

# Correlazione tra analisi frattografica e tenacità di acciai sinterizzati da polveri diffusion-bonded

B. Rivolta, M. R. Pinasco

*Con l'utilizzo di una polvere diffusion-bonded (1.75% Ni, 1.5% Cu; 0.5% Mo) + 0.2% C sono stati prodotti ingranaggi a denti elicoidali. La sinterizzazione è stata effettuata secondo varie modalità: una, due, quattro, otto e sedici passaggi a 1120°C con permanenze unitarie di 30 minuti sotto atmosfera di endogas o una sola volta a 1250°C, sotto atmosfera azoto/idrogeno arricchita con metano, con permanenza di un'ora. I sinterizzati sono poi stati carbonitrurati, temprati in olio e rinvenuti. E' stato possibile far emergere, nel corso di precedenti osservazioni, variazioni significative delle proprietà meccaniche e strutturali al variare del numero di ripetizione del ciclo e quindi in ultima istanza al variare del grado di omogeneizzazione del sinterizzato. Si è potuto in questa memoria effettuare un'indagine specifica per rilevare il valore della tenacità a frattura su campioni intagliati con prove di flessione su tre punti che hanno permesso di ricavare  $K_{Ic}$  nelle varie condizioni di sinterizzazione. Attraverso l'utilizzo di un analizzatore di immagine è stato possibile inoltre il calcolo della ripartizione fra aree fragili ed aree tenaci sulle superfici di frattura e la valutazione di un indice di forma delle aree tenaci nelle diverse condizioni di sinterizzazione. La deformabilità plastica e la tenacità, misurata con il  $K_{Ic}$ , sono state messe in relazione con le strutture ottenibili al variare del tempo di sinterizzazione.*

**Parole chiave: metallurgia delle polveri, acciaio, frattura, sinterizzazione**

## INTRODUZIONE

L'impiego di polveri diffusion-bonded, ossia parzialmente prelegate per incipiente diffusione degli alliganti, ha rappresentato un fattore di singolare importanza nello sviluppo di particolari sinterizzati destinati ad applicazioni meccaniche impegnative. E' noto, tuttavia, come nelle condizioni più comuni di sinterizzazione, cioè alla temperatura di 1120-1150°C, il grado di diffusione degli elementi in lega non sia mai completo anche per tempi molto prolungati ed al limite della convenienza industriale, con conseguente presenza di disomogeneità di composizione chimica locale e variazioni di tipologie microstrutturali. Allo scopo di caratterizzare gli acciai sinterizzati da polvere diffusion-bonded è stato avviato un ampio programma sperimentale in cui sono state studiate le caratteristiche fisiche, microstrutturali e meccaniche al variare del numero di cicli di sinterizzazione a 1120°C o a 1250°C con un solo passaggio in forno [1]. E' stata valutata inoltre la risposta di questi materiali al trattamento termico di carbonitrurazione, sempre al variare delle condizioni di sinterizzazione [2, 3]. Analizzando la nutrita campionatura frattografica a disposizione a seguito dei lavori citati, si è notato un progressivo aumento della estensione delle aree tenaci all'aumentare del tempo di sinterizzazione accompagnato da una variazione nella forma delle stesse. Si è ritenuto importante, pertanto, procedere ad un'analisi quantitativa di tale comportamento: in questo lavoro, attraverso l'utilizzo di un software di analisi dell'immagine, è stato effettuato un calcolo della ripartizione tra aree fragili ed aree tenaci sulla superficie di frattura ed è stato valutato un indice di forma

delle aree tenaci nelle diverse condizioni di sinterizzazione. I risultati ottenuti sono stati correlati con le microstrutture riscontrate e, in ultima istanza, con il variare del grado di omogeneizzazione del sinterizzato. Per poter attribuire un preciso significato ai risultati ottenuti dall'analisi frattografica sulle microaree tenaci, è stata effettuata una caratterizzazione a frattura su campioni intagliati con prove di flessione su tre punti, che ha consentito, pur su un numero limitato di provini, il calcolo di un  $K_{Ic}$  al variare delle condizioni di sinterizzazione. E' stato quindi possibile caratterizzare i materiali nelle diverse condizioni in funzione della tenacità correlando i risultati con le caratteristiche fisiche e microstrutturali del sinterizzato.

## MATERIALI E METODI

Utilizzando una classica polvere di tipo diffusion-bonded (1.75% Ni, 1.5% Cu, 0.5% Mo), con aggiunta di 0.2% di grafite e lubrificante, sono stati pressati, a 500-550 MPa, ingranaggi a denti elicoidali caratterizzati, dopo sinterizzazione, da masse volumiche comprese tra 6.97 e 7.10 g/cm<sup>3</sup>. La sinterizzazione è stata realizzata in condizioni differenti: una (S1), due (S2), quattro (S4), otto (S8) e sedici volte a 1120°C (S16), in atmosfera endogas, con permanenza unitaria di 30 minuti, oppure una sola volta alla temperatura di 1250°C (1250), in atmosfera azoto/idrogeno arricchita con metano e permanenza di un'ora.

