

SCUOLA DI SCIENZE

Dipartimento di Chimica Industriale "Toso Montanari"

Corso di Laurea Magistrale in

**Chimica Industriale**

Classe LM-71 - Scienze e Tecnologie della Chimica Industriale

SVILUPPO DI TRATTAMENTI TERMICI  
PER L'OTTENIMENTO DI UNA  
STRUTTURA AUSFERRITICA AD ALTA  
RESISTENZA E TENACITÀ NELL'ACCIAIO  
56SiCr7

Tesi di laurea sperimentale

**CANDIDATO**

Riccardo Zanardi

**RELATORE**

Chiar.mo Prof. Alessandro Morri

**CORRELATORI**

Prof. Lorella Ceschini

Ing. Iuri Boromei

P.I. Federico Vettore

**Sessione II**







# INDICE

<b>SCOPO</b>	1
<b>Parte introduttiva</b>	
<b>CAPITOLO 1: <i>Gli Acciai</i></b>	
1.1 La produzione degli acciai	3
1.2 Le fasi cristalline del ferro	5
1.3 Il diagramma ferro carbonio e le microstrutture degli acciai	8
1.4 La classificazione degli acciai	13
Bibliografia	15
<b>CAPITOLO 2: <i>I trattamenti termici degli acciai</i></b>	
2.1 Introduzione	17
2.2 I punti critici al riscaldamento	18
2.3 I diagrammi TTT e CCT	20
2.4 La temprabilità degli acciai	24
2.5 Le microstrutture ottenibili mediante trattamento termico degli acciai	26
2.5.1 <i>Austenite</i>	27
2.5.2 <i>Ferrite</i>	28
2.5.3 <i>Perlite</i>	29
2.5.4 <i>Bainite</i>	29
2.5.5 <i>Martensite</i>	30
2.6 I trattamenti termici degli acciai	32
2.6.1 <i>Ricotture</i>	32
2.6.2 <i>Normalizzazioni</i>	32
2.6.3 <i>Tempra</i>	33
2.6.4 <i>Rinvenimenti</i>	33
2.6.5 <i>Ricottura isoterma</i>	34
2.6.6 <i>Austempering</i>	34
2.6.7 <i>Trattamenti termici superficiali</i>	35
2.6.8 <i>Trattamenti termochimici</i>	35
2.7 Acciai da trattamento termico	37
Bibliografia	39

### **CAPITOLO 3: *Il trattamento termico di austempering***

3.1 Introduzione	41
3.2 La bainite	43
3.2.1 <i>La trasformazione martensitica</i>	44
3.2.2 <i>La curva T<sub>0</sub></i>	45
3.2.3 <i>Morfologia della bainite</i>	46
3.2.4 <i>Proprietà meccaniche degli acciai bainitici</i>	49
3.3 La ausferrite	52
3.3.1 <i>Proprietà meccaniche degli acciai ausferritici</i>	54
3.4 Il processo di austempering	57
3.4.1 <i>I forni in atmosfera controllata</i>	57
3.4.2 <i>Il bagno di sali</i>	59
3.4.3 <i>Acciai da austempering</i>	60
Bibliografia	62

## **Parte sperimentale**

### **CAPITOLO 4: *Materiali e metodi***

4.1 Materiale	65
4.2 Metodi	68
4.2.1 <i>Prove dilatometriche e costruzione delle curve TTT</i>	68
4.2.2 <i>Messa a punto dei cicli di trattamento termico</i>	71
4.2.3 <i>Caratterizzazione microstrutturale e frattografica</i>	75
4.2.4 <i>Determinazione dell'austenite residua e del contenuto di carbonio mediante XRD</i>	76
4.2.5 <i>Prove di durezza Rockwell</i>	78
4.2.6 <i>Prove di trazione</i>	78
4.2.7 <i>Prove di resilienza</i>	80
4.2.8 <i>Prove di usura</i>	81
Bibliografia	82

### **CAPITOLO 5: *Risultati della caratterizzazione microstrutturale e delle prove meccaniche***

5.1 Analisi microstrutturali	85
5.1.1 <i>Attacco Picral 4</i>	85

5.1.2 <i>Color Metallography</i>	88
5.1.3 <i>Analisi XRD</i>	91
5.2 Prove Meccaniche	99
5.2.1 <i>Prove di durezza Rockwell</i>	99
5.2.2 <i>Prove di trazione</i>	100
5.2.3 <i>Frattografie</i>	106
5.2.4 <i>Prove di resilienza</i>	108
5.2.5 <i>Prove di usura</i>	112
Bibliografia	114
<b>CONCLUSIONI</b>	117
<i>Ringraziamenti</i>	



## **SCOPO**

L'attività di tesi è stata rivolta allo sviluppo e messa a punto di un trattamento termico di austempering per un acciaio ad alto contenuto di Si. Scopo della ricerca è stato valutare la possibilità di effettuare il trattamento termico secondo metodiche industriali analoghe a quelle utilizzate per il trattamento delle ghise sferoidali austemperate (ADI), considerando in particolare l'effetto della temperatura di trasformazione austenitica e la temperatura e i tempi di trasformazione ausferritica sulla microstruttura e le proprietà meccaniche dell'acciaio. Una valutazione preliminare dei punti critici e dei tempi di trasformazione è stata effettuata mediante analisi dilatometrica, che ha permesso la costruzione delle curve tempo-temperatura-trasformazione dell'acciaio studiato. La caratterizzazione microstrutturale si è avvalsa di tecniche quali; microscopia ottica, elettronica a scansione (SEM) e diffrazione ai raggi X (XRD). La caratterizzazione meccanica ha compreso: prove di durezza Rockwell, trazione, resilienza ed usura mediante la tecnica Pin-on-Disk.

I risultati della sperimentazione e delle analisi hanno permesso di definire i parametri ottimali del processo di austempering al fine di ottenere una microstruttura ausferritica in grado di garantire al contempo elevata resistenza e buona tenacità e duttilità.

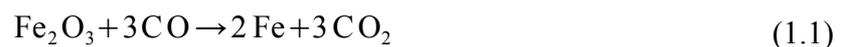


# CAPITOLO 1

## *Gli Acciai*

### **1.1 La produzione degli acciai**

La nascita dei primi centri metallurgici per la produzione del ferro in Europa viene fatta risalire all'800 a.C. nelle regioni dell'Austria a est del Tirolo [1], dove forni a suola a tiraggio naturale e alimentati con carbone di legna erano in grado di ridurre il minerale di ferro ottenendo un blumo duro e spugnoso che veniva in seguito forgiato. La metallurgia del ferro si diffuse poi progressivamente dalle regioni centrali a quelle occidentali dell'Europa fino al XIII-XIV secolo, epoca della messa a punto dei primi forni a tino, precursori dell'odierno altoforno [1]. L'impianto utilizzato oggi nell'industria siderurgica produce la ghisa, una lega binaria di ferro e carbonio (ca. 3,8 %). Esso è costituito da due tratti troncoconici ("tino" la parte superiore e "sacca" la parte inferiore) uniti tra di loro in corrispondenza della loro base maggiore per mezzo di un "ventre" di forma cilindrica (Fig. 1.1) [2]. La carica di minerali di ferro, i fondenti (calcare o dolomite) ed il coke vengono introdotti dalla bocca superiore a strati alterni e fatti discendere lungo il tino mentre dal basso viene introdotto vento caldo. La carica ferrifera, discendendo lentamente, incontra i gas costituiti per lo più da N<sub>2</sub> del vento e CO, CO<sub>2</sub> prodotti dalla combustione del coke con l'ossigeno. Trascurando le reazioni parallele e complementari che avvengono nel complesso sistema di un altoforno, si può considerare la produzione di ghisa a partire dal minerale ferroso come una reazione a due step consecutivi: la riduzione dei minerali di ferro (ad esempio Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) da parte dei gas caldi riducenti (reazione 1.1) e la carburazione da parte del coke rovente del ferro deossidato (reazione 1.2) [2]



La ghisa liquida così prodotta ha un contenuto di C compreso tra il 3,8 e il 4,3 % in peso

con quantitativi variabili di Si (0,40-2%), Mn (0,40 – 1,5%), S (0,05-0,15) e P (0,05-2%) [2][3][4]. Questo prodotto può essere sottoposto a particolari trattamenti di desolforazione e affinazione di carbonio, manganese e fosforo mediante ossidazione del metallo liquido con l'ossigeno dell'aria [2].

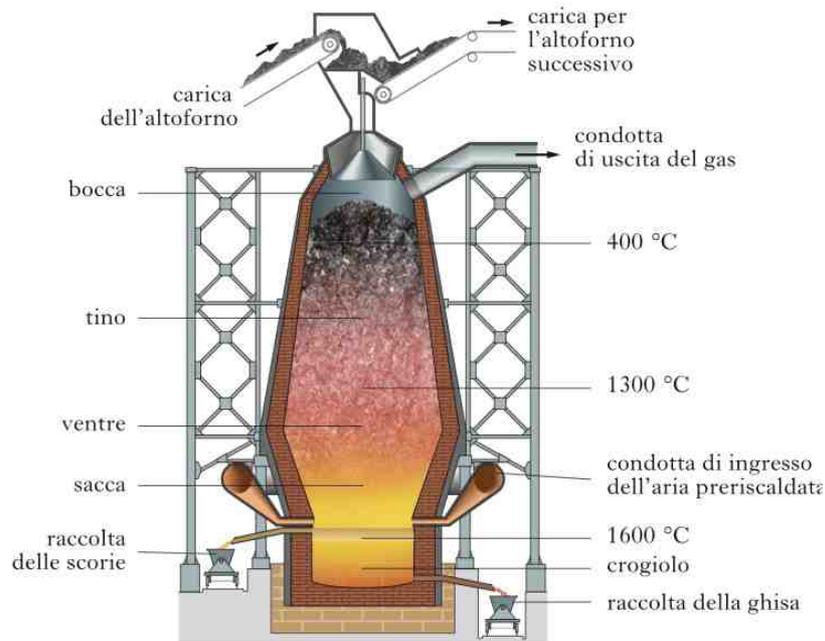


Fig. 1.1: Schema di un moderno altoforno [5]

Il ferro quasi puro, tuttavia, a parte che per le sue proprietà magnetiche e di discreta resistenza alla corrosione, non trova molte applicazioni in campo industriale, date le sue scarse proprietà [6]. Modulando, invece, il quantitativo di elementi di lega, si è in grado di modificare le sue caratteristiche entro limiti talmente estesi da poter soddisfare ogni esigenza di carattere industriale [6]. Gli acciai e le ghise, per questo motivo, trovano ampio utilizzo in svariati settori. Si tratta di leghe di ferro e carbonio alle quali vengono aggiunti altri elementi (Mn, Cr, Cu, Si, Mg, V etc..) in modo da modificare la microstruttura e migliorare le proprietà meccaniche del ferro in base ai requisiti che si vogliono ottenere [4]. In particolare, quando dall'affinazione della ghisa d'altoforno il contenuto di carbonio viene ridotto a meno del 2,06% in peso si ottiene l'acciaio, il materiale metallico di più vasto utilizzo al mondo apprezzato oggi per le sue proprietà di resistenza e durezza [2] [3] [4].

## 1.2 Le fasi cristalline del ferro

I metalli e le leghe sono solidi cristallini nei quali gli atomi si dispongono con regolarità in reticoli tridimensionali, secondo una geometria ripetuta nello spazio. Gli atomi formano legami di tipo metallico con elevata energia di legame, assenza di proprietà direzionali e cariche non localizzate. I modi in cui gli atomi possono disporsi nello spazio sono 14 (detti reticoli di Bravais), raggruppati in 7 sistemi cristallini [7]. I sistemi cristallini definiscono la forma esterna della cella (reticolo primitivo) in base alle distanze interatomiche e possono eventualmente avere altri atomi al centro di due o più facce (reticoli a facce centrate) così come al centro della cella (reticoli a corpo centrato) [7]. I reticoli di Bravais che da essi derivano sono (Fig. 1.2):

- reticolo cubico primitivo, a facce centrate o a corpo centrato (1,2,3)
- reticolo tetragonale primitivo o a facce centrate (4,5)
- reticolo ortorombico primitivo, a facce centrate, a corpo centrato o a base centrata (6,7,8,9)
- reticolo monoclinico primitivo o a base centrata (10,11)
- reticolo triclinico primitivo (12)
- reticolo esagonale primitivo (13)
- reticolo trigonale primitivo (14)

La maggior parte dei metalli cristallizza nei tipi di struttura a più alta simmetria e compattezza, quella cubica a facce centrate (abbreviata CFC), cubica a corpo centrato (CCC) e esagonale compatta (EC) [3]. Il ferro, in particolare, può cristallizzare in tre diverse strutture allotropiche [3] [4] [6]:

- ferro  $\alpha$  con struttura cristallina cubica a corpo centrato (CCC) con parametro di cella di 2,86 Å,
- ferro  $\gamma$  con struttura cristallina cubica a facce centrate (CFC) con parametro di cella di 3,65 Å
- ferro  $\delta$  con struttura cubica a corpo centrato con parametro di cella di 2,93 Å

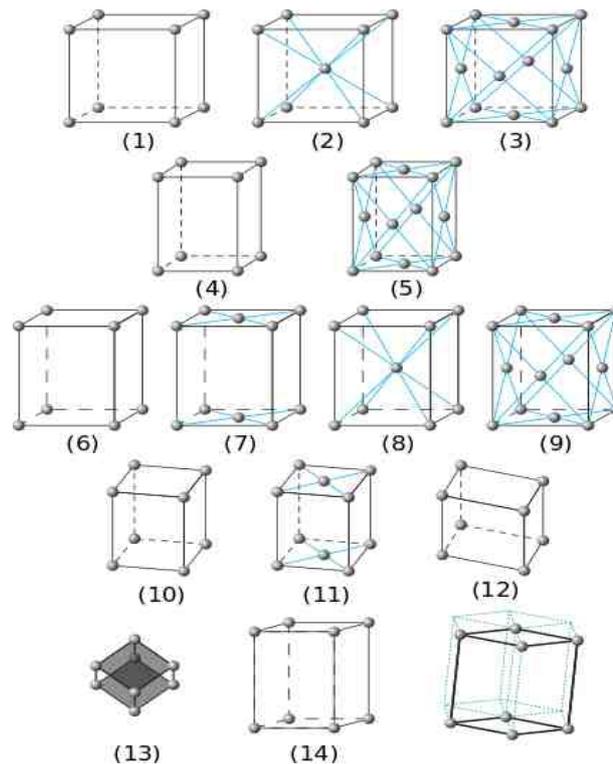


Fig. 1.2: I 14 reticoli di Bravais [8]

Per determinare i campi di stabilità delle diverse fasi che si possono formare durante la cristallizzazione, si fa riferimento alla curva di raffreddamento del ferro puro (Fig. 1.3). Questa mostra alcuni tratti isotermi [6]:

- a 1539 °C si ha un arresto di temperatura dovuto alla solidificazione del ferro liquido nella fase cristallina del ferro  $\delta$
- a 1400 °C il tratto isoterma sta ad indicare la trasformazione del ferro  $\delta$  in ferro  $\gamma$
- a 910 °C si ha la trasformazione del ferro  $\gamma$  in una nuova fase, il ferro  $\beta$ , non magnetico con reticolo CCC
- a 770°C, l'arresto di temperatura corrisponde alla trasformazione del ferro  $\beta$  amagnetico in ferro  $\alpha$  magnetico. Questa temperatura rappresenta il punto di Curie del ferro.

Quest'ultima trasformazione non prevede alcuna variazione allotropica e pertanto non ha importanza pratica nello studio delle trasformazioni di fase del ferro e delle sue leghe. Per questo motivo solitamente non viene fatta alcuna distinzione tra il ferro magnetico e

amagnetico ed entrambi vengono semplicemente definiti “ferro  $\alpha$ ” [3] [6] [4].

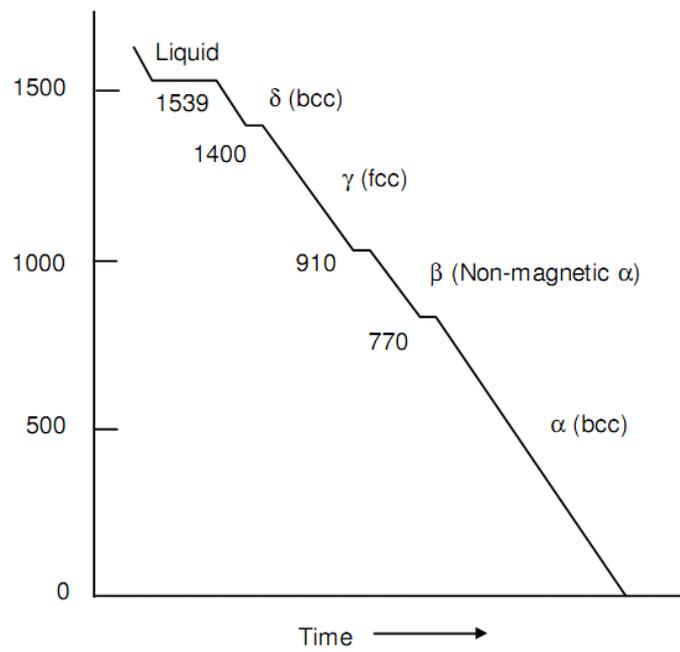


Fig. 1.3: Curva di raffreddamento del ferro puro [9]

### 1.3 Il diagramma ferro-carbonio e le microstrutture degli acciai

Quando al ferro puro è aggiunto il carbonio, per riconoscere le fasi e le microstrutture di equilibrio che la lega può assumere in differenti condizioni di temperatura e contenuto di C, si fa riferimento al diagramma di fase binario Fe-C, illustrato in figura 1.4 [3] [4]. E' uno strumento grafico di elevata utilità per i metallurgisti delle leghe ferrose e racchiude una grande quantità d'informazioni riguardanti le trasformazioni all'equilibrio degli acciai e delle ghise. Esso si compone di due tipi di linee: uno per il sistema stabile (linee blu), l'altro per il sistema metastabile (linee nere). Nelle leghe ferro-carbonio allo stato solido, infatti, il C può trovarsi sotto forma di elemento di soluzione solida interstiziale, allo stato elementare (grafite) o come carburo di ferro, sotto forma di un composto al 93,3% in peso di Fe e dal 6,7% in peso di carbonio chiamato cementite (formula chimica  $\text{Fe}_3\text{C}$ ) [3] [4].

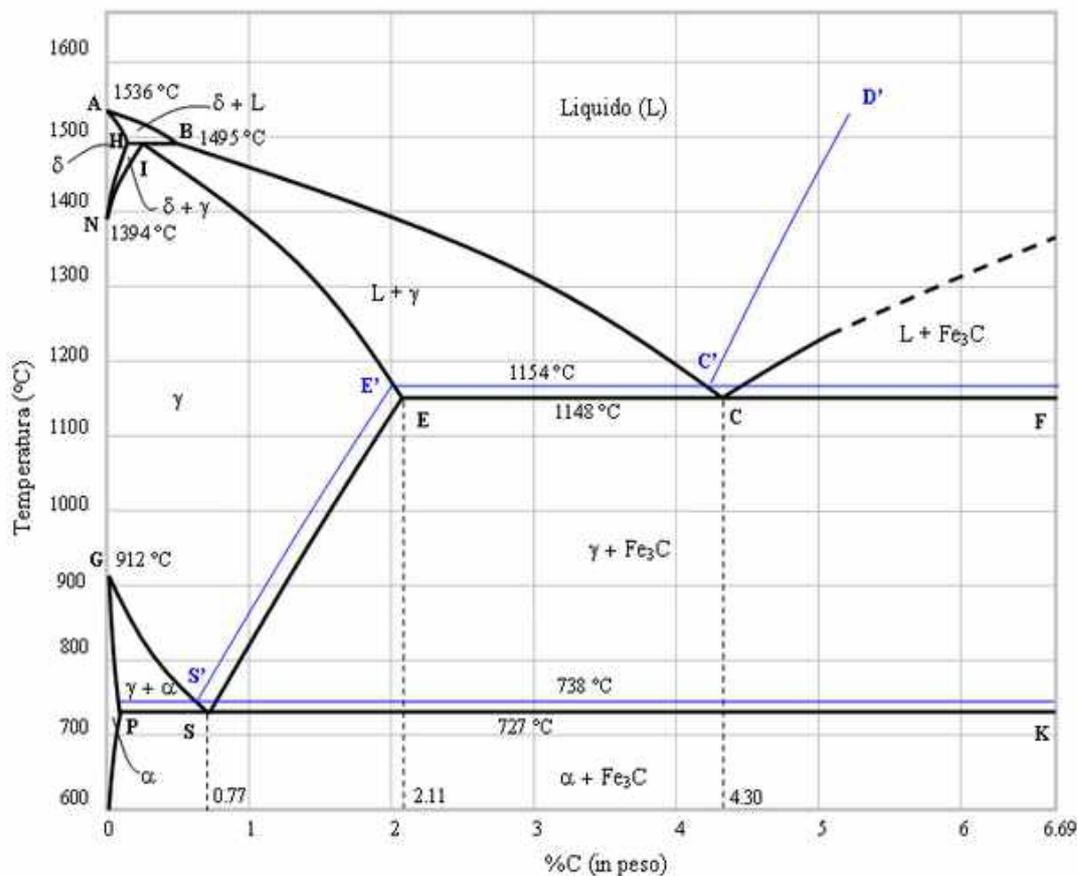


Fig. 1.4: Diagramma ferro-carbonio [10]

La formazione della grafite è favorita da un raffreddamento molto lento, prossimo alle condizioni di equilibrio, mentre quella della cementite è di tipo metastabile, una trasformazione di non equilibrio a più alta energia [4]. Per questi motivi, dal punto di vista termodinamico, si dovrebbe considerare il diagramma Fe-C, ma la decomposizione della cementite è estremamente lenta e tale da non avere rilevanza pratica nelle condizioni ambientali [3]. Si considera allora per gli acciai il diagramma Fe-Fe<sub>3</sub>C o, analogamente, quello stabile fino al 6,7% in peso di C [3] [4] [6].

