

Resistenza a fatica dell'acciaio 1.5%Cr-0.2%Mo-0.2%C sinterizzato e sottoposto a nitrurazione in plasma: effetto della frazione di sezione utile resistente

C. Menapace, A. Molinari, E. Santuliana, G. Lorenzi

In questo lavoro è stata studiata la resistenza a fatica per flessione alternata di un acciaio sinterizzato contenente 1.5%Cr, 0.2%Mo e 0.2%C nitrurato in plasma. Il materiale è stato prodotto variando la pressione di compattazione e la temperatura di sinterizzazione per ottenere diversi valori della frazione di sezione utile resistente. L'indurimento superficiale e lo stato di tensione residua di compressione nello strato di diffusione promuovono la nucleazione della cricca di fatica negli strati sub superficiali rendendo il comportamento a fatica meno sensibile alla porosità superficiale (tendenzialmente maggiore rispetto alla porosità media) e fortemente dipendente dalla frazione di sezione utile resistente.

Parole chiave:

Metallurgia delle Polveri, Fatica, Trattamenti superficiali

INTRODUZIONE

Lo studio dell'effetto della nitrurazione in plasma sulla microstruttura e le proprietà meccaniche degli acciai sinterizzati è stato affrontato in alcuni precedenti lavori, dimostrando come gli acciai al Mo [1, 2] e ancora più quelli al Cr-Mo [3-5] hanno una buona attitudine a sviluppare uno strato di diffusione duro, omogeneo e di spessore controllato. Nel caso degli acciai al cromo la nitrurazione al plasma rappresenta un'ottima soluzione per l'indurimento superficiale. A differenza degli altri acciai sinterizzati, infatti, questi acciai richiedono la cementazione in bassa pressione per evitare l'ossidazione a bordo grano indotta dalla cementazione gassosa, ma non è stato ancora risolto in modo affidabile ed economico il problema della ipercarburazione connesso con la cementazione in bassa pressione [6, 7]. La nitrurazione al plasma consente di ottenere un significativo aumento della resistenza alla fatica dell'acciaio al Cr-Mo sia sinterizzato [8-10] che sinterotemprato [11-12].

L'aumento della resistenza a fatica è dovuto sostanzialmente allo spostamento della nucleazione della cricca dalla superficie agli strati subsuperficiali, come conseguenza dell'indurimento superficiale e dello stato di compressione residua indotto dalla nitrurazione [12]. In questa situazione diventa interessante verificare l'influenza della sezione utile resistente del materiale anche dopo nitrurazione. La sezione utile resistente è la sezione che effettivamente sostiene il carico applicato e, nei sinterizzati porosi, è minore della sezione nominale [13]. Essa dipende dalla den-

sità al verde e dalla temperatura di sinterizzazione, anche nel caso in cui quest'ultima non accentui il ritiro dimensionale.

Lo studio è stato condotto su un acciaio 1.5%Cr-0.2%Mo-0.2%C pressato a due livelli di densità e sinterizzato a due temperature. I campioni sono stati nitrurati in un impianto industriale. Le prove di fatica sono state condotte nella configurazione di flessione alternata e la resistenza a fatica è stata determinata con il metodo dello staircase con un numero di cicli di 2×10^6 .

PROCEDURA SPERIMENTALE

I campioni di fatica a flessione alternata sono stati prodotti utilizzando una miscela di una polvere prelegata con 1.5%Cr e 0.2%Mo, grafite e lubrificante. La quantità di grafite è stata dosata per ottenere 0.2%C dopo sinterizzazione. I campioni sono stati pressati a due diverse densità, 7.0 g/cm^3 con pressatura a freddo e 7.3 g/cm^3 con pressatura a caldo, e sinterizzati in atmosfera a 1120°C e 1250°C . La Tabella I elenca densità e porosità dei quattro materiali studiati.

Il materiale pressato a bassa densità e sinterizzato a 1120°C è stato inoltre sottoposto a densificazione superficiale mediante palinatura.

