



## Arbeitsblatt

# Experimentelle und numerische Untersuchung des Carbonitrierens von pulvermetallurgisch hergestellten Bauteilen zur Verbesserung der Verschleißbeständigkeit und Festigkeitseigenschaften

AiF-Nr.: 19887 N

Obmann: Christophe Szabo, Höganäs GmbH

beteiligte Unternehmen:

Aichelin Holding GmbH, Air Products GmbH; ALD Vacuum-Technologies GmbH; Arnold Horsch e. K., Hanomag Lohnhärterei GmbH; Härterei Technotherm GmbH & Co. KG; Höganäs GmbH; Linde AG; PHWT; MESA Industrie-Elektronik GmbH; Renk AG Augsburg; Rhode Schutzgasöfen GmbH; Robert-Bosch GmbH; ZF Friedrichshafen AG

Laufzeit:

01.12.2017 – 30.11.2020

Erstelldatum:

18.03.2021

Forschungsstellen:

Karlsruher Institut für Technologie (KIT), Institut für Angewandte Materialien -Werkstoffkunde (IAM-WK) Leibniz-Institut für Werkstofforientierte Technologien - IWT

Projektleiter:

Matthias Steinbacher  
Stefan Dietrich

Sachbearbeiter:

James Damon  
Peter Saddei, Holger Surm

Forschungsvereinigung:

Arbeitsgemeinschaft Wärmebehandlung und Werkstofftechnik e. V. (AWT)

Projektbegleitender Fachausschuss

FA 04 (Einsatzhärten)

### Zielsetzung und Lösungsweg

Im Zuge der werkstofftechnischen Optimierung von Bauteileigenschaften werden hochbelastete Getriebeteile einsatzgehärtet. Im Serienprozess bietet sich hierbei eine Wärmebehandlung aufgrund des potenziell hohen Materialdurchsatzes an, weshalb das Einsatzhärten vor allem in Getriebekomponenten der Automobilbranche von hoher Relevanz ist.

Nach DIN 17022 lässt sich dabei das Carbonitrieren als Variante des Einsatzhärtens definieren, bei der zusätzlich zu Kohlenstoff, das Element Stickstoff in das Werkstück eingebracht wird. Das Carbonitrieren bietet das Potential, zu verbesserter Lebensdauer im Einsatz zyklischer Beanspruchung zu führen.

Pulvermetallurgische Bauteile erfreuen sich im Serienprozess aufgrund ihrer endkonturnahen und vergleichsweise günstigen Herstellung großer Beliebtheit. Durch die Herstellungsrouten Pressen und Sintern weisen PM-Bauteile allerdings einen gewissen Grad an Restporosität auf, die die Diffusion und die sich daraus einstellenden Randschichtzustände beeinflusst. Während der Prozess des Aufkohlens von schmelzmetallurgisch hergestellten Bauteilen weitestgehend erforscht ist, stellen pulvermetallurgisch hergestellte Bauteile aufgrund ihrer Porosität erhöhte Anforderungen an die Prozesskontrolle im Hinblick

auf die Einstellung und Vorhersage möglicher Randschichtzustände.

Im Forschungsvorhaben wurde das Carbonitrieren auf PM-Materialien übertragen. Hierzu wurden für zwei Werkstoffe (Astaloy85Mo+0,3C sowie Distaloy DH-1) die Wärmebehandlungsparameter im üblichen Prozessfenster variiert. Eine zusätzliche Variable stellte die Porosität der Versuchswerkstoffe dar. Eine quantitative Vorhersage des Einflusses der Prozessgrößen beim Carbonitrieren in Wechselwirkung gängiger Dichten respektive Porosität auf den Randschichtzustand war bisher nicht bekannt.

Die im Rahmen der Untersuchungen zur Wärmebehandlung erarbeiteten Erkenntnisse wurden im Anschluss für die Prozesssimulation herangezogen und auf Prüfkörpergeometrien angewendet. Die Ergebnisse dieser Untersuchungen wurden mit den Erkenntnissen der versuchsbegleitenden Untersuchungen (z.B. metallographische und röntgenografische Untersuchungen) abgeglichen. Darüber hinaus erfolgte eine Überprüfung einer eventuellen Eigenschaftsverbesserung anhand von technologischen Untersuchungen (Verschleißbeständigkeit und Biegeschwefestigkeit).