Nel diagramma di figura 1.4 si riconosce una linea di liquidus (ABCD, il luogo delle temperature di inizio solidificazione) e una linea di solidus (AHIECF, il luogo delle temperature di fine solidificazione) e per temperature comprese tra queste due linee, si ha coesistenza di metallo liquido e solidificato. Aumentando il contenuto di carbonio, la linea di liquidus scende seguendo il percorso ABC fino alla concentrazione di 4,43 % (punto C) [6], per poi aumentare. Questo punto rappresenta una lega di composizione eutettica. Il punto eutettoide, scendendo lungo la linea GS, è invece localizzato al valore di 0,77% in peso di carbonio. Al di sotto della curva di solidus, si identificano altre linee del diagramma corrispondenti alle trasformazioni di fase che possono avvenire allo stato solido. Queste linee segnano i confini di stabilità delle microstrutture che si possono formare all'equilibrio per le leghe ferro-carbonio [6]. Queste sono:

- *ferrite α*: soluzione solida interstiziale del carbonio nel reticolo CCC del ferro α, comunemente detta “ferrite”.
- *austenite*: soluzione solida interstiziale del carbonio nel reticolo CFC del ferro γ
- *ferrite δ*: soluzione solida interstiziale del carbonio nel reticolo del ferro δ amagnetico
- *cementite*: il composto Fe<sub>3</sub>C, con una percentuale di carbonio del 6,67 %
- *perlite*: struttura che si forma trasformando la lega al punto eutettoide, formata da lamelle alternate di cementite e ferrite
- *ledeburite*: eutettico austenite – cementite globulizzata

I parametri di cella ed il tipo di struttura allotriomorfa governano direttamente la solubilità del carbonio e la stabilità di queste nuove fasi. Nella ferrite, ad esempio, il massimo di solubilità del carbonio è di 0,020% a 723 °C ed è trascurabile a temperatura ambiente mentre nell'austenite, alla stessa temperatura, la solubilità è di 0,8% e può

arrivare ad un massimo di 2,07% a 1147°C [6].

Negli acciai i più importanti cambiamenti di proprietà dipendono dalla trasformazione allo stato solido dell'austenite in ferrite [3], al di sotto della linea di solidus, quando tutta la massa metallica è solidificata. Per capire i meccanismi di trasformazione degli acciai sottoposti a raffreddamento continuo, vanno innanzitutto evidenziati nel diagramma i punti critici di solubilità della ferrite e dell'austenite in quanto, una volta che queste giungono a saturazione, possono formarsi particolari precipitati e/o costituenti microstrutturali complementari [3] [4] [6]. E' utile distinguere tre diversi casi per la descrizione dei meccanismi di trasformazione delle componenti strutturali all'equilibrio degli acciai. Quando la lega allo 0,77 %, satura di carbonio (detta eutettoidica), raffredda al di sotto di 723 °C, separa lamelle di cementite e ferrite [6]. Durante il passaggio di fase, il contenuto di carbonio oscilla nel punto di saturazione e quando precipita della cementite, l'austenite circostante si impoverisce ed è in grado di separare un nucleo di ferrite [6]. Così facendo, la fase genitrice si arricchisce nuovamente superando il suo limite di solubilità ed è permessa la nucleazione di una nuova lamella di cementite. Le due fasi così facendo si formano in maniera alternata, dando vita ad un aggregato lamellare di ferrite e cementite chiamato *perlite* [3]. Nell'immagine di Fig. 1.5 è rappresentato il meccanismo di formazione di una lega eutettoidica raffreddata a temperatura ambiente.

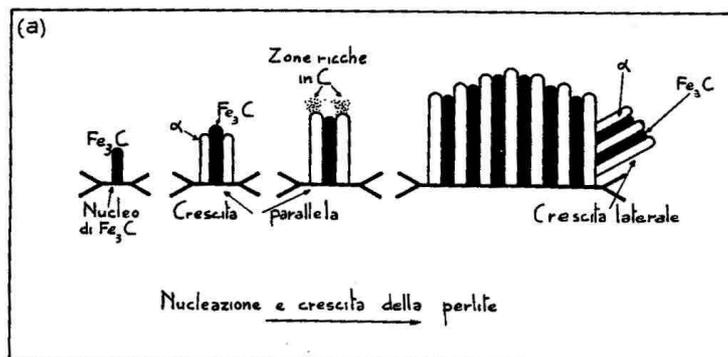


Fig. 1.5: Meccanismo di crescita della perlite [11]

Se la lega contiene meno dello 0,77 % di carbonio e viene raffreddata al di sotto della linea GS, separerà inizialmente un quantitativo di ferrite maggiore a causa della minore concentrazione di carbonio [6]. Quando poi questa raggiunge il suo limite di solubilità,

inizia a formare perlite secondo il meccanismo descritto in precedenza. La struttura finale è composta da ferrite e perlite (Fig. 1.6 a) [3] [4]. Se la lega invece contiene più dello 0,77% di carbonio, è in grado di precipitare da subito cementite lungo la linea ES, impoverendo l'austenite fino al raggiungimento della composizione eutettoidica. Si forma quindi perlite e la struttura finale è composta da cementite e perlite (Fig. 1.6 b).

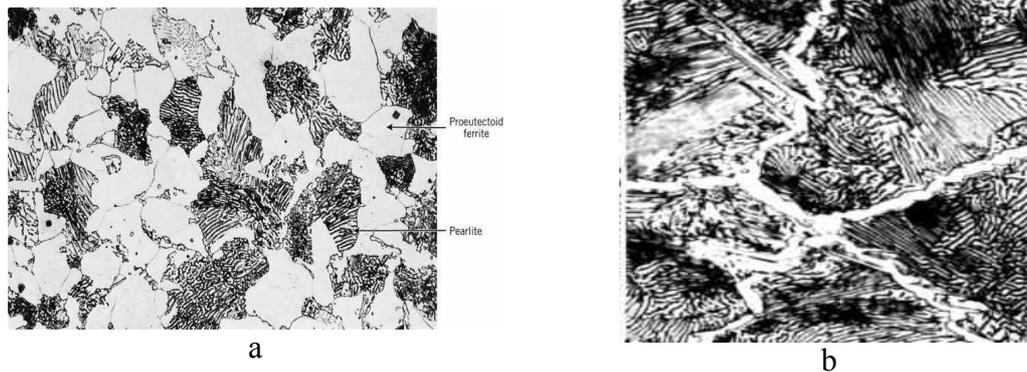


Fig. 1.6 : a) Microstruttura di un acciaio ipoeutettoidico. Ferrite (zone chiare) e perlite (zone bianco/nere), b) Microstruttura di un acciaio ipereutettoidico. Cementite (zone chiare) e perlite (zone bianco/nere) [4]

Il diagramma Fe-C fornisce dunque le indicazioni su come ottenere le fasi e le microstrutture caratteristiche delle trasformazioni in condizioni di equilibrio. La Tabella 1.1 riassume le proprietà meccaniche della ferrite, perlite e cementite [3].

Costituente	Resistenza alla trazione	Allungamento	Durezza Brinell
	R (N/mm <sup>2</sup> )	A %	(HB)
<i>Ferrite</i>	280	50	80
<i>Pearlite</i>	800	10	200
<i>Cementite</i>	35	0	700

Tabella 1.1: Proprietà meccaniche della ferrite, perlite e cementite [3]

Queste proprietà dipendono dalla natura chimica e/o cristallografica dei singoli costituenti. La ferrite, ad esempio, che è un composto cristallino e quindi caratterizzato dalla presenza di sistemi di scorrimento preferenziali [7], mostra un buon allungamento

mentre la cementite, carburo intermetallico non cristallino, è dura e fragile [4]. La perlite, per certi versi, mostra proprietà intermedie, essendo un aggregato strutturale dei due costituenti. Gli acciai ipo e iper-eutetoidici mostrano per questo motivo peculiarità e difetti dovuti alla combinazione di queste fasi o aggregati. La proporzione volumetrica dei costituenti strutturali, del resto, è strettamente legata al tenore di carbonio presente in lega e ciò determina le proprietà meccaniche finali degli acciai, come mostrato nel grafico di figura 1.7.

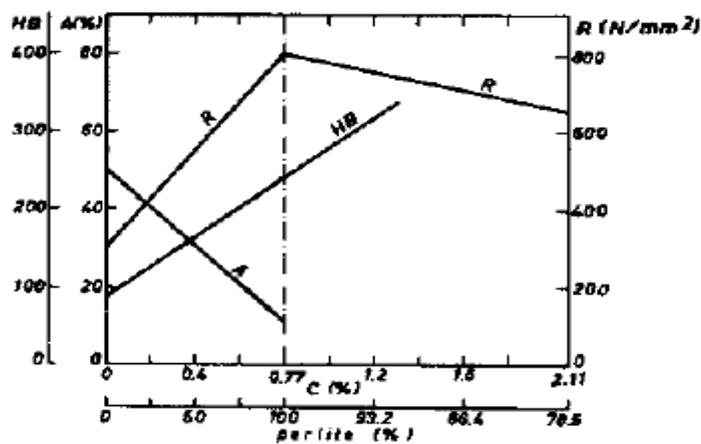


Fig. 1.7: Variazione delle proprietà meccaniche in funzione del tenore di carbonio negli acciai [3]

La durezza Brinell cresce linearmente all'aumentare del tenore di carbonio perchè viene separata sempre più cementite. L'allungamento a rottura del materiale decresce linearmente perchè, mano a mano che aumenta il tenore di carbonio, si forma sempre più porzione fragile. Un andamento particolare si nota per la resistenza a trazione R: questa cresce all'aumentare del contenuto di carbonio e raggiunge un massimo alla concentrazione di 0,77% C. Ciò avviene perchè oltre l'eutettoide la cementite precipita al bordo del grano prima austenitico e poi perlitico. Questo tipo di andamento è trovato in svariate leghe metalliche ogni qualvolta si ha precipitazione di costituenti duri e fragili [3].

## 1.4 La classificazione degli acciai

Gli acciai comuni presentano una buona resistenza meccanica con carichi di rottura che vanno dai 400 ai 1000 N/mm<sup>2</sup> [6], allungamenti compresi tra il 5 e il 25 %, buone resilienze (fino a 60 J) [6], una buona saldabilità così come plasticità a caldo. Di solito sono caratterizzati da una scarsa fusibilità e colabilità [3]. All'aumentare del tenore di carbonio aumentano: la resistenza meccanica, la durezza, la lavorabilità alle macchine utensili, la temprabilità, la fusibilità e la resistenza all'usura a scapito di allungamento, resilienza, plasticità a freddo e saldabilità [6]. Essi vengono comunemente classificati in base all'impiego ed alle loro proprietà meccaniche o fisiche od in base alla composizione (EN 10020 e 27) [12]. Nel caso in cui si consideri il tenore di carbonio, gli acciai possono essere classificati in:

- *Acciai dolci (teneri)* ( $C < 0,2\%$ ), con microstruttura principalmente ferritica e presenza di un po' di perlite
- *Acciai di media durezza* ( $C$  da 0,2 a 0,6 %) con microstruttura ferritico perlitica
- *Acciai molto duri* ( $C > 0,6\%$ ) con microstruttura prevalentemente perlitica con tracce di ferrite.

Considerando la presenza di altri elementi di lega, si distinguono gli *acciai non legati* quando gli altri elementi sono presenti in percentuali minime [6], gli *acciai debolmente legati* quando ciascuno degli elementi speciali è presente in quantità inferiori al 5% [6] e gli *acciai legati* quando invece almeno uno degli elementi è presente in quantità uguale o maggiore del 5% [6]. Tra gli acciai legati si distinguono in particolare quelli di qualità, che contengono elementi in lega con tenori limiti percentuali come descritto in Tabella 1.2 [6]

Cr	Co	Cu	Mn	Mo	Ni	Pb	Si	W	V
0,5	0,1	0,5	1,8	0,1	0,5	0,4	0,5	0,1	0,12

Tabella 1.2: Limiti in % in massa degli elementi in lega per acciai legati di qualità [6]

Gli acciai legati speciali, invece, hanno una precisa composizione chimica che ne permette varie e diverse attitudini all'impiego. Ne fanno parte quelli per costruzioni meccaniche, gli acciai inox, quelli da cementazione, per cuscinetti e gli acciai per utensili [6]. Considerando invece l'applicazione finale si distinguono gli *acciai per uso generale* dagli *acciai speciali da costruzione*. I primi hanno resistenza medio bassa e sono usati per la fabbricazione di pezzi che devono sopportare modeste sollecitazioni di tipo statico. Non contengono elementi speciali e non vengono sottoposti a trattamento termico, fatta eccezione per la ricottura e normalizzazione. Di essi viene esclusivamente garantita la resistenza meccanica [6]. Generalmente sono caratterizzati da una buona saldabilità e vengono messi in commercio sottoforma di barre, lamiere o profilati. Gli *acciai speciali da costruzione* hanno qualità e resistenza più elevata e sono ottenuti mediante un processo di fabbricazione più accurato [6].

## **Bibliografia**

- [1]Rapp G.R., Archeomineralogy, Mineralium Deposita, Volume 38, Issue 5, 2003
- [2]Nicodemi W., Mapelli C., Siderurgia, AIM, 2011
- [3]Nicodemi W., Metallurgia - Principi Generali, Zanichelli, 2007
- [4]Callister W., Material science and engineering: an introduction, Hardcover, 2006
- [5]Treccani.it, L'enciclopedia italiana, <http://www.treccani.it/enciclopedia/altoforno/>
- [6]Cibaldi C., I criteri di scelta e di trattamento degli acciai da costruzioni e da utensili- Vol 1 , AQM, 2006
- [7]Hammond C., The Basics of Crystallography and Diffraction, IUCr, 2009
- [8]"Bravais lattices", Con licenza Creative Commons Attribution-Share Alike 3.0-2.5-2.0-1.0 tramite Wikimedia Commons -
- [9]ExpertsMind, <http://www.expertsmind.com/topic/steels/iron-carbon-system-phase-diagram-919173.aspx>
- [10]Diagramma Ferro-Carbonio, [http://it.wikipedia.org/wiki/File:Diagramma\\_Ferro](http://it.wikipedia.org/wiki/File:Diagramma_Ferro)
- [11]Sambogna G., Produzioni Siderurgiche
- [12]UNI EN 10020:2001, Definizione e classificazione dei tipi di acciaio



## CAPITOLO 2

### *I trattamenti termici degli acciai*

#### **2.1 Introduzione**

I trattamenti termici sono operazioni che prevedono il riscaldamento di un materiale metallico a temperature inferiori a quelle di fusione, seguite da un raffreddamento che può essere lento o veloce. La norma UNI 3354/70 [1] definisce il trattamento termico una *“operazione o successione di operazioni mediante le quali una lega o un metallo vengono assoggettati, al di sotto del punto o dell’intervallo di fusione, in ambiente di natura determinata, ad uno o più cicli termici, nell’intento di impartire loro determinate proprietà”*. Queste operazioni sono in grado di modificare la struttura interna e superficiale, conferendo alle leghe ferrose nuove ed interessanti proprietà chimiche, fisiche, meccaniche e tecnologiche [2]. Nonostante i trattamenti termici possano essere applicati nel corso della fabbricazione di svariati metalli e leghe, essi rivestono una funzione importante negli acciai, soprattutto quelli speciali da costruzione [3]. Il ferro e le sue leghe, infatti, possiedono intervalli critici di trasformazioni allotropiche che danno luogo a fasi e costituenti strutturali molto diversi e con proprietà differenti a seconda del processo adottato durante il trattamento [4]. Per uno stesso acciaio di ugual composizione chimica e geometria esterna, è possibile dunque ottenere differenti proprietà alla trazione, all’impatto, all’usura, alla fatica etc. Questi fattori fanno sì che l’ottimizzazione dei processi, così come lo sviluppo di nuove metodiche per l’ottenimento di particolari strutture ad alto interesse tecnologico, siano tutt’ora oggetto di studio di aziende e ricercatori. La norma UNI 3354/70 definisce 16 tipi di trattamento termico applicabile agli acciai e questi vengono per comodità classificati in convenzionali, isotermi, superficiali e termochimici [1]. L’ottimizzazione e lo sviluppo di questi innumerevoli trattamenti termici non è sempre cosa semplice: affinché esso possa essere considerato efficiente in termini di ripetitività del processo e proprietà meccaniche finali del manufatto, deve essere svolto previa ottimale conoscenza delle temperature, dei tempi e delle velocità di trasformazione.

## 2.2 I punti critici al riscaldamento

Durante un trattamento termico, le temperature operative per il riscaldamento possono essere dedotte dallo studio dei punti critici della trasformazione  $\alpha \rightarrow \gamma$  che negli acciai al solo C sono forniti dal diagramma di equilibrio ferro-carbonio. Quelli più comuni sono [3]:

- $A_1$  temperatura d'inizio trasformazione della ferrite in austenite o di fine trasformazione della austenite in ferrite. Negli acciai non legati essa non cambia al variare del contenuto di carbonio.
- $A_3$  temperatura di fine trasformazione della ferrite in austenite o d'inizio trasformazione della austenite in ferrite. Negli acciai ipoeutettoideici cresce al diminuire del contenuto di carbonio nella lega.
- $A_{cm}$  temperatura di saturazione di  $Fe_3C$  nell'austenite. Essa aumenta all'aumentare del contenuto di carbonio negli acciai ipereutettoideici.

Per un acciaio alla composizione eutettoide ( $C=0,77\%$ ) questi punti convergono al valore di  $723\text{ }^\circ\text{C}$  (Fig. 2.1) [4].

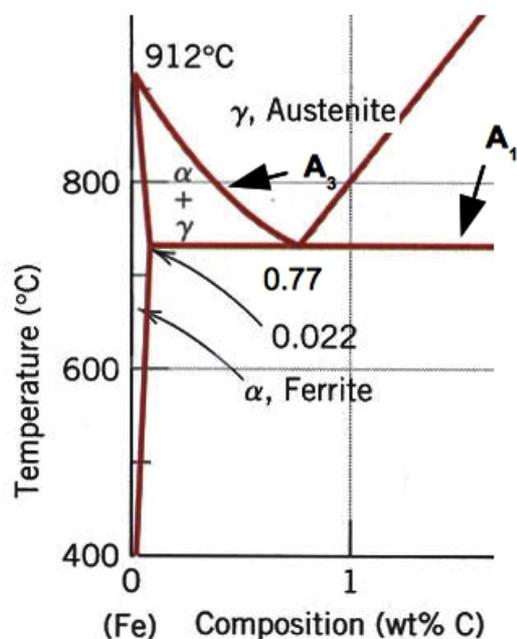


Fig. 2.1: Punto eutettoide del diagramma Fe-C

A causa dell'isteresi termica che si genera, i punti critici al riscaldamento non coincidono con quelli al raffreddamento e pertanto i primi si distinguono con il pedice "C" ( $A_{C1}$ ,  $A_{C3}$ ,  $A_{Ccm}$ ) dai secondi (pedice "r",  $A_{r1}$ ,  $A_{r2}$ ,  $A_{rcm}$ ). Tale differenza è attribuibile alla velocità di raffreddamento e alla composizione chimica dell'acciaio [3]. L'aggiunta di elementi di lega comporta lo spostamento delle curve di equilibrio, poiché questi possono ampliare il campo di esistenza (temperatura e percentuale di carbonio) della ferrite (alfageni) o dell'austenite (gammageni), variando i punti critici di temperatura e composizione del ferro puro o dell'eutettoide del diagramma ferro-carbonio.