Il trattamento termochimico di carbonitrurazione è stato effettuato su pezzi caratterizzati da una configurazione geometrica ad anello, di altezza pari a quella dell'ingranaggio di partenza, con asportazione alla macchina utensile della corona dentata esterna e della parte centrale di azionamento del percussore, ottenuta secondo le modalità già presentate in [2]. Il trattamento di carbonitrurazione si è svolto alla temperatura di 880°C, con permanenza di due ore. La tempra, da 830°C, è stata effettuata in olio, mantenuto a circa

B. Rivolta

Dipartimento di Meccanica, Politecnico di Milano

M. R. Pinasco

Dipartimento di Chimica e Chimica Industriale, Università di Genova

Memoria presentata al 28° Convegno Nazionale AIM, Milano 8-11 novembre 2000

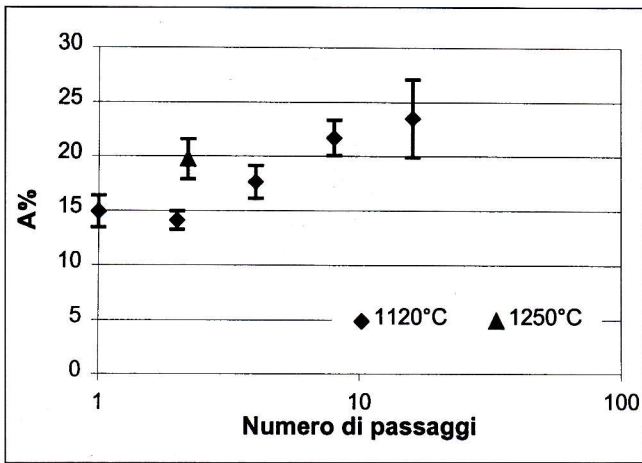


Fig.3: Andamento della frazione di area percentuale duttile rispetto all'area totale in funzione del numero di cicli di sinterizzazione.

Fig.3: Ductile area fraction versus sintering steps.

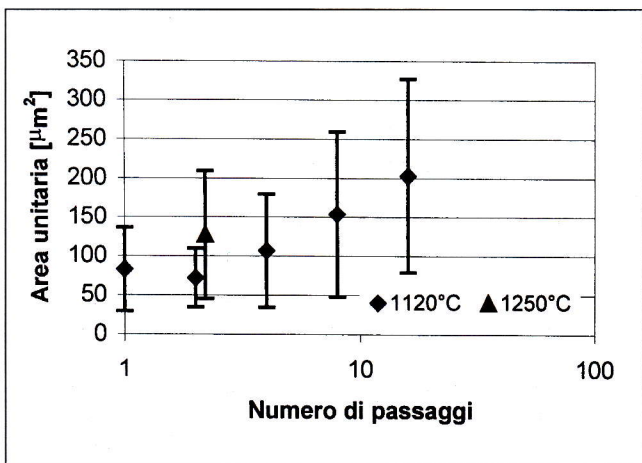


Fig.4: Andamento dell'area unitaria in funzione del numero di ripetizioni del ciclo.

Fig.4: Unit ductile area fraction versus sintering steps.

RISULTATI

Riconosciuta comunque l'importanza dei dati ricavati dalle prove meccaniche per la loro utilità ai fini progettuali, in Fig.3 è mostrato l'andamento della frazione percentuale di area caratterizzata da frattura duttile rispetto all'area totale. L'area rappresentata è stata calcolata come sommatoria delle aree interessate dalle microcavità.

Risulta evidente un incremento di area duttile rispetto all'area totale all'aumentare del numero di cicli di sinterizzazione e, quindi, in ultima istanza all'aumentare della omogeneizzazione del materiale e della estensione delle aree saldate in sinterizzazione. Il materiale sinterizzato un'ora a 1250°C presenta un valore di area duttile compreso tra il materiale S4 ed S8 e comunque superiore al materiale sinterizzato un'ora a 1120°C (S2).

Il medesimo andamento si presenta diagrammando l'area ed il perimetro unitari medi delle aree interessate dalle microcavità in funzione del numero di cicli di sinterizzazione (Fig.4 e Fig.5):

L'osservazione dei precedenti diagrammi non riesce, tuttavia, a fornire un'indicazione, comunque evidente da un esame visivo, di un significativo cambiamento di morfologia delle microaree di contatto. Quale indice di forma è stato

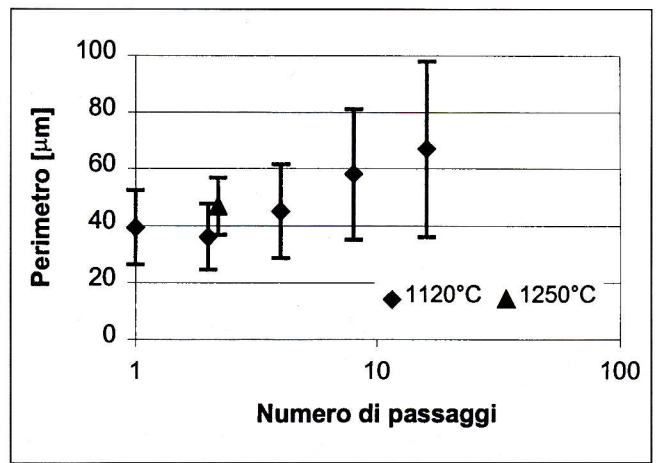


Fig.5: Andamento del perimetro delle zone duttili in funzione del numero di ripetizioni del ciclo.

Fig.5: Unit perimeter of the ductile areas versus sintering steps.

