Studio del processo di macinazione meccanica di un acciaio per lavorazioni a caldo

A. Fedrizzi, M. Pellizzari, M. Zadra, F. Dies

Gli acciai per lavorazioni a caldo sono caratterizzati da buona tenacità ed elevata durezza a caldo. La metallurgia delle polveri, grazie alla produzione di materiali con microstruttura più fine, consente di migliorare entrambe queste caratteristiche. In questo lavoro, una polvere di AISI H13 atomizzata in gas è stata macinata meccanicamente in modo da ridurre sia la dimensione delle particelle che la dimensione della grana cristallina. I risultati mostrano che dopo 1000 minuti di macinazione in un mulino planetario a sfere la dimensione del grano può essere ridotta in modo significativo fino a 15nm. L'elevato grado di deformazione introdotto nelle particelle attiva il processo di sinterizzazione e di conseguenza la polvere può essere sinterizzata a temperature e per tempi inferiori. Per produrre campioni ad alta densità e per mantenere la dimensione della grana fine (<1μm) la polvere è stata sinterizzata tramite Spark Plasma Sintering. La microstruttura e la durezza dei campioni prodotti da polvere macinata sono state investigate e confrontate con quelle di un materiale prodotto con polvere atomizzata.

Parole chiave: acciaio, sinterizzazione, metallurgia delle polveri

INTRODUZIONE

Gli acciai per lavorazioni a caldo sono stati sviluppati per ottenere una combinazione ottimale tra tenacità e durezza a caldo. La produzione di queste leghe segue per la maggior parte i tradizionali processi di fusione e colata ma oggigiorno i processi produttivi della metallurgia delle polveri attraggono un crescente interesse, soprattutto nel caso di produzione di componenti di alto valore per applicazioni speciali. Uno dei vantaggi di questo processo tecnologico consiste nella produzione di materiali con microstruttura fine ed omogenea, che consente di aumentare allo stesso tempo sia durezza che tenacità [1-2].

La macinazione meccanica (MM) e l'alligazione meccanica (MA) sono state utilizzate con successo per la produzione di differenti leghe [3-6] e di nuovi materiali compositi [7-10] con proprietà migliorate grazie all'elevato affinamento della microstruttura indotto da questi processi. L'affinamento sia della dimensione delle particelle che della dimensione della grana cristallina favorisce il processo di sinterizzazione portando alla produzione di materiali ad alta densità caratterizzati da migliori proprietà meccaniche [6, 10]. Nei mulini planetari a sfere questo processo di affinamento è il risultato dei continui impatti che avvengono all'interno della giara tra le particelle di polvere e le sfere. Durante questo processo ad alta energia le particelle di polvere vengono ripetutamente appiattite, saldate a freddo tra loro e frammentate [11].

Suryanarayana [12] ha studiato a fondo la MM e l'influenza dei vari parametri di processo tra i quali per esempio l'energia di macinazione, il rapporto in peso tra sfere e polvere (Ball to Powder Ratio, BPR). Tra tutti questi fattori, uno dei parametri principali è il tempo di macinazione. Per ogni singolo sistema di macinazione, a seconda del tipo di mulino, del livello di energia, del BPR e ovviamente del tipo di materiale, esiste un tempo di macinazione ottimale per il quale i fenomeni di frammentazione e di saldatura a freddo sono in equilibrio dinamico tra loro. A questo punto la polvere raggiunge il massimo affinamento, sia in termini di dimensione delle particelle sia di dimensione dei grani cristallini [11-12].

Come riportato in letteratura [8, 11-15], durante il processo di MM la polvere metallica subisce un'evoluzione morfologica e microstrutturale i cui stadi fondamentali sono riassunti qui di seguito. Inizialmente gli impatti delle sfere provocano la saldatura a freddo delle particelle di polvere metallica tenera e duttile, portando così alla formazione di

A. Fedrizzi, M. Pellizzari, F. Dies
Università di Trento, Trento (Italia)

M. Zadra
K4sint, Pergine Valsugana (Italia)

C	Mo	Cr	V	Mn	Si	O	N	Fe
0.41	1.60	5.10	1.10	0.35	0.90	0.0105	0.0383	bilancio

Tab. 1 - Composizione chimica dell'acciaio AISI H13 (% in peso).