**Material und Methoden**

Wasserverdüstertes vorlegiertes Pulver des Typs Fe-0,85Mo wurde mit Hinzugabe von Graphit (ca. 0,3 Ma.-%C) in Scheiben- und Wechselbiegeproben gepresst, gesintert und nachfolgend im Untersuchungsbereich festgewalzt. Im Vorhaben wurden Proben mit drei unterschiedlichen Dichten von (6,9/7,2/7,35) g/cm<sup>3</sup>, die einer anteiligen, durchschnittlichen Porosität von ungefähr (12/8/6) Vol.-% entsprechen, betrachtet. Der Sintervorgang erfolgte unter 90 %/10 % N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>-Atmosphäre bei 1120 °C für 20 min mit einer anschließenden Abkühlgeschwindigkeit von 0,8 °C/s. Die Proben wurden vor der Wärmebehandlung auf den Stirnflächen festgewalzt, um die oberflächennahen Bereiche zu verdichten.

Sowohl das Gasaufkohlen als auch das Gascarbonitrieren wurde in einer Glockenofenanlage des Typs Solo 202 durchgeführt. Bei den Wärmebehandlungen ist prinzipiell zwischen einer ein- bzw. zweistufigen Prozessführung zu unterscheiden.

Die Chargierung der Scheiben-Proben erfolgte hängend. Die Wechselbiegeproben wurden in einen Drahtkorb gestellt. Die Seitenflächen des taillierten Bereichs der Wechselbiegeproben wurden vor der Wärmebehandlung mit Härteschutzpaste (Condursal

777) abgedeckt, um eine lokale Aufnahme von Kohlenstoff und Stickstoff zu verhindern. Bei den Begleitproben wurde die gesamte Mantelfläche bedeckt. Im Rahmen der Untersuchungen wurde eine Vielzahl an Wärmebehandlungsvarianten durchgeführt.

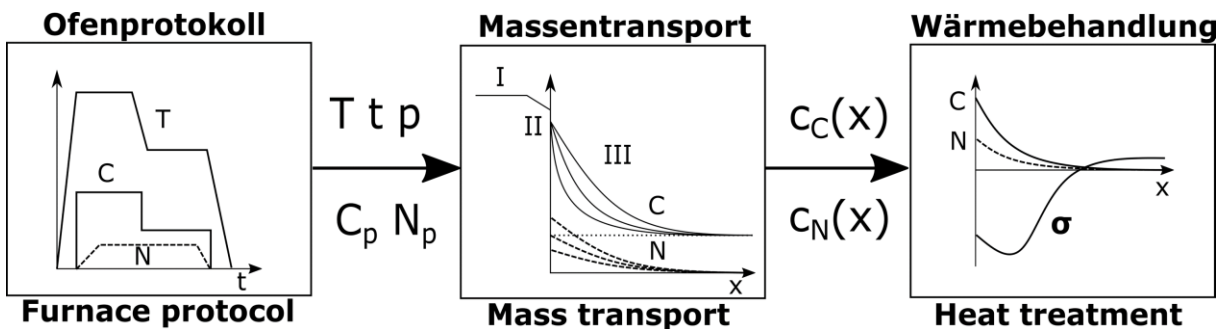
Als Kohlenstoffspender wurde Stickstoff-Methanol (40 % H<sub>2</sub> 20 % CO 40 % N<sub>2</sub>) verwendet. Die Regelung des Kohlenstoffpegels C<sub>P</sub> erfolgt über eine Sauerstoffsonde mittels Zugabe von Luft oder Propan. Das Einbringen des Stickstoffs wird über die Zugabe von Ammoniak gewährleistet. Neben einer Festbegabung können in der verwendeten Anlage auch geregelte Prozesse über die Größe des Stickstoffpegels N<sub>P</sub> realisiert werden. Hierfür ist die Messung des Wasserstoff- sowie des Ammoniakgehalts im Abgas über einen Analysator notwendig.

Die Abschreckung erfolgt in einem Ölbad (Durixol W72) bei 60 °C. Zudem ist eine manuelle Entnahme der Proben auf Temperatur möglich, so dass auch ein Abschrecken in Wasser erfolgen kann. Alle Proben wurden nach dem Abschrecken bei 180 °C für 2 h in einem Luftumwälzofen angelassen.