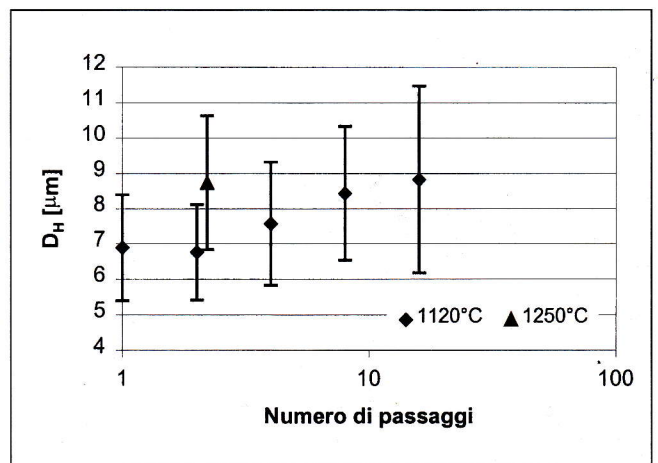


Fig.6: Andamento del diametro idraulico in funzione del numero di cicli di sinterizzazione.

Fig.6: Hydraulic diameter of the ductile areas versus sintering steps.

pertanto calcolato con i dati a disposizione il diametro idraulico di ciascuna microarea, secondo la definizione:

$$(1) \quad D_H = 4A / p$$

dove A rappresenta l'area e p il perimetro di ciascuna zona di interesse.

Si nota un incremento medio sia dell'area sia del perimetro delle zone caratterizzate da microcavità, ma in modo tale che anche il diametro idraulico mediamente cresce (Fig.6): le aree interessate tendono cioè ad aumentare e nello stesso tempo a presentare una forma più regolare con il procedere del tempo di sinterizzazione. Durante la sinterizzazione i fenomeni diffusivi agiscono, infatti, in modo da estendere progressivamente i colli di collegamento tra i granuli già formati durante la fase di pressatura. Dal diagramma finale (Fig.6) risulta inoltre che il materiale 1250 presenta un valore di diametro idraulico medio prossimo a quello del materiale S16 e si attende quindi un comportamento di tipo paragonabile.

I risultati che si ottengono dall'analisi microstrutturale confermano quanto evidenziato dallo studio frattografico. Per quanto riguarda i materiali sinterizzati a 1120°C, si riportano principalmente i risultati relativi ai campioni S1, S2, S16,

Proprietà	SI		Materiale			
	S1	S2	S4	S8	S16	I250
$\sigma_{max}$ [MPa]	1228	1473	1485	1722	1861	1397
$\Delta l$ [mm]	0.31	0.36	0.35	0.40	0.42	0.33

Tabella 1: Proprietà meccaniche del sinterizzato nelle diverse condizioni esaminate.

Table 1: Characteristics after sintering in different conditions.

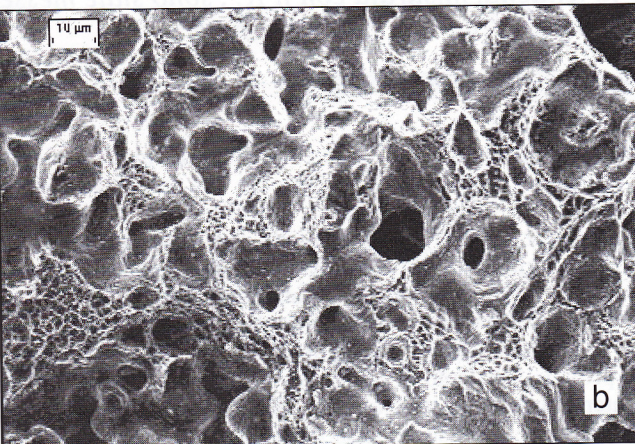
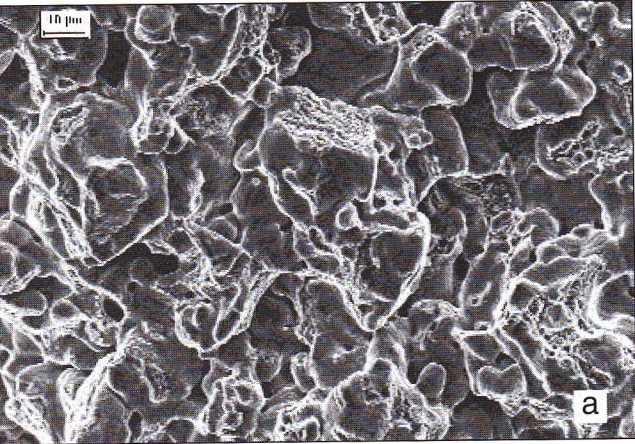


Fig.1: Frattografia del materiale nelle condizioni S1 (a) e nelle condizioni S16 (b).

Fig.1: Fractography of S1 material (a) and S16 material (b).

60°C, e successivamente i pezzi sono stati distesi in aria con permanenza di un'ora a 170°C.

Sulla geometria a trave curva ottenuta sono state effettuate prove meccaniche di flessione su tre punti, i cui risultati, riassunti in Tabella 1, sono riportati diffusamente in [2, 3].