La frazione di sezione utile resistente Φ è stata determinata con un metodo proposto da Straffelini e Molinari [14] basato sull'analisi metallografica quantitativa utilizzando le equazioni (1) e (2).

$$\Phi = [1 - (5.58 - 5.7 f_{\text{circle}}) \epsilon]^2 \quad (1)$$

$$f_{\text{circle}} = 4 \pi A / P^2 \quad (2)$$

C. Menapace,
A. Molinari,
E. Santuliana
Università Di Trento, Trento

G. Lorenzi
Vacuum Spa,
Trezzano Sul Naviglio (Mi)

Materiale	Densità (g/cm ³)	Porosità (%)	Porosità aperta (%)	Porosità chiusa (%)
ACrL 7.0g/cm ³ 0.2%C 1120°C	7.0	10.1	6.5	3.6
ACrL 7.0g/cm ³ 0.2%C 1250°C	7.1	9.0	6.0	3.0
ACrL 7.4g/cm ³ 0.2%C 1120°C	7.3	7.5	0.3	7.2
ACrL 7.4g/cm ³ 0.2%C 1250°C	7.4	5.4	0.1	5.3

Tab. 1 Densità e porosità dei materiali studiati. Density and porosity of the investigated materials.

0.2%C ACrL	7.0g/cm ³		7.3g/cm ³	
	1120°C	1250°C	1120°C	1250°C
f _{circle}	0.70	0.81	0.74	0.81
ε	0.094	0.088	0.053	0.049
Φ	0.72	0.84	0.86	0.91

TAB. 2 *Calcolo della frazione di sezione utile resistente.*
The fraction of the load bearing section.

dove ε è la frazione di porosità e A e P sono l'area e il perimetro dei pori nell'immagine metallografica. I valori di Φ sono riportati in tabella 2.

I campioni sono stati nitrurati in un forno industriale a 480°C con un ciclo in due stadi: 48 ore di arricchimento in 80N₂/20H₂ e 24 ore di diffusione in 90N₂/10H₂.

L'analisi della microstruttura è stata condotta al microscopio ottico dopo attacco metallografico e i profili di microdurezza sono stati misurati con la scala HV0.1.

Le prove di fatica sono state effettuate nella configurazione di flessione su quattro punti con una frequenza di 28-30 Hz e un rapporto di carico R = σ_{min}/σ_{max} = -1. La resistenza a fatica σ_{50%} (50%

probabilità di sopravvivenza) è stata determinata con il metodo staircase, con un incremento 15MPa e un numero di cicli di 2x10⁶.

RISULTATI E DISCUSSIONE

La figura 1 mostra, a titolo di esempio, la microstruttura del materiale a più bassa densità e sinterizzato a 1120°C dopo nitrurazione. La microstruttura è ferritico perlitica anche nello strato di diffusione e si nota uno strato di composizione di circa 10 μm di spessore. Gli altri materiali hanno microstruttura molto simile, a parte la minore percentuale di pori alla più alta densità e una morfologia dei pori stessi più arrotondata nei sinterizzati a 1250°C.

Le figure 2-6 mostrano i profili di microdurezza dei vari materiali studiati. Si osserva l'indurimento subsuperficiale nello strato di diffusione promosso dalla presenza del cromo in soluzione solida. La profondità di indurimento è stata determinata con riferimento alla profondità alla quale si misura una microdurezza di 550 HV0.1 (d₅₅₀).

La microdurezza superficiale è compresa fra 650 HV0.1 e 700 HV0.1 nei cinque materiali. La profondità di indurimento è fra 160 μm e 180 μm in tutti i casi, tranne che nell'acciaio ad alta densità e sinterizzato a 1250°C, nel quale raggiunge 240 μm.

