpore an der Hochdruckleitung.  
 Rechts: MnS-Ausscheidungen an der Grenzfläche zwischen Stahl und Hartmetall.

Die Ergebnisse der Hochdruckpulsprüfungen zeigen, dass die im Labormaßstab hergestellten Stahl-Hartmetall-Ventilplatten trotz der dargestellten Prozessprobleme einen leicht höheren zulässigen Betriebsdruck aufweisen als die Serienbauteile. Dies beweist das Potential dieser Verbundtechnologie für Anwendungen mit Drücken über 2000 bar. Über die genannten Optimierungsansätze erscheint daher eine deutliche Steigerung des zulässigen Betriebsdrucks erzielbar.

### Abschließende Bewertung (AP27, AP28)

Wurden zu Beginn des Verbundvorhabens noch alle drei Werkstoffkonzepte (Dispersionswerkstoffe, Stahl-MMC, Inlay-Verbunde) als zielführend für 3.000 bar-Anwendungen erachtet, hat sich mit zunehmendem Kenntnisstand im Projektverlauf eine Polarisierung der unterschiedlichen Werkstoffkonzepte hinsichtlich ihrer Zielrichtung ergeben, wie in Abb. 25 dargestellt.

Werkstoffvarianten	Dispersionswerkstoff	Stahl-MMC	Inlay-Verbund
	Stahl + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , ZrO <sub>2</sub> , WC, TiC, TiB <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -, TiN-Preforms infiltriert mit Stahl	Stahl mit hochfestem Inlay (Hartmetall, ZrO <sub>2</sub> )
Verfahrensrouten	FAST, PIM	HTSC	FAST, PIM, HTSC
Zielrichtungen			
verbesserte Robustheit (Härte, Verschleiß- und Kavitationsbeständigkeit) heutiger Systeme	✓ Potential vorhanden	✓ Potential vorhanden	✓ Potential vorhanden
Erhöhung der mechanischen Stabilität für 3 kbar-Anwendungen	- kein Potential	? offen	✓ Potential vorhanden

**Abb. 25:** Bewertung der im Projekt verfolgten Werkstoffvarianten hinsichtlich Hochdruckeignung





Im Vergleich zur spanend gefertigten 100Cr6-Serienventilplatte sind für das Stahl-Hartmetall-Verbundbauteil Mehrkosten von etwa 35 % zu erwarten. Bei weiterer geometrischer Vereinfachung des Hartmetall-Inlays könnten diese ggf. noch auf 30 % reduziert werden.

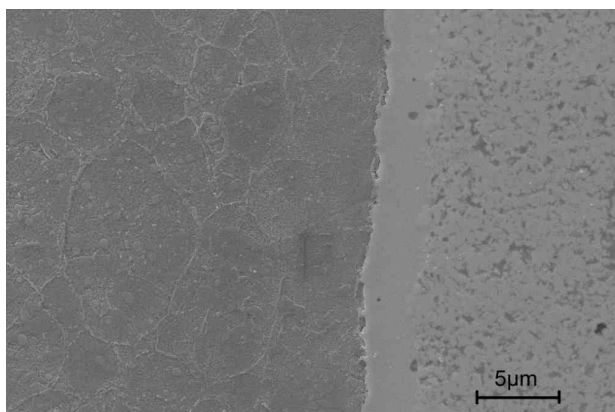
### 2.1.2 Institut für Keramik im Maschinenbau, KIT

Zum Erreichen der angestrebten Ziele wurden am Institut für Keramik im Maschinenbau des KIT (IKM) zwei unterschiedliche Entwicklungsansätze verfolgt. Der erste umfasste eine Herstellbarkeitsstudie für Stahl-Keramik und Stahl-Hartmetall Werkstoffverbunde mit Hilfe der Field Assisted Sintering Technology (FAST) (AP8, AP15). Der zweite betraf Dispersionswerkstoffe auf Basis von zwei unterschiedlichen Stahlmatrizes, dem konventionellen Werkzeugstahl 100Cr6 und dem martensitahärtenden (Maraging) Stahl 18Ni350 (AP7, AP20, AP23). Der Schwerpunkt lag dabei beim 18Ni350, dessen Wärmebehandlung sehr gut auf keramische Komponenten in den Werkstoffsystemen abgestimmt ist. Die Bildung eines relativ weichen Ni-Martensits erfolgt hier selbst bei extrem langsamer Abkühlung nach der Lösungsglühung. Die eigentliche Härtung stellt sich nach einer nachfolgenden Auslagerung im Bereich von 500 °C ein und beruht auf der Bildung sehr feiner  $Ni_3(Ti,Mo)$ -Ausscheidungen. Im Gegensatz dazu erfordert der Werkzeugstahl 100Cr6 eine schroffe Abschreckung von der Austenitisierungstemperatur.

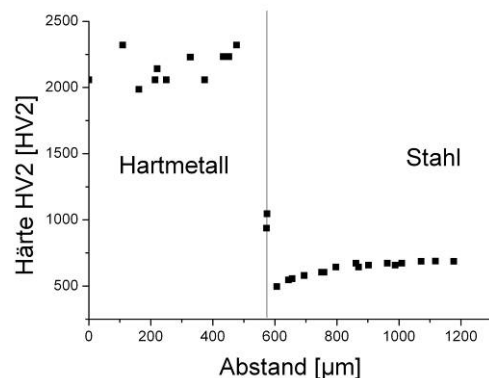
#### Werkstoffverbunde (AP8, AP15)

Die Untersuchungen zur Herstellbarkeit von Werkstoffverbunden erfolgten ausschließlich auf der Basis des martensitahärtenden Stahls 18Ni350, da auch Keramik-Inlays als Verbundkomponente einbezogen werden sollten, die für eine Abschreckung bei der Wärmebehandlung nicht geeignet sind. Der Verbund wurde sowohl als einfacher, ebener Schichtverbund, als auch mit allseitig von Stahl ummantelten Inlays realisiert.

Für die Realisierung von 18Ni350-Hartmetall-Werkstoffverbunden wurden zuerst dichte Hartmetallproben über FAST konsolidiert, auf die dann in einem weiteren Prozessschritt das Stahlpulver über FAST aufgesintert wurde. Dieser zweistufige Prozess erlaubt eine Anpassung der Sinterparameter an das jeweils zu verdichtende Material und war nach Erarbeitung geeigneter Prozessparameter gut beherrschbar. Abb. 27 zeigt einen Querschliff des Verbundes mit der im Projekt verwendeten WC-Hartmetallqualität mit Ni-Binder.



**Abb. 27:** Grenzschnitt im Verbundwerkstoff 18Ni350 (links) + NiWC Hartmetall (rechts)

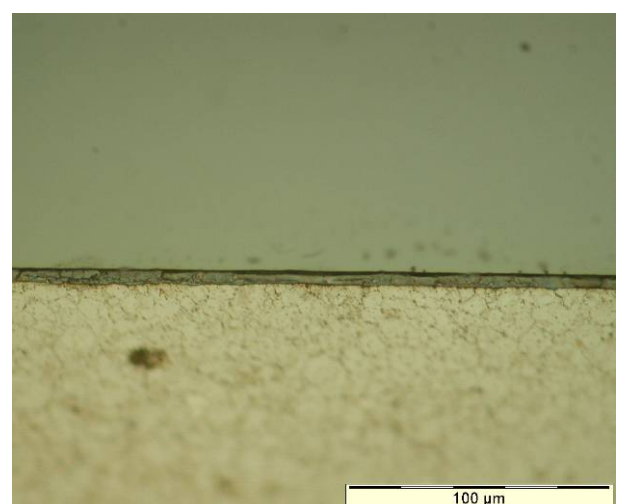
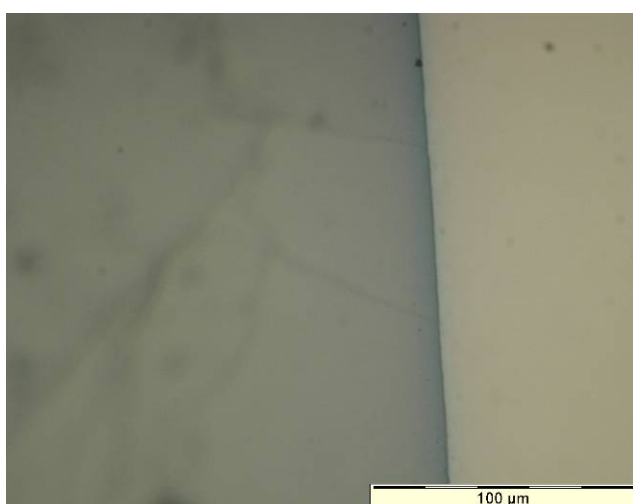
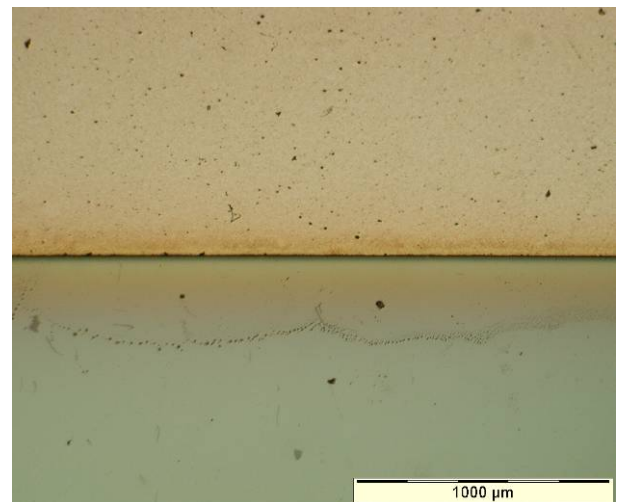
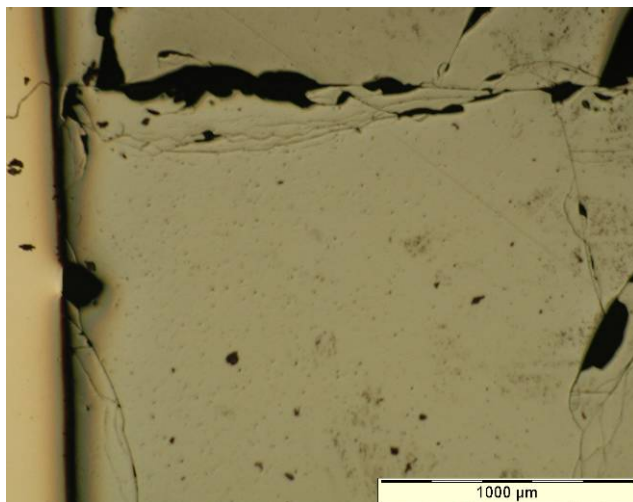


**Abb. 28:** Härte im Querschnitt des 18Ni350-Hartmetall-Verbundes

Das Hartmetall erfährt eine gute Anbindung an den Stahl. An der Grenzschnitt bildet sich auf Seite des Hartmetalls eine dünne Diffusionsschicht. Die Messung der Härte über die Grenzschnitt hinweg zeigt, dass diese Diffusionsschicht eine vergleichsweise niedrige Härte von ca. 1000 HV2 hat, während das Hartmetall mit deutlich über 2000 HV2 eine sehr hohe

Härte aufweist. Sie resultiert aus der Feinkörnigkeit des Hartmetalls, die sich bei den niedrigen Prozesstemperaturen der FAST-Verdichtung einstellt. Außerdem ist zu erkennen, dass die Härte im Stahl über einen Bereich von 200 µm zur Grenzschicht hin abfällt (Abb. 28). Beides wird durch die Diffusion von Kohlenstoff aus dem Hartmetall in den Stahl verursacht.

Die Herstellung der 18Ni350-Keramik-Werkstoffverbunde erfolgte sowohl in einem einstufigen Prozess, also durch Co-Sinterung der beiden Komponenten, zum anderen wurde, wie bei Hartmetall-Verbundwerkstoffen, der zweistufige Prozess verwendet. Als Keramikkomponenten wurden  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und  $\text{ZrO}_2$  untersucht. In allen Fällen entstanden in der Keramik Risse, die auf die unterschiedlichen Wärmeausdehnungskoeffizienten (WAK) und die daraus entstehenden Spannungen beim Abkühlen zurückzuführen sind. Bei Varianten mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (Abb. 29) war dies deutlich stärker ausgeprägt, da auch der Unterschied des WAK größer ist als bei den  $\text{ZrO}_2$ -Varianten. Die Kombination aus 18Ni350 und  $\text{ZrO}_2$  zeigte zwar deutlich weniger Risse (Abb. 30, oben), allerdings entstand hier an der Grenzfläche zwischen Stahl und Keramik eine Zwischenschicht (Abb. 30, unten). Eine Verschlechterung der Anbindung der Keramik an den Stahl ist aber hierdurch kaum zu befürchten, wie später folgende Befunde zur Grenzflächenhaftung bei den Dispersionswerkstoffen zeigen.



**Abb. 29:** 18Ni350- $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Werkstoffverbunde mit Abkühlrissen (oben), aber guter Anbindung (unten)

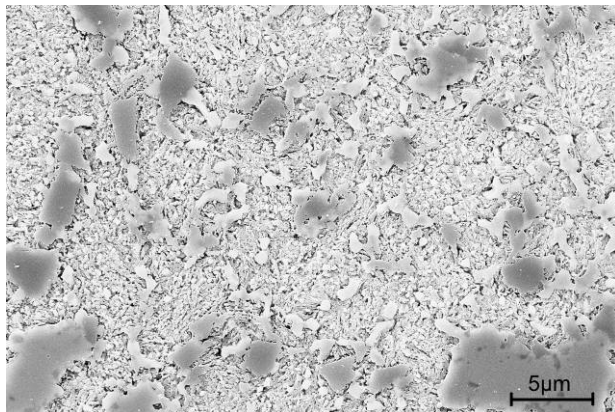
**Abb. 30:** 18Ni350- $\text{ZrO}_2$ -Werkstoffverbunde, keine Risse im Bildausschnitt (oben), Bildung einer Zwischenschicht (unten)

Werkstoffverbunde aus den untersuchten Materialkombinationen sind nach den Untersuchungsergebnissen über FAST grundsätzlich herstellbar. Bei der Verwendung von

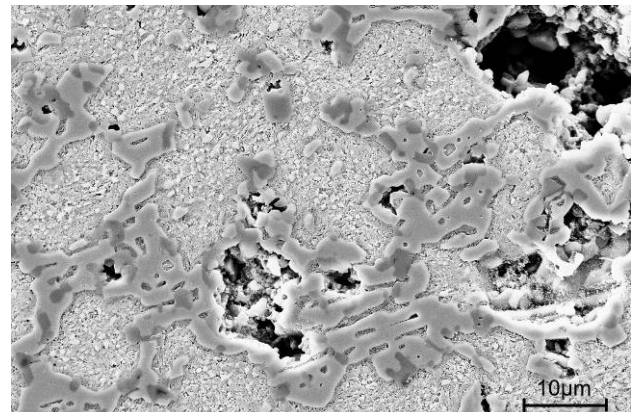
Hartmetall-Inlays kommt es zur Ausbildung einer Reaktionsschicht, wie dies auch bei alternativen Herstellverfahren der Fall ist, die parallel von Verbundpartnern des Projekts angewandt wurden. Inwieweit diese mit den Bauteilbeanspruchungen kompatibel ist, müsste in weiteren Untersuchungen geklärt werden. Bei Verwendung von  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - und  $\text{ZrO}_2$ -Inlays wird eine gute Anbindung der Keramik an das Metall erreicht, die aufgrund des thermischen Misfits aber dann zu Abkühlrissen führt. Eine technische Umsetzung erfordert hier eine konstruktive Anpassung der Inlays, so dass unzulässig hohe Zugspannungen beim Abkühlen der Verbunde vermieden werden.

### Dispersionswerkstoffe auf Basis 100Cr6 (AP7, AP20, AP23)

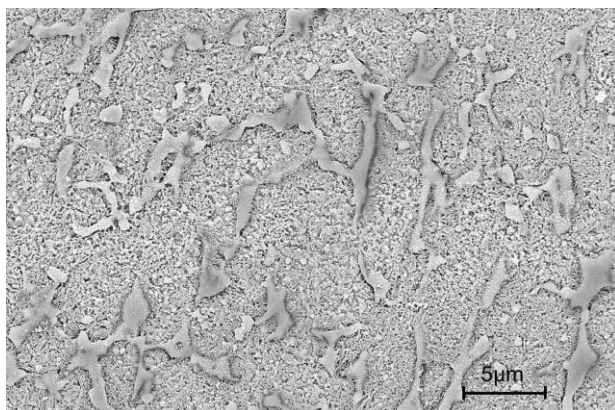
Zu Beginn des Projektes wurden grundlegende Untersuchungen zur Kompatibilität unterschiedlicher Hartstoffe mit den beiden Stahlmatrizes 100Cr6 und 18Ni350 vorgenommen. Aufgrund der erzielten Ergebnisse wurden für die Kombination mit 100Cr6 die Hartstoffe TiC, WC und  $\text{ZrO}_2$  als aussichtsreich ausgewählt. Zunächst wurden sowohl Proben durch druckloses Sintern hergestellt, als auch durch Field Assisted Sintering (FAST). Der Vergleich der Gefüge die bei diesen beiden Prozessen entstehen, zeigt deutliche Vorteile der FAST-Proben (Abb. 31). Zum einen wurden trotz niedrigerer Prozesstemperaturen höhere Dichten erzielt, zum anderen konnten aufgrund der niedrigeren Temperaturen Reaktionen zwischen den Komponenten vermieden werden (Abb. 32). Bei der konventionellen Sinterung entstand bei einer Temperatur über  $1250\text{ °C}$  ein deutlicher Anteil an Flüssigphase. Aufgrund dieser Vorteile wurde die drucklose Sinterung nicht weiterverfolgt und nachfolgend alle Proben über FAST hergestellt. Eine Variante wurde anschließend noch HIP-nachverdichtet ( $1100\text{ °C}$ , 1 h, 150 MPa Ar). Der Hartstoffgehalt der untersuchten Materialien lag jeweils bei 15 vol.%.



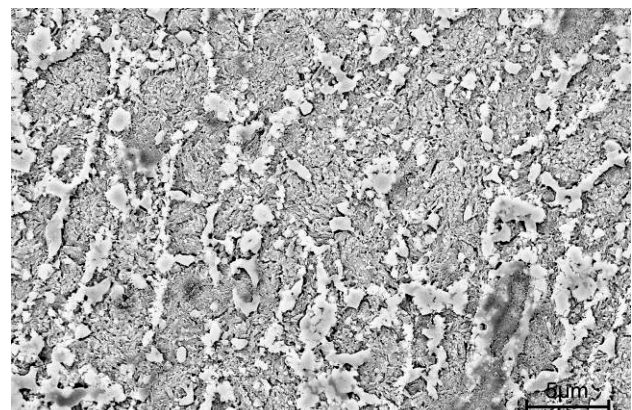
**Abb. 31:** 100Cr6 + TiC, FAST 1120 °C, 98 % TD



**Abb. 32:** 100Cr6 + TiC, drucklos gesintert 1250 °C, 94 % TD



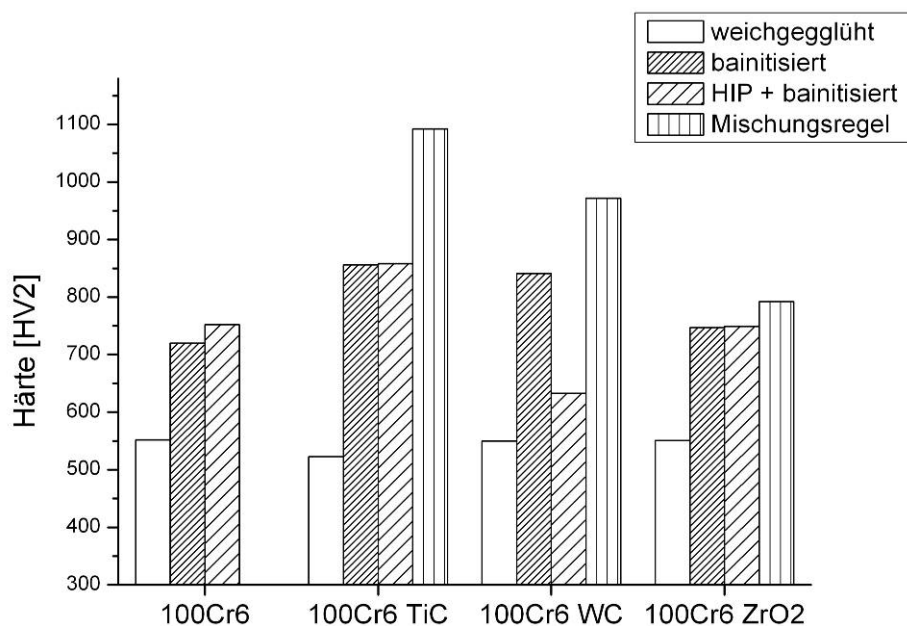
**Abb. 33:** 100Cr6 +  $\text{ZrO}_2$ , FAST 1120 °C, 98 % TD



**Abb. 34:** 100Cr6 + WC, FAST 1120 °C, 98 % TD

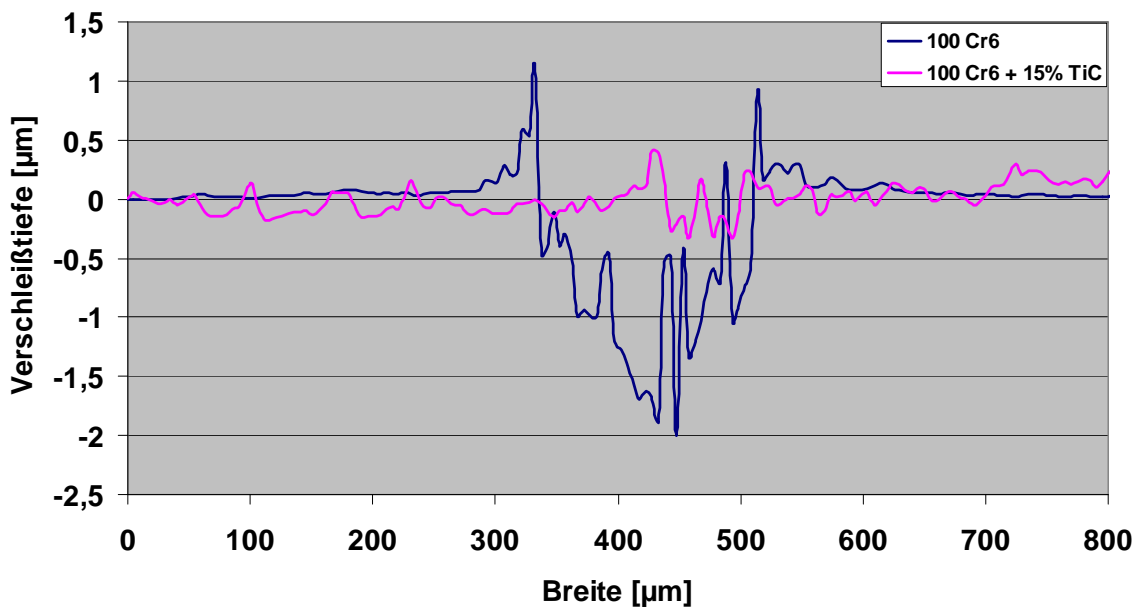
Abb. 33 und Abb. 34 zeigen die entstandenen Gefüge des Stahls 100Cr6 mit  $ZrO_2$  und WC. Es ist zu erkennen, dass die feinen  $ZrO_2$ - und WC-Partikel sich an der Oberfläche der Stahlpartikel anlagern. Die  $ZrO_2$ -Partikel verbinden sich zu einem zusammenhängenden Netzwerk, was zeigt, dass bei den Prozesstemperaturen die  $ZrO_2$ -Partikel schon zusammensintern. Dies erklärt auch die sehr gute Dichte dieser Proben.

Abb. 35 zeigt die Härte der untersuchten Dispersionswerkstoffe nach der beim Verbundpartner Bosch durchgeführten Vergütung über eine Bainitisierungsbehandlung. Der reine 100Cr6-Stahl erreicht bei der Bainitisierung eine Härte von 720 HV2. Nach einer zusätzlichen HIP-Nachverdichtung (1100 °C, 1 h, 150 MPa Ar) nach dem FAST-Prozess stieg diese Härte noch einmal leicht an (Abb. 35), was auf einen Aufkohlungseffekt durch den graphitbeheizten HIP-Ofen zurückzuführen ist. Durch die Zugabe der Hartstoffe (15 vol.%) konnte eine deutliche Härtesteigerung auf bis zu 856 HV2 (bei TiC) erzielt werden. Allerdings bleibt die Härtesteigerung bei allen Varianten deutlich unter den Werten, die sich aus der Mischungsregel aus der Härte der Matrix und der Hartstoffkomponenten ergeben. Während die HIP-Nachverdichtung bei den Dispersionswerkstoffen mit TiC und  $ZrO_2$  keine Auswirkung auf die Härte zeigt, kommt es bei der Kombination 100Cr6 + WC durch die HIP-Behandlung zu einem deutlichen Härteverlust. Dies beruht auf der Reaktion zwischen dem Matrixstahl und dem Hartstoff WC während der HIP-Behandlung. Dadurch kommt es bei der Bainitisierung zu einer anderen Gefügeausbildung und damit auch zu niedrigeren Härten.



**Abb. 35:** Härte der 100Cr6-Dispersionswerkstoffe

Das tribologische Verhalten dieser Materialien wurde in einem Kugel-auf-Scheibe-Test beim Projektpartner HTW Aalen untersucht. Abb. 36 zeigt exemplarisch den Vergleich zwischen reinem 100Cr6 und dem Dispersionswerkstoff 100Cr6 + TiC. Durch die Dispersionsverstärkung konnte die Verschleißtiefe von ca. 2,0  $\mu\text{m}$  auf unter 0,5  $\mu\text{m}$  reduziert werden, so dass sie unter den gegebenen Testbedingungen kaum noch messbar war. Für die Varianten mit WC und  $ZrO_2$  ergab sich ein sehr ähnliches Bild. Aus diesen Ergebnissen ist zu ersehen, dass die hier gewählte Verfahrensvariante zur Verstärkung des Stahls 100Cr6 mit Hartstoffpartikeln in Bezug auf Härtesteigerung und Erhöhung des Verschleißwiderstandes sehr gut geeignet ist.

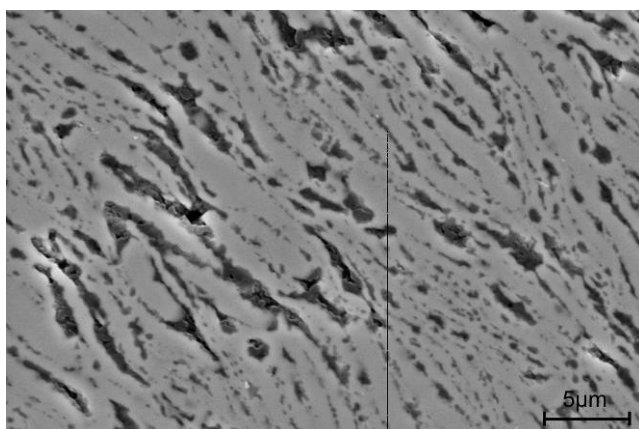


**Abb. 36:** Vergleich der Verschleißtiefe von reinem 100Cr6 und dem Dispersionswerkstoff 100Cr6+TiC

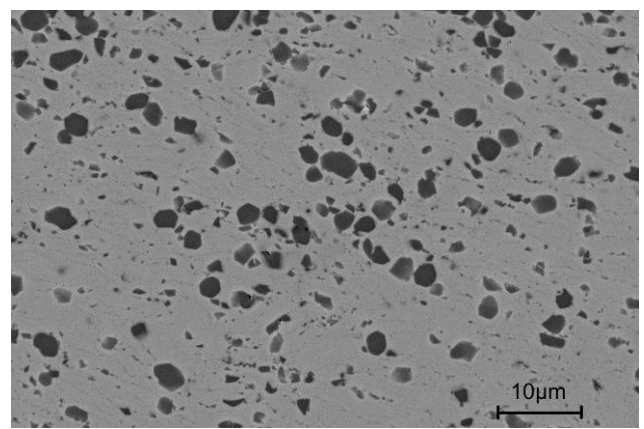
#### Dispersionswerkstoffe auf Basis 18Ni350 (AP7, AP20, AP23)

Aufgrund der extremen Festigkeitsanforderungen an das Injektorbauteil wurden die Dispersionswerkstoffe auf Basis des hochfesten 18Ni350 Maraging-Stahls im Rahmen der hier vorgestellten Arbeitspakete sehr detailliert untersucht. Als Hartstoffe wurden die beiden oxidischen Hartstoffe  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und  $\text{ZrO}_2$  verwendet.