Si è proceduto quindi alla valutazione delle superfici di frattura su un elevato numero di immagini, rilevate in varie posizioni per ogni campione diversamente sinterizzato, al fine di acquisire una serie di informazioni sulla distribuzione e sulla morfologia delle aree di frattura caratterizzate dalla presenza di ampie deformazioni plastiche e microcavità. Per effettuare il conteggio si è ricorso all'utilizzo di un supporto informatico in grado di sostituire l'oneroso metodo manuale cosiddetto del "reticolo". Le micrografie provenienti dal SEM sono state trattate mediante un software di elaborazione di immagini (ImageProPlus 4.1), attraverso cui è stato possibile evidenziare le zone della superficie di frattura interessate dalle microcavità caratteristiche della frattura duttile. In Fig.1 è mostrato un esempio di frattografia del materiale S1 (a) e del materiale S16 (b). Il programma è in grado di

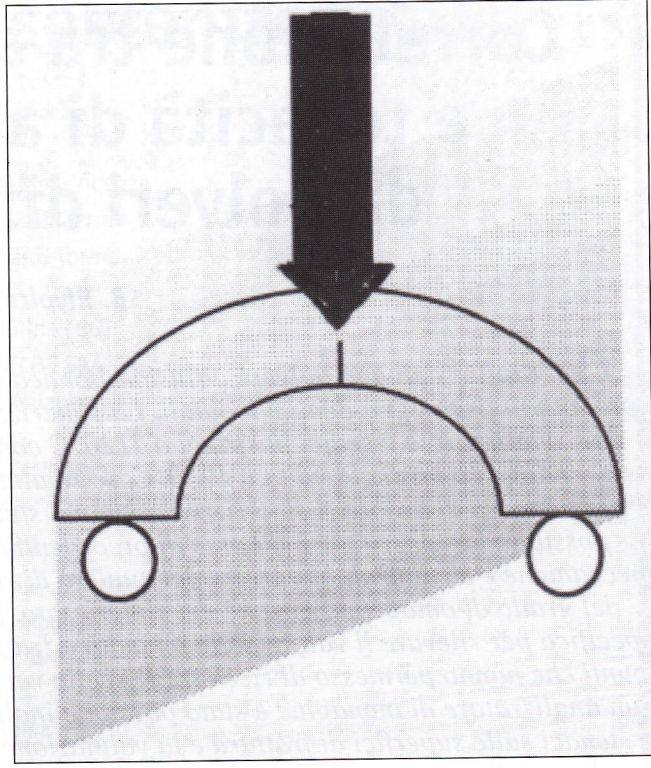


Fig.2: Rappresentazione schematica della prova di flessione su tre punti.

Fig.2: Three point bending test on the curved beam.

fornire in modo automatico la frazione di area contornata rispetto al totale, il valore di ciascuna area ed il valore del rispettivo perimetro.

Per le diverse condizioni di sinterizzazione si è proceduto, inoltre, alla caratterizzazione microstrutturale ed all'esame della morfologia della porosità. Quest'ultima valutazione è stata effettuata al cuore dei particolari per evitare qualsiasi fattore di disturbo dovuto ad effetti di superficie.

L'analisi della tenacità dei materiali è stata completata con prove di meccanica della frattura. Sulla geometria a "trave" curva, di sezione nominale 7,14x7,90 mm<sup>2</sup>, sono stati realizzati degli intagli mediante elettroerosione a filo. Ciascun intaglio, effettuato sul piano mediano del provino, presentava profondità di 0.338-0.357 mm e raggio di raccordo di fondo intaglio di 0.16 mm, in relazione al diametro del filo disponibile.

In riferimento alla norma ASTM E399 "Plane-strain fracture toughness of metallic materials" [4], non è stato possibile rispettare le prescrizioni relative al raggio di raccordo di fondo intaglio, mentre è stato rispettato il proporzionamento relativo alla geometria del provino ed alla profondità dell'intaglio. E' stato quindi verificato che il processo di elettroerosione non ha causato alterazioni della struttura nelle adiacenze della superficie lavorata sia mediante microscopia ottica che elettronica. Ciascun campione, rappresentativo delle diverse condizioni di sinterizzazione, è stato sottoposto ad una prova di flessione su tre punti, secondo lo schema di Fig.2.

Sono stati ricavati diagrammi sperimentali che rappresentano l'andamento del carico in funzione della deformazione, considerata come spostamento del punto di applicazione. Analizzando tali curve, è risultato evidente come il valore massimo del carico risulti compreso entro il 95% della pendenza del tratto iniziale (curva appartenente alla tipologia III della norma ASTM citata). Si è proceduto quindi al calcolo del valore di tenacità a frattura per i materiali nelle varie condizioni di sinterizzazione.

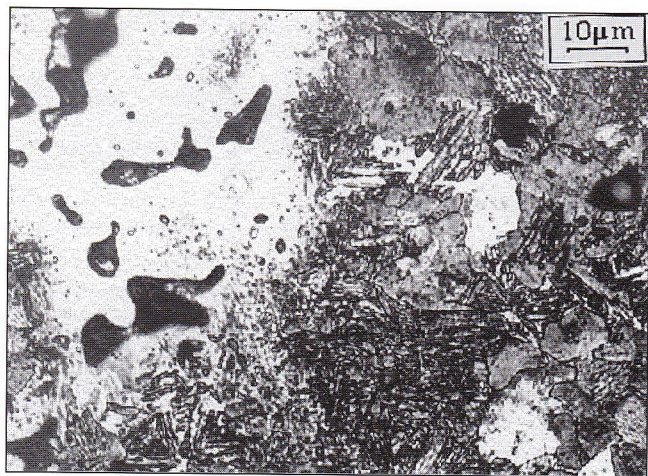


Fig.7: Microstruttura del materiale S1. Martensite, austenite residua localizzata intorno ai pori e isole di bainite superiore.