La figura 7 riporta i risultati delle prove di fatica; i punti con le

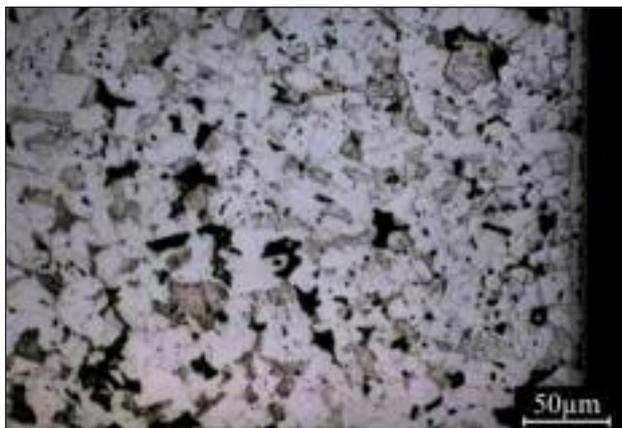


FIG. 1 *Microstruttura del materiale 7.0 g/cm³ sinterizzato a 1120°C e nitrurato.*
Microstructure of the nitrided 7.0 g/cm³ and 1120°C sintered material.

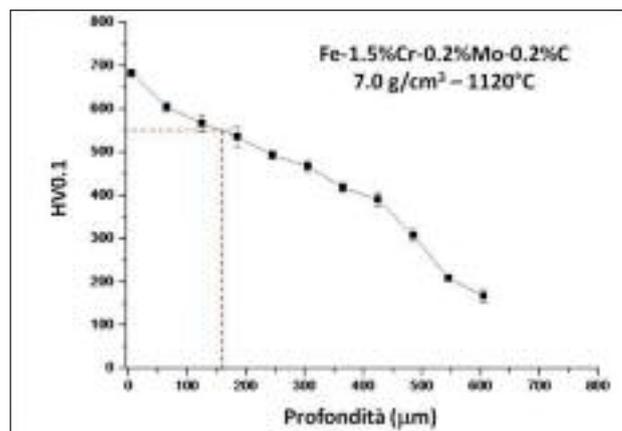


FIG. 2 *Profilo di microdurezza del materiale 7.0 g/cm³ sinterizzato a 1120°C e nitrurato.*
Microhardness profile of the nitrided 7.0 g/cm³ and 1120°C sintered material.

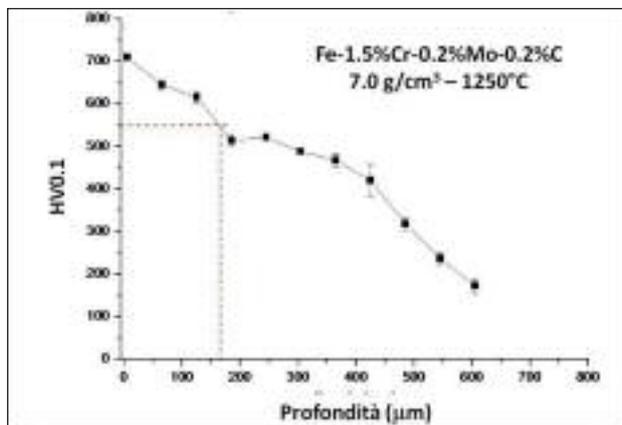


FIG. 3 *Profilo di microdurezza del materiale 7.0 g/cm³ sinterizzato a 1250°C e nitrurato.*
Microhardness profile of the nitrided 7.0 g/cm³ and 1250°C sintered material.

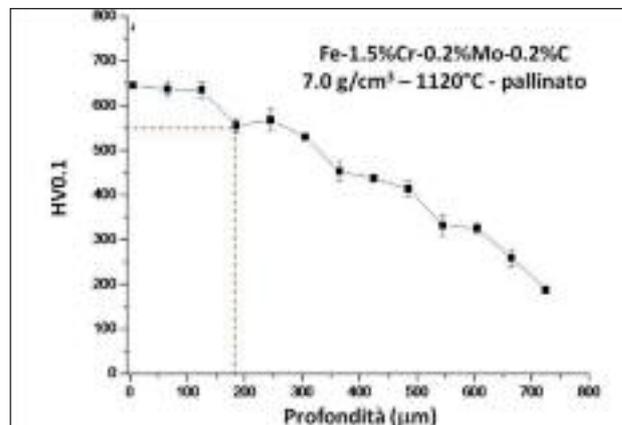


FIG. 4 *Profilo di microdurezza del materiale 7.0 g/cm³ sinterizzato a 1120°C pallinato e nitrurato.*
Microhardness profile of the nitrided 7.0 g/cm³ and 1120°C sintered and surface densified material.

