

# Studio del trattamento termico su componenti in Fe-Ni-C ottenuti da MIM

C.Menapace, M.Perina, A.Molinari

*Nel presente lavoro si è studiato il trattamento termico di un acciaio al Ni (FN0805) utilizzato nella produzione di componenti per Metal Injection Moulding (MIM) che devono garantire una certa resistenza meccanica. La polvere utilizzata contiene 8%wt. Ni e 0,5%wt.C ed ha una buona temprabilità. Dopo un ciclo standard da MIM la microstruttura è infatti costituita da martensite e isole di perlite molto fine mista a bainite e le proprietà a trazione sono uno sforzo di snervamento di 960MPa, uno sforzo a rottura di circa 1900 MPa con un allungamento del 2,9%.*

*Una opportuna scelta della velocità di raffreddamento permette di ottenere campioni completamente martensitici che possono poi essere sottoposti ad un trattamento termico di rinvenimento per migliorarne ulteriormente le caratteristiche meccaniche.*

## Parole chiave:

Nichel e leghe, metallurgia delle polveri, trattamenti termici

## INTRODUZIONE

Il MIM (metal injection moulding) è una tecnologia della Metallurgia delle Polveri in costante crescita da diversi anni grazie al continuo sviluppo della materia prima, del processo di iniezione e degli impianti di sinterizzazione ad alta temperatura. [1, 2, 3, 4]. Per quanto riguarda la materia prima, lo sviluppo di leganti solubili in acqua che ha ridotto le criticità dello stadio di debinding e lo sviluppo di polveri di granulometria maggiore rispetto alle polveri molto fini dei primi anni che ha determinato una diminuzione dei costi dei prodotti finiti sono i principali fattori di miglioramento tecnologico.

Nell'ambito degli acciai per applicazioni strutturali, il Ni è ancora oggi un elemento in lega molto diffuso e non facilmente sostituibile. Gli acciai al nichel presentano caratteristiche microstrutturali e quindi proprietà meccaniche molto diverse tra loro a seconda del contenuto di questo elemento e di carbonio [5]. Si possono classificare in tre famiglie a seconda della microstruttura: i perlitici, gli austenitici e i martensitici. La microstruttura dipende sia dal contenuto di carbonio che dal contenuto di nichel che è un elemento gammageno e quindi sopra una certa % rende stabile l'austenite anche a temperatura ambiente. Nichel e carbonio aumentano entrambi la temprabilità dell'acciaio e quindi si possono ottenere acciai martensitici anche con raffreddamenti non particolarmente spinti. Il nichel oltre a spostare le curve CCT verso destra, e quindi avere un'influenza estremamente benefica sui trattamenti termici, controlla il grano austenitico durante il trattamento stesso e quindi dà origine a microstrutture finali fini. Questa caratteristica è auspicabile ad esempio negli acciai che lavorano a bassa temperatura perché una microstruttura fine sposta la transizione duttile-fragile a temperature più basse. Anche il nichel, inoltre, come molti altri elementi, indurisce per soluzione la fase ferritica.

In questo lavoro si è studiato un acciaio con contenuto di nichel dell'8% in peso, superiore quindi a quello dei convenzionali acciai da MIM. Si tratta di una composizione chimica nuova per il MIM, che può aprire interessanti opportunità di sviluppo legate alle proprietà ottenibili dopo trattamento termico. Il presente lavoro descrive i risultati di uno studio iniziale sul trattamento termico del materiale effettuando esperimenti in dilatomia per individuare la velocità critica di tempra e condurre analisi microstrutturali su campioni temprati e rinvenuti a diverse temperature.

## PROCEDURA SPERIMENTALE

Per la preparazione dei campioni MIM è stata utilizzata una polvere ottenuta da una miscela di Fe carbonilico e Ni carbonilico, con granulometria inferiore ai 20  $\mu\text{m}$ . La composizione della polvere è presentata in Tabella 1.

Il feedstock (binder + polvere) viene iniettato a circa 200°C per ottenere i campioni di trazione di cui è riportato un esempio in Figura 1.

