

## Caratterizzazione microstrutturale degli acciai sinterizzati

M. R. Pinasco, G. Pellati

*Le caratteristiche dei materiali sinterizzati dipendono sinergicamente da molteplici fattori.*

*La microstruttura è in grado di fornire un quadro sintetico del prodotto ottenuto mediante una data serie di variabili di processo ed è direttamente correlata alle proprietà finali del sinterizzato.*

*La microstruttura dipende dalla natura dei materiali e dalle tecnologie di processo ma può essere usata per mettere a punto le proprietà ottimali del sinterizzato attraverso modifiche del processo stesso suggerite dal controllo metallografico. È allora indispensabile conoscere le microstrutture tipiche degli acciai sinterizzati, conoscere la relazione microstruttura-proprietà, mettere in relazione l'evoluzione microstrutturale coi differenti schemi di processo cui i vari tipi di acciai sono sottoposti. La metallografia si avvale di diverse tecniche sperimentali. Anche nella sua forma più semplice, preparazione idonea dei provini e microscopia ottica, l'esame metallografico, se svolto con particolare cura, è un potente mezzo, poco costoso, per la messa a punto ed il controllo del processo e delle proprietà del prodotto sinterizzato. Nel lavoro sono illustrati alcuni esempi di microstrutture di acciai sinterizzati e ne viene suggerita l'interpretazione.*

### PAROLE CHIAVE:

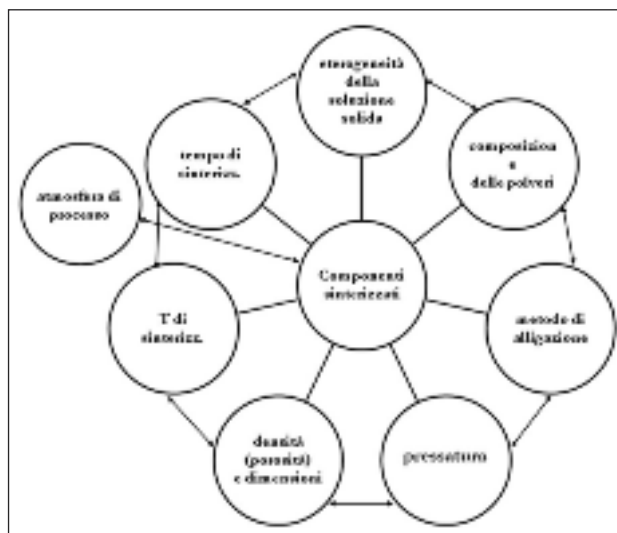
acciaio, sinterizzazione, metallurgia delle polveri, caratterizzazione materiali, metallografia, proprietà

### INTRODUZIONE

Le caratteristiche dei materiali sinterizzati dipendono sinergicamente da molteplici fattori (fig.1), tra cui la temperatura e il tempo di sinterizzazione, la densità (porosità), le dimensioni del pezzo, le condizioni di pressatura, la composizione delle polveri, il loro metodo di produzione e di alligazione, la costituzione e le caratteristiche della matrice metallica del sinterizzato, come la natura e la morfologia delle fasi e la presenza di eterogeneità nelle soluzioni solide.

La microstruttura è in grado di fornire un quadro sintetico del prodotto ottenuto mediante un dato insieme di variabili di processo ed è direttamente correlata alle proprietà finali del sinterizzato. Infatti la prestazione in esercizio di un componente in acciaio sinterizzato dipende dalle proprietà associate con la sua microstruttura, cioè con la distribuzione, la frazione di volume, la taglia e la morfologia delle porosità e dei vari costituenti microstrutturali che compongono una sezione macroscopica del componente ottenuto a partire da determinate polveri e con specifiche condizioni di processo. La microstruttura finale dipende dalla natura dei materiali e dalle tecnologie di processo ma può essere usata per mettere a punto le proprietà ottimali del sinterizzato attraverso modifiche del processo stesso suggerite dal controllo metallografico. È allora indispensabile:

- conoscere le microstrutture tipiche degli acciai sinterizzati
- conoscere la relazione microstruttura-proprietà
- mettere in relazione l'evoluzione microstrutturale coi differenti schemi di processo cui i vari tipi di acciai sono sottoposti.



**FIG. 1**  
**Rappresentazione della interdipendenza delle caratteristiche dei materiali sinterizzati dalla natura del materiale e dai fattori di processo.**

*Sketch of PM material characteristics interdependence on material constitution and process parameters.*

La metallografia si avvale di diverse tecniche:

- Tecniche di preparazione dei provini per l'esame microstrutturale
- Microscopia ottica
- Analisi d'immagine quantitativa
- Microscopia elettronica a scansione (SEM)
- Microanalisi EDS
- Misure di microdurezza.

Le misure di microdurezza vengono ormai considerate una tecnica "metallografica" in quanto, eseguite sulla superficie lucidata del

Maria Rosa Pinasco

Dipartimento di Chimica e Chimica Industriale (DCCI),  
Università di Genova, puppi@unige.it

Gabriella Pellati

DCCI - Università di Genova, attualmente presso AnsaldoEnergia,  
Genova, gabriella.pellati@aen.ansaldo.it

provino metallografico, possono fornire informazioni complementari all'esame microstrutturale assai importanti per l'interpretazione della natura delle fasi o dei costituenti, naturalmente quando le dimensioni di questi lo consentono. Esse diventano indispensabili quando, dopo trattamenti superficiali si voglia determinare il profilo di durezza ottenuto nella matrice metallica.

A questi metodi, possono essere affiancate, per necessità di ricerca e sviluppo e non di controllo qualità tecniche particolari e più sofisticate come

- Diffrazione elettronica di elettroni retrodiffusi (EBSD)
- Microdiffrattometria Raman.

## METALLOGRAFIA DEGLI ACCIAI SINTERIZZATI

Anche nella sua forma più semplice, preparazione dei provini e microscopia ottica, l'esame metallografico è un potente mezzo, poco costoso, per la messa a punto ed il controllo del processo e delle proprietà del prodotto sinterizzato.

L'analisi metallografica consta di due stadi fondamentali:

- la scelta e la preparazione di campioni significativi ed appropriati per evidenziare la microstruttura,
- l'interpretazione delle microstrutture.

Entrambi questi stadi sono critici; l'analisi microstrutturale può dare molte informazioni utili ma non può essere fatta da chiunque poiché occorre:

- conoscere modalità e limiti della preparazione dei provini,
- conoscere i concetti metallurgici che stanno alla base dell'interpretazione metallografica.

Solo in questo modo l'analisi metallografica diventa un mezzo primario per la messa a punto del prodotto e del processo e per la verifica della qualità del prodotto fornito.

## CAMPIONATURA DEI COMPONENTI SINTERIZZATI E MODALITÀ DI PREPARAZIONE DEI PROVINI

I provini devono essere prelevati in modo da essere significativi, in figura 2 è riportato un esempio di campionatura da un componente sinterizzato.

Successivamente i provini vengono generalmente inglobati in resine polimeriche di varia natura in grado di polimerizzare a caldo o a freddo. La scelta della resina è funzione dello stato metallurgico del provino e degli esami a cui è destinato. Per esempio, se si vuole sottoporre il campione all'esame al microscopio elettronico è necessario che esso sia conduttore e la scelta deve ricadere su una resina conduttrice (generalmente polimerizzante a caldo). La sgrassatura e la lucidatura del provino vengono fatte con la tradizionale pulitura meccanica, prima con dischi o carte abrasivi e infine con panni e polvere di diamante a grana sempre più fine (da 6 a 3, a 1 e a 0,25  $\mu\text{m}$ ).

Occorre tuttavia utilizzare qualche accortezza in più rispetto alla pulitura dei materiali massivi: poiché la porosità così come la sua morfologia e distribuzione sono fattori importanti per la definizione delle proprietà del componente sinterizzato il procedimento di pulitura non deve alterarla in nessun modo. La pressione di pulitura deve essere ridotta, tanto più quanto la matrice metallica è tenera infatti una pressione di lucidatura elevata può chiudere le porosità e/o alterarne la forma. Ne consegue che i risultati dell'analisi metallografica condurranno ad un materiale in apparenza più denso e con rotondità dei pori maggiore del reale, senza più corrispondenza con le proprietà mostrate dal componente.

Una buona preparazione di un provino comporta anche il passaggio in ultrasuoni, sia dopo ciascun stadio intermedio di lucidatura sia alla fine della procedura, per eliminare il materiale di pulitura residuo e gli eventuali ossidi formati all'interno dei pori durante la pulitura stessa.

Dopo lucidatura l'esame metallografico deve essere condotto prima senza attacco e successivamente dopo attacco.

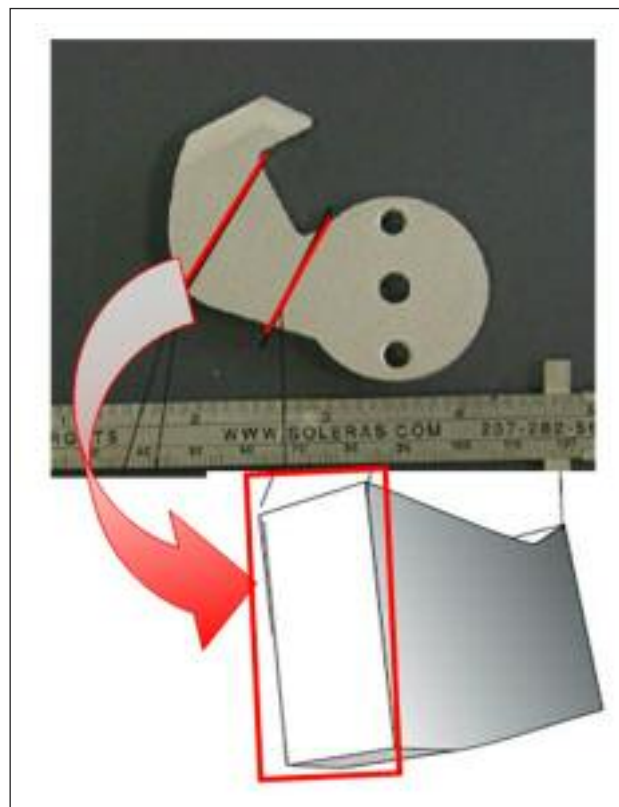


FIG. 2

**Esempio di prelevamento del campione per l'esame metallografico: la sezione scelta è significativa per l'individuazione delle caratteristiche principali del pezzo.**

*Example of sampling for metallographic examination: the selected section is significant for identification of the main features of the part.*

