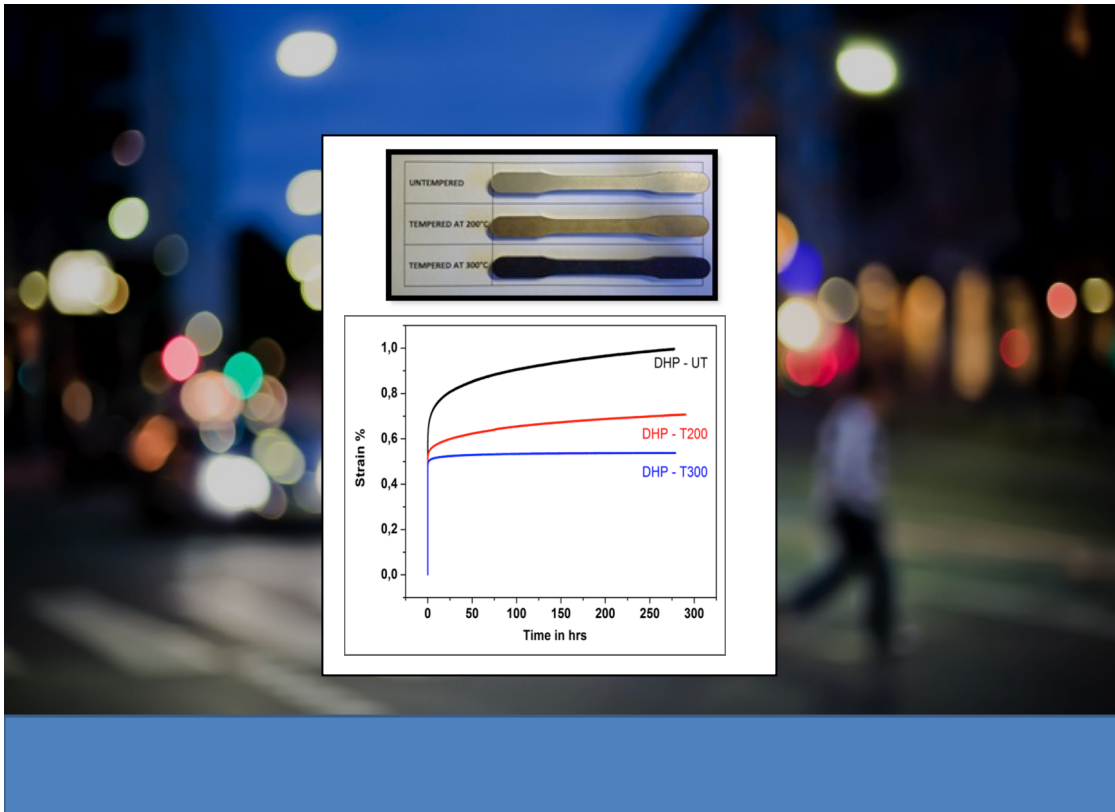


Sintergods med hög statisk lastförmåga – inverkan av anlöpning på deformationsstabilitet vid användning



Lars Nyborg
20131106
Delprogram: Hållbar produktionsteknik

Innehåll

1. Sammanfattning.....	3
2. Bakgrund	3
3. Syfte.....	5
4. Genomförande.....	6
5. Resultat	6
5.1 Bidrag till FFI-mål	6
5.2. Tekniska och vetenskapliga resultat.....	7
6. Spridning och publicering.....	12
6.1 Kunskaps- och resultatspridning	12
6.2 Publikationer	12
7. Slutsatser och fortsatt forskning.....	12
8. Deltagande parter och kontaktpersoner	13

Kort om FFI

FFI är ett samarbete mellan staten och fordonsindustrin om att gemensamt finansiera forsknings-, innovations- och utvecklingsaktiviteter med fokus på områdena Klimat & Miljö samt Säkerhet. Satsningen innebär verksamhet för ca 1 miljard kr per år varav de offentliga medlen utgör hälften.

