Mgr inż. Dariusz GARBIEC, mgr inż. Filip HEYDUK, mgr inż. Tomasz WIŚNIEWSKI, inż. Marta MILER, prof. dr hab. inż. Monika GIERZYŃSKA-DOLNA Instytut Obróbki Plastycznej, Poznań e-mail: dariusz.garbiec@inop.poznan.pl

Spiekanie stali narzędziowej Astaloy CrM metodą SPS

Sintering Astaloy CrM tool steel using the SPS method

Streszczenie

W pracy przedstawiono wyniki badań dotyczących wytworzenia i scharakteryzowania półwyrobów spiekanej stali narzędziowej Astaloy CrM. Do ich wytworzenia zastosowano metodę iskrowego spiekania plazmowego (SPS). Produktem końcowym zastosowanego procesu były spieki charakteryzujące się porowatością całkowitą od 7 do 37%. Wykazano, iż wraz ze wzrostem ciśnienia prasowania wzrasta gęstość pozorna spieków oraz wy-trzymałość na rozciąganie i ściskanie. Przeprowadzone badania wykazały, że największą wytrzymałością na rozciąganie (794 MPa) i ściskanie (2910 MPa) charakteryzują się półwyroby wytworzone przy ciśnieniu prasowania wynoszącym 50 MPa.

Abstract

This paper presents the results of studies concerning the production and characterization of semi-products made from sintered Astaloy CrM tool steel. The spark plasma sintering (SPS) method was used to produce them. The final product of the applied process were sinters characterized by a total porosity from 7 to 37%. It was shown that as compaction pressure increases, so does the apparent density of sinters, along with their tensile and compression strength. Conducted studies showed that the greatest tensile strength (794 MPa) and compression strength (2910 MPa) are exhibited by semi-products produced at a compaction pressure equal to 50 MPa.

Słowa kluczowe: iskrowe spiekanie plazmowe, stal narzędziowa, Astaloy CrM

Keywords: spark plasma sintering, tool steel, Astaloy CrM

1. WSTĘP

Stale narzędziowe należą do grupy materiałów przeznaczonych na narzędzia do obróbki skrawaniem i obróbki plastycznej na zimno oraz na gorąco. Charakteryzują się między innymi wysoką twardością i udarnością oraz odpornością na ścieranie i zginanie. Wyróżniamy stale narzędziowe niestopowe, stale narzędziowe stopowe do pracy na zimno i do pracy na gorąco oraz stale szybkotnące [1-2].

Do wytwarzania stali narzędziowych stosuje się między innymi metody metalurgii proszków. Wyroby z proszków stali narzędziowych wytwarzane są najczęściej przez prasowanie na zimno z następującym spiekaniem swobodnym. Ponadto, do wytwarzania półwy-

1. INTRODUCTION

Tool steels belong to a group of materials used to make tools by machining and by hot and cold plastic working. Among other things, they are characterized by a high hardness, impact strength, resistance to abrasion, and flexural strength. Unalloyed tool steels, alloyed hot-work and cold-work tool steel, as well as rapid tool steels are distinguished [1-2].

Powder metallurgy methods, among others, are used to produce tool steels. Products made from tool steel powders are most often produced by cold pressing followed by free sintering. Hot isostatic pressing (HIP) robów stosuje się prasowanie izostatyczne na gorąco (HIP) oraz iskrowe spiekanie plazmowe (SPS) [3-11].

Obecnie za jedną z najbardziej obiecujących technik spiekania proszków stali narzędziowych uważa się metodę SPS. Procesy spiekania półwyrobów w tej technologii przeprowadzane są w znacznie krótszym czasie i zachodzą w niższej temperaturze w porównaniu do spiekania swobodnego czy HIP. W wyniku stosowania krótkiego czasu i niższej temperatury spiekania, uzyskujemy ograniczony rozrost cząstek proszku w strukturze wytworzonych półwyrobów W technologii SPS możemy wytwarzać materiały o takim samym składzie chemicznym jak w tradycyjnej metalurgii proszków ale charakteryzujące się nowymi własnościami mechanicznymi [10-11].