Per questo motivo sono state proposte da Andrews [5] delle formule matematiche (equazioni 2.1 e 2.2) per la determinazione di  $A_{C1}$  e  $A_{C3}$  negli acciai medio legati

$$A_{C1} (^{\circ}C) = 723 - 10,7 \text{ Mn \%} - 16,9 \text{ Ni \%} + 29,1 \text{ Si \%} + 16,9 \text{ Cr \%} + 6,38 \text{ W \%} + 290 \text{ As \%} \quad (2.1)$$

$$A_{C3} (^{\circ}C) = 910 - 203,0 - 15,2 \text{ Ni \%} + 44,7 \text{ Si \%} + 104,0 \text{ V \%} + 31,5 \text{ Mo \%} + 1,3 \text{ W \%} + 30,0 \text{ Mn \%} + 11,0 \text{ Cr \%} + 20,0 \text{ Cu \%} + 700 \text{ P \%} + 400,0 \text{ Al \%} + 120 \text{ As \%} + 400,0 \text{ Ti \%} \quad (2.2)$$

### 2.3 I diagrammi TTT e CCT

Nelle operazioni di trattamento termico, il raffreddamento è lo stadio più critico e, per ottenere la microstruttura desiderata, i tempi e le velocità di reazione, così come le temperature di inizio e fine trasformazione fuori dall'equilibrio, vengono valutati dalle curve isoterme (TTT) o anisoterme (CCT) [4]. Bain fu il primo a studiare le reazioni isoterme dell'austenite per l'acciaio eutettoide e in seguito di molti altri acciai, tracciando delle curve a S di trasformazione, oggi conosciute come diagrammi TTT o di Bain, in suo onore. Per l'acciaio eutettoide, Bain portò numerose provette alla temperatura di 750 °C (ca. 25°C al di sopra di  $A_{c1}$ ), spegnendole bruscamente in bagni di sali a diverse temperature (costanti per ciascun bagno) a tempi crescenti. Analizzando la microstruttura delle varie provette, gli fu permesso di tracciare le curve di trasformazione in un grafico T (°C) vs t (s) [4] del tipo riportato in figura 2.2 per l'acciaio eutettoidico.

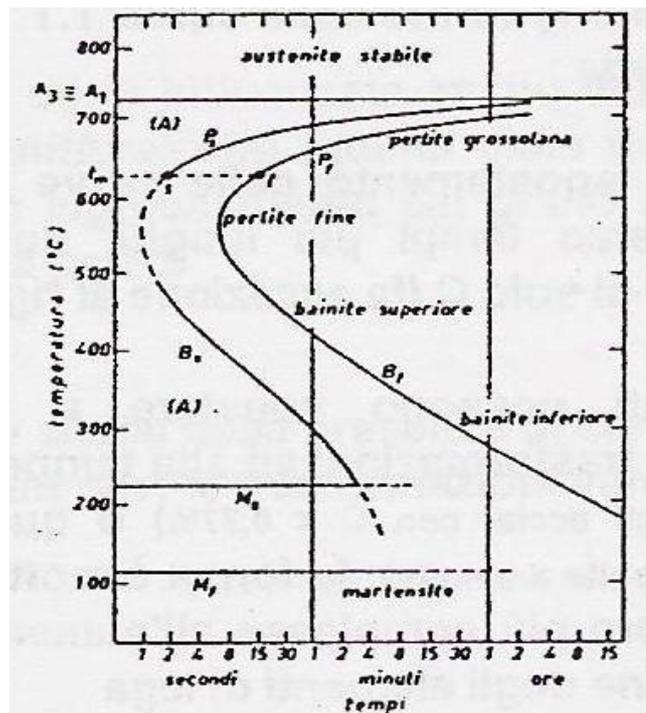


Fig. 2.2: Diagramma TTT dell'acciaio eutettoide [6]

Queste curve mostrano un tempo minimo d'incubazione della trasformazione che generalmente nell'acciaio alla composizione eutettoide ( $C=0,77\%$ ) si posiziona tra i 550 e i 650 °C [4][2]: a questa temperatura la velocità di trasformazione è massima. Le

trasformazioni isoterme e complete dell'austenite al di sopra del naso perlitico danno microstrutture costituite da: solo perlite negli acciai eutettoidici o perlite e cementite negli acciai ipereutettoidici ( $C > 0,77\%$ ) [3]. Agli acciai ipoeutettoidici ( $C < 0,77\%$ ) trasformati sopra il naso perlitico conferiscono, invece, strutture miste costituite da ferrite e perlite [3]. Se invece di trasformare isotermicamente l'acciaio lo si sottopone a raffreddamento istantaneo fino a temperatura ambiente, si ottiene la martensite, una struttura molto distorta ricca di carbonio con reticolo tetragonale a corpo centrato che si forma per la totale assenza di fenomeni diffusivi [2] [4]. Il campo di metastabilità della martensite nel diagramma di Bain di figura 2.2 è rappresentato dalle rette "Ms" e "Mf" rispettivamente temperatura di inizio e fine trasformazione martensitica.

La porzione intermedia del grafico TTT rappresenta invece il campo temperatura-tempo di stabilità di una fase di paraequilibrio, chiamata bainite, ottenuta dopo spegnimento e permanenza dell'austenite ad una temperatura superiore a Ms per un tempo prolungato (tempra isoterma bainitica). Le temperature di inizio e fine trasformazione martensitica sono influenzate dal tenore del carbonio e degli altri elementi di lega, che abbassano la retta Ms ad eccezione del Co [3]. Anche l'aumento della temperatura di austenitizzazione influenza notevolmente quella di inizio trasformazione martensitica che diminuisce sensibilmente, soprattutto per gli acciai ipereutettoidici austenitizzati al di sopra di  $A_{Cm}$ . Questo perché la completa solubilizzazione della cementite o dei carburi in genere tende a stabilizzare molto l'austenite [3]. Sono stati proposti numerosi modelli per la valutazione della temperatura di inizio trasformazione martensitica in funzione della composizione chimica. Ad esempio la formula di Haynes [7] consente di calcolare la temperatura Ms degli acciai medio legati secondo (2.3)

$$Ms (^{\circ}C) = 561 - 474C \% - 33Mn\% - 17Ni\% - 21Mo\% \quad (2.3)$$

Variando la quantità di carbonio in lega, varia anche la forma e la posizione delle curve TTT. Ad esempio, nel caso degli acciai ipoeutettoidici, nel diagramma compare una nuova linea, quella della trasformazione austenite-ferrite all'equilibrio.

Variando la composizione si osserva inoltre lo spostamento delle linee di inizio e fine trasformazione. Per taluni acciai fortemente legati, questo effetto di traslazione delle curve risulta talmente accentuato che persino raffreddamenti molto lenti (ad esempio in

aria) possono portare a trasformazioni martensitiche. Questi spostamenti sono più o meno marcati in base al tipo di elementi presenti. Ad esempio il carbonio abbassa la linea Ms, ma non ritarda di troppo la trasformazione, così come fanno il silicio e il rame [3]. Al e Co alzano la temperatura di inizio trasformazione martensitica e non spostano significativamente le curve [3]. I leganti che maggiormente influiscono nella forma e posizione delle curve sono il manganese, il cromo, il tungsteno e il vanadio, che abbassano significativamente Ms e spostano le curve verso destra [3]. Il molibdeno non ha influenza su Ms ma sposta le curve sempre verso destra.

La temperatura di austenitizzazione, invece, influisce sulla dimensione del grano austenitico: il suo incremento diminuisce la probabilità di nucleazione della ferrite, fenomeno confinato al bordo del grano e sposta le curve del diagramma verso destra [3]. Lo spessore del pezzo da trattare è inoltre di rilevante importanza. Esistono, infatti, pochi acciai che possono essere trattati isotermicamente, fino a certe dimensioni, affinché si possa trasformare l'austenite a temperatura costante su tutta la sezione d'interesse. Negli altri casi si deve tener conto che le velocità di raffreddamento della superficie (a contatto diretto con il mezzo temprante) e il cuore del provino sono diverse e che quindi in realtà l'intera sezione è soggetta a raffreddamento continuo [3]. Per questo si considerano solitamente le curve CCT (Continuous Cooling Curve), mostrate per un'acciaio eutettoidico in figura 2.3.

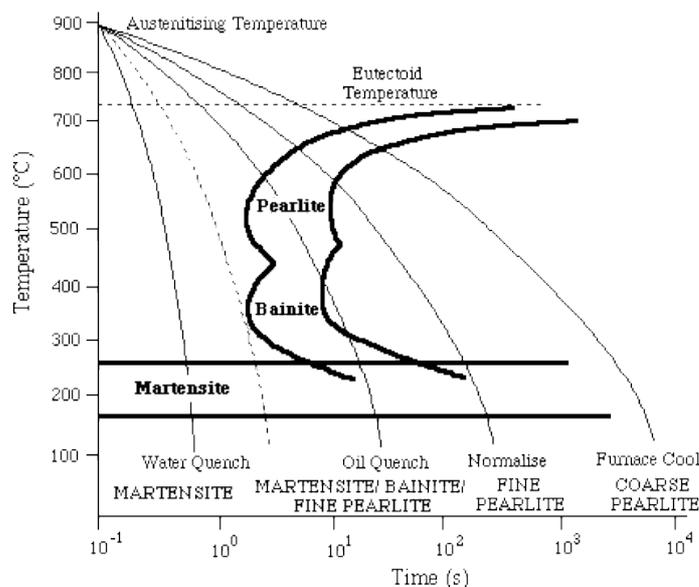


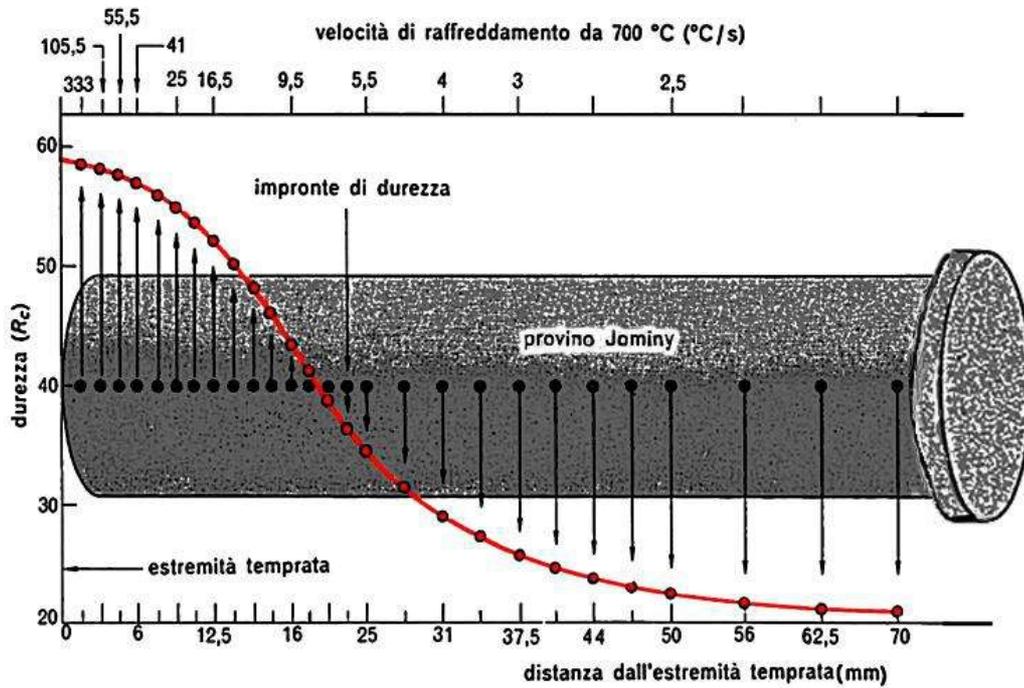
Fig. 2.3: Diagramma CCT schematico [8]

La trasformazione non isoterma dell'austenite produce ferrite, perlite, bainite, troostite e martensite e il prodotto di trasformazione è una struttura mista di queste, a seconda di come la curva di raffreddamento interseca le curve di trasformazione a S, come schematizzato in figura 2.3. Inoltre un raffreddamento continuo porta anche ad una variazione dei tempi di inizio e fine trasformazione dell'austenite, per cui le curve TTT sono diverse da quelle CCT con quest'ultime che risultano essere spostate verso destra e leggermente in basso [3].

## 2.4 La temprabilità degli acciai

Un'importante proprietà degli acciai sottoposti a trattamenti di tempra è la temprabilità, ossia la capacità di trasformazione martensitica lungo il provino, indipendentemente dal massimo valore di durezza raggiunto in superficie. Quantitativamente può essere espressa andando a misurare la durezza dalla superficie verso il cuore di un provino temprato. Valori elevati (da 40 a 60 HRC, in dipendenza dal tenore di C) sono indicativi dell'avvenuta trasformazione martensitica e la durezza dell'acciaio temprato è destinata a decadere spostandosi verso il centro del provino: maggiore la profondità con durezze costanti e uguali a quelle della superficie, maggiore è la temprabilità. Nella valutazione della temprabilità degli acciai due definizioni importanti da tenere in considerazione sono quelle di diametro critico ( $D_c$ ) o diametro ideale ( $D_i$ ). Il diametro critico ( $D_c$ ) è il massimo diametro del tondo che, temprato in uno specifico mezzo, presenta al centro una struttura costituita dal 50% di martensite [3]. Il diametro ideale ( $D_i$ ) è il massimo diametro del tondo che temprato in un mezzo a drasticità infinita, presenta al centro una struttura al 50% di martensite [3].  $D_i$  è quindi un parametro intrinseco del materiale, indipendente dal mezzo di spegnimento, mentre  $D_c$  un parametro che dipende dalla drasticità del raffreddamento. A seconda del grado di temprabilità dell'acciaio esistono diverse metodologie per determinarne l'effetto temprante. Ad esempio per acciai con temprabilità medio/alta ( $D_i$  tra 25 e 150 mm) la prova universalmente accettata è la prova Jominy [4]. Questa prevede l'austenitizzazione di un provino di forma cilindrica (diametro 25 x 100 mm) e una tempra brusca con un getto d'acqua in una estremità. A seguito di questa tempra si sottopone il provino a rettifica per una profondità di 0,4 – 0,5 mm. Sulle superfici di rettifica si misura la durezza HRC (Fig. 2.4) a distanze fisse (in mm) e stabilite secondo la norma UNI 3150-74 [9]: 1,5, 3, 5, 7, 9, 11, 13, 15, 20, 25. I risultati ottenuti vengono solitamente riportati in un diagramma che rappresenta i valori di durezza misurati in funzione della distanza dall'estremità del provino (Fig. 2.5). Solitamente questi diagrammi si presentano nella forma di bande a causa della eterogeneità chimica dovuta alle differenti condizioni di colata, per un determinato tipo di acciaio [10]. Per questo motivo la temprabilità è definita dalla delimitazione di due curve: una di massima e una di minima, calcolate per centinaia di colate di uno stesso acciaio. Gli acciai che corrispondono al requisito di “temprabilità controllata” sono

pertanto quelli per i quali i valori di durezza cadono all'interno della banda Jominy di figura 2.5 [10].



2.4: Variazione della durezza dall'estremità temprata in un provino Jominy

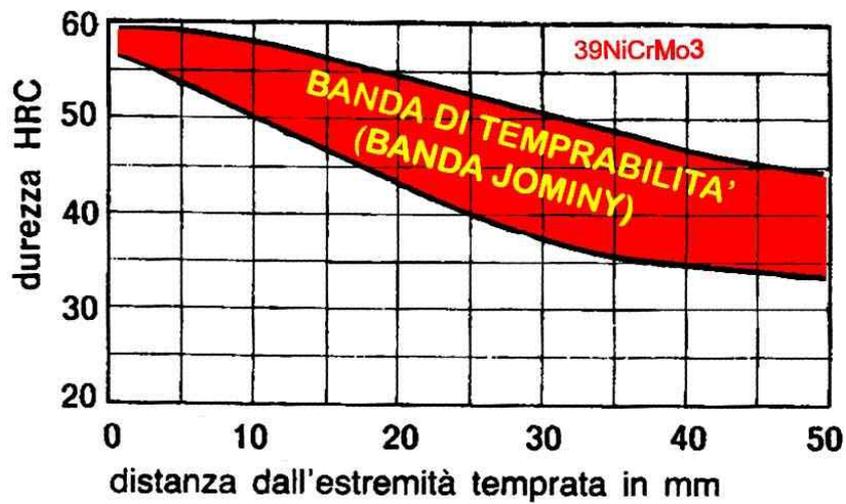


Fig. 2.5: Banda di temprabilità Jominy dell'acciaio 39NiCrMo3

## 2.5 Le microstrutture ottenibili mediante trattamento termico degli acciai

Le trasformazioni degli acciai in seguito a trattamento termico possono essere divise in due categorie (Fig. 2.6) [11]

- *Diffusive o ricostruttive*, tipiche dei raffreddamenti continui o delle trasformazioni isotermitiche effettuate al di sopra del naso perlitico, dove gli elementi sostituzionali e interstiziali della cella CFC dell'austenite sono in grado di diffondere e ricombinarsi per comporre la nuova cella CCC della ferrite. Le componenti strutturali di questi tipi di trasformazioni sono perlite, ferrite, cementite e loro aggregati più o meno grossolani, molto simili a quelle ottenute seguendo le trasformazioni all'equilibrio dettate dal diagramma Fe-C.
- *Displasive*, che avvengono per brusco raffreddamento dell'austenite fino a temperatura ambiente o inferiore, evitando di intersecare qualsiasi regione di trasformazione all'equilibrio indicata dai diagrammi CCT. Le strutture che ne derivano si formano senza alcuna diffusione degli atomi di Fe o di atomi sostituzionali ma per un loro movimento a scatto. Questo meccanismo porta ad avere strutture molto fini di aghi di ferrite. Conferiscono a queste trasformazioni nuove forme allotropiche molto fini: martensite, bainite e ferrite di Widmånstatten.

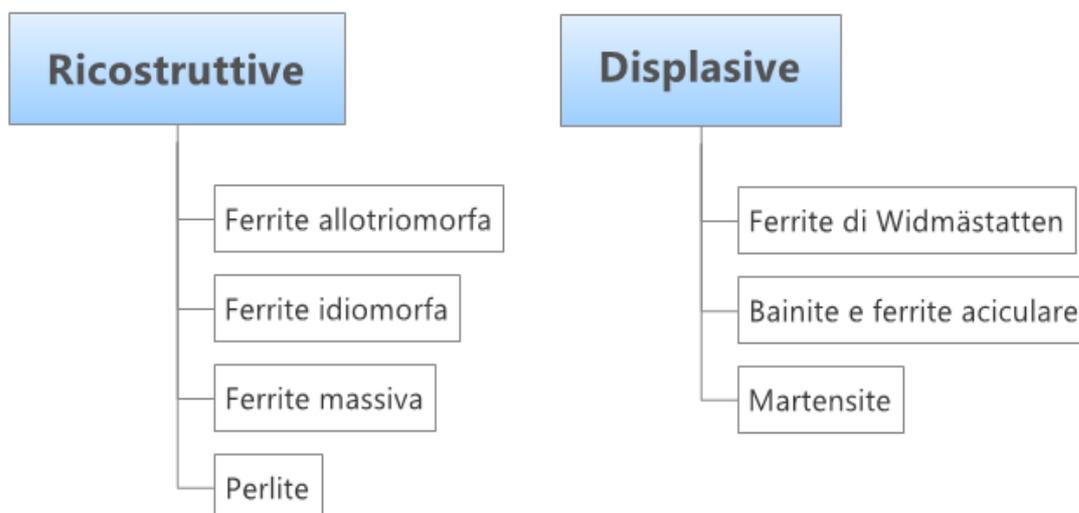
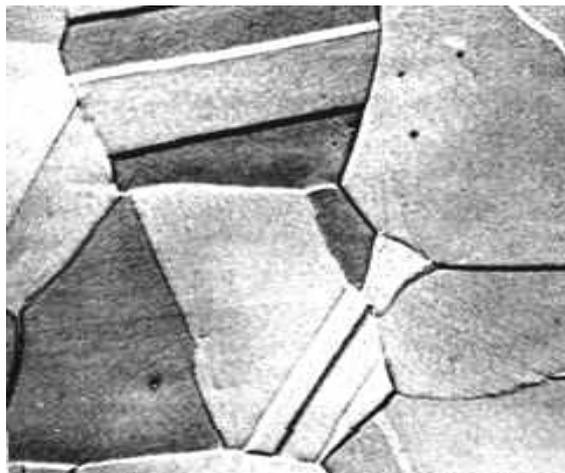


Fig. 2.6: Schematizzazione delle modalità di trasformazione degli acciai

Dei costituenti degli acciai si è già accennato nei paragrafi precedenti, senza approfondirne però gli aspetti metallografici, morfologici e la cinetica di trasformazione.

