

H. Danninger, M. Dlapka

# Heat Treatment of Sintered Steels – what is different?\*

## Wärmebehandlung von Sinterstahl – was ist anders?

### Abstract/Kurzfassung

Powder metallurgy ferrous precision parts are employed in numerous industrial sectors. In case of high mechanical loading, as e.g. in automotive applications, heat treatment is frequently required after the press-and-sinter manufacturing. Here the specific features of PM parts have to be considered, in particular the presence of open and/or graded porosity. In the present study it is shown that processes such as sinter hardening, low pressure carburizing and plasma nitriding are particularly suited for sintered parts since the problems usually caused by the porosity can largely be avoided. By appropriate selection of the alloying system combined with optimum sintering and heat treatment, components can be obtained that are competitive to parts machined from wrought steels but offer additional benefits such as attractive NVH (noise-vibration-harshness) behavior. ■

**Keywords:** Sintered steel, heat treatment, porosity, sinter hardening, low pressure carburizing, plasma nitriding

Pulvermetallurgische Präzisionsteile aus Sinterstahl haben sich in vielen Bereichen Anwendungsfelder erobert. Für hohe mechanische Belastungen, z. B. im Automobilbereich, sind nach dem Pressen und Sintern sehr oft Wärmebehandlungsprozesse erforderlich. Dabei ist auf die Spezifika von Sinterteilen zu achten, insbesondere auf das Vorliegen offener bzw. gradierter Porosität. Es wird hier gezeigt, dass sich Verfahren wie das Sinterhärten, das Niederdruckaufkohlen mit Gasabschreckung oder das Plasmanitrieren besonders gut für Sinterteile eignen, weil die durch die Porosität verursachten Probleme weitestgehend eliminiert werden können. Durch geeignete Wahl des Legierungssystems in Kombination mit optimaler Sinterung und Wärmebehandlung können Bauteile hergestellt werden, die hinsichtlich der Festigkeitseigenschaften mit den über Zerspanung hergestellten vergleichbar sind, aber die zusätzlichen Vorteile der Sinterbauteile wie günstiges NVH-Verhalten (noise-vibration-harshness) bieten. ■

**Schlüsselwörter:** Sinterstahl, Wärmebehandlung, Porosität, Sinterhärten, Niederdruckaufkohlen, Plasmanitrieren

**Autoren/Authors:** Univ. Prof. Dr. Herbert Danninger, Technische Universität Wien, Institut für Chemische Technologien und Analytik, Getreidemarkt 9/164, A-1060 Wien, Austria, herbert.danninger@tuwien.ac.at (Corresponding author/Kontakt)  
Dr. Magdalena Dlapka, MIBA Sinter Austria GmbH, A-4655 Vorchdorf, Austria

**HOW TO CITE THIS ARTICLE:** H. Danninger et. al.: Heat Treatment of Sintered Steels – what is different? HTM J. Heat Treatm. Mat. 73 (2018) 3, pp. 117-130, DOI:10.3139/105.110353

## 1 Introduction

In the earlier decades of powder metallurgy (PM), parts manufactured by pressing and sintering were oriented mainly towards complex geometry and high precision while the mechanical properties were less relevant [1]. Typical examples are camshaft belt pulleys in automotive engines. Subsequently, however, PM parts were introduced also for highly stressed applications, esp. in engines and transmissions [2-4], such as gears for camshaft drives or synchronizer rings and hubs as well as sliding sleeves for transmissions. In addition to optimum selection of the alloying systems as well as the pressing and sintering parameters, heat treatment processes are frequently necessary to attain the required property profiles [5-7].

## 1 Einleitung

Über die pulvermetallurgische (PM-) Route des Pressens und Sinterns hergestellte Formteile auf Eisenbasis waren früher vor allem auf komplexe Geometrie und hohe geometrische Präzision ausgelegt; die mechanischen Eigenschaften waren eher sekundär [1]. Typische Beispiele sind die Zahnriemenräder für den Nockenwellenrieb. In den folgenden Jahrzehnten haben sich aber Sinterteile auch für Anwendungen mit hoher mechanischer Beanspruchung, vor allem in Motoren und Getrieben, durchgesetzt [2-4]. Beispiele hierfür sind Zahnräder für den Nockenwellenrieb in Verbrennungsmotoren oder Synchronringe, Synchronkörper und Schiebemuffen in Getrieben. Neben entsprechender Auswahl der Legie-

\* Lecture held at the HeatTreatingCongress, HK 2017, October 25-27, 2017 in Cologne, Germany

In most cases, the techniques applied are basically the same as with ingot metallurgy steel grades but usually have to be adapted to the peculiarities of sintered steels [8]. Some processes such as sinter hardening are typical for PM parts; in other cases, techniques which are less important in classical metallurgy have been shown to be particularly well suited for powder metallurgy.

## 2 Specific features of sintered steels

### 2.1 Porosity

The most specific feature of PM steels compared to wrought grades is their porosity. This originates from the production route: mixing-pressing-sintering-secondary operations. In industrial practice, the maximum pressures in uniaxial compacting are about 800 MPa, and work hardening prevents attaining full density [9]. The compacted specimen, the “green part”, contains typically 7-14 % residual porosity which corresponds to a density of 6.8-7.3 g/cm<sup>3</sup>. Densification during sintering, which is the target for hardmetals or metal injection moulded parts, is undesirable with press-and-sinter ferrous parts since it would compromise the tolerances. This means that the volume fraction of the porosity is retained also in the sintered part. The correlations between porosity and the mechanical properties have been the subject of numerous studies (e.g. [10-14]), the main parameter being the total porosity as an integral value. This is justified since the porosity in sintered parts is very evenly distributed, in contrast to e.g. the shrinkage cavities in cast components. Measuring the density is therefore an essential step in the characterization of PM parts, in contrast to e.g. wrought components. The standard procedure is the water displacement (Archimedes) technique [15].

The mechanical properties of sintered steels are thus determined on one hand by the porosity, on the other hand by the properties of the metallic matrix which can be widely varied by heat treatment. In the latter case, increase of the strength usually means loss of ductility; by decreasing the porosity – by e.g. high compacting pressures, warm compaction or selective densification – strength and ductility can be improved simultaneously, as schematically depicted in Figure 1. Usually the properties of the metallic matrix are the more relevant the higher the density, i. e. the lower the porosity is. Heat treatment processes are therefore particularly beneficial for high density parts.

In addition to the total porosity, also the pore morphology plays a crucial role. It is frequently assumed that porous sintered steels contain randomly distributed spherical cavities (“Swiss cheese

runssysteme sowie der Press- und Sinterbedingungen haben sich sehr oft nachgeschaltete Wärmebehandlungsprozesse als notwendig erwiesen, um die geforderten Eigenschaftsprofile einzustellen [5-7].

Die angewendeten Verfahren sind sehr oft grundsätzlich die gleichen wie bei schmelzmetallurgischen Einsatz- oder Vergütungsstählen, sie müssen jedoch fast immer an die Eigenheiten der Sinterstähle angepasst werden [8]. Einzelne Verfahren, wie das Sinterhärten, sind für PM-Formteile charakteristisch; in anderen Fällen haben sich Verfahren, die in der klassischen Metallurgie von eher untergeordneter Bedeutung sind oder zumindest waren, für die Pulvermetallurgie als besonders geeignet herausgestellt.

## 2 Spezifika der Sinterstähle

### 2.1 Porosität

Sinterformteile unterscheiden sich von aus schmelzmetallurgischen Stählen hergestellten Komponenten primär durch ihre Porosität. Diese ergibt sich aus der Herstellroute Mischen – Pressen – Sintern – Nachbehandlungen. Beim uniaxialen Matrizenpressen kann aufgrund der Kaltverfestigung mit in der industriellen Praxis realisierbaren Pressdrücken von max. 800 MPa nicht auf vollständige Dichte gepresst werden [9]; typischerweise rechnet man im Pressling, dem sog. Grünling, mit 7-14 % Restporosität und damit mit Dichtewerten von 6,8-7,3 g/cm<sup>3</sup>. Beim Sintern wiederum ist die z. B. bei Hartmetallen oder Pulverspritzgussteilen angestrebte Verdichtung, d. h. möglichst vollständiger Abbau der Porosität, i. Allg. unerwünscht, da dadurch die geometrische Präzision verschlechtert würde. Damit bleibt die Restporosität des Presslings zumindest vom Volumenanteil her auch im Sinterkörper erhalten. Über den Einfluss der Porosität auf die mechanischen Eigenschaften wurden bereits zahlreiche Arbeiten veröffentlicht [10-14], wobei zumeist die Gesamtporosität als integrale Größe herangezogen wurde, was insofern gerechtfertigt ist, als die Porosität in Sinterkörpern – im Gegensatz z. B. zu Lunkern in Gussteilen – i. Allg. sehr regelmäßig verteilt ist. Die Messung der Dichte ist deshalb bei Sinterbauteilen – im Gegensatz zu schmelzmetallurgischen Körpern – ein ganz wesentlicher Schritt der Charakterisierung; angewendet wird üblicherweise die Auftriebsmethode (Archimedes-Verfahren) [15].

Die mechanischen Eigenschaften von Sinterstählen werden somit einerseits von der Porosität bestimmt, andererseits aber auch von den Eigenschaften der metallischen Matrix, die unter anderem durch Wärmebehandlungsprozesse in weiten Grenzen variiert werden können. Während aber im letzteren Fall eine Zunahme der Festigkeit i. Allg. mit einem Verlust an Duktilität erkaufte werden muss, können durch Verringerung der Porosität – beispielsweise durch Anwendung höherer Pressdrücke, Warmpressen oder lokales Verdichten – Festigkeit und Duktilität simultan erhöht werden, wie das schematisch in Bild 1 dargestellt ist. Zumeist sind die Eigenschaften der metallischen Matrix von umso größerer Relevanz, je höher die Dichte, d. h. je geringer die Restporosität ist, weshalb Wärmebehandlungsverfahren vor allem für hochdichte Bauteile besonders interessant sind.

