

CONFRONTO TRA CARATTERISTICHE DI ACCIAI DA POLVERI NOMINALMENTE EQUIVALENTI SINTERIZZATE ALLA TEMPERATURA DI 1125°C

G.F. Bocchini, M.G. Ienco, G. Pellati, M.R. Pinasco, A. Baggioli, R. Gerosa, B. Rivolta

Polveri metalliche prodotte da differenti aziende con un dato processo ed aventi uguale composizione chimica (1,75% Ni, 1,5% Cu, 0,5% Mo) si suppone che debbano essere equivalenti. Per verificare la validità dell'affermazione di equivalenza, sono state esaminate quattro polveri su base atomizzata parzialmente alligate mediante diffusion-bonding, secondo due linee di indagine. In questo rapporto si presentano i risultati del confronto fatto considerando il tenore di carbonio come variabile imposta. Le caratteristiche controllate sono state le variazioni dimensionali, il tenore di carbonio, la durezza, distribuzione di microdurezza, durezza universale, analisi frattale, geometria dei pori, proprietà microstrutturali, distribuzione del tenore locale di nichel e carico di rottura a flessione. I risultati sperimentali indicano che la equivalenza dichiarata non è adeguatamente confermata. Le analisi di microdurezza, di distribuzione della microstruttura e il tenore locale di nichel sembrano essere metodi validi per valutare l'effettiva equivalenza di polveri presentate come tali. I metodi di confronto utilizzati e descritti nello studio possono essere utili anche per i produttori di polveri interessati a migliorare l'idoneità dei loro prodotti a processi di sinterizzazione. I produttori di particolari sinterizzati possono seguire le tecniche proposte per rilevare differenze apprezzabili di prestazioni fra polveri che vengono presentate come equivalenti e giustificare o meno differenze di costo.

PAROLE CHIAVE: acciaio, sinterizzazione met delle polveri, caratterizzazioni materiali

INTRODUZIONE

Attualmente, nel mondo, i produttori di polvere in grado di competere, dal punto di vista tecnico, ai massimi livelli, sono pochissimi. In alcuni casi, i produttori di polveri di ferro offrono polveri dichiarate come uguali o equivalenti tra loro e quindi ritenute, a priori, adatte a rispondere a determinate richieste in modo del tutto intercambiabile. La maggior parte degli utilizzatori di polveri deve necessariamente fidarsi di quanto dichiarato dai produttori stessi o limitare la comparazione a solo alcuni degli aspetti principali, come la comprimibilità, le variazioni dimensionali, la durezza e la resistenza meccanica. Non tutte le realtà aziendali possiedono infatti competenze ed attrezzature tali da effettuare valutazioni comparative appro-

fondite, in grado di valutare compiutamente le polveri e consentire una scelta mirata, in funzione di esigenze progettuali e produttive specifiche.

Partendo da questi presupposti, in questo lavoro sperimentale sono state confrontate quattro differenti polveri atomizzate, di tipo diffusion-bonded [1-4] che, quantomeno in Europa, sono presentate come equivalenti tra loro. Questo articolo riporta i risultati del confronto, effettuato mediante differenti prove, relativamente alla risposta alla sinterizzazione, in un impianto industriale, delle quattro differenti polveri prese in considerazione.

MATERIALI ANALIZZATI

La composizione nominale delle polveri prese in considerazione è la seguente: Ni = 1,75%, Cu = 1,50%, Mo = 0,50%. Per tutto il processo produttivo è stato quello di un'alligazione incipiente, con aggiunte finissime, comunemente designato con l'espressione inglese "diffusion-bonding". In questo processo il grado di diffusione di ogni elemento nella matrice ferrosa è molto modesto, ma sufficiente ad evitare qualsiasi fenomeno di segregazione o "demiscelazione".