**Modellbildung und Simulation**

Das Gesamtmodell der Simulation fasst zwei simulative Teilaspekte zusammen (**Bild 1**): Zum einen die Berechnung des Massentransports in Folge des Carbonitrierens in Abhängigkeit der Prozessparameter (Dauer, Temperatur, C-Pegel, N-Pegel), und zum anderen die sich ergebenden Randschichtzustände in Folge des Abschreckens nach dem Carbonitrieren. Dabei werden die berechneten Elementtiefenverläufe aus der Diffusionssimulation direkt in die Abschrecksimulation übergeben. Dies bietet somit die Möglichkeit, direkt durch die Kenntnis der Prozessparameter auf die resultierenden Randschichtzustände zu schließen.

Zur Abbildung der porositätsabhängigen Diffusion werden randschichtverdichtete Proben mit unterschiedlichen Kohlen- und Stickstoffpegeln sowie Zeiten und Temperaturen carbonitriert. Aufgrund der graduellen Zunahme der Porosität können Rückschlüsse auf die jeweilige Effektive Diffusivität gezogen und diese modellhaft beschreibbar gemacht werden [1]. Zur Abbildung der simulativen Größen wurden die metallurgisch-thermomechanischen Materialparameter dilatometrisch ermittelt und modellhaft beschrieben. Die wesentlichen Erkenntnisse zur Auswirkungen des Stickstoffs sowie der Dichte bzw. Porosität auf die martensitische Umwandlung sind in [2] beschrieben.

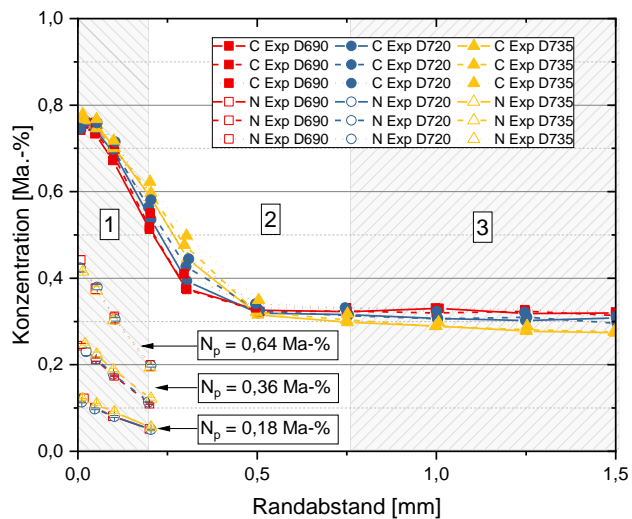


**Bild 1: Schematische Darstellung des Simulations-Frameworks mit den einzelnen Teilschritten:**  
**Links:** Übertragen der Prozessparameter in die Diffusionssimulation  
**Mitte:** Berechnung der resultierenden Kohlenstoff- und Stickstofftiefenverläufe, automatische Übertragung in das FE-Netz  
**Rechts:** Finite-Elemente-Modell zur Berechnung der resultierenden Randschichtzustände

**Ergebnisse**

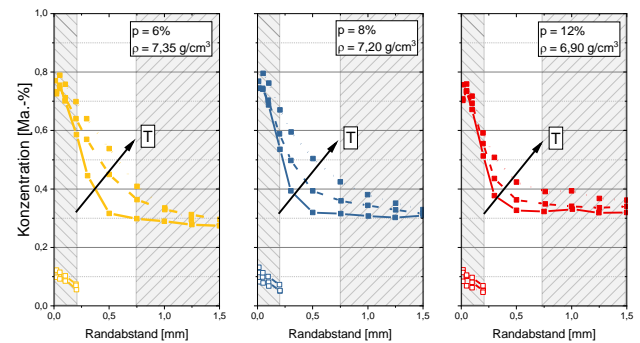
Der Effekt unterschiedlicher Stickstoffzugabe wurde anhand von Elementtiefenverläufen von Proben aus drei Chargen unter der Variation des Stickstoffpegels bei 850 °C mit konstantem Kohlenstoffpegel  $C_p = 0,75 \text{ Ma.-%}$  untersucht. Aufgrund der gradierten Porositätsverteilung erfolgt die Beschreibung anhand von drei Zonen (**Bild 2**). In Zone 1 (verdichtete Randschicht) werden für Stickstoff identische Konzentrationen unabhängig der untersuchten Dichte gemessen. Zuverlässige Daten können nur bis zu einem Bereich von ca. 250 µm ermittelt werden. Quantitative Aussagen über Zone 2 (Übergangsbereich) und Zone 3 (Kern) sind für Stickstoff nicht möglich, da Abweichungen aufgrund von Luft-Stickstoff oder verbliebener Bestandteile der Sinter- Atmosphäre in den Poren bei der Bestimmung von Stickstoff mittels SOES zu verzeichnen sind.