### *2.5.1 Austenite*

E' definita austenite quella soluzione solida che il ferro  $\gamma$  è in grado di formare con il carbonio. Il suo campo di stabilità può essere modificato per aggiunta di elementi di lega cosiddetti austenitizzanti, che ne permettono la stabilità fino a temperatura ambiente [2]. E' il caso degli acciai inossidabili austenitici (18 % Cr, 8 % Ni) e l'acciaio di Hadfield (13 % Mn) [4]. Non è una fase perfettamente omogenea, solitamente a causa di segregazioni di elementi che diffondono non uniformemente durante la cristallizzazione [4]. Un altro contributo alla sua eterogeneità è dato dalle tensioni che si creano durante il raffreddamento che producono zone ricche d'imperfezioni dove lo stato di sollecitazione è elevato [2]. Questi fattori contribuiscono all'ottenimento di tracce di austenite residua stabile quando si cerca di trasformare l'acciaio in strutture martensitiche o bainitiche. La struttura al microscopio ottico di un acciaio austenitico (Fig. 2.7) è formata da cristalli massivi di colore chiaro, delimitati dai bordi di grano (zone nere della figura). E' di notevole importanza la dimensione dei grani austenitici per le proprietà meccaniche degli acciai al carbonio e di quelli legati e i tempi e le temperature di austenitizzazione sono i responsabili di un'affinamento più o meno spinto del grano che gioca un ruolo importante sulle proprietà meccaniche finali dell'acciaio [4].



*Fig. 2.7: Microstruttura al microscopio ottico di un acciaio austenitico (325X) [2]*

### 2.5.2 Ferrite

E' la soluzione solida formata dal carbonio con il ferro  $\alpha$ . Come si è già accennato, nel ferro commercialmente puro e negli acciai extradolci ( $C < 0,02 \%$ ), l'austenite si trasforma completamente in ferrite e la struttura che si osserva dopo un comune attacco metallografico è costituita da grossi grani di colore chiaro delimitati dai bordi di grano [2] (Fig. 2.8). Nelle strutture miste si fa spesso distinzione tra la ferrite *idiomorfa* e quella *alotriomorfa*, entrambe prodotte di una trasformazione ricostruttiva [12]. La prima si origina sulle superfici dei bordi di grano e quindi non mantiene la simmetria cristallina dell'austenite. La seconda nuclea invece a partire da impurezze o difetti all'interno del grano austenitico, mantenendo la simmetria cristallina dei grani genitori. Una caratteristica delle trasformazioni ricostruttive è che il prodotto di queste non è confinato al grano da cui cresce, ma può attraversare il bordo per la maggior diffusione atomica [12]. La figura 2.9 mostra la ferrite allotriomorfa che circonda i bordi dei grani e la formazione di perlite dall'austenite residua in un acciaio con lo 0,4 % C.

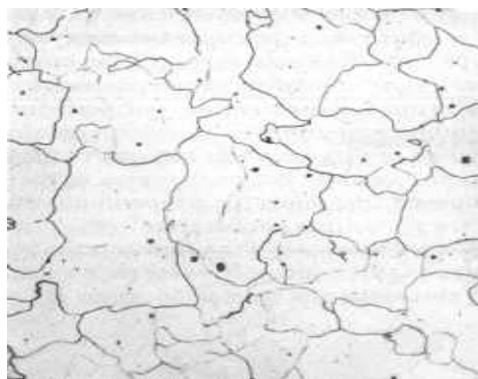


Fig. 2.8: Microstruttura al microscopio ottico di un acciaio ferritico (90X) [2]

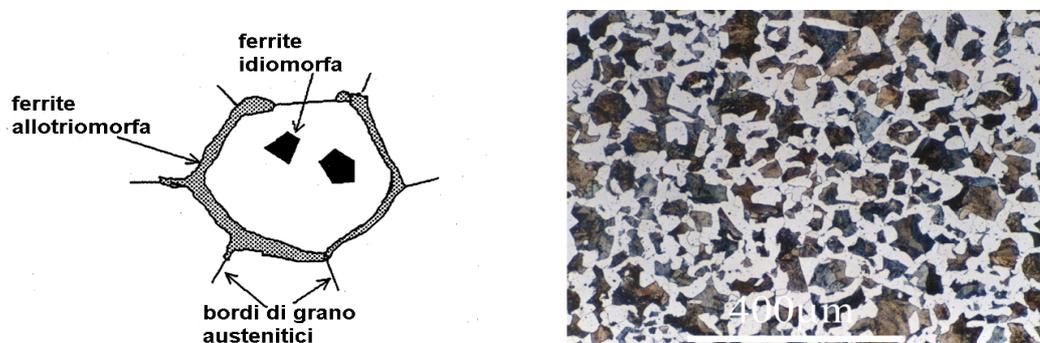


Fig. 2.9: Schematizzazione dei tipi di ferrite e struttura al microscopio ottico della ferrite allotriomorfa (zone bianche) che cresce dal bordo di grano [12]

### 2.5.3 Perlite

La perlite è una miscela solida costituita da ferrite e cementite in grado di crescere cooperativamente ed in maniera alternata. Nelle leghe ferro carbonio la composizione chimica della perlite è uguale a quella della austenite. In un acciaio ipoeutetoidico la formazione di perlite parte dalla nucleazione di ferrite, che scaturisce automaticamente la precipitazione di una particella di  $Fe_3C$  [4]. La struttura bidimensionale che ne risulta, consiste di lamelle alternate di ferrite e cementite (Fig. 2.10). L'affinamento delle lamelle porta in genere ad un rafforzamento dell'acciaio e si può ottenere facendo crescere la perlite sotto l'effetto di elevate *driving forces* [4]. Strutture molto fini non possono essere risolte con la semplice microscopia ottica e si deve pertanto ricorrere all'utilizzo di TEM o SEM [2].

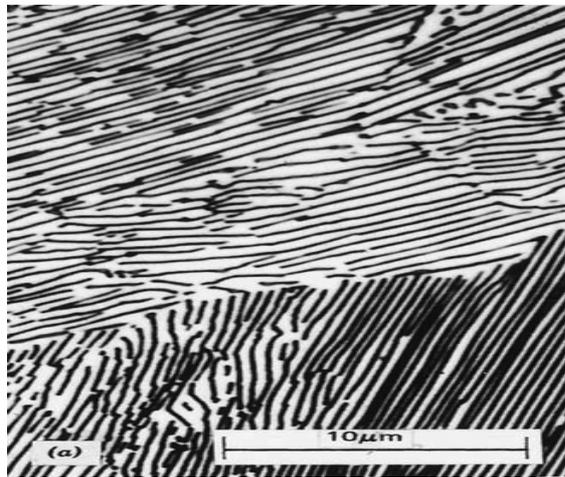


Fig. 2.10: Aspetto della perlite al microscopio ottico (100X)[2]

### 2.5.4 Bainite

E' un aggregato di ferrite e cementite di forma aciculare. Alle temperature di trasformazione bainitica la diffusione degli atomi di carbonio è ancora permessa, ma i carburi che si formano sono costituiti da ammassi molto fini. Per risolvere questa struttura non è sufficiente l'utilizzo del microscopio ottico, ma si deve necessariamente ricorrere a quello elettronico o a trasmissione [11]. Al TEM o al SEM la struttura si presenta non più sottoforma di lamelle, ma assume una morfologia a piastrina o di tipo lenticolare, dove il carburo di ferro è presente come particella isolata [12]. Le varie tipologie di bainite ed i meccanismi di formazione saranno analizzati diffusamente nel

capitolo 3.

### 2.5.5 Martensite

La trasformazione martensitica avviene quando l'austenite è raffreddata molto velocemente al di sotto della temperatura  $M_s$ . E' una trasformazione non diffusiva che prevede la deformazione del reticolo genitore in quella del prodotto, secondo il meccanismo a piano invariante [11], del quale si parlerà nel capitolo successivo. Questo tipo di trasformazione porta ad ottenere una struttura molto fine a forma di aghi, per la minimizzazione l'energia di deformazione. L'energia di deformazione per unità di volume, difatti, può essere espressa dalla relazione 2.3 [12]

$$E = \frac{c}{r} \mu (s^2 + \delta^2) \quad (2.3)$$

dove  $\mu$  è il modulo di deformazione dell'austenite,  $c$  la larghezza del nucleo e  $r$  la sua lunghezza mentre  $s$  e  $\delta$  sono i termini che definiscono il grado di deformazione della cella martensitica. Per minimizzare questa energia, la martensite si trasforma in forma di aghi sottili, molto dura e distorta (Fig. 2.11) [12].



Fig. 2.11: Microstruttura di un acciaio martensitico [2]

Le costanti reticolari sono notevolmente influenzate dal tenore di carbonio e hanno valori alti per elevate concentrazioni di soluto interstiziale [4] [2]. Il contenuto di carbonio nella martensite è uguale a quello della soluzione nel ferro  $\gamma$  e pertanto fino al 2 % non si osservano discontinuità nell'aumento dei parametri di cella [4] (Fig. 2.12).

In quasi tutti gli impieghi, la struttura della martensite è troppo fragile ed è quindi necessario sottoporla ad un successivo trattamento di riscaldamento (rinvenimento). Durante il riscaldamento, gli atomi di carbonio abbandonano le loro posizioni interstiziali e precipitano come carburi. La struttura che si ottiene è composta da ferrite e cementite globulare, detta anche *sorbite* [4] (Fig. 2.13). Si ottiene allo stesso tempo una riduzione delle tensioni, la decomposizione dell'austenite residua ed in genere un aumento della tenacità. Alte temperature di rinvenimento (fino ad un massimo di ca 700-800 °C) portano ad ottenere strutture sorbitiche più grossolane facilmente risolvibili al microscopio ottico, caratterizzate da una maggior tenacità ed una minor durezza e resistenza. Al contrario, rinvenendo l'acciaio temprato a basse temperature (solitamente fino ad un minimo di 250 – 300 °C) si ottengono particelle cementitiche globulizzate molto fini e la struttura che ne risulta è molto più dura, resistente, ma caratterizzata da una bassa tenacità e allungamento [4].

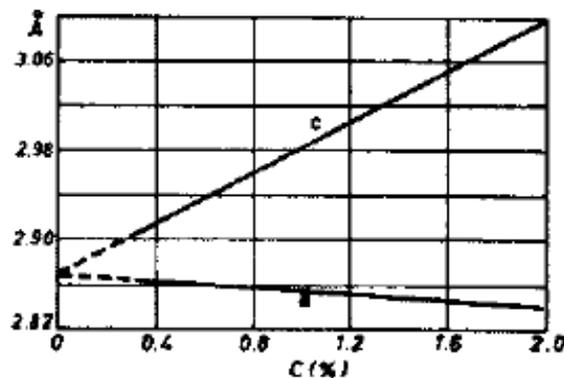


Fig. 2.12: Variazione dei parametri reticolari della martensite in funzione del tenore di C [4]

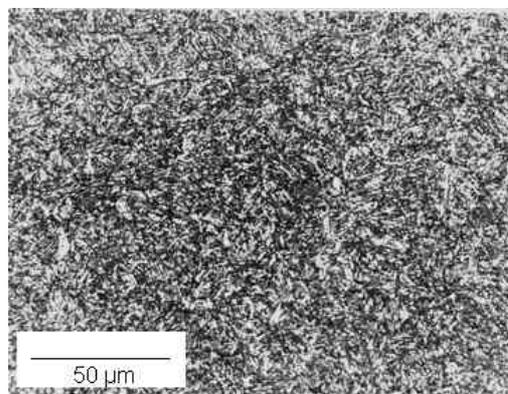


Fig. 2.13: Struttura sorbitica [13]

## 2.6 I trattamenti termici degli acciai

I trattamenti termici sono classificati in 3 categorie [3]:

- a) *trattamenti termici fondamentali o massivi*, nei quali si modifica la struttura del pezzo sottoponendo l'intera massa a variazioni termiche
- b) *trattamenti termici superficiali*, nei quali si modificano solamente le caratteristiche superficiali dei pezzi, per riscaldamento locale
- c) *trattamenti termochimici di cementazione o nitrurazione*, dove si modifica la composizione chimica di uno strato dell'intera o di una parte di superficie, direttamente o dopo ulteriore ciclo termico.

In questo lavoro verranno presi in considerazione principalmente i trattamenti termici fondamentali, classificati in base alle modalità di trasformazione dell'austenite, che può avvenire in condizioni di raffreddamento continuo o isoterma. Quando il raffreddamento è continuo si definisce trattamento termico convenzionale; quando invece la trasformazione avviene a temperatura costante si definiscono trattamenti isoterfici [3].

### 2.6.1 Ricotture

Lo scopo dei trattamenti di ricottura è quello di ridurre la durezza degli acciai (addolcimento), al fine di renderlo più facilmente lavorabile o deformabile a freddo. Le strutture sono quelle ottenibili con trasformazioni all'equilibrio (ferrite e perlite) e in genere di tipo globulare [10]. Si ottengono riscaldando l'acciaio a temperature prossime ad  $A_{C1}$  per tempi molto lunghi, anche fino a 150 ore (ricotture globulari subcritiche) oppure operando almeno un paio di volte al di sopra di  $A_{C1}$ , sfruttando la parziale solubilizzazione dei carburi e accelerando il processo di globulizzazione della perlite (ricottura pendolare) [3].

### 2.6.2 Normalizzazioni

Si porta ad austenitizzazione riscaldando l'acciaio sopra  $A_{C3}$  o  $A_{Cm}$  per il tempo sufficiente a solubilizzare i vari componenti e si raffredda in seguito molto lentamente (in aria calma a temperatura ambiente) per ottenere strutture ferritico-perlitiche e/o perlitico – cementitiche, in dipendenza del tenore di carbonio [3]. Il parametro critico di questi trattamenti è la velocità di raffreddamento, che deve essere costantemente monitorata

onde evitare strutture tipiche della ricottura (velocità troppo lente) o di tipo bainitico/martensitico (velocità elevate) [3]. Solitamente questi trattamenti vengono eseguiti per affinare il grano, al fine di aumentare le caratteristiche meccaniche degli acciai, in termini di tenacità e resistenza allo snervamento [2] [4] [3].

### 2.6.3 *Tempra*

La tempra diretta prevede l'austenitizzazione completa a temperature superiori ad  $A_{C3}$  per gli acciai ipoeutetoidici e tra  $A_{C1}$  e  $A_{Cm}$  per quelli ipereutetoidici [3], seguita da un raffreddamento veloce, fino a temperatura ambiente, tale da evitare la formazione di strutture intermedie. Esiste, infatti, una velocità critica di tempra che deve essere sempre superata per evitare formazione di strutture di tipo perlitico-ferritico o bainitico [3]. Questa velocità è legata alla posizione delle curve CCT, che quindi definiscono la temprabilità dell'acciaio: più le curve sono spostate a sinistra, maggiore deve essere la velocità di spegnimento del pezzo. La struttura finale ottenuta dopo tempra diretta è la martensite, una soluzione sovrassatura di carbonio nel ferro alfa che determina in esso lo sviluppo di un reticolo tetragonale distorto, alla quale è affiancata una certa quantità di austenite residua. Gli acciai martensitici sono caratterizzati da elevate durezza (fino a 65 HRC, in funzione del tenore di carbonio [3]), ma sono allo stesso tempo molto fragili per le tensioni interne che si vengono a creare tra superficie e cuore, specie nei pezzi di grandi dimensioni. Il tensionamento della martensite è un fattore sfavorevole in tutti i trattamenti di tempra. Per ovviare a questo inconveniente, ove il campo di metastabilità lo permetta, si ricorre spesso al cosiddetto trattamento di tempra scalare, che prevede la permanenza a temperature poco al di sopra di  $M_s$  in modo da uniformare l'intero pezzo e poi raffreddando prima di intersecare il campo bainitico [3]. Questo trattamento è in grado di conferire maggior uniformità della temperatura nell'intero pezzo, riducendo così il tensionamento e la probabilità di formazione di cricche da tempra [10] [2].

### 2.6.4 *Rinvenimenti*

Sono trattamenti termici complementari alla tempra eseguiti a temperature inferiori ad  $A_{C1}$ , in funzione delle caratteristiche meccaniche desiderate e vengono effettuati per addolcire la struttura distorta e fragile che si ottiene con la tempra martensitica [3]. Il rinvenimento di distensione viene eseguito a temperature di 150 – 200 °C e porta a trasformare la martensite tetragonale in ferrite cubica a corpo centrato con nuclei di

carburi  $\epsilon'$  secondari coerenti con la matrice, ottenendo una struttura tenace senza perdite apprezzabili di durezza [3]. Il rinvenimento di addolcimento, invece, si esegue a temperatura moderatamente elevata (550-680 °C) [3] e mira all'ottenimento di una particolare struttura composta da ferrite e cementite globulare, chiamata sorbite [3]. L'insieme delle operazioni di tempra e rinvenimento viene chiamato *bonifica*, il trattamento termico maggiormente utilizzato ai giorni nostri su scala industriale. Gli acciai bonificati presentano buone proprietà di durezza e resistenza meccanica in combinazione con duttilità e tenacità, eliminando gli inconvenienti strutturali e d'infragilimento dovuti alla tempra [2] [3].

I trattamenti isothermici prevedono invece l'austenitizzazione completa con le stesse regole descritte in precedenza per i trattamenti convenzionali, seguita da un brusco raffreddamento e mantenimento ad una certa temperatura per un tempo desiderato. Segue poi un raffreddamento in aria calma a temperatura ambiente.

#### 2.6.5 Ricottura isothermica

Il raffreddamento deve essere fatto il più velocemente possibile fino alla temperatura di trasformazione desiderata, che deve essere preliminarmente valutata mediante la conoscenza dei diagrammi TTT [3]. La ricottura isothermica permette di ottenere:

- una struttura perlitica globulare, andando a raffreddare l'austenite fino a temperatura poco al di sotto di  $A_{C1}$  per un tempo sufficiente da permettere l'intersezione della isoterma con la curva di termine trasformazione perlitica del diagramma TTT [3]
- una struttura ferritico-perlitica lamellare degli acciai ipoeutetoidici (spesso utilizzato per rendere più lavorabile l'acciaio o per eliminare anomalie strutturali dovute al surriscaldamento o ad incrudimento) raffreddando l'acciaio austenitizzato a temperature corrispondenti a quelle del naso perlitico e lasciando trasformare a temperatura costante fino a completa trasformazione indicata dal diagramma TTT (solitamente 20-30 min) [3].

#### 2.6.6 Austempering

E' un tipo di trattamento termico in grado di conferire agli acciai maggior duttilità, tenacità e resistenza a parità di durezza [11] [14]. Esso prevede il riscaldamento fino alla

temperatura di austenitizzazione, seguito da un brusco raffreddamento e mantenimento in bagno di sali alla temperatura desiderata (valutabile dai diagrammi TTT del particolare acciaio) per un tempo sufficiente alla trasformazione da austenite a bainite [14]. La microstruttura bainitica che si ottiene è costituita da aghi di ferrite, austenite ricca in carbonio e/o carburi che precipitano tra i nuclei di ferrite o all'interno degli stessi [11]. Il trattamento di austempering verrà trattato diffusamente nel capitolo 3 .

#### *2.6.7 Trattamenti termici superficiali*

La modifica superficiale della microstruttura mediante trattamento termico viene effettuata per creare dei gradienti di proprietà tra la superficie ed il cuore dei pezzi. Solitamente si effettua una tempra superficiale, creando una struttura martensitica in uno strato di pochi millimetri di spessore. Oltre ad ottenere elevata durezza, si migliora al contempo la resistenza a fatica grazie agli sforzi residui di compressione che si creano al termine del trattamento. Il riscaldamento localizzato può essere effettuato mediante un generatore di tensione ad alta frequenza (tempra a induzione), per mezzo di una fiamma ossoacetilenica, per bombardamento elettronico, per fascio laser o con l'utilizzo di una torcia al plasma.

#### *2.6.8 Trattamenti termochimici*

I trattamenti termochimici sono particolari tipi di trattamenti superficiali nei quali si modifica la composizione chimica e le proprietà meccaniche degli strati superficiali degli acciai[3]. Sono processi di diffusione allo stato solido di una o più sostanze chimiche e pertanto attivati termicamente. I più frequentemente usati negli acciai sono il trattamento di carbo cementazione e quello di nitrurazione. Il primo prevede l'arricchimento in C fino a concentrazioni non superiori allo 0,8 % per spessori solitamente compresi tra lo 0,1 e i 2 mm. Viene effettuato su acciai dolci ( $C \leq 0,2 \%$ ) e permette di ottenere un materiale dotato di un gradiente di concentrazione, e quindi di proprietà, tra la superficie e il cuore. Lo strato cementato è caratterizzato da elevate durezze (da 750 a 900 HV<sub>1</sub>) e ottima resistenza ad usura e fatica mentre il cuore rimane tenace e resistente agli urti. Il processo di carbocementazione viene attivato in atmosfere cementanti che possono essere solide, liquide, gassose, sottovuoto o assistite da plasma a temperature maggiori di A<sub>C3</sub> (tra gli 850 e i 950 °C). E' necessario il mantenimento a queste condizioni per un tempo sufficiente a cementare un dato spessore di interesse e si esegue poi generalmente un

trattamento di tempra per conferire alla regione superficiale una microstruttura martensitica ad elevata durezza. Il trattamento di nitrurazione prevede invece l'arricchimento superficiale di azoto per l'indurimento dello strato degli acciai sia per soluzione solida di azoto nel reticolo CCC del Fe- $\alpha$ , sia per precipitazione di nitruri di ferro, cromo, alluminio o vanadio con miglioramento delle proprietà ad usura (anche alle alte temperature) e a fatica. Il processo viene condotto in atmosfera gassosa, in bagno di sali o assistito da plasma alle temperature tipiche del campo ferritico del diagramma di fase (500 – 580 °C) e richiede tempi molto lunghi di trattamento (fino a 100 ore). Gli strati nitrurati hanno generalmente uno spessore da 0,1 a 0,75 mm e durezza da 900 a 1150 HV<sub>1</sub>.