Neben dem Parameter „Gesamtporosität“ spielt aber auch die Porenmorphologie eine entscheidende Rolle. Vielfach werden poröse Sinterstähle als Körper betrachtet, in denen runde Hohlräu-

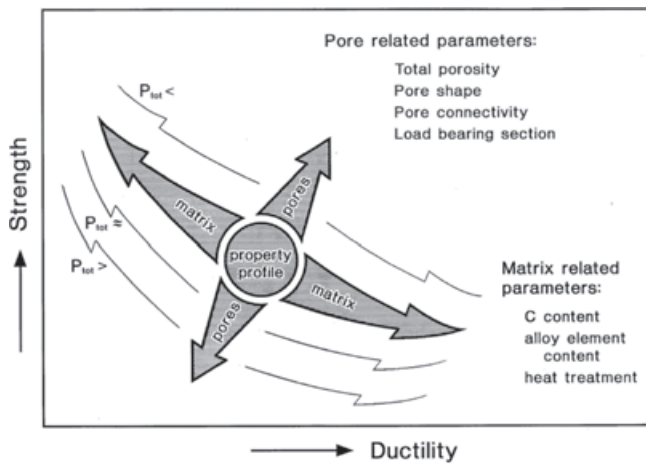


Fig. 1. Property profile of sintered steels as a function of different parameters (schematic)

Bild 1. Beeinflussung des Eigenschaftsprofils von Sinterstählen durch verschiedene Parameter (schematisch)

model"). This holds however only for sintered steels with very high density, above  $7.4 \text{ g/cm}^3$ , i. e.  $> 95\%$  relative density. In most sintered parts the porosity forms a continuous network; the metallic body contains just one single, but very complex-shaped and branched pore ("sponge model") [16]. This is shown in Figure 2 which depicts both a metallographic section of a sintered iron body and a resin replica of the pore structure which has been generated by infiltrating the pore network with resin and, after curing, removal of the metallic phase by HCl etching. The branched structure of the network is clearly visible, and furthermore it is evident that this network is open, i. e. it can be infiltrated and penetrated from the outside, not only by resin but also by other fluid media such as liquids or gases. In practice these may be quenching oils or carburizing gases.

The open porosity of sintered parts results in a very large specific surface and thus enhanced reactivity towards components of the surrounding atmosphere. This may result in pronounced oxidation or in large carburizing depths [17], up to through carburizing. Therefore, when PM parts are heat treated, not only the total but also the open porosity has to be considered. This latter parameter

me mehr oder weniger regellos verteilt sind („Schweizer Käse-Modell“). Dies trifft aber in der Realität nur auf Sinterstähle mit sehr hoher Dichte zu, typischerweise  $> 7,4 \text{ g/cm}^3$ , d. h.  $> 95\%$  relativ zur theoretischen Dichte. In den meisten Sinterbauteilen bildet die Porosität ein zusammenhängendes Netzwerk, d. h. der metallische Körper enthält nur eine einzige, sehr komplex geformte und verzweigte Pore („Schwamm-Modell“) [16]. Dies ist in Bild 2 dargestellt, in dem einerseits ein metallographischer Schliff eines Sintereisenkörpers, andererseits ein Kunstharzabdruck der Porenstruktur gezeigt ist; letzterer wurde durch Infiltration des Porennetzwerkes mit Epoxidharz und anschließendes Wegätzen der Metallmatrix mit HCl erzeugt. Die verzweigte Struktur dieses Porennetzwerkes ist gut zu erkennen und ebenso lässt sich ableiten, dass dieses Netzwerk nach außen offen, d. h. infiltrierbar und penetrierbar ist, was nicht nur für Kunstharz gilt, sondern auch für alle anderen fluiden Medien, Flüssigkeiten oder Gase, z. B. Abschrecköle oder Aufkohlungsgase.

Diese offene Porosität bedeutet auch eine sehr viel größere spezifische Oberfläche und damit erhöhte Reaktivität von Sinterbauteilen gegenüber Komponenten der umgebenden Atmosphäre. Dies kann z. B. stark erhöhte Oxidationsempfindlichkeit sein oder auch sehr viel tiefere Aufkohlung [17] bis hin zur Durchkohlung, weshalb bei allen Wärmebehandlungsverfahren nicht nur die Po-

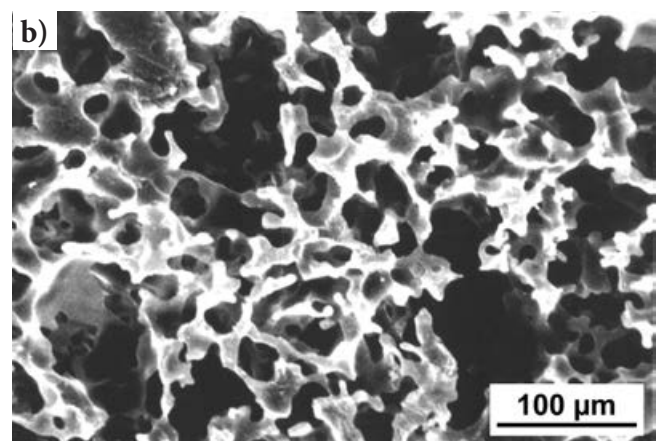
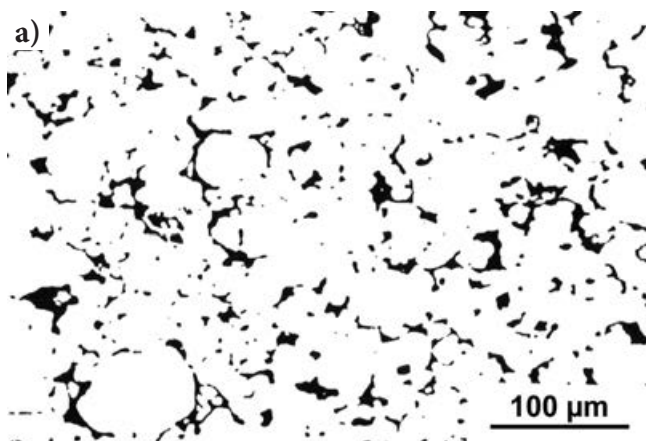


Fig. 2. Metallographic section and resin replica of sintered iron with 12% total porosity

Bild 2. Schliff und Harzabdruck der Poren von Sintereisen, 12 % Gesamtporosität

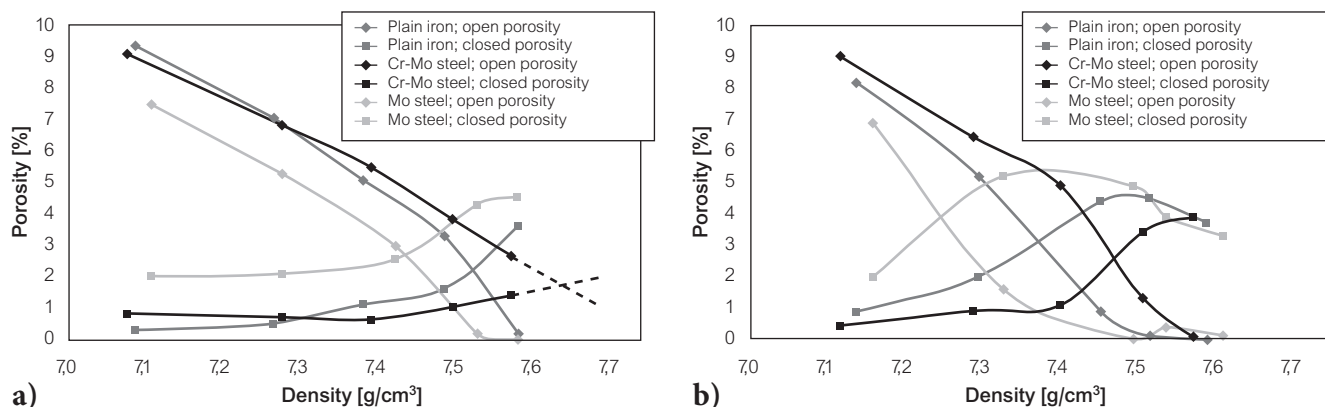


Fig. 3. Open and closed porosity of sintered steels as a function of the density. Plain iron; Cr-Mo steel: Fe-1.5%Cr-0.2%Mo-0.6%C; Mo steel: Fe-1.5%Mo-0.6%C, a) sintered at 1120 °C, b) sintered at 1250 °C

Bild 3. Offene und geschlossene Porosität von Sinterstählen in Abhängigkeit von der Sinterdichte. Reineisen; Cr-Mo-Stahl: Fe-1,5%Cr-0,2%Mo-0,6%C; Mo-Stahl: Fe-1,5%Mo-0,6%C, a) gesintert bei 1120 °C, b) gesintert bei 1250 °C

can be reliably measured through He pycnometry which yields first the closed porosity, as the difference between the measured and the theoretical density (= that of the metallic matrix). By combining this value with the total porosity obtained through Archimedes measurement, the open porosity can be calculated [18].

Figure 3 graphically shows the open and closed porosity as a function of the density for several materials [18]. It is evident that the fraction of open porosity decreases both with higher density and higher sintering temperature. Among the materials studied, the Cr alloyed steels show the most pronounced tendency towards closed pores. However it is clearly visible that in the density range typical for PM parts, up to 7.3 g/cm<sup>3</sup>, considerable fractions of open porosity are present, which is of high relevance for industrial practice. It has been suggested to close the pores before heat treatment by infiltration with temperature-resistant materials such as water-glass (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) [5, 19], but this is not standard in the industry. Steam treatment may also be effective since it closes the pore channels or at least reduces their diameter [5, 20], but the magnetite layer tends to be attacked during thermochemical treatments.

For some groups of PM parts, graded porosity is typical. This is attained by densifying only those areas of a sintered part to high or even full density that are mechanically loaded in service, the part itself remaining porous [21] which means lower weight and attractive NVH behavior. This technique is applied mostly to gears at which tooth flanks and roots are densified through rolling. In Figure 4a such a rolling process is shown: the sintered gear is rolled between two master gears consisting of tool steels, which results in local densification as shown in the section in Figure 4b [22-24].

The resulting part contains both dense areas and such with open pores. This structure is a particular challenge for heat treatment, in

porosity insgesamt, sondern vor allem die offene Porosität zu berücksichtigen ist. Neben der Messung der Gesamtporosität ist deshalb die der offenen bzw. geschlossenen Porosität von Relevanz; hier hat sich die Heliumpyknometrie als elegantes Verfahren bewährt, mit dem zunächst die geschlossene Porosität – als Abweichung der gemessenen Dichte von der theoretischen – bestimmt werden kann; durch Kombination dieses Werts mit der über Archimedes gemessenen Gesamtporosität ergibt sich dann die offene Porosität [18].

In Bild 3 sind einige Verläufe für offene bzw. geschlossene Porosität in Abhängigkeit von der Sinterdichte dargestellt [18]. Es ist hier gut erkennbar, dass der Anteil der offenen Porosität sowohl mit höherer Dichte als auch mit höherer Sintertemperatur abnimmt; ebenso zeigen Cr-legierte Sinterstähle höhere Tendenz zur Bildung geschlossener Poren. Generell ist aber zu erkennen, dass bei allen Sinterstählen im Bereich der für Formteile üblichen Sinterdichten von max. 7,3 g/cm<sup>3</sup> noch beträchtliche Anteile offener Porosität vorliegen, was für die industrielle Praxis von entscheidender Relevanz ist. In der Literatur werden Verfahren angegeben, die Poren vor der Wärmebehandlung durch temperaturbeständige Medien wie z. B. Wasserglas (Na<sub>2</sub>SiO<sub>3</sub>) zu verschließen [5, 19], doch hat sich das in der Praxis nicht durchgesetzt. Wirksamer kann eine Vorbehandlung durch Dampfblauen sein, was die Poren verschließt oder zumindest verengt [5, 20], doch wird die Magnetschicht bei der thermochemischen Behandlung zumindest teilweise angegriffen.