Il debinding viene condotto a 600°C per 1h in N<sub>2</sub>. La sinterizzazione viene condotta in forni in vuoto con backfilling in N<sub>2</sub> a 1300°C per due ore con raffreddamento a circa 80°C/min.

Le prove di trazione sono state effettuate tramite una Instron 8516 con una velocità della traversa di 2 mm/min. Sono stati rotti 10 campioni.

I trattamenti di tempra e rinvenimento sono stati condotti in un dilatometro orizzontale della Baehr DIL 805A/D. Uno studio preliminare è stato fatto sempre in dilatometro per determinare la temperatura di austenitizzazione e la velocità critica di tempra. L'analisi metallografica dell'acciaio è stata fatta sia al microscopio ottico che elettronico a scansione dopo aver lucidato il cam-

C. Menapace, A. Molinari  
Dipartimento Ingegneria dei materiali  
e delle Tecnologie Industriali,  
Università degli Studi di Trento

M. Perina  
Mimest spa, Pergine - Trento

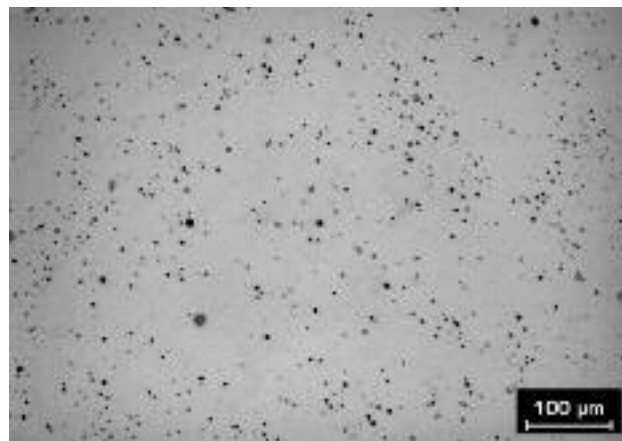
Fe [%]	C [%]	Ni [%]	Mn [%]	altri [%]
balance	0,4-0,7	6,5-8,5	0,5 max	1.0 max

TAB. 1 **Composizione della polvere FN0805.**

*Composition of FN0805 powder.*



**FIG. 1** *Campioni utilizzati per le prove di trazione.*  
*Tensile tests specimens.*



**FIG. 2** *Porosità dell'acciaio FN0805.*  
*Porosity of the steel FN0805.*



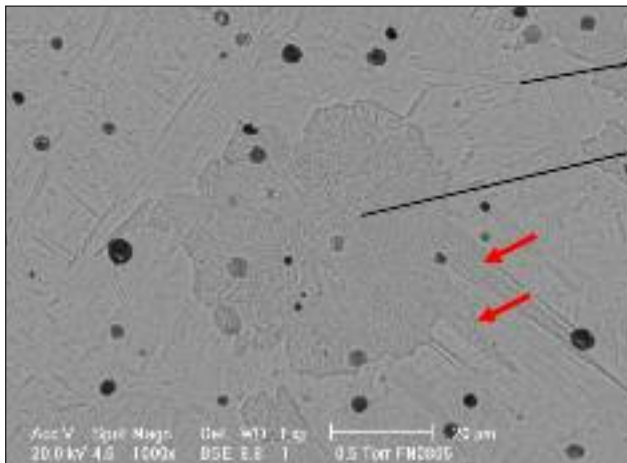
**FIG. 3** *Microstruttura dell'acciaio FN0805 ottenuto da MIM.*  
*Microstructure of the FN0805 MIM steel.*

pione e averlo attaccato con Nital 5%. La densità è stata misurata con il metodo di Archimede.

## RISULTATI E DISCUSSIONE

### Densità e microstruttura

Il materiale FN0805 sinterizzato presenta una porosità molto bassa, circa l'1,5% vol. e completamente chiusa, come si può vedere in figura 2. La porosità di tipo chiuso e arrotondato è una caratteristica peculiare del MIM.