För närvarande finns fem delprogram Energi & miljö, Fordons- och trafiksäkerhet, Fordonsutveckling, Hållbar produktionsteknik och Transporteffektivitet. Läs mer på www.vinnova.se/ffi

1. Sammanfattning

Sintergods är i ökad grad ett intressant tillverknings- och produktkoncept för tunga fordonsindustrin. Primärt gäller detta större serier där stora kostnadsfördelar kan nås. Utvecklingen mot färre motorfamiljer inom tunga fordon är en viktig drivkraft. Tillämpningar med krav på statisk hållfasthet/bärighet är centrala. Idag kan sintergods tillverkas till goda toleranser med mekaniska egenskaper som *nominellt* uppfyller ställda krav. Tillverkningen innefattar då avslutande härdning och anlöpning. Det har dock visat sig att sintergods kan uppvisa *bestående deformation* på grund av oväntad kryp/relaxation, varvid dimensionsstabiliteten kan förloras. I projektet har vi bekräftat att modifierad anlöpning kan tillämpas för motverka/eliminera detta fenomen och att det kan preliminärt kopplas till stabiliteten hos mikrostrukturen hos det anlöpta sinterstålet. Detta innebär att en väg för breddad användning av sintergods i tunga fordon har identifierats. Forskningsavdelningar hos Volvo och Höganäs som deltagit i projektet har tillsammans med Chalmers identifierat potentialen att gå vidare med ett större FoU-projekt för att stödja bredare implementering. Resultatet har presenterats vid den internationella konferensen EuroPM2013. Det aktuella projektet kan utgöra en bas för att stärka en utveckling inom ett sådant segment.

2. Bakgrund

Teknisk och industriell kontext

PM-teknik är en attraktiv teknik för olika fordonskomponenter på grund av sin kostnadseffektivitet och miljöprestanda (se Fig. 1). Drivkraften för användning av PM-teknik för valda fordonskomponenter ökar dessutom då utvecklingen går mot rationaliseringar med färre motorfamiljer (även för tunga fordon), varvid volymfördelar blir ännu viktigare. Sintergods framställs genom pressning och efterföljande sintring vid hög temperatur (vanligen 1120°C i maximalt ca 30 min). Form och möjliga toleranser sätts vid pressningen, medan sintringen skapar nödvändig metallisk bindning mellan pulverkornen i materialet. För att hålla form och goda dimensionstoleranser sker vanligen mycket ringa krympning vid sintringen, vilket är ett krav för massproducerade komponenter där PM-tekniken har störst fördelar. Detta innebär att sintergodset är poröst, vanligen ca. 10% porositet (7,0-7,1 g/cm³). Med olika tekniker (t ex. varmkompaktering, högtemperatursintring, materialdesign) kan tätheten höjas till 7,2 eller 7,4 beroende på krav. Dagens PM-teknik när det gäller kompaktering, sintring och materialsystem kan

leverera helt *fullgoda* lösningar avseende nominella materialegenskaper, etc, som möter produktkrav för många fordonsapplikationer. Primärt gäller detta där huvudkravet är bärighet och statisk lastförmåga, där utmattningsbelastningen inte alltid är kravsättande.

Porositen kan även utgöra en fördel då den i princip innebär en viktbesparing förutsatt att materialpresentande och produktdesign är optimerade. Detta kan vara intressant för framtida drivlinor, etc. Tillverkning av PM-produkter för hög statisk påkänning innefattar härdning och anlöpning.

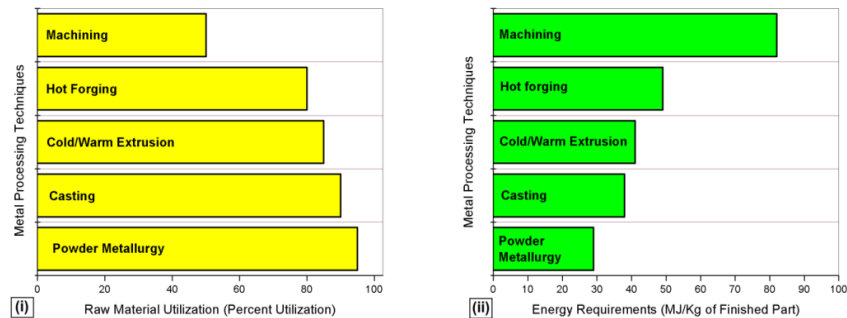


Fig. 1. Miljöprestanda för tillverkning av sintergods jämfört med andra processkedjor. (data från Cambridge Engineering Selector).