Ein Spezifikum bestimmter Gruppen von Sinterformteilen ist die gradierte Porosität. Hier wird durch Nachverdichtungsprozesse nach dem Sintern nur der bei der Anwendung mechanisch beanspruchte Teil eines Sinterbauteils lokal auf möglichst hohe, oft vollständige Dichte gebracht, während der Rest des Bauteils porös bleibt [21] und damit geringeres Gewicht und günstiges NVH-Verhalten bietet. Dieses Verfahren wird vor allem für Zahnräder angewendet, bei denen Zahnflanken und Zahngrund durch Querwalzen lokal verdichtet werden. In Bild 4a ist ein Querwalzprozess gezeigt, das Sinterzahnrad wird zwischen zwei Masterzahnradern aus Werkzeugstahl rolliert und damit lokal verdichtet, wie im Schliff in Bild 4b zu erkennen [22-24].

Dies bedeutet aber, dass in einem Sinterkörper sowohl dichte als auch offenporige Bereiche vorliegen. Für die Wärmebehand-

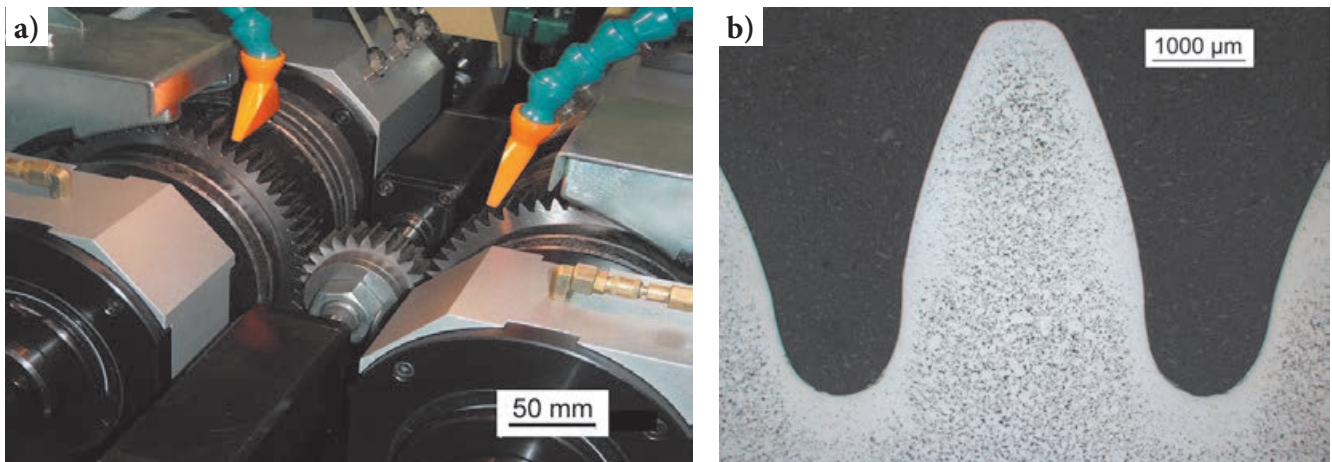


Fig. 4. Surface densification of sintered gears to increase the load-bearing capacity, a) surface rolling process, b) section of a rolled gear

Bild 4. Oberflächenverdichten von Sinterzahnradern zur Erhöhung der Belastbarkeit im Einsatz, a) Querwalzprozess, b) Schliff durch ein gewaltes Zahnrad

particular for thermochemical processes, since the densified areas have to be treated correctly – which means as appropriate for wrought components – while on the other hand, through carburizing or nitriding of the much more reactive porous areas have to be avoided.

## 2.2 Matrix microstructure

In addition to the porosity, another difference between sintered and wrought steels is the matrix microstructure. In a wrought steel, the initial liquid state means chemical equilibrium, and the alloy elements are homogeneously distributed, heterogeneities occurring at best through segregation effects. In powder metallurgy, significantly more options exist: on one hand, prealloyed powders can be used in which at least the metallic components are homogeneously distributed (Carbon is always added elemental, as fine graphite powder, which is however dissolved in the matrix in an early stage of sintering). On the other hand, chemically very heterogeneous systems can be started from, in which a mix of elemental powders is present or fine alloy element particles are diffusion bonded to the ferrous base powder [25]. In this case, homogenization of the alloy elements, i. e. their dissolution and distribution in the ferrous matrix, can be stopped arbitrarily by defining the sintering parameters. This results in heterogeneous microstructures which are frequently more favourable than homogeneous ones since the alloy elements can be concentrated at the locations of maximum loading. Figure 5 depicts a homogeneous sintered steel – manufactured from prealloyed powder – and a heterogeneous grade. For the latter it is evident that there is no CCT diagram that holds for the entire steel since strictly speaking for each location of the microstructure, with a specific composition, a specific CCT diagram would have to be established.

Sintered steels with heterogeneous microstructure, i. e. mixed or diffusion bonded variants, are mostly used for thermal treatments, as e. g. sinter hardening, while for thermochemical processes pre-

lung bringt dies besondere Herausforderungen mit sich, insbesondere für thermochemische Prozesse, weil einerseits die verdichteten Funktionsflächen korrekt – d. h. wie für dichte Stahlteile üblich – behandelt werden müssen, andererseits aber eine Durchkohlung oder Durchnitrierung der sehr viel reaktiveren offeneren Bereiche unbedingt zu vermeiden ist.

## 2.2 Gefüge der Matrix

Außer durch die Porosität unterscheiden sich pulvermetallurgische von schmelzmetallurgischen Stählen oft auch durch das Gefüge der Matrix. Während bei einem schmelzmetallurgischen Stahl im flüssigen Ausgangszustand ein chemisches Gleichgewicht vorliegt, in dem die Elemente weitgehend homogen verteilt sind und signifikante Heterogenitäten außer durch Seigerungen eher die Ausnahme sind, bietet die Pulvermetallurgie sehr viel mehr Möglichkeiten: Es ist einerseits möglich, sog. vorlegierte Pulver einzusetzen, in denen zumindest die metallischen Legierungskomponenten bereits homogen vorliegen – der Kohlenstoff wird praktisch immer als feines Graphitpulver zugemischt, löst sich homogen aber in einem frühen Sinterstadium in der Matrix –, andererseits kann aber von chemisch extrem heterogenen Systemen ausgegangen werden, in denen eine Mischung von Elementarpulvern vorliegt oder feine Legierungspulver an das Basispulver nur angesintert („diffusionslegiert“) sind [25]. In diesem Fall kann durch gezielte Einstellung der Sinterparameter die Homogenisierung der Legierungselemente, d. h. ihre Auflösung und Verteilung in der Eisenmatrix in einem beliebigen Stadium gestoppt und so gezielt heterogene Gefüge eingestellt werden, die oft bessere Eigenschaften ergeben als die homogenen, weil die Legierungselemente dort konzentriert werden können, wo die höchsten Belastungen vorliegen. In Bild 5 sind ein homogener – aus vorlegiertem Pulver hergestellter – und ein heterogener Sinterstahl gegenübergestellt. Für die Wärmebehandlung ist erkennbar, dass im letzteren Fall kein für das ganze Material zutreffendes ZTU-Diagramm erstellt werden kann, weil genaugenommen für jede einzelne Stelle des Gefüges mit ihrer speziellen Zusammensetzung ein eigenes ZTU-Diagramm zuträfe.

Sinterstähle mit heterogenem Gefüge, also misch- oder diffusionslegierte Varianten, werden vor allem für thermische Wärmebehandlungsprozesse, z. B. Sinterhärten, verwendet, während für

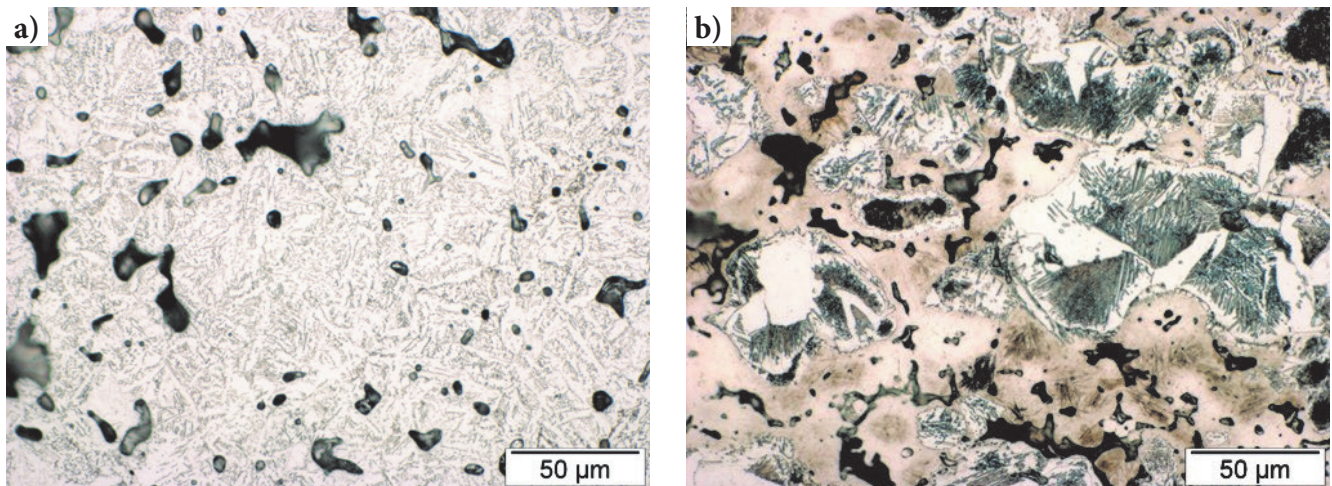


Fig. 5. Microstructures of sintered steels produced through different alloying techniques, as sintered, Nital etched, a) prealloyed sintered steel Fe-1.5%Cr-0.2%Mo-0.5%C, sintered at 1280 °C, b) diffusion alloyed steel Fe-4.0%Ni-1.5%Cu-0.5%Mo-0.5%C, sintered at 1120 °C

Bild 5. Gefügebilder von über unterschiedliche Legierungstechniken hergestellten Sinterstählen, Sinterzustand, Nital geätzt, a) vorlegierter Sinterstahl Fe-1,5%Cr-0,2%Mo-0,5%C, gesintert bei 1280 °C, b) diffusionslegierter Sinterstahl Fe-4,0%Ni-1,5%Cu-0,5%Mo-0,5%C, gesintert bei 1120 °C

alloyed, chemically homogeneous grades are preferred in which local retained austenite clusters can be prevented which are difficult to avoid in the carburized cases of heterogeneous grades, in particular of those containing Ni.