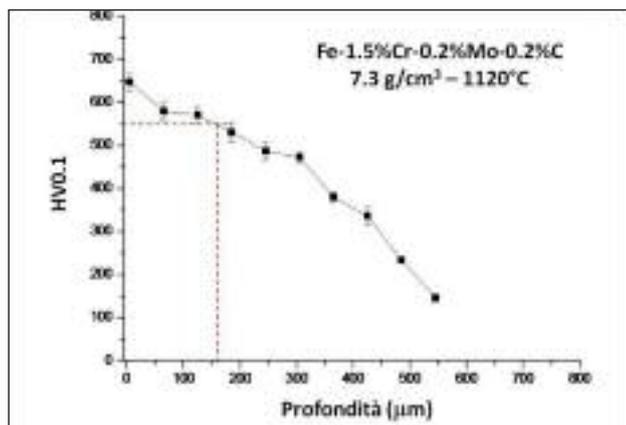


FIG. 5 Profilo di microdurezza del materiale 7.3 g/cm³ sinterizzato a 1120°C e nitrato.

Microhardness profile of the nitrated 7.3 g/cm³ and 1120°C sintered material.

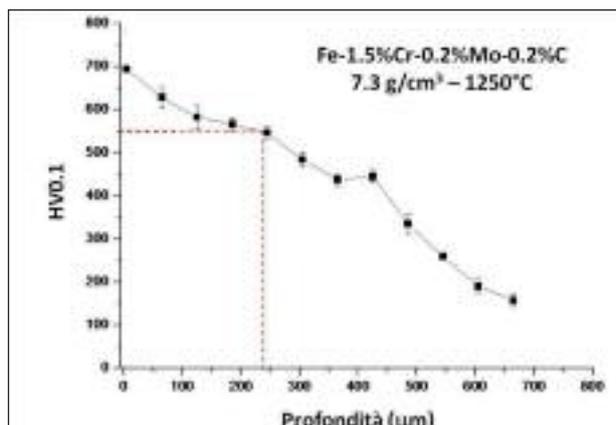


FIG. 6 Profilo di microdurezza del materiale 7.3 g/cm³ sinterizzato a 1250°C e nitrato.

Microhardness profile of the nitrated 7.3 g/cm³ and 1250°C sintered material.