Tab. 1- Chemical composition of AISI H13 steel (weight %).

grossi aggregati. Questo processo di saldatura causa un iniziale aumento della dimensione media delle particelle e provoca un considerevole cambiamento nella morfologia delle particelle, che diventano piatte e allungate invece che sferiche e tonde come sono invece le polveri atomizzate in gas [11, 13]. Gli aggregati sono caratterizzati da una microstruttura a lamelle in cui la spaziatura intra-lamellare è correlata al livello di deformazione introdotta nelle particelle durante macinazione. Queste lamelle sono il risultato del continuo allungamento ed allineamento che subisce la microstruttura equiassica dendritica prodotta durante solidificazione delle polveri [8, 12, 15]. Man mano che la macinazione procede le particelle di polvere subiscono un continuo incrudimento diventando sempre meno duttili e quindi cominciano a frammentarsi. A questo punto il processo di frammentazione prevale sulla saldatura a freddo e di conseguenza la dimensione delle particelle comincia a diminuire e la forma delle polveri torna ad essere nuovamente tondeggiante [11-12]. La spaziatura intra-lamellare viene costantemente diminuita a causa del susseguirsi degli impatti portando un continuo affinamento della microstruttura. Quando la dimensione delle particelle diventa molto piccola le particelle di polvere tendono a formare nuovamente aggregati. Il sistema a questo punto raggiunge uno stato di equilibrio nel quale la spinta all'agglomerazione e quella alla frammentazione sono bilanciate. La situazione che si determina individua la condizione ottimale per la macinazione, in cui la distribuzione granulometrica della polvere è molto stretta e la dimensione media delle particelle resta costante al valore minimo [11-12]. Oltre all'affinamento della dimensione delle polveri, il processo di MM causa anche la riduzione della dimensione della grana cristallina portando alla formazione di nanostrutture [14]. La spaziatura intra-lamellare diventa così fine da non risultare più risolvibile nemmeno al microscopio elettronico a scansione (Scanning Electron Microscope, SEM) e in aggiunta si attivano fenomeni di diffusione molto intensi che causano un'omogeneizzazione della composizione portando fino alla completa amorfizzazione del materiale per lunghi tempi di macinazione [8, 16].

In questo lavoro una polvere atomizzata in gas rispondente alla composizione dell'acciaio AISI H13 è stata macinata meccanicamente in modo da affinare la sua microstruttura. In particolar modo è stato studiato l'effetto del tempo di macinazione sull'evoluzione morfologica e microstrutturale della polvere.

Le polveri macinate sono state consolidate tramite Spark Plasma Sintering (SPS). Questa tecnologia consente di sinterizzare i materiali ad una temperatura inferiore e in minor tempo rispetto ad altri processi, come la sinterizzazione isostatica a caldo, consentendo di preservare la fine microstruttura ottenuta durante macinazione [6]. Si sono investigate inoltre la microstruttura e la durezza dei campioni sinterizzati.

PROCEDURE SPERIMENTALI

L'acciaio per lavorazioni a caldo selezionato per questo lavoro è una polvere atomizzata in gas rispondente alla designazione AISI H13. La morfologia è sferica, con il 94% delle particelle con diametro inferiore a 350μm (Fig. 1a). La polvere mostra una struttura dendritica sottolineata

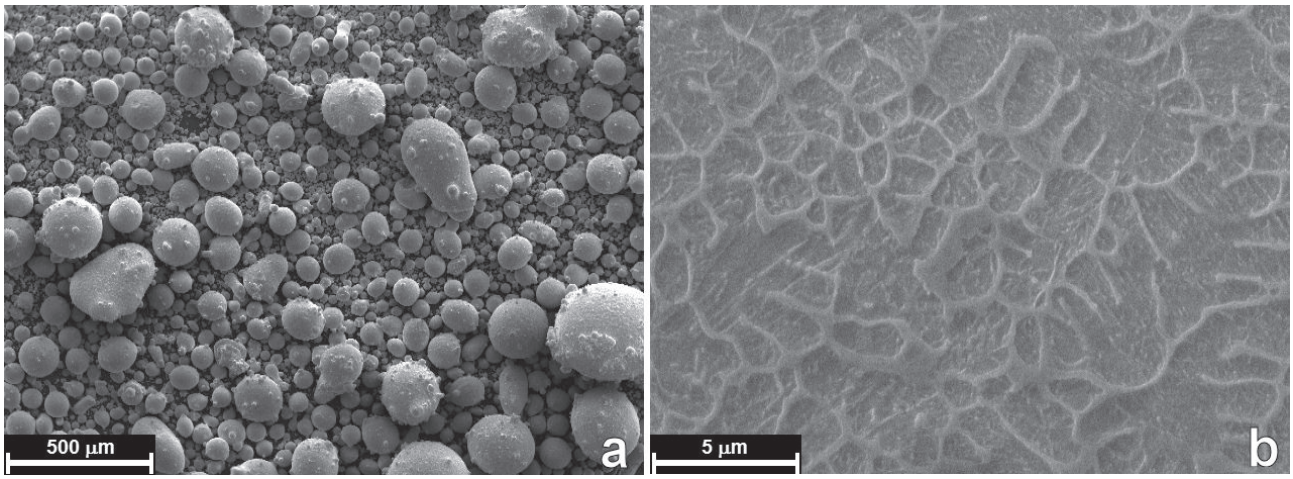

Fig. 1: Immagini al SEM della polvere di AISI H13: morfologia (a) e microstruttura (b).

Fig. 1: SEM images of the as atomized AISI H13powder: morphology(a) and microstructure (b).