Do tej pory nie podjęto badań nad wpływem ciśnienia prasowania na właściwości stali narzędziowej Astaloy CrM, spiekanej metodą SPS. W pracach [8-9] autorzy wytwarzali spieki ze stali Astaloy CrM z zastosowaniem tradycyjnej technologii MP uzyskując porowatości rzędu 12-13% [4-5].

Celem badań było określenie wpływu ciśnienia prasowania na gęstość i właściwości wytrzymałościowe spiekanej stali narzędziowej Astaloy CrM wytwarzanej metodą iskrowego spiekania plazmowego (SPS).

2. MATERIAŁ I METODYKA BADAŃ

Materiałem przeznaczonym do badań był proszek stali narzędziowej Astaloy CrM (Höganäs) o składzie chemicznym przedstawionym w tabeli 1. and spark plasma sintering (SPS) are also used to produce semi-products [3-11].

Currently, the SPS method is considered to be one of the most promising techniques of sintering tool steel powders. Processes of sintering of semi-products in this technology are performed in a significantly shorter time and take place at a lower temperature in comparison to free sintering or HIP. As a result of the application of a short time and lower sintering temperature, growth of powder particles in the structure of produced semi-products is limited. Using SPS technology, it is possible to produce materials with the same chemical composition as in conventional powder metallurgy but characterized by new mechanical properties [10-11].

Until now, no studies have been undertaken on the influence of compaction pressure on the properties of Astaloy CrM tool steel sintered using the SPS method. In works [8-9], the authors produced sinters from Astaloy CrM steel with the application of conventional PM technology, achieving porosities on the order of 12-13% [4-5].

The goal of studies was to determine the influence of compaction pressure on the density and strength properties of sintered Astaloy CrM tool steel produced using the spark plasma sintering method (SPS).

2. MATERIAL AND METHODOLOGY OF STUDIES

The studied material was powdered Astaloy CrM tool steel (Höganäs) with a chemical composition presented in table 1.

Tabela 1. Skład chemiczny proszku Astaloy CrM [atest producenta]Table 1. Chemical composition of Astaloy CrM powder [manufacturer's attestation]

Fe	Cr	Мо	C (grafit) C (graphite)
96,07%	2,96%	0,49%	$0,\!48\%$

Proces spiekania przeprowadzono za pomocą urządzenia do iskrowego spiekania plazmowego HP D 25-3 (FCT Systeme GmbH). Spiekanie pod ciśnieniem prowadzono w narzędziach wykonanych z grafitu 2333 (Mersen). Komorę zasypową w zespole narzędzi grafitowych wypełniono proszkiem. Pomiędzy proszkiem, matrycą i stemplami, z powodów technologicznych, umieszczono folię grafitową Papyex N998 (Mersen). Tak przygotowane narzędzia umieszczono w komorze spiekania urządzenia HP D 25-3. Procesy spiekania przeprowadzone zostały przy ciśnieniu prasowania 5, 35 i 50 MPa w próżni, w temperaturze 1100°C, z prędkością nagrzewania 100°C/min. Spiekanie w temperaturze docelowej trwało 150 sekund. Czas przerwy pomiędzy impulsami wynosił 20% czasu trwania impulsu. W wyniku przeprowadzonych procesów spiekania wytworzone zostały spieki o wymiarach Ø40x20 mm, z których za pomocą urządzenia do obróbki elektroerozyjnej (EDM) Agiecut Classic 2 (GF AgieCharmilles) wycięto próbki do badań.

Badanie morfologii powierzchni cząstek proszku przeprowadzono z wykorzystaniem skaningowego mikroskopu elektronowego Inspect S (FEI). Badania mikrostruktury przeprowadzono na nietrawionych zgładach wzdłużnych z wykorzystaniem mikroskopu świetlnego Eclipse L150 (Nikon). Metodą wagową przeprowadzono pomiary gęstości pozornej. Obliczono porowatość całkowitą spieków. Pomiary twardości HRC przeprowadzono z wykorzystaniem twardościomierza FR-3ATL (Future-Tech Corp.). Wytrzymałość na rozciąganie R_m wyznaczono w statycznej próbie rozciągania za pomocą stolika tensometrycznego MT5000H (Gatan), umieszczonego w komorze badawczej skaningowego mikroskopu elektronowego. Wytrzymałość na ściskanie R_c oraz krzywe umocnienia wyznaczono w statycznej próbie ściskania z wykorzystaniem maszyny wytrzymałościowej Instron 4483, ZD-30 i ZD-100.