Per evitare qualsiasi riferimento specifico al produttore, ad

G.F. Bocchini

Consulente Metallurgia delle Polveri - Rapallo (GE)

M.G. Ienco, G. Pellati, M.R. Pinasco

DCCI - Università di Genova - Genova

A. Baggioli, R. Gerosa, B. Rivolta

Dipartimento di Meccanica - Politecnico di Milano - Milano

Codice della polvere	1	2	3	4	1	2	3	4
Grafite aggiunta	0,3%				0,6%			
Codice	13	23	33	43	16	26	36	46

Tab. 1 Sistema di codifica per il riconoscimento dei campioni.

Coding system of samples to compare after sintering.

ogni polvere è stato associato un codice numerico: 1, 2, 3 e 4. Per ogni polvere il rispettivo produttore ha preparato due miscele, con l'aggiunta di 0,75% di lubrificante e, rispettivamente, di 0,3% o 0,6% di grafite. In un impianto industriale sono stati pressati dei pezzi di produzione corrente, ad una massa volumica di 6,7÷6,8 g/cm³. Tutti i pezzi al verde, accuratamente contrassegnati, sono stati sinterizzati in forno a nastro, in atmosfera di endogas da metano, alla temperatura di 1125°C per 25 minuti.

Il sistema di codici utilizzato per distinguere i vari materiali è indicato in Tab. 1. In ogni codice, la prima cifra indica il tipo di polvere, la seconda cifra indica il contenuto nominale di carbonio.

PROVE SPERIMENTALI E RISULTATI

Sui pezzi, dopo sinterizzazione, sono stati effettuati i seguenti controlli sperimentali:

- Contenuto di carbonio.
- Variazioni dimensionali rispetto ai pezzi pressati.
- Macroduressa HV10.
- Microduressa HV0.05.
- Analisi delle porosità - La rotondità "sensibile" dei pori è stata valutata con osservazione al microscopio ottico metallografico ed analizzata mediante un software di analisi dell'immagine (Image ProPlus, ver.4.1). La rotondità del singolo poro è stata calcolata utilizzando la formula:

$$R = \frac{P^2}{4\pi A}$$

dove P è il perimetro ed A è l'area della sezione del poro. Per pori con sezione perfettamente circolare risulta quindi R = 1. I pori sono stati raggruppati in dodici classi di

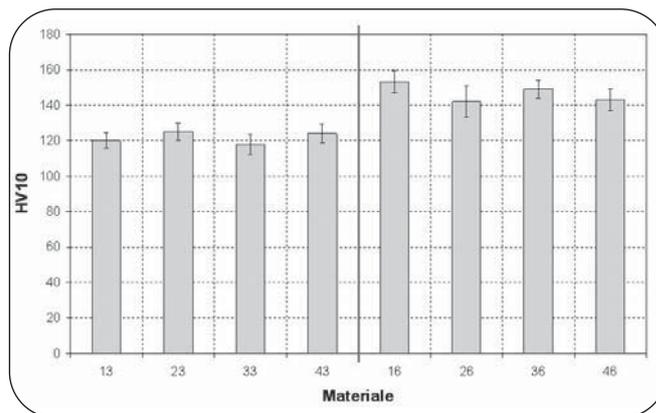


Fig. 1

Valori delle macroduressa HV10 per tutti i materiali considerati (valor medio e deviazione standard).
Macrohardness HV10 (average value and standard deviation).

rotondità e la rotondità "sensibile" è stata calcolata come media pesata sulle classi, avendo escluso le classi con rotondità più elevate. I pori corrispondenti alle classi di rotondità più alte, caratterizzati da forme molto irregolari, sono infatti poco numerosi (< 3%) e studi precedenti [5, 6] hanno mostrato che si prestano poco ad una precisa classificazione, che le loro variazioni di forma sono poco influenzate dalle condizioni del processo e che, quindi, al fine di aumentare la sensibilità del metodo, è preferibile evitare di considerarli nel calcolo della media pesata della rotondità [7].

- Analisi della rotondità attraverso il calcolo della dimensione frattale dei pori, già sviluppata ed applicata in un precedente lavoro [8].