Det har dock visat sig att PM-komponenter kan uppvisa bestående relaxation/deformation vid statisk belastning och måttlig temperatur ($T < 120^{\circ}\text{C}$) (Volvo, Höganäs). Motsvarande fenomen har inte observerats för konventionella solida material. Orsakerna är inte helt klarlagda, men fenomenet kan sannolikt kopplas till stabiliteten hos mikrostrukturen för det härdade och anlöpta materialet i kombination med faktumet att porositeten hos ett sinterstål innebär lokala spänningskoncentrationer vid belastning som inte fås i konventionella material. Fenomenet är i princip oväntat eftersom krypprocesser inte bör vara tillräckligt aktiva vid nämnda låga temperaturer. Misstanken om mikrostrukturens betydelse stärks av preliminära försök (Höganäs, Volvo) som har indikerat att modifierad anlöpning kan vara en lösning.

Tekniskt-vetenskapliga aspekter

Det bör poängteras att den föreslagna hypotesprövningen har sitt ursprung i ett problem som observerats i experimentella tester. Vid statisk last (t ex en pålagd klämkraft som är långt under gränsen för plasticering) ger materialet efter och uppvisar en bestående dimensionsändring, t ex minskad höjdmått över ett tvärsnitt. Industriellt utvecklingsarbete (Volvo och Höganäs) har adresserat problemet, men inte funnit en övertygande förklaring. I dialog med Chalmers, som bedriver forskning i den internationella fronten inom pulvversteknik har en fördjupad dialog utvecklats som ligger till grund för den föreslagna hypotesen. Utgångspunkten enligt ovan är alltså att mikrostrukturen hos sinterstål i härdat och anlöpt tillstånd är ytterst central för en sinterstålskomponents förmåga att bära statiskt last utan efter lång tid uppvisa bestående deformation pga strukturförändringar, relaxation eller t ex kryp.

Den aktuella strukturen är vanligen lätt anlöpt martensit med hög hårdhet och viss seghet. Härdningen görs antingen separat efter sintringsprocessen eller genom s k sinterhärdning, dvs i senare fallet genom avslutande styrd forcerad svalning med gas vid sintringen. I princip åstadkoms primärt martensit, men viss restaustenit (procentnivå) kan finnas då sinterstål vanligen har kolhalter på minst 0.5 vikts%. Restaustenit kan vid deformation transformeras till martensit. Områden med restaustenit är dock omgärdade av martensiten som bildats vid härdningen, varvid volymexpansionen vid dess bildande har gjort att dessa stabiliseras. Huruvida ett sinterstål pga t ex sin porositet skulle uppvisa annorlunda beteende finns inte klarlagt i litteraturen. Deformationsinducerad omvandling av austenit verkar volymutvidgande. Eventuell förekomst/inverkan av denna mekanism behöver klarläggas.

Anlöpning av sinterstål görs vanligen i intervallet 100 till högst 200°C. Preliminära observationer har dock gjorts där modifierad anlöpning, t ex högre anlöpningstemperatur, eventuellt kan ha bromsande effekt på det observerade deformationsfenomenet. Med ökad anlöpningstemperatur skiljs möjligen mer karbider ut, martensitens kolhalt sänks och eventuell restaustenit påverkas även. Eventuell betydelse av dessa effekter eller andra förändringar (dislokationsstrukturer, etc) utgör en ytterligare faktor som behöver utredas enskilt och på vilket sätt det kan finnas koppling till potentiellt kryp (se vidare nedan).

Slutligen har vi även krypdeformation i klassisk mening. Kryp kännetecknas av bestående deformation som fås genom diffusion och deformation (dislokationsrörelse) i ett material. I princip är det oväntat att ett stål (och här i härdat tillstånd!) skall uppvisa noterbart kryp vid rumstemperatur eller måttligt höjd temperatur <120°C för de tider och nominella laster som är aktuella i en tillämpning eller i experiment. Visserligen finns det observationer (tidigare studie vid Chalmers handledd av Prof. B. Karlsson) där relativt begränsat initieellt primärkryp har verifierats för konventionellt stål vid normal temperatur (det bör noteras att kryphastigheten inledningsvis alltid är högre för att sedan nå ett minimum varefter sekundärkryp inleds). Detta tyder på att initiella krypprocesser *skulle* kunna vara aktiva vid temperaturer där man inte förväntar sig detta, men deras förekomst i det aktuella fallet är inte verifierad och behöver därför utredas. Faktumet att ett sinterstål pga sin porösa struktur kan ha spänningskoncentrationer innebär dessutom att kryp lokalt skall kunna vara stimulerat. Huruvida inledande kryp kan ske i sinterstål under förhållanden av vikt för någon vald fordonsapplikation behöver därför klarläggas och därmed också om eventuell nivå skall kunna förklara fenomenet.