Zunächst galt es dabei, eine geeignete Partikelgröße der Hartstoffe festzulegen. Bei der anfänglichen Verwendung von Hartstoffpartikeln im sub- $\mu\text{m}$ -Bereich entstand ein zeiliges Gefüge, bei dem sich die Keramikpartikel auf den Oberflächen der durch das Mahlen ausgewalzten Stahlpartikel anordnen und damit ein sprödes Netzwerk um die duktilen Stahlpartikel ausbilden (Abb. 37). Aufgrund der dadurch zu erwartenden Nachteile wurde versucht, die Netzstruktur durch die Verwendung von größeren Partikeln zu vermeiden. Proben, die mit  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Partikeln bei einem mittleren Durchmesser von ca.  $3\ \mu\text{m}$  hergestellt wurden, zeigen ein homogeneres Gefüge und eine bessere Dichte (Abb. 38). Aufgrund dieser Erkenntnisse wurden auch für die  $\text{ZrO}_2$ -haltigen Varianten Partikel mit einer ähnlichen Teilchengröße verwendet.



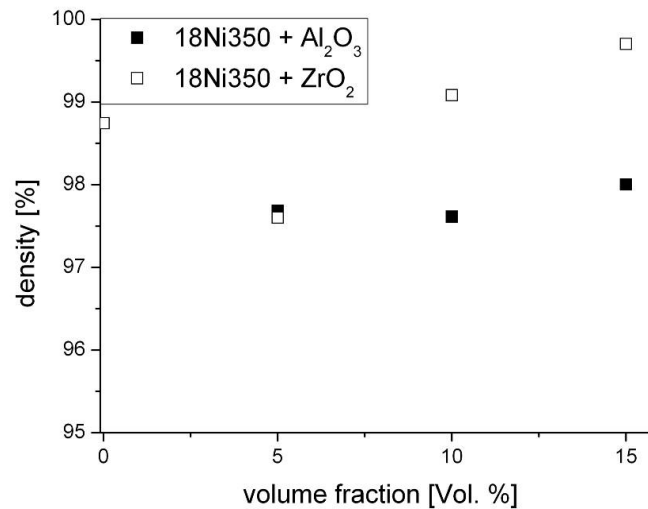
**Abb. 37:** 18Ni350 + 15 Vol. %  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; Partikelgröße  $D_{50}$   $0,7\ \mu\text{m}$



**Abb. 38:** 18Ni350 + 15 Vol. %  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; Partikelgröße  $D_{50}$   $3\ \mu\text{m}$

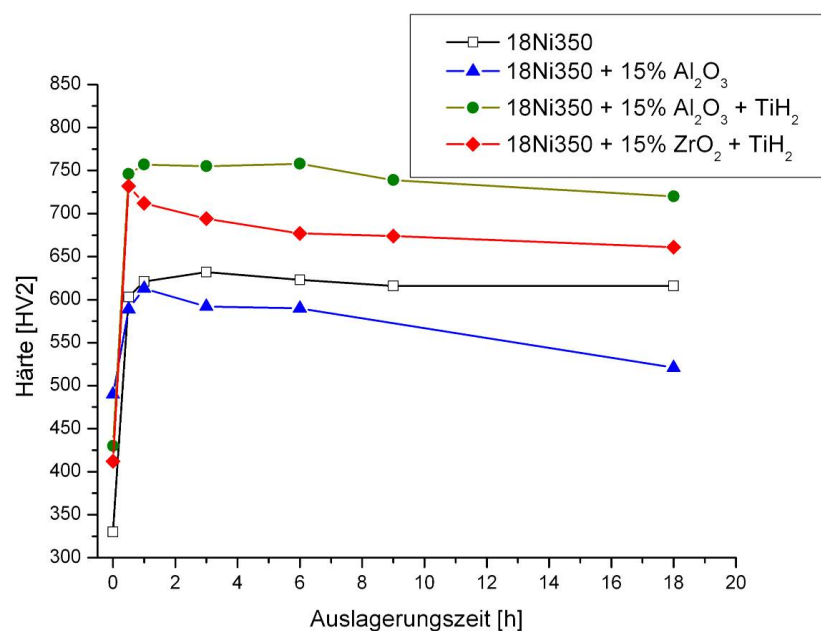
Der Anteil der Hartstoffphase wurde zwischen 5 und 15 vol.% variiert. Bei der Verdichtung zeigte sich, ähnlich wie bei den 100Cr6 Varianten, dass  $\text{ZrO}_2$  zu den besten Sinterdichten

führt (Abb. 39). Mit steigendem  $ZrO_2$ -Gehalt konnte sogar eine geringere Restporosität erreicht werden als beim reinen Stahl.

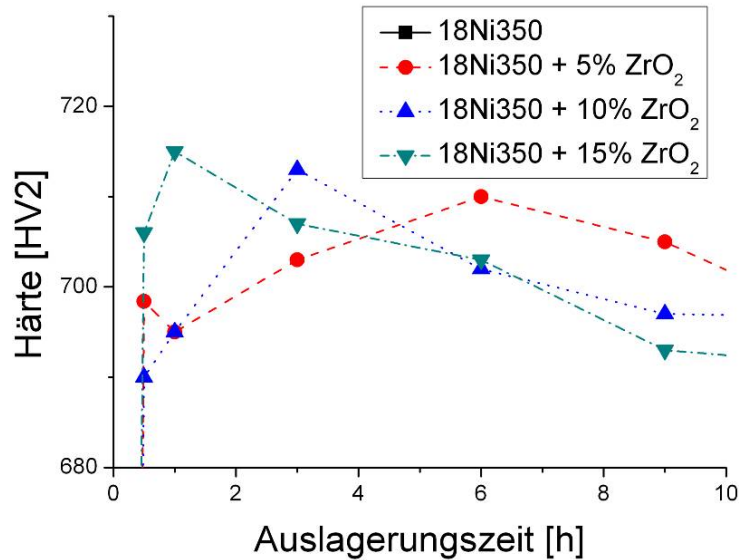


**Abb. 39:** Dichte nach FAST mit unterschiedlichen Hartstoffgehalten

Zur Härtung wird der Maraging-Stahl bei einer Temperatur von 510 °C für einige Stunden ausgelagert. Dabei bilden sich feine  $Ni_3(Mo,Ti)$ -Ausscheidungen, die zu den gewünschten mechanischen Eigenschaften führen. Abb. 40 zeigt das Anlassschaubild für einige der untersuchten Materialvarianten. Am reinen 18Ni350 erkennt man, dass das Härtemaximum bei 3 h Auslagerungszeit erreicht wird. Der Werkstoff ist aber sehr unempfindlich gegen Überalterung, so dass die Härte sich auch nach 18 h Auslagerung kaum verändert hat. Überraschend war zunächst der Befund, dass die Zugabe von 15 vol.%  $Al_2O_3$  nicht zur Härtesteigerung führte und die Überalterungsempfindlichkeit deutlich herabsetzte. Als Ursache konnte die beim Mahlen auftretende Sauerstoffaufnahme identifiziert werden. Sie führt bevorzugt zur Oxidation des sauerstoffaffinen Ti, wodurch nicht mehr genügend Ti für die Bildung der Ausscheidungen zur Verfügung steht. Abhilfe ergab sich durch eine Erhöhung des Titananteils durch Beimischen von  $TiH_2$ . Damit konnte die Ausscheidungsreaktion wieder hergestellt werden (grüne Kurve in Abb. 40).

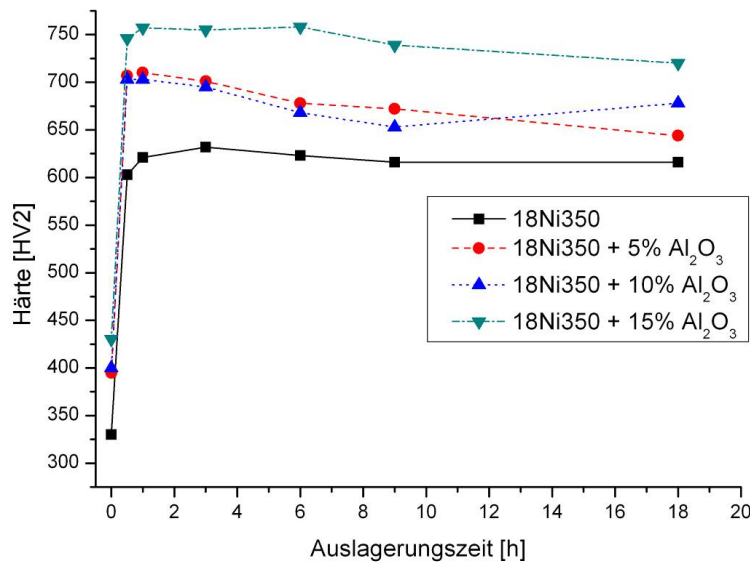


**Abb. 40:** Auslagerungsschaubild verschiedener 18Ni350 Dispersionswerkstoffe (510 °C)



**Abb. 41:** Auslagerungsschaubild 18Ni350 + ZrO<sub>2</sub> (490 °C); mit steigendem ZrO<sub>2</sub>-Gehalt sinkt die benötigte Auslagerungszeit

Bei der Verwendung von ZrO<sub>2</sub> tritt das Härtemaximum bereits bei der kürzesten untersuchten Auslagerungszeit auf. Deshalb wurde die Auslagerungstemperatur für alle ZrO<sub>2</sub>-haltigen Varianten auf 490 °C gesenkt. Abb. 41 zeigt das entsprechende Auslagerungsschaubild. Mit steigendem ZrO<sub>2</sub>-Gehalt verstärkt sich dieser Effekt, so dass die Auslagerungszeit zum Erreichen der Maximalhärte mit steigendem Anteil der ZrO<sub>2</sub>-Partikel sinkt. Bei Varianten mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> war dieses Verhalten nicht zu beobachten.



**Abb. 42:** Auslagerungsschaubild 18Ni350 + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (510 °C)

Wie Abb. 42 und Abb. 43 zeigen, steigt bei beiden Keramiksorten die Härte erwartungsgemäß mit zunehmendem Hartphasenanteil an. Allerdings fällt dieser Anstieg mit ZrO<sub>2</sub> deutlich geringer aus als mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Dies ist durch die deutlich geringere Härte des ZrO<sub>2</sub> selbst zu erklären. Mit 15 vol.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> waren Härtewerte von über 750 HV2 erreichbar (Abb. 42).

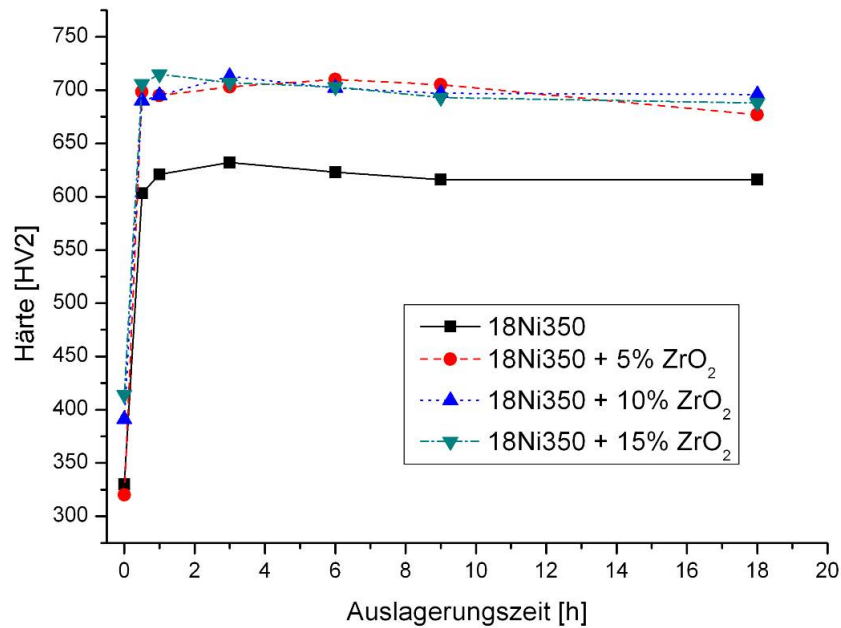


Abb. 43: Auslagerungsschaubild 18Ni350 + ZrO<sub>2</sub> (490 °C)

Bei der Untersuchung der Härteeindrücke im Rasterelektronenmikroskop zeigten sich deutliche Unterschiede an den Grenzflächen zwischen 18Ni350-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und 18Ni350-ZrO<sub>2</sub>. Untersucht wurden die Kanten von Härteeindrücken, wo die Ablösung an Phasengrenzflächen bei geringer Grenzflächenhaftung besonders stark in Erscheinung tritt. Die Proben mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> zeigten sehr häufig Ablösungen an der Grenzfläche zwischen den Keramikpartikeln und dem Stahl (**Fehler! Verweisquelle konnte nicht gefunden werden.**). Risse und Brüche der Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Partikel selbst waren nur sehr selten zu beobachten. Bei Proben mit ZrO<sub>2</sub> zeigte sich hingegen eine deutliche bessere Anbindung der Partikel an die Stahlmatrix. Auch an den Ecken und Kanten der Härteeindrücke waren keinerlei Ablösungen zu beobachten (Abb. 45). An hoch belasteten Stellen traten vereinzelt Brüche der ZrO<sub>2</sub>-Partikel auf (Abb. 46).

Die Beobachtungen an ZrO<sub>2</sub>-Proben legen, zusammen mit den hohen Sinterdichten und dem Einfluss auf die Ausscheidungsbildung, als Ursache eine Reaktion des ZrO<sub>2</sub> mit der Stahlmatrix nahe. Auch die bei den Werkstoffverbunden entstandene Zwischenschicht belegt diese Vermutung. Da die Ausscheidungshärtung durch ein Absenken der Auslagerungstemperatur kontrolliert werden kann, ist diese Reaktion wegen ihrer positiven Auswirkungen auf die Anbindung Stahl-Keramik und die Verdichtung insgesamt als positiv zu bewerten.

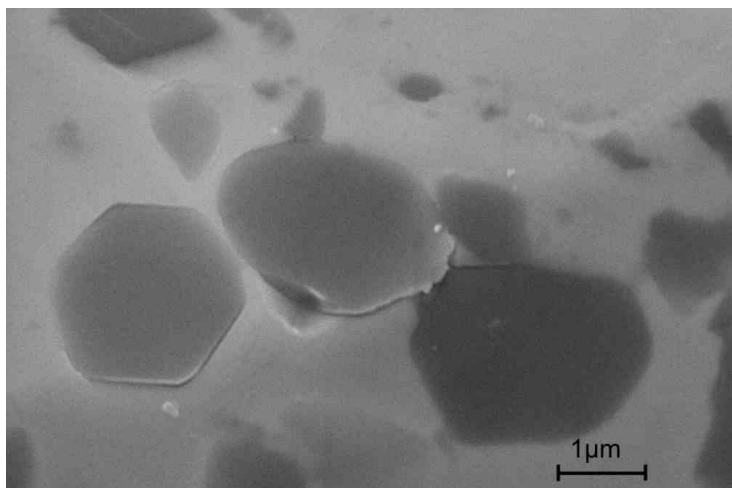
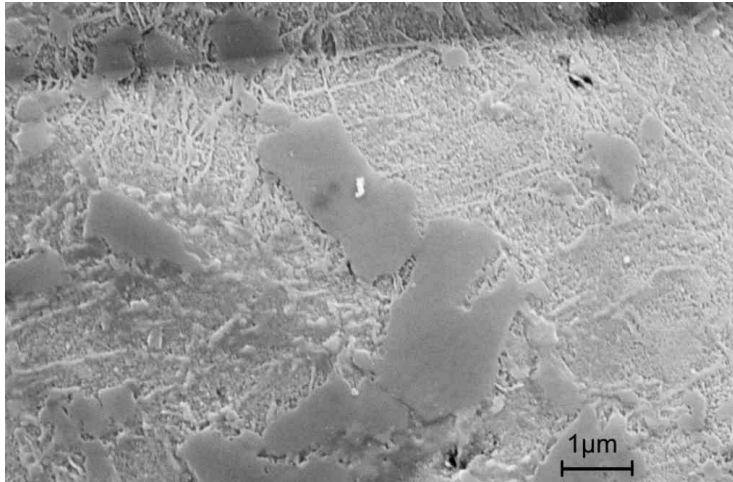
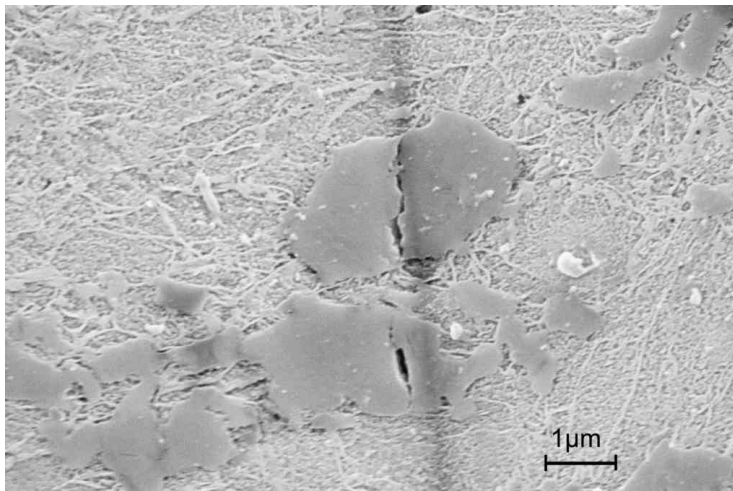


Abb. 44: Kante eines Härteeindrucks in 18Ni350 + 15 Vol. % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



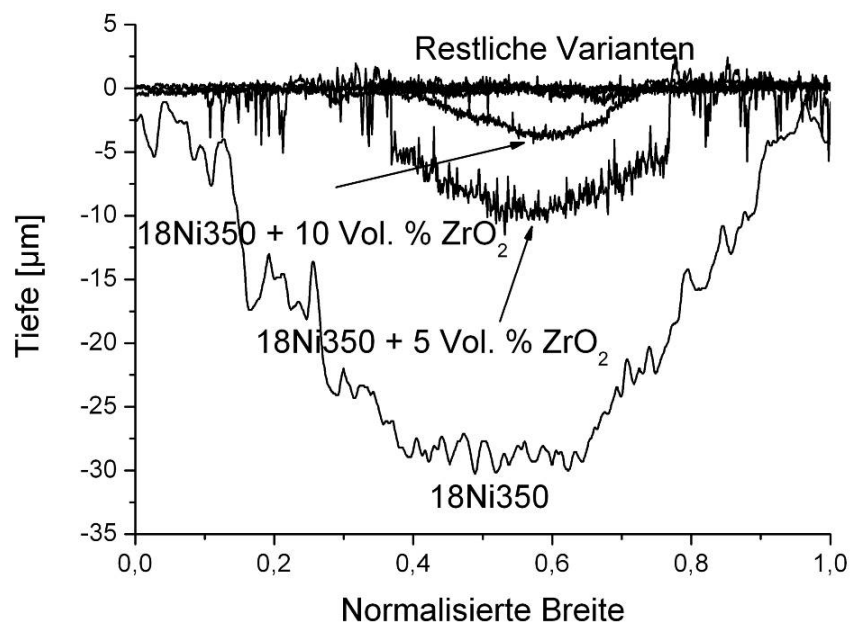


**Abb. 45:** Ecke eines Härteeindrucks in 18Ni350 + ZrO<sub>2</sub>



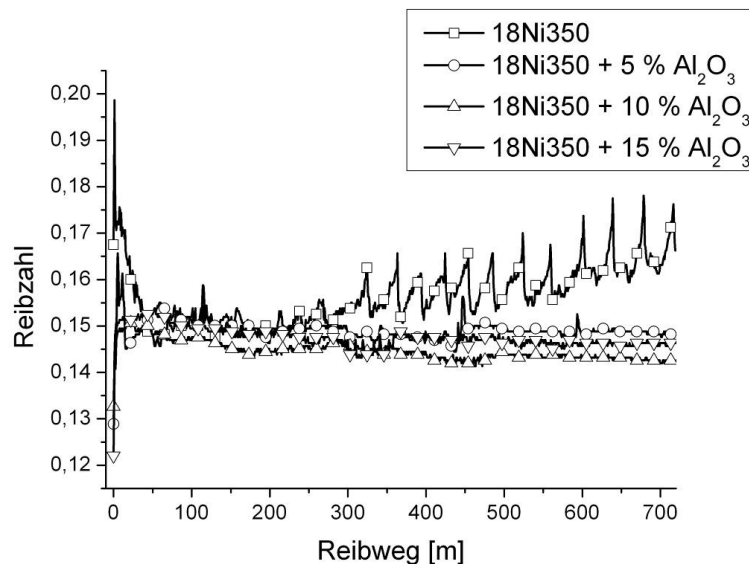
**Abb. 46:** Kante eines Härteeindrucks in 18Ni350 + ZrO<sub>2</sub>

Die tribologischen Untersuchungen wurden wie bei den 100Cr6 Varianten im Kugel-auf-Scheib-Test durchgeführt. Abb. 47 zeigt die beim Projektpartner HTW ermittelten Ergebnisse aus der Vermessung der Reibspur mittels Weisslicht-Konfokalmikroskop. Dabei wurde die Tiefe im Querschnitt senkrecht zur Reibspur vermessen.



**Abb. 47:** Verschleißtiefe der unterschiedlichen Varianten von 18Ni350 Dispersionswerkstoffen

Der reine 18Ni350 zeigte mit einer Verschleißtiefe von 30 µm einen sehr starken Abtrag (Abb. 47). Durch die Verstärkung mit ZrO<sub>2</sub> ließ sich der Abtrag deutlich reduzieren. Bei 15 vol.% ZrO<sub>2</sub>-Anteil war die Spurtiefe unter 1 µm und deshalb kaum noch messbar. Deutlich effektiver bei der Reduktion des Verschleißes ist die Zugabe von Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. Hier beträgt der Abtrag mit nur 5 vol.% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nur noch 1,2 µm und liegt damit schon unter dem Wert für den reinen 100Cr6. Bei höheren Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Gehalten war der Abtrag ebenfalls deutlich unter 1 µm. Der Verschleiß entstand bei allen Varianten hauptsächlich durch Adhäsion und Partikelabrisse.



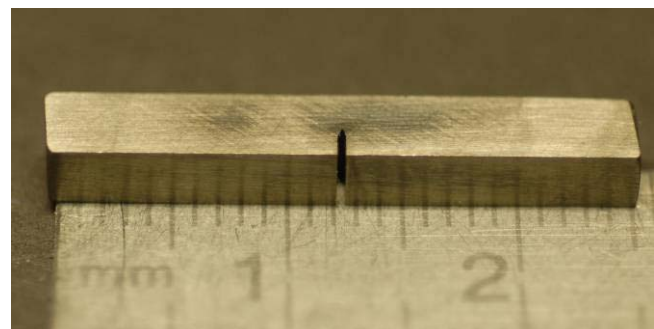
**Abb. 48:** Reibzahl der 18Ni350 + Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Proben

Die Messung der Reibzahl ergab für die unterschiedlichen Varianten nur geringe Unterschiede. Es zeigte sich, dass der reine 18Ni350 im Anlauf eine leichte Überhöhung der Reibzahl aufweist (Abb. 48). Die Überhöhung trat auch bei Varianten mit ZrO<sub>2</sub> auf. Im weiteren Verlauf sinkt die Reibzahl auf einen Wert von 0,15 ab. Ab 300 m Reibweg steigt die Reibzahl bei reinem 18Ni350 mit zunehmendem Verschleiß an. Bei partikelverstärkten Proben war ein solcher Anstieg nicht zu erkennen.

Zur weitergehenden mechanischen Charakterisierung wurden an den Dispersionswerkstoffen auf Basis des 18Ni350 Maraging Stahls Zugversuche und Bruchzähigkeitsmessungen durchgeführt. Die entsprechenden Proben wurden aus den über FAST hergestellten Platten mit dem Durchmesser von 40 mm herauspräpariert. Verwendet wurden Rundzugproben mit Gewindeköpfen, einem Durchmesser von 2 mm im Messquerschnitt und einer Messlänge von 10 mm (Abb. 49).



**Abb. 49:** Zugprobe



**Abb. 50:** K<sub>IC</sub>-Probe

Die Dehnungsmessung erfolgte mit einem Ansetzdehnungsaufnehmer. Die SEVNB-Proben für die Bruchzähigkeitsmessungen hatten die Abmessungen 3 x 4 x 25 mm (Abb. 50). Die

Kerbinbringung erfolgte durch Kerbpolieren mit einer Rasierklinge und Diamantpaste, die Belastung erfolgte im 4-Punkt-Biegversuch.

Die Ergebnisse aus dem Zugversuch (Abb. 51) zeigen für Proben aus reinem 18Ni350 sehr hohe Festigkeiten von 2150 MPa. Auch die Bruchdehnung ist mit 2,7 % sehr gut. Damit wurden annähernd die Werte geschmiedeter Sorten erreicht. Dies ist bemerkenswert, da die pulvermetallurgische Herstellung immer mit inneren Grenzflächen einhergeht, welche die Duktilität zumeist stark mindern. Durch die Zugabe der Keramikpartikel nahm die Duktilität stark ab und es wird keine makroskopische Bruchdehnung mehr beobachtet. Die Werte sowohl bei Festigkeit als auch bei der Bruchdehnung waren für die  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - und  $\text{ZrO}_2$ -Varianten sehr ähnlich. Mit einem Anteil von 5 vol.% an Partikeln stieg die Festigkeit leicht an (Abb. 52). Bei weiterer Erhöhung des Partikelgehalts nahm die Festigkeit für die  $\text{ZrO}_2$ -Varianten auf Werte unter 1500 MPa ab. Bei den  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Varianten fiel die Festigkeitsabnahme noch etwas stärker aus. Trotzdem blieb auch hier die Festigkeit in allen Fällen oberhalb von 1000 MPa. Der E-Modul stieg mit steigendem Keramikanteil erwartungsgemäß an.

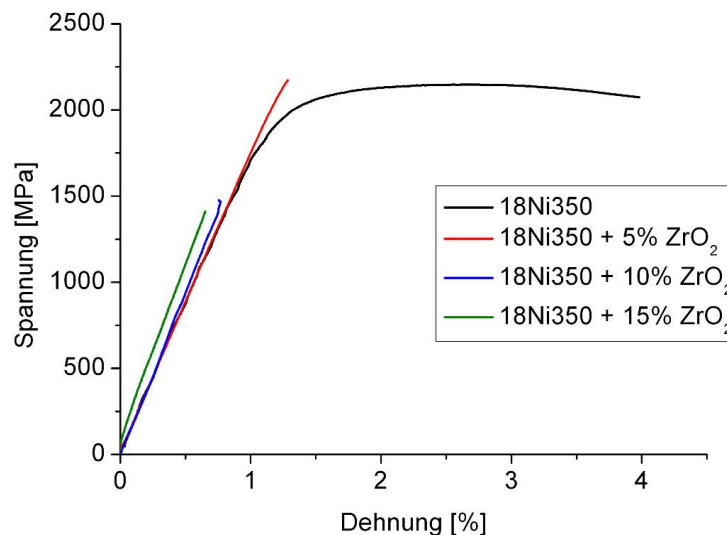


Abb. 51: Zugversuch an 18Ni350 +  $\text{ZrO}_2$  Proben

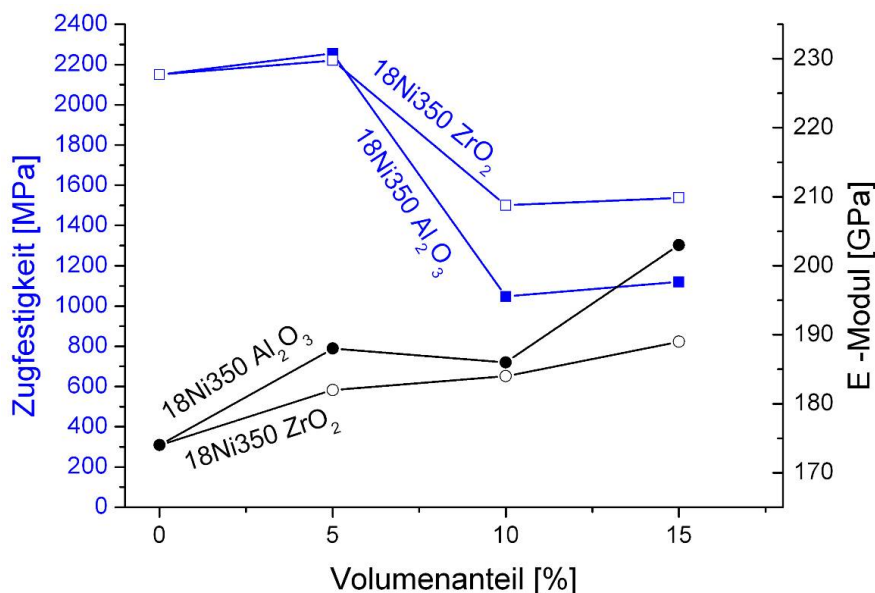


Abb. 52: Zugfestigkeit und E-Modul der 18Ni350-Proben

Die Ergebnisse zur Bruchzähigkeit sind in Abb. 53 wiedergegeben. Auch bei den partikelverstärkten Materialien, die im Zugversuch keine makroskopische Bruchdehnung mehr zeigen, konnten vergleichsweise hohe  $K_{IC}$ -Werte erzielt werden. Der reine 18Ni350 weist eine sehr gute Bruchzähigkeit von fast  $50 \text{ MPa m}^{1/2}$  auf. Der  $K_{IC}$ -Wert sinkt dann bis in den Bereich von ca.  $20 \text{ MPa m}^{1/2}$ . Auch hier ergaben sich nur geringe Unterschiede zwischen den beiden Verstärkungsvarianten mit  $\text{ZrO}_2$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$ .