## 2.7 Acciai da trattamento termico

Gli acciai destinati al trattamento termico sono principalmente quelli da costruzione. Sono usati per costruire particolari meccanici che devono resistere a forti sollecitazioni di tipo dinamico, alternato ed ad usura e di solito contengono degli elementi speciali aggiunti alla lega, ma possono esserne anche privi [3].

### 2.4.1 Acciai da bonifica

Hanno un contenuto di carbonio maggiore dello 0,2%, più comunemente compreso tra lo 0,3 e lo 0,5 %. Dopo il trattamento termico di bonifica, questi acciai acquistano un'elevata tenacità. Possono essere non legati di qualità o speciali ( $R_m = 850-1000 \text{ N/mm}^2$ ,  $A = 11 - 20 \%$ ,  $KU = 15-40 \text{ J}$ ) [3]. I legati speciali al Mn o Cr ( $R_m = 600-900 \text{ N/mm}^2$ ,  $KU = 20-40 \text{ J}$ ) con una moderata temprabilità sono utilizzati per la produzione di parti di macchine geometricamente complesse, di medie dimensioni e limitatamente sollecitate e sono particolarmente adatti alla saldatura vista la loro minima percentuale di carbonio. Gli acciai speciali legati al Cr-Mo e al Cr-Ni-Mo ( $R_m = 1100 - 1300 \text{ N/mm}^2$ ,  $KU = 30 \text{ J}$ ) con elevata temprabilità sono adatti alla produzione di parti di macchine di grandi dimensioni e molto sollecitate [3].

### 2.4.2 Acciai da cementazione

Contengono carbonio in quantità inferiore allo 0,2 %. Dopo il trattamento di cementazione seguito da tempra, presentano elevata durezza superficiale e quindi resistenza all'usura, associata a una buona tenacità all'interno del pezzo [3]. I tipi al carbonio e al Cr-Mn, Cr-Mo, Ni-Mo, Ni-Cr ( $R_m = 500-900 \text{ N/mm}^2$ ,  $KU > 40 \text{ J}$ ) si applicano per parti di macchine di modeste dimensioni, geometricamente semplici, senza intagli e brusche variazioni di sezione, per i quali si richiede durezza in superficie. I cementati al Ni-Cr-Mo sono utilizzati per particolari di notevole dimensione con elevate resistenze al nucleo, presentano un carico di rottura di  $1100-1400 \text{ N/mm}^2$  e una resilienza  $KU = 35-40 \text{ J}$  [3].

### 2.4.3 Acciai per lavorazioni ad alta velocità

Sono acciai da bonifica o da cementazione con piccole aggiunte di S (ca. 0,25 %) e

piombo (ca. 0,15%), allo scopo di migliorarne la lavorabilità alle macchine utensili: con essi la velocità di taglio può essere aumentata anche del 5%. Dopo la lavorazione possono subire un appropriato trattamento termico [3].

#### *2.4.4 Acciai da nitrurazione*

Sono dei particolari acciai da bonifica (C = 0,3 - 0,4%) legati al Cr-Mo o al Cr-Al-Mo (non devono però contenere nichel) [3]. La nitrurazione, eseguita sempre dopo il trattamento di bonifica, dona all'acciaio notevole durezza superficiale, resistenza all'usura e a fatica. Vengono usati per alberi a gomito, spinotti, ingranaggi, calibri di controllo, etc. [3]

#### *2.4.5 Acciai per molle*

Sono caratterizzati da una notevole elasticità dovuta all'alto tenore di carbonio (> 0,5 %) e di solito anche alla presenza di silicio e cromo [3]. Quelli al carbonio vengono utilizzati per molle di piccole dimensioni e poco sollecitate e sono caratterizzati da un carico di rottura di 700-800 N/mm<sup>2</sup>. Per le molle a balestra, per applicazioni ferroviarie e valvole per motori, vengono utilizzati acciai al Si-Cr, Cr-V o Cr-Mo-V con bassa temprabilità, raggiungendo carichi di rottura di 1300-1700 N/mm<sup>2</sup> e allungamenti dell'8 % [3].

#### *2.4.6 Acciai per cuscinetti volventi*

Hanno una percentuale di carbonio molto alta, di solito di ca. 1 % e contengono cromo e manganese. Dopo tempra e rinvenimento a bassa temperatura (150 – 200 °C), presentano un'elevata durezza (ca. 60 HRC) e resistenza all'usura [3].

## **Bibliografia**

- [1]UNI 3354-70, Definizione dei trattamenti termici degli acciai
- [2]W.D. Jr. Callister, Materials Science and Engineer: An Introduction 7Th ed., Hardcover, 2006, 291-332
- [3]C. Cibaldi, I criteri di scelta e di trattamento degli acciai da costruzioni e da utensili- Vol 1, AQM, 2006
- [4]W. Nicodemi, Metallurgia, Principi Generali, Zanichelli, 2007
- [5]K.W. Andrews, Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures, Journal of the Iron and Steel Institute vol 203, 1965, 721-727
- [6]<http://it.wikipedia.org/wiki/File:Eutetoidico.jpg#mediaviewer/File:Eutetoidico.jpg>,
- [7]W. Steven and A Haynes, The temperature of formation of martensite and bainite in low alloy steels, Journal of the iron and steels institute vol. 183, 1956, 349-359
- [8]<http://www.msm.cam.ac.uk/phase-trans/2000/practicals/AP3/AP3.html>,
- [9]UNI 3150-74, Prova di temprabilità dell'acciaio su provetta raffreddata ad una estremità (Prova Jominy)
- [10]Dainelli L., Nozioni fondamentali sul trattamento termico degli acciai, La nuova Italia, 1969
- [11]H.K.D.H. Bhadeshia, Bainite in Steels-Transformations, Microstructures and Properties, 2nd ed., IOM, 2001
- [12]H.K.D.H. Bhadeshia, Material Science and Metallurgy, Part II Course C9, Alloys
- [13]Tempered Martensite, <http://www.threeplanes.net/tmartensite.html>
- [14]ASM, ASM Handbook, vol 4 - Heat Treating, Hardcover, 1991



## CAPITOLO 3

### *Il trattamento termico di austempering*

#### 3.1 Introduzione

Il trattamento termico di austempering prevede il riscaldamento fino alla temperatura di austenitizzazione, seguito da un brusco raffreddamento e mantenimento in bagno di sali alla temperatura desiderata per un tempo sufficiente alla trasformazione dell'austenite in bainite [1]. Il processo schematico è raffigurato in figura 3.1.

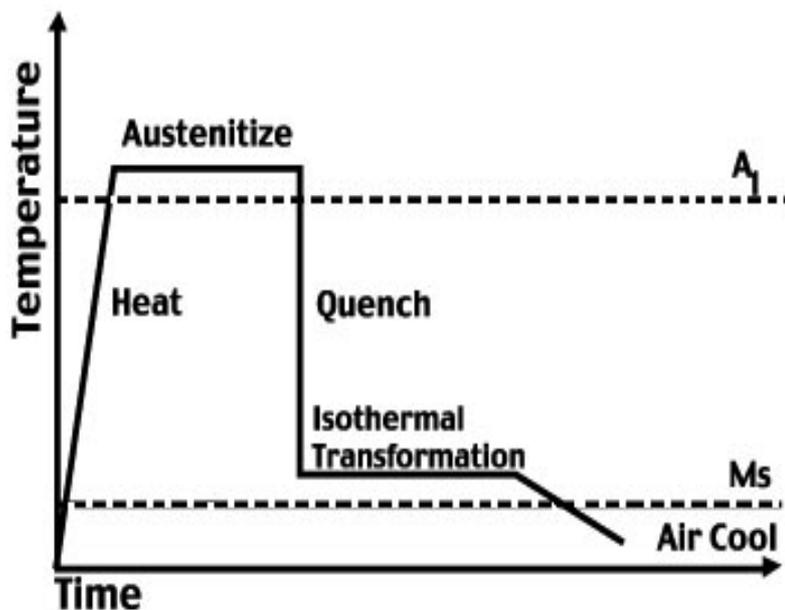


Fig. 3.1: Schematizzazione in un diagramma temperatura-tempo del processo di austempering [2]

Il processo di austempering fu messo appunto per la prima volta nel 1930 da Edgard C. Bain e Edmund S. Davenport [3]. Fino allora la bainite non era stata identificata a causa degli scarsi mezzi di investigazione metallografica che ne rendevano difficile la differenziazione dalla martensite. Bain iniziò lo studio dei trattamenti isoteromici mentre lavorava per la United States Steel Corporation, scoprendo una nuova microstruttura che

consisteva di un “*aggregato scuro e aciculare, più tenace della martensite a parità di durezza*” [4]. I primi usi degli acciai austemperati risalgono alla seconda guerra mondiale per la produzione di bulloni per fucili: la buona resistenza all'impatto in combinazione con l'elevata durezza ne resero l'utilizzo ideale per questa applicazione. Nelle decenni successive, a partire dalla fine degli anni '50, il processo di austempering si affermò industrialmente, rivoluzionando il mondo delle molle e dei morsetti: questi prodotti, solitamente molto sottili, non richiedevano la presenza di molti leganti e possedevano proprietà elastiche di gran lunga migliori rispetto a quelle prodotte per tempra martensitica. A partire dagli anni '70, infine, il processo di austempering si estese alle ghise, in special modo quelle a grafite sferoidale, per la produzione di materiali dotati di buona resistenza meccanica e all'usura in combinazione con tenacità.

### 3.2 La bainite

La bainite è una struttura mista di ferrite non lamellare, austenite residua e carburi che si ottiene negli acciai per trasformazione isoterma nell'intervallo compreso tra la temperatura d'inizio trasformazione martensitica e la temperatura alla quale può crescere, con velocità apprezzabili, perlite molto fine [3]. Essa si mostra come aggregati di sub-unità di ferrite separati da film di austenite stabilizzata [3]. Questi aggregati sono ben visibili alla microscopia ottica in campioni parzialmente trasformati e mostrano una morfologia di fasci allungati, con la parte più grossolana associata al sito di nucleazione (Fig. 3.2 a) [3]. Gli aggregati bainitici si presentano nella forma di fasci orientati secondo precise direzioni cristallografiche, lungo quelle di maggior addensamento atomico della fase austenitica generatrice. Le sub-unità sono interconnesse in 3 dimensioni e hanno forma lenticolare (più grossolana) o aciculare (più fine) a seconda delle condizioni di trattamento [3]. In generale, temperature di trasformazione isoterma maggiori, portano a morfologie più grossolane mentre temperature di trattamento minori sono responsabili di un maggior affinamento strutturale (Fig. 3.2 b) [3].

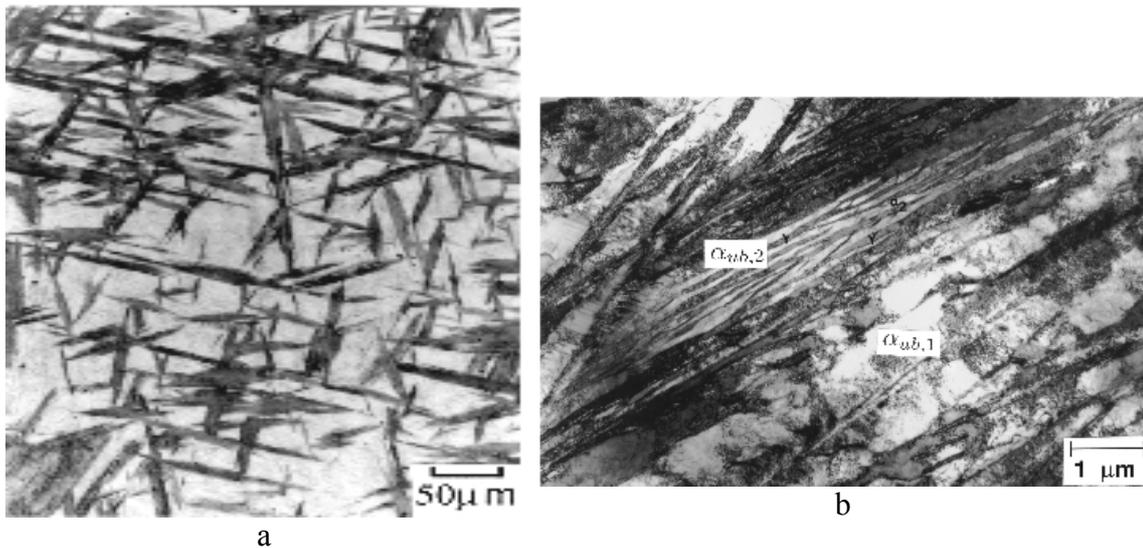


Fig. 3.2: a) Immagine al microscopio ottico che mostra i fasci di bainite in un acciaio parzialmente trasformato [3] b) L'immagine TEM mostra la distribuzione bimodale della ferrite in un campione nel quale si è cambiata la temperatura di trasformazione da 420 a 290 °C [3]

### 3.2.1 La trasformazione martensitica

La formazione della bainite avviene con dinamiche intermedie tra quelle della trasformazione martensitica e quelle diffusive all'equilibrio. Per questo motivo, la trasformazione bainitica è detta anche di paraequilibrio. Bhadeshia [3] mostrò che il suo innesco avviene per un moto coordinato di atomi in assenza di diffusione dei composti sostituzionali (di tipo martensitico) ma il suo proseguo è caratterizzato dalla diffusione degli elementi interstiziali come il carbonio.

Le tipiche temperature per i trattamenti di trasformazione bainitica sono sufficienti ad innescare il moto diffusivo degli atomi di carbonio dalla ferrite all'austenite adiacente, arricchendola e provocando conseguentemente la precipitazione dei carburi [3]. Una trasformazione di tipo martensitico avviene mantenendo inalterato il piano interfacciale tra le due fasi (*habit plane*) secondo il meccanismo di deformazione a piano invariato (IPS - *invariant plane strain*) [3] [5], come schematizzato in figura 3.3. In questo tipo di trasformazioni, il movimento coordinato di atomi indotto da un raffreddamento istantaneo causa una deformazione reticolare, in quanto austenite e martensite hanno due reticoli cristallini distinti e con parametri di cella definiti [6] [3]. Per far sì che avvenga il passaggio di fase non diffusivo, deve esistere un piano che rimanga non distorto e non ruotato. Questo piano prende il nome di *habit plane* ed è proprio su questo che la martensite è in grado di nucleare [3]. Questo meccanismo di trasformazione genera una deformazione plastica dell'austenite circostante producendo una struttura localmente densa di dislocazioni e quindi molto resistente.

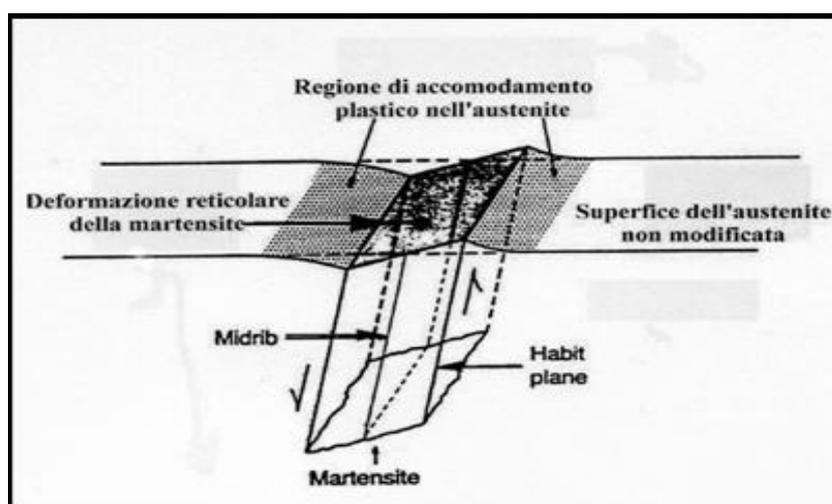


Fig. 3.3: Invariant plane strain e deformazione plastica dell'austenite [7]

### 3.2.2 La curva $T_0$

Gli aspetti termodinamici della trasformazione bainitica sono stati spiegati da Badheshia per mezzo della curva  $T_0$  [3]. Il grafico di figura 3.4 riporta il luogo dei punti di temperatura e % C per cui l'energia libera della ferrite bainitica è uguale a quella dell'austenite  $\gamma$  (retta  $T_0$ ).

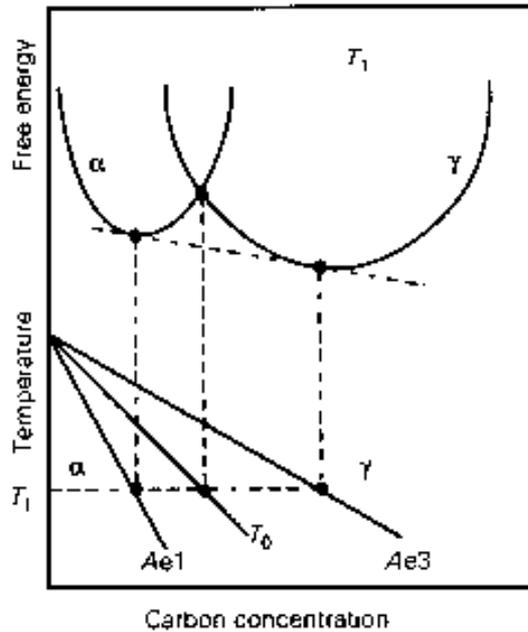


Fig. 3.4: Costruzione della curva  $T_0$ [3]

Se l'energia libera associata a  $\alpha$  è minore dell'energia libera associata a  $\gamma$  è permessa la trasformazione bainitica, altrimenti l'austenite sarà termodinamicamente stabile e la sua trasformazione ne sarà impedita. Ad una fissata temperatura, dunque, la trasformazione non diffusiva avviene fintantoché la concentrazione di carbonio nell'austenite non raggiunge quella indicata dalla retta  $T_0$  in figura 3.3. Quando si forma un nucleo di ferrite, il carbonio in eccesso è espulso da questo e si ripartisce nell'austenite adiacente (Fig. 3.5). L'ago successivo cresce dunque da un'austenite più ricca di C e il processo continua fino a che questa concentrazione non eguaglia quella indicata dalla curva  $T_0$ . L'austenite per questo motivo non raggiungerà mai la composizione di equilibrio (curva  $Ae3$ ) e la trasformazione viene considerata per questa ragione incompleta, trattenendo considerevoli quantità di austenite intrappolata tra i piatti di ferrite [3]. Queste zone sono ben visibili al microscopio ottico e si mostrano chiare e più o meno grossolane, in

dipendenza della temperatura di trasformazione (Fig. 3.6).

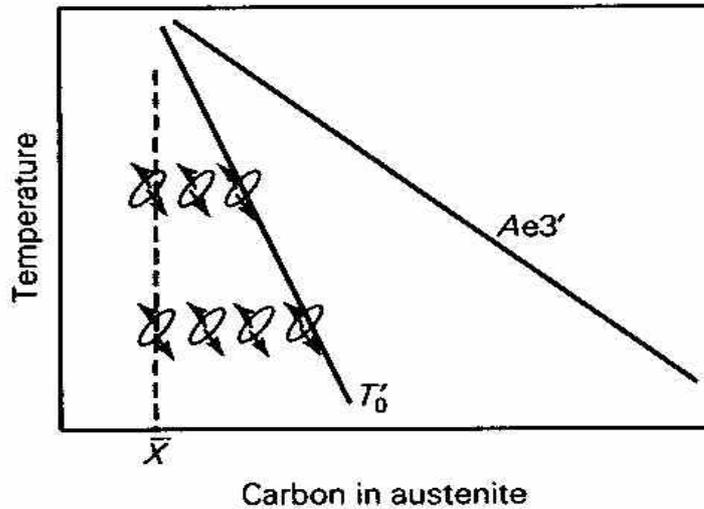


Fig. 3.5: Curva  $T_0$  e descrizione del meccanismo di reazione incompleta [3]

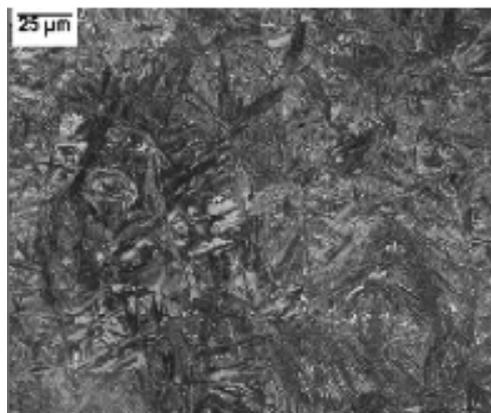


Fig. 3.6: Austenite residua in un acciaio bainitico [8]

### 3.2.3 Morfologie della bainite

Storicamente la bainite si distingue in *bainite inferiore* e *bainite superiore* a seconda delle diverse morfologie che può assumere. La prima si forma a temperature vicine a quella d'inizio trasformazione martensitica mentre la seconda si forma a temperature maggiori. Questa distinzione viene fatta solitamente per le diverse morfologie che si creano a differenti temperature di trasformazione e sono strettamente dipendenti dal tempo necessario alla decarburazione della ferrite bainitica. Austemperando ad alte temperature, la velocità di diffusione degli atomi di carbonio è maggiore e la

precipitazione dei carburi avviene al di fuori della ferrite (*bainite superiore*) mentre a temperature inferiori la diffusione è lenta e si osserva la precipitazione dei carburi all'interno della ferrite (*bainite inferiore*), come illustrato in figura 3.7.