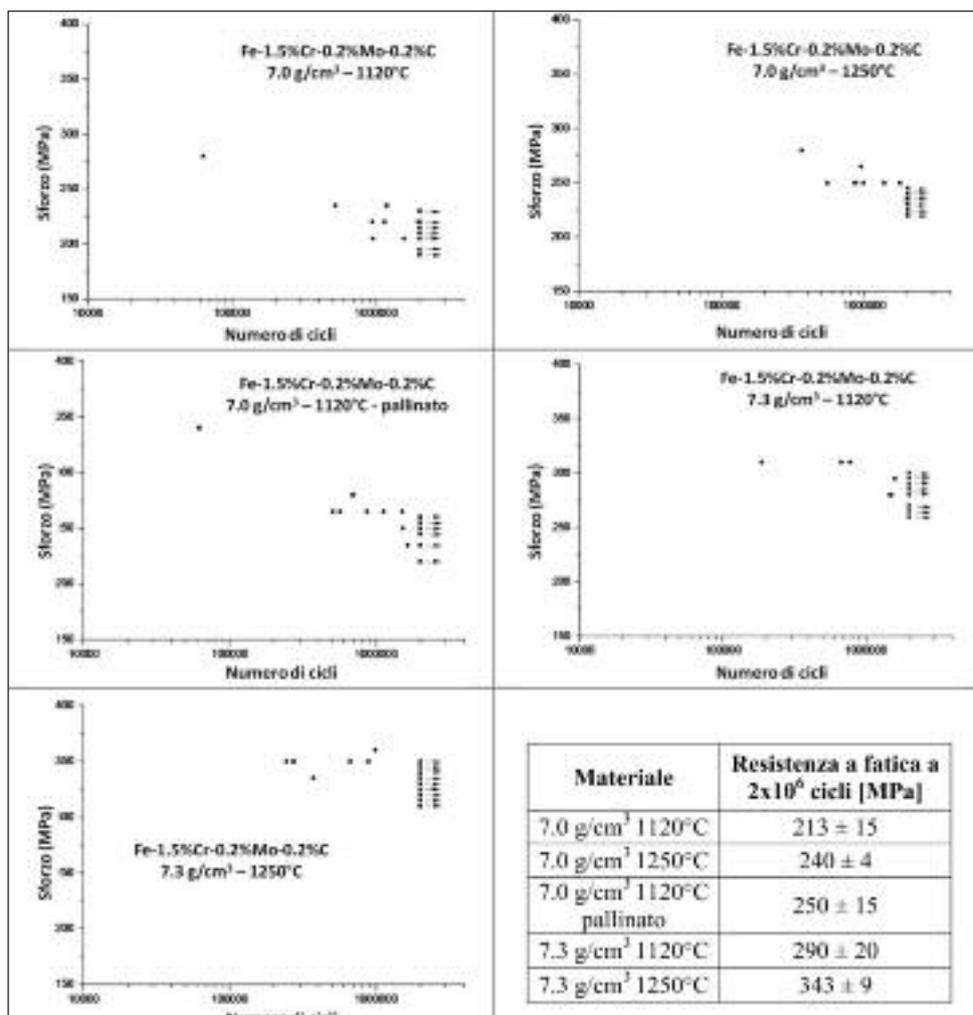
freccie riguardano i campioni che non si sono rotti a 2x10⁶ cicli. In figura sono riportati anche i valori della resistenza a fatica. La resistenza a fatica aumenta con la densità al verde e con la temperatura di sinterizzazione. Il materiale densificato in superficie ha una resistenza leggermente superiore al corrispondente materiale non densificato, e confrontabile con il materiale avente la stessa densità al verde e sinterizzato a più alta temperatura.

La figura 8 riporta la dipendenza della resistenza a fatica dalla frazione di sezione utile resistente.

La resistenza a fatica ha una dipendenza diretta dalla frazione di sezione utile resistente. La scarsità di dati sperimentali non consente un'interpolazione affidabile dei dati sperimentali, per cui non è possibile affermare se la dipendenza sia lineare o di altro tipo. Va anche ricordato che la frazione di sezione utile resistente è determinata dal valore medio di due grandezze, la porosità e il fattore di for-

FIG. 7 Risultati delle prove di fatica per la determinazione della resistenza a 2x10⁶ cicli dei campioni nitrati.

Results of the plane bending fatigue tests and fatigue resistance at 2x10⁶ cycles.



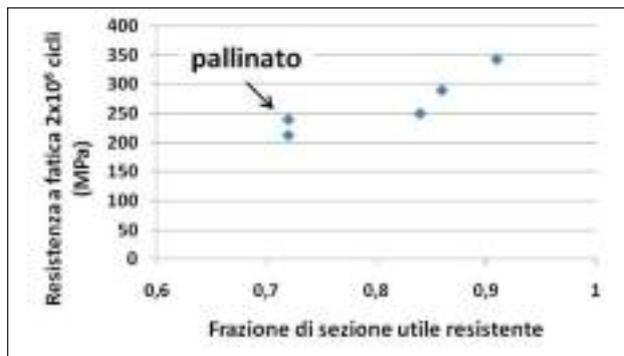


FIG. 8 Resistenza a fatica in funzione della frazione di sezione utile resistente.

Fatigue resistance as a function of the fraction of the load bearing section.

ma, e quest'ultima presenta una distribuzione piuttosto ampia. È importante sottolineare comunque che anche dopo nitrurazione la resistenza a fatica dipende chiaramente dalle caratteristiche della porosità del materiale e che la densificazione superficiale non sembra apportare particolari vantaggi.