3. WYNIKI BADAŃ

Na rys. 1 przedstawiono morfologię aglomeratów cząstek proszku Astaloy CrM.

The sintering process was carried out using an HP D 25-3 (FCT Systeme GmbH) spark plasma sintering furnace. Pressure sintering was carried out in tools made from 2333 graphite (Mersen). The charging chamber in the graphite tools unit was filled with powder. Papyex N998 (Mersen) graphite foil was placed between the powder, die, punch, for technological reasons. The so-prepared tool was placed in the sintering chamber of the HP D 25-3 furnace. Sintering processes were carried out at compaction pressures of 5, 35, and 50 MPa in a vacuum, at a temperature of 1100°C, and a heating rate of 100°C/min. Sintering at the target temperature lasted 150 seconds. The time of the interval between impulses was equal to 20% of the duration of an impulse. As a result of performed sintering processes, sinters with dimensions of $\emptyset 40x20$ mm were produced, from which samples were cut out for testing by means of the Agiecut Classic 2 (GF AgieCharmilles) electrical discharge machining device (EDM).

Examinations of the morphology of powder particle surfaces were carried out using an Inspect S (FEI) scanning electron microscope. Observations of the microstructure were carried out on unetched longitudinal metallographic specimens using an Eclipse L150 (Nikon) light microscope. Apparent density was measured using the gravimetric method. Total porosity of the sinters was calculated. HRC hardness tests were performed using an FR-3ATL hardness tester (Future-Tech Corp.). Tensile strength R_m was determined by a static tensile test by means of an MT5000H (Gatan) tensile stage module placed in the viewing chamber of the scanning electron microscope. Compression strength R_c and hardening curves were determined by a static compression test with the application of the Instron 4483, ZD-30 and ZD-100 testers.

3. TEST RESULTS

Fig. 1 presents the morphology of Astaloy CrM powder particle agglomerates. Aglomeraty charakteryzują się granulkowym kształtem i wielkością w zakresie od 100 do 300 µm.

Na podstawie składu chemicznego proszku (tabela 1) wyliczono gęstość teoretyczną proszkowej stali narzędziowej Astaloy CrM, która wynosi 7,84 g/cm³. Agglomerates are characterized by a granular shape and a size ranging from 100 to 300 µm.

Based on the chemical composition of the powder (table 1), the theoretical density of the powdered Astaloy CrM tool steel was calculated, and it is equal to 7.84 g/cm^3 .



Rys. 1. Aglomeraty cząstek proszku Astaloy CrM, SEM przy różnych powiększeniach *Fig. 1. Astaloy CrM powder particle agglomerates, SEM at different magnifications*

Tabela 2. Wyniki pomiarów gęstości pozornej i obliczeń porowatości całkowitej półwyrobów ze spiekanej stali narzędziowej Astaloy CrM wytworzonej przy ciśnieniu prasowania 5, 35 i 50 MPa

Table 2. Results of measurements of apparent density and total porosity calculations of semi-products made fromsintered Astaloy CrM tool steel produced at compaction pressures of 5, 35, and 50 MPa

Ciśnienie prasowania [MPa] Compaction pressure [MPa]	Gęstość pozorna ρ_p [g/cm ³] Apparent density ρ_p [g/cm ³] $(\sigma_{g/cm}^3) (\sigma_{\%})$	Porowatość całkowita p [%] Total porosity p [%]
5	4,91 (0,08) (1,60%)	37
35	6,83 (0,17) (2,48%)	13
50	7,31 (0,11) (1,50%)	7

W tabeli 2 przedstawiono wyniki pomiarów gęstości pozornej (wraz z odchyleniami standardowymi) oraz obliczeń porowatości całkowitej wytworzonych spieków. Można zauważyć znaczne różnice w gęstości próbek. Wzrost ciśnienia prasowania (z 5 do 50 MPa) powoduje zwiększenie gęstości pozornej materiału o 2,4 g/cm³. Mały rozrzut gęstości świadczy o równomiernym jej rozkładzie w całej objętości spieku. Spieki wytworzone przy wysokiej wartości ciśnienia prasowania (50 MPa) charakteryzują się gęstością na poziomie 7,31 g/cm³, co stanowi 93% gęstości teoretycznej.