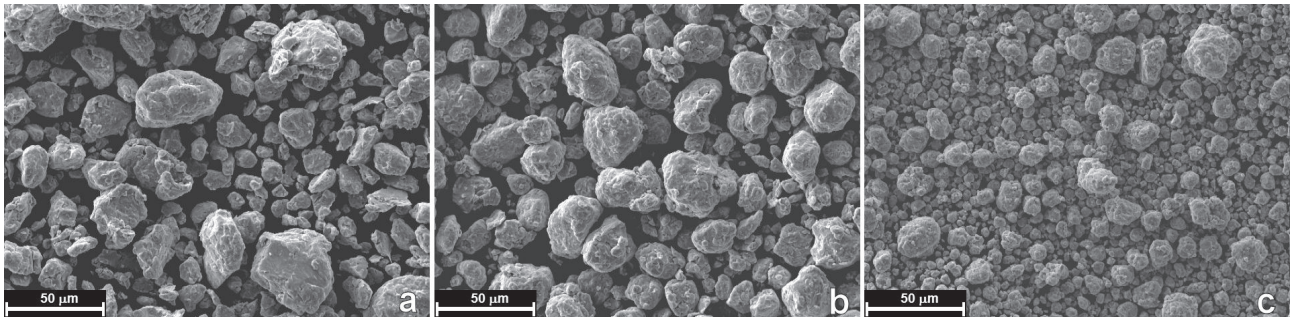

Fig. 2 - Immagini al SEM della polvere di AISI H13 macinata per 200min (a), 400min (b) e 1000min (c).

Fig. 2 - SEM images of the morphology of the AISI H13 powder milled for 200min (a), 400min (b) and 1000min (c).

dalle regioni di liquido soprassaturo che solidificano nella fase finale del processo (Fig. 1b). La composizione chimica dell'acciaio è riportata in Tab. 1.

La macinazione meccanica è stata eseguita in vuoto in un mulino planetario con una velocità di rotazione pari a 450rpm. Sono state utilizzate sfere di acciaio 100Cr6 (63HRC) di diametro 10mm e il BPR è stato fissato a 10:1. Per evitare un eccessivo surriscaldamento, sono stati impostati cicli di macinazione composti da 2 minuti di macinazione alternati a 9 minuti di pausa. Il tempo effettivo di macinazione analizzato copre l'intervallo tra 200 e 2000 minuti (200, 400, 600, 800, 1000 e 2000 minuti rispettivamente).

Per ciascun tempo di macinazione, la morfologia della polvere è stata osservata al SEM e la distribuzione granulometrica è stata misurata tramite un granulometro laser.

La dimensione dei cristalliti e della deformazione reticolare sono stati misurati tramite analisi di diffrazione ai raggi-x (X-Ray Diffraction, XRD). Gli spettri XRD sono stati ottenuti con una sorgente al Mo kα (λ = 0.7093). I dati sperimentali sono stati elaborati secondo il metodo Rietveld [17] utilizzando il software MAUD (Materials Analysis Using Diffraction) [18]. La microdurezza $HV_{0.01}$ delle polvere è stata misurata applicando 0.1N per 10 secondi.

Le polveri sono state consolidate nell'impianto DR. SINTER® SPS 1050. Sono stati sinterizzati dischi di diametro 20mm e altezza 5mm utilizzando uno stampo in graffite. I campioni sono stati sinterizzati a 1100°C per 1 minuto. La velocità di riscaldamento è stata impostata a 100°C/min e il carico uniassiale di 19kN, corrispondente a una pressione di 60MPa, è stato applicato alla temperatura di 600°C. Queste condizioni di sinterizzazione sono state scelte in accordo ai risultati di un precedente studio sulla sinterizzazione SPS di una polvere atomizzata di AISI H13 [19], solamente il tempo di mantenimento è stato ridotto a 1 minuto così da limitare la crescita della grana cristallina.

Dopo preparazione standard dei campioni metallografici e attacco chimico, la microstruttura delle polveri macinate e dei campioni sinterizzati è stata osservata al SEM. La dimensione della grana cristallina è stata misurata in accordo con la normativa ASTM E112 [20]. La durezza HV10 dei materiali sinterizzati è stata misurata secondo le indicazioni della normativa ASTM E92-08 [21].

RISULTATI E DISCUSSIONE

In Fig. 2 è mostrata l'evoluzione della morfologia della polvere all'aumentare del tempo di macinazione. Dopo 200min (Fig. 2a) le particelle sono leggermente appiattite mentre per tempi di macinazione più lunghi la morfologia torna ad essere tondeggiante. Negli stadi iniziali della macinazione si osserva la presenza di grossi aggregati (Fig. 2b). Aumentando il tempo di macinazione da 400 a 800 minuti la dimensione delle particelle diminuisce leggermente finché raggiunge il valore minimo dopo 1000min di macinazione (Fig. 2c). Un ulteriore aumento del tempo di macinazione non produce variazioni significative nella dimensione delle particelle. L'intervallo del tempo di macinazione studiato in questo lavoro copre tutti i cambiamenti di morfologia descritti in letteratura per altri sistemi [11-13].