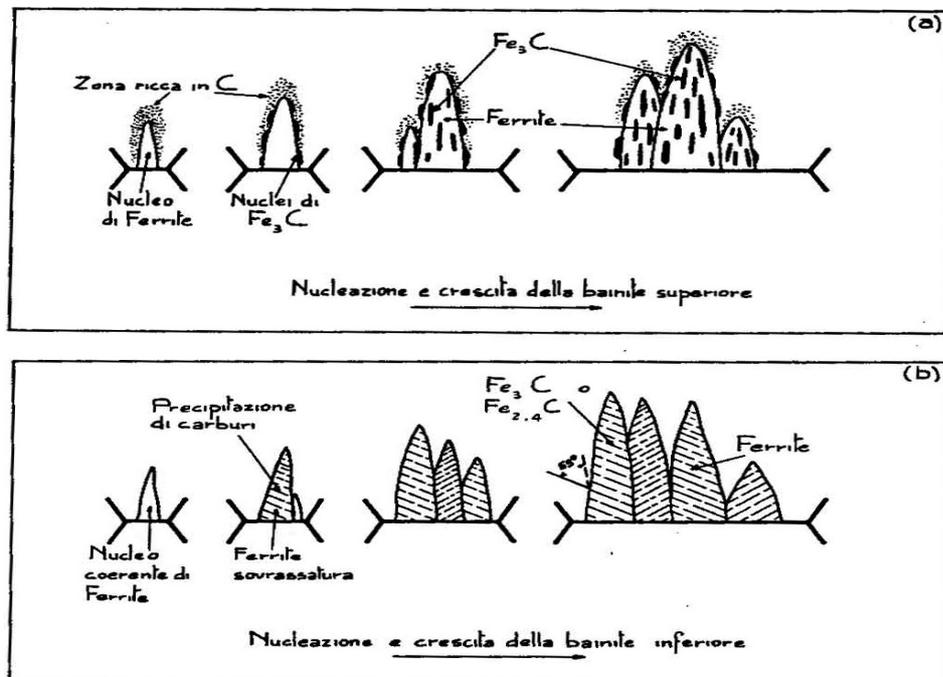


Fig. 3.7: Meccanismo di crescita della bainite superiore (a) e inferiore (b) [9]

Per quanto riguarda la dimensione degli aghi ferrite, i modelli a reti neurali hanno dimostrato che queste dipendono dalla *driving force* associata alla variazione di temperatura e dalla resistenza della austenite circostante [10]. L'esistenza di una "*driving force*" è un requisito necessario affinché possa avvenire una generica trasformazione di fase. Per una trasformazione dovuta a raffreddamento essa è generata dalla differenza tra la temperatura alla quale le curve delle energie libere delle due fasi si eguagliano e la temperatura alla quale inizia realmente la trasformazione. Questa  $\Delta T$ , detta anche sotto raffreddamento, dipende, oltre che dal grado di purezza del metallo, anche dalla velocità di asportazione del calore [1]. Una generica trasformazione lontana dalle condizioni di equilibrio (raffreddamenti veloci) è governata dall'aspetto cinetico con formazione di fasi metastabili che si formano secondo due meccanismi consecutivi [11]:

- 1) formazione di nuclei critici
- 2) accrescimento e coalescenza dei nuclei per formare la fase finale

La velocità del primo stadio è proporzionale alla probabilità della loro esistenza, che a sua volta dipende dall'energia di attivazione della trasformazione ( $\Delta G_{att}$ ) [11] (3.1)

$$vI = C \exp\left(-\frac{\Delta G_{att}}{kT}\right) \quad (3.1)$$

dove  $k$  è la costante di Boltzmann.

$\Delta G_{att}$  è inversamente proporzionale al quadrato del sotto raffreddamento  $\Delta T$  [11] (3.2)

$$\Delta G_{att} \propto \frac{const}{\Delta T^2} \quad (3.2)$$

dunque, per elevati  $\Delta T$ , aumenta rapidamente la velocità di formazione con la creazione di numerosi nuclei. Una volta avvenuta la nucleazione si ha l'accrescimento e coalescenza dei nuclei formati. Questi processi sono solitamente governati da leggi che tengono conto del contributo diffusivo delle specie che possono accrescere, come quella di Arrhenius [11] (3.3)

$$D = D_0 e^{-\frac{E_d}{kT}} \quad (3.3)$$

dove  $E_d$  rappresenta l'energia di attivazione alla diffusione ed è indipendente dalla temperatura. La velocità del processo globale, dunque, si può definire come il prodotto delle due velocità e il suo grafico (Fig. 3.10) mostra un massimo per una temperatura di compromesso tra le due opposte tendenze: per bassi sotto raffreddamenti il processo è limitato dalla formazione dei nuclei critici, mentre ad alti sotto raffreddamenti è limitato dalla scarsa diffusione [11]. Ad alte temperature di trasformazione, il sotto raffreddamento ( $\Delta T$ ) associato alla trasformazione  $\gamma \rightarrow \alpha$  è relativamente basso, il fenomeno diffusivo è predominante e gli aghi crescono più grossolanamente ed in numero minore [3]. Al contrario, per basse temperature di trasformazione, si favorisce la crescita di molti più nuclei di ferrite a scapito del loro accrescimento. Un altro modo di spiegare la morfologia della bainite alle diverse temperature di trasformazione, viene fatta considerando che alla crescita della ferrite sia associata una deformazione plastica dell'austenite circostante [3]. Per questo motivo la dimensione degli aghi che si trasformano è necessariamente

correlata alla resistenza opposta dalla fase genitrice e pertanto al suo carico di snervamento. Ad alte temperature l'austenite presenta una resistenza allo snervamento minore ed è pertanto maggiormente soggetta all'accomodamento plastico della ferrite, che cresce quindi con morfologia più grossolana. Al contrario, per basse temperature di trasformazione il carico di snervamento dell'austenite è maggiore, essa oppone una maggior resistenza e limita la crescita, favorendo la formazione di una fase aciculare più fina [3].

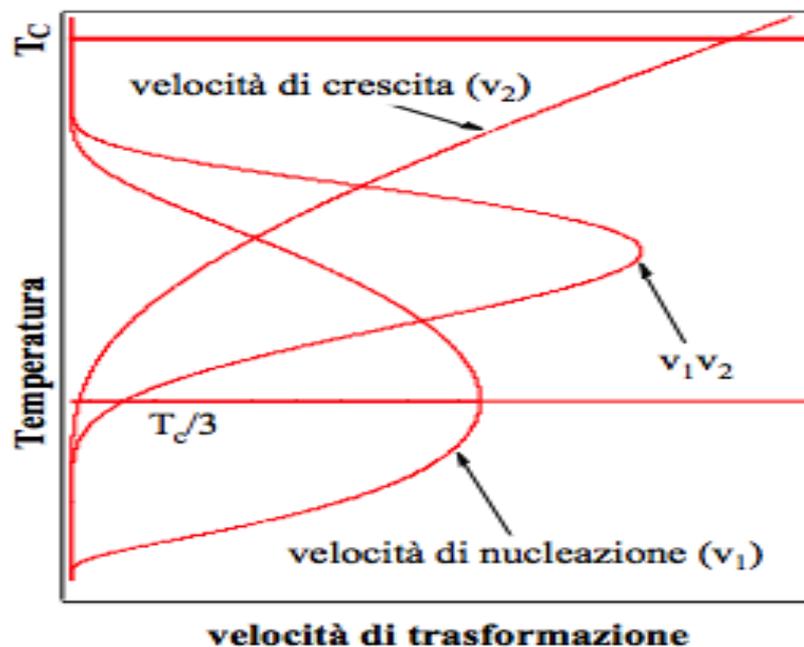


Fig. 3.8: Grafico della velocità di trasformazione globale [11]

#### 3.2.4 Proprietà meccaniche degli acciai bainitici

La presenza nella ferrite di elementi sostituzionali, la concentrazione di carbonio, la densità delle dislocazioni e la dimensione del grano, sono contributi positivi al rafforzamento della bainite [3] [6] [8]. E' stato osservato che l'elevata densità di dislocazioni, una microstruttura fine e la resistenza intrinseca della ferrite permettono ad un acciaio bainitico di possedere le peculiarità resistenziali oggi apprezzate [3] [8]. La durezza dipende dalla temperatura di trasformazione e dalla stabilità dell'austenite. L'austenite instabile ritenuta dopo austempering è in grado di decomporsi in martensite e ciò contribuisce ad un aumento della durezza globale [3]. La dimensione del grano

austenitico, sorprendentemente, non sembra invece avere effetto sulla durezza [3]. Questo può essere attribuito alla fine microstruttura che si ottiene a termine trasformazione, con spessore degli aghi di ferrite di ca. 1  $\mu\text{m}$  (molto più piccoli di quelli della fase genitrice) e che pertanto governano le caratteristiche di durezza del materiale. Solitamente la resistenza a trazione negli acciai è dovuta alla presenza di fini precipitati di cementite, che le dislocazioni devono aggirare, essendo incapaci di tagliarli. Il contributo del carbonio nella resistenza del materiale è approssimativamente di 400 MPa per 1%wt C [6]. Gli aghi di ferrite sono tipicamente di 10  $\mu\text{m}$  in lunghezza, all'incirca il doppio dello spessore, permettendo bassa probabilità di scorrimento delle dislocazioni e rinforzando notevolmente l'acciaio per affinamento [3]. La struttura fine ha un benefico effetto anche sulla resistenza allo snervamento: secondo la relazione di Hall-Petch, l'accumulo delle dislocazioni a bordo grano genera sforzi sufficienti ad abbassare la barriera energetica per la loro diffusione al grano adiacente, deformando permanentemente il materiale (deformazione plastica). In un grano più fine, l'accumulo delle dislocazioni è più limitato ed è quindi richiesto un maggior stress per la deformazione plastica del materiale [5]. Secondo quanto detto, la resistenza allo snervamento varia inversamente con la dimensione del grano e quindi strutture più fini, aventi effetti analoghi a quelli indotti dal bordo grano, portano ad un suo innalzamento [3]. La curva ingegneristica sforzo-deformazione (Fig. 3.9) ottenuta dalla prova di trazione della bainite non mostra un punto netto della tensione di snervamento. Per la sua valutazione, si indica solitamente il valore di  $R_{p0,2}$ , ossia quello sforzo che produce una deformazione permanente dello 0,2% [5].

Si può definire il rapporto tra la tensione di snervamento e quella di rottura per valutare la deformazione plastica prima della rottura. Negli acciai alto prestazionali è auspicabile avere un basso rapporto per assicurare una certa deformazione plastica prima della frattura. L'eterogeneità della struttura bainitica gioca un ruolo cruciale su questo fattore. La deformazione plastica, infatti, inizia dalle regioni aventi minor carico di snervamento fino a che essa non incrudisce sufficientemente o eventualmente si trasforma in martensite in modo da trasferire lo sforzo alle zone più resistenti. Per questo motivo acciai austemperati contenenti un maggior quantitativo di austenite mostrano solitamente un basso rapporto ( $<0,8$ ) [3].

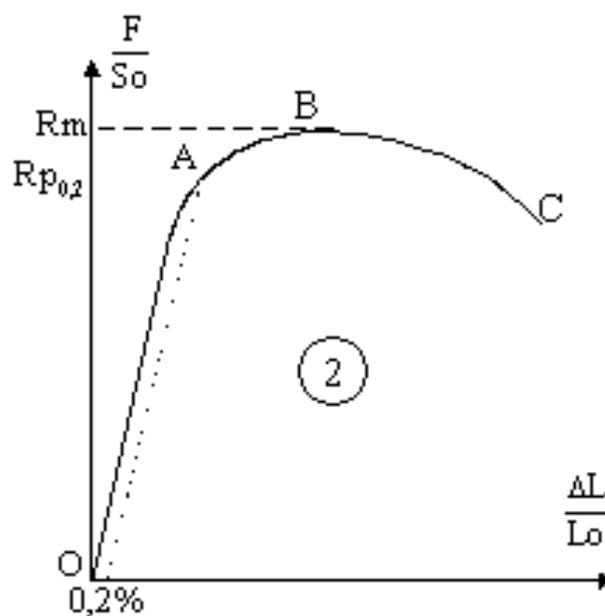


Fig. 3.9: Punto di snervamento nel diagramma sforzo-deformazione [12]

La cementite e/o altri precipitati influenzano notevolmente la duttilità della bainite e fungono da siti preferenziali per la nucleazione e accrescimento di vuoti che portano alla rottura [3]. Quando l'acciaio viene sottoposto a prova di trazione si osserva nel tratto utile del provino la formazione di micro vuoti in grado di coalescere fino alla rottura del materiale. Le inclusioni e i precipitati sono ritenuti siti preferenziali per la nucleazione di questi vuoti, pertanto la duttilità negli acciai bainitici decresce all'aumentare della concentrazione di carbonio, anche se la resistenza rimane invariata o decresce [3]. Analogamente si può anche dire che per alti tenori di carbonio e/o in assenza di fenomeni di soppressione della precipitazione dei carburi, la loro densità è elevata, la distanza media tra di loro è piccola e la coalescenza dei vuoti avviene rapidamente [3]. Ciò porta ad avere una piccola deformazione plastica e quindi una bassa duttilità. Al contrario, in acciai a basso tenore di carbonio e/o in presenza di sistemi di soppressione dello sviluppo dei carburi si osserva una maggior deformazione plastica [3].

### 3.3 La ausferrite

La maggior parte dei trattamenti di austempering viene comunque effettuata sulle ghise a grafite sferoidale per l'ottenimento della ADI (Austempered Ductile Iron), un materiale con buone proprietà di resistenza, usura, resistenza a fatica, duttilità e tenacità alla frattura [13] [14] [15]. L'ADI viene comunemente impiegata in componenti meccanici per applicazioni in *automotive* come ingranaggi, alberi, ruote motrici, bielle, dischi e freno [16] [17]. La microstruttura che si ottiene per austempering di ghise sferoidali consiste di una matrice di ferrite aciculare ( $\alpha$ ) e austenite ricca in carbonio ( $\gamma_{HC}$ ), meglio conosciuta come *ausferrite*, nella quale sono dispersi noduli di grafite (Fig. 3.11) [18].

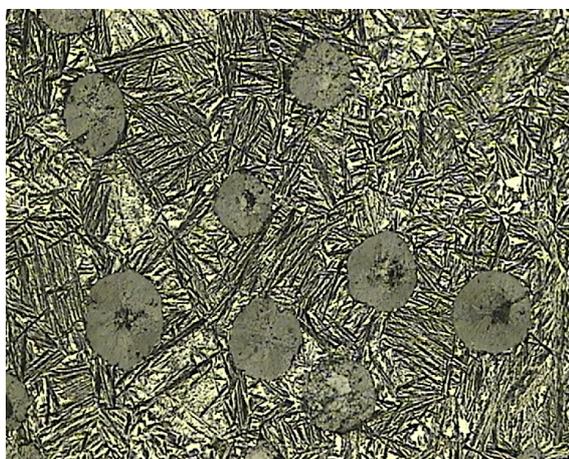


Fig. 3.10: Microstruttura di una ghisa ADI

Per quanto riguarda la composizione chimica, non sono presenti grandi differenze rispetto ad una convenzionale ghisa sferoidale, fatta eccezione per qualche aggiunta di elementi di lega quali molibdeno, nichel e rame per aumentarne la temprabilità [8]. Durante l'austempering, l'ADI è soggetta alla reazione di decomposizione dell'austenite ( $\gamma$ ) in ferrite ( $\alpha$ ) e austenite arricchita in carbonio ( $\gamma_{HC}$ ) (reazione 3.4) se il tempo di permanenza in bagno di sali non è troppo elevato [8].



Questo tempo utile alla decomposizione dell'austenite è chiamato finestra di processo e la sua valutazione è di fondamentale importanza per lo studio dei trattamenti termici delle

ghise sferoidali. Al di fuori della finestra di processo, infatti, è possibile la precipitazione di carburi di ferro a stechiometria compresa tra  $\text{Fe}_2\text{C}$  e  $\text{Fe}_3\text{C}$ , meglio conosciuti come *carburi epsilon*, responsabili dell'infragilimento del materiale (reazione 3.5). Questo è chiamato "secondo stadio" [8]



Come per gli acciai, i tempi e le temperature di trattamento governano direttamente la morfologia dell'ausferrite e quindi le sue proprietà. In particolare, quando l'ADI è austemperata a basse temperature (250-300 °C), i piatti di ferrite e austenite stabilizzata sono molto fini e ciò porta ad avere elevate resistenze, carichi di snervamento e durezza a scapito dell'allungamento (ca.1%) [19] [20] [21]; al contrario, austemperando a temperature più alte, la microstruttura ausferritica diventa più grossolana e ciò comporta un calo della tensione di snervamento a beneficio di un più alto allungamento (nelle ADI anche maggiore del 14% per temperature di austempering di ca. 385 °C) [19] [20] [21]. Il meccanismo di reazione di austempering nelle ADI è un processo di nucleazione e crescita simile a quello che avviene per le trasformazioni bainitiche negli acciai, ma la microstruttura finale che si ottiene è leggermente diversa [8]. Quando un nucleo di ferrite cresce, il carbonio in eccesso tende a ripartirsi nell'austenite adiacente con assenza di carburi all'interno o tra gli aghi di ferrite a causa dell'elevato tenore di silicio (1,8-2,8%), che ritarda talmente tanto la formazione di cementite da sopprimerla completamente alle temperature e ai tempi cui si è soliti operare [3] [22]. Strutture simili a quelle della matrice nelle ADI, sono state osservate negli acciai con alto tenore di silicio, detti anche acciai ausferritici. Austemperando un acciaio con Si ca. 1,5-2,3% si ottengono materiali altamente performanti in grado di combinare simultaneamente elevate durezza, resistenze e tenacità per gli effetti benefici dell'ausferrite che si forma al termine della reazione [3]. Negli ultimi anni c'è stato un grande avanzamento nella ricerca e sviluppo di acciai alto-resistenziali, in particolare quelli al silicio ottenuti per austempering. L'industria, soprattutto *automotive*, necessita di componenti strutturali sempre più leggeri e resistenti, con maggiori efficienze energetiche, che riducano le emissioni e l'inquinamento, che siano più sicuri e con bassi costi di produzione. A tal proposito, un gruppo di ricercatori della Wayne State University's College of Engineering [8] ha sviluppato un nuovo

processo per l'austempering del 52SiCrNi5, un acciaio al nichel – silicio (ca. 2%) comunemente utilizzato nell'industria metallurgica, al fine di ottenere al contempo elevata resistenza allo snervamento, tenacità alla frattura e duttilità [8]. La microstruttura al termine del trattamento ha mostrato la formazione di ferrite aciculare e austenite arricchita in carbonio.