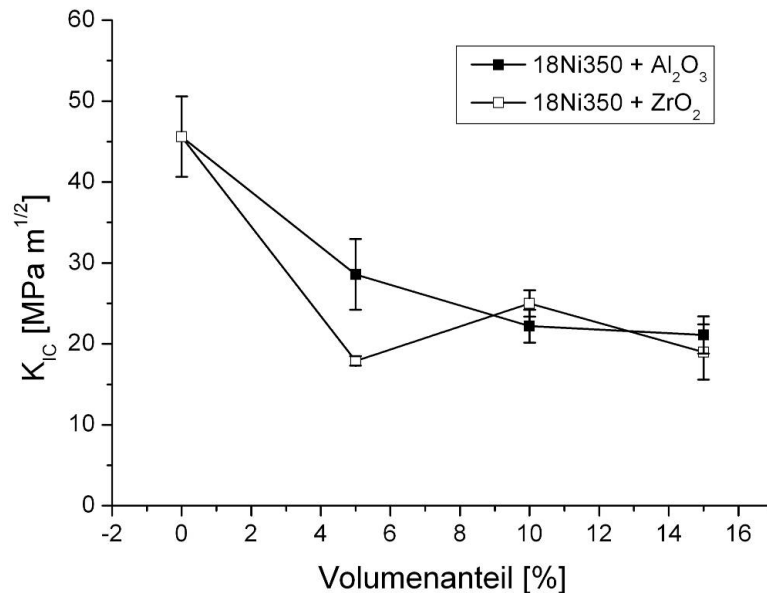


Abb. 53: Bruchzähigkeit der partikelverstärkten 18Ni350-Varianten

### Zusammenfassende Bewertung

Zusammenfassend lässt sich feststellen, dass der FAST-Prozess erhebliche Vorteile im Vergleich zu konventionellen Sinterverfahren aufweist. Dies gilt sowohl für die Herstellung von Werkstoffverbunden mit vorverdichteten oder co-verdichtenden Keramik- und Hartmetall-Inlays, als auch für die Herstellung von Dispersionswerkstoffen. Mittels FAST lassen sich dichte Proben mit Prozesszeiten unter 30 min herstellen. Dabei sind die benötigten Temperaturen deutlich niedriger als beim drucklosen Sintern, was sich günstig auf die Gefügeausbildung auswirkt und Materialkombinationen ermöglicht, die beim konventionellen Sintern aufgrund von Reaktionen nicht verdichtbar sind. Dem entgegen stehen allerdings die höheren Prozesskosten und die eingeschränkte Teilegeometrie.

Bei den Werkstoffverbunden wurde gezeigt, dass sich WC-Ni-Hartmetall,  $\text{ZrO}_2$  und  $\text{Al}_2\text{O}_3$  über die FAST-Technik mit 18Ni350 kombinieren lassen und jeweils eine gute Anbindung erreichen. Beim Hartmetall entsteht eine relativ dünne Diffusionszone, deren Festigkeitseigenschaften bisher nicht bekannt sind. Bei den Keramik-Inlays kommt es zur Bildung von Abkühlrissen aufgrund des thermischen Misfits, die aber durch geeignete konstruktive Auslegung der Verbundgeometrie vermeidbar sein sollten.

Die partikelverstärkten Dispersionsmaterialien waren bei der Projektplanung als Alternative für die Werkstoffverbunde vorgesehen. Obwohl die im Projekt (Verbundpartner Bosch) durchgeführten Auslegungsrechnungen ihre Verwendbarkeit für das im Mittelpunkt stehende Injektorbauteil in Frage stellen, gibt es eine ganze Reihe von Aspekten, die diese Werkstoffe interessant für ähnliche Einsatzgebiete machen. Entscheidend ist dabei, dass die eingelagerten Keramikpartikel das Verschleißverhalten bei Gleitbeanspruchung drastisch verbessern. Wichtig ist dabei eine Abstimmung der Größenverhältnisse der verwendeten Ausgangspulver, um auch tatsächlich ein Dispersionsgefüge zu erreichen. Insbesondere die in diesem Projekt untersuchten Materialien auf Basis des martensitaushärtenden Stahls 18Ni350 sind sehr viel

versprechend. So erreicht der reine Basiswerkstoff über die FAST-Route annähernd die mechanischen Eigenschaften des geschmiedeten Materials, das aber für Gleitbeanspruchungen ungeeignet ist. Das Eindispersieren von  $\text{Al}_2\text{O}_3$ - oder  $\text{ZrO}_2$ -Partikeln ist möglich, wenn der Ti-Gehalt des Ausgangspulvers an den Prozess angepasst wird. Die partikelverstärkten Varianten sind weniger duktil, erreichen aber immer noch hohe Festigkeiten und im Vergleich zu Keramiken und Hartmetallen auch hohe Bruchzähigkeiten. Die Verschleißbeständigkeit steigt drastisch an und durch den kaum messbaren Verschleiß lässt sich die Reibzahl auf einem niedrigen Niveau stabilisieren. Da martensitaushärtende Stähle extrem empfindlich auf Änderungen ihrer Zusammensetzung reagieren, ist die Verstärkung mit stabilen oxidischen Partikeln eine der wenigen denkbaren Möglichkeiten zur Verbesserung ihres Verschleißverhaltens. Die Machbarkeit dieses Konzepts wurde hier erstmalig aufgezeigt.

### 2.1.3 FCT Systeme GmbH

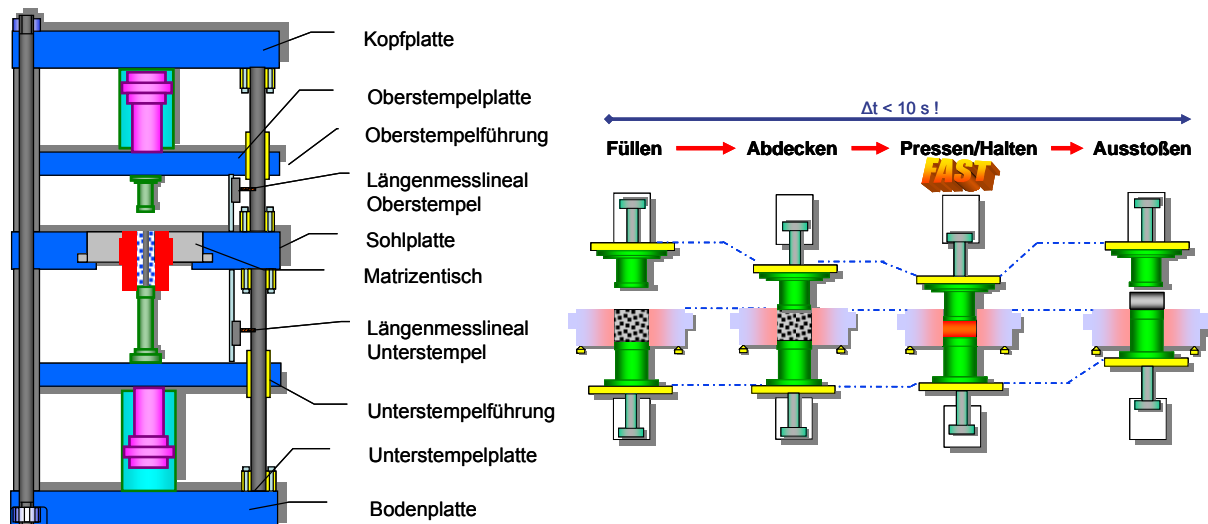
#### Verfahrensentwicklung und Aufbau FAST<sup>2</sup>- und FAST-Sint-Anlagen (AP9)

##### *FAST<sup>2</sup>*

Aufbauend auf dem bereits von FCT zur Marktreife entwickelten „FAST“-Verfahren zum schnellen Sintern von pulvermetallurgischen oder keramischen Werkstoffen wurde im Rahmen des HPMat-Projekts das sogenannte „FAST<sup>2</sup>“-Verfahren entwickelt. Ziel war hierbei die wirtschaftliche Herstellung der im Projekt entwickelten Werkstoffsysteme, was nur durch nochmals signifikant verkürzte Sinterzyklen erreicht werden kann.

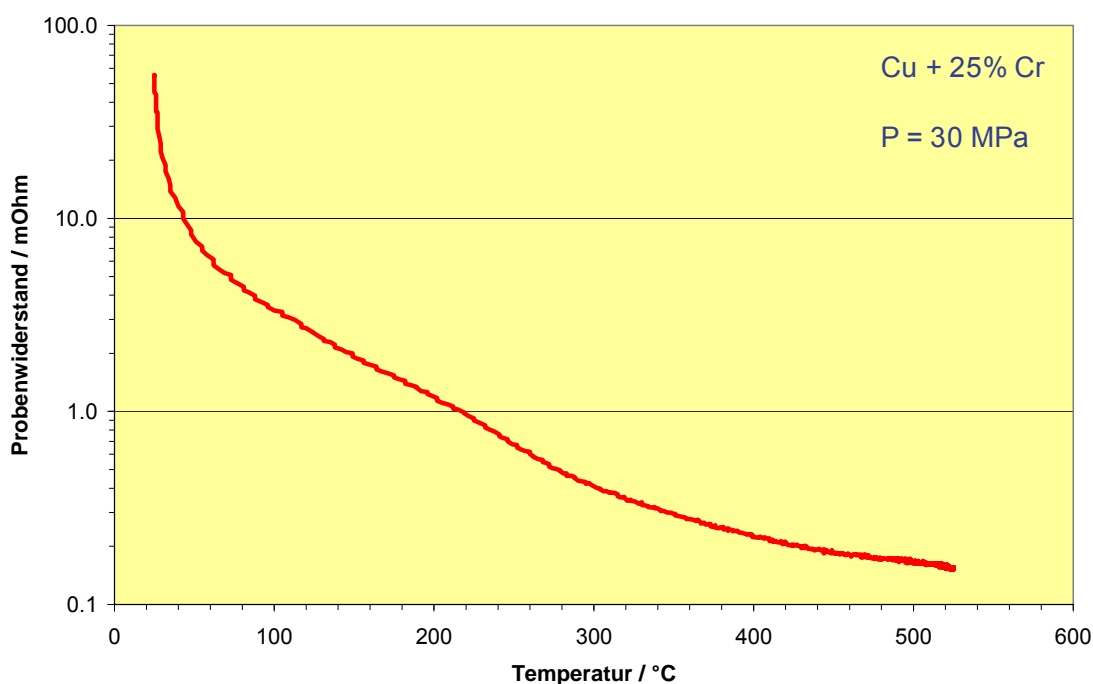
Eine grundlegende Anforderung an das zu entwickelnde „FAST<sup>2</sup>“-Verfahren bzw. die hierfür benötigte „FAST<sup>2</sup>“-Anlage ist demnach eine Taktzeit von deutlich unter 30 s (Ziel: < 10 s). Die bisher gebauten Anlagen sind für Temperaturen bis zu 2500 °C und Bauteil-Durchmesser von bis zu 300 mm ausgelegt. Hierbei wird das Presswerkzeug manuell befüllt, in die Anlage eingebaut, der Vakuumbehälter geschlossen und evtl. evakuiert und/oder mit Schutzgas geflutet, bevor der eigentliche Sinterprozess beginnen kann. Auch das Entladen und der Ausbau des Bauteils aus dem Presswerkzeug erfolgt manuell. Mit dieser Vorgehensweise sind Taktzyklen unter ca. 5 Minuten kaum erreichbar.

Um die Projektziele zu erreichen, war also eine völlig andere Verfahrensweise zu realisieren. Die in der ersten Projektphase durchgeführten Voruntersuchungen und Machbarkeitsstudien zeigen, dass es aussichtsreich ist, ähnlich wie bei der etablierten Pulver-Trockenpress-Technologie mit einem in die Anlage fest integrierten Werkzeugsystem zu arbeiten. Füllen und Schließen des Werkzeugs vor dem Sintervorgang müssen ebenso wie Öffnen und Entleeren nach erfolgter Sinterung vollautomatisch in der Anlage selbst ablaufen (Abb. 54), um die Ziel-Taktzeit erreichen zu können. Für die automatisch arbeitende Endausbaustufe kann also die Mechanik/Hydraulik eines modernen Trockenpressautomaten als Basis verwendet werden. Eine solche Anlage erfüllt alle mechanisch-hydraulischen Grundvoraussetzungen für das FAST<sup>2</sup>-Verfahren, so dass eine kostenintensive Eigenentwicklung überflüssig ist. Nach vorliegendem Angebot erfordert eine solche Vorgehensweise aber eine Investition von rund 230.000 Euro. Dazu kommt ein hoher Engineering-Aufwand für nicht direkt projektrelevante Arbeiten (Pulverhandling, Automatisierungsschritte), was den Zeitplan des FCT-Teilprojekts stark verzögert hätte, mit entsprechenden Auswirkungen auf das Gesamtprojekt.

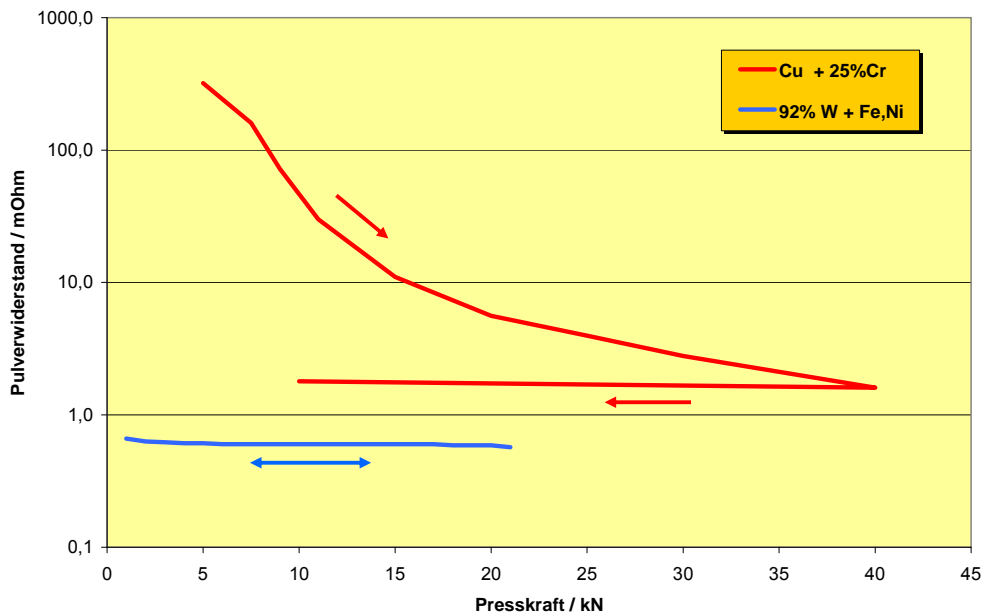


**Abb. 54:** Schema einer FAST<sup>2</sup>-Anlage mit integriertem Werkzeugsystem und Prozessablauf

Es wurde deshalb beschlossen, zunächst auf einen vollautomatischen Prozessablauf zu verzichten und sich kosten- und zeitsparend auf die FAST<sup>2</sup>-Kerntechnologie zu konzentrieren. Dann kann auch die FAST-Technologie der bereits am Markt eingeführten HPD-Serie als Basis Verwendung finden. Mit der bei den HPD-Anlagen verwendeten Mechanik/Hydraulik kann man zwar nicht die anvisierten Taktzeiten von <10 s erreichen, konnte aber die im folgenden beschriebenen wesentlichen, neu zu entwickelnden FAST<sup>2</sup>-Komponenten wie Stromversorgung, schnelle Mess- und Regeltechnik sowie die Werkzeugentwicklung durchführen und zudem in absehbarer Zeit Sinterversuche für die Projektpartner durchführen. Ein wesentliches Leistungsmerkmal ist die Stromversorgungseinheit der FAST<sup>2</sup>-Anlage. Vorversuche und bisherige Arbeiten zeigten eine erhebliche Abhängigkeit des elektrischen Widerstands des zu sintern Pulverpresslings von Temperatur, Pressdruck, und Verdichtungsgrad. Abb. 55 zeigt beispielhaft eine Änderung des Widerstands eines CuCr-Pulvers um nahezu drei Zehnerpotenzen bei Temperaturerhöhung. Beim gleichen Pulver ist eine ähnlich starke Abhängigkeit auch von der Presskraft zu beobachten, während der Widerstand von W-Pulver hier nur eine geringe Abhängigkeit zeigt (Abb. 56).

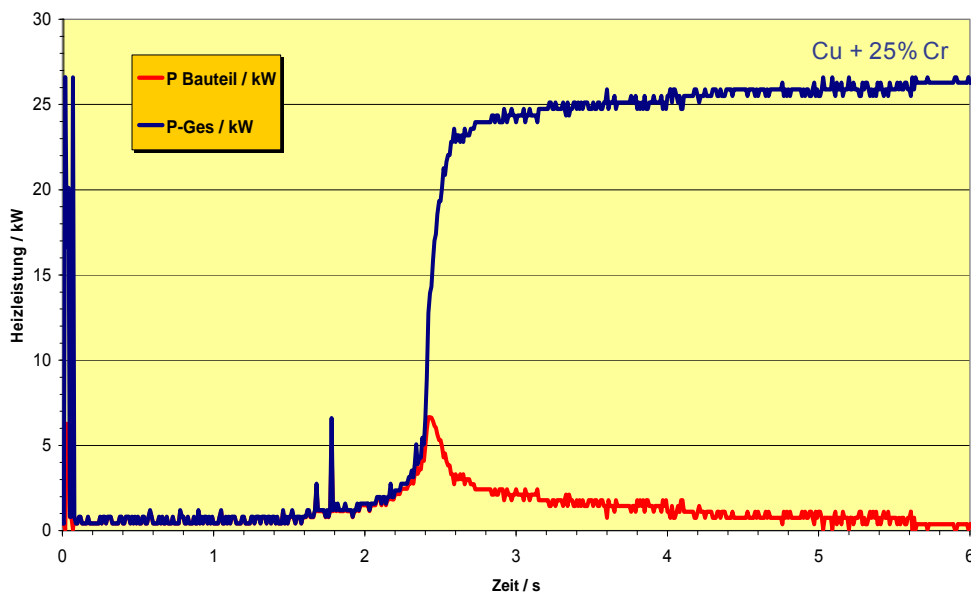


**Abb. 55:** Änderung des elektrischen Widerstands eines CuCr-Pulvers beim Aufheizen



**Abb. 56:** Einfluss der Presskraft auf den elektrischen Widerstand von CuCr- und W-Pulver (bei RT)

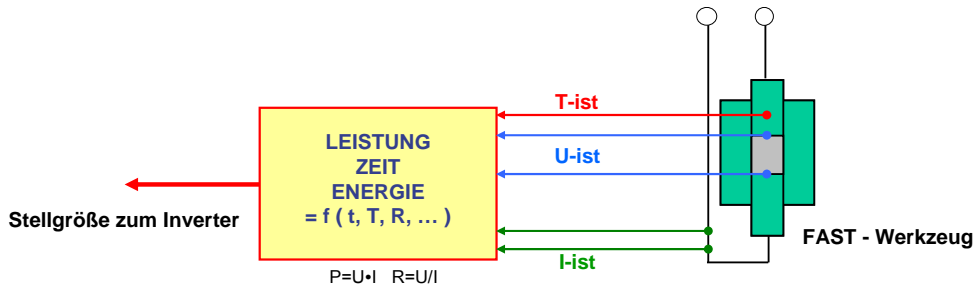
Die genannten Verhaltensweisen führen z.B. dazu, dass die im Bauteil beim Sinterprozess umgesetzte Heizleistung während der Hauptverdichtungsphase ein ausgeprägtes und zeitlich kurzes Maximum durchläuft, das regelungstechnisch nur schwer beherrschbar ist (Abb. 57).



**Abb. 57:** Zeitlicher Verlauf von Heizleistung (gesamt und um Bauteil) beim Schnellsintern von CuCr

Aufgrund dieser sich während des Sintervorgangs allgemein stark verändernden elektrischen Eigenschaften des Pulverpresslings musste die Mess- und Regeltechnik der Stromversorgungseinheit stark modifiziert werden, um diese in Bruchteilen von Sekunden auftretenden Widerstandsänderungen regelungstechnisch beherrschen zu können. Während bei den langsamen Prozessen der bisherigen Anlagen eine temperaturkontrollierte Betriebsart zu guten Ergebnissen führte, mussten nun völlig andere Steuer- und Regelalgorithmen verwendet werden. Da keine Stromversorgungseinheit mit ausreichender Leistungsfähigkeit und Regelgeschwindigkeit am Markt erhältlich ist und die Standardstromversorgung bei weitem nicht den FAST<sup>2</sup>-Anforderungen genügt, mussten hierfür Eigenentwicklungen durchgeführt werden. Abb. 58 zeigt diese als Schema mit einer Aufstellung der benötigten

Regel- und Triggergrößen, Abb. 59 den Einbau in den Schaltschrank und ein Vergleich mit dem konventionellen PID-Temperaturregler.



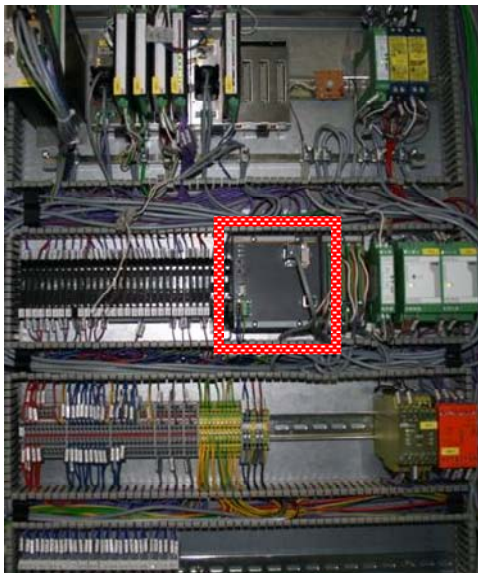
**REGELGRÖSSEN:**

- Temperaturen
- Heizleistung
- Strom

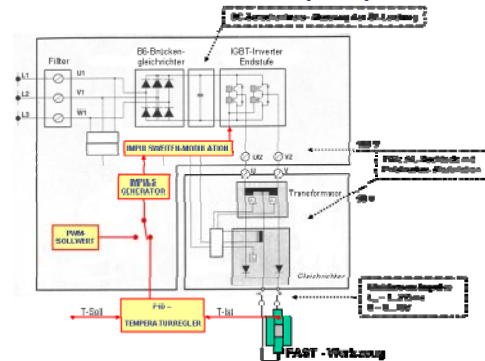
**TRIGGERGRÖSSEN:**

- Temperaturen
- Zeit
- Spannung
- Strom
- Widerstand (rel., abs.)
- Energie (Segment, gesamt)
- Stempelweg

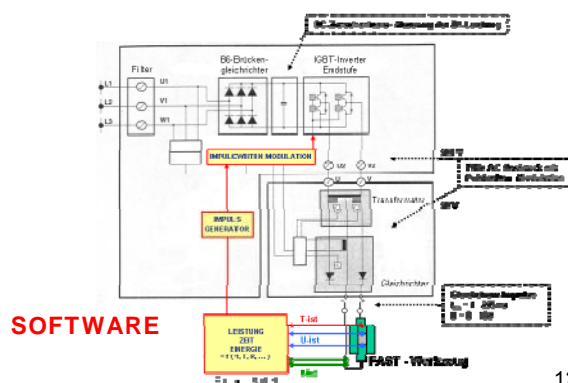
**Abb. 58:** Schema der schnellen FAST²-Mess-/Regeltechnik mit Regel- und Triggergrößen



**Programmierbare Gleichstromimpulsquelle**



**Unterlagerter schneller PQ-Regler**



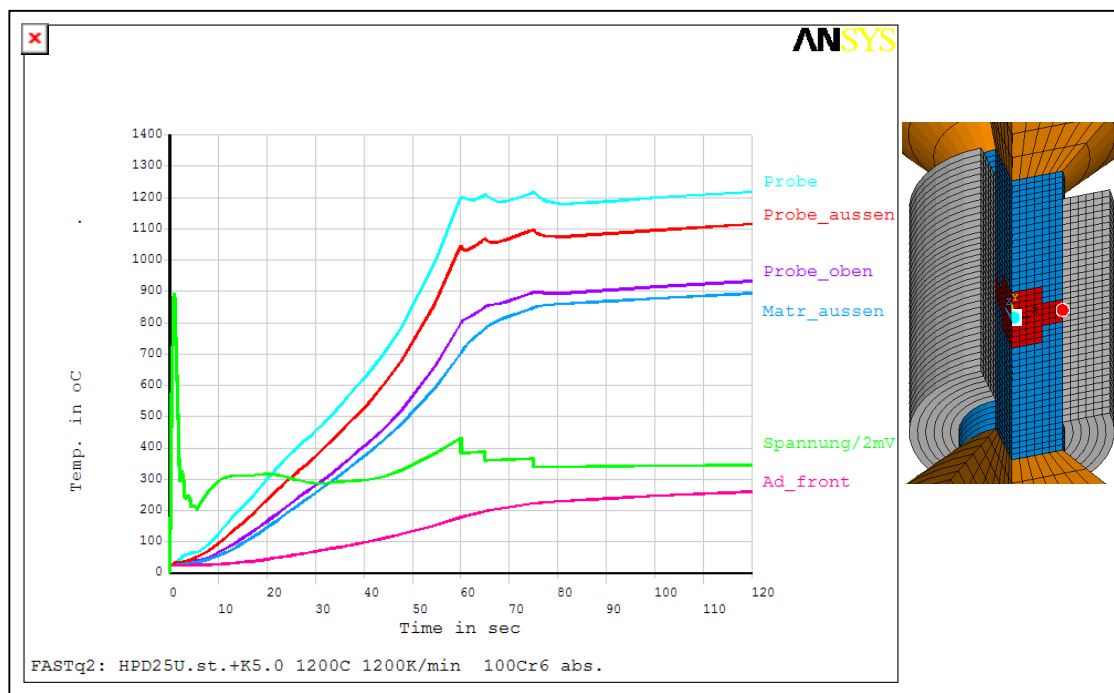
**Abb. 59:** Einbau in den Schaltschrank / Vgl. m.d. konventionellen PID-Temperaturregler

Die dritte wesentliche Komponente der „FAST²“-Anlage ist das Presswerkzeug selbst. Entscheidend für eine erfolgreiche Anwendung des FAST²-Verfahrens zur schnellen Pulververdichtung bzw. -sinterung ist dessen optimales Design. Die Optimierung des Presswerkzeugs wird durch Verwendung numerischer Simulationsverfahren (Finite-Element-



Methode) ganz wesentlich erleichtert. Hierzu wurde ein thermoelektrisches Finite-Element-Modell erstellt, mit dem die Joule'sche Erwärmung des Systems Presswerkzeug-Bauteil simuliert werden kann. Wärmeverluste werden in Form von Strahlungsverlusten sowie Wärmeleitung zu den wassergekühlten Maschinenstempeln berücksichtigt. Außerdem werden die thermoelektrischen Werkstoffdaten der einzelnen Komponenten und ihre Abhängigkeit von der Temperatur berücksichtigt. Berechnet wurden die Temperaturverteilungen im System Presswerkzeug-Bauteil als Funktion der Zeit, so dass Aussagen über die zu erwartende Probenhomogenität gewonnen werden konnten. In einem zweiten Schritt wurden mittels der Wärmedehnungskoeffizienten der verwendeten Materialien auch die auftretenden thermomechanischen Belastungen vorhergesagt, die aufgrund der Temperaturgradienten bzw. der Wärmedehnungsdifferenzen zwischen den unterschiedlichen Werkstoffen auftreten. Durch Variation von Werkzeugaufbau und -geometrie sowie Werkstoffauswahl wurde dann versucht, ein optimales Presswerkzeugdesign zu finden.