Durezza media matrice [HV 0,1]	Durezza media placche [HV 0,1]
715 ± 28	280 ± 10

**Tab. 2** *Microdurezza di martensite e perlite/bainite.*  
*Microhardness of martensite and pearlite/bainite.*

La microstruttura dell'acciaio al microscopio ottico è mostrata in figura 3. Essa è costituita da una prevalenza di martensite e isole di perlite/bainite, le cui microdurezze sono riportate in tabella 2. La prevalenza di martensite sui noduli di perlite mista a bainite (rapporto circa 70/30), pur con una velocità di raffreddamento di 80°C/min (1,33 °C/sec), testimonia l'elevata temprabilità di questo acciaio.

L'analisi al SEM ha permesso di confermare che le isole scure osservate nella microstruttura sono noduli di perlite molto fine mista a bainite, come mostrato in figura 4, dove si osserva che dal nodulo perlitico partono alcune placchette di bainite (indicate con delle frecce in figura). L'analisi EDXS ha messo in luce un minore contenuto di nichel nella perlite rispetto alla matrice martensitica: 7% in peso nelle zone di perlite, 8,4% in peso nella martensite. La disomogeneità nel contenuto di nichel dà ragione della disomogeneità microstrutturale.

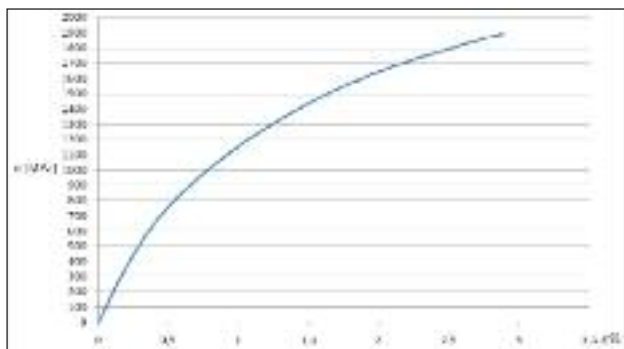
### Resistenza a trazione

I risultati delle prove di trazione sono riportati in tabella 3 ed un esempio di curva sforzo-deformazione è riportato in figura 5. L'ac-

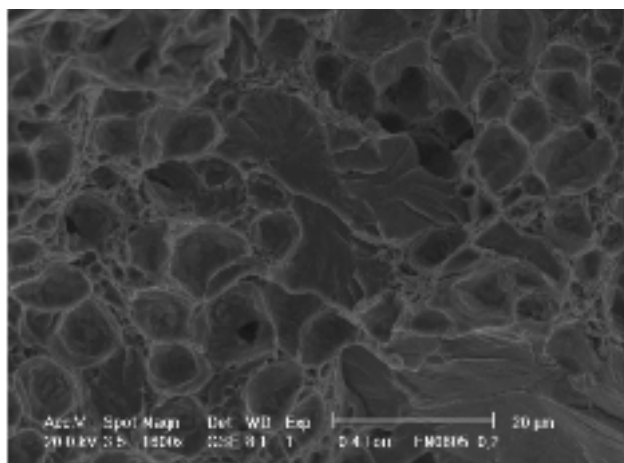
**FIG. 4** *Micrografia ESEM dell'acciaio FN0805.*  
*ESEM micrograph of FN0805 steel.*

Sforzo allo snervamento 0,2% YD [MPa]	Massimo sforzo [MPa]	Allungamento a rottura [%]
959 ± 2	1889 ± 8	2,89 ± 0,01

**TAB. 3** Resistenza a snervamento, resistenza a rottura e allungamento a rottura.  
*Tensile properties.*



**FIG. 5** Curva sforzo-deformazione.  
*Stress-strain curve.*



**FIG. 6** Superficie di frattura del campione rotto a trazione.  
*Fracture surface of tensile sample.*

acciaio presenta una resistenza sia allo snervamento che a rottura molto alta, soprattutto se combinata con un 3% circa di allungamento a rottura, che indica una buona capacità di deformazione plastica nonostante la microstruttura perlitico-martensitica molto dura. La forma della curva indica un fenomeno di snervamento continuo, tipico degli acciai bifasici perlitico-martensitici.

La superficie di frattura di un provino rotto a trazione è mostrata in figura 6. Essa ha l'aspetto caratteristico della frattura dei campioni da MIM, caratterizzata da dimples di dimensioni variabili [6,7]. Il clivaggio presente nella zona centrale corrisponde alla frattura di un nodulo perlitico.