La resistenza a fatica dei sinterizzati porosi dipende sostanzialmente dalla fase di nucleazione della cricca, in quanto il materiale oppone una scarsa resistenza alla propagazione a causa della porosità.

La nucleazione avviene negli strati superficiali in corrispondenza di pori di grandi dimensioni o di clusters di pori. La nitrurazione sposta la nucleazione in profondità, e quindi il comportamento del provino non è più influenzato dallo stato delle superfici. Per questo motivo, quindi, la densificazione superficiale non apporta significativi miglioramenti. Anche negli strati subsuperficiali la cricca nuclea in corrispondenza dei pori di maggiori dimensioni. Con l'analisi d'immagine è stata valutata la distribuzione delle dimensioni dei pori nei quattro materiali, ed i risultati sono mostrati in figura 9.

I quattro materiali si differenziano sensibilmente. All'aumentare della densità al verde si osserva un miglioramento apprezzabile della forma dei pori di dimensioni maggiori, mentre la dimensione massima dei pori diminuisce poco. All'aumentare della temperatura di sinterizzazione, invece, si osserva un sensibi-

le miglioramento della forma dei pori più piccoli. Questa osservazione è importante in quanto la nucleazione della cricca dipende dal fattore di intensificazione degli sforzi ΔK_{th} , che è dato dall'equazione (3)

$$\Delta K_{th} = \sigma Y (\pi a)^{0.5} / \Phi \quad (3)$$

dove σ è lo sforzo applicato, Y è una costante geometrica e a è la dimensione del difetto che induce la nucleazione della cricca, cioè dei pori di maggiori dimensioni nei sinterizzati porosi. Dai risultati della figura 9 si può concludere che l'unico parametro che varia sensibilmente fra i quattro materiali, fra quelli che influenzano la nucleazione della cricca, è la frazione di sezione utile resistente Φ .

CONCLUSIONI

In questo lavoro è stata studiata la resistenza a fatica in flessione alternata di acciai sinterizzati al Cr e Mo prodotti con diversa densità al verde e temperatura di sinterizzazione, dopo nitrurazione al plasma.

La resistenza a fatica dei nitrurati dipende direttamente dalla frazione di sezione utile resistente e la densificazione superficiale non ha un effetto significativo. La frazione di sezione utile resistente aumenta con la densità al verde e con la temperatura di sinterizzazione e risente di un effetto sinergico dei due fattori. All'aumentare sia della temperatura di sinterizzazione che della densità al verde non si osserva una significativa variazione delle dimensioni dei pori maggiori, che sono responsabili della nucleazione della cricca. La cricca di fatica nuclea negli strati subsuperficiali, per cui il comportamento dei materiali nitrurati non risente dello stato delle superfici. Per questo motivo, inoltre, la resistenza a fatica dipende dalle proprietà del materiale sinterizzato; nel caso di studio, la microstruttura ferritico-perlitica non conferisce una notevole resistenza. Un sensibile miglioramento è ottenibile aumentando la concentrazione di carbonio per ottenere una microstruttura bainitica o martensitica.

La nitrurazione in plasma è un'ottima soluzione per il miglioramento della resistenza a fatica degli acciai la cromo sinterizzati, per i quali la cementazione gassosa non è consigliabile e la cementazione in bassa pressione non ha risolto ancora il problema della ipercarburazione in modo affidabile ed economico.

RINGRAZIAMENTI

Il lavoro è stato svolto nell'ambito del progetto Höganäs Chair, finanziato dalla Höganäs AB, Svezia.