Abb. 60 zeigt das verwendete Finite-Element-Modell, in dem verschiedene charakteristische Positionen mit farbigen Punkten eingezeichnet sind. Das nebenstehende Diagramm zeigt für diese Positionen die berechneten Temperatur-Zeit-Verläufe in den jeweils korrespondierenden Farben, für einen FAST<sup>2</sup>-Zyklus mit einer Heizrate von 1200 K/min auf 1200 °C und anschließender Haltezeit von einer Minute. Bereits hier wird deutlich, dass sich während des Aufheizens ganz erhebliche Temperaturgradienten im Bauteil ausbilden, die sich während der Haltezeit praktisch nicht ausgleichen.



**Abb. 60:** Finite-Element-Modell (rechts) und Temperatur-Zeit-Verläufe

Verdeutlicht wird dieses Ergebnis in Abb. 61, die die Temperaturverteilung farbkodiert vom System Presswerkzeug-Bauteil (links) und im Bauteil selbst (rechts) zeigt. Dargestellt ist das halbe, d.h. auf halber Höhe geschnittene Bauteil. Die maximale Temperaturdifferenz im Bauteil beträgt hier am Ende der Haltezeit 295 K, d.h. die äußere Stirnfläche des Bauteils erreicht lediglich 933 °C, während die heißeste Stelle etwas außerhalb des Probenzentrums 28 K oberhalb der Solltemperatur von 1200 °C liegt.

Derartige Temperaturgradienten sind aus werkstofflicher Sicht kaum akzeptabel, so dass diese ersten Simulationsrechnungen einen erheblichen Optimierungsbedarf des FAST<sup>2</sup>-Presswerkzeugdesigns aufzeigten. Durch Variation von Geometrie und Werkstoffkombinationen konnte eine deutliche Reduzierung dieser Temperaturdifferenzen im

Bauteil erreicht werden. Abb. 62 zeigt hierzu tabellarisch verschiedene Entwicklungsstufen mit Angabe von radialer und axialer Temperaturdifferenz nach Heizen mit 1200 K/min und 60 s Haltezeit bei 1200 °C.

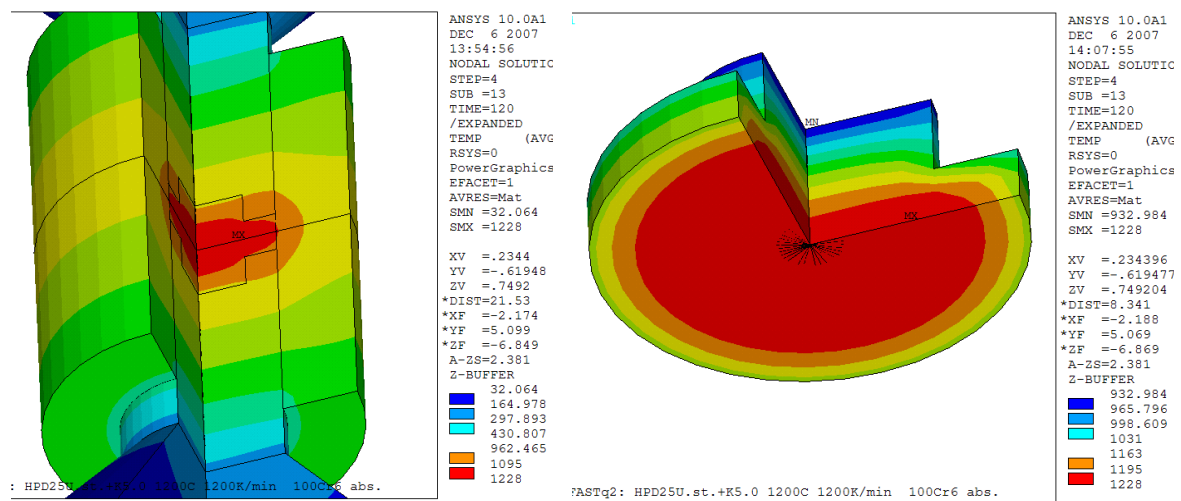


Abb. 61: Berechnete Temperaturverteilungen am Ende der Haltezeit

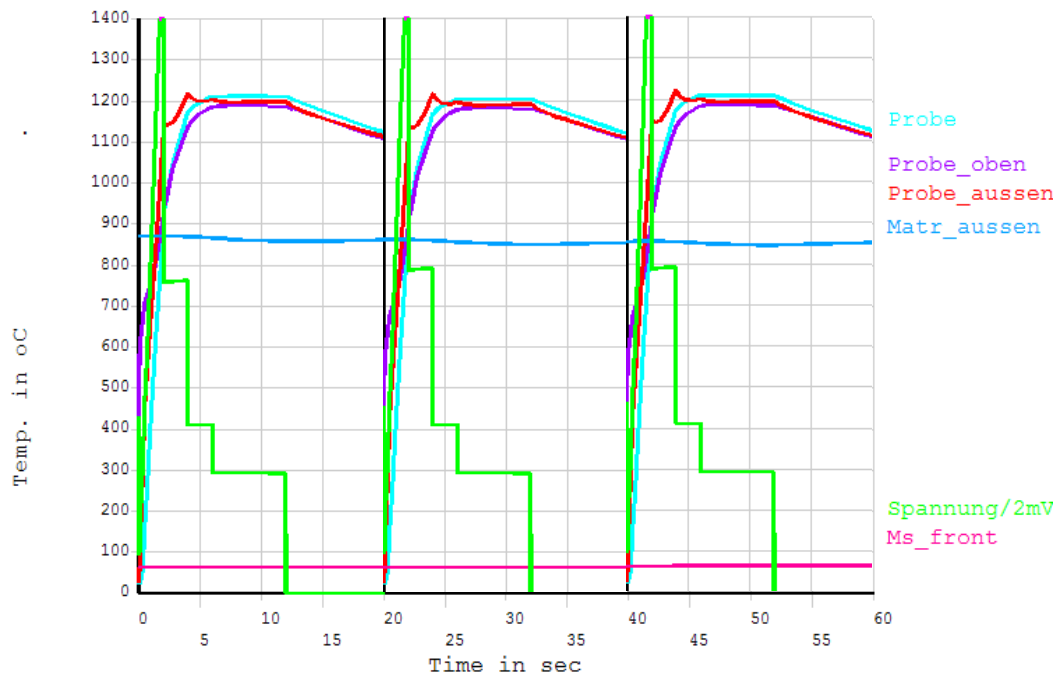
Modell:	FASTq2	FASTq4	Fastq6	FASTq7
gezeigt ist ein 3/8-Modell des vereinfachten Demonstratorbauteiles				
$\Delta T$ -axial:	288 K	292 K	67 K	70 K
$\Delta T$ -radial:	103 K	8 K	41 K	11 K

T in °C

Abb. 62: Berechnete Temperaturverteilungen diverser Presswerkzeug-Varianten

Anschließend wurde die thermische Situation von in kurzer Folge durchgeführter FAST<sup>2</sup>-Sinterzyklen betrachtet, so wie es bei einer vollautomatischen Produktionsanlage der Fall ist. Hierzu wurden per FEM zunächst das Vorheizen des Presswerkzeugsystems bis zu einem thermisch stationären Zustand und anschließend eine Abfolge von Verdichtungszyklen mit 5 s Aufheizzeit, 7 s Haltezeit und 8 s Abkühlzeit simuliert. Abb. 63 zeigt die ersten drei Verdichtungszyklen. Man erkennt, dass sich bereits nach drei Zyklen ein thermisch weitgehend stationärer Zustand eingestellt hat.

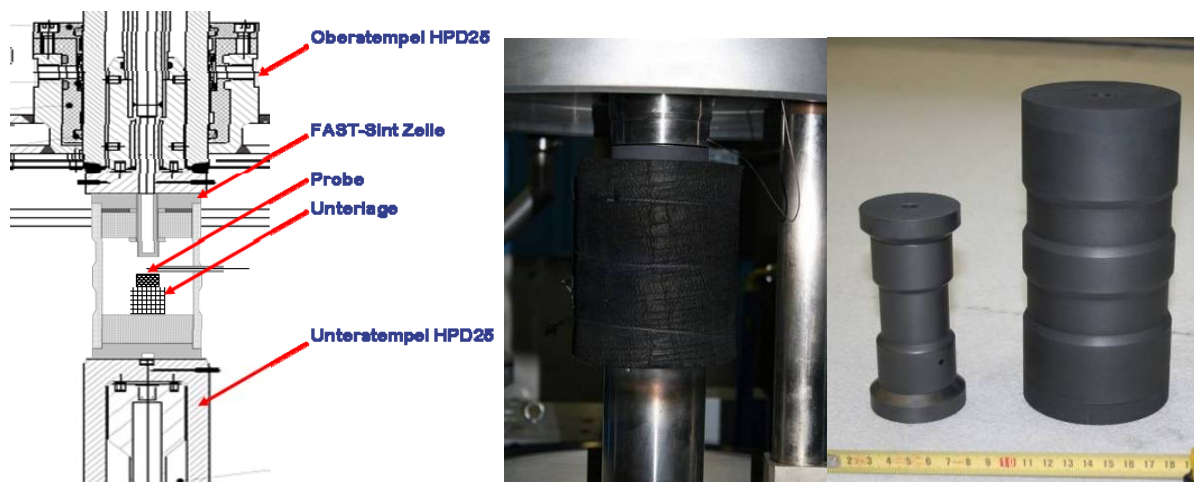
Für diese kurzen Zyklen wurden weitere Optimierungen über Geometrie- und Werkstoffvariationen durchgeführt. Die axialen bzw. radialen Temperaturdifferenzen konnten dabei auf 24 K bzw. 11 K reduziert werden.



**Abb. 63:** Spannung und Temperaturen kurz aufeinanderfolgender FAST<sup>2</sup>-Zyklen

#### FAST-Sint

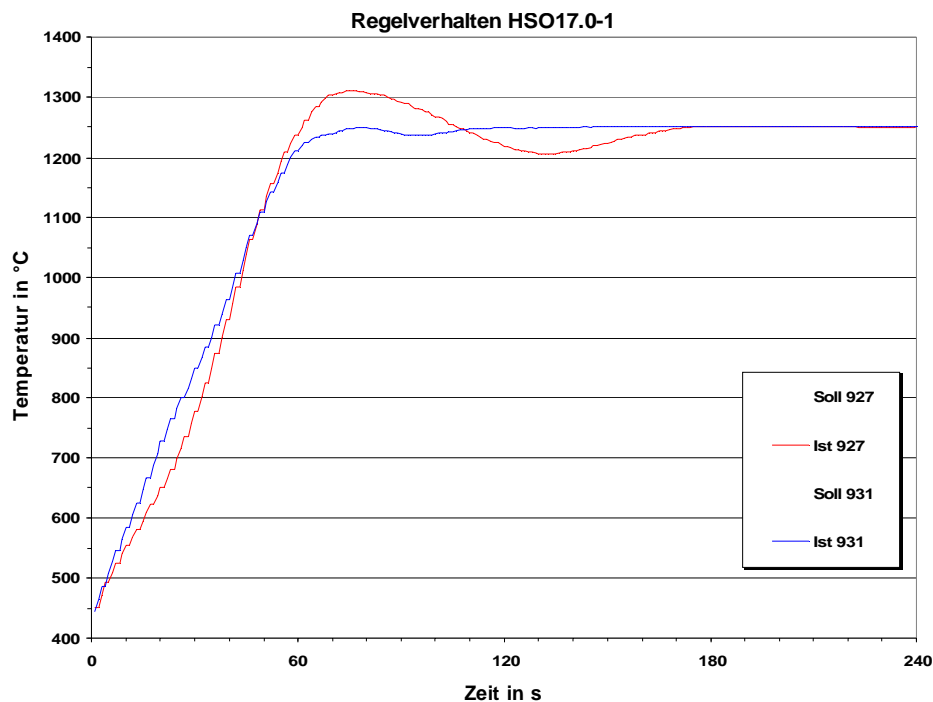
Parallel zur Entwicklung des FAST<sup>2</sup>-Verfahrens wurde mit der Entwicklung eines alternativen Sinterverfahrens „FAST-Sint“ begonnen. Die Motivation war der Bedarf nach einem schnellen Sinterverfahren, das sich auch für die im Projekt relevanten PIM-Teile mit relativ komplexer Geometrie eignet. Ähnlich wie FAST<sup>2</sup> arbeitet FAST-Sint mit einer extrem kleinen thermischen Masse, so dass äußerst kurze Sinterzeiten möglich werden, die insbesondere für nanostrukturierte oder Ungleichgewichts-Werkstoffe essentiell sein können. Da das Verfahren ohne Verwendung eines Presswerkzeugs arbeitet, fallen auch keine Werkzeugkosten an und Probleme mit Werkzeugverschleiß bei hohen Stückzahlen fallen weg. Auch chemische und thermomechanische Inkompatibilitäten zwischen Bauteil und Presswerkzeug (Kontaktreaktionen, Wärmedehnungseffekte) spielen dadurch keine Rolle. Nachteilig ist allerdings, dass die bei einigen Pulvern auftretenden sinteraktivierenden Effekte von Pressdruck und direktem Stromdurchgang des FAST<sup>2</sup>-Verfahrens beim FAST-Sint-Verfahren nicht wirksam sein können. Die Relevanz dieser Effekte hängt jedoch stark vom jeweiligen Werkstoffsystem (Chemismus, Sintermechanismen etc.) ab und muss individuell und pulverspezifisch geprüft werden.



**Abb. 64:** FAST-Sint-Heizzellen (rechts), integriert in HPD25-Anlage (links, Mitte)

Ähnlich wie bei FAST<sup>2</sup> beschrieben wurde ein Testen der eigentlichen Kerntechnologie in einer herkömmlichen FAST-Anlage der HPD-Serie durchgeführt, so dass ohne langwierige Entwicklung spezieller Mechanik/Hydraulik die für die Projektarbeit erforderlichen Sintertests durchgeführt werden konnten.

Die Arbeiten bezogen sich zunächst darauf, durch regelungstechnische Optimierung Sinterzyklen mit definierten Temperaturverläufen zu realisieren. Hierzu wurden auch die FAST-Sint-Heizzellen optimiert. Abb. 64 zeigt die Integration der FAST-Sint-Heizzelle in die HPD25-Anlage (links, Mitte), sowie zwei FAST-Sint-Heizzellen unterschiedlicher Bauart. In Abb. 65 ist ein Sintertemperaturverlauf vor und nach Optimierung dargestellt.



**Abb. 65:** FAST-Sint Sintertemperaturverlauf vor und nach Optimierung

Bei einer Parameterstudie für das FAST-Sint-Schnellsintern von Standard-Hartmetall (Feinstkorn, 6 Gew.-% Co) wurden allerdings Inkonsistenzen bei den erzielten Probandaten festgestellt. Als Ursache hierfür konnte die nur leistungsgesteuert und nicht temperaturgeregelt betriebene Aufheizrampe ermittelt werden, die aufgrund schwankender Umgebungsbedingungen (z.B. Kühlwassertemperatur) keine reproduzierbare Aufheizgeschwindigkeit zeigte (Abb. 66). Bei den verwendeten, sehr kurzen Prozesszeiten haben diese Schwankungen offenbar bereits großen Einfluss. Um eine temperaturgeregelte Aufheizrampe zu ermöglichen, musste die Versuchsanlage mit einem zweiten Pyrometer ausgerüstet werden (Abb. 67), mit dem eine Messung direkt am Heizer möglich ist. Wie Abb. 68 zeigt, sind nun Aufheizgeschwindigkeiten im Bereich von 1.000 K/min regelbar.

Um auch schwer verdichtbare Werkstoffe und kurzer Zeit dicht zu sintern oder auch minimale Restporosität vollständig zu beseitigen (z.B. Porositätsklasse „A00“ bei Hartmetall) kann eine zusätzliche Unterstützung der Sinterverdichtung durch kurzzeitiges Aufbringen eines Gasdrucks von z.B. 100 bar („Sinter-HIP“) entscheidend sein. Für die hierfür zu entwickelnde Druckzelle wurde im Berichtszeitraum ein tragfähiges Konzept entwickelt. Insbesondere mussten technische Lösungen für den Druckbehälter, die Stromzuführung, Möglichkeit der Pyrometermessung etc. bei möglichst kleinen Rauminhalt des Druckbehälters gefunden werden. Abb. 69 zeigt das Ergebnis in Form einer schematischen Längsschnittdarstellung. Dieses Konzept wird anschließend in eine Detailkonstruktion umgesetzt, mittels numerischer Methoden überprüft und ggf. optimiert und dann realisiert.

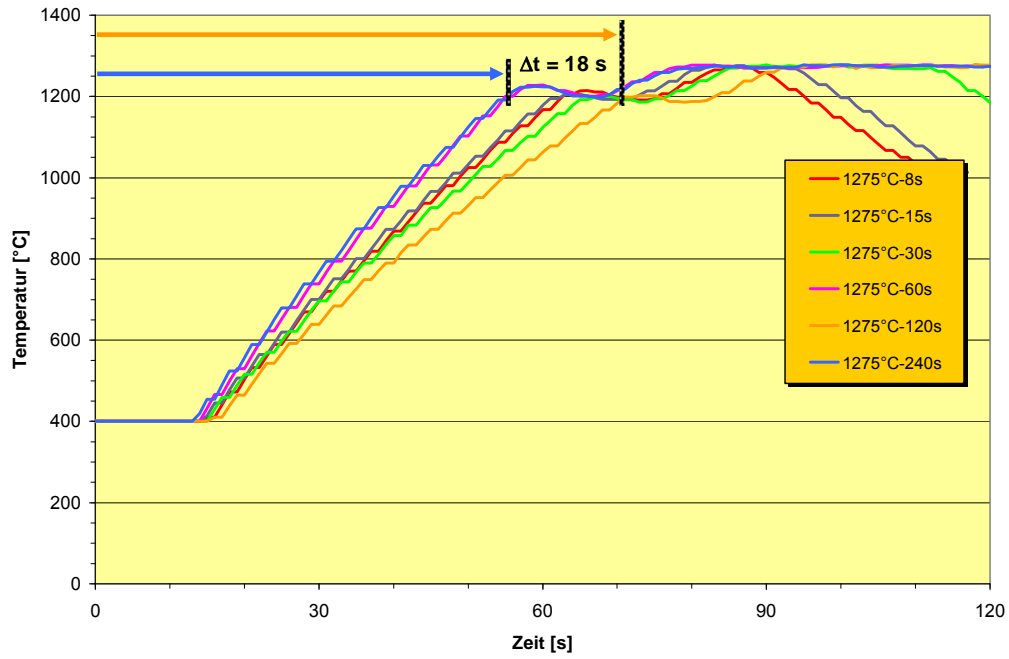


Abb. 66: Temperatur vs. Zeit, Hartmetall-Schnellsinterungen

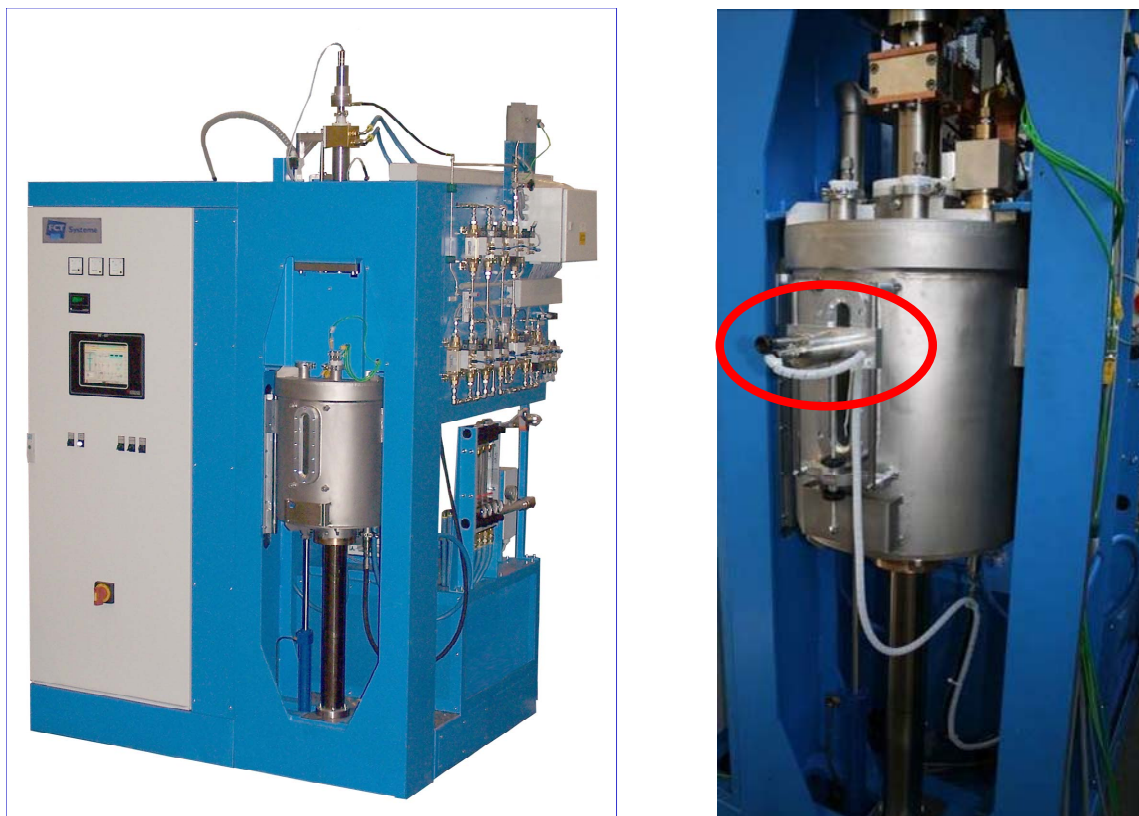


Abb. 67: Anbau eines zweiten Pyrometers an die Versuchsanlage

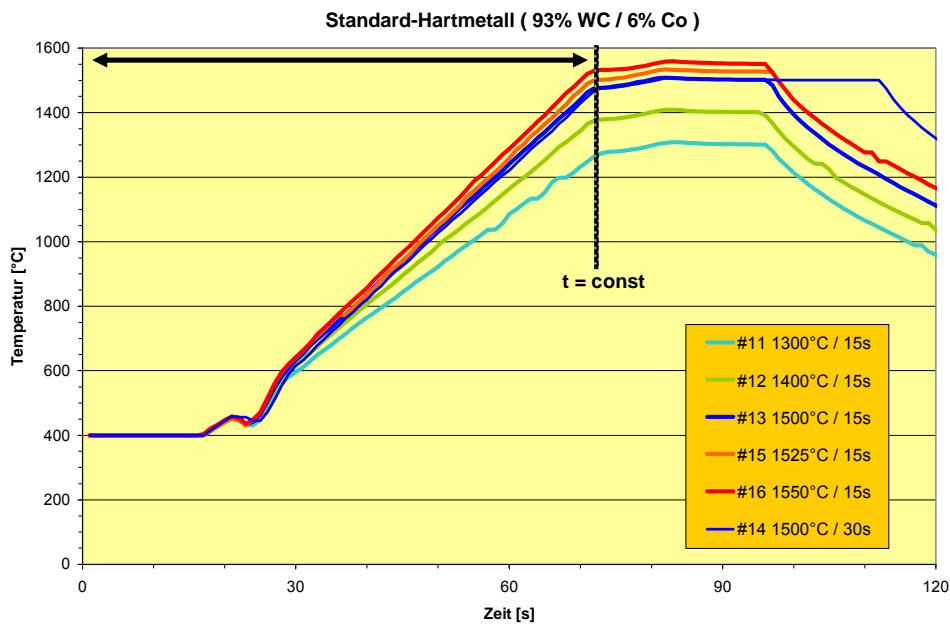


Abb. 68: Temperatur vs. Zeit, Hartmetall-Schnellsinterungen

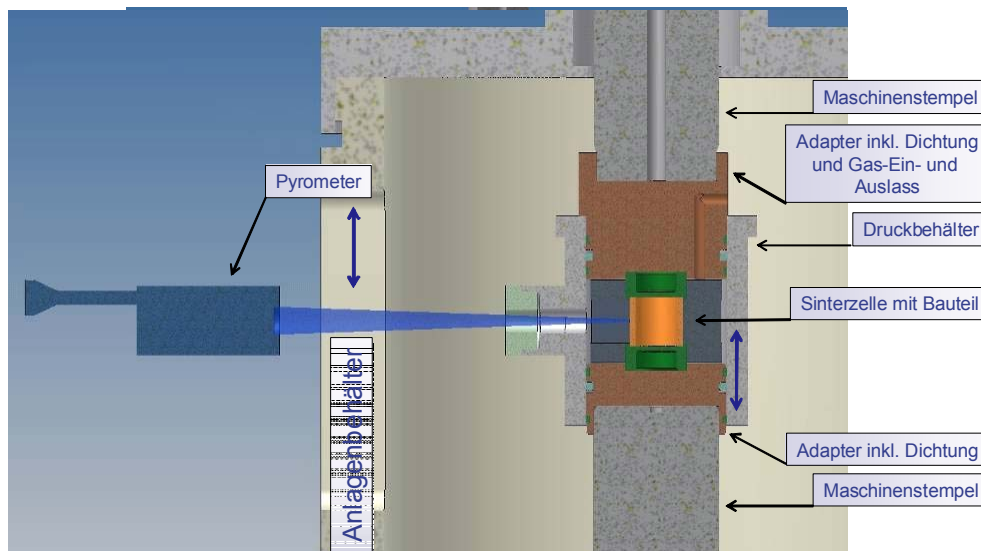


Abb. 69: FAST-Sint Druckzelle, Konzeptschema, Längsschnitt

### Anlagenbau HTSC und Werkzeugtechnik (AP10)

Bereits zu Anfang des Projektes in 2006 zeigte sich, dass die im Antrag ursprünglich vorgesehene Nutzung von vorhandenen Komponenten, nämlich einem Vakuumgießbehälter mit Induktionsschmelzofen aus technischen Gründen nicht umsetzbar ist. Trotzdem war die Grobplanung abgeschlossen worden und mit erheblicher zusätzlicher finanzieller Eigenbeteiligung von Fa. FCT sollte die Anlage zum Antragsbudget bzw. festgelegten Angebotspreis gebaut werden. Als Anlagenbestandteil zur HTSC-Anlage wurde ein Hochtemperaturofen durch Fa. FCT in Auftrag gegeben und planmäßig im Juli 2007 geliefert. Der als Unterauftrag durch Fa. Linn Highterm realisierte Ofen ist für die Preformherstellung und das Zwischenspeichern der Preforms bei 1600 °C unter Schutzgas bzw. Vakuum nötig. Der Ofen wurde wegen der Verzögerung des HTSC-Hauptanlagenteils auch als Stahlschmelzofen zur Überbrückung eingesetzt, um Machbarkeitstests zur Stahl-Verbundwerkstoffherstellung in Kombination mit einer vorhandenen Niedertemperaturwärmepresse durchzuführen.

Im Rahmen von experimentellen Vorarbeiten und Schmelzversuchen zeigte sich, dass die spezifizizierte maximale Werkzeugtemperatur von 1250 °C das absolute Minimum darstellt. Diese Temperatur orientiert sich an der maximalen Einsatztemperatur der besten verfügbaren Hochtemperatur-Refraktärlegierung auf Molybdän-Basis (Sorte TZM). Die Alternativlösung mit Keramikwerkzeugen wurde nach Vorversuchen mit Musterbauteilen aus Siliciumnitrid und Zerstörung derselben infolge Thermoschock verworfen.