### Trattamento termico

La temperatura A3 è stata determinata tramite un'analisi dilatometrica ed è pari a 660°C. Quindi l'austenitizzazione è stata condotta a 710°C (A3+50°C), con un tempo di permanenza di pochi minuti, sufficiente per omogeneizzare la temperatura e la mi-

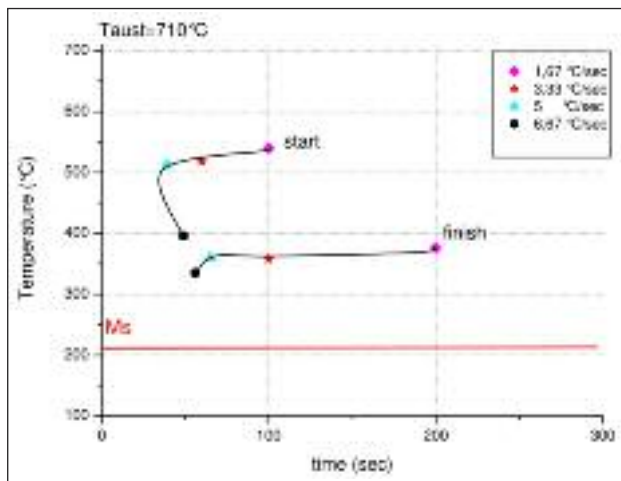


**FIG. 7** Curve dilatometriche di tempra a varie velocità di raffreddamento.  
*Quenching dilatometric curves at different cooling rates.*

crostruttura nel campione cilindrico di piccole dimensioni ( $l=10$  mm e  $d=5$  mm) utilizzato in dilatometro. Le velocità di raffreddamento utilizzate sono 1,67°C/sec, 3,33°C/sec, 5°C/sec, 6,67°C/sec (ovvero 100°C/min, 200°C/min, 300°C/min e 400°C/min). Sono state scelte velocità via via crescenti fino a che si è osservata solo martensite nella microstruttura. In figura 7 sono presentate le curve dilatometriche ottenute alle quattro velocità di raffreddamento. Il profilo di temperatura riportato è quello più veloce dei quattro utilizzati. Si nota molto chiaramente che a 100°C/min (raffreddamento più lento) vi è un picco di espansione a temperatura più alta rispetto a quella dalla formazione di martensite (Ms), dovuto alla formazione di perlite. Il picco diventa molto meno marcato ma ancora visibile nella curva a 3,33°C/sec mentre è osservabile solo tramite l'analisi della derivata prima nella curva a 5°C/sec e, a fatica, nella curva a 6,67°C/min, dove la quantità di perlite/bainite è attorno all'1% vol. La temprabilità di questo acciaio, dato il suo alto contenuto in Ni, è quindi molto buona visto che si riesce ad ottenere una struttura completamente martensitica con velocità di raffreddamento maggiore di 7°C/sec che si può quindi considerare la velocità critica superiore di tempra. Con una velocità di raffreddamento di 1,67°C/sec (la minima utilizzata) otteniamo circa 50/50 martensite/(perlite+bainite). In un precedente lavoro [8] sono state pubblicate delle curve di raffreddamento misurate all'asse di cilindretti di vario diametro fatti in acciaio sinterizzato trattati termicamente in un forno da vuoto al variare della pressione del gas che viene usato per il raffreddamento. Nell'acciaio oggetto di questo studio queste curve ci dicono che utilizzando 8 bar di pressione di N2 (la massima) si può ottenere 100% di martensite su un pezzo del diametro di 18 mm. Mentre invece se ci si accontenta di avere 50% di martensite sono sufficienti soli 2 bar di pressione del gas per ottenere questa quantità di martensite su un pezzo di diametro di 30 mm.