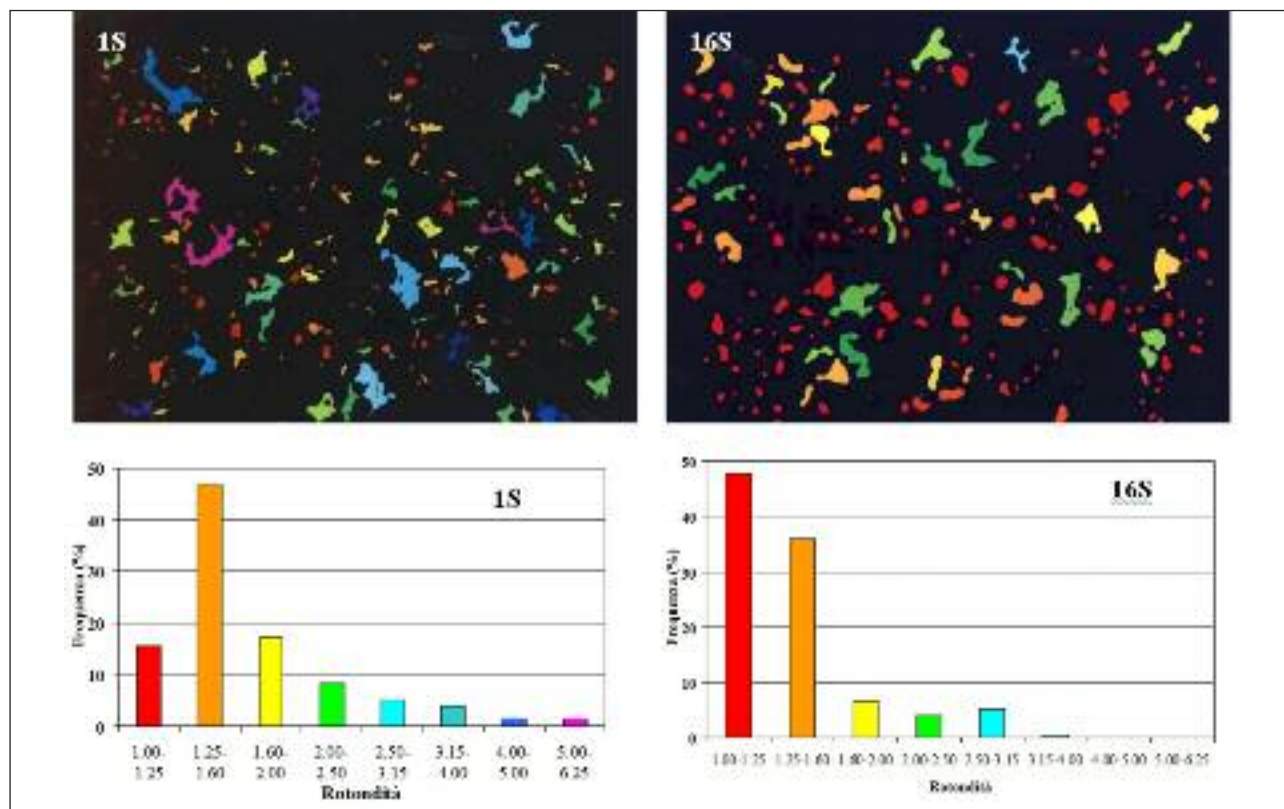
Dall'analisi metallografica senza attacco oltre alla presenza di ossidi, inclusioni, cricche... si può individuare e misurare la quantità, la distribuzione e la morfologia dei pori.

In figura 3 è riportata a titolo di esempio la valutazione, ottenuta mediante analisi quantitativa di immagine su una sezione del provino lucidata ma non attaccata, dell'indice di rotondità dei pori ( $R_0 = P^2/4\pi A$  dove  $R_0$  è la rotondità,  $P$  è il perimetro del poro e  $A$  è l'area della sezione trasversale; per  $R_0=1$  si hanno porosità circolari) e della sua distribuzione in funzione della ripetizione dei cicli di sinterizzazione. È evidente il notevole aumento della rotondità dei pori passando da un solo ciclo a sedici cicli per effetto dell'aumento del tempo di sinterizzazione. È ovvio che tale miglioramento non giustifica l'aumento dei costi del processo [1-3].

Dopo l'osservazione senza attacco, il provino viene in generale attaccato con Nital 1%; per le strutture degli acciai sinterotemprati può essere utile un ulteriore attacco con acido picrico in alcool. Per quel che riguarda la matrice metallica, non ci sono differenze tra il materiale massivo e il materiale sinterizzato: qualsiasi reattivo noto utile ad evidenziare le strutture martensitiche o bainitiche può essere usato anche per i materiali sinterizzati. Occorre fare maggiore attenzione nell'eliminare i residui di reattivo che tendono a rimanere all'interno dei pori.

L'attacco mette in evidenza le fasi e i costituenti microstrutturali presenti, la loro morfologia e distribuzione, la struttura dei grani, l'eterogeneità della composizione chimica della soluzione solida... Dall'omogeneità morfologica e chimica della microstruttura si può avere idea del grado di sinterizzazione ottenuto.

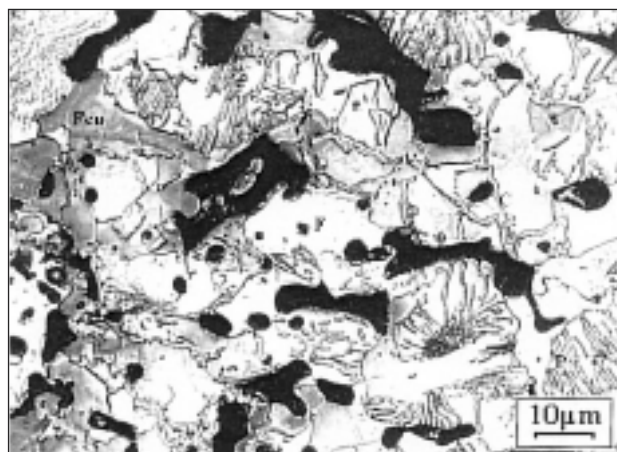
La figura 4 mostra la microstruttura ottenuta dopo attacco con Ni-



**FIG. 3**  
**Effetto della ripetizione di cicli termici sulla rotondità dei pori. Acciaio 0.6% C, 1.77% Ni, 1.56% Cu, 0.51% Mo, resto Fe. Polveri diffusion-bonded sinterizzate a 1120°C, in atmosfera di endogas, per un tempo di 30' (S1) e ulteriori sinterizzazioni ripetute nelle stesse condizioni per 16 volte (S16). Le condizioni di pressatura (500-550 MPa) e la velocità di raffreddamento (0.2°C/s) sono identiche.**

*Effect of repeated thermal cycles on the pore roundness. Steel 0.6% C, 1.77% Ni, 1.56% Cu, 0.51% Mo, bal. Fe. Diffusion-bonded powders sintered at 1120°C in endogas atmosphere, for 30' (S1) and subsequent sintering under the same conditions repeated for 16 times (S16). The conditions of pressing (500-550 MPa) and the cooling rate (0.2 °C/sec) are identical.*

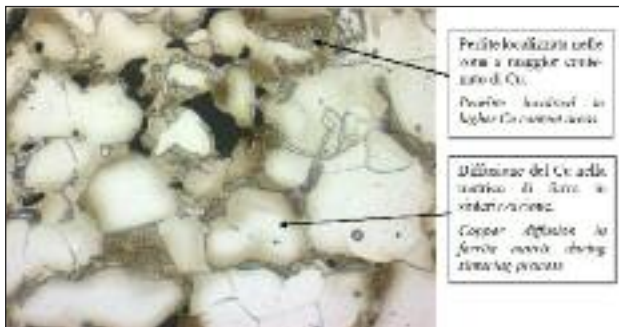
tal 1% di un acciaio di composizione 0.5% C, 2,5% Cu, resto Fe, sinterizzato a 1120°C per 30 minuti in atmosfera di endogas. La microstruttura è costituita principalmente da ferrite i cui giunti sono spesso sottolineati da nastri di cementite e perlite. La micrografia mette anche in evidenza l'eterogeneità di distribuzione del Cu, più concentrato in vicinanza dei pori dove la ferrite appare più scura. La figura 5 mostra la microstruttura di un acciaio sinterizzato di composizione C 0.1, Cu 2.5, MnS 0.5, Fe resto; in questo caso la ferrite è il costituente prevalente, in essa è ben evidente l'eterogeneità di concentrazione del rame (le zone più scure in vicinanza dei pori la cui intensità di colore diminuisce verso l'interno del grano); la perlite, minoritaria, è presente prevalentemente lungo i giunti dei grani ferritici ove il rame ha potuto diffondere più velocemente in fase di sinterizzazione. Il materiale è stato successivamente sottoposto a trattamento di ossidazione a vapore: i risultati ottenuti sono riportati in figura 6. Nella micrografia sono ben evidenti, di nuovo, il diverso colore della ferrite in funzione del contenuto di rame, residui di polveri di rame non disciolto nella matrice e, attorno ai pori, lo strato di ossidi di ferro che si è formato a seguito del trattamento.



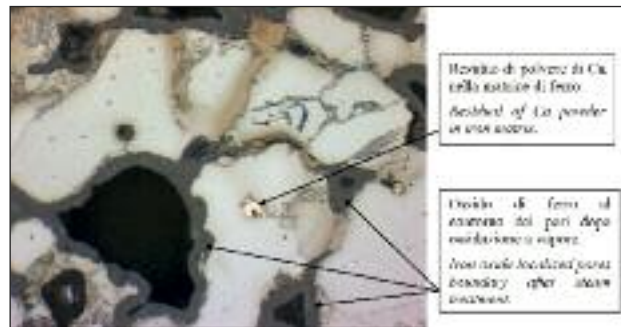
**FIG. 4**  
**(MO, 1000x) Acciaio 0.5% C, 2,5% Cu, bal. Fe sinterizzato a 1120°C per 30' in atmosfera di endogas. Micrografia ottica: ferrite (F), ferrite ricca in rame (Fcu), perlite (P), cementite ai bordi dei grani (C).**

*(OM, 1000x) 0.5% C steel, 2.5% Cu, bal. Fe sintered at 1120°C for 30' in endogas atmosphere. Optical micrograph: ferrite (F), iron-rich copper (Fcu), pearlite (P), cementite in grain boundaries (C).*