- Analisi microstrutturale attraverso microscopio ottico metallografico e microscopio elettronico a scansione.

- Prove meccaniche di flessione su tre punti, effettuate secondo la norma ISO 3325-96 [9].

In Tab. 2 sono riportati i risultati ottenuti relativamente al contenuto di carbonio dei pezzi dopo sinterizzazione, alla variazione dimensionale, al calcolo della dimensione frattale e della rotondità "sensibile" dei pori.

CODICE MATERIALE	MASSA VOLUMICA [G/CM ³]	CONTENUTO DI CARBONIO %	VARIAZIONE DIMENSIONALE %		DIMENSIONE FRATTALE	ROTONDITÀ "SPECIFICA"
			Vm	ds		
	vm	vm	Vm	ds	vm	vm
13	6,73	0,32	-0,05	0,010	1,19	1,74
23	6,74	0,30	-0,08	0,011	1,19	1,65
33	6,72	0,32	-0,02	0,011	1,17	1,75
43	6,73	0,32	+0,00	0,010	1,16	1,76
16	6,66	0,59	-0,01	0,011	1,18	1,83
26	6,66	0,56	-0,05	0,012	1,20	1,68
36	6,66	0,55	+0,01	0,012	1,17	1,87
46	6,70	0,56	+0,03	0,010	1,16	1,80

Tab. 2

Risultati sperimentali ottenuti.
Experimental results.

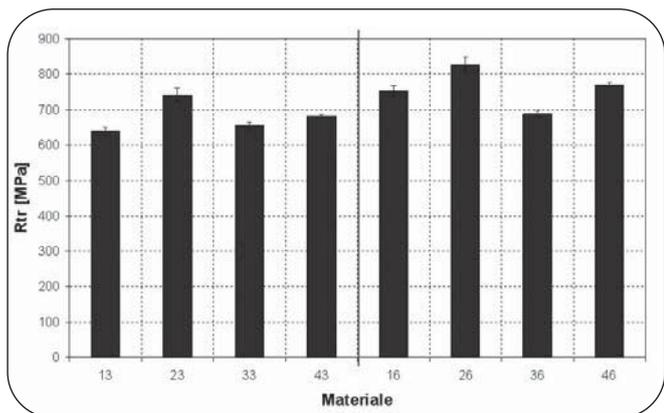


Fig. 2

Valori del carico a rottura trasversale per tutti i materiali considerati (valor medio e deviazione standard).
Transverse rupture strength (average value and standard deviation).

In Fig. 1 sono riportati i valori medi delle macrodurezze ottenuti e in Fig. 2 i valori medi del carico a rottura trasversale ottenuti dalle prove di flessione su tre punti.

In Fig. 2 sono riportati i valori del carico a rottura trasversale, valutato con prove di flessione su tre punti.

Le distribuzioni delle microdurezze, basate su cento prove distribuite in modo casuale su una sezione di ogni campione, sono riportate nelle Fig. 3 e Fig. 4. La forma di ogni curva è influenzata dalla polvere base, dal contenuto di carbonio e dalla temperatura di sinterizzazione. I campioni 13 e 33 differiscono dal 23 e dal 43; in modo analogo, i campioni 16 e 36 differiscono dal 26 e dal 46.

La combinazione tra differenti composizioni chimiche locali e particolari velocità di raffreddamento dà origine a specifici microcostituenti, ciascuno caratterizzato da una sua propria microdurezza. Risulta particolarmente utile, pertanto, effettuare un'elaborazione statistica dei dati sperimentali ottenuti, in modo da ottenere informazioni sulle popolazioni di microcostituenti, caratterizzanti lo specifico materiale. Il grafico della distribuzione delle microdurezze permette di distinguere differenti popolazioni statistiche ed anche di ricavare un Indice di Omogeneità [5], definito nel modo seguente:

$$HI = \left(\frac{f_{max} \cdot n_r}{n_h \cdot 40 \cdot 6} \right)^{1/2}, \text{ dove:}$$

f_{max} è il massimo valore della curva di frequenza, espresso in percentuale;

n_r è il numero di intervalli all'interno dei quali sono stati suddivisi i risultati sperimentali. Esso è confrontato con un tipico intervallo di ± 3 deviazioni standard attorno al valor medio della distribuzione di Gauss normalizzata, che può essere