Bei Betrachtung der Kohlenstoffverläufe können für alle drei Chargen ähnliche Verläufe in Abhängigkeit der einzelnen Dichten identifiziert werden. In Zone 1 zeigen sich tendenziell geringere Konzentrationen für die geringste Dichte (rot), steigend nach Dichte bis zu den höchsten Konzentrationen bei der höchsten Dichte (gelb). Erst im Übergangsbereich Zone 2 zeigt sich beim Kohlenstoff eine Auffächerung in Abhängigkeit der Dichte. Hierbei scheint sich eine reduzierte Diffusion in Zone 1 in Abhängigkeit der untersuchten Dichte abzuzeichnen, da hier bei der Dichte 6,9 g/cm<sup>3</sup> in einer Tiefe von 0,4 mm die geringsten Konzentrationen an Kohlenstoff vorliegen. Ab Erreichen einer Tiefe von 0,5 mm liegen näherungsweise konstante Kohlenstoffkonzentrationen vor, hier führt die zunehmende Porosität zu einer deutlichen Steigerung der Diffusion. Dagegen zeichnet sich in Zone 3 ein Einfluss der Dichte auf die Kohlenstoffkonzentrationen ab. Hier liegt der Kohlenstoffgehalt der Dichte 6,9 g/cm<sup>3</sup> am höchsten.



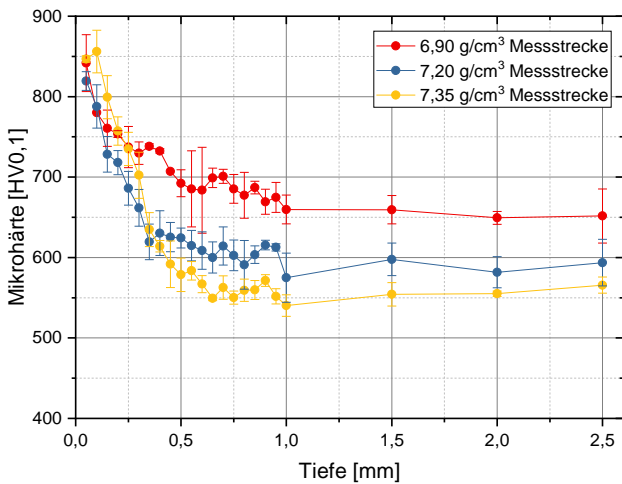
**Bild 2: Kohlenstoff- und Stickstoff-Elementtiefenverläufe verschiedener Chargen unter Variation des Stickstoffpegels bei konstanter Temperatur (T = 850 °C) und Kohlenstoffpegel (Cp = 0,75 Ma.-%) [1]**

Zur Unterscheidung der Auswirkungen steigender Temperatur sind die Elementverläufe bei konstanter Begasung ( $C_p = 0,75 \text{ Ma.-%}$ ,  $N_p \approx 0,2 \text{ Ma.-%}$ ) für die einzelnen Dichten visualisiert (**Bild 3**). Für das Element Kohlenstoff ergeben sich in Kombination aus Temperatur und Dichte deutliche Veränderungen in Tiefen bis 1,0 mm. Bei allen Dichten zeigen sich Anreicherungen an Kohlenstoff bis in Tiefen von 1,5 mm, welche mit sinkender Dichte leicht zunehmen. Während die höchste und mittlere Dichte noch näherungsweise die Grundkonzentration von 0,28 Ma.-% respektive 0,30 Ma.-% Kohlenstoff erreicht, weist die niedrigste Dichte eine Konzentration von 0,4 Ma.-% in einer Tiefe von 1,0 mm auf. Generell kann im Übergangsbereich der Porosität eine starke Abflachung des Konzentrationsgradienten identifiziert werden, der auf eine deutliche Erhöhung der effektiven Diffusivität schließen lässt.



