La sinterotempra applicata ad una lega a media temprabilità: influenza della densità e dello spessore dei componenti

G. F. Bocchini, A. Baggioli, M. G. Ienco, P. Piccardo, M. R. Pinasco, E. Poggio, B. Rivolta, G. Silva, A. Silvestri, E. Stagno

Il processo di sinterotempra è generalmente applicato ad acciai ad alto tenore di elementi di lega che, sottoposti a velocità di raffreddamento medio-alte dopo il normale ciclo di sinterizzazione, raggiungono durezze elevate (anche superiori ai 500 HV5) [1, 2].

Tuttavia, nella pratica industriale, per determinati utilizzi (es.: levette per applicazioni meccaniche, mozzi per frizioni, ecc.), sono sufficienti durezze dell'ordine di 200-250 Vickers, inferiori a quelle ottenute applicando la sinterotempra a polveri altolegate e superiori a quelle ottenibili per i materiali "tradizionali" solo sinterizzati. Precedenti lavori di ricerca [3] hanno verificato la possibilità di raggiungere tale obiettivo applicando a leghe a medio-bassa temprabilità il processo di sinterotempra (anche con velocità di raffreddamento non molto alte, dell'ordine di 3-5°C/sec). Tale procedura permette una riduzione dei tempi e dei costi, grazie all'eliminazione dei passaggi successivi alla sinterizzazione. Una volta appurata l'utilità di estendere il processo di sinterotempra a polveri mediamente legate, è parso utile effettuare uno studio sistematico sull'influenza di alcuni parametri di produzione, quali la massa volumica e lo spessore dei componenti [4, 5, 6].

Parole chiave: metallurgia delle polveri, sinterizzazione, acciaio, trattamenti termici

MATERIALI E METODI

Sono state prese in considerazione piastre di base 65x65 mm² e spessori crescenti (2.5, 6.3, 4.0, 10, 16, 25, 40, 63 mm; sequenza corrispondente ad una tipica serie di numeri normali⁽¹⁾), realizzate a partire da polvere diffusion-bonded Distaloy AE (tab. 1), con l'aggiunta dello 0.7% di grafite, pressate in modo da ottenere due intervalli di massa volumica nominale: di 6,8-6,9 g/cm³ e 7,0-7,1 g/cm³. La sinterizzazione è stata effettuata a 1120°C per 25 min in atmosfera di endogas, seguita da raffreddamento a circa 1°C/s.

In sinterotempra gli spessori maggiori (da 25 mm in su) hanno trovato finora modeste applicazioni industriali. In questa indagine sono stati studiati a scopo di ricerca al fine di valutare in modo esaustivo l'influenza della massa sull'effettiva velocità di raffreddamento dei pezzi. I campioni sono stati prelevati in modo da essere rappresentativi dell'intera piastra: faccia superiore (esposta al flusso di gas refrigerante), faccia inferiore (a contatto col nastro trasportatore) e cuore (per gli spessori maggiori).

I materiali sono stati caratterizzati mediante:

• Misure di macrodurezza HV5;

⁽¹⁾ Numeri normali: funzione della n-esima potenza di 10.

G. F. Bocchini Consulente MP, Rapallo

M. G. Ienco, P. Piccardo, M. R. Pinasco, E. Poggio, E. Stagno DCCI, Università di Genova

A. Baggioli, B. Rivolta, G. Silva, A. Silvestri Polo Regionale di Lecco, Politecnico di Milano, Lecco

Memoria presentata al 19° Convegno Nazionale Trattamenti Termici, Salsomaggiore, 20-22 maggio 2003

Ni	Composiz Cu	zione wt% Mo	Fe
4.38	2.08	1.50	a 100

Tabella 1 – Composizione chimica della polvere Distaloy AE.

Table 1 – Distaloy AE powder chemical composition.