### 3 Heat treatment of sintered steel parts

#### 3.1 Quench and temper/sinter hardening

In principle, sintered steel parts can be heat treated following the standard quench-and-temper routines, i. e. austenitizing, quenching, usually in oil, and then tempering. However, this means additional manufacturing steps and cost. Also cleaning of the oil quenched parts can be a major effort since in industrial practice it is hardly possible to completely remove the oil from the pores.

Therefore, sinter hardening has been established in large scale [26]. In this process, the sintered parts exit the high temperature zone of the sintering furnace and are then immediately quenched by cold nitrogen; subsequently a mild tempering or stress relieving is done. Furnaces that offer gas quench facility have been state-of-the-art for many years. Usually they are mesh belt furnaces with belt width of up to 800 mm. In case of full loading, quench rates of 2-3 K/s (linearized between 900 °C and 300 °C) can be attained. To ensure fully martensitic microstructures, suitably alloyed steels are required, which increases the material cost. Since however sinter hardening can be done in direct combination with sintering, it is a highly energy and cost efficient process and, since the parts need not be cleaned afterwards, it is also environmentally friendly. Improving the precision of the parts through sizing is tricky, because of the high hardness of the parts, but because of the mild gas quenching, distortion is typically much less than with oil quenching. To ensure effective heat removal during quenching, a suffi-

thermochemische Behandlungen eher vorlegierte, also homogene Typen zum Einsatz kommen. Primär, um lokale Anreicherungen von Restaustenit zu vermeiden, die bei den heterogenen Typen, vor allem bei Ni-haltigen Varianten, in den höher gekohlten Rand-schichten nur schwer zu verhindern wären.

### 3 Wärmebehandlungsverfahren für Sinterformteile

#### 3.1 Vergüten/Sinterhärten

Grundsätzlich können Sinterstahl-Formteile nach den gängigen Verfahren vergütet werden, d. h. Austenitisieren, Abschrecken – zumeist in Öl – und Anlassen. In der Praxis bedeutet das aber zusätzliche Arbeitsschritte und damit zusätzliche Kosten; auch der Aufwand für die Reinigung der verölten Teile ist nicht zu unterschätzen. Vor allem ist es in der industriellen Praxis kaum möglich, das Öl aus den Poren restlos zu entfernen.

Aus diesem Grund hat sich hier das Verfahren des Sinterhärtens in weitem Umfang durchgesetzt [26]. Bei diesem Prozess wird das Sintergut unmittelbar hinter der Hochtemperaturzone des Sinterofens mit kaltem Stickstoff angeblasen und so gasabgeschreckt; anschließend wird in einer Anlanssstrecke noch entspannt. Öfen, die diese Möglichkeit anbieten, sind seit vielen Jahren Stand der Technik; zumeist sind es Bandöfen, die heute in Bandbreiten bis 800 mm verfügbar sind. Bei voll beladenem Band lassen sich Kühlraten (linearisiert 900-300 °C) von 2-3 K/s erreichen. Um hier martensitische Gefüge einzustellen, sind entsprechend legierte Stähle erforderlich, was die Materialkosten etwas in die Höhe treibt; insgesamt ist das Sinterhärten, da es praktisch in einem Zug mit dem Sinterprozess durchgeführt wird, aber eine sehr energie- und kosteneffiziente Methode, die durch den Wegfall der Waschoption auch umweltfreundlich ist. Das Richten der Bauteile durch Kalibrieren ist wegen der hohen Härte der Körper nur sehr eingeschränkt möglich; aufgrund der schonenden Gasabschreckung ist aber der Härteverzug

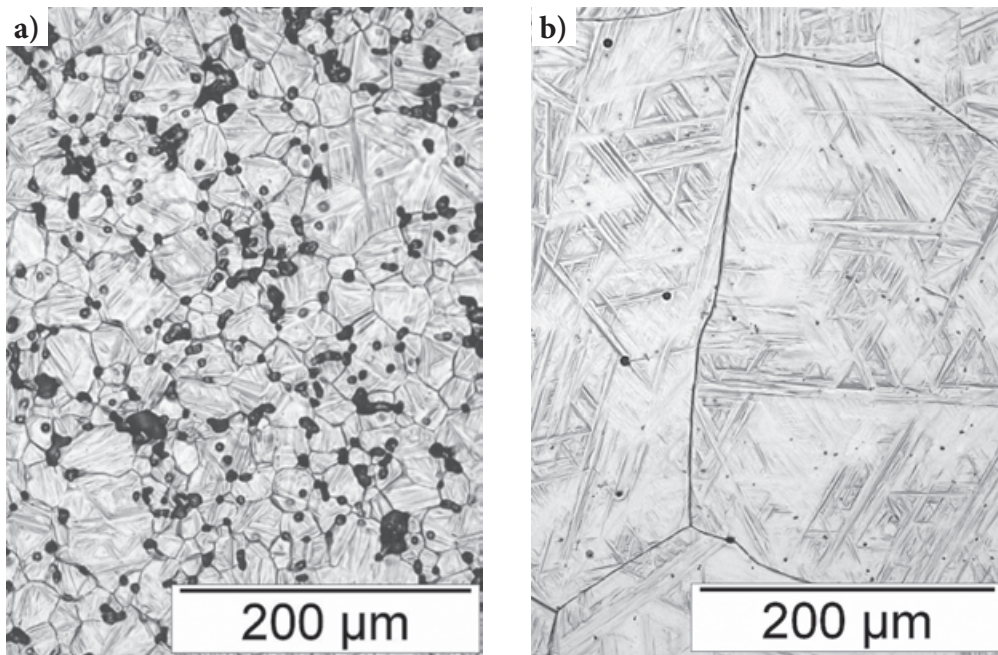


Fig. 6. Microstructures of sintered steel vs. wrought steel after treatment at 1250 °C; austenite grain boundaries revealed by thermal etching [32], a) sintered steel Fe-3%Cr-0.5%Mo-0.5%C, b) wrought structural steel 41CrMo4

Bild 6. Gefügebilder von Sinterstahl gegenüber schmelzmetallurgischem Stahl nach Behandlung bei 1250 °C, Austenitkorn Grenzen thermisch geätzt [32], a) Sinterstahl Fe-3%Cr-0,5%Mo-0,5%C, b) Vergütungsstahl 41CrMo4

ciently large ratio surface/volume is required [27], which criterion is however usually met by the very complex shaped PM parts.

For sinter hardening, steel grades prepared from diffusion bonded powders and with resulting heterogeneous microstructure are frequently used, as are hybrid alloyed types which consist of an Mo prealloyed base powder to which fine Ni and/or Cu particles are diffusion bonded. Recently also Cr and Cr-Mo prealloyed steels have been introduced, in particular the grade Fe-3%Cr-0.5%Mo offering attractive properties. Precise adjustment of the carbon content is however essential [28]. Manganese alloyed steels are attractive because of the excellent hardenability granted by this element [29]. However, during sintering both the oxygen affinity of Mn and its high vapour pressure have to be considered [30], the latter property being relevant also in vacuum heat treatments [31].

Sintered steels show excellent resistance to austenite grain growth, which is a huge benefit in sinter hardening. While wrought steels treated at the common sintering temperatures of 1120-1280 °C show excessive grain growth, the microstructure in sintered steels is stabilized already by a few percent of residual porosity even at very high temperatures (see Figure 6). As shown in [32] it needs very high compacting pressures (and thus very low porosity) combined with excessive sintering temperatures to enforce significant grain growth. This excellent microstructural stability enables even combining high temperature sintering and gas quenching. This is possible with some furnace types and offers attractive mechanical properties, in particularly regarding fatigue [33].

zumeist ohnehin sehr viel geringer als bei der Ölhärtung. Voraussetzung ist auch ein entsprechend hohes Verhältnis Oberfläche zu Volumen, um eine ausreichende Wärmeabfuhr zu gewährleisten [27]; bei den üblicherweise sehr komplex geformten Sinterbauteilen ist diese Voraussetzung aber praktisch immer gegeben.

Für das Sinterhärten werden oft Sinterstähle aus diffusionslegierten Pulvern, also mit mehr oder weniger heterogenem Gefüge, eingesetzt; daneben werden auch sogenannte hybridlegierte Typen verwendet, bei denen das Ausgangspulver aus einem Mo-legierten Basispulver besteht, an das feine Ni- und/oder Cu-Partikel angesintert (diffusionslegiert) sind. In der letzten Zeit haben sich auch Cr- und Cr-Mo-vorlegierte Sinterstähle in die Praxis eingeführt, wobei vor allem der Stahl mit 3%Cr-0.5%Mo sehr attraktive Eigenschaften zeigt; essentiell ist allerdings hier die exakte Einstellung des C-Gehalts nach dem Sintern [28]. Manganlegierte Sinterstähle sind wegen der guten Wirkung des Mn auf die Härtebarkeit interessant [29], doch ist beim Sintern nicht nur die hohe Sauerstoffaffinität des Mn, sondern auch sein hoher Dampfdruck zu berücksichtigen [30], was in der Folge auch bei Vakuumwärmebehandlungen eine Rolle spielt [31].

Beim Sinterhärten kommt auch eine sehr positive Eigenschaft der Sinterstähle zum Tragen, nämlich die hohe Stabilität des Gefüges gegen Austenitkornvergrößerung. Während bei den in der Sinterstahlfertigung üblichen Temperaturen von 1120-1280 °C volllichte schmelzmetallurgische Stähle bereits massiv vergrößern, sind bei pulvermetallurgischen Stählen schon wenige Prozent Restporosität ausreichend, um das Austenitkorn zu stabilisieren, sodass sogar bei den höchsten Sinter temperatures nennenswertes Kornwachstum vermieden wird (siehe Bild 6). Wie in [32] gezeigt, ist es nur durch Kombination höchster Pressdrücke – die geringste Restporosität ergeben – mit höchsten, in der Praxis unrealistischen Sinter temperatures überhaupt möglich, signifikantes Austenitkornwachstum zu erzwingen. Diese hohe Gefügestabilität ermöglicht sogar die Kombination von Hochtemperaturesintern und Gasabschreckung, was bei manchen Ofentypen bereits möglich ist und vor allem für die mechanischen Eigenschaften interessante Perspektiven bietet, insbesondere sehr hohe Schwingfestigkeiten [33].