Fig.7: Microstructure of S1 material. The structure is constituted of martensite; residual austenite around pores and isles of upper bainite.

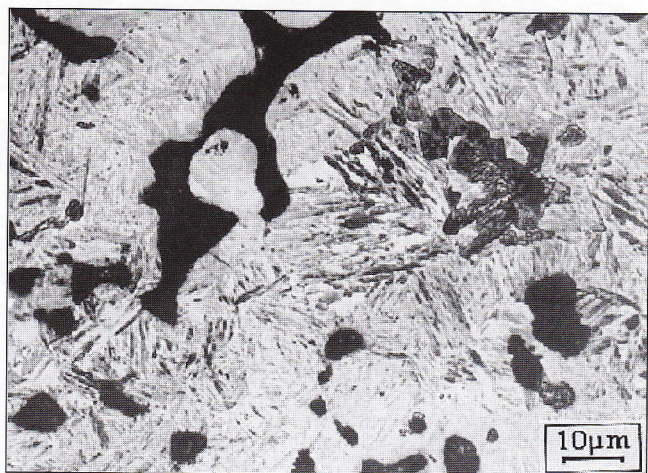


Fig.8: Microstruttura del materiale S2: martensite, austenite residua intorno ai pori o in via di trasformazione, zone di perlite finissima e bainite.

Fig.8: Microstructure of S2 material: martensite, residual austenite around pores, zone of very fine pearlite and bainite.

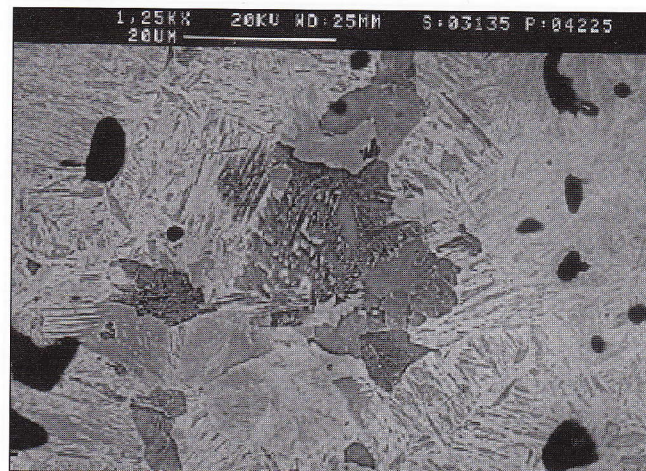


Fig.9: Microstruttura del materiale S4: martensite, bainite superiore e isole di perlite finissima.

Fig.9: Microstructure of S4 material: martensite, upper bainite and isles of very fine pearlite.

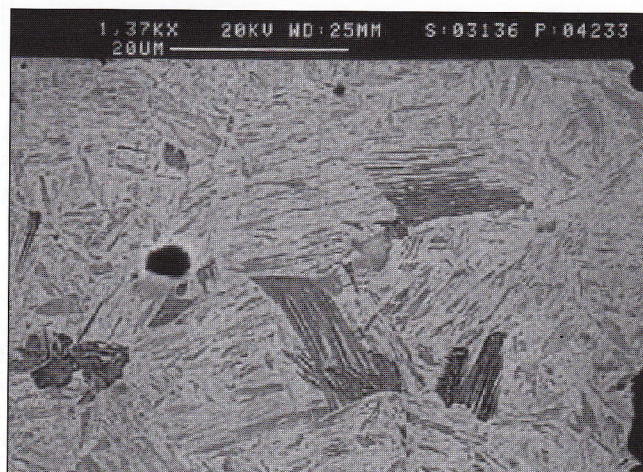


Fig.10: Microstruttura del materiale S8: matrice martensitica con qualche isola di bainite superiore con morfologia a pettine.

Fig.10: Microstructure of S8 material: the structure appears mainly constituted of martensite with some isles of upper bainite.

in quanto le caratteristiche dei materiali a differenti tempi di sinterizzazione si presentano intermedie. La struttura del materiale S1 è costituita prevalentemente da martensite, accompagnata da ampie zone di bainite superiore. E' notevole la quantità di austenite in via di trasformazione (MA) e, sia pure in minor misura, di austenite residua (Fig.7). Poca perlite finissima è qualche volta visibile associata agli aggregati bainitici. Gli aghi di martensite risultano di dimensioni diverse, più fini nelle zone adiacenti alle porosità, più grossolani nella matrice più lontana dai pori. La natura, la quantità relativa e la distribuzione delle varie fasi appaiono identiche in tutto il provino dimostrando la diffusione del carbonio, in sede di trattamento, fino alla zona centrale del componente, come peraltro testimoniato anche dall'analisi sulle superfici di frattura.

La microstruttura del materiale S2 è costituita da martensite ad aghi generalmente grossolani: la martensite fine è confinata in zone ridotte in prossimità delle porosità. Sono anche presenti bainite superiore, perlite finissima con austenite parzialmente trasformata (Fig.8). Le isole bainitiche appaiono raramente di dimensioni notevoli come invece riscontrato nel materiale S1; più spesso la matrice compresa tra i pori è

costituita da martensite con rare piccole isole di bainite a pettine. Si può pertanto affermare che la struttura appare complessivamente meno eterogenea, in seguito alla progressiva diffusione degli elementi alliganti nella matrice per la sinterizzazione ripetuta.