- Studio della porosità con analisi d'immagine computerizzata, in modo da ottenere dati sulla porosità totale, sull'area e sulla rotondità dei pori. Quest'ultima è espressa dal parametro di forma R, definito come R = $p^2/4\pi S^{(2)}$. Per R=1 si ha la rotondità perfetta; all'aumentare di R aumenta l'irregolarità di forma dei pori.
- Microscopia ottica (LOM) ed elettronica (SEM).
- Analisi alla microsonda EDXS, per valutare l'eterogeneità della soluzione solida, soprattutto per quel che riguarda il nickel.
- Misure di microdurezza HV0.05 sulle fasi.
- Prove di flessione su tre punti (TPB), per valutare le caratteristiche meccaniche.

RISULTATI SPERIMENTALI

Macrodurezza

Le misure sono state effettuate sia sulla faccia inferiore sia su quella superiore dei parallelepipedi. Ogni valore (tab. 2) è la media di 30 misure; si riportano anche i valori della deviazione standard e dell'indice di dispersione, valutato come rapporto tra deviazione standard e valore medio, espresso in percentuale.

 $^{(2)}$ Nella formula: p = perimetro del poro; S = area della sezione del poro.

METALLUR GAICAC DÆLQE POLVERI

Materiale AE: 6.8-6.9 g/cm ³ Spessore [mm]	Faccia superiore HV5 Dev.std. i.d.%	Faccia inferiore HV5 Dev.std. i.d.%
2,5 4,0 6,3 10 16 25 40 63	$\begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$	$\begin{array}{cccccccccccccccccccccccccccccccccccc$
Materiale AE:	Faccia superiore	Faccia inferiore
7.0-7.1 g/cm ³ Spessore [mm]	HV5 Dev.std. i.d.%	HV5 Dev.std. i.d.%

Non si osservano variazioni sostanziali di durezza tra le due facce. Per entrambe le masse volumiche i valori di HV5 rientrano nell'intervallo 200-250 HV5, tranne che per gli spessori maggiori (40 e 63 mm), per i quali essi scendono, seppure di poco, sotto il valore minimo. L'aumento di spessore da 40 a 63 mm, inoltre, non influenza il valore di macrodurezza, che, a pari densità, resta invariato. A parità di massa volumica i valori massimi di durezza sono raggiunti dai materiali a spessore minore (2,5 e 4,0 mm); i pezzi ad altezza intermedia (da 6,3 a 25 mm) presentano durezze pressoché analoghe e di poco inferiori a quelle relative agli spessori minori. Come atteso, a parità di spessore, le piastre a densità minore presentano durezze inferiori.

Porosità

La porosità è contenuta nell'intervallo 9,5 - 11,5% per i materiali a massa volumica maggiore e 10,5 - 12,8% per i materiali a massa volumica minore, in accordo con i valori di massa volumica determinati mediante pesata. Tutti i materiali esaminati hanno circa l'85% dei pori con area inferiore a 100 µm² e circa il 70% con R minore di 2.

Analisi microstrutturale e microdurezza (HV0,05)

Per spessori fino a 10 mm la microstruttura è costituita da perlite finissima, martensite accompagnata da bainite inferiore, austenite a diversi gradi di trasformazione, bainite superiore. (fig. 1).

Quest'ultima è presente nei campioni di spessore 2,5 mm solo attorno alle isole di perlite finissima, mentre in quelli di altezza 4,0 e 10 mm si presenta anche sotto forma di zone a sé stanti. L'austenite in via di trasformazione praticamente diviene martensite mista a bainite inferiore (fig. 2.). Nei campioni di spessore 10 mm si ha la comparsa di tracce di austenite residua e le fasi aciculari appaiono meno risolte (fig. 3).

Per spessori intermedi, tra 10 e 25 mm la struttura è costituita dalle stesse fasi sopra descritte per gli spessori minori, ma cambiano i rapporti quantitativi tra le fasi e il grado di trasformazione dell'austenite (fig. 4). Aumentano infatti la percentuale di perlite finissima, a scapito delle fasi aciculari (martensite e bainite inferiore) e diminuisce il grado di trasformazione dell'austenite. Quest'ultima si comporta diversamente nei materiali a massa volumica differente, infatti per quello più denso prevale la trasformazione in martensite, mentre per il meno denso quella in bainite inferiore (si con-



24 la metallurgia italiana



Tabella 2 – Valori di HV5 dei materiali a bassa ed alta densità, distinti per le due facce superiore ed inferiore. Table 2 – HV5 values of high and low density materials, for upper and lower surfaces.