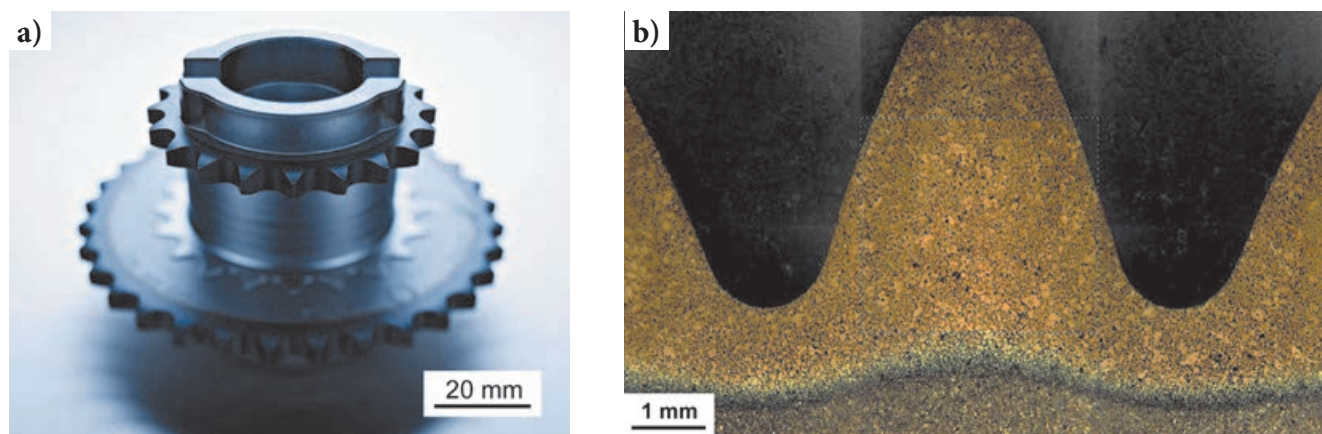


Fig. 7. a) Induction hardened double chain sprocket, b) section of induction hardened sprocket

Bild 7. a) Induktionsgehärtetes Doppelkettenrad, b) induktionsgehärtetes Kettenrad; Schliffbild

### 3.2 Induction hardening

Among the thermal treatments, induction hardening is very common in powder metallurgy, this technique being routinely employed e.g. for sprockets which are produced in large quantities (see Figure 7a). These parts usually consist of the steel SINT D11, typically containing 2 % Cu and 0.5–0.8 % C. As typical for induction hardening, the penetration depth of the eddy current and thus the thickness of the hardened zone can be defined by adjusting the frequency. A typical microstructure is depicted in Figure 7b.

Since induction hardening is a very fast process it is not only cost-effective but also the risk of oxidation is minimized, which is essential for parts containing open pores. During the very short austenitizing period, only oxygen present immediately above the specimen surface can react, which results in the typical discoloration of the surface but not in oxidation within the pores. The – typically water based – quench media are oxidizing, but the high quench rates result in very short reaction times, which also precludes significant oxidation. Because of the moderate hot ductility of sintered steels, as a consequence of the porosity, the risk of quench cracking has to be considered which means that heating and quenching parameters have to be carefully adjusted to the material to be heat treated.

### 3.2 Thermochemical processes

Thermochemical processes such as carburizing, carbonitriding and nitriding are particularly sensitive to open porosity. Because of the large specific surface and high reactivity the active agents can easily penetrate deep into the component, with resulting risk of through carburizing or nitriding. The basic reactions are the same as with wrought steels – since the thermodynamic fundamentals are also the same –, but the relevant reactions are much faster and penetrate deeper into the material.

In sintered parts with homogeneous porosity this can occasionally be compensated for by adjusting the heat treating parameters, e.g.

### 3.2 Induktionshärten

Von den rein thermischen Verfahren hat sich in der Pulvermetallurgie auch das Induktionshärten einen fixen Platz erobert; bestimmte Bauteile, wie z. B. Kettenräder, werden heute routinemäßig und in höchsten Stückzahlen induktionsgehärtet (siehe Bild 7a). Hier ist der am meisten verwendete Werkstoff SINT D11, d. h. ein Stahl mit typischerweise 2 % Cu und 0,5–0,8 % C. Durch gezielte Einstellung der Frequenz kann, wie beim Induktionshärten generell üblich, die Eindringtiefe der Wirbelströme und damit die Dicke der austenitisierten und anschließend gehärteten Schicht variiert werden; ein typisches Schliffbild zeigt Bild 7b.

Das Induktionshärten ist ein sehr schneller Prozess; damit ist er nicht nur wirtschaftlich, sondern es wird gerade bei offenporigen Sinterbauteilen auch das Risiko der Oxidation minimiert, weil während der wenige Sekunden dauernden Austenitisierung nur der unmittelbar über der Bauteiloberfläche befindliche Sauerstoff reagieren kann, was zwar die typische dunkle Verfärbung der Oberfläche ergibt, aber keine Oxidation in die Poren hinein. Die Abschreckmedien auf Wasserbasis sind zwar grundsätzlich oxidierend, aber durch die schroffe Abkühlung ist die Reaktionsdauer so kurz, dass auch hier keine nennenswerte Oxidation zu erwarten ist. Beim Abschreckprozess ist allerdings die porenbedingte geringere Warmduktilität der Sinterstähle zu berücksichtigen und damit erhöhte Gefahr von Härterissen, d. h. auch hier sind Erwärmung und Abkühlung sorgfältig auf das Material abzustimmen.

### 3.2 Thermochemische Prozesse

Bei den thermochemischen Prozessen, wie Aufkohlen, Carbonitrieren oder Nitrieren, spielt die offene Porosität eine ganz besondere Rolle. Wegen der erwähnten großen spezifischen Oberfläche und damit erhöhten Reaktivität offenporiger Sinterbauteile können die reaktiven Agenten rasch tief in das Bauteil eindringen, womit die Gefahr einer Durchkohlung bzw. -stickung verbunden ist. Grundsätzlich sind die Reaktionen die gleichen wie bei schmelzmetallurgischen Stählen – die thermodynamischen Grundlagen sind ja auch die gleichen –, jedoch laufen alle Reaktionen sehr viel schneller und tiefer ab.

Bei Sinterbauteilen mit homogen verteilter Porosität kann das fallweise durch Anpassung der Wärmebehandlungsparameter zu-

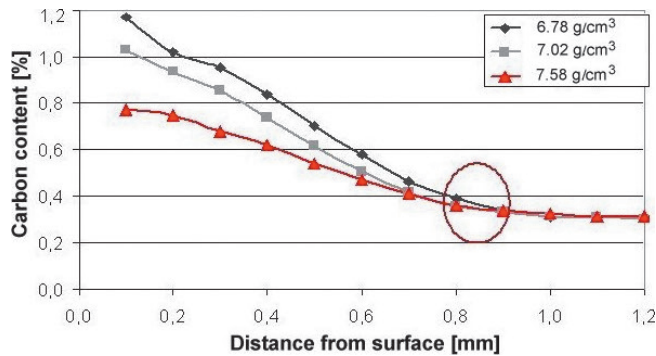


Fig. 8. Carbon profiles in Mo prealloyed PM steels with varying density after low pressure carburizing [35]

Bild 8. Kohlenstoffprofile von Mo-vorlegierten Sinterstählen mit unterschiedlicher Dichte nach Niederdruckaufkohlung [35]

by lower temperatures and shorter processing times [34]. However, problems arise with parts containing graded porosity since by conventional gas carburizing it is virtually impossible to properly carburize the densified areas without overcarburizing the porous zones, which results in too high core hardness.

To overcome these problems, low pressure carburizing/carbonitriding has proved to be an attractive solution. Because of the large mean free path of the carburizing molecules – in practice usually acetylene  $C_2H_2$  – they react with the matrix already in the entrance zone of the pore channels, thus avoiding deeper carburizing effects. Figure 8 depicts carbon profiles of Mo alloyed sintered steels with widely varying porosity that have been low pressure carburized under identical conditions [35]. Evidently there is some effect of the density on the surface carbon content, but the thickness of the carburized layer is virtually independent of the density. In all cases it is about 0.9 mm, and below that carburized case there is no detectable effect of carburizing. This means that the fully dense functional surfaces are properly carburized without affecting the core area, which results in well defined case, pronounced hardness gradients surface-core and favourable residual stresses. In Figure 9a, b metallographic sections of gas vs. low pressure carburized tooth roots are shown; Figure 9c depicts a low pressure carburized PM gear.

Because of the pronounced carburizing effect of acetylene, the processing parameters have to be carefully adapted to the material to be treated to avoid formation of grain boundary carbides esp. at tips and edges [36], but in extreme cases also on planes. However, today this is state of the art also with the rather sensitive Cr alloyed steels.

Low pressure carburizing also offers the advantage that oxygen containing compounds are absent, which is relevant esp. for parts with open porosity. CO in the carburizing gas is oxidizing for Cr and Mn, which is the reason why gas carburizing of Cr alloyed PM parts is usually avoided; in this case Mo alloyed steels are preferred. Low pressure carburizing, in contrast, enables heat treatment also of Cr and Cr-Mo alloyed PM steels which are more promising regarding mechanical properties. Generally, low pressure carburizing has been established in considerable scale despite the higher equipment cost compared to standard gas carburizing.

mindest abgemildert werden, z. B. durch niedrigere Temperaturen und kürzere Prozessdauern [34]. Schwierigkeiten ergeben sich vor allem bei Bauteilen mit gradierter Porosität, weil es mit den üblichen Techniken wie z. B. der Gasaufkohlung mit Prozessgas kaum möglich ist, die volllichten Funktionsflächen korrekt aufzukohlen, ohne dass die porösen Flächen bis in größere Tiefen aufgekühlt und damit zu hohe Kernhärten erreicht werden.

Hier hat sich das Niederdruckaufkohlen bzw. -carbonitrieren als elegante Methode erwiesen, um diese Schwierigkeiten zu umgehen. Durch die sehr große freie Weglänge der aufkohlenden Moleküle – in der Praxis zumeist  $C_2H_2$  – kommt es bereits im Eingangsbereich der Porenkanäle zu einer Reaktion mit der Stahlmatrix und einer Zersetzung des Acetylen, sodass eine kohlende Wirkung weiter im Inneren vermieden wird. In Bild 8 sind Kohlenstoffprofile von Mo-legierten Sinterstahlkörpern stark variierender Dichte gezeigt, die unter einheitlichen Bedingungen niederdruckaufgekühlt wurden [35]. Wie erkennbar wird der C-Gehalt an der Oberfläche zwar von der Dichte etwas beeinflusst; entscheidend ist aber, dass die Dicke der aufgekohlten Schicht dichteunabhängig ist. Sie liegt in allen Fällen bei ca. 0,9 mm, darunter ist kein Effekt des Aufkohlprozesses festzustellen. Dies bedeutet, dass durch dieses Verfahren die dichten Funktionsflächen optimal aufgekühlt werden, ohne dass eine Beeinflussung der Kernbereiche auftritt, was gut definierte Aufkohlschichten, ausgeprägte Härteunterschiede Rand-Kern und günstige Eigenspannungszustände bedeutet. Bild 9a, b zeigt Schliffbilder des Zahngrundes von gas- bzw. niederdruckaufgekohlten Zahnradern; Bild 9c zeigt ein solches Zahnrad nach dem Niederdruckaufkohlen.