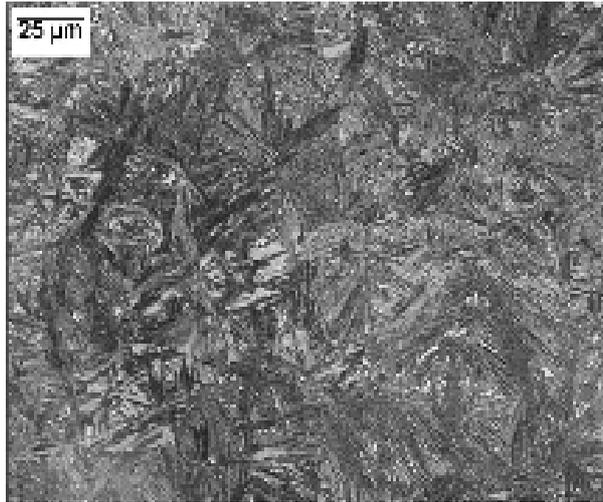


Fig. 3.11: Microstruttura dell'acciaio 52SiCrNi5 austemperato a 316 °C per 2 ore [8]

### 3.3.1 Proprietà meccaniche degli acciai ausferritici

Le peculiarità della microstruttura ausferritica sono attribuite alla totale assenza di cementite, considerata responsabile dell'innesco e propagazione di cricche [3]. La fine microstruttura che si viene a creare rafforza inoltre il materiale impedendo lo scorrimento delle dislocazioni per l'affinamento del grano ferritico che raggiunge dimensioni di ca. 1 μm o minore [3]. Un affinamento così spinto è possibile solamente mediante trattamento di austempering e porta a migliorare simultaneamente la resistenza e la tenacità degli acciai [8]. Inoltre, la presenza di austenite stabilizzata impartisce agli acciai ausferritici uniche caratteristiche di duttilità. In accordo con le predizioni teoriche, Putatunda [8] ha ottenuto una microstruttura ausferritica molto fine alle basse temperature di trasformazione (260 °C), con un basso contenuto di austenite residua (7,2 % in frazione volumetrica). Questa combinazione strutturale ha indotto nell'acciaio proprietà resistenziali molto elevate (carico di rottura di 1779 MPa) in combinazione con un buon

allungamento dopo la rottura (ca. 10 %) [8]. A temperature di trasformazione più elevate, invece, la microstruttura è più grossolana, con un maggior contenuto volumetrico di austenite ritenuta (ca. 16 % in frazione volumetrica), minore resistenza (carico di rottura di 1354 MPa) ma con un ottimo allungamento a rottura (ca. il 18%) [8]. Particolarmente alle alte temperature di trasformazione si è evidenziata la trasformazione dell'austenite residua in martensite dopo la deformazione plastica del materiale. Questo fenomeno è conosciuto come TRIP effect (*Transformation Induced Plasticity*) e viene osservato nelle strutture solitamente multifasiche in grado di ritenere grandi quantità di austenite [3]. Il fenomeno di reazione incompleta porta gli acciai bainitici a trattenere quantitativi di austenite non trasformata, che si manifesta al microscopio ottico come vere e proprie "isole" di colore chiaro. E' utile distinguere questa austenite, denominata in inglese "blocky", con quella di tipo "film" che viene intrappolata e ritenuta tra gli aghi di ferrite a seguito della reazione [3]. La prima è caratterizzata da un basso contenuto di carbonio mentre la seconda ne è molto ricca a causa della diffusione del carbonio dalla ferrite nei primi stadi della trasformazione. Le aree di tipo "blocky" possono incorrere nel *TRIP effect*. Badheshia [3] ha stabilito che il rapporto tra l'austenite di tipo "film" e quella di tipo "blocky" deve essere maggiore di 0,9 affinché non si abbia degenerazione dell'austenite in martensite sotto l'applicazione di sforzi di deformazione. Ciò può essere raggiunto in tre diversi modi:

- riducendo la temperatura di austempering, tenendo conto del limite inferiore al di sotto del quale si ha trasformazione martensitica
- riducendo il contenuto globale di carbonio nell'acciaio in modo tale da permettere all'austenite di raggiungere la sua composizione limite a stadi più ritardati della reazione
- aggiustando la concentrazione degli elementi in lega così da spostare la curva  $T_0$  a più alte concentrazioni di C.

La resistenza all'impatto degli acciai ausferritici è strettamente legata alla microstruttura finale ottenuta al termine del trattamento. La presenza di aghi fini di ferrite che rafforzano il materiale, ad esempio, è benefica per la resistenza all'impatto degli acciai [3]. Simile effetto comporta l'austenite intrappolata tra i piatti di ferrite, che garantisce una certa "riserva plastica" [3] e pertanto è auspicabile un suo effetto benefico sulla

tenacità del materiale. La martensite, costituente fragile, invece, risulta essere dannosa per la resistenza all'impatto. Per questo motivo, la presenza di aree di austenite di tipo “*blocky*” ha un effetto, in alcuni casi, per nulla desiderato [23]. Questa può incorrere in trasformazione martensitica, quando si sottopone il campione alla prova di impatto [23].

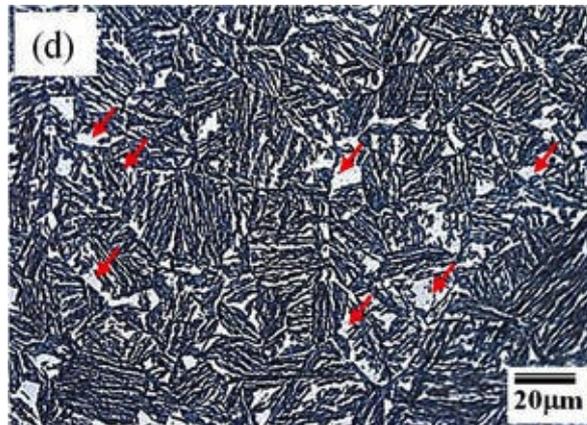


Fig. 3.12: Austenite di tipo *film* (bianca) e di tipo *blocky* (freccie rosse) [24]

### 3.4 Il processo di austempering

#### 3.4.1 I forni in atmosfera controllata

I forni per portare alla temperatura di austenitizzazione gli acciai si compongono di alcuni elementi essenziali e sempre presenti: una camera isolante solitamente in atmosfera inerte o riducente, un sistema di riscaldamento e una porta di accesso. A seconda del modo di operare, i forni per il riscaldamento possono essere continui o a *batch*. I primi vengono utilizzati nei cicli ininterrotti, dove i pezzi da trattare lo attraversano grazie a sistemi di movimentazione e vengono preferiti per processi altamente automatizzati e per grandi volumi produttivi. Il vantaggio dell'utilizzo dei forni continui sta nella precisa ripetitività dei cicli tempo-temperatura che a loro volta sono funzione della velocità con la quale i pezzi viaggiano all'interno della camera riscaldante. Uno svantaggio è dato dalla continua apertura della porta d'accesso che non permette un perfetto mantenimento dell'atmosfera [1]. I forni *batch* (Fig. 3.13) sono quelli che lavorano in maniera discontinua, secondo i passaggi caricamento – riscaldamento – scaricamento al seguito dei quali si ricarica e riprende il ciclo. Sono vantaggiosi per processi che richiedono bassi volumi e grandi dimensioni dei pezzi. Il riscaldamento della camera può essere effettuato elettricamente o mediante combustione per un più preciso controllo delle pressioni e dei flussi al suo interno [1].



Fig. 3.13: Forno di austenitizzazione batch

Tutti i tipi di forni operano solitamente in atmosfera controllata, per garantire specifiche metallurgiche sempre più precise e per evitare l'ossidazione delle superfici dei pezzi

quando questi sono portati ad elevate temperature. L'ossigeno, infatti, reagisce con la maggior parte dei metalli per formare ossidi e negli acciai può reagire con il carbonio disciolto abbassandone il tenore superficiale [1]. Il gas endotermico (o *endogas*) è il gas più comunemente utilizzato nei forni di riscaldamento per il processo di austempering. Esso viene prodotto in appositi generatori (Fig. 3.14) per combustione di aria e gas idrocarburici, solitamente gas naturale. I due reagenti vengono miscelati a rapporti controllati, e dopo la compressione da 7 a 14 kPa, fatti entrare in una camera riscaldata alla temperatura di 1040 °C attraverso una valvola di non ritorno (*fire check valve*). All'interno della camera si trova un catalizzatore a base di nichel alloggiato all'interno di un *retort* a tenuta di pressione attraverso il quale passa la miscela che reagisce. Al termine della reazione il prodotto viene raffreddato e indirizzato nel forno di trattamento [1]. Il prodotto della reazione all'interno del generatore è una miscela con la composizione indicata in tabella 3.1.

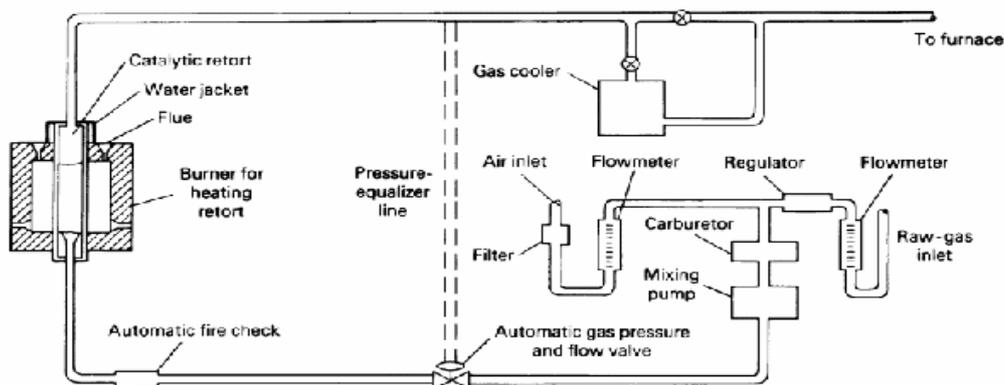


Fig. 3.14: Schema di un generatore di endogas [1]

<i>Gas</i>	<i>Composizione % in massa</i>
H <sub>2</sub>	40,4
N <sub>2</sub>	39,0
CO	19,8
CH <sub>4</sub>	0,5
H <sub>2</sub> O vapore	0,2
CO <sub>2</sub>	0,1

Tabella 3.1: Composizione chimica in massa percentuale della miscela di endogas [1]

Il potere riducente dell'atmosfera di endogas è assicurato dal preciso controllo del rapporto aria/gas naturale, che deve essere scelto affinché tutto l'ossigeno formi monossido di carbonio, evitando atmosfere ossidanti con contenuti elevati di CO<sub>2</sub> e vapor d'acqua. Dopo il passaggio nel catalizzatore è necessario raffreddare la miscela a 315 °C per evitare l'innesco della reazione che porterebbe a carbonio e biossido di carbonio (reazione 3.5), possibile per temperature nel range di 705 – 480 °C (reazione 3.5) [1].



Dal momento che il gas naturale è composto principalmente da metano, la reazione complessiva di generazione di *endogas* può essere schematizzata nel seguente modo (reazione 3.6) [1]:



trascurando i 3,8 volumi di azoto ogni 2 di metano. La reazione procede in due step: nel primo un po' di metano brucia all'aria e genera calore (reazione 3.6), nel secondo l'eccesso reagisce endotermicamente con CO<sub>2</sub> e acqua prodotti nello step 1.

#### 3.4.2 *Il bagno di sali*

L'implementazione del bagno di sali fusi ha permesso nei decenni passati lo sviluppo dei trattamenti di austempering, altrimenti non applicabili con i mezzi di raffreddamento convenzionali come acqua, soluzioni polimeriche e oli [25]. Esso è in grado di eliminare la barriera di vapore che si forma negli stadi iniziali dello spegnimento, permettendo il trasferimento di calore esclusivamente per convezione. Ciò permette una miglior uniformità nel raffreddamento dei pezzi e pertanto una minor distorsione e un buon controllo delle durezza. Un altro vantaggio dei bagni di sali fusi è dovuto alla sua eccellente stabilità, sia chimica che meccanica, che ne previene il deterioramento e assicura l'utilizzo senza perdite apprezzabili di performance per anni [1]. La sua viscosità è uniforme in un ampio range di temperature (bassa alle tipiche temperature di austempering) ed è inoltre molto solubile in acqua, rendendo in questo modo semplice la pulitura dei pezzi dopo trattamento [25]. Il bagno di sali fusi è, però, anche un forte

ossidante e si deve evitare il contatto con combustibili e oggetti infiammabili per evitare l'innescò di reazioni pericolose [25] [1]. La drasticità del bagno di sali può essere aumentata per aggiunta di acqua, solitamente in quantità dallo 0,5 % al 2 %. In particolare questa deve essere fatta a velocità costante in un'area agitata per motivi di sicurezza. L'acqua aggiunta è in continua evaporazione, la quale velocità aumenta durante il *quenching* e per questo è indispensabile mantenere una portata di alimentazione costante al bagno, per avere una drasticità di spegnimento uniforme [1]. Un vantaggio collaterale dell'aggiunta di acqua nel bagno è l'abbassamento della temperatura di fusione del bagno di sali (di ca. 11°C per aggiunta dell'1%), permettendone l'utilizzo in più ampi range di trasformazione. L'agitazione del bagno è una variabile molto importante ed è indispensabile soprattutto per quelli raffreddati ad acqua. Aumentando la portata cresce la drasticità dello spegnimento e per questo nei moderni impianti industriali può essere variata a piacere in base alle condizioni operative e le proprietà finali che si vogliono ottenere. Essa può essere innescata da una o più eliche rotanti o per mezzo di pompe, a seconda delle dimensioni[1].

Il bagno di sali è una miscela eutettica di nitriti e nitrati di sodio o potassio, forniti in forma flocculante o bricchette. Esistono ca. una dozzina di diverse composizioni con punti di fusione che vanno dai 135 ai 260 °C e la scelta deve essere fatta in base alla minima temperatura di trattamento [25]. Solitamente si opera a temperature minime che sono ca. 55 °C sopra al punto di fusione della miscela. Una volta fusi, i sali mostrano quasi tutti le stesse proprietà chimico-fisiche (Tabella 3.2) [1]

<i>Proprietà</i>	<i>Valore</i>
Peso specifico	1,84 – 1,92
Calore specifico	0,35 – 0,40
Conduttività termica	0,571 W/mK
Coefficiente di trasporto di calore	4,5 – 16,5 kW/m <sup>2</sup> K

*Tabella 3.2: Proprietà chimico fisiche dei sali nitriti e nitrati*

### 3.4.3 Acciai da austempering

La scelta degli acciai ottimali per austempering viene fatta principalmente sulle caratteristiche di trasformazione indicate nelle curve TTT e particolare attenzione va posta alla posizione del naso perlitico della curva, al tempo necessario per la completa

trasformazione dell'austenite in bainite e alla posizione della temperatura di inizio trasformazione martensitica ( $M_s$ ). Gli acciai storicamente adatti al trattamento di tempra isoterma sono [1]:

- Acciai dolci con 0,50 – 1,00 %C ed un minimo 0,60 %Mn
- Acciai legati al carbonio (maggiore di 0,90 %C e, se possibile, un po' meno di 0,60 %Mn)
- Alcuni acciai basso legati con meno dello 0,50 %C e e contenuto di manganese compreso tra 1,00 e 1,65 %
- Alcune serie di acciai con contenuto di carbonio maggiore dello 0,30 %

L'austempering viene solitamente applicato in sostituzione delle tempre e rinvenimenti convenzionali per il raggiungimento di migliori proprietà meccaniche. In particolare permette di ottenere un'elevata duttilità per durezze anche molto elevate, eliminare gli effetti di distorsione e migliorare la resistenza all'usura [1]. In alcune circostanze l'austempering è meno costoso della tradizionale bonifica, in special modo nel caso di trattamento isoteramico automatizzato di pezzi di piccole dimensioni. Infatti, anziché essere un processo a tre step come la bonifica (austenitizzazione – tempra – rinvenimento), questo è un processo a due step che comprende solamente l'austenitizzazione e tempra isoterma (Fig. 3.15).

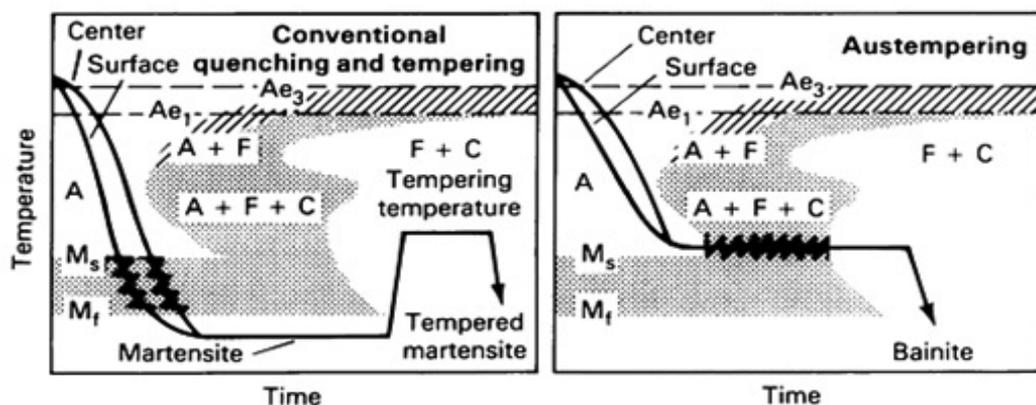


Fig. 3.15: Processi schematici di bonifica (a sinistra) e di austempering (a destra) [1]

## **Bibliografia**

- [1]ASM, ASM Handbook - Heat Treating vol.4, Hardcover, 1991
- [2]<http://www.advancedcast.com/austempering-process.htm>,
- [3]H. K. D. H. Bhadeshia, Bainite in Steels: Transformations, Microstructure, and properties, IOM, 2006
- [4]Bain, Edgard C., Functions of the Alloying Elements in Steel, American Society for Metals, 1939
- [5]Callister, Materials Science and Engineering: An Introduction, Hardcover, 2006
- [6]Nicodemi W., Metallurgia, Principi Generali, Zanichelli, 1994
- [7][http://www.ing.unitn.it/~colombo/memoriatome'/HTM/05\\_Trasf\\_Martensitica.htm](http://www.ing.unitn.it/~colombo/memoriatome'/HTM/05_Trasf_Martensitica.htm),
- [8]Putatunda K.D. et al, Developement of a high strenght high toughness ausferritic steel, Material Science and Engeneering, 2009, 329-339
- [9]E.C. Rolasson , J. Iron Steel Inst. 191 (1959) 56
- [10]Singh S.B.; Bhadeshia H.K.D.H., Estimation of Bainite Plate-Thickness in Low-Alloy Steels, Materials Science and Engineering A, 1998, 72-79
- [11]Granozzi G., Chimica dello Stato Solido e delle Superfici, CLEUP, 1999
- [12][http://commons.wikimedia.org/wiki/File](http://commons.wikimedia.org/wiki/File:%3ACourbe_traction_conventionnelle_plastique_cfc.svg)  
%3ACourbe\_traction\_conventionnelle\_plastique\_cfc.svg,
- [13]J. Dodd, Mod. Cast. 68 (5), 1978, 60–66
- [14]I. Schmidt, A. Schuchert, Zeitschrift Metalkunde 78, 1987, 871–875
- [15]G. Wilkinson, C. Grup, International Conference on Ductile Iron, 1986, 349–358
- [16]J. Panasiewicz, C. Grupke, J. Huth, World Conference on Austempered Ductile Iron, 1991, 176–194
- [17]K. Okazaki, H. Asai, M. Tokuyoshi, H. Kusonoki, H. Sakahara, Proceeding WorldConference on Austempered Ductile Iron
- [18]T. Shiokara, , 59th Japan Ductile Cast Iron, Association Conference, 1978, 138–150
- [19]J.F. Janowak, P.A. Norton, AFS Trans. 88, 1985, 123–135
- [20]Gundlach R.B., Janowak J.F., Met. Prog. 12, 1985, 231–236
- [21]Moore D.J., Noun T.B., Rundman K.B., AFS Trans. 87, 165–174
- [22]Sandvik B.P.J., , Metall. Trans. A13, 1982, 777–787
- [23]Melgarejo D.H.P., Surface Hardening and Wear Performance of Ausferritic Silicon Steels, Luleå University of Technology, 2007

[24]Seol J.B. et al, Effects of alloying, partitioning, solute drag, and austempering on the mechanical properties of high-carbon bainitic-austenitic TRIP steels

[25]Gajen P. Dubal, Salt Bath Quenching,Heatbath/Park Metallurgical Corp. – Detroit, MI



# CAPITOLO 4

## Materiali e Metodi

### 4.1 Materiale

Il materiale oggetto di studio è l'acciaio 56SiCr7, la cui composizione chimica è garantita secondo lo standard EN 10089:2002 [1], riportato in Tabella 4.1

C	Si	Mn	P	S	Cr	altri
0,52 – 0,6	1,6 – 2	0,7 – 1	max 0,025	max 0,025	0,2 – 0,45	Cu+10Sn < 0,6

Tabella 4.1: Composizione chimica dell'acciaio 56SiCr7 secondo lo standard EN 10089:2002 [1]

La presenza d'importanti quantità di silicio nella composizione chimica, fa sì che questo acciaio abbia un elevato carico di snervamento sia in termine assoluto, sia in rapporto con il carico di rottura, quando rinvenuti dopo tempra a temperature relativamente basse (~450 °C anziché 600 °C come nei normali acciai bonificati) [2]. Queste condizioni di trattamento assicurano le proprietà meccaniche riassunte in Tabella 4.2, riferite al trattamento di bonifica di un provino tondo di 20 mm di diametro.

HRC	R <sub>m</sub> (MPa)	R <sub>p0.2</sub> (MPa)	Allungamento (%)	K <sub>V</sub> /K <sub>U</sub> (J)
54	1500(min)-1800(max)	1350	6	8

Tabella 4.2: Proprietà meccaniche dell'acciaio 56SiCr7 dopo tempra in olio e rinvenimento a 450 °C

Date le sue proprietà resistenziali, specialmente in campo elastico, questo tipo di acciaio viene solitamente utilizzato allo stato bonificato per applicazioni nei settori automobilistico, ferroviario e dei trasporti pesanti per la produzione di molle a foglie, a spirale o a balestra [1]. Il materiale è stato fornito allo stato bonificato in forma di blumi lunghi 3 m a sezione quadrata di lato 25 mm (Fig 4.1). I blumi sono stati prodotti mediante un processo in colata continua e successivamente laminati per ottenere la forma della sezione desiderata. Il diagramma TTT dell'acciaio (Fig. 4.2) mostra un ristretto campo intercritico tra A<sub>C1</sub> e A<sub>C3</sub> e la temperatura di completa trasformazione austenitica

(ca. 790 °C) risulta spostata più in alto rispetto all'acciaio al solo C (eutettoide 723 °C) [3]). Simili differenze sono trovate per la temperatura Ms, che è innalzata di circa 30 °C. La posizione del naso perlitico è spostato verso destra e mostra inoltre un campo di stabilità ferritico. Si nota inoltre uno “spanciamento” della zona bainitica, dove il termine della trasformazione risulta essere fortemente ritardato per temperature prossime ai 400 °C.