Fig. 1 – Spessore 2,5 mm, bassa densità, struttura mista costituita da martensite, bainite inferiore, austenite ad alto grado di trasformazione, perlite finissima, tracce di bainite superiore.

Fig. 1 - 2,5 mm thickness, low density; microstructure:





Fig. 2-4 mm thickness, low density, SEM. Austenite appears transformed in acicular structures, even around the pores.

frontino le figure 5 e 6 e si veda anche la figura 7). Per i campioni a spessore maggiore (40 e 63 mm) le fasi presenti sono perlite finissima, bainite superiore a morfologia granulare, austenite a diversi gradi di trasformazione e au-



Fig. 3 – Spessore 10 mm, bassa densità, SEM: tracce di austenite residua attorno ai pori e strutture aciculari più o meno ben risolte.

Fig. 3 - 10 mm thickness, low density, SEM: traces of residual austenite around the pores and acicular structures more or less evident.



Fig. 4 – Spessore 16 mm, alta densità: struttura mista, in cui spicca una maggior frazione di perlite, austenite residua e in via di trasformazione rispetto agli spessori inferiori.

Fig. 4 - 16 mm thickness, high density; many phases are present: pearlite, residual and transforming austenite are in greater quantity if compared with lower thickness samples.

stenite molto ricca in nichel, stabile. Si differenziano dalle piastre più sottili poiché, a partire dallo spessore 40 mm, si riscontrano differenze microstrutturali tra il bordo e il centro del pezzo: la trasformazione dell'austenite-martensite è maggiore al bordo rispetto al centro del campione. In tali zone aumenta anche la quantità di perlite finissima e perlite medio fine (fig. 8 e fig. 9).

Le misure di microdurezza HV0,05 effettuate sulle diverse fasi sono coerenti con quanto osservato al microscopio ottico ed elettronico: da fig. 7 si nota che in generale, a parità di spessore, la lega a minor massa volumica presenta una matrice aciculare meno dura rispetto all'analoga lega a maggior massa volumica; la differenza tende ad annullarsi per gli spessori più elevati (40 e 63 mm). Si osserva inoltre che per entrambe le densità all'aumentare dello spessore aumenta anche la frazione di bainite inferiore, a scapito di quella martensitica, coerentemente con la minor velocità di raffreddamento effettiva "sentita" dai pezzi a massa superiore.

In fig. 10 si riportano i valori di microdurezza relativi all'austenite in via di trasformazione: essendo questa fase caratterizzata da un ampio intervallo di valori di microdurezza, si è





Figg. 5 e 6 – Spessori 16 mm, alta e bassa densità, SEM. Influenza della massa volumica sul tipo di struttura aciculare che si sviluppa al raffreddamento: per la massa volumica maggiore prevale la trasformazione in martensite (fig. 5), per quella inferiore in bainite inferiore (fig. 6).

Figg. 5 e 6 – 16 mm thickness, high and low density, SEM. Influence of density on structures formed during the cooling: in high density samples martensite, in low density samples lower bainite is prevalent.





Fig. 7 – HV0,05 microhardness measurements on the martensitic / bainitic matrix. Density and thickness influence.

6/2004



Figg. 8 e 9 – Spessore 63 mm, alta densità, SEM. Influenza della massa del pezzo: si osservano differenze tra la superficie (fig. 8) e il cuore (fig. 9). Al cuore compare la perlite medio-fine e diminuisce il grado di trasformazione dell'austenite.