Questa tendenza viene confermata dall'analisi dei materiali sinterizzati 4 e 8 volte. La Fig.9 e Fig.10 a confronto dimostrano il progressivo aumento dell'uniformità della struttura con l'aumentare del numero di cicli di sinterizzazione: le isole bainitiche diventano di dimensioni sempre minori a favore di una più estesa matrice martensitica.

La struttura del materiale S16 appare costituita quasi interamente da martensite con relativamente piccole quantità di bainite superiore con morfologia a pettine e piccole quantità di perlite finissima (Fig.11). La struttura risulta, cioè, molto più uniforme rispetto ai materiali precedenti in accordo con l'omogeneizzazione della soluzione solida avvenuta a seguito delle numerose sinterizzazioni ripetute.

Nel materiale sinterizzato a 1250°C la struttura appare del tutto simile a quella del materiale sinterizzato 16 volte a 1120°C. Si riscontra, infatti, in prevalenza martensite grossolana ed, in misura ridotta, bainite e perlite finissima



Fig.11: Microstruttura del materiale S16: sono visibili martensite, prevalente, e austenite in via di trasformazione.

Fig.11: Microstructure of S16 material: martensite and transforming austenite are visible.



Fig.12: Microstruttura del materiale 1250: martensite, perlite finissima, isole di austenite in via di trasformazione.

Fig.12: Microstructure of 1250 material: martensite, very fine pearlite, isles of transforming austenite.

(Fig.12). Sono visibili, inoltre, tracce di austenite in via di trasformazione situata all'interno degli agglomerati di fasi bainitiche che sono, comunque, piuttosto rari e di dimensioni modeste, in modo del tutto analogo al materiale S16.

A completamento dell'analisi quantitativa riguardo l'evoluzione strutturale dei sinterizzati, sono state esaminate le caratteristiche morfologiche della porosità. In Fig.13 è mostrato l'aspetto della porosità nei materiali diversamente sinterizzati.

La morfologia dei pori è stata valutata attraverso il calcolo del tradizionale indice di rotondità R, definito come noto da:

$$(2) \quad R = p^2 / 4\pi S$$

dove p rappresenta il perimetro ed S la sezione del poro; per cui se la forma del poro tende ad una circonferenza, l'indice di circolarità tende al valore unitario. In Fig.14 è mostrato l'andamento dell'indice di circolarità medio in funzione del grado di sinterizzazione. La morfologia dei pori varia all'aumentare del numero di cicli ed in particolare l'aumento della rotondità appare più evidente a partire dall'ottava sinterizzazione e diventa consistente con la sedicesima. La sinterizza-

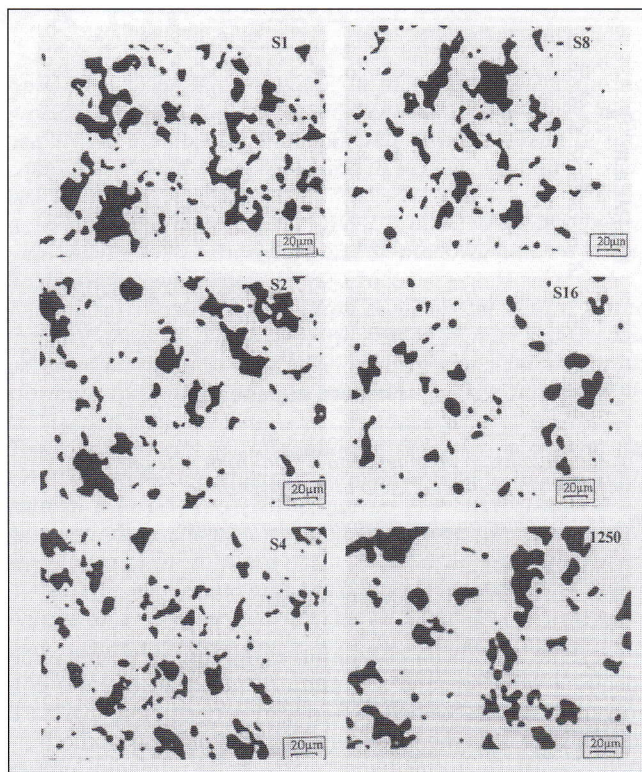


Fig.13: Aspetto della porosità dei materiali diversamente sinterizzati.

Fig.13: Features of porosity on differently sintered materials.

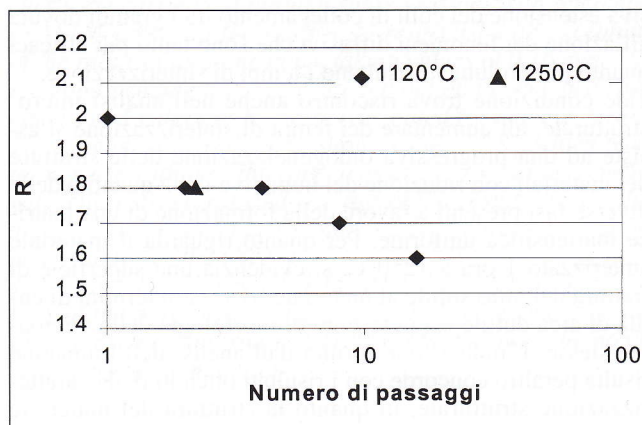


Fig.14: Andamento dell'indice di circolarità medio in funzione del grado di sinterizzazione.