3. Syfte

Syftet är alltså att se om optimering av mikrostrukturen av härdat och anlöpt sinterstål kan utvecklas genom modifierad anlöpning för ökad krypresistens hos sinterstål vid måttligt förhöjd temperatur för att därmed kunna möta applikationskrav när det gäller statisk lastbärande förmåga. I detta ingår att klarlägga huruvida ett antal olika

mekanismer kan vara bidragande/aktiva. Dels gäller det att kartlägga materialstrukturens betydelse och dels gäller det att verifiera/avslå delhypotesen att kryp i sinterstål kan aktivt bidra till bristande deformationsstabilitet (vid $<120^{\circ}\text{C}$). Projektet är av central betydelse för vidare tillämpning av sintergods i vägfordon. Besvarande av den ställda hypotesen med inledande klarläggande av alternativa mekanismer för det iakttagna fenomenet är sålunda ett *nödvänt* steg för framtida utveckling av PM-baserade tillverknings- och produktkoncept för tunga fordon.

4. Genomförande

Projektpartner har varit Chalmers (Material- och tillverkningsteknik), Volvo och Höganäs. Projektperioden har varit 2012-10-01 till 2013-09-30. Strategin har varit följande:

- Parterna har planerat arbetet genom val av material, beslut om gemensamma forskningsfrågor i detalj samt uppdelning av ansvar med genomförande av olika aktiviteter
- Ett examensarbete har knutits till projektet och genomförts vid Chalmers och Volvo
- Chalmers har utvecklat en metodik för krypprovning av sinterstålsprover vid måttligt förhöjd temperatur
- Chalmers har utvecklat en FoU-plan som innefattar genomförande av krypprovning, materialkaraktisering och teoretiska analys
- Höganäs har tillverkat provstavar och utfört mekanisk provning som stöd för design av krypexperimenten
- Volvo har kompletterat med eget experimentellt arbete genom en egen testrigg där speciellt designade försök har genomförts

5. Resultat

5.1 Bidrag till FFI-mål

Denna hypotes adresserar Milstolpe 2 (2020): Lätta material och nya processer-volymtillverkning av komponenter till olika typer av hybridfordon och andra alternativa drivlinor genom nya tillverkningsprocesser, men även Milstolpe 3 (2025): Miljöneutral produktion, optimerade processer - fordonsproduktion med optimerade tillverkningsprocesser för radikalt nya material och materialkombinationer samt miljöneutral produktion tack vare energi- och materialåtervinning. Utgångspunkten är att PM-teknik baserat på pressning och sintring svarar för det mest energieffektiva och råmaterialeffektiva tillverknings- och produktkonceptet för komponenttillverkning.

5.2. Tekniska och vetenskapliga resultat

Testmatris

I projektet har vi fokuserat på studier av ett diffusionlegerat pulvermaterial, Distaloy HP (4 wt% Ni, 2wt% Cu and 1.5 wt% Mo) som har preparerats med 0.6 vikts% grafit, pressats och sintrats till provstavar av Höganäs inkluderande sinterhärdning. Från dessa prover har sedan varianter tagits fram enligt Tabell 1.

Table 1: Test varianter för krypprovning vid Chalmers

Samples	Distaloy HP	Denominations	Description
1	DHP	UT	Untempered
2	DHP	T200	Tempered at 200°C for 1 hour
3	DHP	T300	Tempered at 300°C for 1 hour
4	DHP	DC-UT	Deepcooled in Liquid N ₂ and untempered
5	DHP	DC-T200	Deepcooled in Liquid N ₂ and Tempered at 200°C for 1 hour
6	DHP	DC-T300	Deepcooled in Liquid N ₂ and Tempered at 300°C for 1 hour

Design av experiment

Idén har varit att genomföra krypprovning vid 100-150°C vid max 90% av sträckgränsen. Mekanisk provning gjordes därför först hos Höganäs (Fig .2). Krypprovning valdes sedan vid 20 kN last, vilket motsvarar 622 MPa eller minst 90% av sträckgränsen för den svagaste varianten.