Aufgrund der sehr intensiven Aufkohlwirkung des Acetylen müssen die Prozessparameter sehr genau an den jeweiligen Werkstoff angepasst werden, um die Bildung von Korngrenzenkarbiden zu vermeiden, zumindest an Spitzen und Kanten [36], im Extremfall auch an Flächen; dies ist aber heute in der Praxis auch bei den hier etwas empfindlicheren Cr-legierten Stählen durchaus Stand der Technik.

Ein weiterer Vorteil der Niederdruckaufkohlung ist die Abwesenheit von sauerstoffhaltigen Komponenten, die Oxidation bewirken können, was gerade bei offenporigen Bauteilen problematisch ist. CO im Prozessgas ist für Cr und Mn oxidierend, weshalb das Gasaufkohlen von Cr-legierten Sinterbauteilen vermieden wird, man setzt hier auf Mo-legierte Stähle. Durch Niederdruckaufkohlen können auch die von den mechanischen Eigenschaften her deutlich attraktiveren Cr- und Cr-Mo-Sinterstähle problemlos wärmebehandelt werden. Insgesamt hat sich hier die Niederdruckaufkohlung trotz der gegenüber der Pro-

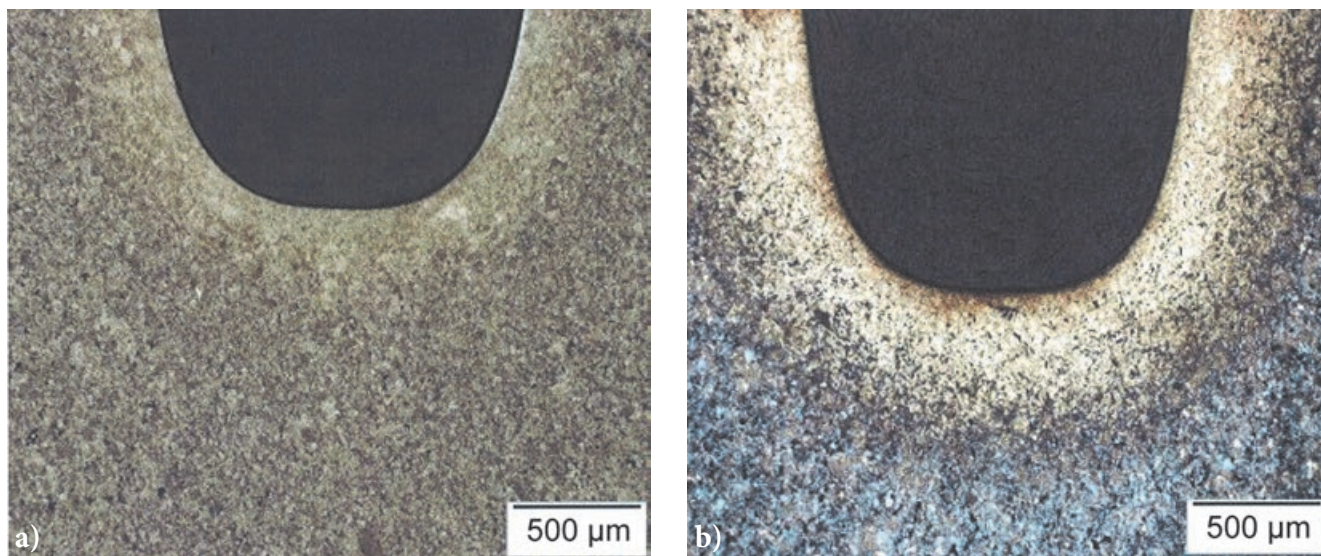


Fig. 9. Carburizing of surface densified PM gears,  
 a) section of gas carburized gear,  
 b) section of low pressure carburized gear,  
 c) PM gear, low pressure carburized

Bild 9. Aufkohlen von oberflächenverdichteten Zahnradern aus Sinterstahl,  
 a) Schliffbild von Zahnrad, gasaufgekühlt,  
 b) Schliffbild von Zahnrad, niederdruckaufgekühlt,  
 c) Sinterzahnrad, niederdruckaufgekühlt



In practice, low pressure carburizing is combined with high pressure gas quenching, the typical medium being nitrogen at 20 bar. This fairly mild quench results in slightly lower surface hardness than oil quenching, which is however compensated for by the more pronounced hardness gradient surface-core. The new Cr alloyed steels offer advantages here; furthermore, also He quenching could be used to increase the hardness. Regarding geometrical precision, gas quenching is beneficial; the roundness of PM gears is about 50 % better than after oil quenching. Finally, cleaning operations can be avoided since the parts are metallic and shiny after quenching.

Plasma carburizing might be a further alternative, which has been thoroughly studied also for PM parts [37, 38]. However, so far it is not used industrially, also because of the equipment cost which are even higher than with low pressure carburizing.

Plasma nitriding and -nitrocarburizing, in contrast, have been state of the art for PM parts [39, 40]. These processes benefit from the fact that the microwave plasma that generates the nascent nitrogen which is the reactive agent is effective above the part sur-

zessgasaufkohlung höheren Anlagenkosten in weitem Umfang durchgesetzt.

In der Praxis wird die Niederdruckaufkohlung heute mit Hochdruck-Gasabschreckung kombiniert. Als Abschreckmedium wird zumeist Stickstoff mit bis zu 20 bar verwendet. Durch diese relativ milde Abschreckung muss zumindest bei niedriglegierten Sinterstählen mit etwas geringeren Randhärten als beim Ölabschrecken gerechnet werden, was aber durch die größere Härtegradienten-Rand-Kern zumindest teilweise aufgewogen wird. Die neueren Cr-legierten Sinterstähle bieten hier Vorteile, ebenso könnte durch Abschrecken mit Helium die Wirkung und damit die Randhärte gesteigert werden. Von der geometrischen Präzision her ist die Gasabschreckung ebenfalls vorteilhaft, so ist bei PM-Zahnradern die Rundheit um etwa die Hälfte besser als bei ölgeschreckten Rädern. Schließlich fällt der nicht unbeträchtliche Aufwand des Waschens weg, die Teile kommen metallisch blank aus der Abschreckkammer.

Eine Alternative zum Niederdruckaufkohlen könnte das Plasmaaufkohlen sein, das auch für Sinterteile intensiv untersucht wurde [37, 38]. Dieses Verfahren hat sich aber in der Praxis bisher nicht durchgesetzt, auch wegen des gegenüber dem Niederdruckaufkohlen nochmals erhöhten apparativen Aufwandes.

Dagegen ist das Plasmanitrieren und -nitrocarburieren von Sinterformteilen seit vielen Jahren gängige industrielle Praxis [39, 40]. Hier wird die Tatsache ausgenutzt, dass das Mikrowellenplasma, das den für die Nitrierwirkung verantwortlichen nascenten

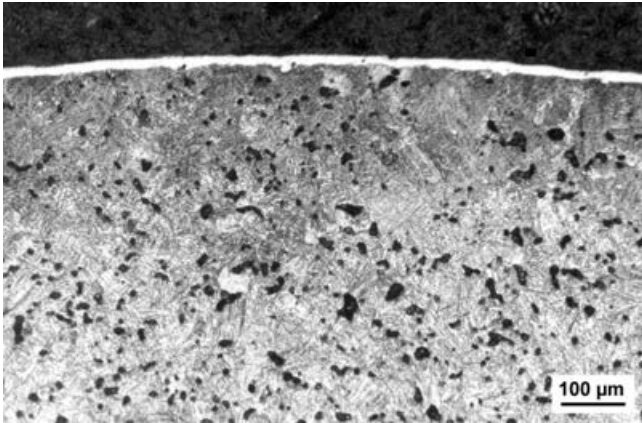


Fig. 10. Plasma nitrided PM steel prepared from Mo prealloyed powder

Bild 10. Plasmanitrierter Sinterstahl aus Mo-vorlegiertem Pulver

face but not within the pores. Thus N atoms rapidly recombine in the pore channels to form N<sub>2</sub> and lose their reactivity. Plasmanitriding results in very regular surface layers (see Figure 10); in particular Mo and Cr-Mo prealloyed steel grades have shown to be well suited [41]. Furthermore, the swelling effects observed when gas nitriding sintered parts can be avoided by plasma nitriding.

#### 4 Cleaning operations

Removal of media such as sizing and quenching fluids is routinely done also with PM steels. However, as stated above the open porosity is an obstacle that renders such cleaning operations much more difficult than with wrought steel parts. The spongy structure of PM parts readily absorbs fluid media and releases them only with difficulty, due to the small pore diameters (< 10 µm) and resulting high capillary forces.

Cleaning operations before heat treatment can be done following standard procedures. This includes washing with aqueous or organic fluids, the processes being in part supported by vacuum. Also thermal removal of oil residues is routine practice with sintered parts.

The thermal techniques are however no more applicable after heat treatment since they require temperatures at which considerable – and unwelcome – tempering effects would occur. This limits the temperatures to the range < 100 °C. Washing processes are regularly done which however do not yield complete removal e. g. of quenching oils also from the specimen core except with excessive and therefore uneconomical effort. It has to be checked case by case if oil residues might cause problems in service. Generally it has to be stated that treatment with gaseous media is preferable for sintered parts and should be employed if possible since it directly yields clean and shiny parts (see Figure 11).



Fig. 11. PM steel gears oil quenched and washed (left) and high pressure gas quenched (right)

Bild 11. Sinterstahlzahnräder ölgehärtet und gereinigt (links) bzw. hochdruck-gasabgeschreckt (rechts)

renden Stickstoff erzeugt, zwar über den Oberflächen des Bauteils wirkt, aufgrund des Käfigeffektes aber nicht ins Innere der Poren, womit N-Atome in den Porenkanälen sehr schnell rekombinieren und nicht mehr nitrierwirksam sind. Durch Plasmanitrieren können sehr gleichmäßige Nitrierschichten erzeugt werden (siehe Bild 10), hier haben sich besonders Mo- und Cr-Mo-vorlegierte Sinterstahltypen als geeignet erwiesen [41]. Günstig ist auch die gute Maßstabilität des Verfahrens gegenüber dem Gasnitrieren, die dort auftretenden Schwellungseffekte lassen sich beim Plasmanitrieren zuverlässig vermeiden.

#### 4 Reinigungsoperationen

Die Entfernung von unerwünschten Begleitstoffen wie Kalibrier- und Härteölen gehört auch bei Sinterstahl-Formteilen zur Routine. Wie bereits erwähnt, ist aber auch hier die offene Porosität der kritische Parameter, die solche Operationen wesentlich schwieriger macht als bei Kompaktstahlteilen. Die schwammartige Porenstruktur der Sinterbauteile nimmt flüssige Medien auf und gibt sie aufgrund der bei den typischen Porendurchmessern von < 10 µm sehr starken Kapillarkräfte nur schwer wieder her.

Reinigungsoperationen vor der Wärmebehandlung können nach den üblichen Prozessen vorgenommen werden: Neben Waschoptionen mit wässrigen oder organischen Medien, die z. T. vakuumunterstützt durchgeführt werden, sind auch thermische Prozesse („Abbrennen“) gängige Technik.