Auf Basis des gemeinsam erarbeiteten und bestätigten Anforderungsprofils erfolgte im Rahmen der Feinplanung die Berechnung der genauen Heizleistungsbedarfe. Es zeigte sich, dass aufgrund der starken Wärmeverluste durch Abstrahlung und direkte Wärmeleitung hohe Heizleistungen von in Summe mehr als 12 kW an Matrize, Unter- und Oberstempel nötig sein werden. Weiterhin wurde gemeinsam ausgearbeitet, dass eine zusätzliche bewegliche Werkzeugisolation mit entsprechendem konstruktivem Aufwand nötig ist. Die gegenüber der Antragsidee wesentlich stärkere Werkzeugheizung konnte nicht mit einfachen Heizleiterdrähten realisiert werden. Eine umfangreiche Recherche brachte die Lösung in Form einer MoSi<sub>2</sub>-Spezialheizung (Kanthal-Super). Diese Heizungsart bedingte aber zum einen eine teure Thyristorsteuerung mit eigenen Leistungstrafos für 2 Heizzonen; zum anderen und noch wesentlich kostenwirksamer war aber, dass wegen der vorgeschriebenen Kaltkontakte der Heizleiter mehr Bauraum um das Werkzeug herum nötig wurde. Infolge dessen musste der Bauraum im wassergekühlten Vakuumgießbehälter und daher auch die Konstruktion des Pressrahmens in Durchmesser und Höhe signifikant vergrößert werden.

Die Feinkonstruktion wurde mit erheblichem personellem Mehraufwand technisch gesehen erfolgreich abgeschlossen. Als Engineering-/Forschungsergebnis zeigte sich allerdings, dass die technische Realisierung des Anlagenprototypen ein weit höheres Budget benötigt als veranschlagt, wodurch eine Nachtragsfinanzierung und ein nochmals erheblich erhöhter Eigenfinanzierungsanteil von FCT notwendig wurde.

Nun konnte in intensiver Zusammenarbeit mit HTW das detaillierte Konzept der HTSC-Anlage entwickelt und die Grob- und Feinkonstruktion der Anlage ausgeführt werden.

In Abb. 70 bis Abb. 72 ist die HTSC-Anlage als Foto und Querschnitt von vorn dargestellt.



**Abb. 70:** Frontansicht der nahezu fertig gestellten HTSC-Anlage

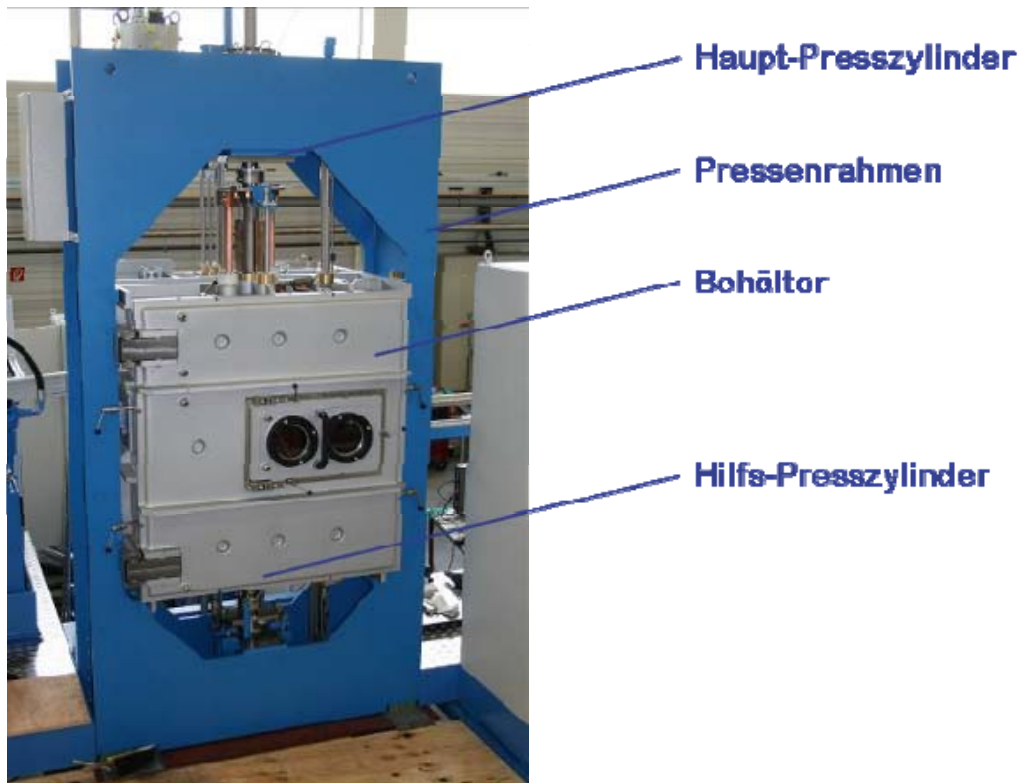


Abb. 71: Detailansicht mit Pressenrahmen, Vakuumbehälters und Presszylindern

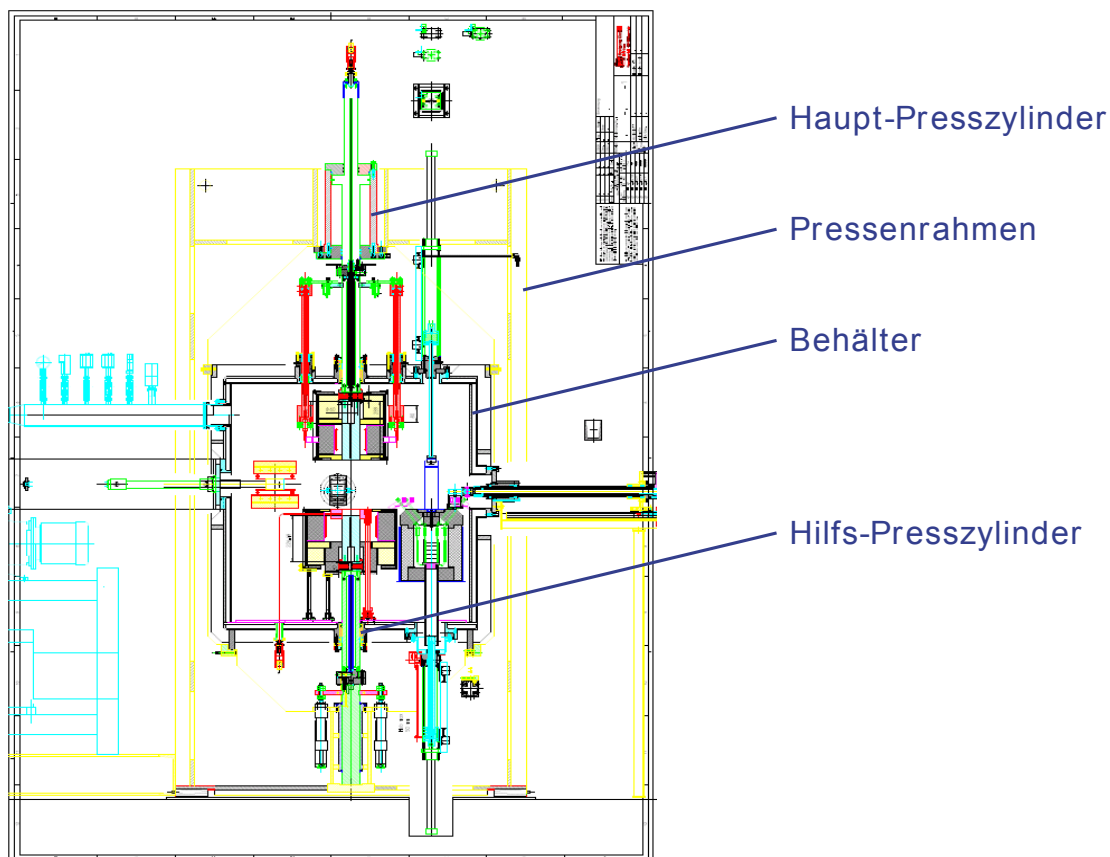


Abb. 72: Schema der HTSC-Anlage (Querschnitt von vorn)

Bei einer Gesamthöhe von ca. 3,5 m und einer Grundfläche von ca. 3,3 x 2,4 m<sup>2</sup> besitzt die Anlage einen doppelwandig wassergekühlten Edelstahlbehälter mit ca. 1,5 m<sup>3</sup> Inhalt mit zwei Doppeltüren. Darin sind vier Öfen, Hydraulikpresse und diverse Handlungseinrichtungen mit

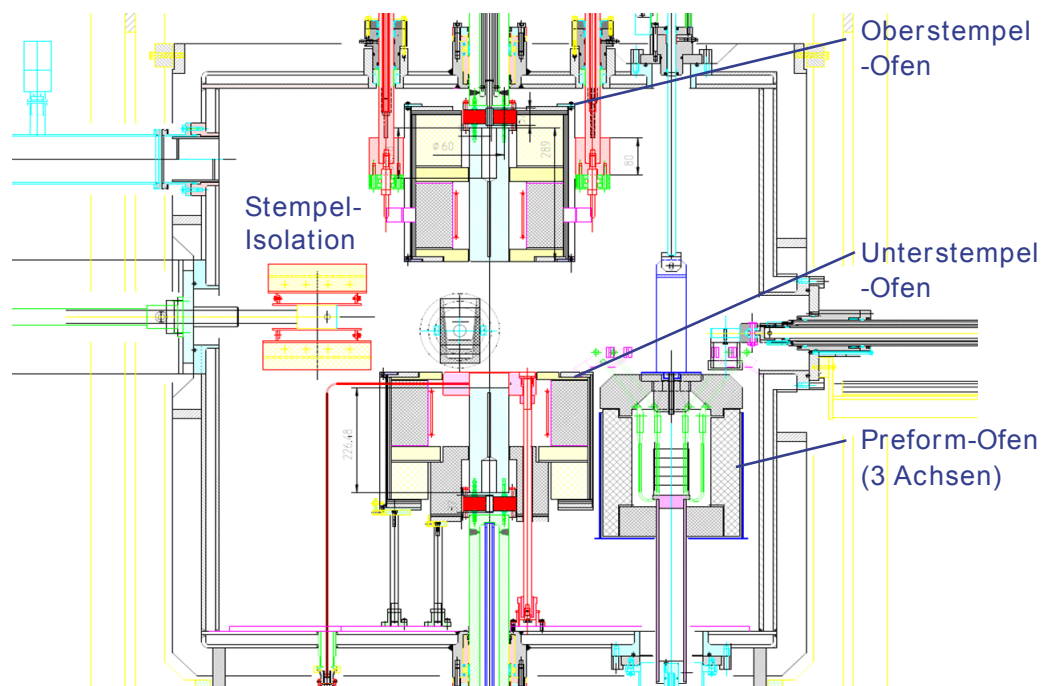


insgesamt zehn gesteuerten Bewegungsachsen eingebaut, die einen vollautomatischen, programmgesteuerten Prozessablauf sicherstellen. Da die Anlage am endgültigen Aufstellungsort z.T. im Fundament versenkt wird, musste der Aufbau in der FCT-Fertigungshalle auf einem Stahlgestell erfolgen.

Die Abb. 73 und Abb. 74 zeigen als Foto und Querschnitt die Anordnung von Stempel-Isolation, Press-Stempel und Preform-Ofen in der gleichen Ansichtsrichtung, während in Abb. 75 im Querschnitt von der Seite die Anordnung des Tiegelofens dargestellt ist. Im Schnittbild von oben (Abb. 76) erkennt man die zueinander rechtwinklig angeordneten Handlungssysteme für Isolation, Preform und Tiegel sowie die beiden Doppeltüren zum Chargieren von Tiegel und Preform.



**Abb. 73:** Innenansicht des Vakuumbehälters



**Abb. 74:** Schema der HTSC-Anlage (Querschnitt von vorn, Detail Pressstempel und Preform-Ofen)

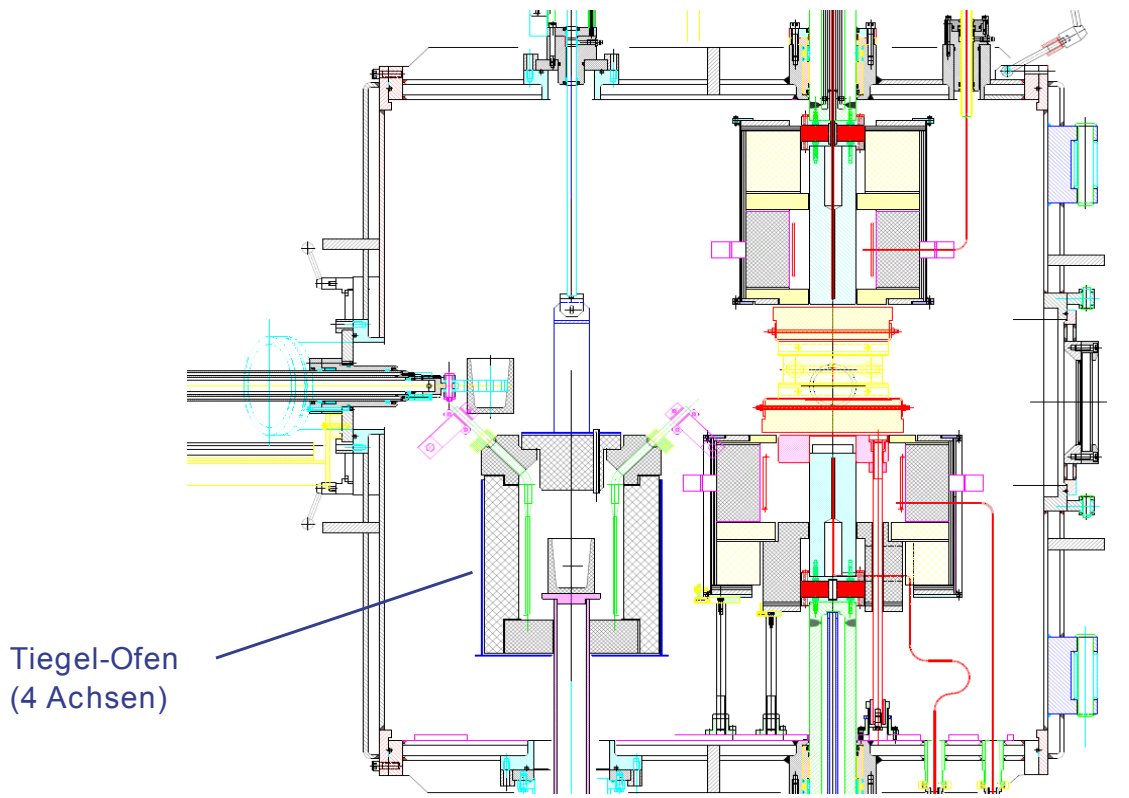


Abb. 75: Schema der HTSC-Anlage (Querschnitt von der Seite, Detail Tiegel-Ofen)

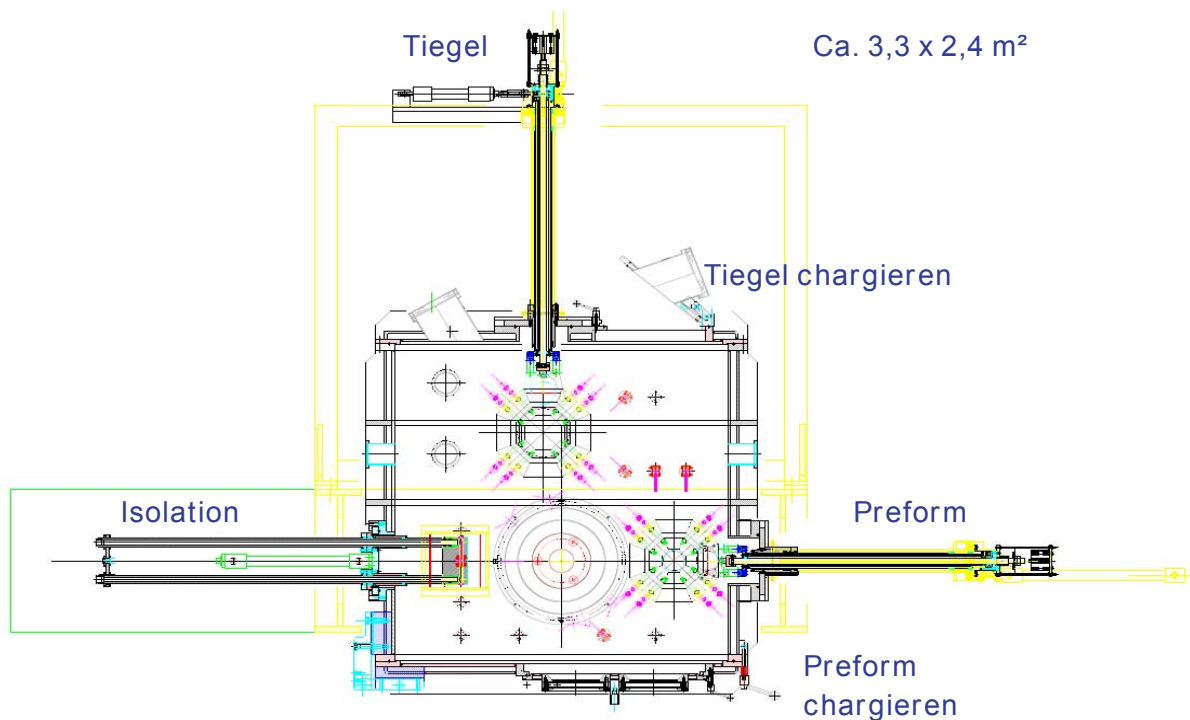


Abb. 76: Schema der HTSC-Anlage (Querschnitt von oben, Detail Handlingsysteme)

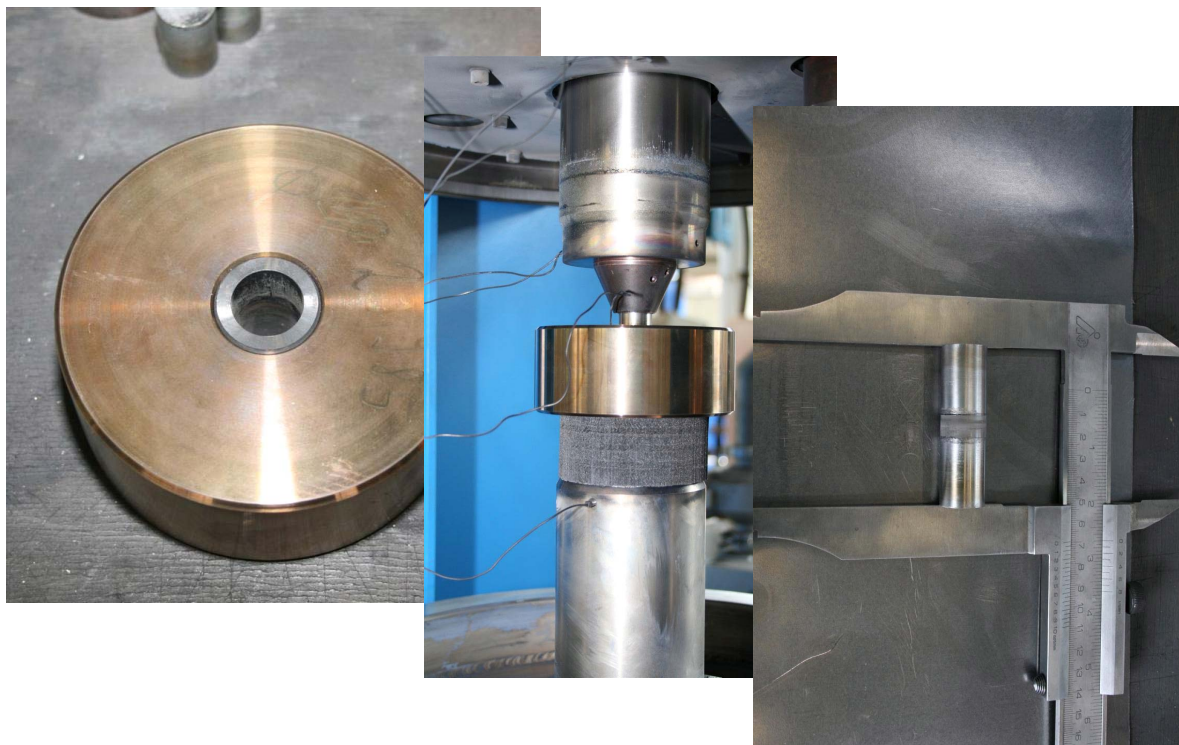
Einen großen Entwicklungsaufwand erforderte auch die für die vollautomatische Steuerung der Anlage benötigte Software. Aufgrund der völlig neuartigen Anlagenkonzeption, der Komplexität der Anlage und der Notwendigkeit, die Anlagenfunktionen zur Verhütung von Schäden oder gar Unfällen sorgfältig aufeinander abzustimmen bzw. gegeneinander zu verriegeln, erwies sich die Softwareentwicklung als technisch und zeitlich äußerst aufwendig.

Trotz aller Verzögerungen und unvorhergesehener technischer Probleme konnten bis zum Projektende erste MMC-Probekörper mit der HTSC-Anlage hergestellt werden.

### Darstellung Werkstoffverbund/vereinfachter Demonstrator mittels FAST<sup>2</sup>- und FAST-Sint-Technologie (AP16, AP24)

#### FAST<sup>2</sup>

Nach Messung der elektrischen Pulvereigenschaften als Funktion von Druck, Temperatur und Dichte wurden unterschiedliche Presswerkzeugsysteme getestet. Die niedrige Thermoschockbeständigkeit von monolithischen Keramikmatrizen erwies sich als problematisch, so dass schließlich Verbundmatrizen, bestehend aus einer in einen Stahlmantel eingeschrumpften Hülse aus Keramik (z.B. Zirkonoxid, heißgepreßtem Siliziumnitrid u.a.) verwendet wurden. Abb. 77 zeigt eine solche Verbundmatrize (links), den Einbau des Presswerkzeugs in die FAST<sup>2</sup>-Anlage (Mitte) und die Stempel mit Probe nach einem Sinterversuch.



**Abb. 77:** Neues Presswerkzeug für FAST<sup>2</sup>

Die Presswerkzeuge wurden zunächst mit dem Referenzpulvers (92 % W + Fe,Ni) getestet. Die Heizleistung konnte so weit gesteigert werden, dass nach bereits 12 s Heizzeit eine Dichte von 98 % th.D. erreicht wurde (Abb. 78).

Im nächsten Schritt wurde das FAST<sup>2</sup>-Verfahren an die verschiedenen, für das HPMat-Projekt entwickelten MMC-Pulvermischungen angepasst. Besonderes Interesse galt dabei den Werkstoffsystemen, die schon bei den wenigen Minuten Prozesszeit der herkömmlichen FAST-Technologie nicht ausreichende Stabilität bzw. chemische Inkompatibilität der einzelnen Phasen aufwiesen. Mit 18Ni350/5v%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> konnte beispielsweise nach nur 30 s Heizzeit bereits ca. 97% th.D. erreicht werden (Abb. 79).

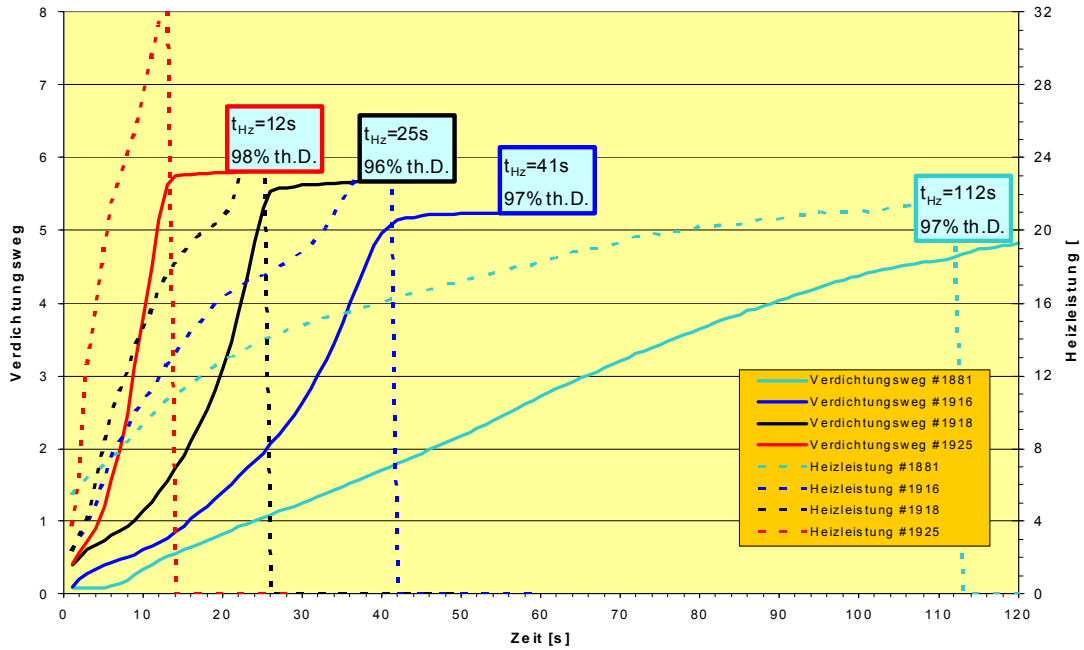


Abb. 78: Verdichtungskurven verschiedener FAST²-Zyklen (Referenzpulver)

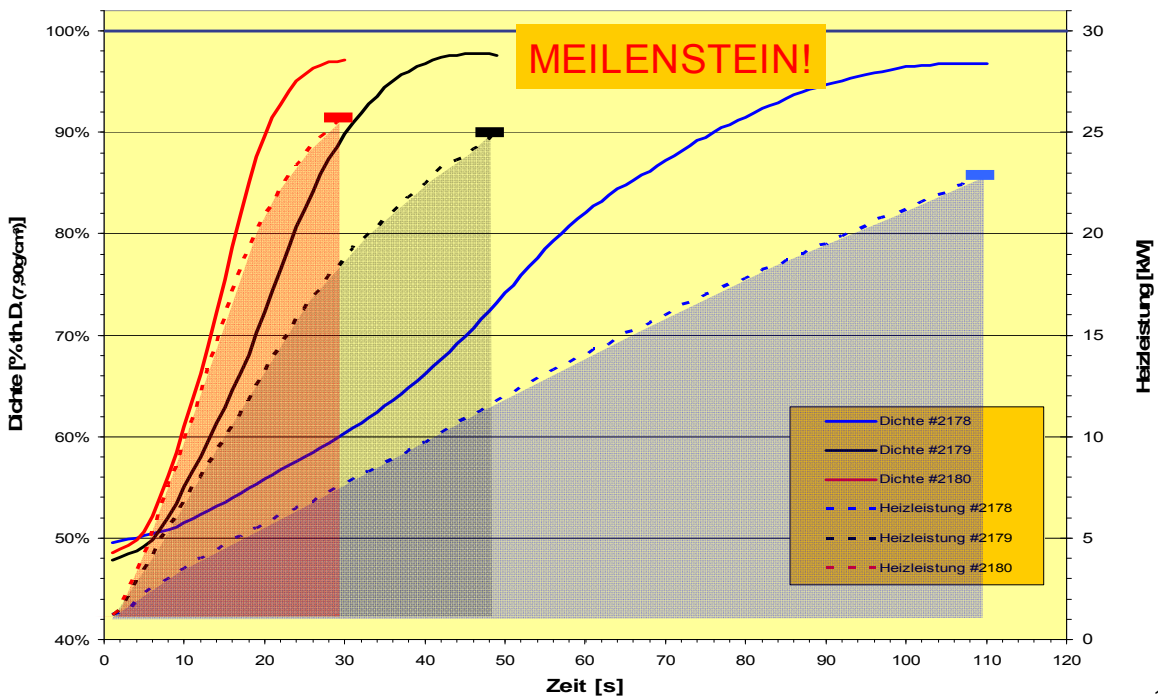


Abb. 79: Verdichtungskurven verschiedener FAST²-Zyklen (Projektpulver 18Ni350/5v%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

### FAST-Sint


Mit FAST-Sint wurden Proben aus den projektrelevanten Hartmetallsorten V15, V25 und V40 gesintert. Abb. 80 zeigt die Aufstellung ausgewählter Proben. Innerhalb kürzester Zeit (ca. 3 min Heizzeit) konnten mittels FAST-Sint gute Sinterdichten erreicht werden. Auch PIM-Bauteile aus 100Cr6 und X65Cr13 wurden mit gutem Ergebnis gesintert (Abb. 81). Anschließend wurden mit dem FAST-Sint-Prototypen spritzgegossene Biegeprüfkörper-Abschnitte aus dem im Rahmen des Projektes entwickelten MMC-Werkstoff 18Ni350 + 15 Vol. % Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> schnellgesintert. Trotz Variation der Sinterparameter und mehrmaliger Optimierung der Heizzelle wurde die theoretische Dichte nicht annähernd erreicht. Durch Erhöhung der Sintertemperatur bzw. Verlängerung der Haltezeit wird keine

wesentliche Verbesserung erzielt, sondern es bilden sich lediglich zunehmend Schmelzperlen an der Oberfläche der Prüfkörper (Abb. 82). Offenbar ist dieses Material nicht für ein derart schnelles Sinterverfahren ungeeignet.