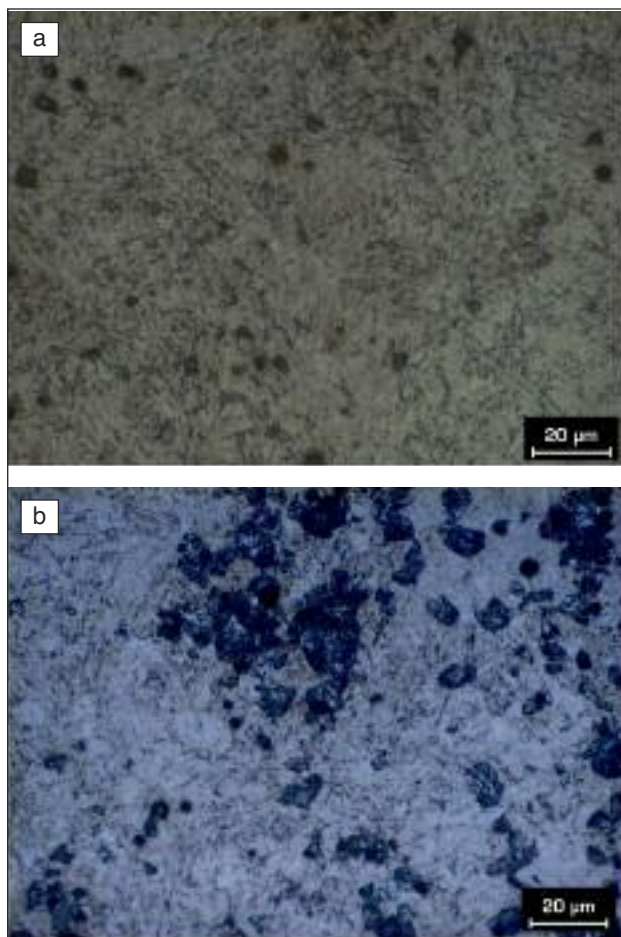
Dalle curve dilatometriche di figura 7 si possono ricavare, per l'intervallo delle velocità di raffreddamento utilizzate (da 1,67 a 6,67°C/sec), le curve CCT di questo materiale. Esse sono riportate in figura 8. Si osservano le curve di inizio e fine della trasformazione perlitico-bainitica.

La microstruttura dell'acciaio temprato a 6,67°C/sec è mostrata in figura 9a mentre quella ottenuta dopo raffreddamento a 3,33°C/sec è mostrata in figura 9b, dove si osserva la presenza di perlite/bainite (fase scura). La quantità di perlite/bainite cala all'aumentare della velocità di raffreddamento, come mostrato dal grafico di figura 10. La sua microdurezza è pari a 265 HV0,05 mentre la martensite ha una microdurezza di circa 700 HV0,05 in tut-



**FIG. 8** Curve CCT dell'acciaio FN0805 nell'intervallo delle velocità di raffreddamento esaminate.

CCT curves of FN0805 steel in the examined cooling rate range.

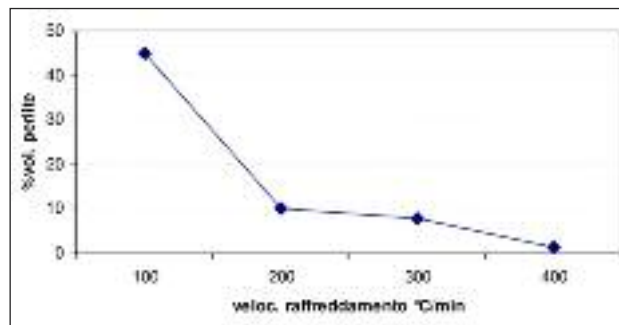


**FIG. 9** Microstruttura dopo raffreddamento a 6,67°C/sec (a) e dopo raffreddamento a 3,33°C/sec (b).

Microstructure after cooling at 6,67 °C/sec (a) and at 3,33 °C/sec (b).

ti i campioni temprati. Si nota inoltre la dimensione molto ridotta dei noduli perlitico-bainitici.

L'acciaio temprato a 6,67°C/sec è stato poi sottoposto a tre diversi trattamenti di rinvenimento: 2h a 200°C, a 300°C e a 400°C sem-



**FIG. 10** Quantità (in vol.) di perlite+bainite all'aumentare della velocità di raffreddamento in dilatometro.

Quantity (in volume) of pearlite+bainite as a function of cooling rate (°C/min) in dilatometer.