Figg. 8 e 9 – 63 mm thickness, high density, surface (fig.8) and core (fig.9) of the sample. Different microstructures are observed: in the core medium-fine pearlite and austenite with lower transformation rate.

ritenuto opportuno distinguere i valori massimi e minimi di tale intervallo in funzione dello spessore e della densità dei pezzi. Si osserva che, mentre per i valori massimi si ha una differenza circa costante tra le piastre a densità maggiore e quelle a densità minore per ogni spessore, i valori minimi tendono generalmente ad equivalersi, tranne che per il 40 mm, per cui si discostano maggiormente. Ciò potrebbe essere influenzato dalla difficoltà, intrinseca alla misura, di distinguere i primi segni di trasformazione nella matrice austenitica. Dalla fig. 10 si può notare inoltre che per gli spessori minori i valori minimi di HV0,05 sono piuttosto elevati, essi diminuiscono fino ai 10 mm e tendono poi a restare costanti per gli spessori superiori.

Analisi EDXS

L'eterogeneità chimica della soluzione solida, coerente con la natura diffusion-bonded delle polveri, è presente in tutti gli spessori per entrambe le masse volumiche e tende ad essere maggiore per le piastre a densità inferiore, coerentemente con la minor presenza di interfacce di diffusione (tab. 3). In tabella non compaiono le variazioni relative al Cu, liquido in fase di sinterizzazione, in quanto risultano molto meno accentuate rispetto a quanto osservato per il Ni.



Fig. 10 – Misure di microdurezza HV0,05 sulle zone di austenite in via di trasformazione: valori massimi e minimi in funzione di densità e spessore delle piastre. Sono riportati anche i valori di HV0,05 delle zone di austenite non trasformata (linee tratteggiate) che è presente solo al di sopra di un certo spessore.

Fig. 10 – HV0,05 microhardness measurements on the transforming austenite areas; maximum and minimum values related to density and thickness of the samples. HV 0,05 values of residual austenite (broken lines) are also reported; the residual austenite is present only starting from 16 mm thickness samples.

Materiale	ΔNi% massimo [wt%]
Alta densità	10-25
Bassa densità	13-28

Tabella 3 – Analisi EDXS: escursioni massime della % di Ni riscontrate nei materiali alle due densità considerate.

Table 3 – EDXS analysis: maximum differences of % Ni measured at both densities.

Le zone più ricche in Ni sono sempre quelle attorno alle porosità, dove è presente l'austenite non trasformata. Essa appare decisamente più abbondante negli spessori maggiori, poiché la velocità di raffreddamento effettivamente "sentita" dal pezzo diminuisce all'aumentare dello spessore (e quindi della massa) delle piastre.

Prove meccaniche

Sono state eseguite diverse prove meccaniche per valutare le caratteristiche resistenziali di vari campioni prelevati da piastre di differente altezza e densità; si è cercato in ogni caso di evitare il più possibile il prelievo di provini con ricorso ad ampie lavorazioni meccaniche e per conseguenza si è adottata la metodologia di prova di flessione su tre punti (TPB) ispirandoci a quanto previsto dalla normativa ISO 3325 / 96 [7]. Le dimensioni dei provini prismatici previsti dalla norma citata sono: altezza H=6 mm, larghezza B= 12 mm, lunghezza L=30 mm con una distanza tra gli appoggi pari a l=25 mm. La stessa norma prescrive che le barrette prismatiche siano ottenute direttamente da pressatura in stampo apposito e sinterizzazione; nel nostro caso si è dovuti ricorrere al collaudo di provini "tagliati" dalle piastre di vario spessore facendo in modo che H coincidesse con l'altezza della piastra



Fig. 11 – Risultati della prova TPB sul materiale AE+. Fig. 11 – TPB test results on AE+ material.