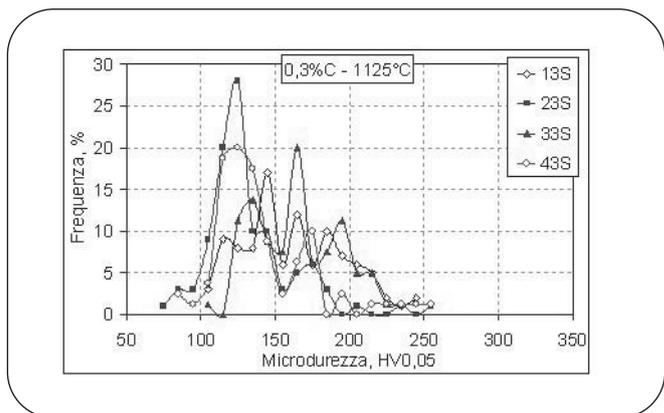


Fig. 3

Distribuzione delle microdurezze, 0,3%C, sinterizzazione a 1125°C.
Microhardness distribution, 1125°C, 0.3%C.

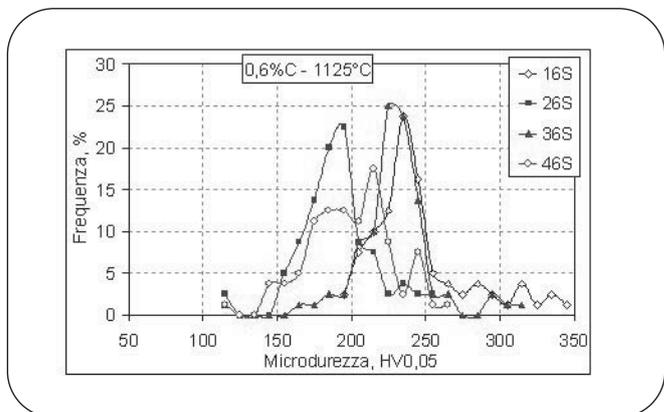


Fig. 4

Distribuzione delle microdurezze, 0,6%C, sinterizzazione a 1125°C.
Microhardness distribution, 1125°C, 0.6%C.

approssimata in una suddivisione dei dati in un numero di sei intervalli;

n_h è il numero di punti di massimo relativo della curva di frequenza. In un Grafico di Probabilità Normale, GPN, questo numero deve essere pari al numero di distinte pendenze osservate sulla curva cumulativa costruita con i valori delle singole prove di durezza riportati in ordine crescente.

I risultati ottenuti sono riportati in Tab. 3.

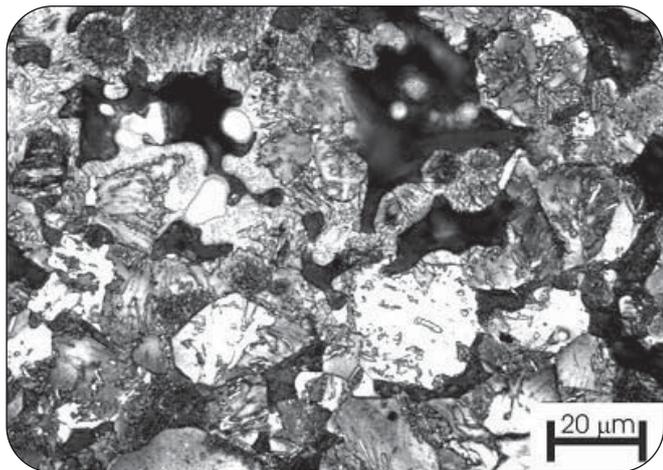
Le microstrutture osservate nei campioni già caratterizzati meccanicamente sono riportate nelle Figg. 5-12.