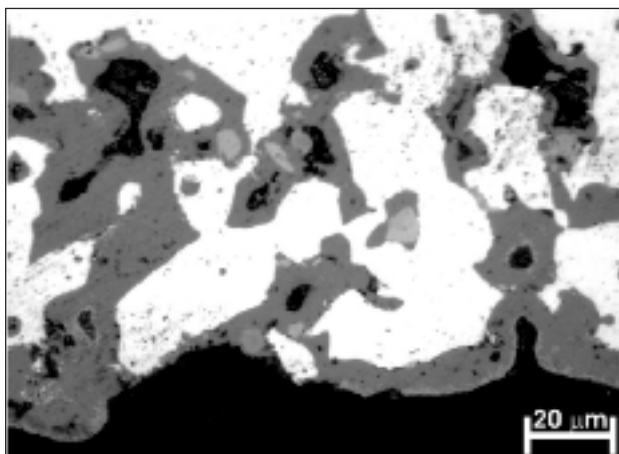
La figura 7, illustra il bordo esterno della sezione trasversale del componente ossidato a vapore. Lo spessore dello strato di ossido superficiale è irregolare: da un minimo di 2.4 µm, ad un massimo di 6 µm. Lo strato presenta colori differenti, più chiaro nella zona più esterna e più scuro nella parte sottostante. All'esame in microscopia elettronica (figura 8), vengono meglio definite le caratteristiche dello straterello di ossido superficiale, che risulta ef-



**FIG. 5**  
**(OM, 500x) Acciaio sinterizzato di composizione (%) C 0.1, Cu 2.5, MnS 0.5, Fe resto. Dopo attacco con Nital 1%.**  
*(OM, 500x) Sintered steel with composition C 0.1, Cu 2.5, MnS 0.5, Fe bal. after Nital etching.*



**FIG. 6**  
**(OM, 1000x attaccato con Nital 1%) Stesso acciaio di figura 5, dopo trattamento di ossidazione a vapore.**  
*(OM, 1000x etched with Nital solution 1%) Same steel of figure 5 after steam treatment.*

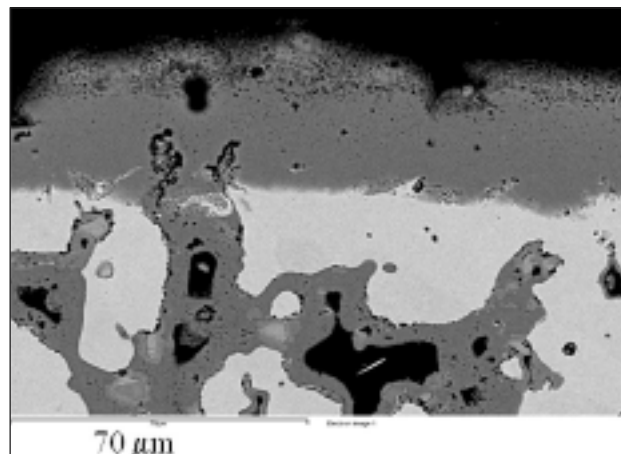


**FIG. 7**  
**(MO, 500x) Bordo esterno del campione di figura 6: lo spessore dello strato di ossido superficiale è irregolare da un minimo di minimo 2.4 μm ad un di massimo 6 μm (valore medio 4 μm). Lo strato presenta colori differenti, più chiaro nella zona più esterna e più scuro nella parte sottostante.**  
*(OM, 500x) Outer edge of figure 6 sample: the thickness of the oxide layer surface is uneven from 2.4 μm minimum to 6 μm maximum (average 4 μm). The layer has different colours, clearer in the outer and darker underneath.*

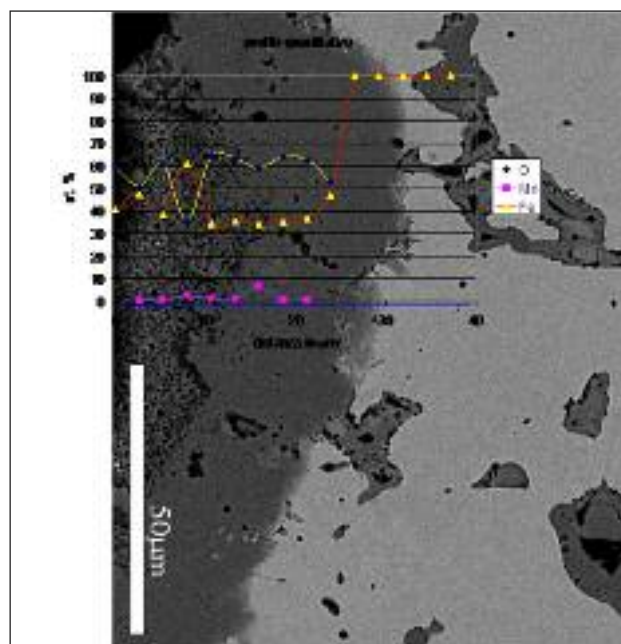
fettivamente formato da due strati: uno più esterno e molto poroso e uno più interno, esteso e compatto. Dalle analisi EDS del profilo di composizione quantitativo si riconosce la diversa composizione chimica delle differenti zone dello strato ossidato (figura 9). Mediante microdiffrazione Raman è stata individuata ematite nella zona più porosa esterna e magnetite nella zona più compatta; si fa presente che eterogeneità composizionale dello strato ossidato era già stata evidenziata dalla metallografia ottica [4]. Informazioni più dettagliate si possono avere con il microscopio

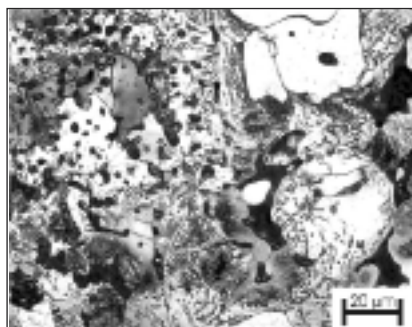
**FIG. 9**  
**(SEM- BSE) Dalle analisi EDS del profilo di composizione quantitativo si riconosce la diversa composizione chimica delle differenti zone dello strato ossidato.**

*(SEM-BSE) From quantitative profile of EDS analysis the different chemical composition of different areas of oxidized layer is recognizable.*



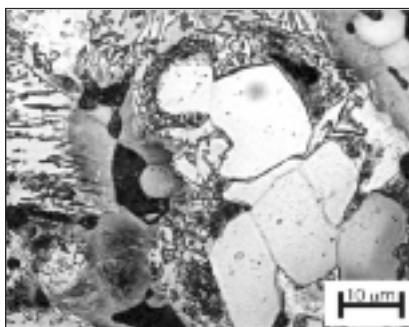
**FIG. 8**  
**(SEM- BSE) Stesso campione. Lo strato ossidato è formato da due strati: uno più esterno e molto poroso, l'altro più interno esteso e compatto.**  
*(SEM-BSE) Same sample. The oxidized layer is composed of two layers: one outer and very porous, the other one inner extended and dense.*





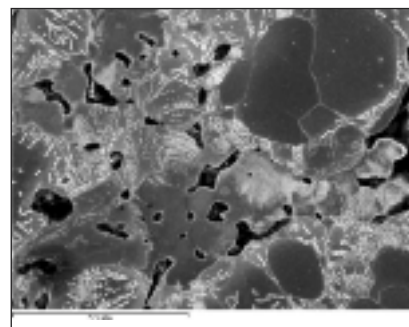
**FIG. 10**  
*(MO, 500x) Acciaio sinterizzato (codice AS) di composizione: 0.3% C, 1.75% Ni, 1.50% Cu, 0.50% Mo, resto Fe sinterizzato a 1120°C per 30'. Visione d'insieme; in alcune aree si osservano microporosità, numerosi sono i costituenti presenti.*

*(OM, 500x) Sintered steel (Code AS) of the composition: 0.3% C, 1.75% Ni, 1.50% Cu, 0.50% Mo, bal. Fe, sintered at 1120° C for 30'. Overview, microporosity is observed in some areas, many constituents are present.*



**FIG. 11**  
*(MO, 1000x) Materiale AS. Prevalente bainite superiore con differenti morfologie anche "a basso tenore di carbonio", ferrite, austenite residua e in via di trasformazione (la matrice intorno ai pori che appare più scura).*

*(OM, 1000x) Material AS. Prevailing upper bainite with different morphologies also "low-carbon", ferrite and retained and transforming austenite (the matrix around the pores, which appear darker).*



**FIG. 12**  
*(SEM; SE) Materiale AS. Bainite superiore anche "a basso contenuto di carbonio", ferrite, austenite residua in via di trasformazione.*

*(SEM, SE) Material AS. Upper bainite also "low carbon", ferrite, retained and transforming austenite.*

elettronico per lo studio del processo, ma il semplice esame in microscopia ottica, se ben realizzato, è in grado di fornire le informazioni necessarie alla gestione del processo.

## CARATTERIZZAZIONE MICROSTRUTTURALE DI ACCIAI SINTERIZZATI DA POLVERI DIFFUSION BONDED

L'esame microstrutturale è fonte di molte informazioni quando l'acciaio sinterizzato è ottenuto a partire da polveri diffusion bonded. Infatti, in fase di sinterizzazione i processi diffusivi non avvengono completamente e, in particolare per il nichel, si realizzano profili di concentrazione diversi a partire dal poro, ove la concentrazione è maggiore, procedendo verso l'interno della polvere di ferro ove l'alligante può anche essere assente. Corrispondentemente, al raffreddamento dopo la sinterizzazione, si originano fasi e costituenti microstrutturali differenti. All'interno di costituenti microstrutturali come le bainiti, l'ampiezza delle composizioni chimiche locali si riflette nelle varie morfologie di questi costituenti (bainite superiore "a pettine", più aciculare, a più alto contenuto di alliganti, fino alla bainite superiore a "basso contenuto di carbonio" o "granulare" a minor alligazione). La presenza nella microstruttura di un più grande numero di fasi e di una più grande varietà di morfologie dei costituenti microstrutturali evidenzia una minore omogeneità e uniformità del sinterizzato.

Le figure 10 e 11 mostrano la microstruttura di un acciaio sinterizzato (codice AS) di composizione 0.3% C, 1.75% Ni, 1.50% Cu, 0.50% Mo, resto Fe, sinterizzato a 1120°C per 30 minuti. È presente bainite superiore, prevalente, con differenti morfologie anche "a basso tenore di carbonio", ferrite, austenite residua e in via di trasformazione dove la matrice intorno ai pori appare più scura. In alcune aree si osservano microporosità caratteristiche del processo di produzione delle polveri di ferro.

La visione al SEM, figura 12, mostra più chiaramente i particolari dei costituenti microstrutturali e i gradi di trasformazione dell'austenite in diversi costituenti. L'austenite residua è in via di trasformazione in martensite a bastoncini (figura 13), in struttura mista bainite inferiore/martensite (figura 14) o in alcuni casi in bainite superiore (figura 15).