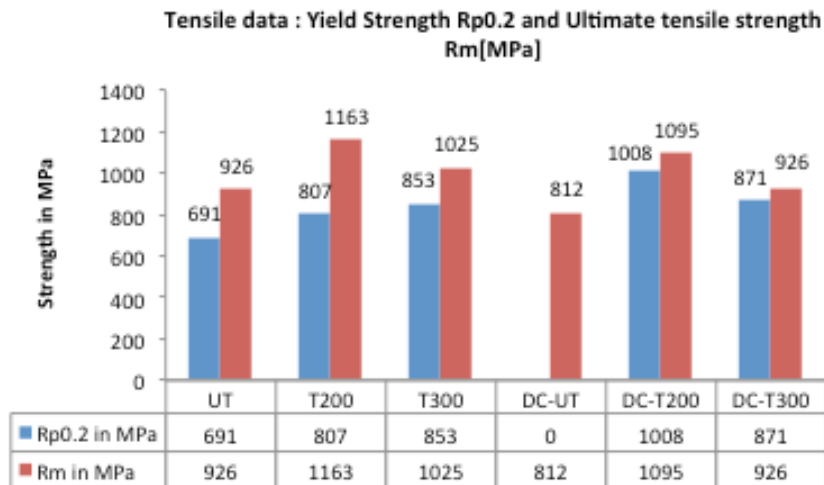


Fig. 2. Dragprovdata för testade varianter.

Prov- och utvärderingsmatrisen för studierna vid Chalmers visas i Tabell 2.

Tabell 2. Test- och utvärderingsmatris för experiment vid Chalmers

Material : Distaloy HP		DHP			DHP		
		UT	T200	T300	DC-UT	DC-T200	DC-T300
Metallography	Before Creep	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	After Creep	✓	✓	✓	-	-	-
	Fractography - SEM	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Hardness	Microhardness	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	Apparent Hardness	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	XRD-Austenite analysis	✓	✓	✓	✓	✓	✓
	Tensile testing	✓	✓	✓	✓	✓	✓
Creep testing	Cyclic creep	✓	✓	✓	*	✓	✓
	3.6x10 ⁵ seconds (100 hours)	✓	✓	✓	*	✓	✓
	1 million seconds (~ 277 hours)	✓	✓	✓	*	-	-

En testrigg utvecklades och anpassades till en universalprovningssmaskin med en klimatkammare. Detta gjorde att långtids krypprov kunde genomföras vid måttligt förhöjd temperatur. Sådana prov genomfördes typiskt upp till ca 300h. Resultaten jämfördes sedan också med försök på komponentlika prover hos Volvo.

Resultat och diskussion

Karakteristiska resultat för testvarianterna

Figur 3 jämför hårdhetsdata för varianterna före och efter anlöpning samt efter 1 miljon sekunders krypprovning vid 120°C. Det bör noteras att det sintrade materialet är heterogent och innehåller Ni-rika områden (Ni-austenit) förutom huvudbeståndsdelarna martensit och bainit efter härdning, se Fig. 3. Den viktigaste slutsatsen här är att anlöpning vid högre temperatur ger en mer stabil mikrostruktur som inte förändrar sin hårdhet under krypprovningen.

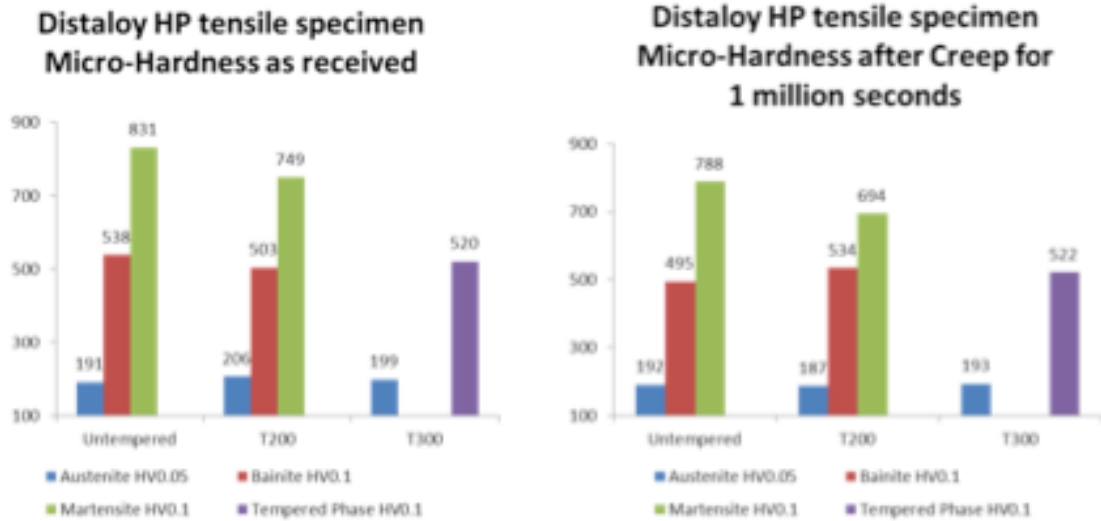


Fig. 3. Hårdhetsdata före och efter anlöpning samt efter krypprovning vid 120°C under 1 miljon sekunder vid last av 20 kN.