Le curve cumulative della distribuzione granulometrica (Fig. 3a) confermano le osservazioni morfologiche descritte sopra. All'aumentare del tempo di macinazione le curve si spostano verso sinistra indicando che la dimensione della polvere sta diminuendo. La dimensione media delle particelle (Fig. 3b) cala molto rapidamente nei primi

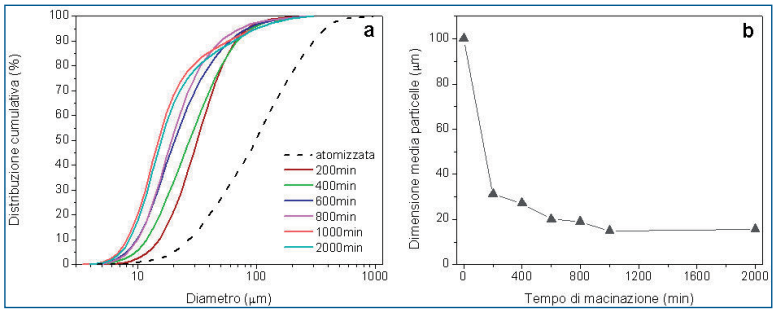

Fig. 3 - Curve cumulative della distribuzione granulometrica (a) e dimensione media delle polveri (b) in funzione del tempo di macinazione.

Fig. 3 - Cumulative curves of the particles size distribution (a) and mean powder particle size (b) as a function of milling time.

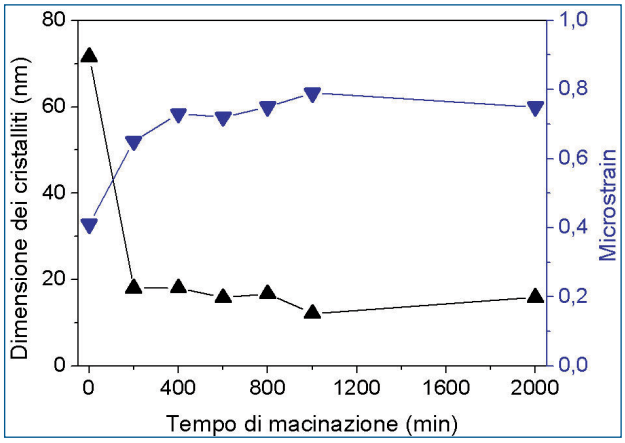

Fig. 4: Dimensione dei cristalliti e microstrain in funzione del tempo di macinazione.

Fig. 4: Crystallite size and microstrain as a function of milling time.

200min di macinazione, continuando a diminuire, anche se in modo meno intenso, fino a 1000min quando viene raggiunto il valore minimo. Per 2000min di macinazione la curva cumulata si sposta leggermente verso destra confermando che un tempo di macinazione superiore ai 1000min non comporta ulteriore beneficio all'affinamento della dimensione delle particelle.

La dimensione dei cristalliti e il microstrain della polvere atomizzata e delle polveri macinate misurati tramite XRD sono mostrati in Fig. 4. Il primo stadio della MM affina notevolmente la dimensione dei cristalliti grazie alla intensa deformazione indotta nelle particelle di polvere [14]. Dopo questa consistente riduzione iniziale, la dimensione dei cristalliti diminuisce ulteriormente all'aumentare del tempo di macinazione ma con una minor velocità di riduzione. Questo andamento è in buon accordo con quanto riportato in letteratura per altri sistemi [4, 10]. Anche la dimensione dei cristalliti raggiunge un valore minimo dopo 1000min di macinazione, confermando che a questo stadio della macinazione risultano ottimizzati sia la dimensione delle particelle che quella dei cristalliti. I dati del microstrain seguono un andamento complementare a quello della dimensione dei cristalliti. Il microstrain della polvere macinata risulta molto maggiore della polvere atomizzata già dopo 200min, per crescere poi più lentamente all'aumentare del tempo di macinazione fino a 1000min di macinazione, in corrispondenza del massimo. Per tempi superiori il microstrain diminuisce leggermente, probabilmente a causa di fenomeni di rilassamento degli sforzi dovuti all'aumento di temperatura registrato per lunghi tempi di macinazione. Si può concludere che macinazioni molto prolungate non apportano necessariamente un ulteriore affinamento della microstruttura. Le analisi XRD evidenziano la trasformazione di fase che avviene durante la macinazione. A causa del rapido raffreddamento durante atomizzazione, la polvere inizialmente è composta da martensite primaria e da circa il 14.7% in volume di austenite residua. Durante MM si ha la trasformazione indotta da sforzo della austenite in martensite [4, 6] e di conseguenza i picchi della austenite non sono presenti in nessuno degli spettri delle polveri macinate. Questa trasformazione è molto rapida e dopo 200 minuti di macinazione tutta la austenite residua è già completamente stata trasformata in martensite.