Le diverse strutture sono il risultato della diversa composizione

locale della soluzione solida austenitica originaria. La figura 16 e il relativo profilo di composizione chimica, realizzato mediante microanalisi quantitativa EDS, testimoniano quanto asserito: gli alliganti sono in quantità superiore in prossimità del poro (punto 1) ove è presente l'austenite in via di trasformazione e diminuiscono via via il loro tenore passando attraverso le bainiti (punti 2, 3 e 4) fino ad arrivare alla ferrite, più lontana dal poro, ove gli alliganti sono praticamente assenti (punti 5 e 6).

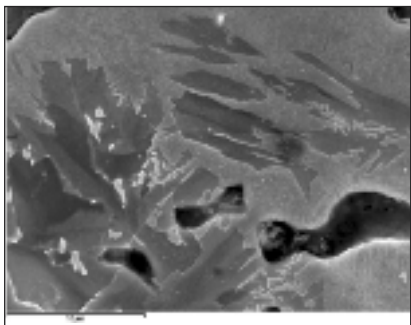
L'esame metallografico è stato un mezzo molto potente per evidenziare la differente risposta allo stesso processo di sinterizzazione di polveri definite nominalmente uguali, di uguale composizione chimica ma di produttori diversi.

Le misure di grandezze "macroscopiche" sono apparse poco sensibili per differenziare gli acciai ottenuti, mentre approcci più sofisticati, come l'analisi delle microstrutture e la valutazione dell'eterogeneità della soluzione solida mediante microanalisi EDS sono apparsi in grado di evidenziare tali differenze [5 - 9].

Le micrografie ottiche di figura 17 e 18 mostrano la microstruttura di un acciaio sinterizzato (codice BS) prodotto da polveri di analoga composizione al materiale AS, sinterizzato nelle stesse condizioni ma ottenuto da polveri fornite da altro produttore. È presente bainite superiore a diverse morfologie anche a pettine, piccole quantità di perlite finissima, ferrite, austenite a diverso grado di trasformazione prevalentemente in strutture aciculari. Sono minoritarie le fasi estreme (austenite residua e ferrite) e i prodotti di trasformazione dell'austenite sono più limitati (figura 19).

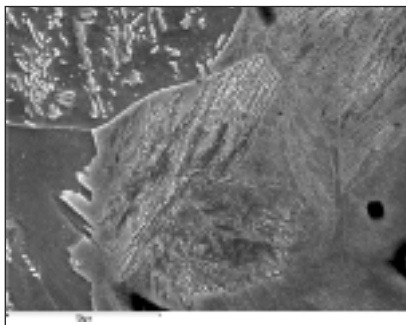
Se si confrontano le micrografie ottiche (figura 20A e B) a piccolo ingrandimento dei materiali AS e BS è ben evidenziata la quantità inferiore di ferrite e la presenza di elementi strutturali più piccoli nel materiale BS. Dall'analisi microstrutturale effettuata si può dedurre che nel materiale BS si è verificato una maggiore diffusione e quindi minore eterogeneità nella soluzione solida con conseguente maggior uniformità di alligazione e trasformazione di tutta la matrice a temperature più basse. Anche l'analisi delle distribuzioni delle microdurezze si è mostrata sensibile alle differenze tra i sinterizzati, e i risultati ottenuti sono in accordo con la caratterizzazione microstrutturale [5 - 9].

L'analisi metallografica è in grado di evidenziare facilmente l'ef-



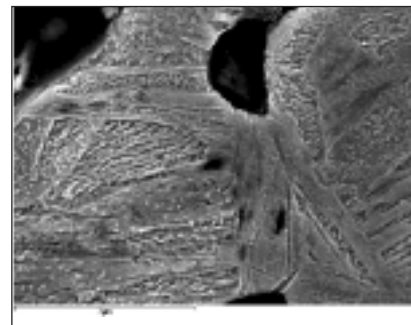
**FIG. 13**  
*(SEM, SE) Materiale AS. Austenite in via di trasformazione in martensite a bastoncelli.*

*(SEM, SE) Material AS. Transforming austenite in lath martensite.*



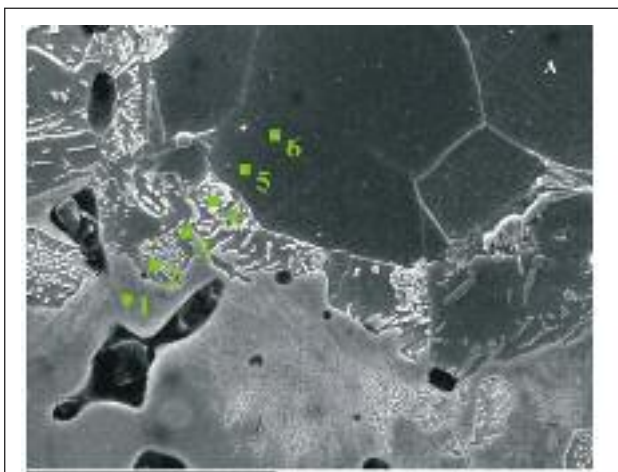
**FIG. 14**  
*(SEM, SE) Materiale AS. Ferrite, bainite superiore, austenite trasformata in struttura mista bainite inferiore/martensite a bastoncelli.*

*(SEM, SE) Material AS. Ferrite, upper bainite, austenite transformed into lower bainite/lath martensite mixed structure.*



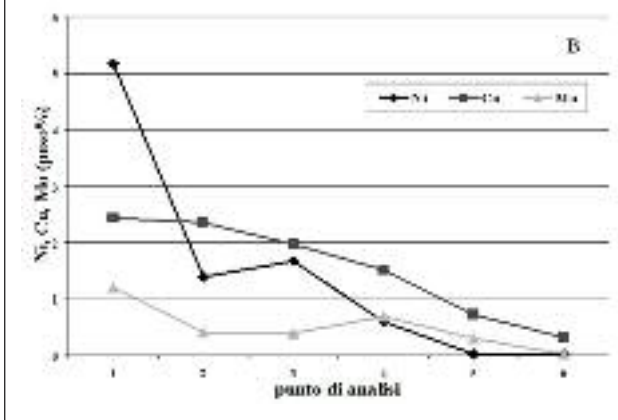
**FIG. 15**  
*(SEM, SE) Materiale AS. Austenite completamente trasformata in bainite superiore, bainite inferiore e martensite a bastoncelli.*

*(SEM, SE) Material AS. Austenite completely transformed into upper bainite, lower bainite and lath martensite.*



**FIG. 16**  
*(SEM,SE) A) Le diverse strutture sono il risultato della diversa composizione locale della soluzione solida austenitica originaria. B)Variazione del tenore degli alliganti dalla zona più vicino al poro alla ferrite interna che giustifica la presenza delle diverse fasi e delle diverse morfologie dei costituenti microstrutturali.*

*(SEM, SE) A) The different structures are result of different local original austenitic solid solution composition. B) Variation in content of alloying elements from the area closest to the pore to internal ferrite which justifies the presence of different phases and different microstructural constituents morphologies*



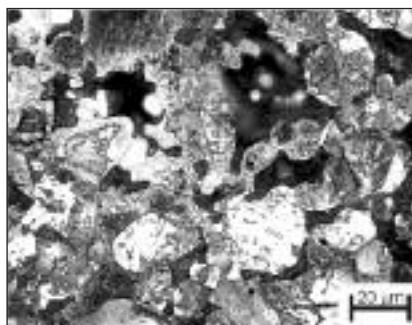
fetto della diversa temperatura di sinterizzazione. Polveri di analoga composizione 0.3% C, 1.75% Ni, 1.50% Cu, 0.50% Mo, resto Fe sono state sinterizzate a 1120°C (codice CS) e 1180°C (codice CH) entrambe per 30 minuti.

La figura 21 A e B mostra la diminuzione della quantità di ferrite presente dopo sinterizzazione a 1180°C (CH) a confronto con le condizioni di sinterizzazione standard (CS).

Nel materiale CS (figure 22 e 23) sono presenti bainite superiore con differenti morfologie, ferrite, piccole quantità di perlite fine o finissima ed austenite sia residua sia a diversi gradi di trasfor-

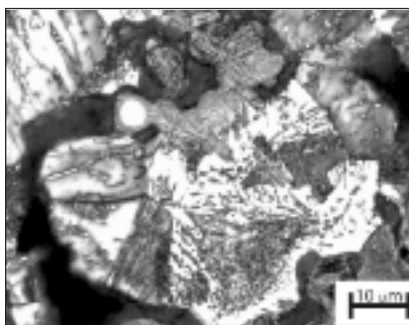
mazione in martensite a bastoncelli, in bainite superiore o, in minor misura in bainite inferiore.

La varietà di fasi presenti, la varietà di trasformazione dell'austenite e gli ampi intervalli di composizione per ciascuna fase (rilevate mediante analisi EDS) sono correlati all'eterogeneità di composizione della soluzione solida austenitica originale. Nel materiale CH (figure 24 e 25) invece la bainite superiore è prevalentemente a morfologia "aciculare" e il prodotto di trasformazione dell'austenite è quasi sempre martensite a bastoncelli; è assente l'austenite residua e la ferrite è in minor quantità.



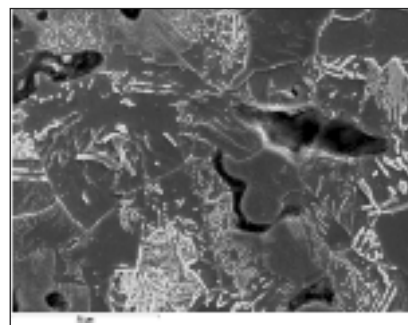
**FIG. 17**  
*(OM, 500x) Materiale BS. È presente bainite superiore a diverse morfologie anche a pettine, piccole quantità di perlite finissima, ferrite, austenite a diverso grado di trasformazione prevalentemente in strutture aciculari. Sono minoritarie le fasi estreme (austenite residua e ferrite).*

*(OM, 500x) Material BS. There is more different bainite morphologies also needle shaped, small amounts of fine pearlite, ferrite, austenite at different transformation levels, predominantly in acicular structures. Extreme phases (austenite and ferrite) are minority.*