Bei bereits gehärteten Bauteilen sind letztere Techniken allerdings nicht mehr anwendbar, weil bei den dafür erforderlichen Temperaturen massive Anlasseffekte auftreten würden, d. h. man ist hier auf Temperaturen < 100 °C beschränkt. Hier sind Waschprozesse üblich, bei denen aber eine vollständige Entfernung z. B. von Härteölen auch aus dem Inneren der Bauteile nur mit unverhältnismäßig hohem Aufwand möglich wäre. Es ist hier jeweils im Einzelfall zu prüfen, ob Reste von Härteöl im Einsatz der Bauteile Probleme bereiten könnten; generell muss aber nochmals betont werden, dass Behandlung mit gasförmigen Medien bei Sinterstahlformteilen vorzuziehen sind und wenn irgendwie möglich angewendet werden sollten, weil damit saubere und blanke Bauteile erhalten werden (siehe Bild 11).

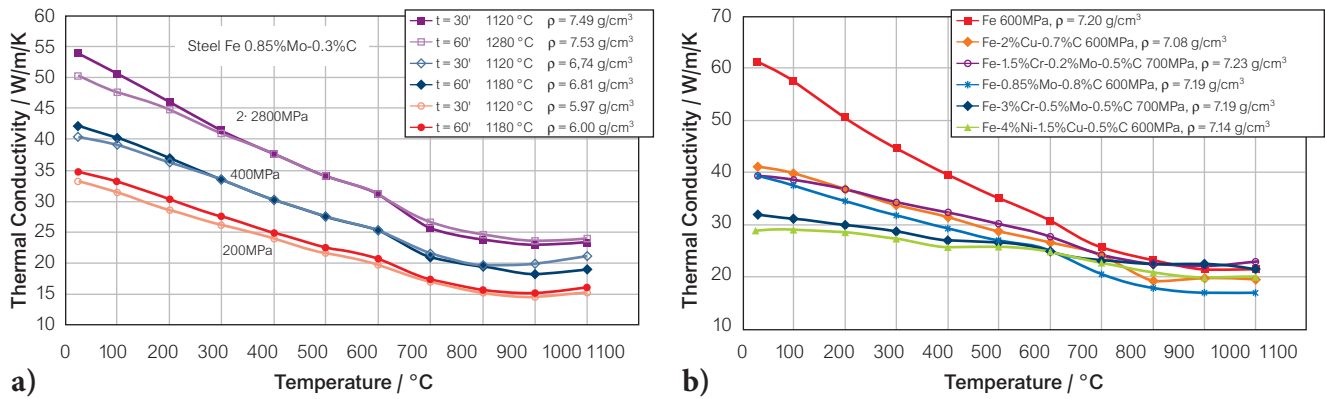


Fig. 12. Thermal conductivity of sintered steels as a function of the temperature (measured through laser flash) [42], a) sintered steel Fe-0.85%Mo-0.3%C with varying porosity, b) differently alloyed PM steels, similar density

Bild 12. Wärmeleitfähigkeit von Sinterstahl in Abhängigkeit von der Temperatur (gemessen mittels Laser-Flash-Methode) [42], a) Sinterstahl Fe-0,85 %Mo-0,3 %C, unterschiedliche Porosität, b) unterschiedlich legierte Sinterstähle etwa vergleichbarer Dichte

## 5 Modeling heat treatment of sintered steels

Modeling and simulation tools are increasingly used also for heat treatment of sintered steels. This includes both prior processes such as surface densification and thermal/thermochemical processes which can be modeled in an increasingly realistic way.

In particular for sintered steels the availability of reliable material data is essential. Both data for the thermal properties and the mechanical behavior e.g. during quenching are required to describe the volume changes by inhomogeneous thermal contraction and by transformation effects which may result in considerable plastic deformation.

There is considerable disagreement in the literature about the effect of the porosity on heat treatment, and only limited data are available. It is still assumed occasionally that the coefficient of thermal expansion decreases with high porosity, which does not make any sense physically and has also been disproved by experiment [42]. Furthermore it has been claimed that porous specimens are quenched faster than dense ones since the quench medium can penetrate the pores [43]. However, this cannot be realistically expected in that temperature range in which fast cooling is required but at best in the final stage when high cooling rates are neither required nor desirable.

With regard to thermal conductivity of sintered steels it can be stated that at room temperature the composition, in particular the alloy element content, has more effect than the porosity. However, the alloying effect decreases significantly with higher temperature while that of the pores is fairly constant but is generally moderate, at least at the porosity levels of technical relevance (Figure 12).

## 6 Summary

In heat treatment of powder metallurgy precision parts, porosity, in particular the open porosity, results in significantly different be-

## 5 Modellierung von Wärmebehandlungsprozessen an Sinterstählen

Auch für die Wärmebehandlung von Sinterstahl-Formteilen kommen Simulationstools zunehmend zum Einsatz, wobei sowohl vorgeschaltete Prozesse wie die Oberflächenverdichtung als auch die thermischen bzw. thermochemischen Verfahren mehr und mehr realistisch abgebildet werden können.

Gerade bei Sinterbauteilen ist ein wesentliches Kriterium die Verfügbarkeit entsprechend belastbarer Materialdaten, wobei sowohl rein thermische Eigenschaften als auch das mechanische Verhalten z. B. während des Abschreckprozesses mit den auftretenden Volumenänderungen, einerseits durch die inhomogene thermische Kontraktion als auch andererseits durch Umwandlungseffekte, zu berücksichtigen sind; es können hier nicht unbeträchtliche bleibende Dehnungen entstehen.

Über den Einfluss der Porosität auf Wärmebehandlungen herrscht in der Literatur z. T. Uneinigkeit bzw. ist die Datenlage unvollständig. So wird vielfach nach wie vor angenommen, dass mit steigender Porosität der thermische Ausdehnungskoeffizient abnimmt, was physikalisch nicht realistisch ist und auch experimentell widerlegt wurde [42]. Des Weiteren wird die Hypothese vertreten, dass poröse Formteile rascher abgeschreckt werden können als dichte, weil das Abschreckmedium in die Poren eindringen könne [43]. Dies ist allerdings in jenen Temperaturbereichen, in denen rasche Abkühlung erforderlich ist, nicht zu erwarten, sondern bestenfalls im letzten Stadium der Abkühlung, wo hohe Kühlraten aber weder notwendig noch erwünscht sind.

Was die Wärmeleitfähigkeit von Sinterstahl betrifft, so kann gesagt werden, dass im Bereich der Raumtemperatur die Legierungszusammensetzung fast stärker wirkt als die Porosität, wobei sich allerdings bei höherer Temperatur der Effekt der Legierungselemente markant verringert, während der der Poren in etwa konstant bleibt, insgesamt gesehen aber zumindest bei den technisch relevanten Porositätsniveaus relativ gering ist (Bild 12).

## 6 Zusammenfassung

Bei der Wärmebehandlung von Sinterstahl-Präzisionsteilen ist die Porosität, insbesondere die offene Porosität, eine Eigenschaft, die

havior compared to wrought steels. Furthermore, also different microstructures may occur, caused by heterogeneous distribution of the alloy elements. Among thermal processes, sinter hardening, i. e. gas quenching directly from sintering temperature, and induction sintering are preferentially employed. Thermochemical processes are particularly challenging with parts containing graded porosity, such as surface densified gears. With these parts, the fully dense functional surfaces have to be treated properly without overcarburizing or -nitriding the remaining, porous surfaces, which would result in embrittlement. For this purpose, low pressure carburizing combined with gas quenching and plasma nitriding were successfully implemented into industrial practice. Generally, treatments using gaseous media are better suited for PM parts than such with liquids, both because of environmental and of tolerance reasons, even if this means using higher alloyed and thus more expensive steel grades.

### Acknowledgement

This work was in part supported by the Austrian Government through the COMET Initiative (Materials Center Leoben), in part by Höganäs AB, Sweden, through the project Höganäs Chair. Furthermore, the authors want to thank Dr. Herwig Altena, Mödling, for experimental support and Prof. Alberto Molinari, Trento, for supplying helpful information.