L'affinamento della microstruttura e l'incrudimento prodotti durante macinazione sono responsabili del progressivo aumento della microdurezza della polvere (Fig. 5). Data la

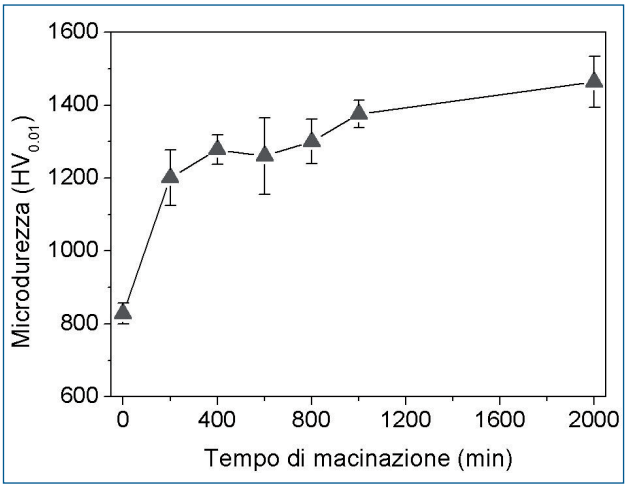

Fig. 5: Microdurezza ($HV_{0.01}$) delle polveri in funzione del tempo di macinazione.

Fig. 5: Milled powder microhardness ($HV_{0.01}$) as a function of milling time.

microstruttura composta prevalentemente da martensite primaria, la microdurezza della polvere atomizzata è $830HV_{0.01}$. Negli stadi iniziali della macinazione la trasformazione indotta da sforzo della austenite residua in martensite unitamente alle modifiche strutturali sopra citate provocano un rapido aumento della microdurezza, che raggiunge $1200HV_{0.01}$ dopo 200min di macinazione. All'aumentare del tempo di macinazione la dimensione dei cristalliti diminuisce progressivamente (Fig. 4) causando un aumento della microdurezza che arriva fino a $1460HV_{0.01}$ dopo 2000min di macinazione.

Le micrografie SEM della microstruttura delle polveri macinate (Fig. 6) mostrano l'evoluzione microstrutturale che avviene durante MM. La microstruttura dendritica che caratterizza le polveri atomizzate (Fig. 1b) viene allungata e deformata dagli impatti. Nelle prime fasi della macinazione la polvere presenta una microstruttura a lamelle (Fig. 6a) come descritto in letteratura per altri sistemi [8, 12, 15]. Man mano che il tempo di macinazione aumenta la spaziatura intra-lamellare diminuisce, si ha la formazione di alcuni micro-pori e la microstruttura diventa via via più omogenea (Fig. 6b). Dopo 1000 minuti è possibile riscontrare ancora alcune piccole aree con microstruttura lamellare all'interno delle particelle più grosse, mentre dopo 2000 minuti le aree con struttura lamellare sono completamente scomparse (Fig. 6c). Tutti i risultati

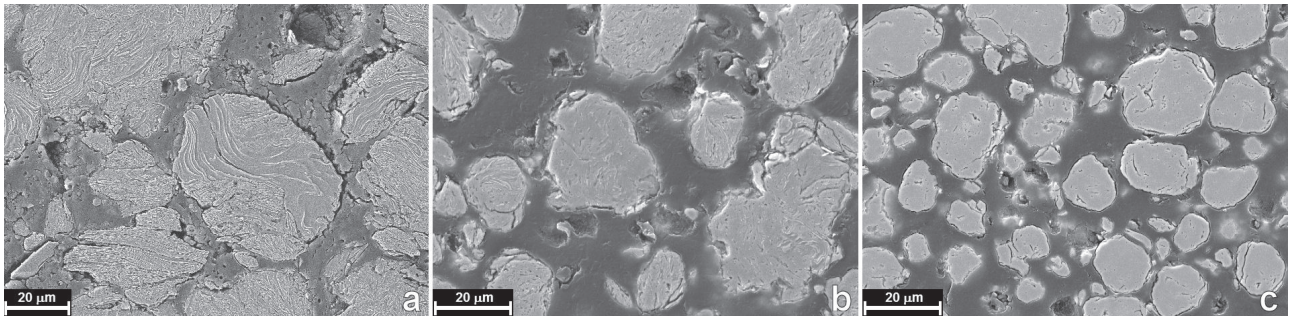

Fig. 6 - Immagini SEM della microstruttura delle polveri di AISI H13 macinate per 200min (a), 400min (b) e 2000min (c).

Fig. 6 - SEM images of the microstructure of the AISI H13 powder milled for 200min (a), 400min (b) and 2000min (c).