In tutti i campioni si osservano perlite fine o finissima e

Codice del materiale	13	23	33	43	16	26	36	46
Indice di Omogeneità, HI	0.43	0.60	0.60	0.71	0.68	0.68	0.90	0.73
Valor medio, Hv0,05	158	138	164	141	244	191	228	199

Tab. 3

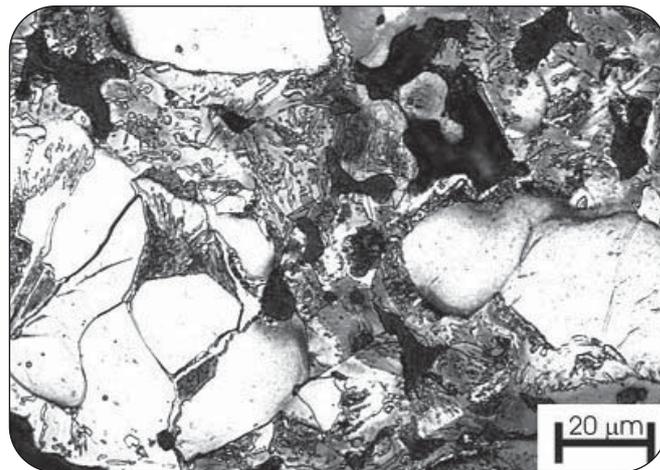
Risultati delle prove di microdurezza.
Results of microhardness measurements.



▲
Fig. 5

Material 13.

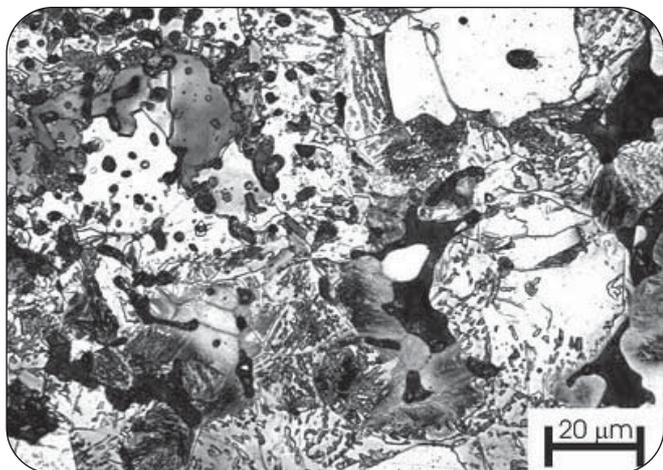
Material 13.



▲
Fig. 8

Material 43.

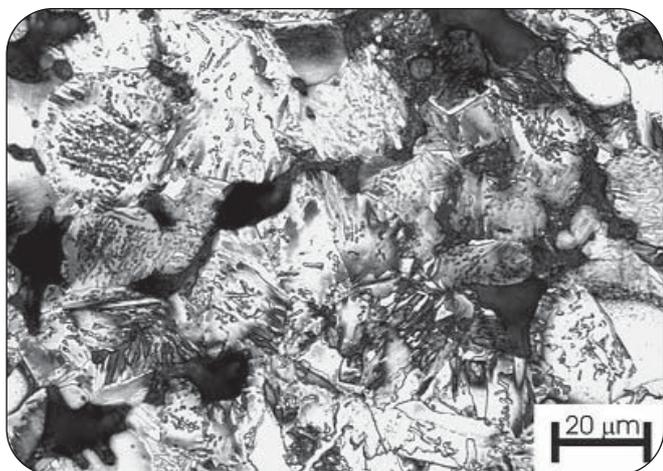
Material 43.



▲
Fig. 6

Material 23.

Material 23.



▲
Fig. 7

Material 33.