**FIG. 18**  
*(OM, 1000x) Materiale BS, i prodotti di trasformazione dell'austenite sono più limitati.*

*(OM, 1000x) Material BS, austenite transformation products are more limited.*

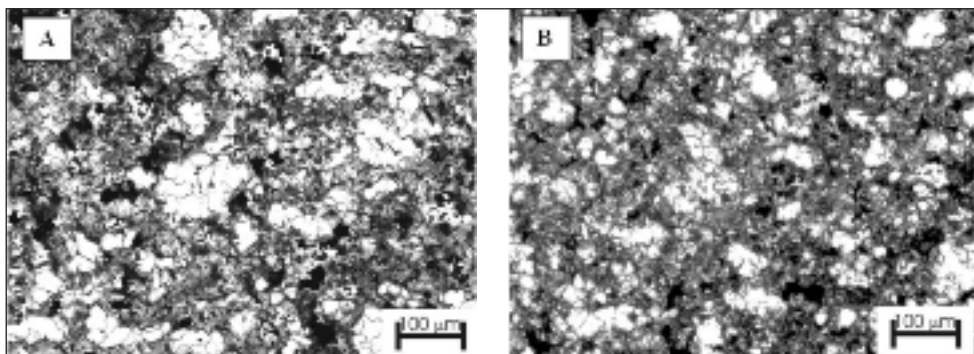


**FIG. 19**  
*(SEM, SE) Materiale BS, maggiore acicularità dei costituenti bainitici, maggiore presenza di bainite a pettine.*

*(SEM, SE) Material BS, bainitic constituents are more acicular, the greater presence of needle shape bainite.*

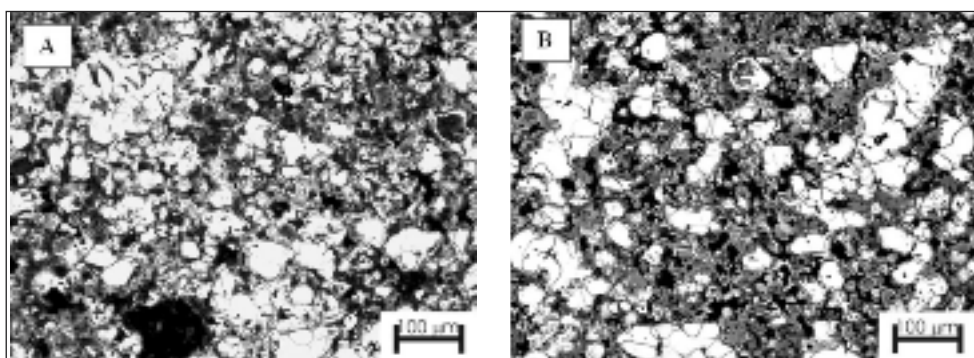
**FIG. 20**  
*(MO, 100x) Materiale AS e BS. Si osserva quantità inferiore di ferrite ed elementi strutturali più piccoli nel materiale BS (B) rispetto al materiale AS (A).*

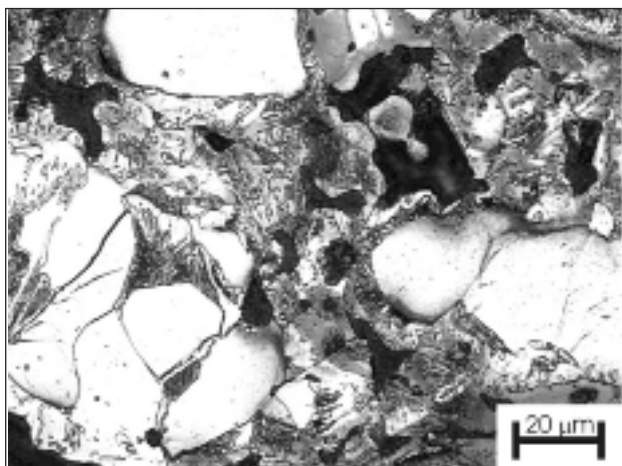
*(OM, 100x) Material AS and BS. It looks smaller amount of ferrite and smaller structural elements in material BS (B) compared to material AS (A).*



**FIG. 21**  
*(MO, 100x) Materiale CS e CH. Effetto della temperatura: diminuzione della quantità di ferrite presente dopo sinterizzazione a 1180 °C (B) a confronto con le condizioni di sinterizzazione standard (A).*

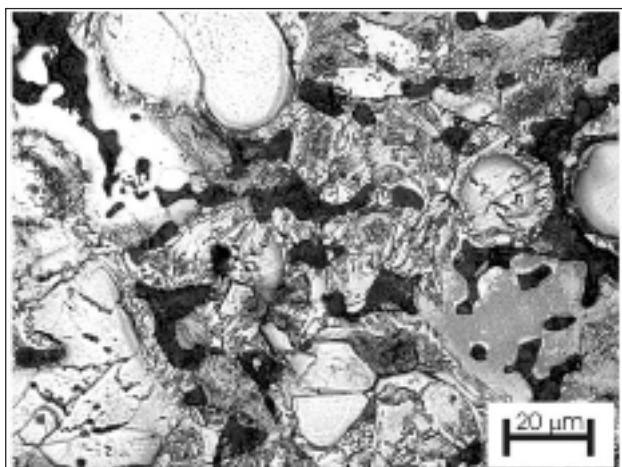
*(OM, 100x) Material CS and CH. Temperature effect: ferrite amount after sintering at 1180 °C (B) decreases if compared with standard sintering conditions one (A).*





**FIG. 22**  
*(MO, 500x) Materiale CS. Si osserva bainite superiore con differenti morfologie, ferrite, piccole quantità di perlite fine o finissima ed austenite sia residua sia a diversi gradi di trasformazione in martensite a bastoncini, in bainite superiore o, in minor misura in bainite inferiore.*

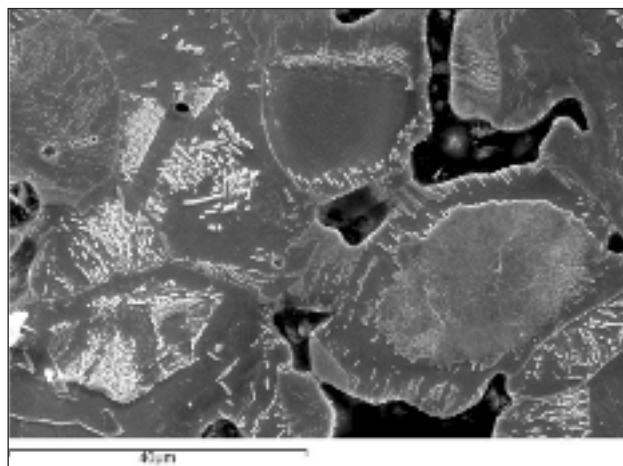
*(OM, 500x) Material CS. Upper bainite is observed with different morphologies, ferrite, small amounts of fine and very fine pearlite, residual austenite and in several transformation degrees: lath martensite, upper bainite or lower bainite in lesser extent.*



**FIG. 24**  
*(MO, 500x) Materiale CH. Effetto della temperatura che porta alla formazione di bainite superiore "aciculare", prodotti di trasformazione aciculare dell'austenite prevalentemente martensite a bastoncini, assenza di austenite residua, minor quantità di ferrite.*

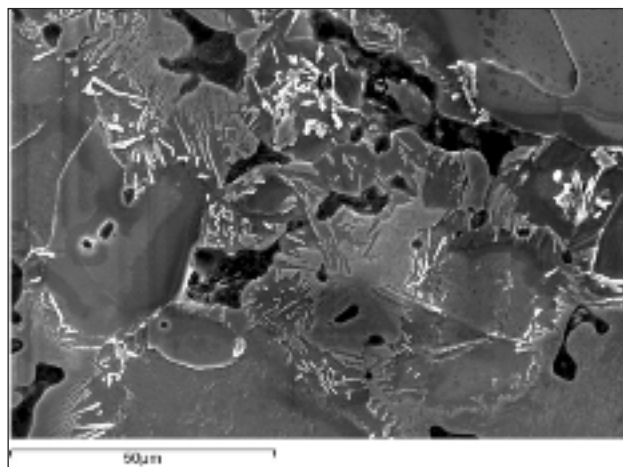
*(OM, 500x) Material CH. The temperature effect leads to "acicular" upper bainite formation, austenite transformation in acicular products predominantly lath martensite, retained austenite absence and lower ferrite amounts.*

La minore varietà dei costituenti microstrutturali presenti e la minore varietà di trasformazione dell'austenite sono dovute alla minore eterogeneità di composizione della soluzione solida austenitica originale. Le analisi quantitative EDS hanno permesso di evidenziare la distribuzione degli alliganti (Ni e Cu) dopo i diversi processi di sinterizzazione. Per effetto della maggiore temperatura di sinterizzazione (materiale CH) si ha massima frequenza dei tenori di alliganti nell'intervallo che comprende i valori nominali ed



**FIG. 23**  
*(SEM,SE) Materiale CS. Particolare dei diversi costituenti e della trasformazione dell'austenite.*

*(SEM, SE) Material CS. Detail of the different constituents and austenite transformation.*



**FIG. 25**  
*(SEM,SE) Materiale CH. Particolare dei diversi costituenti e della trasformazione dell'austenite.*

*(SEM, SE) Material CH. Detail of the different constituents and austenite transformation.*

inoltre spariscono le "code" ad alte concentrazioni legate alla scarsa diffusione (figura 26 A e B).

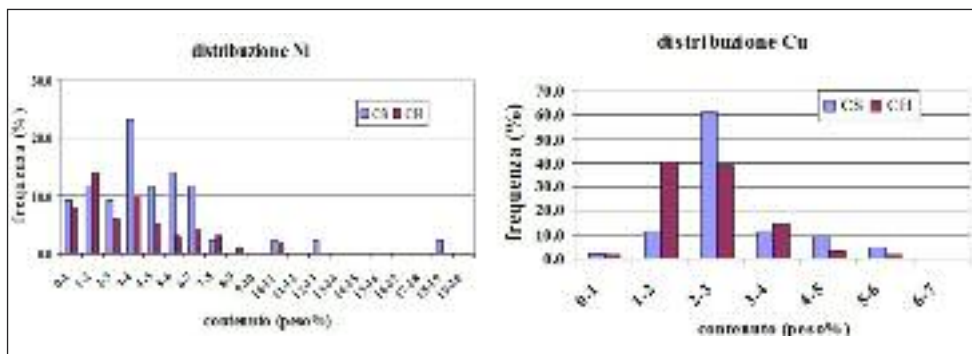
Concludendo, per effetto della temperatura, si ha una minore disuniformità delle fasi presenti dovuta a maggiore omogeneizzazione della matrice austenitica per effetto della diffusione a temperatura superiore (confermato da analisi EDS); di conseguenza si ha un abbassamento della temperatura di inizio trasformazione dell'austenite, una diminuzione della quantità di ferrite sepa-



**FIG. 26**

**Effetto della temperatura. Distribuzione di Ni e Cu nei materiali CS e CH.**

*Temperature effect: distribution of Ni and Cu in materials CS and CH.*



rata, la bainite superiore a morfologia caratteristica delle temperature più basse e l'austenite residua in generale è più trasformata e comunque in strutture più aciculari.