T rinvenimento (2h)		
200°C	300°C	400°C
583 ± 17	465 ± 6	359 ± 10

**TAB. 4** Microdurezza (HV0,1) dell'acciaio dopo tempra e rinvenimento a diverse temperature in dilatometro.

Microhardness after quenching+tempering at different temperatures in dilatometer.

pre in dilatometro. Le microstrutture che si ottengono sono mostrate in figura 11 (a, b e c).

La microdurezza dei campioni rinvenuti è riportata nella tabella 4. Come si vede il rinvenimento a 400°C per 2h riduce la microdurezza del 50%.

Considerando che esiste tra la durezza di un acciaio e il suo sforzo di snervamento una relazione del tipo:

$$\sigma_y = H/K$$

e che la durezza H può essere vista come il prodotto della microdurezza  $\mu H$  per la sezione resistente  $\varphi$ , si può scrivere che

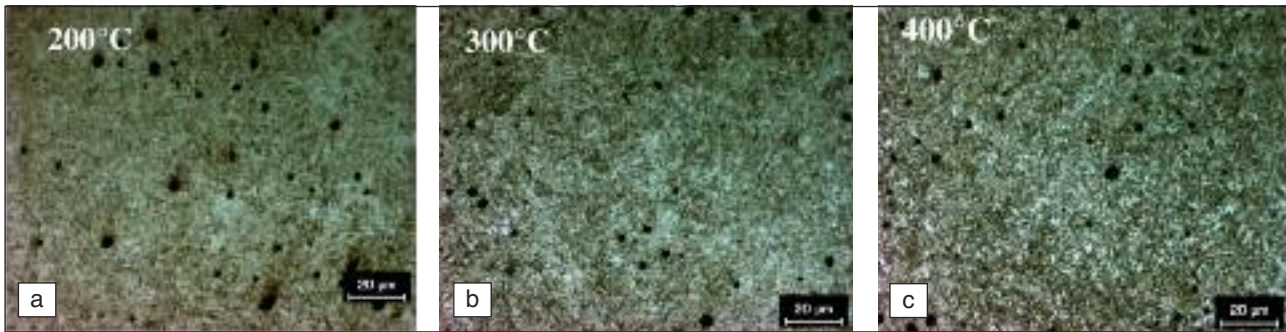
$$\sigma_y = \mu H \cdot \varphi / K = \mu H \cdot K'$$

Con  $K'$  pari a  $\varphi/K$ . Poiché  $\varphi$  è uguale nel sinterizzato e nel temprato possiamo utilizzare  $K'$ , calcolato per il sinterizzato, per il calcolo dello sforzo di snervamento del rinvenuto, nota la sua microdurezza. La microdurezza del sinterizzato si può calcolare come media pesata delle microdurezze di martensite e perlite+bainite di cui è costituito. Quindi avendo 70% di martensite (di microdurezza 715 HV0,1) e 30% di perlite/bainite (280 HV0,1) la microdurezza risultante è 584 HV0,1 (che è la stessa del rinvenuto a 200°C). Il valore di  $K'$  ricavato per questo acciaio sinterizzato è pari quindi a  $K' = 959/584 = 1,64$ . Noto il valore di  $K'$  e la microdurezza dell'acciaio rinvenuto a 400°C, si può ricavare il suo sforzo di snervamento  $\sigma_y = 1,64 \cdot 359 = 589$  MPa.

Quindi con un trattamento termico di tempra e rinvenimento si può ottenere un acciaio da MIM con caratteristiche complementari rispetto a quello che si ottiene alla fine del semplice ciclo di sinterizzazione.

## CONCLUSIONI

Un acciaio al nichel (8%Ni, 0,5%C) prodotto per MIM ha una resistenza a snervamento di 960 MPa, una resistenza a rottura di 1889 MPa e un allungamento a rottura di 2,9%. La sua microstruttura, dopo un normale ciclo di sinterizzazione nel processo



**FIG. 11** *Microstruttura dopo tempra a 400°C/min e rinvenimento per 2h a 200°C (a), 300°C (b) e 400°C (c).*  
*Microstructure after quenching at 400°C/min and tempering for 2h at 200°C, 300°C, and 400°C.*

MIM è prevalentemente martensitica, con un 30% circa di perlite mista a bainite. Per ottenere una microstruttura completamente martensitica è stato condotto uno studio del trattamento termico tramite un dilatometro a raffreddamento controllato. Attraverso una tempra dalla temperatura di austenitizzazione di 710°C con velocità di raffreddamento di 7°C/sec si ottiene una microstruttura completamente martensitica con micro durezza di 700 HV0,1. Con un rinvenimento per 2 ore a 200-300-400°C la microdurezza della matrice martensitica diminuisce a 583, 465 e 359 HV0,1 per effetto della trasformazione progressiva in ferrite e cementite.