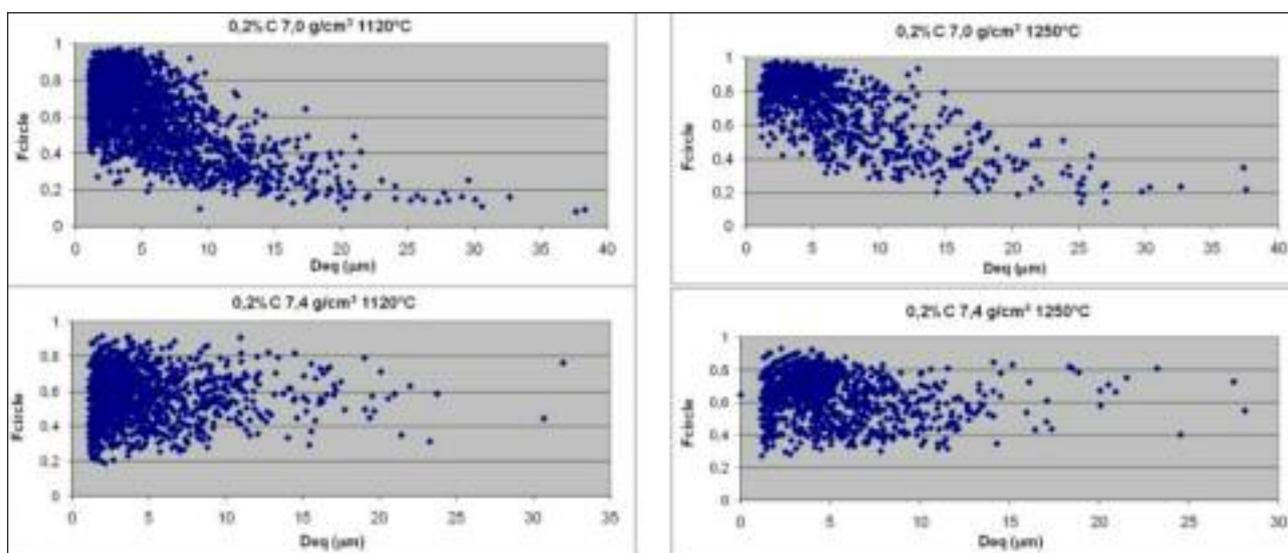


Fig. 9 Distribuzione della dimensione media e del fattore di forma dei pori nei materiali studiati.

Distribution of the shape factor and the equivalent diameter of pores.

BIBLIOGRAFIA

1. A. Molinari et al., *Scripta Metallurgica et Materialia* 33(6)(1995)871
2. G. Straffelini et al., *Material Science and Technology* 11(1995)351
3. A. Molinari et al., *Powder Metallurgy* 42(2)(1999)119
4. A. Molinari et al., *Surface and Coatings Technology* 140(2001)251
5. A. Molinari et al., *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials*, 6(2001)88
6. E. Santuliana et al., *Powder Metallurgy Progress* 10(1)(2010)32-42
7. E. Santuliana et al., *La Metallurgia Italiana* 4(2001)1-9
8. G. Straffelini et al., *Proceedings Euro PM2004, Vienna (Austria)* 18-21 October 2004, ed. EPMA Shrewsbury (UK), vol. 3, p. 159
9. C. Menapace et al., *La Metallurgia Italiana* 4(2008)21
10. C. Menapace et al., *Powder Metallurgy* 51(4)(2008)310-317
11. C. Menapace et al., *Advances in Powder Metallurgy and Particulate Materials* 2011, in press
12. E. Santuliana et al., *International Journal of Powder Metallurgy* 2011, in press
13. H. Danninger et al., *Powder Metallurgy International* 25(1993)170
14. G. Straffelini, A. Molinari, *La Metallurgia Italiana* 10(2002)31
15. A. Hadrboletz, B. Weiss, *International Materials Reviews* 42(1)(1997)1-44
16. N. Chawla, X. Deng, *Materials Science Engineering A* 398(2005)98-112
17. S. Polasik et al., *Metallurgical and Materials Transactions A* 33(1)(2002)73-81

Abstract

Fatigue strength of a plasma nitrided 1.5%Cr-0.2%Mo-0.2%C sintered steel: effect of the fraction of the load bearing section

Keywords: Powder Metallurgy, Fatigue, Surface Treatment

Mo and Cr-Mo sintered steels have an excellent nitridability in plasma treatments [1-5]. Cr steels cannot be gas carburized and result ipercarburized in the low pressure carburizing treatment [6, 7], therefore plasma nitriding is the most reliable solution to improve the surface related properties of these steels. A noticeable increase in the fatigue strength was obtained on the sintered [8-10] and sinterhardened [11, 12] Cr-Mo steel.