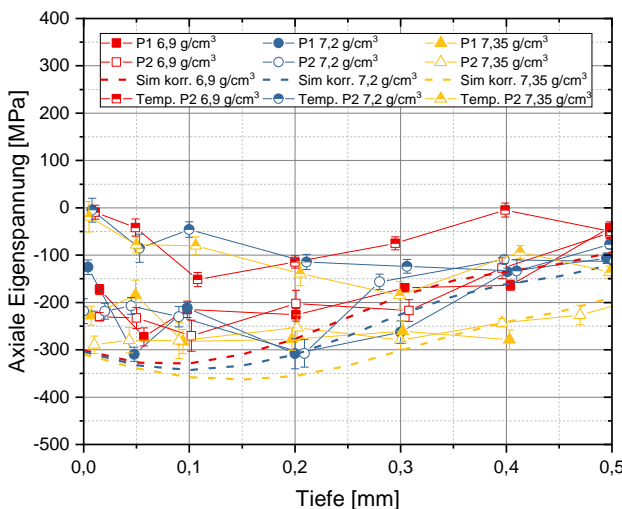
**Bild 3: Kohlenstoff- und Stickstoff-Elementtiefenverläufe verschiedener Chargen unter Variation der Temperatur bei konstanter (Cp = 0,75 Ma.-%; Np ≈ 0,2 Ma.-%) [1].**

Nach der Durchführung von Prozessen mit einer einstufigen Prozessführung wurde in nachfolgenden Arbeitspaketen versucht, die Einsatzhärtungstiefe CHD zu größeren Tiefen zu verschieben. Obwohl bei diesen meist zweistufigen Prozessen die Gesamtdauer im Vergleich zu den einstufigen Prozessen nahezu verdoppelt wurde, konnte keine signifikante Steigerung der Einsatzhärtungstiefe erzielt werden. Der Grund dafür ist wiederum die stark erhöhte Diffusion in den porösen Kern, wenn der Bereich der verdichteten Randschicht erreicht worden ist. Das hat zur Konsequenz, dass das Kohlenstoffprofil nicht mehr weiter in Richtung Kern verschoben, sondern vorwiegend der Kern immer weiter mit Kohlenstoff angereichert wird. Das resultierende Härteprofil wird dadurch immer flacher, die Härte im Kern immer höher. Die Einsatzhärtungstiefe CHD verbleibt im Bereich der verdichteten Randschicht oder kann nicht mehr bestimmt werden, da Härten bis zu Werten von 650 HV0,1 im Bereich des Kerns bestimmt worden sind (**Bild 4**).



**Bild 4: Härteverlauf (850 °C 3 h; Cp = 0,75 Ma.-%; Np ≈ 0,2 Ma.-%; Wasser; 180 °C 2 h)**

Durch den Abgleich der experimentellen Zustände mit den prognostizierten Zuständen der Simulation kann die Validierung erfolgen. Dabei ist die Abschrecksimulation in der Lage die Eigenspannungen der gehärteten Variante vorherzusagen, siehe **Bild 5**. Durch das Anlassen werden die Eigenspannungen deutlich reduziert, hierbei sind weitere Untersuchungen nötig, um diese Effekte quantifizieren zu können.



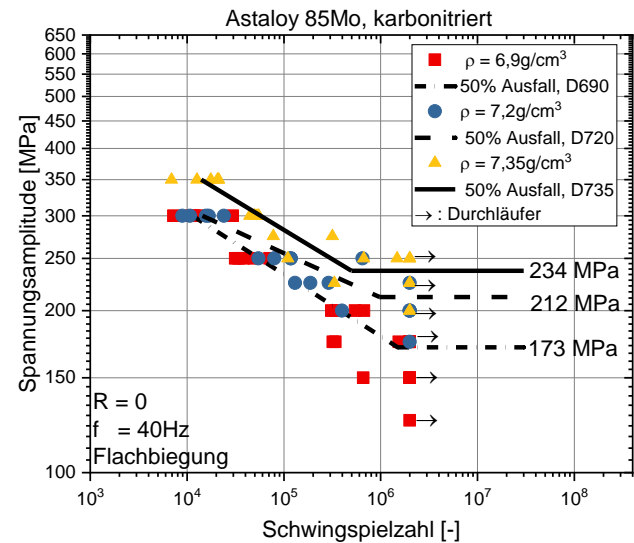
**Bild 5: Validierung der Eigenspannungstiefenverläufe der jeweiligen Dichten im gehärteten (P1, P2) und angelassenen Zustand (Temp P2). Die Simulation ist als Sim korr notiert.**

Wärmebehandlung: 850 °C 60 min Cp = 0,6 Ma.-% Np = 0,5 Ma.-%, 900 °C 150 min Cp = 0,85 Ma.-%, Np = 0,21 Ma.-%.