Twardość spiekanej stali narzędziowej Astaloy CrM wytworzonej przy ciśnieniu prasowania 50 MPa wynosi $53 \pm 1,41$ HRC.

Na rys. 2 przedstawiono mikrostruktury spiekanej stali narzędziowej Astaloy CrM wytworzonej przy ciśnieniu prasowania wynoszącym: a) 5 MPa, b) 35 MPa i c) 50 MPa. Jasne pola reprezentują ziarna, natomiast pola ciemne - pory. W wyniku obserwacji mikrostruktur stwierdzono, iż spiekanie pod ciśnieniem 5 MPa nie sprzyja konsolidacji materiału. Połączeń między cząstkami jest niewiele, a występujące pory charakteryzują się wielkością do 200 µm. Spiekanie pod ciśnieniem 35 MPa zwiększa stopień konsolidacji materiału; ilość porów jest znacznie mniejsza, a ich wielkość nie przekracza 75 µm. Materiał konsolidowany pod ciśnieniem 50 MPa charakteryzuje się znacznie mniejszą porowatością, a występujące pory charakteryzują się wielkością około 15 µm.

Próbki wytworzone przy ciśnieniu prasowania wynoszącym 5 MPa, charakteryzowały się dużą porowatością i małą ilością połączeń między cząsteczkami. Ze względu na niski stopień konsolidacji próbki nie zostały poddane badania wytrzymałościowym. Wyniki badań wytrzymałościowych spiekanej stali narzędziowej Astaloy CrM wytworzonej przy ciśnieniu prasowania 35 i 50 MPa przedstawiono w tabeli 3 oraz na rys. 3.

Table 2 presents results of apparent density measurements (with standard deviations) and calculations of the total porosity of pro-Significant differences in duced sinters. the densities of samples can be observed. An increase of compaction pressure (from 5 to 50 MPa) causes and increase in the apparent density of the material by 2.4 g/cm³. The low dispersion of density is indicative of its uniform distribution over the entire volume of the sinter. Sinters produced at a high compaction pressure value (50 MPa) are characterized by a density of around 7.31 g/cm³, which constitutes 93% of the theoretical density.

The hardness of sintered Astaloy CrM tool steel produced at a compaction pressure of 50 MPa is equal to 53 ± 1.41 HRC.

Fig. 2 presents the microstructures of sintered Astaloy CrM tool steel, produced at a compaction pressure of: a) 5 MPa, b) 35 MPa and c) 50 MPa. The light fields represent grains, and the dark fields – pores. As a result of microstructure observations, it was stated that sintering under a pressure of 5 MPa is not favorable for consolidation of the material. There are not many connections between particles, and the pores present in the structure have a size of up to 200 µm. Sintering under pressure equal to 35 MPa improves the degree of material consolidation; the number of pores is significantly lower, and their size does not exceed 75 µm. Material consolidated under a pressure of 50 MPa is characterized by a significantly lower porosity, and pores present in the structure are characterized by a size of about 15 µm.

Samples produced at a compaction pressure equal to 5 MPa were characterized by high porosity and a low number of connections between particles. Due to the low level of consolidation, samples were not subjected to strength tests. The results of strength tests of sintered Astaloy CrM tool steel produced at a compaction pressure of 35 and 50 MPa have been presented in tables 3 as well as on fig. 3.



Rys. 2. Mikrostruktura spiekanej stali narzędziowej Astaloy CrM wytworzonej przy ciśnieniu prasowania: a) 5 MPa, b) 35 MPa, c) 50 MPa

Fig. 2. Microstructure of sintered Astaloy CrM tool steel produced at a compaction pressure of: a) 5 MPa, b) 35 MPa, c) 50 MPa

Tabela 3. Wytrzymałość na rozciągar	nie R _m i ściskanie R _c spiekane	j stali narzędziowej Astaloj	y CrM wytworzonej
	przy ciśnieniu prasowania 35	i 50 MPa	

Table 3. Tensile strength R_m and compression strength R_c of sintered Astaloy CrM tool steel produced at a compaction pressure of 35 and 50 MPa