In the present work, the effect of the fraction of the load bearing section [13] on the fatigue resistance after nitriding has been investigated.

Specimens were produced with a prealloyed 1.5%Cr e 0.2%Mo powder, to which graphite and lubricant were added. As sintered carbon content is 0.2%C. Green density is 7.0 g/cm³ (cold compaction) and 7.3 g/cm³ (warm compaction); sintering temperature is 1120°C and 1250°C. Sintered density and porosity are reported in Table 1. The low density material sintered at 1120°C has been surface densified by shot peening.

The fraction of the load bearing section was calculated by equations (1) and (2) [14]

$$\Phi = [1 - (5.58 - 5.7 f_{\text{circle}}) \epsilon]^2 \quad (1)$$

$$f_{\text{circle}} = 4 \pi A / P^2 \quad (2)$$

where ϵ is the fractional porosity and A and P are the area and the perimeter of the pores, respectively. The fraction of the load bearing section is reported in Table 2.

Specimens were nitrided in an industrial furnace at 480°C with a two step cycle: 48 hours in 80N₂/ 20H₂ and 24 in 90N₂/ 10H₂. Plane bending fatigue tests were carried out at 28–30 Hz and R = $\sigma_{\text{min}}/\sigma_{\text{max}} = -1$. The fatigue strength $\sigma_{50\%}$ at 2x10⁶ cycles was determined with the staircase method.

Figure 1 shows, as an example, the microstructure of the material with the lower density and sintered at 1120°C, after plasma nitriding. The diffusion layer has a ferritic-perlitic microstructure and the compound layer is around 10 μm thick. The other materials have a similar microstructure.

Figure 2-6 show the microhardness profiles of all the investigated materials.

The surface microhardness ranges between 650 HV0.1 and 700 HV0.1 and the case depth ($d_{550\text{HV}}$) between 160 μm and 180 μm , with the exception of the high density material sintered at 1250°C (240 μm).

Figure 7 shows the results of the fatigue tests, along with the fatigue strength at 2x10⁶ cycles.

Fatigue strength increases with green density and sintering temperature; the surface densified material has a slightly higher fatigue strength than the corresponding no densified material, and comparable to that of the material sintered at higher temperature with the same green density.

Figure 8 reports the fatigue strength versus the fraction of the load bearing section.

Even after nitriding, fatigue strength depends directly on the fraction of the load bearing section,, and surface densification does not provide a noticeable advantage.

Figure 9 shows the results of the pore characterization by Image Anaysis: the shape parameter f_{circle} and the equivalent diameter of the pores. On increasing green density the shape of the large pores improves whilst the maximum size decreases slightly. On increasing sintering temperature the shape of the small pores improves.

Fatigue crack initiation depends on the stress intensity factor ΔK_{th} , give by equation (3)

$$\Delta K_{\text{th}} = \sigma Y (\pi a)^{0.5} / \Phi \quad (3)$$

where σ is the applied stress, Y is a geometrical constant and a is the size of the critical defect, i.e. of the large pores in the case of sintered steels. Figure 9 shows that the one parameter which change significantly among the four materials is the fraction of the load bearing section Φ .

On increasing green density and sintering temperature the fraction of the load bearing section increases whilst the size of the critical defect does not change significantly. After nitriding, crack nucleates in the subsurface, below he diffusion layer, and the fatigue resistance depends on the properties of the matrix. A significant improvement of the fatigue resistance could be expected on increasing the carbon content, to obtain a bainitic/martensitic microstructure.

Plasma nitriding is a valid solution to increase the fatigue resistance of sintered Cr steels.

The work has been carried out in the frame of the Höganäs Chair project, financed by Höganäs AB.