Typ	-	V15			V25			V40		
Co-Gehalt	[w%]	7			11			20		
T-Vorgabe	[°C]	1380			1380			1320		
Solldichte	[g/cm <sup>3</sup> ]	14,76			14,37			13,57		
V.nr.	-	807	808	809	804	805	806	810	811	812
T-Nenn	[°C]	1350	1300	1250	1450	1400	1350	1250	1200	1150
T-max	[°C]	1369	1325	1301	1457	1411	1392	1311	1265	1224
Istdichte	[g/cm <sup>3</sup> ]	14,89	14,83	14,68	14,45	14,52	14,53	13,69	13,68	12,70
Istdichte	[%]	100,9	100,5	99,5	100,6	101,0	101,1	100,9	100,8	93,6

Abb. 80: Aufstellung der per FAST-Sint gesinterten Hartmetallproben

Temperatur	Haltezeit	Dichte
°C	s	g/cm <sup>3</sup>
1270	120	7,07
1300	120	7,66
1300	60	7,28
1325	60	7,67



Temperatur	Haltezeit	Dichte
°C	s	g/cm <sup>3</sup>
1315	60	7,27
1315	120	7,41
1340	60	7,64
1340	120	7,63




Abb. 81: Schnellsintern von PIM-Probekörpern, 100Cr6-Stahl (links), X65Cr13-Stahl (rechts)

#	T-nenn	Haltez.	Dichte geom.
	°C	min	g/cm <sup>3</sup>
36	1280	1	4.60
31	1300	1	4.54
32	1320	1	4.53
37	1320	2	4.69
40	1320	10	4.72
33	1340	1	4.62
39	1340	10	4.83
34	1360	1	4.78
41	1360	10	5.28
35	1380	1	4.93
38	1380	10	n.b.
		Soll:	7.47

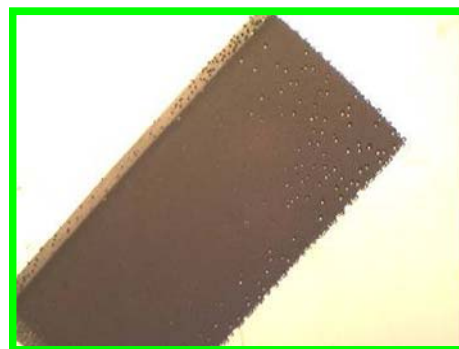


Abb. 82: Schnellsintern von PIM-Biegeprüfkörper-Abschnitten aus MMC (18Ni350 + 15 Vol.-% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), modifizierter FAST-Sint-Prototyp

Im Rahmen des Projektes wurden auch Konzepte für eine vollautomatisch arbeitende, für Großserienproduktion geeignete FAST-Sint-Anlage entwickelt. Abb. 83 zeigt beispielhaft das Funktionsprinzip einer nach dem Rundtischprinzip arbeitenden Ausführung mit separater Entbinderungsstation und zusätzlicher Unterstützung der Sinterverdichtung mittels Gasdruck („Sinter-HIP“).

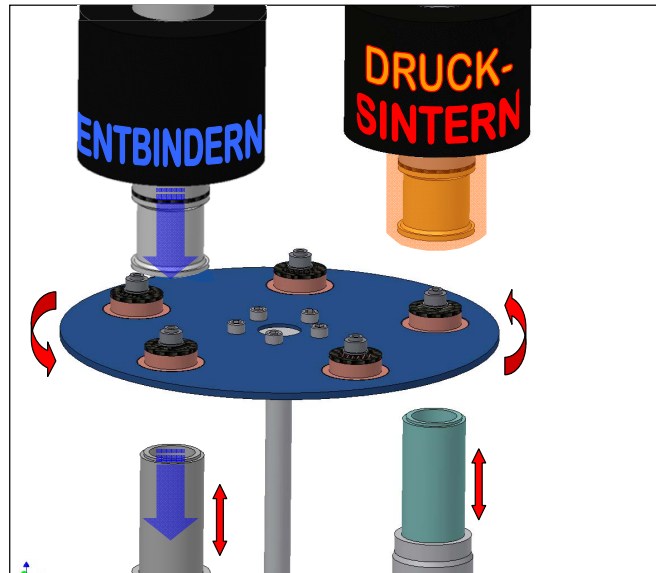


Abb. 83: Funktionsprinzip FAST-Sint/„Sinter-HIP“ mit separater Entbinderung

#### 2.1.4 Hochschule Aalen

##### Tribometrie Basiswerkstoffe, Hartstoffe, Verbunde (AP2)

Ziel dieses Arbeitspakets war es, anwendungsrelevante tribologische Eigenschaften der Werkstoffkombinationen zu ermitteln. Hierzu wurden die über unterschiedliche Verfahrensrouten im Projektverbund gewonnenen Werkstoffe mit einem Universaltribometer Optimol SRV3 an der Hochschule Aalen geprüft. Die Versuchsparameter wurden hinsichtlich der Beanspruchung des Demonstrator-Bauteiles und der experimentellen Machbarkeit festgelegt. Der benutzte Aufbau für hohe Flächenpressungen war eine oszillatorische Kugel/Scheibe-Anordnung mit Kugeln aus gehärtetem 100Cr6-Stahl gegen Scheiben aus dem jeweiligen Testwerkstoff, siehe Tabelle 5. Somit konnten die Reibungszahlen und Verschleißmechanismen unter anwendungsbezogenen Randbedingungen ermittelt werden. Wie erwartet, zeigen die Hartstoffe nur geringsten Verschleiß während die Stahlmatrix M350 und die Referenz 100Cr6 deutlich mehr verschleifen und plastische Verformungsspuren zeigen.

Tabelle 5: Im Projekt festgelegte tribologische Messparameter.

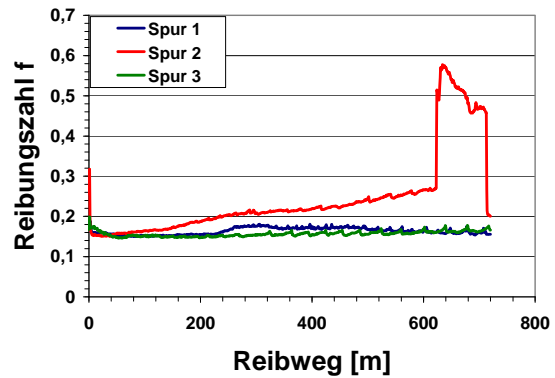
Belastung [N], [MPa]	Schwing- Weite [mm]	Frequenz [Hz]	Zyklen	Gleitgeschwindigkeit [m/s]	Reibweg [m]	Dauer [h]
50, 1505	2,0	50	180.000	0,2	720	1,0

Erste Versuche wurden an Maragingstahl 1.6356 durchgeführt. Abb. 84 zeigt beispielhaft eine Reibspur, die sich während des Tests gebildet hatte. Der Maragingstahl zeigt höheren Verschleiß im Vergleich zum Gegenprüfkörper 100Cr6, der nur einige Verschleißkratzer aufweist. Die reguläre Reibungszahl von  $f=0,15$  (Abb. 85) entspricht den allgemeinen Erfahrungen mit geschmierten Systemen. Ab ca. 600 m Verschleißweg erhöhte sich der Wert

sprunghaft auf mehr als  $f=0,5$ . Ursache war ein Schmiermangel in Kombination mit einer Reibbehinderung durch Verschleißpartikel.

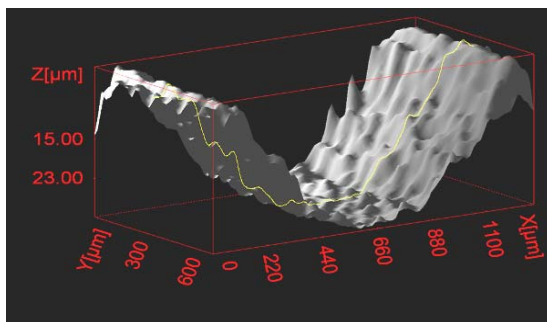


**Abb. 84:** 2,1 x 1,3 mm Verschleißspur auf der Maraging Scheibe



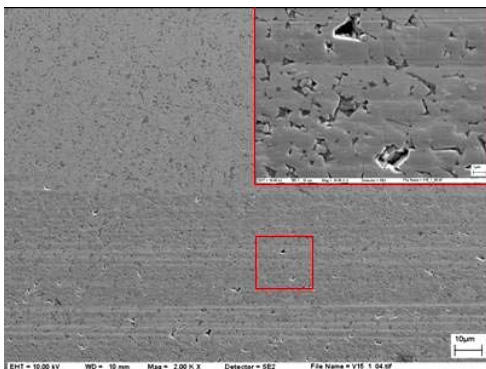
**Abb. 85:** Verlauf der Reibungszahl über den Reibweg

Die Tiefe der Spur beträgt ca.  $30\ \mu\text{m}$  und weist erhebliche plastische Verformungsanteile auf. Abb. 86 zeigt ein 3D-Profil der Spur. Die Topographiemessung erfolgte im Auflichtmikroskop mittels einer neuen Topographie-Applikation der Software Axiovision 4.6 (Fa. Carl Zeiss). Weitere Versuche und Vergleiche der tribologischen Eigenschaften der Werkstoffkombinationen im Verbund sollten die Darstellung eines Auswahlkriteriums ermöglichen.



**Abb. 86:** 3D-Bild der Verschleißspur mit Messung des Tiefenprofils (gelb)

In einer zweiten Untersuchungsreihe wurden Hartmetallproben, der Matrixwerkstoff Maragingstahl 350 sowie erste durch FAST hergestellte Verbundwerkstoffe unter den selben anwendungsbezogenen Randbedingungen untersucht. Alle Materialien zeigen eine Reibungszahl zwischen 0,15 und 0,18 unter einer Belastung von 1505 MPa anfänglicher Flächenpressung. Die Maragingstahlproben zeigen plastische Verformung mit einer Verschleißtiefe von  $30\ \mu\text{m}$ .

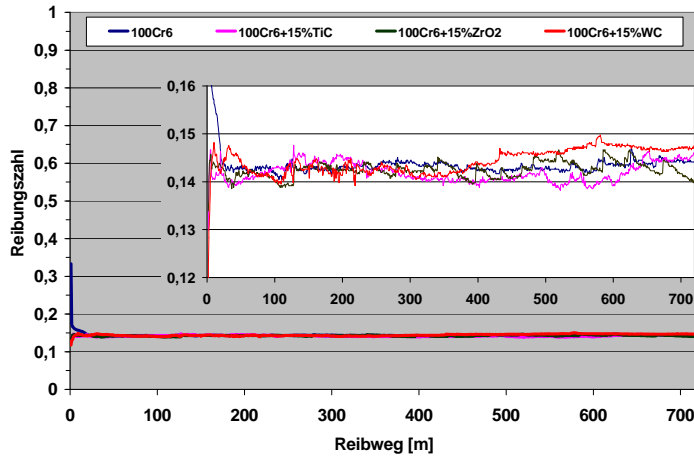


**Abb. 87:** REM-Aufnahme einer V15 Hartmetallprobe, Verschleißriefen werden durch Partikelabtrag verursacht  
Mag.: 2000x (Zoom: 20000x)

Wie in Abb. 87 dargestellt, weisen die Hartmetallproben dagegen ganz geringe Verschleißtiefen von ca.  $0,5$  bis  $1\ \mu\text{m}$  auf. Diese Riefen werden durch Partikelabtrag

verursacht und waren sowohl mittels Lichtmikroskop als auch taktilem Profilometer kaum messbar.

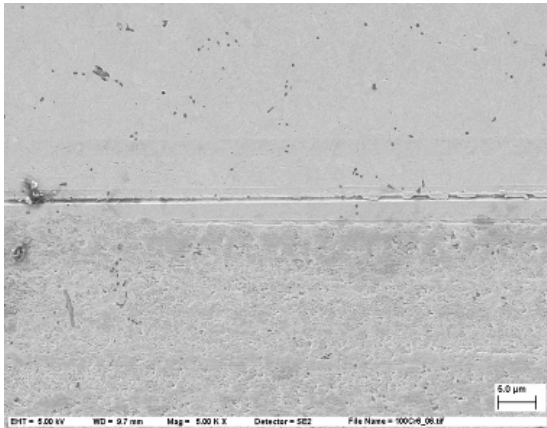
Die tribologischen Eigenschaften der untersuchten Proben sind bei den verwendeten Versuchstemperaturen von 30 C und 100 C gleich. Die über FAST hergestellten Dispersionswerkstoffe (100Cr6, 100Cr6 + 15 Vol. % WC, 100 Cr6 + 15 Vol. % TiC und 100Cr6 + 15 Vol. % ZrO<sub>2</sub>) zeigen einen sehr guten Reibungszahlverlauf von kleiner 0,15, wie in Abb. 88 dargestellt.



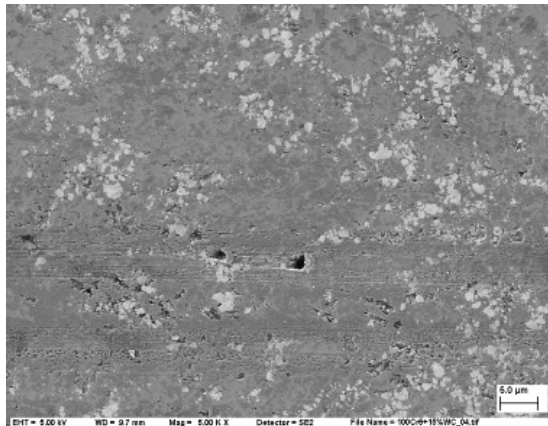
**Abb. 88:** Reibungszahl von vier über FAST hergestellten Dispersionswerkstoffen bei 100 °C  
Ausgeprägte Einlaufphase bei 100Cr6

Die Probe 100Cr6 zeigt eine starke Einlaufphase, die Dispersionswerkstoffe zeigen von Beginn an einen stabilen Lauf. Die Verschleißtiefe bei 100Cr6 liegt bei 2-2,5 µm, alle anderen deutlich unter 1 µm.

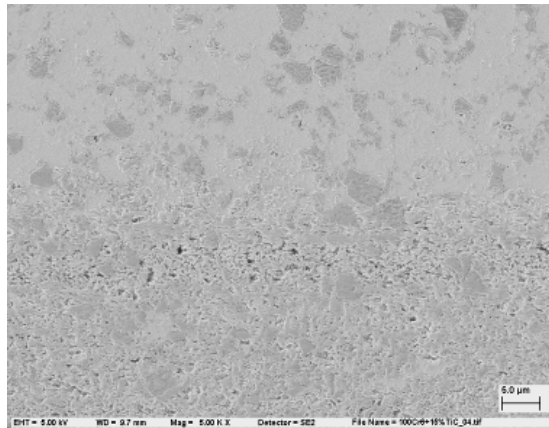
100Cr6



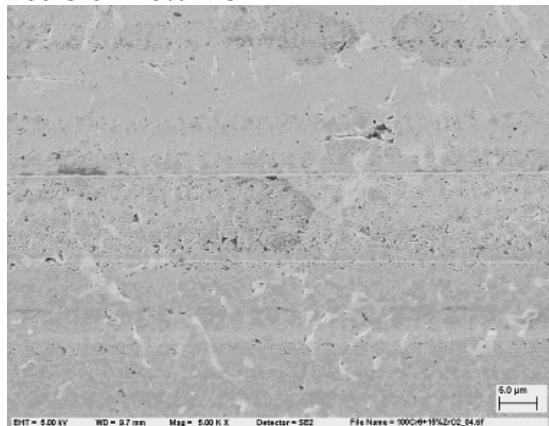
100 Cr6 + 15% WC



100Cr6 + 15% TiC



100 Cr6 + 15% ZrO<sub>2</sub>



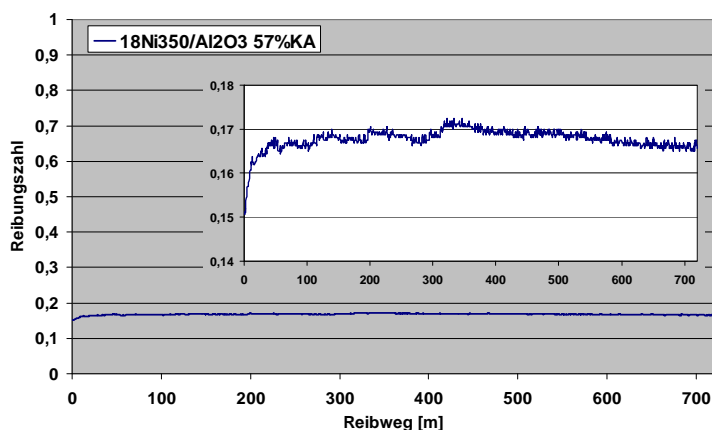
**Abb. 89:** REM-Übersicht der Spurübergänge; Adhäsionsverschleiß mit teilweisen Partikel ausbrüchen (reiner Adhäsionsverschleiß bei 100Cr6)



Um die Verschleißmechanismen zu untersuchen, wurden die Spurübergänge im REM betrachtet, s. Abb. 89. Bei reinem 100Cr6 ist ein Schmieren der Oberfläche zu beobachten, dies ist auf einen Adhäsionsverschleiß zurückzuführen, wobei sich die Oberfläche leicht plastisch verformt hat. Durch Partikelverstärkung wird die Adhäsion bei kritischen Belastungen erniedrigt, dies führt zu geringerem Verschleiß, wobei durch die Partikelverstärkung teilweise Ausbrüche entstehen.

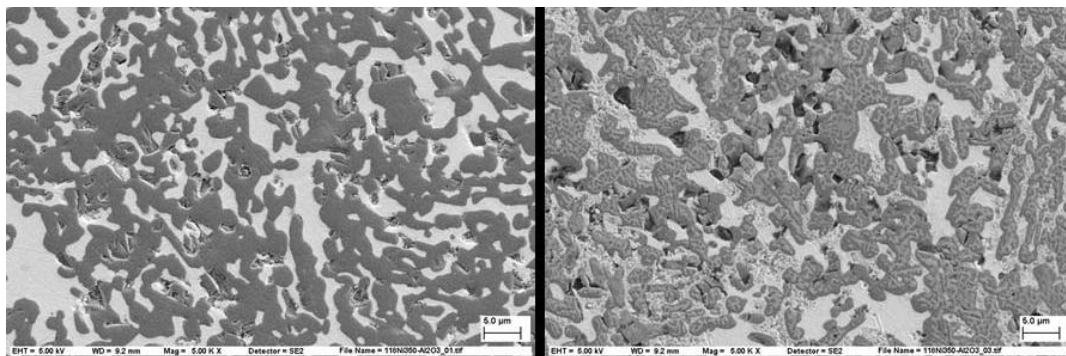
Die Probe 100Cr6 mit 15 Vol. % TiC zeigt die niedrigste Verschleißbreite. Im Vergleich zur anfänglichen Flächenpressung ergeben sich kaum Änderungen, diese liegt bei allen Proben am Versuchsende bei mindestens 1100 MPa.

Die Prüfung der über Squeeze Casting hergestellten MMC-Werkstoffe ergab einen Reibungsverlauf, wie in Abb. 90 dargestellt. Dieser stabilisiert sich bei einem Wert von 0,17 und liegt im Bereich der bereits untersuchten Hartmetallproben.



**Abb. 90:** Reibungszahl des über Squeeze-Casting hergestellten MMC-Werkstoffes 18Ni350/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mit 57% KA

Die Proben aus MMC-Werkstoff zeigen einen weniger konstanten Verlauf als die über andere Verfahrensrouten gewonnenen Proben. Dies ist auf das abwechselnde Gefüge, die vielen Übergänge zwischen Keramik und Stahl, zurückzuführen. Die Verschleißtiefe liegt hier bei ca. 0,5 µm. Die polierte Oberfläche der Tribo-Probe ist rauher als die Oberfläche in der beanspruchten Zone, durch die Belastung erfolgte eine Einebnung der Probe. Durch REM-Untersuchungen (Abb. 91) wurde deutlich gemacht, dass nur die Keramikpartikel tribologisch beansprucht werden, die Matrix zeigt im Vergleich nur sehr vereinzelt Spuren einer Beanspruchung.



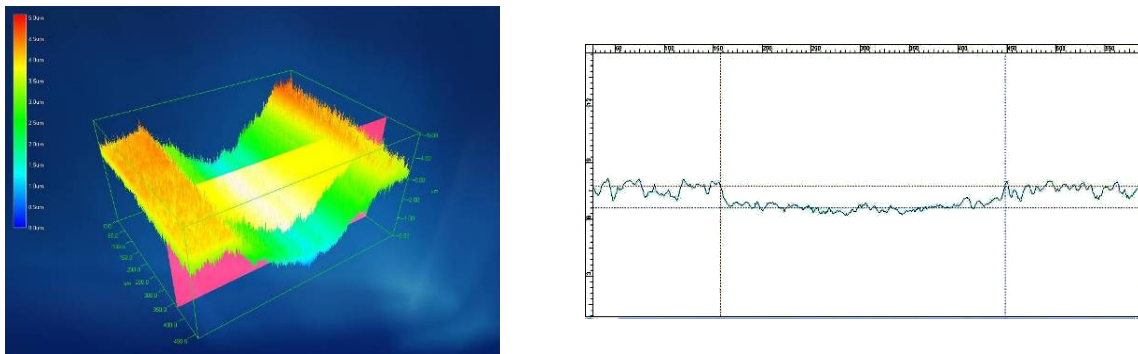
**Abb. 91:** REM Übersicht der Spurübergänge bei 18Ni350/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, links ist ein unbeanspruchter Gefügebereich als Referenz dargestellt, die beanspruchte Zone rechts zeigt den geringfügigen Verschleiß der Keramikpartikel

Poren, welche vor der tribologischen Beanspruchung schon existierten, werden bevorzugt verschliffen, aus den Übergangsbereichen zu den Keramikpartikeln lösen sich teilweise kleine Bruchstücke ab.

Alle im Projekt hergestellten und untersuchten Werkstoffe zeigen sehr geringen Verschleiß unter den verwendeten, anwendungsnahen Bedingungen. Die Verschleißtiefe liegt bei allen

Werkstoffarten deutlich unter 1 µm. Die REM Aufnahmen in Abb.2.6 zeigen am Beispiel von Dispersionswerkstoffen, dass der sehr niedrige Verschleiß auf leichte Adhäsion und Abrasion (Partikelabbrüche) zurückzuführen ist.

Alle bereitgestellten Proben wurden hinsichtlich ihrer tribologischen Eigenschaften geprüft. Der Reibungszahlverlauf sowie die Verschleißtiefe wurden ermittelt. Des Weiteren wurden Gefügeuntersuchungen durchgeführt, um Verschleißmechanismen zu ermitteln. Zur quantitativen Ermittlung der Verschleißtiefen stand für das Projekt erstmals ein Confocal Scanning Microscope zur Verfügung (CSM 700, Carl Zeiss MicroImaging GmbH). Die nominal erreichbare Auflösung beträgt 10 nm, vor allem sind die Visualisierungsmöglichkeiten deutlich besser als beim bisher eingesetzten Weißlichtinterferometer, siehe Abb. 92.



**Abb. 92:** Ermittlung der Verschleißtiefe bei 100Cr6/15%TiC, Verschleißtiefe < 1µm  
 Links: 3D-Visualisierung der Spur mittels CSM 700  
 Rechts: Verschleißtiefe < 1 µm

Referenzmessungen an beiden Matrixwerkstoffen 18Ni350 und 100C6 zeigten Verschleiß-tiefen von ≤ 30 µm bzw. 1,8 µm (100Cr6 schmelzmetallurgisch hergestellt).

Tendenziell zeigten Verbundwerkstoffe mit Matrix aus 100Cr6 kaum messbaren Verschleiß. Mit FAST hergestellte Dispersionswerkstoffe mit einer Matrix aus 18Ni350 zeigten größere Verschleißspurtiefen > 10µm. Dies wird auf eine größere plastische Verformung der Matrix zurückgeführt. Im Vergleich zeigen MMC mit Durchdringungsgefüge kaum messbaren Verschleiß, die Matrix aus 18Ni350 bleibt offensichtlich unbeansprucht. Die ganze Belastung wird durch die durchgehende Keramik aufgenommen.

100Cr6/WC-Dispersionswerkstoff							
		FAST			PIM		
"Muss"-Kriterien		Information	ja	nein	Information	ja	nein
relative Dichte ≥ 92 %		96.30%	X		99.79%	X	
Härte ≥ 600 HV10		840 HV10	X		680 HV10	X	
Reibverschleiß in Schwingverschleißprüfung gegen 100Cr6-Kugel geringer als bei 100Cr6/100Cr6					<1µm	X	
Kavitationsbeständigkeit >> 100Cr6							
"Wunsch"-Kriterien	Gewichtung [%]	Information	Wertung (1...10)	gewichtete Wertung	Information	Wertung (1...10)	gewichtete Wertung
Kavitationsbeständigkeit	25			0			0
Reibungszahl bleibt konstant über Zeit Sehr gleichmäßig = Wertung 10 bis sehr ungleichmäßig = Wertung 2	20			0	<0,16	8	160
Härte ≥ 600 HV10	25	840 HV10	6	150	680 HV10	2	50
Streckgrenze Rp0,2=2200 MPa	20			0			0
Homogenität des Gefüges	5	sehr feine, runde Karbide; stellenweise Sekundärzementit an WC angelagert	8	40	Homogene Verteilung, teilweise grobe WC- Agglomerate, Bildung von eta-Phase	6	30
Prozesssicherheit	5	schmales Temperaturfenster im FAST Prozess	2	10	Dichteschwankungen zwischen unterschiedlichen Sinterfahrten	5	25

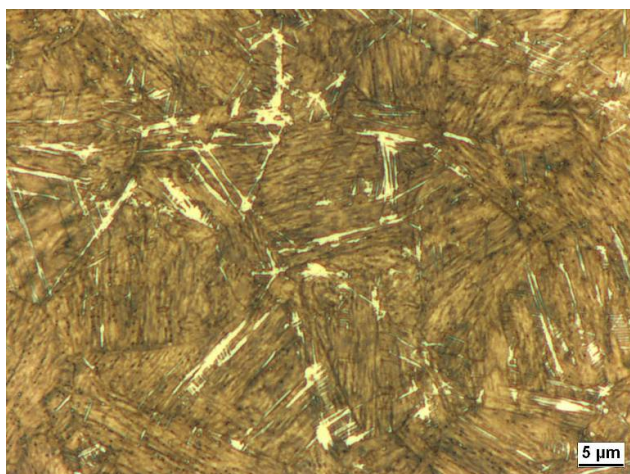
**Abb. 93:** Festlegung der tribologischen Kriterien am Beispiel von 100Cr6/WC-Dispersionswerkstoff

Um die tribologischen Eigenschaften bewerten zu können, wurden Kriterien für die Werkstoffbewertungsmatrix (s. Abb. 93) vorgestellt und diskutiert: Als Musskriterium wurde

die Verschleißtiefe ausgewählt; diese soll besser als die Referenzpaarung 100Cr6/100Cr6 sein. Zudem wird noch als Wunschkriterium die Reibungszahl angegeben.

### Basiswerkstoff Stahl für HTSC (AP5)

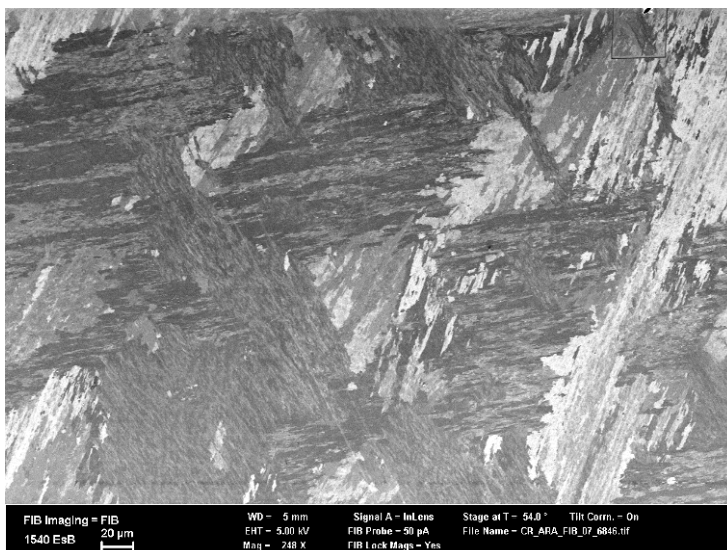
Zwei Stahlvarianten wurden ausgewählt, 100Cr6 als Referenzmaterial und ein höchstfester und härter Maraging Stahl des Grades 350. Bei beiden lassen sich mit verschiedenen Abschreckbedingungen und Wärmebehandlungen die mechanischen Eigenschaften gezielt einstellen. Durch den Einsatz von Maraging Stählen wird eine Lufthärtung ermöglicht, diese ist im Falle des Squeeze-Castings bevorzugt, da Thermoschock beim Abkühlen in der keramischen Phase zu Schädigungen führen kann. Es wurden Bezugsquellen für Maraging Stähle ausfindig gemacht, um mit massiven Proben Schmelzversuche durchzuführen. Gefügepräparationen und Ätzversuche des „as received“ Werkstoffes 1.6356 (Firma Böhler) wurden durchgeführt, Abb. 94.