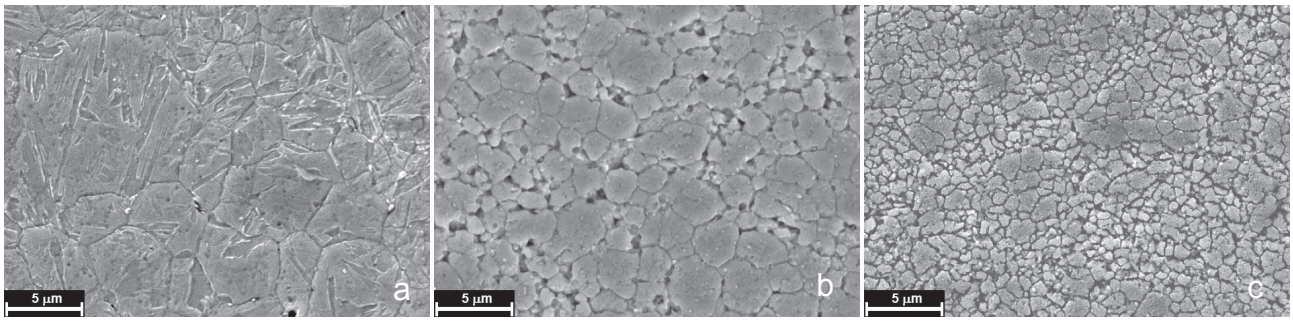

Fig. 7 - Immagini SEM della microstruttura dei campioni sinterizzati da polvere atomizzata (a) e da polvere macina per 200min (b) e 1000min (c).

Fig. 7 - SEM images of the microstructure of the sintered samples produced using as atomized powder (a) and using powder milled for 200min (b) and 1000min (c).

sulle caratteristiche analizzate delle polveri portano alla conclusione che per questo sistema 1000 minuti è il tempo di macinazione ottimale e che macinazioni più lunghe non portano miglioramenti significativi alle proprietà della polvere macinata.

La MM produce una microstruttura instabile, non in equilibrio termodinamico, in cui gli elementi in lega sono tutti in soluzione solida nella matrice ferrosa. Il riscaldamento durante il processo di sinterizzazione consente al materiale di raggiungere una condizione termodinamica più vicina all'equilibrio. Di conseguenza la microstruttura dei campioni sinterizzati è costituita da grani fini ed equiassiali di martensite con una fine dispersione di carburi tondeggianti. Il campione sinterizzato da polvere atomizzata (Fig. 7a) presenta la grana cristallina di dimensione maggiore. All'aumentare del tempo di macinazione la dimensione della grana cristallina diminuisce progressivamente (Fig. 7b-c), raggiungendo il minimo dopo 1000 minuti di macinazione (Fig. 7c). Dopo 2000min di macinazione la dimensione della grana cristallina aumenta leggermente di nuovo. L'evoluzione della dimensione della grana cristallina calcolata col metodo delle intercette è mostrata in Fig. 8. Presentando il più alto valore di microstrain (Fig. 4), ovvero la più alta barriere energetica alla crescita del grano [22],

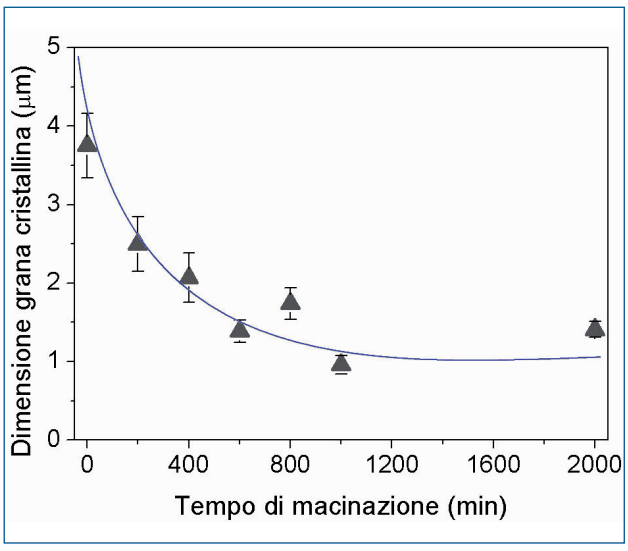

Fig. 8: Dimensione della grana cristallina dei campioni SPS in funzione del tempo di macinazione.

Fig. 8: Grain size of sintered sample as a function of milling time.

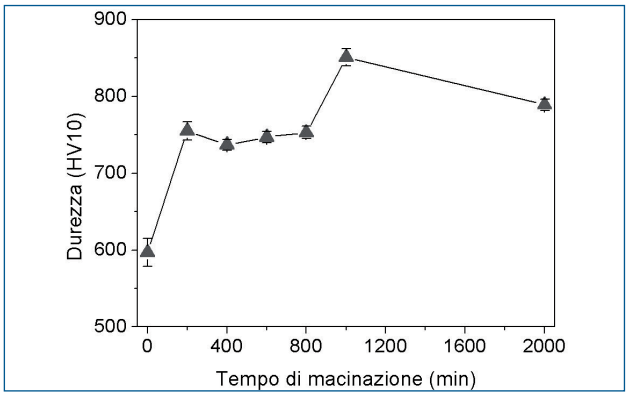

Fig. 9: Durezza dei campioni sinterizzati in funzione del tempo di macinazione.