#### BIBLIOGRAFIA

1. B.KLEINPASS, Higher efficiency MIM furnaces through new materials and design solutions, Powder Injection Moulding International, vol.4 (2010) No.3, p.55.
2. J.HAACK, P.IMGRUND, S.HEIN, V.FRIEDERICI, N.SALK, The processing of biomaterials for implant applications by Powder Injection Moulding, Powder Injection Moulding International, vol.4 No.2, 2010, p.49.
3. B.ZLATKOV, The processing of advanced magnetic components by PIM: current status and future opportunities, Powder Injection Moulding International, vol.3 (2009) No.3, p.41.
4. D. AUZENE, S.ROBERJOT, Investigations into water soluble binder systems for Powder Injection Moulding, Powder Injection Moulding International, vol.5 (2011) No.1, p.51.
5. KRAUSS G., Principles of Heat Treatment of Steel, American Society for Metals, 1980.
6. O.M.FERRI, T.EBEL, R.BORMANN, The influence of a small Boron addition on the microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V fabricated by Metal Injection Moulding, Advanced Engineering Materials vol.13 (2011) No.5, p.436.
7. B.S.ZLATKOV, E.GRIESMAYER, H.LOIBL, O.S.ALEKSIC, H.DANNINGER, C.GIERL, L.S.LUKIC, Recent Advances in PIM Technology I, Science of Sintering vol. 40 (2008), p.79.
8. M. ZENDRON, A. MOLINARI, L. GIRARDINI, Hardenability study of alloy steels containing Mn, Powder Metallurgy Progress vol.6 (2006) No.3, p.111.

## Abstract

### Study of heat treatment of a Fe-Ni-C MIM steel

**Keywords:** metal injection moulding, nickel steel, hardening

MIM (metal injection moulding) technology is continuously increasing thanks to the development of raw material (powders), injection process and high temperature sintering equipment.

Regarding the family of steel for structural application, nickel is an alloying element commonly used and not easy to be substituted. Nickel steels have very different microstructural characteristics and therefore mechanical properties depending on the amount of this element and carbon.

In the present work the heat treatment of a Ni steel used in the production of high strength MIM components has been studied. The powder used has 8%wt. of nickel and 0,5%wt. of carbon and has a very good hardenability. This composition is quite new for the MIM and it can open interesting opportunity regarding the properties that can be obtained after heat treatment.

After a standard MIM sintering cycle the microstructure of this steel is constituted by martensite and very fine pearlite islands with some bainite. The ratio between martensite and pearlite+bainite is about 70/30 in volume and the tensile properties are a yield strength of 960MPa, a UTS of 1900MPa and an elongation of 2,9%. An heat treatment of hardening was carried out in dilatometer austenitizing at 710°C and quenching at different cooling rates (100-200-300-400 °C/min). Increasing cooling rate the amount of pearlite+bainite decreases from about 45% (at 100°C/min = 1,67°C/sec) to 1% (at 400°C/min = 6,67°C/sec). For cooling rates higher than 7°C/s a fully martensitic microstructure can be obtained. Microhardness of martensite is 700 HV0,05 while pearlite+bainite islands have a mean microhardness of 280 HV0,05. The fully martensitic specimens were tempered at three different temperatures (200°C - 300°C and 400°C) for 2h. Microhardness decreases of 50% if tempering is carried out at 400°C. After this quenching + tempering treatment the yield strength is supposed to decrease to less than 600MPa according to the decrease in microhardness.

Therefore, choosing the most proper cooling rate an improvement in the mechanical properties can be obtained.