Material 33.

bainite superiore. Quest'ultima, presente con differenti morfologie, prevale in quantità sugli altri microcostituenti in tutti i campioni esaminati e per entrambi i tenori di carbonio.

La ferrite, sempre rintracciabile nella microstruttura dei campioni con 0,3% di carbonio, è invece assente, o presente solo in piccole quantità (16), nei campioni con contenuto di carbonio pari allo 0,6% e, talvolta (23, 43 e 26), vi si trovano associati dei precipitati nastriformi di cementite.

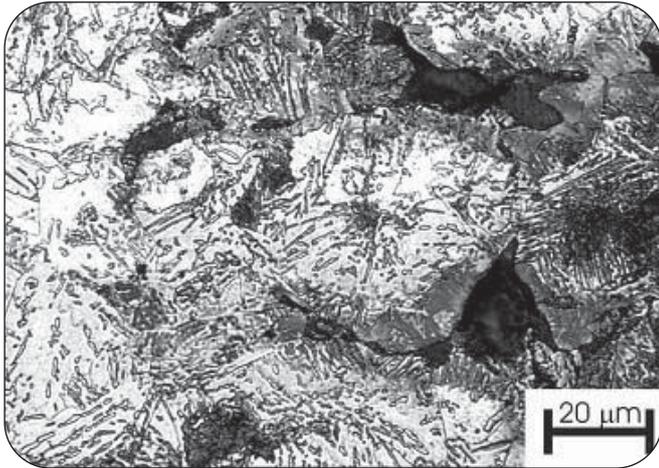
Mentre nei campioni a minor contenuto di carbonio si osserva austenite in via di trasformazione in strutture aciculari soprattutto di tipo bainitico, in quelli con maggior contenuto di carbonio l'austenite tende a trasformarsi verso strutture di tipo martensitico.

Nei campioni 23 e 26 risaltano numerosi raggruppamenti localizzati di piccolissimi pori, che formano una specie di reticolato, la cui presenza si riflette sui valori della Rotondità Sensibile riportati in Tab. 2, significativamente inferiori rispetto a quelli degli altri campioni.

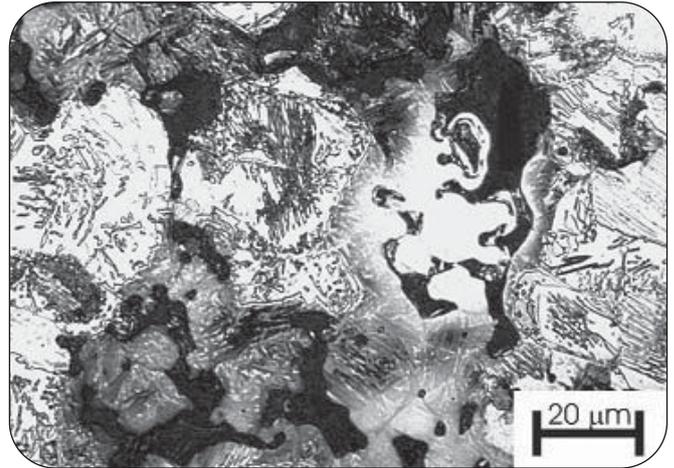
Si può affermare che, in definitiva, il cambiamento della distribuzione delle microdurezze concorda con l'insieme delle microstrutture osservate e della loro variazione in funzione dell'aumento quantitativo di carbonio in lega.

CONCLUSIONI

I risultati del presente articolo mostrano che le polveri diffusion bonded disponibili in Europa, dichiarate come equivalenti, rispondono in realtà in modo diverso alla sinterizzazione. I valori di grandezze "macroscopiche", quali le variazioni dimensionali e le macrodurezze, appaiono essere poco sensibili ad evidenziare differenze tra acciai sinterizzati da polveri nominalmente uguali. Solo la prova meccanica di flessione su tre punti, che consente la determinazione del carico di rottura a flessione, è in grado di evidenziare un diverso comportamento dei materiali a pari tenore di carbonio. Approcci più sofisticati, come l'analisi della microstruttura e della distribuzione delle microdurezze, sono in grado di mettere in evidenza come acciai da polveri proposte come equivalenti rispondono di fatto in modo diverso alla sinterizzazione. I microcostituenti si presenta-

▲
Fig. 9**Material 16.**

Material 16.