**Zusammenfassung**

Im Rahmen der Arbeit wurden pulvermetallurgische Bauteile typischer Nenndichten nachverdichtet und einer Vielzahl von Carbonitrierprozessrouten unterzogen und anschließend charakterisiert. Durch dilatometrische Untersuchungen wurden die simulativen Materialmodellgrößen bestimmt und anschließend anhand der experimentell bestimmten Randschichtzustände validiert. Ermüdungs- und Verschleißtests an carbonitrier-

ten PM-Bauteilen konnten vergleichbare Dauerfestigkeiten zu aufgekohlten Zuständen aufzeigen, während die Verschleißversuche erste vielversprechende Ergebnisse zeigen konnten



**Bild 6: Spannungswöhlerkurven der carbonitrierten Wechselbiegeproben, in Abhängigkeit der untersuchten Dichten.**

Die Ergebnisse der Verschleißuntersuchungen verschiedenster Randschichtzustände zeigen durchaus das Potenzial des Carbonitrierens auf. Auch wenn in wenigen Fällen noch Widersprüche zwischen der Beurteilung des Verschleißverhaltens mittels Masseverlust und der Analyse der Verschleißspur mittels der konfokalen Laser-Scanning-Mikroskop vorliegen, zeichnet sich ein eindeutiger Trend zu einem günstigeren Verschleißverhalten carbonitrierter Zustände ab. Die Reihenfolge scheint durch den vorliegenden Restaustenitgehalt in der Randschicht bestimmt zu werden, denn der größte Verschleißwiderstand ist bei Varianten mit hohem Anteil an umwandlungsfähigem Restaustenit zu verzeichnen.

ten PM-Bauteilen konnten vergleichbare Dauerfestigkeiten zu aufgekohlten Zuständen aufzeigen, während die Verschleißversuche erste vielversprechende Ergebnisse zeigen konnten

„Das Ziel des Vorhabens wurde erreicht.“

## Danksagung

Das IGF-Vorhaben Nr. 19887 N der Arbeitsgemeinschaft Wärmebehandlung und Werkstofftechnik e. V. wurde über die AiF im Rahmen des Programms zur Förderung der Industriellen Gemeinschaftsforschung (IGF) vom Bundesministerium für Wirtschaft und Energie aufgrund eines Beschlusses des Deutschen Bundestages gefördert.

Die Autoren bedanken sich für die Förderung des Projektes und für die vielfältige Unterstützung durch die Mitglieder des projektbegleitenden Arbeitskreises.

Gefördert durch:



aufgrund eines Beschlusses  
des Deutschen Bundestages

## Veröffentlichungen

- [1] Damon, J. M.; Surm, H.; Saddei, P.; Dietrich, S.; Schulze, V. (2021): Experimental and Numerical Investigation of the Surface Layer Conditions after Carbonitriding of Powder Metallurgical Steels. Part 1: Diffusion in Components of Graded Porosity. In: HTM 76 (1), S. 36–57. DOI: 10.1515/htm-2020-0003.
- [2] Damon, James; Dietrich, Stefan; Schulze, Volker (2020): Implications of carbon, nitrogen and porosity on the gamma-alpha' martensite phase transformation and resulting hardness in PM-steel Astaloy 85Mo. In: Journal of Materials Research and Technology 9 (4), S. 8245–8257. DOI: 10.1016/j.jmrt.2020.05.035.
- [3] Damon, James M.; Jung, Erik; Zürn, Michael; Dietrich, Stefan; Schulze, Volker (2021): High-cycle fatigue and surface layer stability of case-hardened PM-steels with graded porosity. In: Powder Metallurgy, S. 1–11. DOI: 10.1080/00325899.2021.1901027.

## Kontakt

### Institut für Angewandte Materialien – Werkstoffkunde (IAM-WK)

Stefan Dietrich  
Engelbert-Arnold-Straße 4  
D-76131 Karlsruhe  
Tel.: +(49)-721-608-42705

### Leibniz-Institut für Werkstofforientierte Technologien – IWT Bremen

Badgasteiner Straße 3  
D-28359 Bremen  
Tel.: +(49)-421-218-51400