Fig.14: Influence of the number of sintering cycles on the shape factor of pores.

zione di un'ora a 1250°C ha invece un effetto molto limitato in termini di arrotondamento dei pori: l'indice medio di rotondità è praticamente identico a quello del materiale S2. Questo valore di rotondità si conserva anche nel materiale S4.

I risultati relativi alla tenacità a frattura per il materiale in esame nelle diverse condizioni di sinterizzazione sono riportati in Fig.15

All'aumentare del numero di ripetizioni del ciclo di sinterizzazione si nota un progressivo incremento del valore di tenacità a frattura, mentre il materiale sinterizzato per un'ora a 1250°C presenta un valore di  $K_{Ic}$  intermedio tra il materiale S4 ed S1, paragonabile cioè al risultato ottenuto per S2. I dati ottenuti trovano ampio accordo con i pochi valori disponibili in letteratura [5, 6].

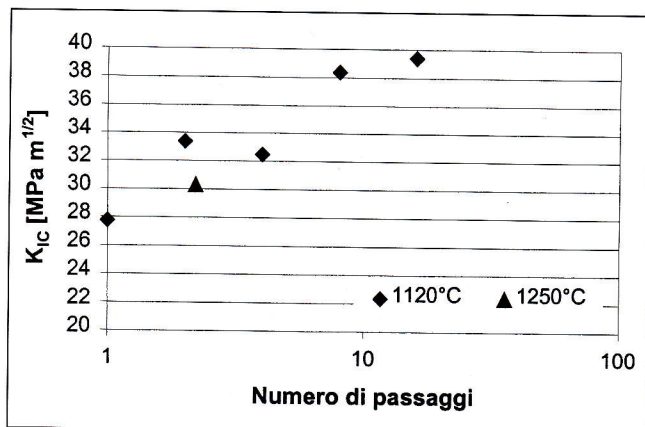


Fig. 15: Andamento della tenacità a frattura in funzione del numero di ripetizioni del ciclo di sinterizzazione.

Fig. 15: Fracture toughness versus sintering steps.

### CONCLUSIONI

Il presente lavoro ha consentito di effettuare un'indagine specifica sulla tenacità a frattura di materiali ottenuti con polveri diffusion-bonded, sinterizzati in condizioni diverse e sottoposti al trattamento di carbonitrurazione. Lo studio frattografico effettuato mediante analisi delle immagini provenienti dal SEM ha messo in evidenza un aumento delle aree interessate dalle microcavità caratteristiche della frattura duttile e nello stesso tempo un progressivo arrotondamento della forma delle stesse a seguito delle sinterizzazioni ripetute. Tale comportamento deve essere correlato alla progressiva estensione dei colli di collegamento tra i granuli dovuta all'azione dei fenomeni diffusivi che sono tanto più efficaci quanto più prolungati risultano i tempi di sinterizzazione. Tale condizione trova riscontro anche nell'analisi microstrutturale: all'aumentare dei tempi di sinterizzazione si assiste ad una progressiva omogeneizzazione delle strutture dei materiali con riduzione del numero e della quantità delle diverse fasi presenti a favore della formazione di una matrice martensitica uniforme. Per quanto riguarda il materiale sinterizzato 1 ora a 1250°C, si evidenzia una superficie di frattura del tutto simile al materiale S16 sia in termini di entità di area duttile sia in termini di morfologia delle microaree stesse. L'indicazione fornita dall'analisi dell'immagine risulta peraltro concorde con i risultati ottenuti dalla caratterizzazione strutturale, in quanto la struttura del materiale 1250 appare del tutto simile a quella del materiale S16 e cioè complessivamente caratterizzata da buona omogeneità. Per poter meglio interpretare i risultati ottenuti dall'analisi frattografica e microstrutturale è stata effettuata la caratterizzazione a frattura su provini intagliati. Da queste prove emerge un andamento crescente del  $K_{IC}$  con il numero di cicli di sinterizzazione per i materiali sinterizzati a 1120°C, in accordo con i risultati dell'indagine frattografica e microstrutturale, mentre un valore inferiore a quello del materiale

S2 è stato riscontrato per il materiale 1250. Tale comportamento, che di per sé non potrebbe trovare spiegazione unicamente attraverso considerazioni microstrutturali e frattografiche, può essere correlato alla variazione della morfologia dei pori. L'arrotondamento delle porosità, infatti, che tende a diventare sempre più marcato a seguito delle sinterizzazioni ripetute a 1120°C, provoca una attenuazione dell'effetto di intaglio nella matrice specie a partire da 8 o 16 ripetizioni. In questo modo, quindi, è possibile giustificare l'incremento della tenacità a frattura all'aumentare del tempo di sinterizzazione a 1120°C. Il materiale sinterizzato per un'ora a 1250°C presenta un valore di tenacità a frattura intermedio tra il materiale S4 e S1, paragonabile cioè al risultato ottenuto per S2. La sinterizzazione a 1250°C ha infatti un effetto molto limitato in termini di arrotondamento dei pori: l'indice medio di rotondità, praticamente identico a quello del materiale S2, segnala la presenza di pori poco arrotondati che agiscono in modo da abbassare la tenacità del materiale stesso.

### RINGRAZIAMENTI

Gli autori ringraziano sentitamente la Società MG Mini-gears (Padova) per la cura dimostrata nella preparazione dei campioni destinati all'indagine microstrutturale ed alle prove meccaniche.