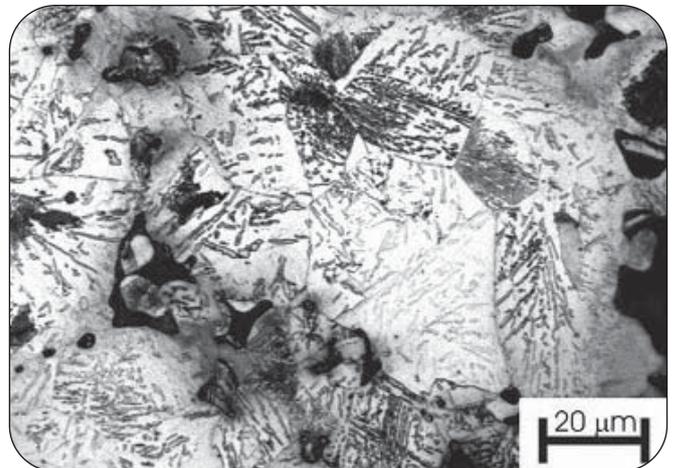
▲
Fig. 10**Material 26.**

Material 26.

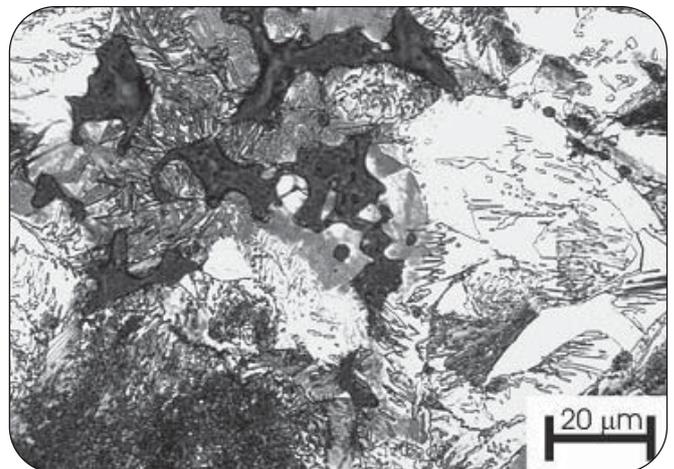
no infatti diversamente distribuiti ed il grado di omogeneità, evidenziato dalla distribuzione delle microdurezze, differisce al variare della tipologia di polvere e, a parità di polvere, al variare del contenuto di carbonio. Tali differenze di tipo "microscopico" possono influenzare in modo significativo la risposta ai carichi esterni applicati, alle lavorazioni meccaniche, ai successivi trattamenti termici. E' importante sottolineare, quindi, come ogni confronto grossolano, basato solo sul prezzo di acquisto, può avere serie conseguenze sulle prestazioni, in termini di resistenza statica o a fatica, sul comportamento nel corso delle lavorazioni alle macchine utensili e sulle proprietà dopo trattamento termico dei pezzi ottenuti.