Ciśnienie prasowania Compaction pressure [MPa]	Wytrzymałość na rozciąganie R _m Tensile strength R _m [MPa] (σ _{MPa}) (σ _%)	$\begin{array}{l} \textbf{Wytrzymałość na ściskanie R}_{c}\\ Compression strength R_{c}\\ \textbf{[MPa]}\\ (\sigma_{MPa}) (\sigma_{\%}) \end{array}$	
35	652 (27) (4,14%)	2462 (30) (1,22%)	
50	794 (189) (23,80%)	2910 (177) (6,08%)	



Rys. 3. Krzywe umocnienia wyznaczone w statycznej próbie ściskania spiekanej stali narzędziowej Astaloy CrM wytworzonej przy ciśnieniu prasowania 35 i 50 MPa

Fig. 3. Hardening curves determined by the static compression test of sintered Astaloy CrM tool steel produced at a compaction pressure of 35 and 50 MPa

Na podstawie wyników badań próbek ze spiekanej stali narzędziowej Astaloy CrM (tabela 3), zauważyć można, iż wytrzymałość na rozciąganie zwiększa się wraz ze wzrostem ciśnienia prasowania. Spieki wytworzone przy ciśnieniu prasowania wynoszącym 50 MPa charakteryzują się R_m na poziomie około 800 MPa. Duży rozrzut wyników świadczy o zwiększonej ilości dużych por w jednej z próbek.

Podobnie jak w przypadku wytrzymałości na rozciąganie, również wytrzymałość na ściskanie zwiększa się wraz ze wzrostem ciśnienia prasowania (tabela 3). Największą wartość R_c (2910 MPa) osiągnięto w spieku wytworzonym przy ciśnieniu prasowania wynoszącym 50 MPa. Wartość ta jest większa od wytrzymałości na ściskanie spieku wytworzonego przy ciśnieniu prasowania wynoszącym 35 MPa o około 18%. Wzrost wytrzymałości R_c z 2462 MPa (dla próbek spiekanych pod ciśnieniem 35 MPa) do 2910 MPa (dla próbek spiekanych pod ciśnieniem 50 MPa) nie wpływa w sposób znaczący na zmianę właściwości plastycznych materiału (rys. 3). Based on results of tests of samples made from sintered Astaloy CrM tool steel (table 3), it can be observed that tensile strength increases as compaction pressure increases. Sinters produced at a compaction pressure equal to 50 MPa are characterized by an R_m equal to about 800 MPa. The high dispersion of results is indicative of a heightened number of large pores in one of the samples.

Similarly as in the case of tensile strength, compression strength also increases as compaction pressure increases (table 3). The greatest value of R_c (2910 MPa) was achieved in a sinter produced at a compaction pressure equal to 50 MPa. This value is greater than the compression strength of the sinter produced at a compaction pressure equal to 35 MPa by about 18%. The increase of R_c strength from 2462 MPa (for samples sintered under a pressure of 35 MPa) to 2910 MPa (for samples sintered under a pressure of 50 MPa) did not cause a significant change of the plastic properties of the material (fig. 3). Z półwyrobów spiekanych przy ciśnieniu prasowania wynoszącym 50 MPa (o twardości 60 HRC po zahartowaniu) za pomocą obróbki skrawaniem wytworzono matryce stosowane w przemyśle farmaceutycznym w procesie tabletkowania substancji leczniczych. Dies used in the pharmaceutical industry in the process of tableting medicinal substances were produced from semi-products sintered at a compaction pressure equal to 50 MPa (with a hardness of 60 HRC after quench hardening) by means of machining.



Rys. 4. Matryca wykorzystywana w procesie tabletkowania substancji leczniczych *Fig. 4. Die used in the process of tableting medicinal substances*