Man kan anta att anlöpning vid högre temperatur ger en positiv effekt när det gäller minskad plastisk töjning vid krypprovningen, vilket också är fallet, se Fig. 4. Figuren jämför resultat för icke anlöpt material med prover som anlöpts vid två olika temperaturer. Helt klart innebär anlöpning vid 300°C att sekundärkrypet i princip elimineras helt (delen efter den initiella töjningsökningen).

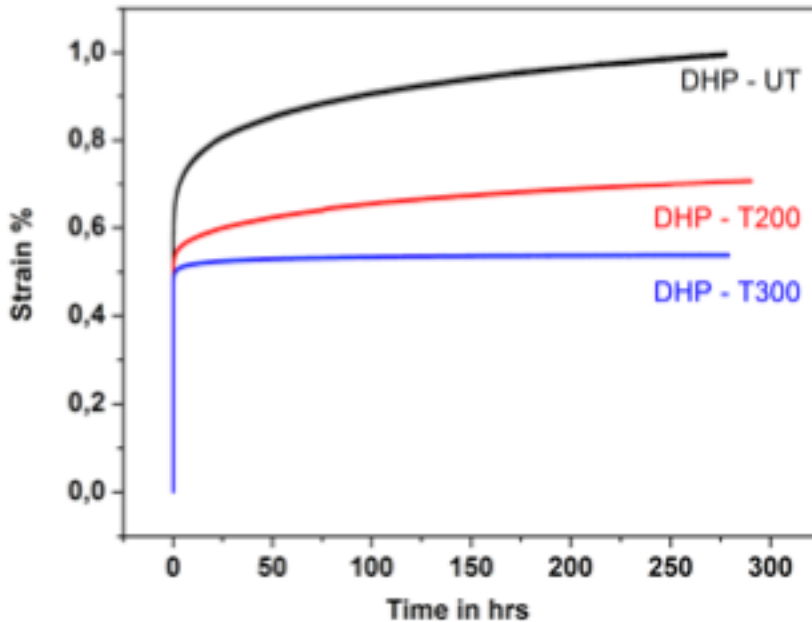


Fig. 5. Krypprov för olika varianter av sinterhårdad Distaloy HP (120°C, 20 kN).

Undersökningar gjordes även för att se om kryppprovdata enligt ovan kunde korreleras med dimensionsförändringar som uppmättes på provstavar. En procedur tillämpades där avstånd mellan hårdhetsintryck före och efter provning jämfördes. Resultaten illustreras i Fig. 5. Bra koppling kunde visas, vilket stödjer relevansen för de genomförda kryppen. Figur 6 demonstrerar hur plastisk töjning kan uppmätas från hårdhetsintryck på provet.

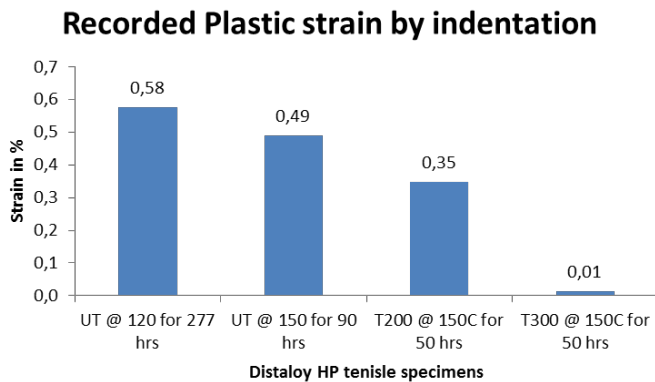


Fig. 5. Plastisk töjning uppmätt från avstånd mellan hårdhetsintryck före och efter kryppprovning.