### LA METALLOGRAFIA NELLA DETERMINAZIONE DELLE ANOMALIE DI PROCESSO

L'esame metallografico è un mezzo molto potente per mettere in evidenza le anomalie di processo. La figura 27 mostra un particolare di produzione industriale, pressato al "verde" con densità 7.0g/cm<sup>3</sup>, ottenuto da polveri premiscelate: A1 + 2% Cu + 0.8% C, sinterotemperato in forno a trasporto combinato in atmosfera N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub> (90/10) a 1160°C per 30 minuti e raffreddato con velocità di 2°C/s. Come si può osservare dalla micrografia di figura 28, che rappresenta un particolare della sezione trasversale del bordo esterno del componente, la microstruttura mette in evidenza la presenza di molta ferrite e poca perlite. Al contrario nella zona interna del componente (figura 29) si ha perlite nella quasi totalità e pochissima ferrite, quest'ultima microstruttura perlitica è caratteristica del contenuto di carbonio previsto, mentre la zona di bordo testimonia che è avvenuto un evidente fenomeno di decarburazione [9].

### TRATTAMENTI SUPERFICIALI: LA CARBONITRURAZIONE

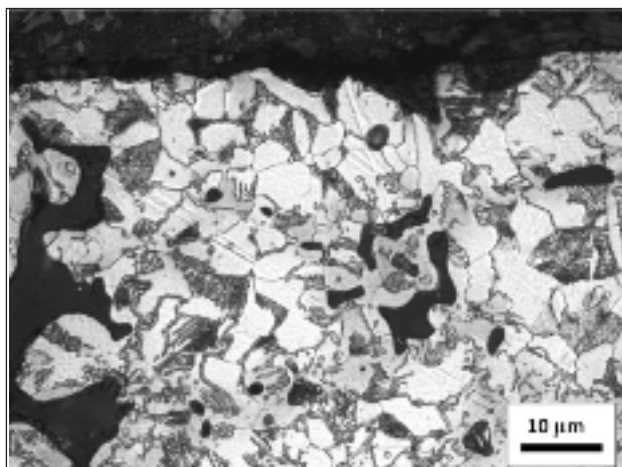
Esempi di microstrutture di acciai sinterizzati sottoposti al trattamento di carbonitrurazione sono riportati dalla figura 30 alla figura 35. L'acciaio sinterizzato in condizioni normali, ottenuto da polveri diffusion bonded "DE" (1,5% Cu, 4,0% Ni, 0,5% Mo), è stato sottoposto ad un trattamento di carbonitrurazione in condizioni



**FIG. 27**

**Particolare di produzione industriale ottenuto da polveri premiscelate: A1 + 2%Cu + 0.8% C, sinterotemperato in forno a trasporto combinato in atmosfera N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub> (90/10) a 1160°C per 30' e raffreddato con velocità di 2°C/sec.**

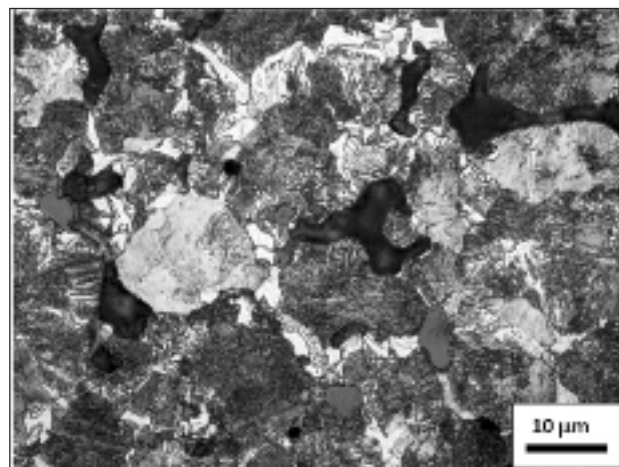
*Detail of industrial component obtained from premixed powders A1 + 2% Cu + 0.8% C, sinter-hardened in belt furnace under N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub> (90/10) atmosphere at 1160°C for 30 minutes and with 2°C/sec cooling rate.*



**FIG. 28**

**(OM, 1000x) Particolare bordo esterno decarburato con molta ferrite e poca perlite.**

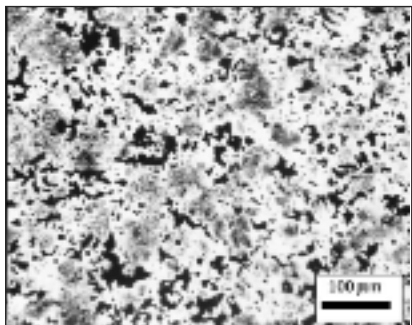
*(OM, 1000x) Detail of outer decarburized zones with a large amount of ferrite and very little pearlite.*



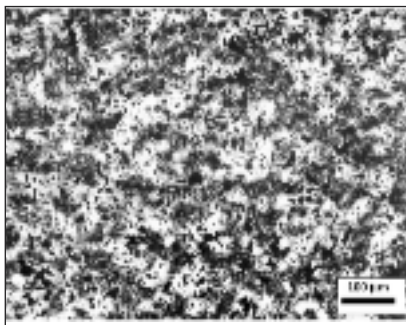
**FIG. 29**

**(OM, 1000x) Particolare zona interna del componente che non ha interagito con l'atmosfera in raffreddamento: perlite e pochissima ferrite.**

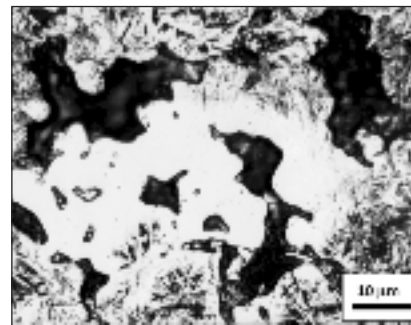
*(OM, 1000x) Detail of component core that has not interacted with cooling atmosphere: prevailing pearlite and little ferrite.*



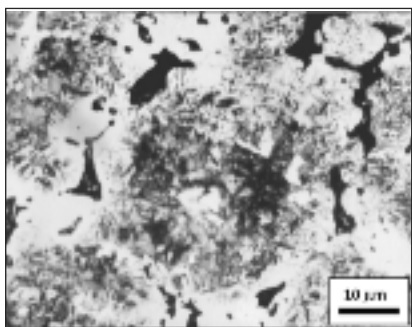
**FIG. 30**  
(MO, 100x) Acciaio sinterizzato da polvere diffusion-bonded ad alto tenore di Nichel, dopo carbonitrurazione. Microstruttura del bordo esterno: martensite, austenite in via di trasformazione ed austenite residua.  
(MO, 100x) Sintered steel from high Ni diffusion-bonded power, after carbonitriding. Microstructure of the outer edge: martensite, transformation and retained austenite.



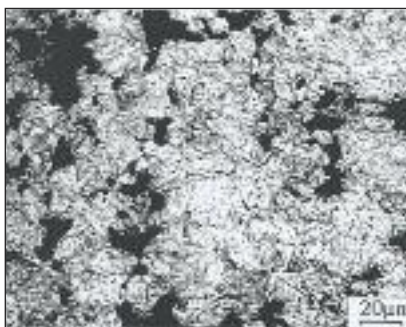
**FIG. 31**  
(MO, 100x) Acciaio sinterizzato da polvere diffusion-bonded ad alto tenore di Nichel, dopo carbonitrurazione. Microstruttura a cuore: struttura aciculare più grossolana (martensite e bainite superiore ed inferiore), perlite finissima con tracce di austenite residua.  
(OM, 100x) Sintered steel from high Ni diffusion-bonded power, after carbonitriding. Inner microstructure: coarser acicular structure (martensite and upper and lower bainite,) fine pearlite with traces of retained austenite.



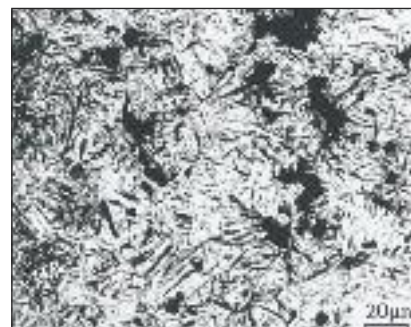
**FIG. 32**  
(MO, 1000x) Acciaio sinterizzato da polvere diffusion-bonded ad alto tenore di Nichel, dopo carbonitrurazione. Bordo: austenite residua nella vicinanza dei pori e martensite.  
(OM, 1000x) Sintered steel from high Ni diffusion-bonded power, after carbonitriding. Edge zone: retained austenite near the pores and martensite.



**FIG. 33**  
(MO, 1000x) Acciaio sinterizzato da polvere diffusion-bonded ad alto tenore di Nichel, dopo carbonitrurazione. Cuore: austenite in via di trasformazione, zone ridotte di austenite residua, martensite, perlite finissima e bainite.  
(OM, 1000x) Sintered steel from high Ni diffusion-bonded power, after carbonitriding. Heart zone: transforming austenite, small areas of retained austenite, martensite, fine pearlite and bainite.



**FIG. 34**  
(MO, 500x) Acciaio sinterizzato da polvere prelegata (1,5% Mo) dopo carbonitrurazione. Il bordo è costituito da martensite fine, con piccole quantità di bainite e tracce di austenite residua nelle vicinanze dei pori.  
(MO, 500x) Sintered steel from 1.5% Mo prealloyed powder, after carbonitriding. The edge consists of fine martensite with small amounts of bainite and traces of retained austenite near the pores.



**FIG. 35**  
(MO, 500x) Acciaio sinterizzato da polvere prelegata (1,5% Mo) dopo carbonitrurazione. Il cuore presenta martensite con morfologia più grossolana mista a bainite e tracce di austenite residua nelle vicinanze dei pori.  
(OM, 500x) Sintered steel from 1.5% Mo prealloyed powder, after carbonitriding. Heart zone has coarser martensite mixed with bainite and traces of retained austenite near the pores.

standard con potenziale di carbonio 0.60-0.65%, tempra in olio da 830°C e distensione a 180-190°C per un'ora.

In seguito al trattamento termo-chimico si sono originate differenze microstrutturali tra le zone di bordo e le zone centrali del componente: al bordo (figura 30) è presente martensite, austenite in via di trasformazione ed austenite residua; mentre al cuore (figura 31) la struttura aciculare è più grossolana (martensite e bainite superiore ed inferiore), ed è presente perlite finissima con tracce di austenite residua. Osservando il campione dal bordo al cuore si nota un diverso rapporto tra le fasi: nella parte esterna

si ha più austenite residua e meno austenite in via di trasformazione, mentre procedendo verso il cuore, il rapporto s'inverte.