4. PODSUMOWANIE

Wytworzono próbki z proszku stali narzędziowej Astaloy CrM metodą iskrowego spiekania plazmowego (SPS) przy ciśnieniu prasowania wynoszącym odpowiednio: 5, 35 i 50 MPa oraz przy stałych, pozostałych parametrach procesu spiekania: temperaturze spiekania 1100°C, prędkości nagrzewania 100°C/min, czasie spiekania 150 sekund oraz czasie przerwy pomiędzy impulsami wynoszącej 20% czasu trwania impulsu. Spieki wytworzone przy ciśnieniu prasowania wynoszącym 5 MPa charakteryzują się niskim stopniem konsolidacji. Wraz ze wzrostem ciśnienia prasowania nastąpił wzrost gęstości oraz wytrzymałości na rozciąganie i ściskanie wytworzonego półwyrobu. Największą wytrzymałość na rozciąganie (794 MPa) i ściskanie (2910 MPa) wykazały próbki o najmniejszej porowatości (7%) spiekane przy ciśnieniu prasowania wynoszącym 50 MPa. Próbki te miały twardość 53 HRC. Wytworzone z półwyrobów spiekanych przy ciśnieniu prasowania wynoszącym 50 MPa matryce, poddane hartowaniu, charakteryzowały się akceptowalnymi dla przemysłu farmaceutycznego właściwościami i zostały przekazane do firmy zamawiającej.

4. SUMMARY

Samples made from powdered Astaloy CrM tool steel were produced by the spark plasma sintering method (SPS) at compaction pressures equal to: 5, 35, and 50 MPa and with other parameters of the sitnering process remaining constant: sintering temperature 1100°C, heating rate 100°C/min, sintering time 150 seconds, and time of the interval between impulses equal to 20% of impulse duration. Sinters produced at a compaction pressure of 5 MPa are characterized by a low degree of consolidation. As compaction pressure increased, density, tensile strength, and compression strength of the produced semi-product also increased. The greatest tensile (794 MPa) and compression (2910 MPa) strength were exhibited by samples with the lowest porosity (7%), sintered at a compaction pressure equal to 50 MPa. These samples had a hardness of 53 HRC. Dies produced from semi-products sintered at a compaction pressure of 50 MPa, subjected to quench hardening, were characterized by properties that are acceptable for the pharmaceutical industry and were delivered to the ordering company.

LITERATURA / REFERENCES

- [1] PN-EN ISO 4597:2004 Stale narzędziowe.
- [2] Lisica A.: Inżynieria materiałowa w wybranych pytaniach i odpowiedziach, Wydawnictwo Politechniki Radomskiej, Radom 2009.
- [3] Dobrzański L.A., Matula G.: Podstawy metalurgii proszków i materiały spiekane, Open Access Library, 8 (2012).
- [4] Mansoorzadeh S. Ashrafizadeh F.: The effect of thermochemical treatments on case properties and impact behavior of Astaloy CrM, Surface and Coatings Technology, 2-3 (2005) 231-238.
- [5] Teimouri M., Ahmadi M. Pirayesh N. Aliofkhazraei M., Mousavi Khoee M., Khorsand H., Mirzamohammadi S.: Study of corrosion behavior for nitrocarburized sintered Astaloy CrM + C, Journal of Alloys and Compounds, 1-2 477 (2009) 591-595.
- [6] Campos M., Sanchez D. Torralba J.M.: Sintering behavior improved of a low Cr-Mo prealloyd powder steel through Mn additions and other liquid phase promoters, Journal of Materials Processing Technology 143-144 (2003) 464-469.
- [7] Gerosa R., Rivolta B., Tavasci A., Silva G., Bergmark A.: Crack initiation and propagation in Chromium prealloyed PM-steel under cyclic loading, Engineering Fracture Mechanics, 3-4 (2008) 750-759.
- [8] Ceschini L., Porcarelli V., Matteazzi P.: Sliding of nanophased AISI M2 tool steel obtained by mechanomaking and hot isostating pressing, Materials Science and Technology, 8 (2001), 976-982.
- [9] Araujo Filho O.O.A., Liberati J.F., Monteiro W.A., Martinis M.D., Elias da Silva L.C., Ambrozio Filho F.: Transverse Rupture Strenght of M3:2 High Speed Steel Produced Through Conventional Casting and Powder metallurgy Techniques, Materials Science Forum, 514-516 (2006), 584-588.
- [10] Pellizzari M., Fedrizzi A., Zadra M.: Influence of processing parameters and particle size on the properties of hot work and high speed tool steels by Spark Plasma Sintering, Materials and Design, 4 (2011), 1796-1805.
- [11] Pellizzari M., Fedrizzi A., Zadra M.: Spark Plasma co-Sintering of hot work and high speed steel powders for fabrication of a novel tool steel with composite microstructure, Powder Technology, 3 (2011), 292-299.