### BIBLIOGRAFIA

- 1) Bocchini G.F., Ienco M.G., Pinasco M.R., Stagno E., Rivolta B., Silva G., Caratterizzazione fisica, microstrutturale e meccanica di un acciaio da polvere diffusion-bonded sinterizzato in condizioni diverse, La Metallurgia Italiana, 1999; 61-69;
- 2) Bocchini G.F., Piccardo P., Pinasco M.R., Rivolta B., Silva G., Stagno E., Risposta al trattamento termico di un acciaio da polvere diffusion-bonded sinterizzato più volte a 1120°C o una volta a 1250°C, La Met.It, in press;
- 3) Bocchini G.F., Ienco M.G., Navazio A., Pinasco M.R., Silva G., Rivolta B., Stagno E., Response to heat treatment of a PM steel from diffusion-bonded powder, repeatedly sintered at 1120°C or once at 1250°C, Powder Metallurgy, World Congress and Exhibition 2000, Kyoto, 12-16 Novembre 2000;
- 4) ASTM: "Standard Test Method for PLANE-STRAN FRACTURE TOUGHNESS OF METALLIC MATERIALS", Designation E 399-93;
- 5) ASM "Metals Handbook", Ninth Edition, Vol.7, American Society for Metals, Metal Park, Ohio, 1984;
- 6) Chen D.L., Weiss B., Stickler R., Spoljarcic D., Danninger H., Fracture toughness testing of PM-materials, PM-94, Powder Metallurgy World Congress, Paris 6-9 Juin 1994, Proceedings Vol. II, 843-846.

**CORRELATIONS BETWEEN FRACTOGRAPHIC ANALYSIS  
AND TOUGHNESS OF A PM STEEL  
FROM DIFFUSION-BONDED POWDER**

The introduction on the market of diffusion-bonded powder is considered a very important innovation in the development of sintered components intended for demanding mechanical applications. A lot of experimental results showed that a not complete diffusion of alloying elements takes place in the most common sintering conditions, i.e. at 1120°C-1150°C, even for extending time. That's why the sintered samples from diffusion-bonded powder are characterised by chemical and microstructural heterogeneity.

In order to characterise P/M steels from diffusion-bonded powder a wide experimental program has been set up. The aim is to study the physical, microstructural and mechanical characteristics versus the number of sintering steps at 1120°C and 1250°C. The response of heat treatment of a P/M steel from diffusion-bonded powder repeatedly sintered at 1120°C or once at 1250°C has been furtherly investigated.

Helical gears were pressed at 500-550 MPa in industrial conditions, using a powder mix based on a common diffusion-bonded powder (1.75% Ni, 1.5% Cu, 0.5% Mo) with graphite (0.2%) and lubricant (C wax 0.75%) additions. Sintering was carried out either at 1120°C, under endogas, or at 1250°C, under N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub> mix enriched with CH<sub>4</sub>. The sintering process at 1120°C was repeated one, two, four, eight and sixteen times. Heat treatment was carried out in industrial equipment on the arc-shape-machined samples. Carbonitriding was carried out for two hours, at 880°C, followed by oil quenching from 830°C. The oil temperature was nearly 60°C. Stress relieving, in air, at 170°C, for one hour was the last step.

Three point bending tests were carried out on the arc-shaped specimens, whose results were widely described in other papers. The fracture surfaces were analysed through the use of a software product which calculated the values of area and perimeter of the parts of the surface characterised by the presence of dimples. As a shape factor, hydraulic diameter was also calculated. The values of area, perimeter and hydraulic diameter of the surface characterised by the presence of dimples tend to increase with sintering time: the entity of the plastic rupture surface tend to increase but at the

same time to be more regular. In fact during the sintering process, through the diffusion phenomena, the necks, defined by the number of inter-particle contact areas during compaction, tend to increase and to become regular as shape.

As regards the material sintered 1 h at 1250°C, it shows a total ductile area between S4 and S8 material and a hydraulic diameter comparable to the S16's.

The microstructure investigation confirms the results of the fracture analysis. The microstructure of S1 material is composed of martensite, with wide areas of upper bainite, transforming austenite and little quantity of "residual austenite".

The heterogeneity of solid solution fades by increasing the sintering steps: the upper bainite areas tend to reduce in favour of a larger martensitic matrix. The microstructure investigation on samples sintered at 1250°C shows a microstructure similar to those observed after 16 sintering cycles at 1120°C: martensite prevails and only little areas of upper bainite and very fine pearlite can be found. In order to complete the quantitative analysis of the structural evolution of the sintered samples, the morphological characteristics of the pores were investigated. The roundness of the pore sections increases with sintering time at 1120°C: this behaviour is more marked after 8 and 16 sintering steps. The porosity investigation on samples sintered at 1250°C for one hour shows a roundness index similar to that observed after two sintering cycles at 1120°C.

The toughness analysis of the materials was completed with fracture mechanics tests. On the arc-shaped samples, notches were carried out through spark erosion. With reference to ASTM E399, all the rules were respected with exception of the root radius of the notch taking values of 0.16 mm. Three point bending tests were carried out on the notched specimens and values of  $K_{Ic}$  were calculated for each material. The toughness investigation shows values of  $K_{Ic}$  which tend to increase with the sintering steps at 1120°C, in agreement with microstructural and fractographic results, while the material sintered at 1250°C shows a  $K_{Ic}$  between S1 and S4 material, lower than S2's.

This behaviour can be correlated to the different morphology of the pores whose shape tends to become more circular versus sintering steps at 1120°C and to lower the notch sensitivity of the material.