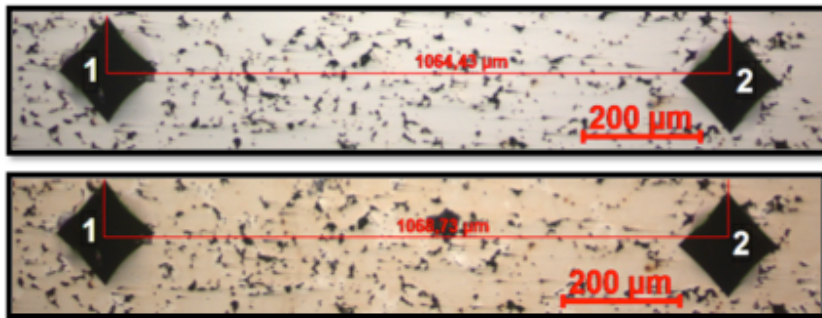


Fig. 6. Illustration av mätning av plastisk töjning gennom jämförelse av avstånd mellan hårdhetsintryck före och efter kryppprovning (oanlöst tillstånd provat 150°C under 277 h).

En viktig faktor att beakta är inverkan av eventuell restaustenit i det anlöpta materialet. Figur 7 summerar resultat från uppmätning av austenithalt genom röntgendiffraktion för olika varianter. Anlöpning vid högre temperatur minskar indikativt austenithalten. Austenithalten före och efter kryppprovning var inte märkbart annorlunda (inte visat). Man skall också notera att austenithalten som mäts representerar både Ni-rik austenit och restaustenit. Av detta skäl djupkyldes prover också och karakteriserades. Sådana prover bör inte innehålla restaustenit, varvid mycket lägre totalhalt av austenit indikeras (Fig. 7).

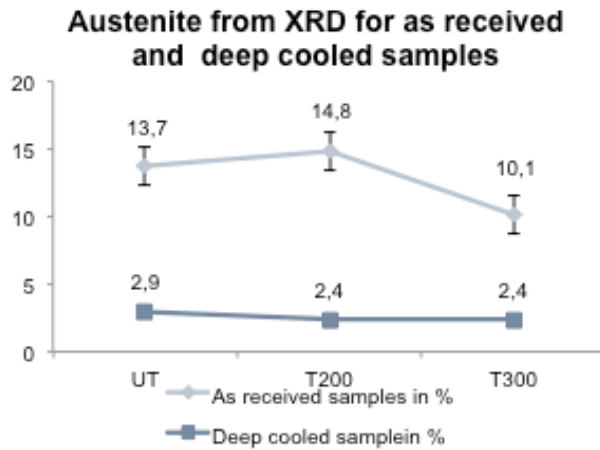


Fig. 7. Total austenithalt uppmätt med röntgendiffraktion för olika tillstånd av Distaloy HP prover.

Som jämförelse visas test resultat från Volvo i Fig. 8. Dessa mer komponentlika prover bekräftar resultaten från Chalmers.

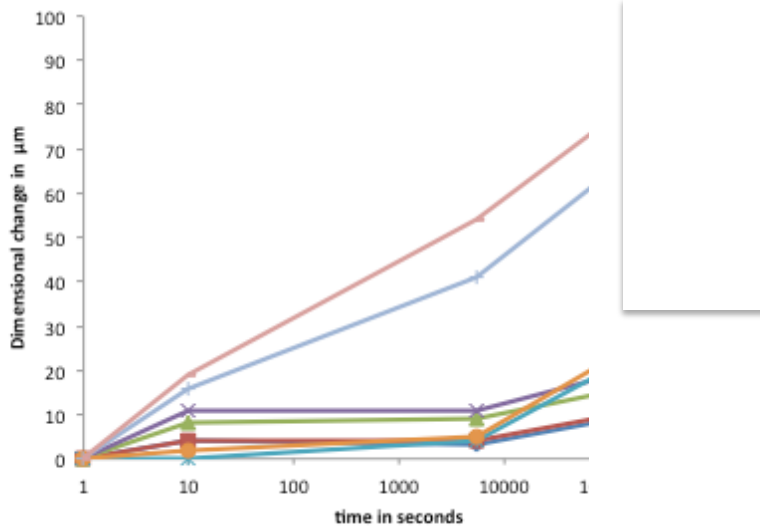


Fig. 8. Dimensionsändring vid test med komponentlika sintrade prover. Samma material som krypproverna vid Chalmers.