BIBLIOGRAFIA

- [1] G.F. Bocchini, M.G. Ienco, M.R. Pinasco, R. Gerosa, B. Rivolta, G. Silva: Comparative characterisation of P/M steels obtained from nominally equivalent powders, P/M European Conference, organised by EPMA, Prague, 2-5 October 2005, Vol. 1, p. 79
- [2] B. Rivolta, M.R. Pinasco, "Correlazione tra analisi frattografica e tenacità di acciai sinterizzati da polvere diffusion-bonded", La Metallurgia Italiana, Giugno 2001, pagg. 21-27
- [3] G.F. Bocchini, P. Piccardo, M.R. Pinasco, B. Rivolta, G. Silva, E. Stagno, "Response to Heat Treatment of a PM steel from Diffusion-Bonded Powder, repeatedly sintered at 1120°C or once at 1250°C", Proc. 2000 P/M World Congress, JP/MA, Kyoto, November 12-16, p. 1566-1570
- [4] G.F. Bocchini, B. Rivolta, G. Silva, P. Piccardo, M.R. Pinasco, E. Poggio, "Influence of cooling rate on microstructural and mechanical properties of alloys from diffusion-bonded powders, sintered in different conditions", P/M Science & Technology Briefs, Vol. 4, N. 4, December 2002, 16-21
- [5] G.F. Bocchini, M.G. Ienco, M.R. Pinasco, E. Stagno, B. Rivolta, G. Silva, "Caratterizzazione fisica, microstrutturale e meccanica di un acciaio da polvere diffusion-bonded sinterizzato in condizioni diverse", La Metallurgia Italiana, EDIMET, Brescia, Giugno 99, 61-69

▲
Fig. 11**Material 36.**

Material 36.

▲
Fig. 12**Material 46.**

Material 46.

- [6] G.F. Bocchini, M.G. Jenco, 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 and Particulate Materials, New York, 30 May-3 June 2000
- [7] G. F. Bocchini, F. Bonollo, A. Tiziani, J. M. Ruiz_Roman, J. M. Torralba: "Breakdown, by statistical methods, of hardness values measured on different P/M steels", *Powder Metallurgy World Congress, PM '94*, Parigi, 6-9 June, 1994, Vol. 2, pp 1057-1060
- [8] G.F. Bocchini, C. Alippi, A. Baggioli, B. Rivolta, "The fractal analysis as a measure of the sintering degree of P/M materials", *EPMA 2003*, October 2003, Valencia;
- [9] ISO 3325-96 "Sintered metal materials, excluding hardmetals – Determination of transverse rupture strength"

ABSTRACT

COMPARISON OF THE CHARACTERISTICS OF SINTERED STEELS FROM NOMINALLY EQUIVALENT POWDERS SINTERED AT 1125°C

Keywords: steel, sintering, powder metallurgy, materials characterization

Raw materials from different sources, produced by a given process and having equal chemical composition, are supposed to be equivalent. Different iron powder producers offer "equal" or equivalent powder grades. The majority of powder users must rely on powder suppliers or limit any comparison to some prime aspects.

On this ground, the differences in sintering behaviour have been investigated on P/M steels obtained from four diffusion-bonded powders on atomised iron base, at the same alloy contents with two levels of carbon. The nominal composition of investigated powders is: Ni 1.75%; Cu 1.5%, Mo 0.5%. For each base grade, two mixes have been prepared with addition of 0.75% of lubricant, and 0.3% or 0.6% graphite [Tab.1]. The powders have been compacted at 6.7÷6.8 g/cm³ and sintered in a belt conveyor furnace, under endogas from methane, at 1125°C for 25 minutes.

Dimensional changes, C content, hardness, fractal analysis, pore features, microhardness pattern, microstructure features and rupture strength have been compared to characterise different raw materials. The results show that the claimed equivalence is not confirmed by experimental data. Upper bainite, with different morphologies, is always the prevailing micro-constituent. Small amounts of fine and very fine perlite are also present. Ferrite, always present in the microstructure of the 0.3% C samples, is absent or present in small quantity in the specimens with higher carbon content. The change of microhardness distribution agrees with the observed evolution of microstructures as functions of processing conditions.

The results of this investigation show that diffusion-bonded powders available in Europe, claimed as equivalent, differently respond to sintering. The "macroscopic" values (dimensional change, HV10 hardness) appear little sensitive to remarkable differences of microstructure and microhardness distributions. More sophisticated approaches, such as microstructure and microhardness analyses, enable to detect that iron-base diffusion-bonded powders, proposed as equivalent to comparable grades, as a matter of fact, notably differ.