fino agli spessori =<10 mm; per gli spessori maggiori si è operata una resezione per arrivare ad H= 10 mm, mentre la larghezza B è stata fatta variare in proporzione. La lunghezza del provino è stata mantenuta pari a 65 mm (dimensione trasversale delle piastra) e per conseguenza la distanza tra gli appoggi è stata portata a 1=50 mm. Per tutti gli spessori si è fatto in modo di collaudare in TPB sollecitando a trazione sia la superficie prelevata dalla faccia superiore che la superficie prelevata da quella inferiore; inoltre per i prismi con altezza >=40 mm è stata effettuata estrazione di provini dalla zona centrale mediante tagli multipli realizzati con mole a disco apposite. In Figura 11 e 12 si riportano i risultati delle prove TPB, espressi sotto forma di Resistenza trasversale $R_{i}=3F \cdot l/2 \cdot B \cdot H2$ [MPa], in cui F è la forza massima ricavata in prova [N] sollecitando a trazione la superficie superiore, inferiore del provino o, per i grossi spessori di piastra, la porzione centrale del parallelepipedo. Per confronto, si riportano graficamente i risultati relativi alla durezza riportati in Tabella 2 (Fig.13). Appare subito in evidenza la variazione di resistenza con lo spessore della piastra; all'aumentare dell'altezza di piastra si riduce il valore di Rtr, che per altro rimane al di sopra di 560 MPa per AE+ fino a spessori < 40 mm. A parità di spessore il materiale a minor massa volumica presenta sempre una Rtr più bassa. Se possono essere ritenute confrontabili le resistenze Rtr ottenute per trazione della superficie superiore ed inferiore ad indicare una limitata influenza del raffreddamento di sinterotempra, un considerevole calo è visibile per provini ricavati dal centro dei parallelepipedi di dimensione notevole (>= 40 mm).

CONCLUSIONI

Nella fase di valutazione comparata dei risultati ottenuti dalla sinterotempra di polveri aventi media temprabilità si deve constatare come, al variare della massa volumica, per gli spessori fino ai 10 mm si osservano strutture pressoché analoghe, benché nello spessore 10 mm le aree di austenite residua siano più estese, meno disperse e, per conseguenza, rilevabili tramite misure di microdurezza.

Per gli spessori maggiori, 40 e 63 mm, il grado di trasformazione dell'austenite risulta minore rispetto a quello riscontrato nei pezzi a spessore inferiore. Per entrambe le densità si osservano differenze microstrutturali tra il bordo e il centro del pezzo; l'austenite del bordo si trasforma in martensite mista a bainite inferiore, quella del cuore in bainite inferiore non sempre ben formata. Inoltre, al centro del campione aumenta, rispetto al bordo, la quantità di perlite finissima.

Le differenze microstrutturali fra periferia e centro sono dovute presumibilmente all'instaurarsi di un gradiente di velocità di raffreddamento legato allo spessore.

Le prove meccaniche effettuate sui campioni a maggior



Fig. 12 – Risultati della prova TPB sul materiale AE-. Fig. 12 – TPB test results on AE- material.



Fig. 13 – Risultati delle prove di durezza sulle due facce, al variare dello spessore, per le due diverse masse volumiche.

Fig. 13 – *Results of hardness tests on two sides; for the different densities, varying thickness.*

massa volumica, in accordo con le misure di macrodurezza, hanno fornito valori di resistenza trasversale superiori a quelli dei campioni con massa volumica minore, e ciò a pari valore dello spessore delle piastre.

Per entrambe le masse volumiche, comunque, i valori della resistenza trasversale ricavata su spessori di piastre sinterotemprate fino a 40 mm si sono mostrati sufficientemente elevati e in grado di soddisfare diverse applicazioni meccaniche per medie sollecitazioni di esercizio. Nel caso di utiliz-zazione della polvere di media temprabilità del tipo studiato per la realizzazione di pezzi con spessori maggiori, la richiesta di durezze e proprietà meccaniche elevate può essere soddisfatta con il ricorso alla sinterizzazione normale seguita da un trattamento termico successivo.

RINGRAZIAMENTI

Un particolare ringraziamento alla Stame s.r.l, Arosio (CO), Italia, per la disponibilità dimostrata e la cura messa nella realizzazione dei provini utilizzati.