A causa della differenza del tenore di carbonio è diverso il grado di trasformazione dell'austenite (più elevato al cuore dove il carbonio è presente in percentuale minore); al bordo (figura 32) si ha austenite residua nella vicinanza dei pori e martensite mentre al cuore (figura 33) si osserva austenite in via di trasformazione, zone ridotte di austenite residua, martensite, perlite finissima e bainite.

L'acciaio sinterizzato in condizioni normali, ottenuto da polveri

prealligate (Fe + 1,5% Mo), è stato quindi sottoposto ad un trattamento di carbonitrurazione a 900°C, con permanenza di 2 ore, discesa in forno a 880°C, tempra in olio e distensione a 180-190°C per un'ora. Anche in questo caso, in seguito al trattamento termo-chimico si sono originate differenze microstrutturali tra le zone di bordo e le zone centrali del componente. Il bordo (figura 34) è costituito da martensite fine, con piccole quantità di bainite e tracce di austenite residua nelle vicinanze dei pori. La trasformazione dell'austenite avviene quasi completamente in campo martensitico. Il cuore (figura 35) presenta martensite con morfologia più grossolana mista a bainite e tracce di austenite residua nelle vicinanze dei pori. La trasformazione avviene parte in campo bainitico e parte in campo martensitico [10 - 11].

## METALLOGRAFIA DEGLI ACCIAI SINTEROTEMPRATI

Nelle figure da 36 a 41 vengono illustrati pochi esempi della microstruttura di materiali ottenuti per sinterotempra da polveri sia diffusion bonded sia prealligate. Tutti i materiali sono stati pressati con densità al verde di 7g/cm<sup>3</sup>, sinterotemprati in forno a nastro con camera di raffreddamento rapido (velocità di raffreddamento tra 650°C e 450°C: 8°C/sec), in atmosfera endogas con tenore di C dello 0,6% e distesi tra 170°C e 180°C per un'ora. La figura 36 mostra la microstruttura di un acciaio di composizione 0,6% C, 0,11% Ni, 2,11% Cu, 1,62% Mo ottenuto da polveri diffusion bonded. Sono presenti differenti fasi: martensite prevalente, tracce di austenite in via di trasformazione, bainite superiore con morfologia a pettine e perlite finissima (figura 37). Le figure 38 e 39 mostrano la microstruttura, dopo sinterotempra, di un acciaio di composizione 0,6% C, 4,56% Ni, 2,08% Cu, 1,49% Mo ottenuto da polveri diffusion bonded. Il tenore di nichel superiore rispetto alla lega precedente causa l'aumento della quantità di austenite in via di trasformazione e la presenza di austenite residua essenzialmente in vicinanza dei pori a seguito

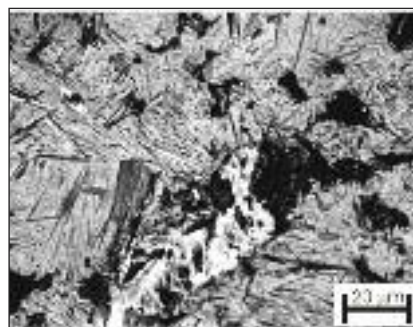
dei livelli più alti di nichel rimasti in prossimità degli stessi. Per quel che riguarda l'identificazione dell'austenite residua (ossia che non è neanche parzialmente trasformata in strutture martensitiche o bainitiche) occorre notare che l'esame in microscopia ottica a basso ingrandimento (per es. figura 38 aree più chiare), potrebbe condurre ad una sovrastima dell'austenite stessa. Parte dell'austenite è spesso in via di trasformazione in strutture aciculari minute che non sono visibili se non a 1000x (figura 39) o meglio ancora al SEM.

Le figure 40 e 41 mostrano la microstruttura, dopo sinterotempra, di un acciaio di composizione 0,6% C, 3,87% Ni, 1,11% Cu, 0,63% Mo, 0,14% Mn ottenuto da polveri prealligate. La microstruttura è prevalentemente costituita da martensite fine di fondo con isole di perlite finissima. La distribuzione uniforme delle fasi è correlata al fatto che le polveri sono prealligate ed esiste omogeneità di distribuzione degli alliganti [9 - 12 - 13].

Altre microstrutture di acciai sinterizzati sottoposti a differenti processi sono illustrate nella bibliografia allegata [14 - 24].

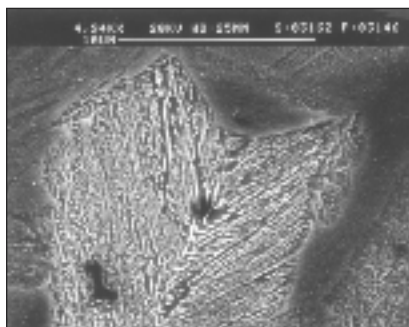
## CONCLUSIONI

Anche nella sua forma più semplice, preparazione dei provini e microscopia ottica, l'esame metallografico è un potente mezzo, poco costoso, per la messa a punto ed il controllo del processo e delle proprietà del prodotto sinterizzato. Occorre tuttavia utilizzare qualche accortezza in più rispetto alla pulitura dei materiali massivi. Poiché la porosità, così come la sua morfologia e distribuzione, sono fattori costituzionali importanti per la definizione delle proprietà del componente sinterizzato, il procedimento di pulitura non deve alterarla in nessun modo. Dopo aver rivisto la procedura di pulitura ed attacco dei provini sinterizzati, sono state illustrate diverse microstrutture di componenti in acciaio sinterizzato e sono state fornite informazioni per la loro interpretazione.



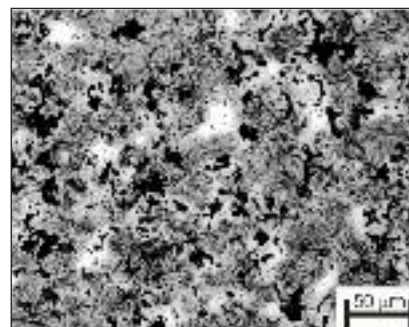
**FIG. 36**  
*(OM, 500x) Acciaio di composizione 0.6 %C, 0.11 %Ni, 2.11 %Cu, 1.62 %Mo sinterotemprato. Sono presenti: martensite prevalente, tracce di austenite in via di trasformazione, bainite superiore con morfologia a pettine e perlite finissima.*

*(OM, 500x) Sinter-hardened steel with composition 0.6% C, 0.11% Ni, 2.11% Cu, 1.62% Mo. Are: martensite predominates, traces of transforming austenite, needle shape upper bainite and fine perlite.*



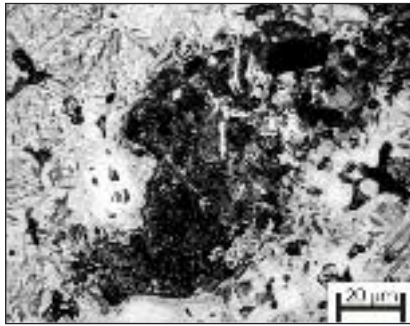
**FIG. 37**  
*(SEM, SE) Acciaio di composizione 0.6 %C, 0.11 %Ni, 2.11 %Cu, 1.62 %Mo sinterotemprato. Particolare della perlite finissima.*

*(SEM, SE) Sinter-hardened steel with composition 0.6% C, 0.11% Ni, 2.11% Cu, 1.62% Mo. A detail of very fine pearlite.*



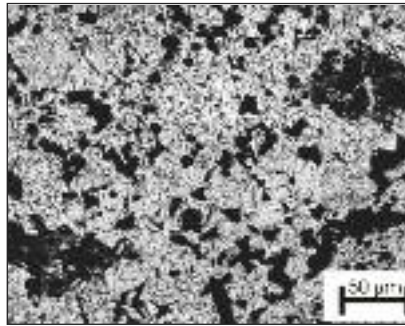
**FIG. 38**  
*(OM, 200x) Acciaio di composizione 0.6 %C, 4.56 %Ni, 2.08 %Cu, 1.49 %Mo ottenuto da polveri diffusion bonded dopo sinterotempra. Il tenore di nichel superiore rispetto alla lega precedente causa l'aumento della quantità di austenite in via di trasformazione e la presenza di austenite residua essenzialmente in vicinanza dei pori.*

*(OM, 200x) Sinter-hardened steel with composition 0.6% C, 4.56% Ni, 2.8% Cu, 1.49% Mo obtained from diffusion bonded powders. The nickel content, higher than the previous alloy, causes the increase in the amount of austenite in the process of transformation and the presence of retained austenite mainly around the pores.*



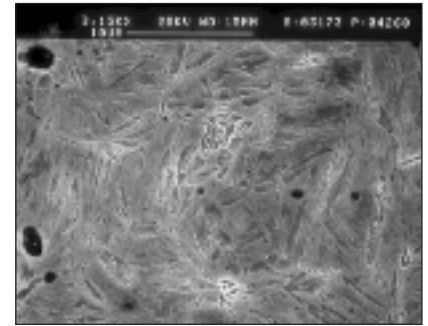
**FIG. 39**  
*(OM, 500x) Particolare di figura 38. La struttura è essenzialmente martensitica, priva di bainite. Sono anche presenti zone di perlite finissima.*

*(OM, 500x) Figure 38 detail. Martensitic structure is essentially bainite devoid. There are also very fine pearlite areas.*



**FIG. 40**  
*(OM, 200x) Acciaio sinterotemperato di composizione 0.6 %C, 3.87 %Ni, 1.11 %Cu, 0.63 %Mo, 0.14 %Mn ottenuto da polveri prealligate. La microstruttura è prevalentemente costituita da martensite fine di fondo con isole di perlite finissima.*

*(OM, 200x) Sinter-hardened steel with composition 0.6% C, 3.87% Ni, 1.11% Cu, 0.63% Mo, 0.14% Mn obtained by prealloyed powders. The microstructure is mainly martensite with very fine pearlite islands.*



**FIG. 41**  
*(SEM; SE) Particolare figura 40. La distribuzione uniforme delle fasi è correlata al fatto che le polveri sono prealligate.*

*(SEM, SE) Figure 40 detail. Uniform phases distribution is related to the prealloyed powders nature.*