Fig. 9: Hardness of the sintered samples as a function of the milling time.

la polvere macinata per 1000min risulta essere la migliore nel preservare l'affinamento ottenuto durante MM. Il campione sinterizzato mostra infatti la minor dimensione della grana cristallina dopo SPS a 1100°C.

I valori di durezza dei campioni sinterizzati sono presentati in Fig. 9. Dopo sinterizzazione il campione da polvere atomizzata presenta una durezza di 600HV10 grazie alla elevata velocità di raffreddamento che porta alla formazione di martensite e bainite [23]. La durezza aumenta fino a 755HV10 dopo 200min di macinazione, rimanendo circa costante a questo valore fino a 800 minuti di macinazione. Un successivo aumento del tempo di macinazione porta un ulteriore aumento di durezza che raggiunge il massimo a 1000min di macinazione. La minore dimensione della grana cristallina (Fig. 8) e la maggior durezza (Fig. 9) del materiale da polvere macinata per 1000min portano alla conclusione che questo tempo di macinazione rappresenta il punto di ottimizzazione delle proprietà dell'acciaio AISI H13 macinato.

CONCLUSIONI

In questo lavoro è stato studiato il processo di MM di un acciaio AISI H13 da polveri, con l'obbiettivo di affinarne la microstruttura. Tra i parametri che influenzano il processo di macinazione l'attenzione è stata centrata sul tempo di macinazione e sulla sua influenza sulle proprietà sia della polvere macinata che dei materiali sinterizzati.
All'aumentare del tempo di macinazione la polvere macinata subisce una serie di cambiamenti sia morfologici che microstrutturali in linea con quanto riportato in letteratura. Già dopo 200min di macinazione la polvere macinata mostra una consistente diminuzione sia della dimensione delle particelle che della dimensione dei cristalliti accompagnata da un rapido aumento della microdurezza. La minore dimensione delle particelle e la minor dimensione dei cristalliti sono entrambi raggiunti dopo 1000 minuti di macinazione. A questo stadio la microstruttura mostra il grado di affinamento maggiore ed è quasi completamente omogenea. Per tempi di macinazione maggiori la microdurezza della polvere aumenta leggermente ma tutte le altre caratteristiche restano essenzialmente invariate. Questi risultati consentono di concludere che per il sistema studiato 1000 minuti rappresentano il tempo di macinazione ottimale e che tempi di macinazione maggiori non migliorano in maniera significativa le proprietà della polvere macinata.
L'elevato grado di deformazione introdotto durante macinazione costituisce una barriera alla crescita della grana cristallina. I materiali sinterizzati sono caratterizzati da una microstruttura molto fine anche dopo Spark Plasma Sintering a 1100°C. Il campione sinterizzato da polvere macinata per 1000min presenta la minor dimensione media della grana cristallina (0.96μm) e la maggior durezza (850HV10) confermando il raggiungimento di proprietà ottimali in corrispondenza di questo tempo di macinazione.

RINGRAZIAMENTI

Gli autori ringraziano con riconoscenza il professor S. Maschio, Dipartimento di Chimica, Fisica e Ambiente (Università di Udine), per le analisi granulometriche laser.

RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI

[1] O. Grinder, "PM HSS and tool steels – present state of the art and development trends", in Tool Steels in the next century, proc of the 5th international conference on tooling, F. Jeglitsch, R. Ebner, H. Leitner, Eds. Leoben (Austria): University of Leoben, 1999, pp. 39-58.

[2] M. Rosso, D. Ugues, M. Actis Grande, "The challenge of PM tool steels for the innovation", J. Achiev. Mater. Manuf. Eng. 18 (2006) 175-178.

[3] P.S. Gilman, W.D. Nix, "The structure and properties of aluminum alloys produced by mechanical alloying: Powder Processing and Resultant Powder Structures", Metall. Transact. A12 (1981) 813-824.

[4] H. Huang, J. Ding, P.G. McCormick, "Microstructural evolution of 304 stainless steel during mechanical milling", Mater. Sci Eng. A216 (1996) 178-184.

[5] K. Oh-ishi, H.W. Zhang, T. Ohkubo, K. Hono, "Microstructure characterization of bulk nanocrystalline Fe–0.8C alloy produced by mechanical milling and spark plasma sintering" Mater. Sci. Eng. A456 (2007) 20-27.

[6] H. Zoz, K.Ameyama, S. Umekawa, H.Ren, D.V. Jaramillo, "The millers' tale: high-speed steel made harder by attrition", Metal Powder Report 58 (2003) 18-29.