6. Spridning och publicering

6.1 Kunskaps- och resultatspridning

Sintergods är i ökad grad ett intressant tillverknings- och produktkoncept för tunga fordonsindustrin när det gäller vissa komponenter. Primärt gäller detta större serier kostnadsfördelar kan nås. Utvecklingen mot färre motorfamiljer inom tunga fordon är en viktig drivkraft. Tillämpningar med krav på statisk hållfasthet/bärighet är centrala. Idag kan sintergods tillverkas till goda toleranser med mekaniska egenskaper som *nominellt* uppfyller ställda krav. Tillverkningen innefattar då avslutande härdning och anlöpning. Det har dock visat sig att sintergods kan uppvisa *bestående deformation* på grund av oväntad kryp/relaxation, varvid dimensionsstabiliteten kan förloras. I projektet har vi bekräftat att modifierad anlöpning kan tillämpas för motverka/eliminera detta fenomen och att det kan preliminärt kopplas till stabiliteten hos mikrostrukturen hos det anlöpta sinterstålet. Detta innebär att en väg för breddad användning av sintergods i tunga fordon har identifierats. Forskningsavdelningar hos Volvo och Höganäs som deltagit i projektet har tillsammans med Chalmers baserat på projektet identifierat potentialen att gå vidare med ett större FoU-projekt för att stödja bredare implementering. Resultat har presenterats vid den internationella konferensen EuroPM2013 och parternas uppfattning från denna presentation är att projektet har genererat unika resultat som inte är kända inom PM-området internationellt sett. Sverige kännetecknas delvis av ett teknologigap när det gäller PM-området, vi har världsledande pulvertillverkare (Höganäs) och världsledande användare av PM-detalj (t ex Volvo), men komponenttillverkare inom PM inom leverantörskedjan är inte omfattande. Det aktuella projektet kan utgöra en bas för att stärka en utveckling inom ett sådant segment.

6.2 Publikationer

1. K.B. Surreddi, M.V. Sudaram, E. Hryha, H. Karlsson, M. Andersson, L. Nyborg, "Low Temperature Creep Behaviour of PM Components under Static Loading Conditions", Proc. Of EuroPM2013 (Gothenburg Sep 15-18), EPMA, Shrewsbury.
2. M.V. Sudaram, "Low Temperature Creep/Relaxation Behaviour of PM Steels under Static Load", MSc Thesis, Chalmers University of technology, 2013.

7. Slutsatser och fortsatt forskning

Baserat på experiment och analyser som genomförts har hypotesen klart kunnat bekräftats och vi har etablerat en plattform för vidare utveckling och PM-tillämpningar för komponenter till tunga fordon. De viktigaste tekniska slutsatserna är:

- Kryp/relaxation kunde visas genom simulerande förhållande
- Sinterhärdat material som inte har anlöpts uppvisar högre plastisk töjning än anlöpt material
- Större plastisk töjning för ick-anlöpt tillstånd kan kopplas till mer instabil mikrostruktur
- Prover som anlöpts vid högre temperatur (300°C) uppvisar mycket ringa plastisk töjning pga stabil mikrostruktur
- Sinterhårdande och djukyllda prover som sedan anlöpts uppvisar stabil och mycket ringa plastisk töjning vid kryprovningen vid låg temperatur – möjligen pga potentiell effekt av restaustenitombildning
- Provning på “komponentlika” prover → liknande beteende → icke-anlöpta prover uppvisar störst plastisk töjning

Baserat på resultaten har följande forskningsfrågor identifierats:

- Krypprovning vid svagt förhöjd temperatur (<100-150C) behöver kompletteras utvärdering av alternativt sinterhärdat material
- Mer precis karakterisering av austenithalt behöver utvecklas
- Test behövs göras för heltäta PM-stål – utvärdering av effekt av porositet
- Mer detaljerad kunskap om transformation av martensit och restaustenit vid anlöpning av sinterstål behöver etableras
- Modell för prediktering av kryp hos sinterstål vid svagt förhöjd temperatur behöver utvecklas

8. Deltagande parter och kontaktpersoner

Chalmers tekniska högskola (Inst. för material- och tillverkningsteknik)

Professor Lars Nyborg (projektledare), lars.nyborg@chalmers.se

Docent Eduard Hryha

Dr Kumar Babu Surreddi (post-doc)

Mr. Maheswaran Vattur Sundaram (MSc student)

Volvo Trucks Operations, Materials Technology

Dr. Henrik Karlsson

Höganäs AB. Global Development

Dr. Michael Andersson