BIBLIOGRAFIA

- W. BRIAN JAMES, "What is sinter-hardening?", Hoeganaes Corporation, PM TEC '98 International Conference on Powder Metallurgy & Particulate Materials, May 31-June 4, 1998, Las Vegas;
- [2] H. G. RUTZ, A. H. GRAHAM, A. B. DAVALA, "Sinter-hardening P/M steels", Hoeganaes Corporation, PM

Zea

TEC '97 International Conference on Powder Metallurgy & Particulate Materials, June 29-July 2, 1997, Chicago;

- [3] G.F. BOCCHINI, B. RIVOLTA, G. SILVA, M.R. PI-NASCO, P. PICCARDO, E. POGGIO, "Influence of cooling rate on microstructural and mechanical properties of alloys from diffusion-bonded powders, sintered in different conditions", PM Science & Technology Briefs, vol. 4, n. 4, December 2002, 16-21;
- [4] G. F. BOCCHINI, B. RIVOLTA, G. SILVA, M. G. IEN-CO, M. R. PINASCO, E. STAGNO, "Influence of density and surface/volume ratio on the cooling speed of sinter-hardening materials. Part two: Microstructure and

microhardness distribution inside parallelepipeds.", PM2TEC 2002 World Congress, June 16-21, Orlando, USA;

- [5] F. CHAGNON, Y. TRUDEL, "Effects of sintering parameters on mechanical properties of sinter-hardened materials", Québec Metal Powders Limited;
- [6] H. FERGUSON, G. L'ESPERANCE, E. DUCHEN-SNE, A. F. DE REGE, "Effect of mass/cross sectional thickness on sinter-hardening of two prealloyed steels of different hardenability", Ecole Polytéchnique, Montréal, Québec & Domfer Metal Powder Limited.
- [7] ISO 3415/96 "Sintered metal materials, excluding hardmetals", 1996.

BSTRACT

SINTER-HARDENING APPLIED TO A MEDIUM HARDENABILITY ALLOY: INFLUENCE OF DENSITY AND THICKNESS OF THE COMPONENTS

KEYWORDS: powder metallurgy, sinter-hardening, steel, heat treatment

The study considers sinterhardening process applied to a medium hardenability alloy: Distaloy AE with the following composition:

Ni = 4,38%; Cu = 2,08%; Mo = 1,50%; Fe bal. In the industrial practice, sometimes, 200-250 HV hardness values can be considered full enough for several specific applications. It was demonstrated that the 200-250 HV values can be obtained by application of the sinterhardening process to medium-low hardenability alloys.

The aim of this paper is to evaluate the influence of some parameters of production (e.g. density and thickness of the components).

The examined material consisted of parallelepipeds with base $65x65 \text{ mm}^2$ and increasing thickness (2,5 - 6,3 - 4,0 - 10 - 16 - 25 - 40 - 63 mm).

The parallelepipeds were obtained from diffusion bonded powder with 0,7% graphite and pressed to obtain two density values (6,8-6,9 and 7,0-7,1 g/cm³). Sintering was carried out in an industrial equipment, at 1120°C, 25 minutes soaking time in endogas atmosphere. The study was conducted by: HV5 macrohardness measurements; Optical and electronic microscopy; EDXS analysis;

HV0,05 microhardness measurements on the single phases; TPB mechanical tests.

The data obtained from the research allowed to find that on samples with thickness up to 10 mm, for both densities, the microstructure is very similar, while on samples of 10 mm thickness the residual austenite areas are greater and less scattered.

Starting from 40 mm thickness, for both densities, some microstructure differences between core and surface is visible. The observed phases are: very fine pearlite, upper bainite, austenite at various grades of transformation and residual austenite.

On external surfaces austenite tends to transform to lower bainite, mixed with martensite, while at core of the sample the transformation of austenite is less advanced and the quantity of pearlite-like structures increases.

The mechanical tests carried out on high density samples showed a transverse rupture strength greater if compared with the low density samples.

However for samples with thickness up to 40 mm, at both densities, the transverse rupture strength can be considered high enough for several mechanical applications.