### References

- Silbereisen, H.: Zur Geschichte der Sinterstahlfertigung in Deutschland. *Powder Metall. Int.* 16 (1984) 2, p. 65-69 and *Powder Metall. Int.* 16 (1984) 3, pp. 138-144
- Lawley, A.: PM applications in the automotive industry: Case studies. *Proc. Europ. Conf. on Advances in Structural PM Component Production*, 15-17.10.97, Munich, D, EPMA, Shrewsbury UK, 1997, pp. 2-10
- Flodin, A.: Powder Metallurgy Gears: Opportunities for enhancing automotive transmission design. *Powder Metall. Rev.* 3 (2014) 1, pp. 45-53
- Whittaker, D.: Innovation drives Powder Metallurgy structural components forward in the automotive industry. *Powder Metall. Rev.* 4 (2015) 2, pp. 35-53
- Šalák, A.: Ferrous powder metallurgy. *Cambridge Int. Sci. Publ.*, Cambridge, UK, 1995
- German, R. M.: Powder metallurgy of iron and steel. MPIE, Princeton NJ, USA, 1996
- Altena, H.; Danninger, H.: Thermochemische Behandlung von Sinterstahl-Präzisionsanteilen. In: *Pulvermetallurgie in Wissenschaft und Praxis*, Bd. 21: Hochleistungsprodukte der Pulvermetallurgie, H. Kolaska (Ed.), Fachverband Pulvermetallurgie, Hagen, 2005, pp. 83-98
- Ferguson, H.: Heat treatment of ferrous powder metallurgy parts. In: *Powder Metal Technologies and Applications*, Vol. 7, ASM Handbook, ASM, Materials Park OH, USA, 1998, pp. 645-655
- Beiss, P.: Pulvermetallurgische Fertigungstechnik. Springer, Berlin-Heidelberg, 2013
- Šalák, A.; Miskovic, V.; Dudrova, E.; Rudnayová, E.: The dependence of mechanical properties of sintered iron compacts upon porosity. *Powder Metall. Int.* 6 (1974) 3, pp. 128-132
- Haynes, R.: Mechanical properties of sintered metals. Freund Publishers, London, UK, 1981
- Bocchini, G. F.: The influence of porosity on the characteristics of sintered materials. *Int. J. Powder Metall.* 22 (1986), pp. 185-202
- Danninger, H.; Jangg, G.; Weiss, B.; Stickler, R.: Microstructure and mechanical properties of sintered iron: I. Basic considerations and review of the literature. *Powder Metall. Int.* 25 (1993) 3, pp. 111-117
- Danninger, H.; Jangg, G.; Weiss, B.; Stickler, R.: Microstructure and mechanical properties of sintered iron: II. Experimental correlations. *Powder Metall. Int.* 25 (1993) 4, pp. 170-173 and 25 (1993) 5, pp. 219-223
- Standard EN ISO 2738: 2000-04-01: Sintermetalle, ausgenommen Hartmetalle: Durchlässige Sintermetalle; Bestimmung der Dichte, des Tränkstoffgehaltes und der Offenen Porosität. Oenorm, Beuth, Berlin, 2000
- Danninger, H.; Spoljaric, D.; Jangg, G.; Weiss, B.; Stickler, R.: Characterization of pressed and sintered ferrous materials by quantitative fractography. *Pract. Metall.* 31 (1994) 2, pp. 56-69
- Gallo, A.; Elia, A.; Ciambellini, S.: The apparent diffusion coefficient of carbon in sintered iron during the gas carburizing process. *Powder Metall. Int.* 16 (1984) 4, pp. 177-179
- Dlapka, M.; Danninger, H.; Gierl, C.; Lindqvist, B.: Defining the pores in PM components. *Metal Powder Report* 65 (2010) 2, pp. 30-33, DOI:10.1016/s0026-0657(10)70093-x
- Mäurer, H.-J.; Bodden, W.: Effect of waterglass impregnation upon hardenability of porous sintered steels. *Powder Metall. Int.* 15 (1983) 3, pp. 122-125
- Bocchini, G. F.: Steam treatment of ferrous PM parts – state of the art. *Advances in Powder Metallurgy & Particular Materials 1992: Proc. Powder Metallurgy World Congr.*, 21-26.06.92, San Francisco, Calif., USA, comp. J. M. Capus et al., Vol. 4, MPIE, Princeton, NJ, USA, 1992, pp. 77-106
- Beiss, P.: Oberflächenverdichten. In: *Pulvermetallurgie in Wissenschaft und Praxis*, H. Kolaska (Ed.), Bd. 15, VDI-Gesellschaft Werkstofftechnik, Düsseldorf, 1999, pp. 83-106
- Jones, P.; Buckley-Golder, K.; Lawcock, R.; Shivanath, R.: Densification strategies for high endurance PM components. *Int. J. Powder Metall.* 33 (1997) 3, pp. 37-44
- Sandner, C.; Dickinger, J.; Rößler, H.; Orth, P.: Advanced applications for sintered gears. *Proc. Euro PM 2004, Powder Metallurgy World Congress & Exhibition*, 17-21.10.04, Vienna, A, H. Danninger, R. Ratzl (Eds.), Vol. 5, EPMA, Shrewsbury, UK, 2004, pp. 657-662
- Forden, L.; Bengtsson, S.; Bergström, M.: High performance gears. *Proc. Euro PM 2004, Powder Metallurgy World Congress & Exhibition*, 17-21.10.04, Vienna, A, H. Danninger, R. Ratzl (Eds.), Vol. 5, EPMA, Shrewsbury, UK, 2004, pp. 641-647
- Lindskog, P.: The history of Distaloy. *Powder Metall.* 56 (2013) 5, pp. 351-361, DOI:10.1179/1743290113y.00000000077
- Dlapka, M.; Danninger, H.; Gierl, C.; Lindqvist, B.: Sinterhärten – eine spezielle Wärmebehandlung für pulvermetallurgische Präzisionsteile. *HTM J. Heat Treatm. Mat.* 67 (2012) 3, pp. 223-231, DOI:10.3139/105.110147
- Bocchini G. F., Rivolta B., Silva G., Ienco M. G., Pinasco M. R., Stagno E.: Influence of density and surface/volume ratio on the cooling speed of sinter hardening materials. *Advances in Powder Metallurgy & Particular Materials 2002: Proc. Powder Metallurgy World Congr.*, 16-21.06.02, Orlando, FL, USA, V. Arnold (Ed.), Part 13, MPIE, Princeton NJ, USA, 2002, pp. 60-72

28. Stetina, G.; Kalss, G.; Gierl, C.; Danninger, H.; Orth, P.: Establishing CCT diagrams for sinter hardening grade Cr-Mo prealloyed steels. In: Extended Abstracts of 2006 Powder Metallurgy World Congress, K. Y. Eun, Y.-S. Kim (Eds.), Korean Powder Metallurgy Institute, Seoul, KOR, 2006, pp. 836-837
29. Zendron, M.; Molinari, A.; Girardini, L.: Hardenability study of low alloy sintered steels containing Mn. Powder Metall. Progress 6 (2006) 3, pp. 111-120
30. Danninger, H.; Jalilziyaian, M.; Gierl, C.; Hryha, E.; Bengtsson, S.: Sintered steels prealloyed with manganese – chances and risks. Proc. PM2010 Powder Metallurgy World Congr. & Exhib., Florence, IT, Vol. 3, EPMA, Shrewsbury, UK, 2010, pp. 3-10
31. Zendron, M.; Girardini, L.; Molinari, A.: Vacuum heat treatment of sintered Mn steels: influence of martensite on impact properties. Powder Metall. 51 (2008) 3, pp. 237-244
32. Dlapka, M.; Strobl, S.; Danninger, H.; Gierl, C.: Austenite grain size in sinter hardened powder metallurgy steels. Pract. Metall. 47 (2010) 10, pp. 686-699, DOI:10.3139/147.110099
33. Dlapka, M.; Danninger, H.; Gierl, C.; Klammer, E.; Weiss, B.; Khatibi, G.; Betzwar-Kotas, A.: Fatigue behavior and wear resistance of sinter-hardening steels. Int. J. Powder Metall. 48 (2012) 5, pp. 49-60
34. Reiter, W.: Formteile aus Sinterstahl. In: Pulvermetallurgie und Sinterwerkstoffe, F. Benesovsky (Ed.), Metallwerk Plansee AG, Reutte, Austria, 1980, pp. 153-178
35. Dlapka, M.; Danninger, H.; Gierl, C.; Altena, H.; Stetina, G.; Orth, P.: Niederdruckaufkohlung von chromhaltigen Sinterstählen für Zahnräder. HTM J. Heat Treatm. Mat. 67 (2012) 2, pp. 158-165, DOI:10.3139/105.110146
36. Bengtsson, S.; Marcu, T.; Klekovkin, A.: Carburizing of Low-Alloyed Chromium Materials – An Overview. Advances in Powder Metallurgy & Particular Materials 2008: Proc. Powder Metallurgy World Congr., 8-12.06.08, Washington, DC, USA, comp. R. Lawcock et al., Part 6, MPIF, Princeton, NJ, USA, 2008, pp. 152-166
37. Rosso, M.; Scavino, G.; Ubertalli, G.; Drozda, M.: Surface hardening of P/M steels by vacuum and glow discharge carburizing. Advances in Powder Metallurgy & Particular Materials 1992: Proc. Powder Metallurgy World Congr., 21-26.06.92, San Francisco, Calif., USA, comp. J. M. Capus et al., Vol. 4, MPIF, Princeton, NJ, USA, 1992, pp. 25-39
38. Molinari, A.; Marcu Puscas, T.; Yu, Y.; Gräfen, W.: Plasma carburising of a low alloyed chromium and molybdenum steel. Proc. Euro PM2003, Valencia, Spain, Vol. 1, EPMA, Shrewsbury, UK, 2003, pp. 325-330
39. Chen, Y. T.: Surface treatment of P/M steels by ion nitriding. Progress in Powder Metallurgy: Conf. Proc., comp. C. L. Freeby et al., Vol. 43, MPIF, Princeton, NJ, USA, 1987, pp. 539-550
40. Rembges, W.: Plasmanitriding of PM parts. Metal Powder Report 43 (1988) 11, pp. 765-768
41. Straffelini, G.; Marcu Puscas, T.; Molinari, A.: Influence of plasma nitriding on the axial fatigue behaviour of Aсталoy CrM. Proc. PM2004 Powder Metall. World Congr., H. Danninger, R. Ratzl (Eds.), Vol. 3, EPMA, Shrewsbury, UK, 2004, pp. 159-164
42. Danninger, H.; Gierl, C.; Mühlbauer, G.; Silva Gonzalez, M.; Schmidt, J.; Specht, E.: Thermophysical properties of sintered steels: Effect of porosity. Int. J. Powder Metall. 47 (2011) 3, pp. 31-42
43. Saritas, S.; Doherty, R. D.; Lawley, A.: Effect of porosity on the hardenability of P/M steels. Int. J. Powder Metall. 38 (2002) 1, pp. 31-40

## Bibliography

DOI:10.3139/105.110353

HTM J. Heat Treatm. Mat.

73 (2018) 3; page 117-130

© Carl Hanser Verlag GmbH & Co. KG

ISSN 1867-2493

## Diskussion im Anschluss an den Vortrag

**Haase:** Ich hätte eine Frage zu dem thermischen Behandeln: Bleiben da nicht auch Rückstände in den Poren zurück, weil ja nicht alles rückstandsfrei verbrennt?

**Danninger:** Es kommt darauf an, welche Materialien man verwendet. Zum Beispiel gehen Kalibrieröle, die vor der Wärmebehandlung eigentlich das größte Ärgernis sind, großteils de facto rückstandsfrei weg. Aber Sie haben natürlich recht, wenn ich stabilere Öle habe, ist immer ein gewisses Risiko des Crackens, der Bildung von Kohlenstoffresten, gegeben.

**Haase:** Ich wollte an ein Reinigungsmittel, ein Reinigungsverfahren, erinnern, was als zu teuer hinten angestellt wurde. Das war das Reinigen mit überkritischem CO<sub>2</sub>, was aufgrund der vernachlässigbaren Oberflächenspannung natürlich perfekt in offene Poren eindringt und dann auch wieder aufgrund der Verdampfbarkeit leicht zu entfernen ist. Und ein super Lösemittel ist. Aber ich glaube, das ist immer noch zu teuer.

**Danninger:** Also wir kennen es natürlich vom Pulverspritzgießen, da ist Entbinderung in überkritischem CO<sub>2</sub> ein sehr

interessantes Verfahren, aber genau da hat auch das zuge schlagen, was Sie gesagt haben: Es ist im Endeffekt für die meisten Anwendungen zu teuer.

**Liedtke:** Inwieweit ist es üblich, heutzutage schon Kalibrieröle zu verwenden, die denselben Charakter haben wie das später erforderliche Abschrecköl?

**Danninger:** Kalibrieröle haben ja durchaus ganz spezielle Anforderungen, vor allem die gute Schmierwirkung, gute Trennwirkung unter hohem Druck ... und ob man das mit den Eigenschaften von Härteölen kombinieren kann ... ? Also mir ist im Prinzip noch nichts bekannt, zumindest nichts aus der industriellen Praxis. Es wäre interessant, zweifellos.

### Diskussionsteilnehmer:

**Prof. Dr. Herbert Danninger**, TU Wien, Institut für Chemische Technologien und Analytik, Wien, Österreich  
**Prof. Dr. Brigitte Haase**, Hochschule Bremerhaven  
**Dr. Dieter Liedtke**, Ludwigsburg