## BIBLIOGRAFIA

- [1] E. Stagno, M.R. Pinasco, M.G. Ienco, G.F. Bocchini; D. Petta - Indagine sui parametri di sinterizzazione per ingranaggi in leghe ferrose"; Atti XXVII Convegno Nazionale AIM 98 "Progettiamo il futuro", Orvieto, 16-18/10/1998, Vol. II, pp.36-55.
- [2] Stagno, E.; Pinasco M.R.; Petta, D.; Ienco, M.G.; Bocchini, G.F.; Rivolta, B.; Silva, G.; "Caratterizzazione fisica, microstrutturale e meccanica di un acciaio da polveri diffusion-bonded sinterizzato in condizioni diverse"; XVII Convegno Nazionale Trattamenti Termici, Salsomaggiore, 5-7/5/1999, 249-251, Pubblicato a Milano
- [3] Bocchini, G.F.; Ienco, M.G.; Pinasco M.R.; Stagno, E.; Rivolta, B.; Silva, G.; "Caratterizzazione fisica, microstrutturale e meccanica di un acciaio da polveri diffusion-bonded sinterizzato in condizioni diverse"; La Metallurgia Italiana, EDIMET, Brescia, XCI, 1999, 61-69,
- [4] M.R. Pinasco, P. Piccardo, G. Pellati, E. Angelini, F. Rosalbino, G.F. Bocchini - Acciaio sinterizzato trattato a vapore: caratteristiche e proprietà degli strati ossidati - La Metallurgia Italiana, Gennaio 2006, pp 1-11
- [5] G.F. Bocchini, M.G. Ienco, G. Pellati, M.R. Pinasco, R. Gerosa, B. Rivolta, G. Silva - Comparative characterisation of P/M steels obtained from nominally equivalent powders - P/M European Conference (EPMA2005), Praga 2005
- [6] G.F. Bocchini, M.G. Ienco, G. Pellati, M.R. Pinasco, A. Baggioni, R. Gerosa, B. Rivolta - Confronto tra caratteristiche di acciai da polveri nominalmente equivalenti sinterizzate alla temperatura di 1125°C - La Metallurgia Italiana, Aprile 2007
- [7] G.F. Bocchini, G. Pellati, M.R. Pinasco, M. Fabbreschi, R. Gerosa - Valutazione del grado di diffusione del nichel in sinterizzazione mediante metodi statistici - La Metallurgia Italiana, vol. Settembre (9) 2009, pp. 29-42, ISSN: 0026-0843.
- [8] G.F. Bocchini, M.G. Ienco, M.R. Pinasco, A. Baggioni, R. Gerosa, B. Rivolta - Response to sintering of P/M steels, obtained from nominally equivalent powders, diffusion-bonded, with different carbon content - Materials Science Forum vol. 534-534, pp 701-704.
- [9] G. Pellati - Chemical and physical parameters related to materials response to sinter-hardening - Materials Science and Technology PhD thesis, Genova, 2009
- [10] G. F. Bocchini, P. Piccardo, M. R. Pinasco, B. Rivolta, G. Silva, E. Stagno, Risposta al trattamento di carbonitrurazione di un acciaio sinterizzato da polveri diffusion-bonded sinterizzato in condizioni diverse, "La Metallurgia Italiana", Vol. XCIII, 4/2001, pp. 39-48.
- [11] G.F. Bocchini, M.G. Ienco, A. Navazio, M.R. Pinasco, B. Rivolta, G. Silva, E. Stagno Physical and mechanical properties, microstructure and fractography of a P.M. steel from diffusion-bonded powder, differently sintered or heat treated, Advances in Powder Metallurgy & Particulate Materials-2000. Vol.6 (2000) pp 3-16 Proc. of the 2000 International Conference on Powder Metallurgy & Particulate materials. MPIF/APIM, New York maggio 2000
- [12] B. Rivolta, M.R. Pinasco, G.F. Bocchini, Fractographic investigation on some Sinter-hardened Steels, La Metallurgia Italiana, EDIMET, Brescia, , XCIV, 9, (2002) pp. 29-34
- [13] G.F. Bocchini, B. Rivolta, G. Silva, P. Piccardo M.R. Pinasco, E. Poggio, Influence of some cooling rate on microstructural and chemical properties of alloys from diffusion -bonded powders, sintered in different conditions, P/M Science & Technology Briefs, 2002
- [14] M.R. Pinasco, G. Palombarini, M.G. Ienco, G.F. Bocchini "Composition and morphology of Fe-N off-equilibrium phases in a nitrided Fe 1,5 w % Mo sintered alloy " Journal of alloys and compounds 220 (1995) pag.217-24
- [15] G.F. Bocchini, R. Cesari, M.R. Pinasco, E. Stagno, "Sintering of carbon steel controlled atmospheres and practical results", Powder Metallurgy for Automotive Components, Oxford & IBH Publishing Co. PVT.LTD., 1997, 159-180.
- [16] E. Stagno, M.R. Pinasco, G. Palombarini, M.G. Ienco, G.F. Bocchini, "Behaviour of sintered 410 low carbon steels towards ion nitriding", Journal of alloys and compounds, 247, 1997, 172-179.
- [17] G. F. Bocchini, R. Cesari, M.R. Pinasco, E. Stagno, -Sintering of carbon steels: controlled atmospheres, equipment, practical results, Advanced Powder Technology in Materials Science Forum, 299-300, 1999, pp 224-248
- [18] Angelini, E.; Piccardo, P.; Pinasco M.R.; Rosalbino, R.; "Investigation of the corrosion behaviour of AISI 316L stainless steel sintered in different conditions" La Metallurgia Italiana, EDIMET, Brescia, XCI/5, 1999, 37-45,
- [19] M.R. Pinasco, M.G. Ienco, P. Guarnone, G.F. Bocchini "Ion nitriding of a sintered iron molybdenum alloy. Journal of material science, 35, (2000), 4079-4086
- [20] M.R. Pinasco, E. Stagno, M.G. Ienco "Influenza dell'atmosfera del forno per la sinterizzazione di componenti in acciaio" La Metallurgia Italiana, XCCII (2000) pp 31-37
- [21] B. Rivolta, M.R. Pinasco, Correlazione tra analisi frattografica e tenacità di acciai sinterizzati da polveri diffusion-bonded, La Metallurgia Italiana, EDIMET, Brescia, XCIII, 6, (2001) pp. 21-27
- [22] B. Rivolta, M.R. Pinasco, G.F. Bocchini, Fractographic investigation on some Sinter-hardened Steels, La Metallurgia Italiana, EDIMET, Bre-

scia, , XCIV, 9, (2002) pp. 29-34  
 [23] G.F. Bocchini, M.R. Pinasco, B. Rivolta, G. Silva, E. Stagno. Sinter hardening of low-alloy steels: influence of part geometry and physical properties of the material, INTERNATIONAL JOURNAL OF MATE-

RIALS & PRODUCT TECHNOLOGY. (2007), Vol 28 (3-4) pp. 312-337  
 [24] G.F. Bocchini, B. Rivolta, A. Baggioli, M.G. Ienco, M.R. Pinasco - Jo-  
 mini test applied to PM steels for heat treatment. (2006) POWDER  
 METALLURGY. vol. 49, pp. 118-124

## Abstract

### Microstructural characterization of sintered steels

**Keywords:** steel, sintering, powder metallurgy, materials characterization, metallography, property

The characteristics of sintered materials depend on many factors synergistically (Fig. 1) including the sintering temperature, sintering time, density (porosity), part size, pressing conditions, the powders composition, their production and alloying method, sintered metal matrix formation and characteristics, such as phases nature and morphology and presence of heterogeneity in solid solutions. The microstructure is able to provide an overview of the product obtained by a given set of process variables and is directly related to the final properties of sintered object.

In fact, "performance" of a sintered steel component depends on the properties associated with its microstructure, ie distribution, volume fraction, porosity size and morphology and microstructure of the various constituents that make up a section of the macroscopic component obtained from certain powder and with specific process conditions.

The final microstructure depends on the nature of the materials and process technologies, but can be used to develop optimum properties of the sintered part through the same process changes suggested by metallographic inspection. It is then necessary:

- know the typical microstructures of sintered steels,
- understand the microstructure-property relationship,
- to relate the microstructural evolution with different process patterns to which several types of steels are subjected.

The metallography will use different experimental techniques. Even in its simplest form, specimen preparation and optical microscopy, metallographic examination is a powerful and inexpensive way, for the development and control of the process and properties of the sintered product.

The metallographic analysis has two basic stages:

- selection and preparation of significant and appropriate samples to highlight the microstructure
- microstructures interpretation.

Both these stages are critical.

The sample must be taken to be significant; figure 2 shows an example of a sintered component sampling. Subsequently the specimens are usually embedded into polymer resins of various kinds cold or hot curing. The choice of resin depend on the metallurgical state of specimen and examination which is intended. The specimen grinding and polishing is done with the traditional mechanical cleaning first using discs or abrasive paper and finally with cloths and diamond spray increasingly fine-grained (from 6 to 3 microns, 1 and 0.25 microns).

However it is necessary to use some foresight more than for bulk materials on cleaning, since the porosity as well as its morphology and distribution are constitutional important factors for the properties definition of sintered component: the cleaning process must not alter porosity in any way. Pressure cleaning should be reduced, especially since the metal matrix is tender. Good specimens preparation also involves passing through ultrasound washing both after each intermediate stage of polishing both and at the end of the procedure to remove residual cleaning material and any oxides formed inside the pores during the same cleaning process. After polishing metallographic examination must be conducted first without etching and then after etching. Metallographic analysis without etching identifies the oxides presence, inclusions, cracks... and can measure the quantity, distribution and morphology of the pores (eg Figure 3).

After viewing without etching, the specimen is generally etched with Nital 1%; the sinter-hardened microstructures may want a further etching with picric acid in alcohol.

Etching highlights phases and microstructural constituents present, their morphology and distribution, grain structure, chemical composition heterogeneity of solid solution ... Morphological and chemical homogeneity of the microstructure can give an idea of sintering degree achieved. Figure 4 shows the microstructure obtained after Nital 1% etching of a steel of composition 0.5% C, 2.5% Cu, bal. Fe, sintered at 1120°C for 30 minutes in endogas atmosphere. The microstructure mainly consists of ferrite whose joints are often highlighted by cementite ribbons and pearlite. The micrograph also highlights the heterogeneity of distribution of Cu more concentrated near the pores where the ferrite appears darker.

Figure 5 shows the microstructure of a sintered steel of composition C 0.1, Cu 2.5, 0.5 MnS, Fe bal. In this case the ferrite is the predominant constituent, it is evident the heterogeneity of concentration of copper (areas darker near the pores whose colour intensity decreases towards the interior of grain). The material was then subjected to steam treatment: the results are shown in figure 6, 7 and 8. With electron microscopy examination (figure 8), are well defined the characteristics of the surface oxide layer which is actually composed of two layers: an outer very porous and an inner expanded and compact. Detailed information can be obtained with the electron microscope to study the process, but the simple optical microscopy examination, if properly implemented, can provide the information necessary to manage the process.

The following figures show the power of microstructural examination to characterize several sintered steels in different process conditions: a lot of microstructures are described and information for their interpretation are suggested. Further information can be found in the bibliography.