**Abb. 94:** Maraging Stahl C 350, entsprechend 1.6356.

Martensitische Matrix mit feinsten Ausscheidungen (dunkel). Helle plattenförmige Phase noch unidentifiziert.

Gussproben von dem ausgewählten Matrixstahl Maraging 350 (1.6356) wurden mit langsamer Ofenstarrung hergestellt. Danach wurden die Proben wärmebehandelt und Härtewerte von bis zu 650 HV1, entsprechend einer Festigkeit von 2200 MPa konnten erreicht werden. Die Proben zeigten ein ausgeprägt dendritisches und stark texturiertes Gefüge.



**Abb. 95:** M350 Gefüge im REM  
Plattenförmige  
Martensitdomänen mit starker  
Textur.  
Mag.: 250x

Auch bei wesentlich höheren Vergrößerungen sind im REM keine Ausscheidungen erkennbar.

Lichtmikroskopische- und rasterelektronenmikroskopische (REM) Untersuchungen an der Hochschule Aalen sowie XRD- und EBSD-Analysen bei der Robert Bosch GmbH erwiesen sich aufgrund der Feinheit der Gefügebestandteile als sehr schwierig, ermöglichten aber ein

besseres Verständnis des Gefüges. Die Maragingstähle zeichnen sich im Detail durch eine komplexe Gefügeausbildung mit schwierig zu analysierenden nanometerfeinen Ausscheidungen in einer überwiegend martensitischen Grundmatrix aus. Die durchgeführten XRD-Analysen weisen auf einen sehr geringen Austenitanteil im 1 % Bereich hin. Durch Textureinflüsse liegt die Messgenauigkeit im selben Bereich. Ausscheidungen konnten mit dieser Analysenmethode aufgrund von Signalüberlagerungen nicht festgestellt werden. Die EBSD-Analyse mit FIB Ätzung (Abb. 95) weist auf ca. 96% Martensit, 3% unidentifizierbare Bereiche und Ausscheidungsgehalte kleiner 0,5% hin, wobei hier nur die  $Ni_3Ti$  an den Korngrenzen berücksichtigt werden.

## Verfahrenstechnik und Anlagenauslegung HTSC (AP6)



**Abb. 96:** Innenansicht HTSC-Anlage, Aufbau im Inneren des Vakuumbehälters

Der Verfahrensablauf zur MMC-Herstellung mittels HTSC lässt sich wie folgt beschreiben: Der Prozess beginnt mit dem Bestücken des Schmelz- und des Preformofens. Der Schmelzofen wird mit einem BN-Tiegel, gefüllt mit zu ersmelzendem Metall, der Preformofen mit mehreren übereinander liegenden Preforms bestückt. Mittels einer Hubeinrichtung werden diese in den jeweiligen Ofen eingefahren und der Ofen mit einem Isolationsschieber geschlossen. Nach einfahren des Isolationsschiebers zwischen Heizzone 1 und Heizzone 2 des Werkzeugs beginnt die Aufheizphase.

Der Infiltrationsprozess zur Herstellung der Verbundwerkstoffe läuft in elementaren Schrittblöcken halbautomatisch ab:

--- Zyklus START---

- 1.1 Alle Isolationen geschlossen – Heizen
- 1.2 Preformofen auf, Preform hochfahren (Hubzylinder hoch)
- 1.3 Preform-Manipulator vor, Teil greifen, Manipulator mit Teil zurück
- 1.4 VWO schließen, Hubzylinder runter
- 2.1 Isolationsschieber Werkzeug rausfahren, Preform-Manipulator mit Teil über Presse
- 2.2 Loslassen (Einlegen) – Manipulator zurück

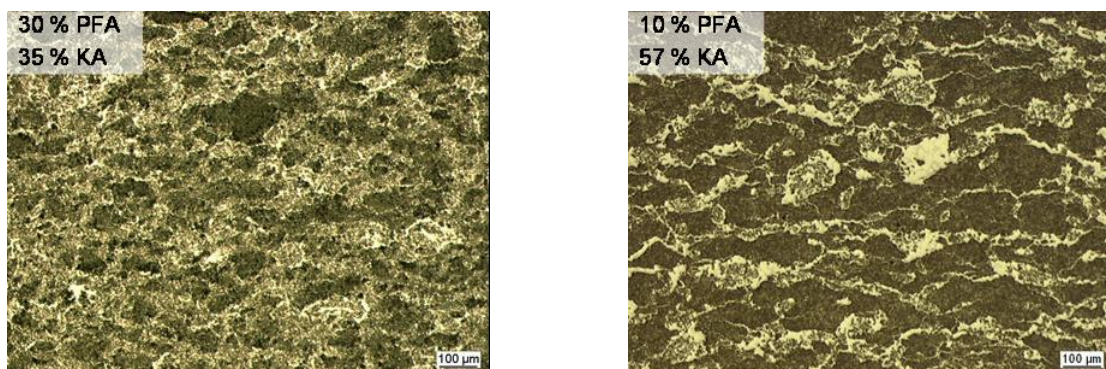
- 3.1 Schmelzofen öffnen, Tiegel hochfahren (Hubzylinder hoch)
  - 3.2 Tiegel-Manipulator vor, Tiegel greifen, Manipulator mit Tiegel zurück
  - 3.3 SMO schließen, Hubzylinder runter
  - 4.1 Tiegel-Manipulator mit Tiegel über Werkzeugkavität
  - 4.2 Tiegel ausgießen, zurückschwenken, Tiegel-Manipulator zurück in Ausgangsposition
  - 5.1 Pressen: Schließgeschwindigkeit, Druck und Presszeit vorgegeben
  - 5.2 Ausstoßen
- Zyklus ENDE---

### Basiswerkstoff Hartstoff (AP11)

Die Entwicklung von Erfolgversprechenden offenporösen Preform-Systemen erfolgt mittels pulvertechnologischer Verfahren. Die bestmöglichen Verstärkungseigenschaften müssen in Kombination mit den hohen verfahrenstechnischen Anforderungen entwickelt werden. Mehrjährige Kompetenz auf diesem Gebiet wird im Rahmen des Projektes zur Einstellung unterschiedlicher Porenstrukturen und Hartstoffzusammensetzungen genutzt. In ersten Arbeiten wurden  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Preforms mit 50 bis 60 % Keramikanteil hergestellt. Die hohen Gieß- und Vorwärmtemperaturen erfordern allerdings den Einsatz von relativ groben Rohstoffen mit Korngrößen  $D_{50} > 1,5 \mu\text{m}$ . Daraus lassen sich zwar keine extrem feinen kavitationsfesten Verbunde herstellen, aber zur Verfahrensentwicklung sind diese Preforms bestens geeignet. Hartstoffsysteme, welche bei  $1600^\circ\text{C}$  noch extrem fein bleiben und gleichzeitig thermodynamisch oder zumindest reaktionskinetisch stabil bleiben waren im weiteren Verlauf im Fokus. Insbesondere Preforms auf Nitrid- und Karbidbasis wurden favorisiert.

### Darstellung Werkstoffverbund (Preform/Inlay) mittels HTSC (AP14)

An der Hochschule Aalen wird die Inlayroute mit porösen keramischen Vorkörpern erforscht. Als Basiswerkstoffe für die Preforms wurden  $\text{Al}_2\text{O}_3$  und TiN aufgrund ihrer thermodynamischen, mechanischen und verschleißrelevanten Eigenschaften verwendet. Unterschiedliche Varianten von  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Preforms wurden hergestellt. Durch Einsatz von Porenbildnern lassen sich Keramikgehalte von 35 % bis 65 % mit einer bimodalen 3D-Porenstruktur erreichen. Abb. 97 stellt die Gefügestruktur zweier probeweise mit Aluminium infiltrierter Preforms dar, bei denen sich das Gefüge je nach Porenbildneranteil ändert. Die Preforms wurden bei  $1600^\circ\text{C}$  gesintert, um den späteren Einsatz zur Verbundwerkstoffherstellung mit der Stahlschmelze und hierbei erforderlichen Vorwärmtemperaturen von  $1550^\circ\text{C}$  zu ermöglichen. Die Schmelze infiltriert zuerst die größeren Kanäle welche durch das Ausbrennen der Porenbildner entstehen und danach mit höherem Druck die intergranulare Porosität.



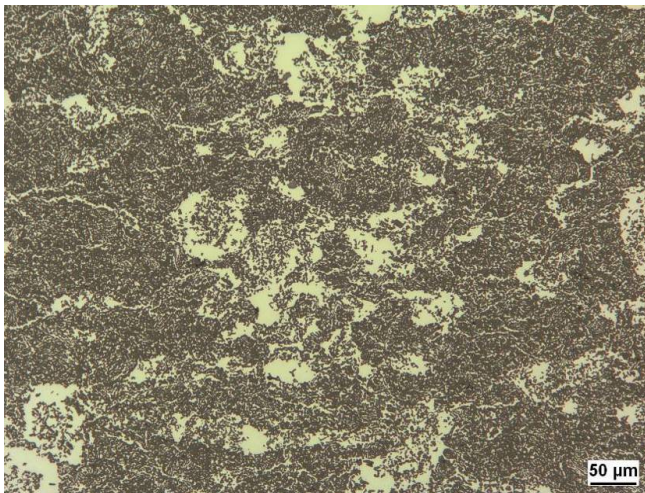
**Abb. 97:**  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Preforms mit verschieden hohen Keramikanteilen, infiltriert mit Aluminium; das Gefüge zeigt eine bimodale Porenstruktur, deutlicher bei Ka von 57 % zu erkennen

Zur Überbrückung der Zeitverzögerung bei Design und Bau der HTSC Anlage wurde an der Hochschule-Aalen ein vorläufiger, stark vereinfachter Laboraufbau zur Herstellung von Stahl-Verbundwerkstoffen aufgebaut. Es erfolgte eine bestmögliche Übertragung des erprobten Squeeze-Casting-Prozesses von Aluminiumlegierungen an die hohen Anforderungen von Stahlschmelzen. Verschiedene Werkzeug-, Tiegel- und Schichtenmaterialien wurden erprobt und spezifiziert. Hierzu wurde der Linn-Preform-Ofen als Schmelzofen modifiziert und eingesetzt. Mit einer an der Hochschule Aalen vorhandenen Warmpresse ( $T_{max} = 450^{\circ}\text{C}$ ) konnten erste erfolgreiche Squeeze-Casting-Versuche mit Stahlschmelze durchgeführt werden. Die Abgüsse wurden in einem mit Keramikpapier isolierten Werkzeug (Abb. 98) aus Warmarbeitsstahl (1.2343) mit einfacher Geometrie durchgeführt.



**Abb. 98:** Squeeze-Casting-Werkzeug, geschichtet mit BN und mit Keramikpapier zur Isolierung ausgekleidet

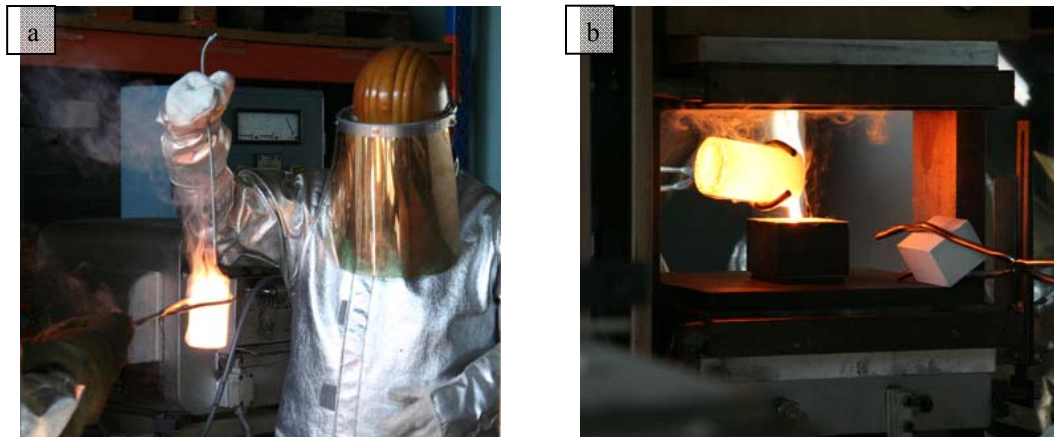
Diese Gießversuche mit unterschiedlichen  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Preforms und 18Ni350-Schmelze ermöglichten erstmalig die Herstellung von Verbundwerkstoffen mit interpenetrierender Stahl-Keramik-Matrix, siehe Abb. 99.



**Abb. 99:** Erster Stahl- $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Verbundwerkstoff mit interpenetrierendem Gefüge, hergestellt durch Squeeze Casting bei  $1600^{\circ}\text{C}$ .  
Stahl: hell,  
 $\text{Al}_2\text{O}_3$ : dunkel, 57 Vol.-%

Bei den Versuchen in diesem improvisierten Aufbau konnten wichtige Erkenntnisse zur Auswahl geeigneter Werkzeugschichten und Tiegelmaterien für den Einsatz in der HTSC-Anlage gewonnen werden. Hierbei zeigten sich die zuerst verwendeten Tiegelmaterien, poröses  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , Mullit ( $\text{Al}_2\text{O}_3\text{-SiO}_2$ ) und Sillimant (Fa. Haldenwanger) aufgrund von Reaktionen mit der Schmelze als nicht einsetzbar. Ein reaktionsarmes Tiegelmateriel (gute Thermoschockeingenschaften, sehr gute chemische Stabilität) wurde in Form von Bornitrid (Fa. Henze) ausfindig gemacht. Hierdurch wird eine mehrfache Tiegelverwendung ermöglicht. Die gießtechnische Herstellung von 3 MMC Varianten mit Maragingstahl und  $\text{Al}_2\text{O}_3$  war somit möglich, die zugehörigen Gefüge sind in AP18 abgebildet.

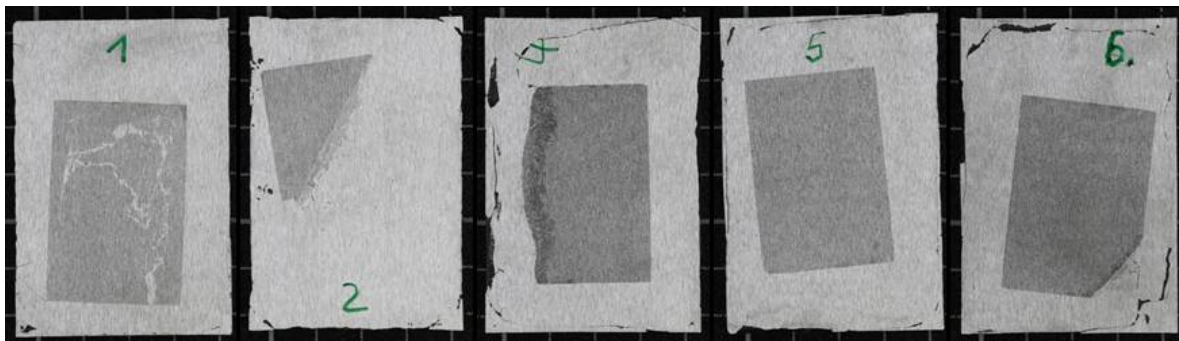
Wie in Abb. 100 dargestellt, treten bei der Infiltration starke Reaktionen auf, der BN-Tiegel reagiert sehr rasch mit Sauerstoff und oxidiert. Die Schmelze bildet bei direktem Kontakt mit Luft eine schlackeartige Schicht, die auch im MMC zu finden ist. Diese Oxidationsprobleme sind auf die nicht vorhandene Schutzgas-, Vakuummöglichkeit im vereinfachten Laboraufbau zurückzuführen, da hier der Prozess nur unter Luft durchgeführt werden kann.



**Abb. 100:** a) Entfernung der Schlacke, starke Oxidation des Tiegels  
b) Abgießen des 18Ni350 bei 1600°C

In weiteren Versuchsblöcken wurde die Infiltration mehrere  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Preforms, sowie das Umgießen von Inlays aus Hartmetall (WCo mit Ni Binder) erfolgreich durchgeführt.

Abb. 101 zeigt die Ergebnisse der erfolgreichen Infiltration von 5 Preforms aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  mit dem Maraging Stahl 18Ni350. Teilweise traten Risse auf (Probe Nr. 1). Beim Gießprozess kann die Preform durch Thermoschock oder Querlage im Werkzeug zerbrechen (Probe Nr. 2). Eine nur teilweise Infiltration kann stellenweise aufgrund von Kontakt zwischen vorgeheizter Preform und dem kalten Werkzeug erfolgen (Probe Nr. 4). Durch die Prozessführung an Luft sind Schlackeeinschlüsse in den Proben nicht zu vermeiden. Diese beeinflussen die Gießversuche negativ und können mit dem aktuell verwendeten Infiltrationsaufbau nicht vermieden werden. Die Abgüsse konnten zur Probenherstellung für die mechanische Werkstoffcharakterisierung verwendet werden.



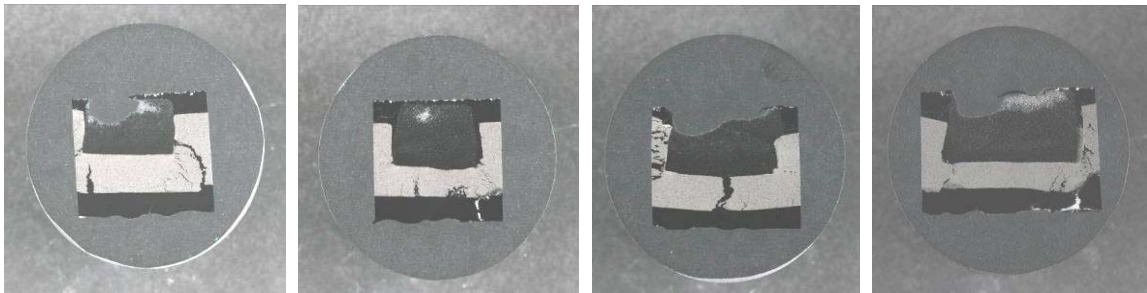
**Abb. 101:** Preforms aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  infiltriert mit 18Ni350 (Keramikanteile v.l.n.r.: 38, 42, 52, 57, 42 %)

Zum Umgießen von Inlays aus WCo mit Ni-Binder wurde die Probe bei 450°C vorgeheizt und auf ein Keramikpapier der Dicke 3 mm gelegt. Die 1600°C warme Schmelze wurde auf die Probe gegossen und mit 100 MPa gepresst. Wie in Abb. 102 zu erkennen ist, entstanden Risse während des Gießvorganges. Dies ist auf Thermoschock durch den hohen Temperaturunterschied zwischen Inlay und Schmelze zurückzuführen.



**Abb. 102:** WCo (Ni-Binder) Inlay umgegossen mit Maraging Stahl

Auf die Gefüge der hergestellten Werkstoffvarianten wird in AP 18 näher eingegangen. Die Herstellbarkeit von MMC-Verbundwerkstoffen wurde im Projektverlauf nachgewiesen. Dafür wurde der an der HTW aufgebaute Laboraufbau erfolgreich eingesetzt. Im 6. Projekthalbjahr wurden die Herstellung von TiN-Preforms weiter untersucht und die ersten Infiltrationen mit 18Ni350 durchgeführt. Infiltrationsergebnisse sind in Abb. 103 zu sehen. Teilweise sind die TiN-Preforms nicht ganz infiltriert und die Trägerpreforms aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$  gerissen. Beide Fehler sind auf Kontakt mit dem kalten Werkzeug zurückzuführen. Die Gefüge der Werkstoffe sind in AP18 dargestellt.



**Abb. 103:** Infiltrationsergebnisse der TiN-Preforms (weiß:  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -MMC; dunkelgrau: TiN-MMC; schwarz: 18Ni350) im Schlift, Makroaufnahme

Nach Definieren des Verfahrensablaufs, Programmieren der Einzelbewegungen und der Verknüpfungen, Erstellen der Benutzeroberflächen, Einfahren der Heizer (Kanthal Super 1800-MoSi2) sowie mehreren Testläufen der Einzelbewegungen und des kompletten Infiltrationszykluses im kalten Zustand konnte in einem ersten Versuch die Darstellung eines Werkstoffverbundes mittels der HTSC-Anlage nachgewiesen werden. Zur Sicherheit wurde für diesen ersten Funktionstest mit Kupfer als Matrixmetall gearbeitet, da hier eine vergleichsweise niedrige Schmelzentemperatur ( $1200\text{ }^\circ\text{C}$ ) verwendet werden kann. Abb. 104a zeigt das Eingießen der  $1200\text{ }^\circ\text{C}$  warmen Schmelze in das Werkzeug, in Abb. 104b ist der erste Abguss auf der HTSC-Anlage dargestellt.

Die Übertragung des Prozesses auf die 18Ni350-Stahl erfolgt nach Projektende.



**Abb. 104:** a) Eingießen der Schmelze in der HTSC-Anlage  
b) Erster Abguss auf der HTSC-Anlage

### Gefügedesign/-bewertung von Werkstoffverbunden (AP18)

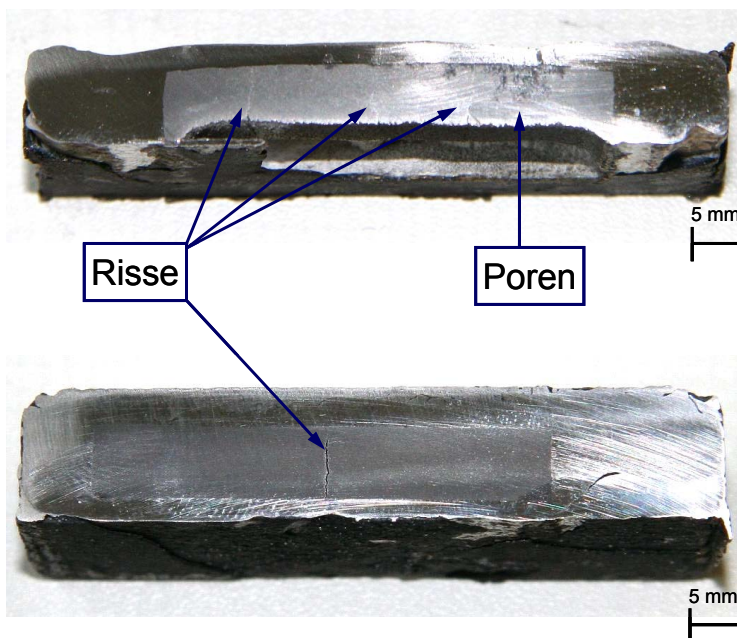
Werkstoffliches Ziel ist die Erforschung von Verbundwerkstoffen mit höchstfester Stahlmatrix und lokaler, kavitationsfester keramischer Verstärkungsphase. Das Gefügedesign stellt hier ein zentrales Arbeitspaket dar. Werkstoffe für die Stahlmatrix müssen gleichzeitig



gute Gießbarkeit und höchste mechanische Festigkeit bei lufthärtenden Bedingungen aufweisen.

Durch das Gefügedesign sollen bestmögliche Kavitations- und Festigkeitseigenschaften miteinander korreliert werden. Auf diesem sehr speziellen Gebiet wurden gemäß der durchgeführten detaillierten Literaturrecherche nur wenig relevante Arbeiten gefunden: Zhou et al. [ZHO-03], sowie Cheng et al. [CHE-02] haben die Abhängigkeit zwischen Erosions-Korrosions-Widerstand (Kavitation) und WC-Verstärkungsvolumen eines mittels Laser synthetisierten Graugusses und austenitischen Verbundes studiert. Der Widerstand nimmt mit erhöhtem Anteil bis zu einem Maximum zu und sinkt danach wieder. Stack et al. [STA-05] und Whitehouse et al. [WHI-95] schlagen Modelle zur Kavitation vor, welche zum besseren Verständnis der Mechanismen und Eigenschaftsvorhersagen führen. Die Korrelation zwischen Kavitation und Gefügebestandteilen bei unterschiedlichen metallischen Werkstoffen wird verschiedentlich erforscht und gibt Hinweise zum Verständnis der beeinflussenden Parameter, welche zum optimalen Material und dessen Gefüge führen.

Die ersten Verbundwerkstoffe wurden zum Jahresende 2007 mittels Squeeze Casting hergestellt, wie in AP14 dargestellt. Die Infiltration der Preforms erfolgte annähernd porenfrei, jedoch zeigten die Proben im Querschnitt Risse wie in Abb. 105 zu sehen ist.



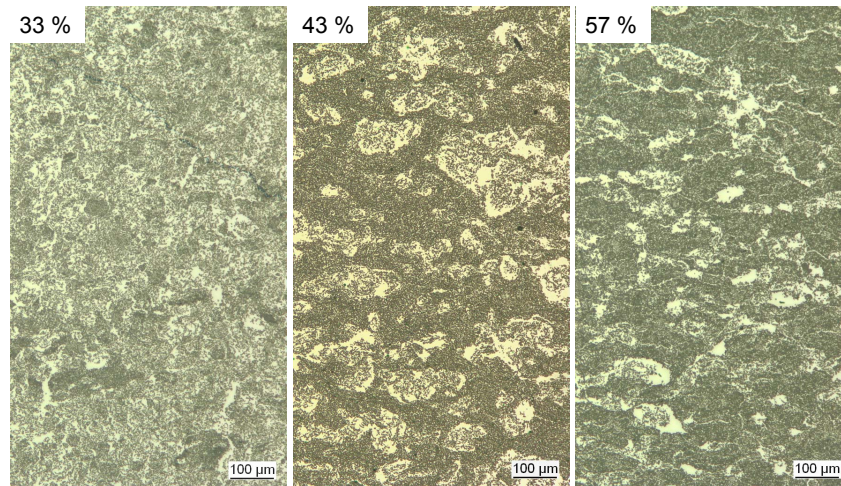
**Abb. 105:** Makroaufnahme von Stahl Verbundwerkstoffproben im Querschnitt:

Oben: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Preform mit 35% KA, teilweise infiltriert und rissbehaftet

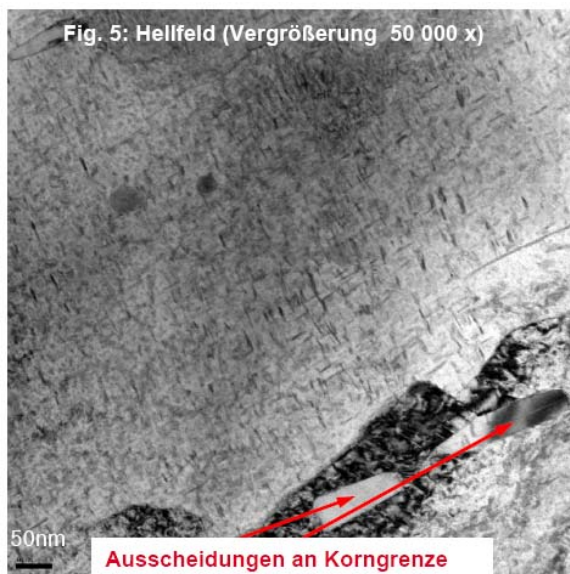
Unten: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Preform mit 57% KA, gut infiltriert mit einem mittigen Riss

Zur Auswertung der Matrix- und Verbundbereiche wurden Querschliffe angefertigt, angeätzt und lichtmikroskopisch untersucht. Die Matrix weist auf unterschiedliche Erstarrungsgefüge hin, teilweise stark dendritisch oder grobkörnig.

Je nach Keramik und Porenbildneranteil lassen sich Preformdesign und später das MMC-Gefüge nach Wunsch beeinflussen. In AP14 wurden drei Preformvarianten aus Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mit unterschiedlichen Keramikanteilen mit 18Ni350 infiltriert. In Abb. 106 ist das homogene Durchdringungsgefüge dieser Proben dargestellt; die durch Cellulose geformten Poren werden vor den intergranularen Poren mit Stahl infiltriert und bilden so ein interpenetrierendes Netzwerk. Das Gefüge des 18Ni350 der MMC Proben besteht aus denselben Phasen wie das Gefüge der umgeschmolzenen Proben, siehe die in AP5 dargestellten Ergebnisse. Die Matrix besteht aus einem martensitischen Grundgefüge (dendritisch und stark texturiert im Umguß, feiner im MMC), welches nach Wärmebehandlungen ausscheidungsgehärtet ist. Exemplarische TEM Untersuchungen (siehe Abb. 107) beweisen die Existenz von sehr feinen, nadelförmigen Ausscheidungen im Korn (5 nm breit, bis 50 nm lang), etwas gröber an den Korngrenzen (bis 200 nm). Die chemische Zusammensetzung der Ausscheidungen konnte nicht genau bestimmt werden.