[7] J.S. Benjamin, "Dispersion strengthened superalloys by mechanical alloying", Metall. Transact. 1 (1970) 2943-2951.

[8] J.S. Benjamin, T.E. Volin, “The mechanism of mechanical alloying”, Metall. Transact. 5 (1974) 1929-1934.

[9] M.S. El-Eskandarany, M. Omori, T.J. Konno, K. Sumiyama, T. Hirai, K. Suzuki, “Synthesizing of nanocomposite WC/MgO powders by mechanical solid state reduction and subsequent plasma-activated sintering”, Metall. Mater. Transact. A32 (2001) 157-164.

[10] L. Dai, Y. Liu, Z. Dong, “Size and structure evolution of yttria in ODS ferritic alloy powder during mechanical milling and subsequent annealing”, Powder Technol. 217 (2012) 281-287.

[11] D. Maurice, T.H. Courtney, “Modeling of mechanical alloying: part I. Deformation, coalescence and fragmentation mechanism”, Metall. Mater. Transact. A25 (1994) 147-158.

[12] C. Suryanarayana, “Mechanical alloying and milling”, Prog. Mater. Sci. 46 (2001) 1-184.

[13] I. Bailon-Poujol, J.-P. Bailon, G. L’Espèrance, “Ball-mill grinding kinetics of master alloys for steel powder metallurgy applications”, Powder Technol. 210 (2011) 267-272.

[14] H.J. Fecht, “Nanostructure formation by mechanical attrition”, Nanostruct. Mater. 6 (1995) 33-42.

[15] C. Çetinkaya, T. Findik, S. Özbilen, “An investigation into the effect of experimental parameters on powder grain size of the mechanically milled 17-4 PH stainless steel powders”, Mater. Des. 28 (2007) 773-782.

[16] E. Salahinejad, R. Amini, E. Askari Bajestani, M.J. Hadianfard, “Microstructural and hardness evolution of mechanically alloyed Fe-Cr-Mn-N powders”, J. Alloys Compd. 497 (2010) 369-372.

[17] H.M. Rietveld, “A profile refinement method for nuclear and magnetic structures”, J. Appl. Cryst. 2 (1969) 65-71.

[18] http://www.ing.unitn.it/~maud/ (ultimo accesso agosto 2012).

[19] M. Pellizzari, A. Fedrizzi, M. Zadra, “Influence of processing parameters and particle size on the properties of hot work and high speed tool steels by spark plasma sintering”, Mater. Des. 32 (2011) 1796-1805.

[20] ASTM E112-10 (Reapproved 2010), Standard test methods for determining average grain size.

[21] ASTM E92-82 (Reapproved 2003), Standard test method for vickers hardness of metallic materials.

[22] A. Molinari, S. Libardi, M. Leoni, P. Scardi, “Role of lattice strain on thermal stability of a nanocrystalline FeMo alloy”, Acta Mater. 58 (2010) 963-966.

[23] A. Fedrizzi, M. Pellizzari, “Properties of an 80%H13-20%M3:2 PM tool steel produced by spark plasma sintering”, in Proc. 3rd Int. IFHTSE Conf. on “Heat Treatment and Surface Engineering of Tool and Dies” (2011) Austria, R.S.E. Schneider Ed. pp.181-189.

Mechanical milling process of a hot work tool steel

Keywords: Hot work tool steels - Powder metallurgy – Sintering - Mechanical milling

Hot work tool steels are characterized by good toughness and good hot strength. Powder metallurgy allows the production of materials with a finer microstructure than wrought materials resulting in improved toughness and hardness. These properties can be further increased by mechanical milling. This process reduces the particle size and strongly refines the microstructure with a positive influence on sintering. In this work the mechanical milling process of an AISI H13 gas atomized powder has been investigated. The influence of milling time on the particle size and microstructural refinement has been investigated by scanning electron microscopy and X-ray diffraction, as well. Mechanical milling was performed in a planetary ball mill and results show both particle and grain size refinement. After 1000min of milling the powder achieves the smallest particle size (mean size 14.8μm) and the smallest grain size (15nm). The induced microstrain causes a strong strain hardening increasing the microhardness of the powder from 830$HV_{0.01}$ of the as atomized up to 1460HV0.01 after 2000min of milling. In order to produce highly dense sample and to preserve the fine microstructure, the milled powders were consolidated by Spark Plasma Sintering. This technique applies an uniaxial pressure and a pulsed continuous current to the powder assuring high heating rate and improved sintering. The microstrain induced by milling also activates the sintering process so that the powder could be sintered up to full density at lower temperature and in a shorter time compared to the as atomized powder. After sintering the materials show fine grain size, particularly in the sample milled for 1000min the grain size is 0.96μm. This sample is also characterized by the highest hardness (850HV10). Present results confirm that for the studied system a milling time of 1000min is an optimum condition and further milling do not bring considerable benefits.