**Abb. 106:** 18Ni350 (hell)/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(dunkel) MMCs mit unterschiedlichen Keramikanteilen (KA)

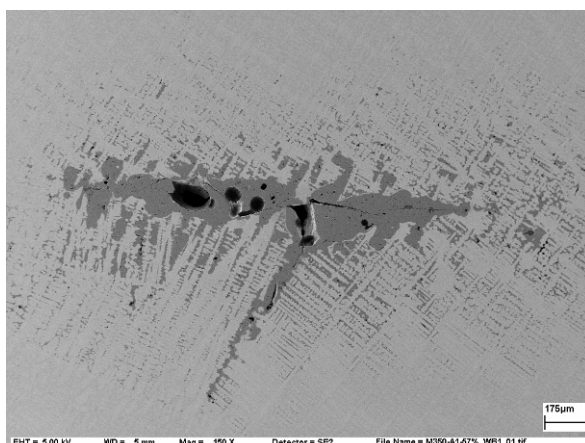


**Abb. 107:** TEM Aufnahme eines 18Ni350 Umgusses

Hohe Dichte an bis zu 50 nm langen nadelförmigen Matrixausscheidungen, größere Ausscheidungen an den KG, bis 200 nm  
Quelle: Bosch, CR/ARA

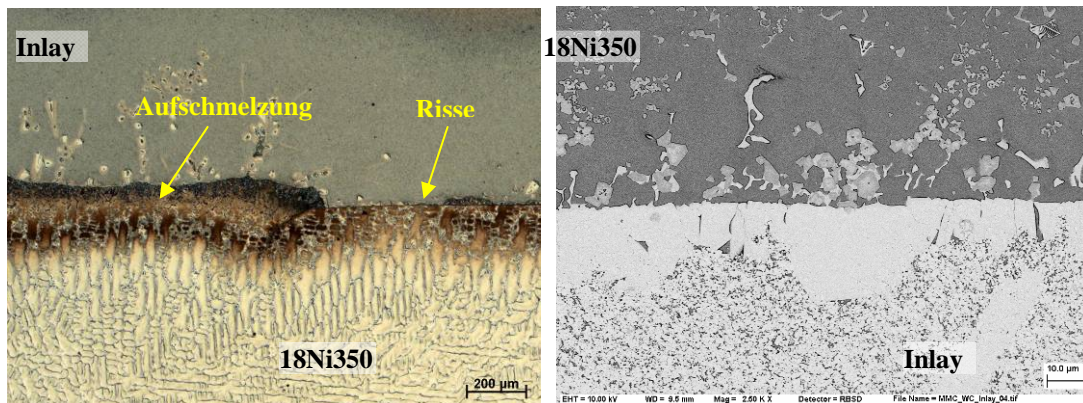
EDX Analysen nach dem Squeeze Casting zeigen, dass der Ti-Gehalt in der Matrix nicht mehr dem ursprünglichen entspricht, sondern von etwa 1,6% auf 0,15% sank. Im Gegenteil zeigt die Schlacke einen Ti-Gehalt von etwa 3,8%. Dies ist auf eine starke Ti-Oxidation während des Prozesses zurückzuführen.

Fehler im Gefüge stellen die vermehrten Oxideinschlüsse dar (Abb. 108). Diese sind auf Schmelzreaktionen an der Luft zurückzuführen und enthalten z.B. erhöhte Anteile von Ti oder Mo. Hieraus resultiert ein Härteabfall.



**Abb. 108:** Oxideinschluss in der 18Ni350 Matrix

Die Umgussversuche wurden erfolgreich durchgeführt. Das Stahlmatrix Erstarrungsgefüge ähnelt dem des Squeeze Casting von MMC (martensitisches, dendritisches Umgussgefüge). Zum einen traten teilweise lokale Aufschmelzungen auf, zum anderen sieht die Grenzfläche teilweise rissig aus. Laut Abb. 109 führen die lokalen Aufschmelzungen zu Auflösung komplexer Primärkarbide auf der Stahlseite, auf der Inlayseite kommt es zur Aufnahme von Legierungselementen wie Fe oder Ti.

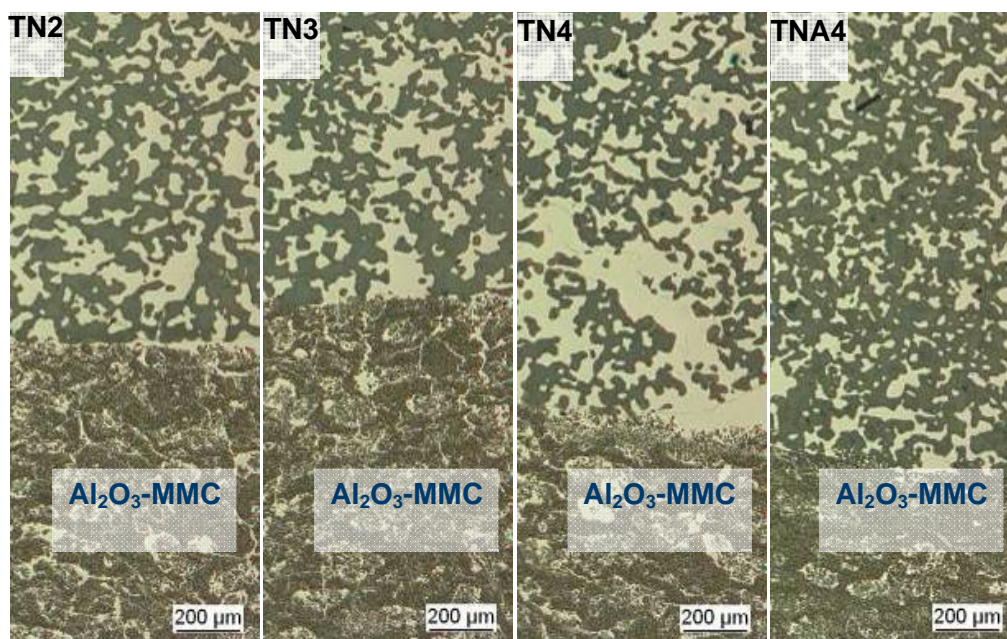


**Abb. 109:** links; Lini Aufnahme der Inlay-Grenzfläche mit lokalen Aufschmelzungen und Rissen  
rechts; REM Aufnahme gelöster Karbiden an der Grenzfläche

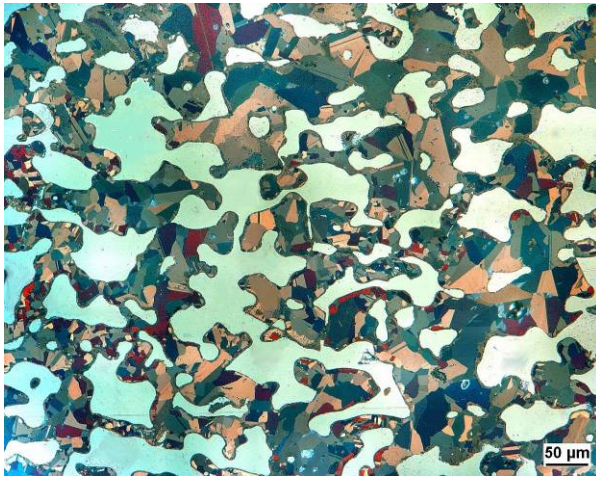
Die Auswirkungen der Grenzfläche auf die mechanischen Eigenschaften des Verbundes sind noch nicht untersucht.

Die hergestellten TiN-Preforms wurden mit 18Ni350 infiltriert (Gefüge in Abb. 110). Deutlich zu erkennen ist die Sinteraktivität des Pulvers mit einem Ausgangs- $D_{50}$  von 3  $\mu\text{m}$ , welche zu einem monomodalen Durchdringungsgefüge mit Partikelgröße bis zu 150  $\mu\text{m}$  führt.

Die in Abb. 111 dargestellten Gefüge stellen vermutlich ein oxidiertes Gefüge dar. Die Farbe des Sinterkörpers und die Polarisierung weisen darauf hin. REM-Aufnahmen zeigen erhöhte Anteile geschlossener Porosität in der Keramik. Insgesamt sind die Proben sehr gut, d.h. vollständig infiltriert worden.



**Abb. 110:** Gefügevergleich der unterschiedlichen TiN-MMCs mit den Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-MMCs

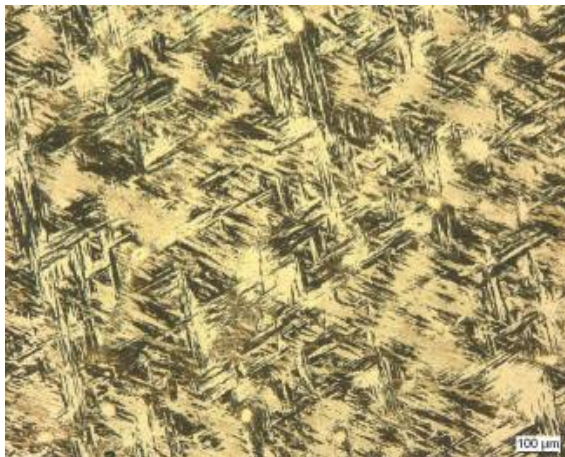


**Abb. 111:** Gefüge eines 18Ni350/TiN MMC in polarisiertem Licht. Polarisation weist auf einen Oxidationsvorgang hin.

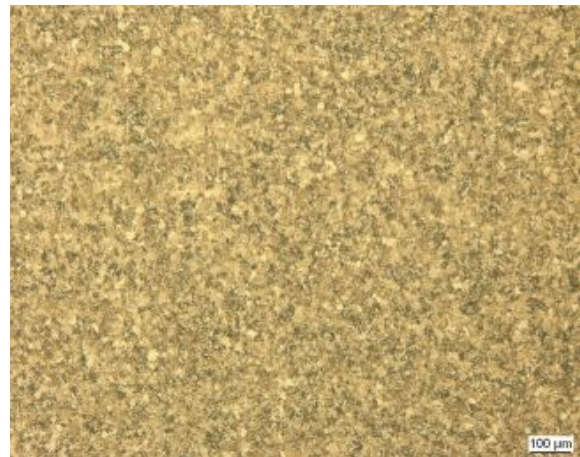
### Wärmebehandlung von Stählen im Werkstoffverbund (AP21)

Als Basiswerkstoff wurde zwischen allen Projektpartnern ein hochfester Maragingstahl festgelegt (Stahlsorte 1.6356 = Maraging C350). Ziel dieses Arbeitspaketes ist die Erforschung der Wärmebehandlungen des Stahls für alle Projektpartner mit Berücksichtigung des späteren Einsatzes im Werkstoffverbund. Um die Anforderungen an die unterschiedlichen Prozessrouten anzupassen (Preform, Inlay, Dispersion), wurde der Stahl im geschmiedeten und geschmolzenen Zustand wärmebehandelt. Gemäßigte Luftabkühlgeschwindigkeiten müssen erreicht werden, um das Auftreten eines Thermoschocks der Hartstoffinlays auszuschließen. Daher wird der Einfluss der Abkühlgeschwindigkeit als wichtiger Parameter betrachtet. Durch ausführliche Literaturrecherchen zum Stand der Technik wurden die gängigen optimalen Wärmebehandlungsbedingungen ermittelt. Diese Bedingungen wurden an das spezifische Probenmaterial systematisch angepasst und geprüft:

Maraging-Stähle lassen sich grundsätzlich in zwei Schritten wärmebehandeln. Zuerst erfolgt ein Lösungsglühen im austenitischen Bereich. Literatur und durchgeführte Versuche verweisen auf eine optimale Behandlung bei 820°C [KAP-04, GUO-04, TAV-03] und 1 h Haltezeit. Umgeschmolzene Proben, die anlagenbedingt mit 300 K/h eine sehr langsame Abkühlung erfuhren, wurden mit obigen Konditionen lösungsgeglüht. Sie zeigen ein sehr grobes Gefüge, siehe Abb. 112. Im Gegensatz dazu weisen die geschmiedeten Proben ein feines Gefüge ohne starke Textur auf, Abb. 113.



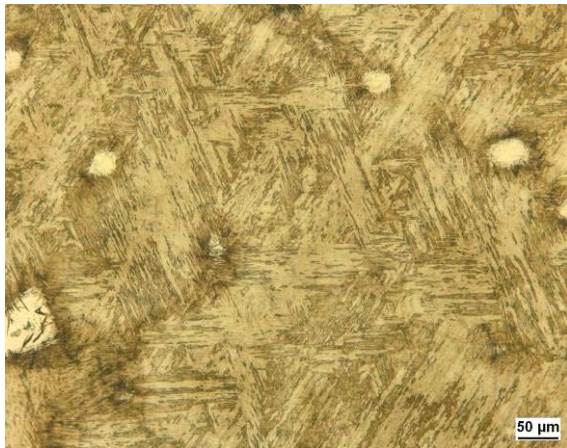
**Abb. 112:** Geschmolzener Zustand 820 °C/1 h



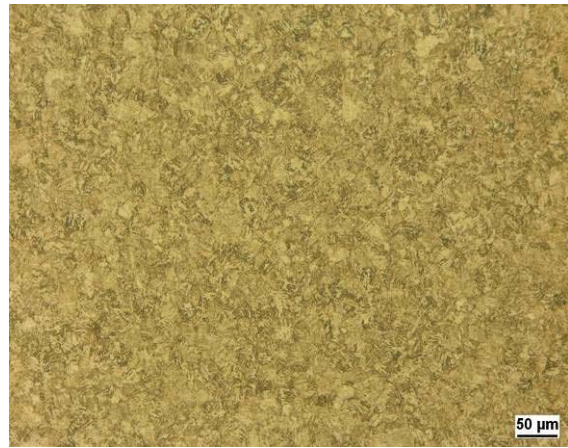
**Abb. 113:** Lieferzustand 820 °C/1 h

Im zweiten Schritt der Wärmebehandlung erfolgt eine Auslagerung bei Temperaturen zwischen 450 und 650 °C, vorzugsweise bei Temperaturen von 500 bis 550 °C. Hierbei handelt es sich um eine Ausscheidungshärtung (Aging), wobei der Stahl seine endgültige

Festigkeit bekommt. Ausscheidungen wie  $\text{Ni}_3(\text{Ti},\text{Mo})$  [LI-95, PER-04, FAR-98],  $\text{Fe}_2\text{Mo}$  [PER-04] oder die  $\mu$ -Phase wirken dabei als Härtingsphasen. Das Gefüge in Lieferzustand weist auf eine homogene Struktur hin (Abb. 115) im Gegenteil zum sehr texturierten und groben Gefüge des geschmolzenen Zustands, dargestellt in Abb. 114.

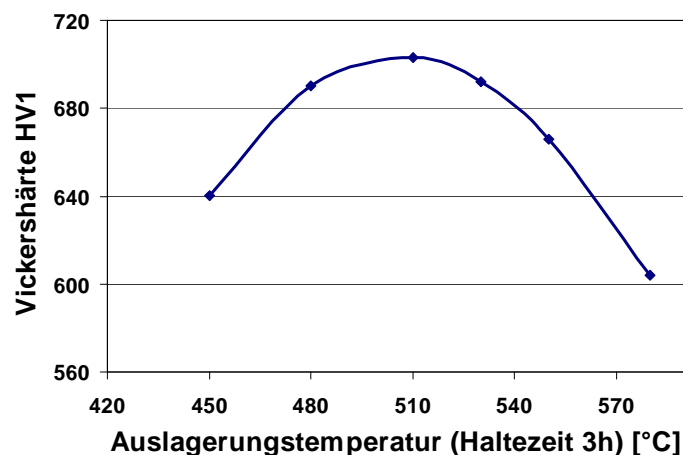


**Abb. 114:** Geschmolzener Zustand 820 °C/1 h + 510 °C/3h (in Luft)



**Abb. 115:** Lieferzustand 820 °C/1 h + 510 °C/3 h (in Luft)

Härtemessungen wurden mittels HV1 durchgeführt, um die optimale Wärmebehandlung hinsichtlich der Festigkeit zu ermitteln (Abb. 116). Diese liegt bei 510°C/3h. Weitere Untersuchungen mit gezielter Überalterung sollen eine Vergrößerung der Ausscheidungen und Identifikation derselben ermöglichen.



**Abb. 116:** Verlauf der Vickershärte über der Auslagerungstemperatur

Alle hergestellten MMCs wurden standardmäßig wärmebehandelt. Die Proben wurden zuerst bei 1100°C Lösungsgeglüht, damit sich die Legierungselemente im ganzen Gefüge auflösen und homogen verteilen. Danach erfolgte die Austenitisierung bei 820°C/1 h und die Abkühlung an Luft. Für die Ausscheidungshärtung wurde eine Wärmebehandlung bei 510 °C/3 h aus vorherigen Untersuchungen gewählt. Im vorherigen Zwischenbericht konnten die Ausscheidungsphasen nachgewiesen werden, dennoch ist Ausscheidungshärtung von Maraging Stählen ein sehr kompliziertes Thema, welches von Sha et al. [SHA-00] sehr gut beschrieben wird. Die Härte im Umguss erreichte maximal 690 HV1, im MMC 1800 HV1. Härtesteigernde Legierungselemente wie unter anderem Ti reagieren sehr schnell mit der Schlacke und führen zu einem Härteabfall von bis zu 50 HV1 im Umgussbereich. Standard-Härtewerte von geschmiedetem Maraging-Stahl liegen laut Literatur meistens bei 700 HV30.

## 2.2 Voraussichtlicher Nutzen, Verwertbarkeit der Ergebnisse

### 2.2.1 Robert Bosch GmbH

Die von der Robert Bosch GmbH entwickelten Stahl-Hartmetall-Verbundventilplatten haben sowohl in der Finite Elemente-Simulation als auch bei der Pulsprüfung der Demonstrator-Bauteile hohes Potential für zukünftige Hochdruck-Dieseinspritzkomponenten bewiesen. Die vorliegenden Ergebnisse sind bereits von der Forschung und Vorausbildung an den Produktbereich Dieselsysteme transferiert worden. Dort werden derzeit neue Anwendungsfälle zukünftiger Einspritzkomponenten für das Stahl-Hartmetall-Verbundkonzept evaluiert. In einem Bosch-internen Folgeprojekt soll zunächst der Einfluss von Bauteilgeometrien und Herstellprozessschritten auf die Eigenspannungsverhältnisse im Stahl-Hartmetall-Verbund näher untersucht werden, um den Reifegrad der Technologie weiter voran zu treiben.

Im Bereich Forschung und Vorausbildung wird bereits die Übertragbarkeit des Sinterfügeverfahrens auf andere Werkstoffkombinationen, wie z.B. Stähle und Cermets, magnetische und nichtmagnetische Werkstoffe, geprüft.

In den ersten beiden Projektjahren wurden bei der Robert Bosch GmbH umfangreiche Kenntnisse zur Herstellung und Charakterisierung von Hartmetallen erarbeitet. Insbesondere wurden Methodiken zur Ermittlung mechanischer Kennwerte und darauf aufbauende Auslegungskonzepte für Hartmetallbauteile entwickelt. Diese Kenntnisse werden nun regelmäßig zur Bewertung neuer Einsatzmöglichkeiten von Hartmetallen herangezogen.

Abgesehen von den technologischen Errungenschaften, wurde durch das Verbundprojekt ein wichtiges Kompetenznetzwerk aus Industrie- und Hochschulpartnern auf dem Gebiet der Metall-Keramik-Verbundwerkstoffe nachhaltig gestärkt. Die gute Zusammenarbeit der Partner untereinander ist Ausgangsbasis für neue Verbundprojekte, die bereits in Planung sind.

### 2.2.2 FCT Systeme GmbH

#### *HTSC:*

Im Rahmen des Projekts wurde eine neuartige, vollautomatisch arbeitende Hochtemperatur-Druckinfiltrations-Anlage aufgebaut und in ersten Tests die grundsätzliche Funktionsfähigkeit nachgewiesen. Die aktuell laufenden Entwicklungsarbeiten müssen nun zeigen, welche werkstofflichen Möglichkeiten das neue Verfahren konkret eröffnet und inwieweit die Anlage in der jetzigen Ausführungsform für eine kosteneffektive Herstellung von industriell anwendbaren Bauteilen geeignet ist. Hierzu läuft u.a. bereits ein gemeinsames ZIM-KF-Projekt mit HTW-Aalen und FCT (s. FAST<sup>2</sup>).

Von diesen Ergebnissen wird für FCT die wirtschaftliche Verwertbarkeit der Projektergebnisse und das weitere Vorgehen bei der Entwicklung industriell geeigneter HTSC-Anlagen abhängen.

#### *FAST<sup>2</sup>:*

Die Projektergebnisse konnten demonstrieren, dass fast alle metallischen, keramischen und MMC-Werkstoffe mit dem FAST<sup>2</sup>-Verfahren in kürzester Zeit gesintert werden können. Allerdings zeigte sich das Presswerkzeug aufgrund der hohen Thermoschockbelastung als eine Schwachstelle des Verfahrens. Geeignete Werkstoffe hierfür sind offenbar nicht verfügbar und müssen speziell entwickelt werden. Hierzu ist bereits ein ZIM-KF-Projekt zusammen mit HTW Aalen in Bearbeitung.

Wenn es gelingt, die Werkzeugproblematik zu lösen, wird FCT in der Lage sein, unter Verwendung der im Rahmen des HPMat-Projekts erzielten Ergebnisse und Erfahrungen eine

FAST<sup>2</sup>-Anlage zu konstruieren und zu bauen, die geeignet ist, Bauteile aus hochfesten Werkstoffen in Stückzahlen von bis zu 3 Mio p.a. mit vergleichsweise niedrigen Energie-, Anlagen- und Werkzeugkosten zu produzieren. Eine derartige Anlage wäre konkurrenzlos auf dem Weltmarkt und nicht nur für die Produktion von Hydraulikkomponenten, sondern auch für ein breites Feld ähnlicher pulvermetallurgischer und/oder keramischer Bauteile von sehr großem Interesse. In folgenden Entwicklungsschritten kann die Anlagentechnik dann auch für die Serienproduktion deutlich größerer oder kleinerer Bauteile adaptiert werden.

#### *FAST-Sint:*

Die Entwicklungsarbeiten an dieser Kurzzeitsintererntechnik zeigten die Möglichkeiten auf, komplex geformte, kleinvolumige Bauteile aus Hartmetallen und MMC-Werkstoffen innerhalb kürzester Zeit zu sintern. Manche Werkstoffe sind aus werkstofflichen Gründen allerdings für kurze Sinterzeiten ungeeignet oder benötigen eine zusätzliche Unterstützung der Sinterverdichtung durch eine Erhöhung des Gasdrucks, sobald alle Poren geschlossen sind. Diese Option befindet sich bei FCT aktuell in der Entwicklung.

Die Projektergebnisse liefern die Basis für die Entwicklung und Konstruktion völlig neuer, vollautomatisch arbeitender Anlagen nach dem FAST-Sint-Prinzip zum kosteneffektiven Entbindern und Sintern komplex geformter, kleinvolumiger Bauteile. Die Realisierung seitens FCT hängt davon ab, inwieweit industrielle Anwendungen für solche Anlagen gefunden werden können, bei denen die werkstofflichen und wirtschaftlichen Vorteile in ausreichendem Maße zum Tragen kommen.

### **2.2.3 Hochschule Aalen**

Seit Januar 2010 wird die HTSC-Anlage in einem neuen Projekt der AiF im Zentralen Innovationsprogramm Mittelstand (ZIM), Kooperationsprojekt (KF) Förderkennzeichen KF 2257102PK9, gemeinsam mit der Firma FCT Systeme GmbH eingesetzt.

Ziel dieses Vorhabens ist die Erforschung von hochtemperaturbeständigen Werkzeugmaterialien aus Metall-Keramik-Verbundwerkstoffen für das neue ultraschnelle Sinterverfahren FAST<sup>2</sup>. Als Lösungsansatz sollen extrem hochtemperatur- und verschleißfeste Metall-Keramik-Verbundwerkstoffe auf Basis von Durchdringungsverbindungen aus Keramik und Metall zum Einsatz kommen. Diese sogenannten Preform-MMCs sollen mittels der neuen Technologie Hoch-Temperatur-Squeeze-Casting (HTSC) hergestellt werden.

Mittels FAST<sup>2</sup> lassen sich Werkstoffe extrem schnell sintern. Angestrebt sind Taktzeiten von 10s, was das Verfahren sehr attraktiv macht, sowohl hinsichtlich Wirtschaftlichkeit als auch in Betrachtung der Ressourceneffizienz.

Endgültig sollen gezielt neue Anwendungen für FAST<sup>2</sup> erforscht und deren Wirtschaftlichkeit geprüft werden. Durch die Umsetzung der Projektziele sichert sich die Fa. FCT Systeme GmbH bei der Erschließung neuer Marktsegmente zur ressourcenschonenden Herstellung von Hartmetallen signifikante Wettbewerbsvorteile.

### **2.2.4 Institut für Keramik im Maschinenbau, KIT**

Die erarbeiteten Kenntnisse können genutzt werden, um partikelverstärkte martensitaushärtende Stähle herzustellen bzw. weiterzuentwickeln. Potentielle Anwendungsgebiete sind tribologisch beanspruchte (Gleitverschleiß, Adhäsivverschleiß) Bauteile mit hohen Anforderungen an die Festigkeit. Entsprechende Werkstoffe sind bisher nicht bekannt.

## 2.3 Während der Durchführung des Vorhabens dem Anwendungsempfänger bekannt gewordene Ergebnisse Dritter

Während der Durchführung des Vorhabens sind den Projektpartnern keine konkurrierenden Werkstoffkonzepte Dritter zum Einsatz in der Hochdruckdieseleinspritztechnik bekannt geworden. Auch auf Systemebene sind nach Abschluss des Vorhabens keine Komponenten für 3.000 bar Hochdruckeignung auf dem Markt verfügbar.

## 2.4 Erfolgte und geplante Veröffentlichungen des Ergebnisses

### 2.4.1 Bereits erfolgte Veröffentlichungen

- Nagel, A.; Staudenecker, D.; Reymann, S.:  
Neue Werkstoffsysteme für höchste Druckbeanspruchung in Hydraulikkomponenten  
Posterpräsentation anlässlich der 3. WING-Konferenz, Berlin, 22.-24.10.2007
- Huber, A.; Koblmiller, U.; Speicher, R.; Winkelmann, A.; Hoffmann, M.J.:  
Novel methods to determine fracture toughness and bending strength of hardmetals.  
International Conference on Tungsten, Refractory & Hardmaterials, Washington,  
08.-12.06.2008
- Schwarz, S.; Oberacker R.; Hoffmann, M.J.:  
Microstructure and mechanical properties of maraging steel processed by Spark Plasma  
Sintering (SPS)  
EuroPM2008, Mannheim, 30.09.-02.10.2008
- Huber, A. M.; Winkelmann, A.; Hiller, P.; Hoffmann, M. J.:  
Sinter bonding of steel and hardmetal.  
17th Plansee Seminar, Tagungsband Vol. 2, 2009: HM27/1-12
- Winkelmann, A.; Huber, A. M.; Oberacker, R.; Schwarz, S.; Hennicke, J.; Nagel, A.;  
Reymann, S.:  
Neuartige Stahl-Hartstoff-Verbundwerkstoffsysteme - ein möglicher Schlüssel zur  
Kraftstoffreduktion.  
28. Hagener Symposium Pulvermetallurgie, 2009, Tagungsband, 221-241

### 2.4.2 Geplante Veröffentlichungen

- Schwarz, S.; Oberacker, R.; Hoffmann, M.J.  
*Precipitation Behavior and Phase Transformation of Maraging Steel Oxide Ceramics  
Particulate Composites Produced by Spark Plasma Sintering.*  
einzureichen bei Materials Science and Engineering oder bei Powder Metallurgy
- Huber, A. M.: Sinterfügen von Stahl und Hartmetall. Dissertation, Karlsruher Institut für  
Technologie (voraussichtlich 2010)

## 3. Erfolgskontrollbericht

s. Anlagen der einzelnen Projektpartner