Fig 4.1: Blumi dell'acciaio 56SiCr7 forniti

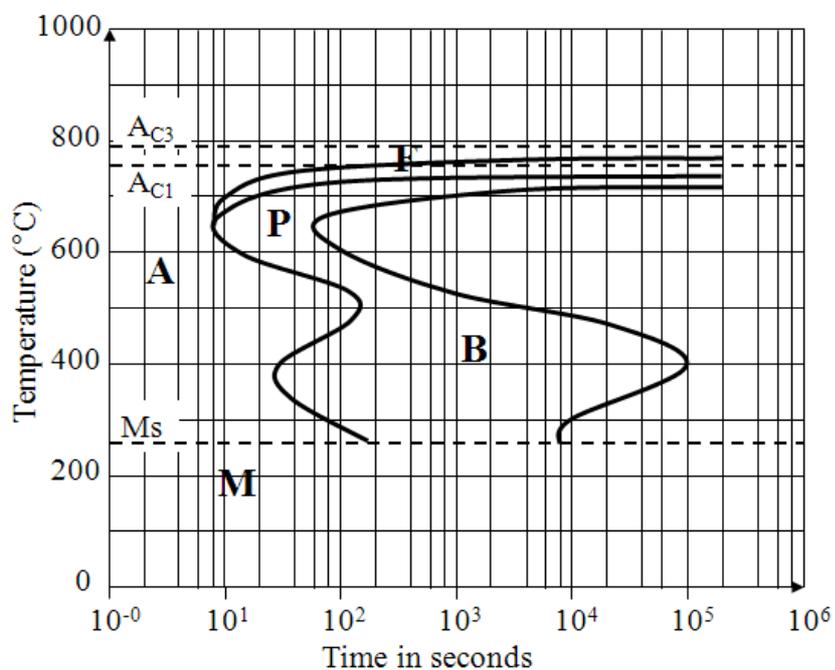


Fig 4.2: Curve TTT dell'acciaio 56SiCr7. Austenitizzazione 850 °C x 40 min. Diametro 20 mm [3]

La forma di questo diagramma è il risultato degli effetti sinergici degli elementi presenti in lega nelle loro particolari proporzioni, ed è caratteristica ed unica per la particolare composizione chimica, temperatura di austenitizzazione, modalità di raffreddamento e spessore trattato [3]. Il tenore di carbonio dell'acciaio ( $\sim 0,60\%$ ), ad esempio, fa sì che nella zona alta del diagramma esista una stretta regione di formazione della ferrite preliminarmente a quella della perlite. Lo stesso vale per quanto riguarda l'innalzamento delle temperature critiche al riscaldamento e alla temperatura  $M_s$ . Lo spostamento delle curve verso destra può essere attribuito alla presenza dei leganti, specialmente al contenuto di Cr nella lega, che è considerato responsabile del rallentamento delle reazioni di equilibrio o paraequilibrio [4]. Per questo motivo la temprabilità dell'acciaio risulta essere buona. La figura 4.3 mostra le bande Jominy dell'acciaio 56SiCr7 e l'acciaio 55Si7, avente composizione chimica simile [1] ad eccezione dell'assenza di Cr in quest'ultimo. Dal confronto è intuibile la differenza tra i due e quindi l'effetto benefico dell'alligazione del cromo nell'acciaio. A partire da simili valori di durezza all'estremità del provino, le bande del diagramma in figura 4.3a mostrano un calo dei valori HRC meno drastico rispetto a quelle del diagramma in figura 4.3b e questo è indice di una trasformazione martensitica avvenuta a maggior profondità nel provino contenente Cr.

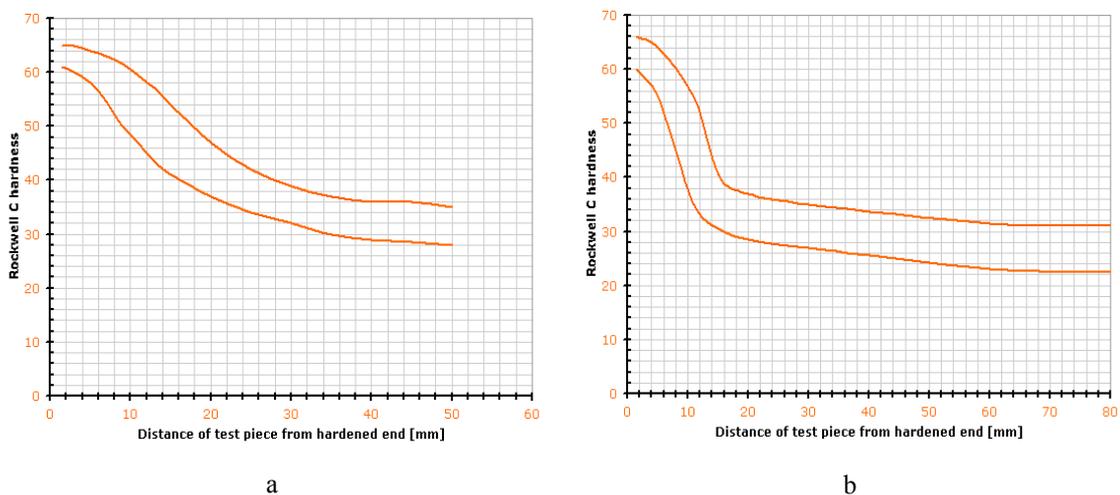


Fig 4.3: Bande Jominy del 56SiCr7 (a) e del 55Si7 (b) [5]

Dato l'alto contenuto di Si in lega, al termine del trattamento di austempering di questo materiale, ci si aspetta di ottenere una struttura composta da ferrite aciculare, austenite stabilizzata e assenza di cementite.

## 4.2 Metodi

### 4.2.1 Prove dilatometriche e costruzione delle curve TTT

L'attività per la messa a punto dei cicli di trattamento di austempering ha richiesto una preliminare valutazione delle curve temperatura-tempo-trasformazione dell'acciaio mediante dilatomia, per una precisa determinazione dei punti critici del diagramma di Bain e dei tempi di trasformazione alle temperature del campo bainitico. Per queste prove si è utilizzato un dilatometro orizzontale "Baher DIL805 A/D" (Fig. 4.4). Lo strumento è dotato di un sistema di riscaldamento a vuoto mediante un induttore in rame di forma solenoidale all'interno del quale viene alloggiato il campione. Il posizionamento è assicurato per mezzo di due astine in vetro di silice in grado di comprimere leggermente il campione per mezzo di una molla che agisce su una delle due aste. Questa asta è collegata ad un trasduttore lineare in grado di misurare lo spostamento dell'astina con una precisione di 50 nm. Per effettuare lo spegnimento termico, le spire del solenoide sono realizzate da un condotto a base quadrata e forato lungo la sua lunghezza. All'interno di questo viene fatto fluire dell'azoto che attraverso i fori va a colpire il provino raffreddandolo bruscamente. L'assenza di aria durante il riscaldamento è assicurata da una pompa da vuoto che quindi evita indesiderati problemi di ossidazione e decarburazione del materiale. La rilevazione della temperatura del provino viene invece effettuata mediante una termocoppia saldata a resistenza, proteggendo la zona di giunzione con il gas inerte.



Fig 4.4: Dilatometro Baher DIL805 [6]

Il campione per la prova al dilatometro è stato ricavato dai blumi forniti dopo le operazioni di taglio e tornitura per l'ottenimento di provini di forma cilindrica di diametro 4 mm e lunghezza 10 mm (Fig 4.5).

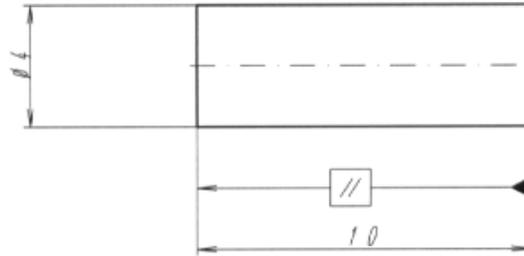


Fig 4.5: Disegno del campione per la prova al dilatometro differenziale

Come è stato descritto nei capitoli precedenti, ogni fase che si può formare è costituita da un reticolo cristallino ben definito, caratterizzato da un preciso parametro di cella. Durante una trasformazione di fase, le modifiche strutturali dei reticoli comportano dei cambiamenti dimensionali di tipo macroscopico, mostrando delle variazioni dall'andamento lineare di espansione o contrazione dei materiali dovuto al riscaldamento o al raffreddamento [7]. Ogni variazione dalla linearità registrata dallo strumento corrisponde all'intersezione con linee dei diagrammi di fase e pertanto indica l'ingresso nelle aree di stabilità descritte dal diagramma all'equilibrio o quello di Bain [7]. I punti critici al riscaldamento determinati per l'acciaio oggetto dello studio sono riassunti in tabella 4.3

AC1 (°C)	AC3 (°C)
770 °C	792 °C

Tabella 4.3: Punti critici dell'acciaio 56SiCr7 determinati mediante dilatomia

E' stato necessario valutare la temperatura di inizio trasformazione martensitica, un parametro fondamentale in quanto rappresenta il limite inferiore delle temperature operative in campo bainitico. Si è inoltre studiato l'effetto della condizione di austenitizzazione sulla posizione di Ms, dato che uno degli obiettivi del lavoro è la valutazione delle modifiche delle proprietà meccaniche e strutturali al variare dei

parametri di riscaldamento, per uguali temperature di trasformazione ad ausferrite. I valori di Ms determinati alle due temperature di austenitizzazione di 820 e 900 °C sono riassunti in tabella 4.4

Temperatura di austenitizzazione (°C)	Ms (°C)
820	210
900	237

Tabella 4.4: Punti Ms alle due differenti temperature di austenitizzazione

La temperatura Ms è risultata aumentata all'aumentare della temperatura di austenitizzazione. Questa dipendenza è stata studiata in precedenti lavori [8] [9] e la sua causa è attribuita alle diverse dimensioni del grano. Basse temperature di mantenimento in campo austenitico causano un maggior affinamento e rafforzamento della struttura, impedendo il moto delle dislocazioni associate alla nucleazione della nuova fase. Recentemente Bhadeshia e Yang [10] hanno compiuto degli studi dilatometrici analoghi per determinarne la dipendenza di Ms dalla dimensione del grano austenitico, giungendo a simili risultati. La costruzione delle curve TTT dell'acciaio è stata effettuata determinando i tempi di trasformazione in campo bainitico alle temperature di 250, 300, 350 e 400 °C, mediante fitting delle curve di espansione bainitica (Fig. 4.6) con l'equazione di Avrami [11], che permette di ottenere le curve nel diagramma tempo-temperatura fino al 90% della trasformazione (Fig. 4.7)

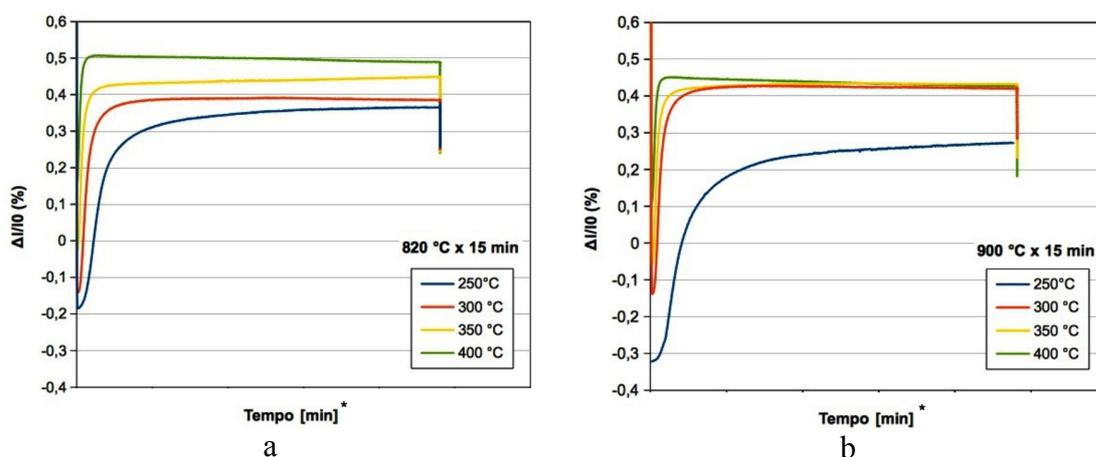


Fig 4.6: Curve di espansione bainitica alle due differenti temperature di austenitizzazione

\* Dato industriale non divulgabile

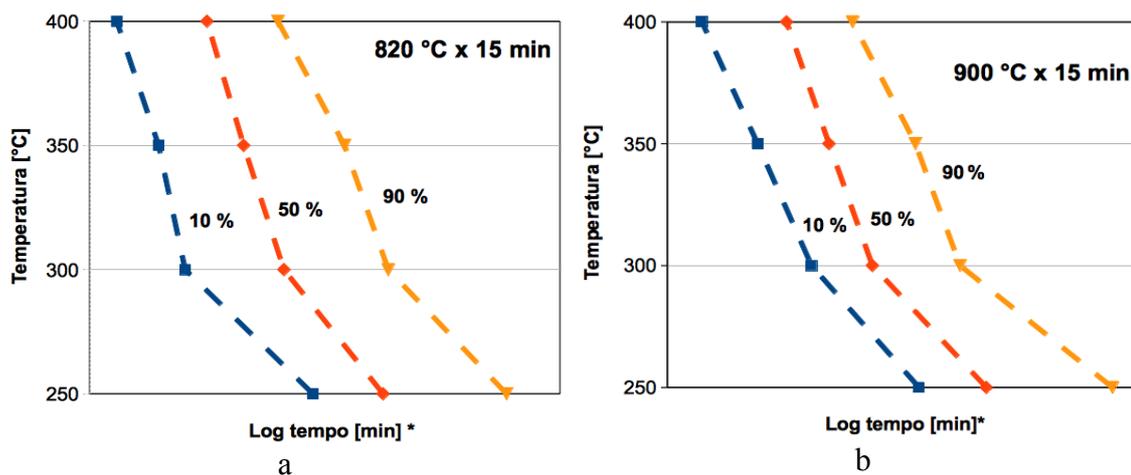


Fig 4.7: Curve di trasformazione nel diagramma tempo-temperatura per le due differenti temperature di austenitizzazione 820 °C (a) e 900 °C (b)

#### 4.2.2 Messa a punto dei cicli di trattamento termico

Una volta stimati i tempi di trasformazione, sono stati messi a punto i cicli di trattamento termico, avvalendosi di una muffola da laboratorio ed un bagno di sali. Il forno per portare i provini in austenitizzazione si compone di una struttura esterna in acciaio e un crogiolo interno rivestito di materiale refrattario. Il collegamento tra l'interno del crogiolo e l'ambiente esterno è assicurato mediante l'uso di uno sportello a bandiera, al centro del quale è posizionato un foro di inserimento della termocoppia (Fig. 4.8 a). La temperatura massima di esercizio è di 1100 °C e può essere impostata e controllata mediante un termoregolatore digitale posto sulla parte inferiore del forno. Il sistema per il trattamento isoterma, invece, è costituito da un pozzetto verticale in acciaio dentro il quale si trovano i sali fusi e un telaio di rivestimento esterno (Fig. 4.8 b). Il bagno non è agitato, non prevede sistemi di raffreddamento e il range di temperatura di lavoro è tra i 200 e i 420 °C. Tra il pozzetto e il telaio vi è uno strato di materiale refrattario opportunamente scanalato per l'alloggiamento delle resistenze elicoidali avvolte attorno al pozzetto. Il settaggio ed il controllo della temperatura del bagno è permessa da un termoregolatore digitale. Per l'inserimento dei provini all'interno del pozzetto si è utilizzato un cestello cilindrico di 8 cm di diametro e 13 cm di altezza alla cui estremità è stato applicato del filo di ferro per facilitare l'operazione di immersione.

\* Dato industriale non divulgabile



a



b

*Fig 4.8: Apparato strumentale per la messa a punto dei trattamenti termici. a) muffola per il riscaldamento dei provini b) pozzetto di alloggiamento del bagno di sali*

Le provette sono state preparate per il trattamento mediante taglio e pre-tornitura, al fine di ottenere dei tondi di diametro 25 mm e lunghezza variabile in base alla prova meccanica di destinazione (10 cm per la trazione, 18 cm per le prove di resilienza e 16 cm per le prove ad usura). Le temperature di austenitizzazione per lo studio sono state fissate rispettivamente a 820 e 890 °C per un tempo sufficiente a portare l'intero diametro del provino in fase di austenitizzazione. Per la definizione delle temperature e dei tempi di austempering, si sono invece considerati i seguenti limiti:

- a) temperatura limite inferiore, ossia la minima temperatura di austempering per la quale non si ha trasformazione martensitica, entro i limiti imposti dalle proprietà chimico-fisiche del bagno di sali. Dalla valutazione di  $M_s$  mediante le prove dilatometriche si è fissata questa temperatura a 250 °C.
- b) temperatura limite superiore, ossia la temperatura massima di trattamento ammissibile affinché non vi siano problematiche legate all'instabilità del bagno di sali. Questa è specificata essere di 410 °C quindi, per ovvie ragioni di sicurezza, tenendo conto del mancato controllo di raffreddamento del bagno, la più alta temperatura delle prove di austempering è stata fissata a 390 °C.

- c) tempo minimo di trattamento, il tempo minimo di permanenza isoterma è stato definito pari al tempo che il provino trascorre all'interno della muffola in modo da massimizzare l'utilizzo del bagno di sali, fattore di elevato interesse nella pratica industriale quotidiana. Questo tempo è stato definito pari a  $t_1$
- d) tempo massimo di trattamento, ossia il limite temporale oltre il quale il processo è troppo lungo per il piano prove stabilito. Questo tempo è pari  $4,5t_1$ .

Oltre alle temperature stabilite considerando il limite massimo e il limite minimo, si è deciso di studiare gli effetti del trattamento di austempering anche alle temperature di 285, 300 e 350 °C. Considerando i diagrammi TTT ricavati alle 4 condizioni di trasformazione per le due temperature di austenitizzazione, è stato possibile inoltre stimare i tempi di trattamento. Ai cicli di temperatura 390 °C, per i quali la trasformazione procede molto rapidamente, è stato assegnato il tempo  $t_1$ , pari al tempo di permanenza del provino in campo austenitico. Alle temperature di 285 e 250 °C, per le quali i diagrammi TTT mostrano un completamento della reazione molto lento, sono state assegnate il limite di tempo superiore fornito dall'azienda, pari a  $4,5t_1$ . Per le temperature intermedie di 300 e 350 °C si è scelto un tempo sufficiente a stare ben oltre la curva al 99% di trasformazione, in modo da assicurare l'ottenimento di una struttura completamente ausferritica. Questo tempo è pari a  $2,5t_1$ . La figura 4.9 mostra la posizione dei punti temperatura-tempo scelti per lo studio dei cicli di trattamento termico e la loro posizione rispetto alla curva TTT corrispondente al 90% di austenite trasformata determinata dalle prove dilatometriche alle due temperature di austenitizzazione differenti. Come si evince dal grafico, tutti i punti cadono oltre le curve di trasformazione al 90%. Per una maggior chiarezza si è deciso di nominare le varie combinazioni di temperatura di austenitizzazione, temperatura di austempering e tempo di austempering in sigle alfanumeriche, definiti "cicli". La prima lettera della sigla indica la condizione di austenitizzazione alla quale sono stati sottoposti i provini e può essere A (820 °C) o B (890 °C). Il secondo carattere della sigla rappresenta le combinazioni tempo-temperatura della prova di austempering. Ad ogni combinazione è stato associato un numero progressivo da 1 a 5 in ordine decrescente di temperature del bagno di sali (da 390 a 250 °C). A1, ad esempio, è un ciclo effettuato portando un provino in campo austenitico alla

---

\* *Dato industriale non divulgabile*

temperatura di 820 °C e successivamente spento in bagno di sali a 390 °C e tenuto a questa temperatura per un tempo pari a  $t_1$ . Il ciclo B3 è invece stato portato in austenitizzazione a 890 °C e successivamente spento e mantenuto a 300 °C per un tempo  $2,5t_1$  eccetera. La Tabella 4.5 riassume i 10 cicli di trattamento studiati in questo lavoro e il grafico di figura 4.10 mostra il posizionamento delle condizioni temperatura-tempo definiti per i cicli in rapporto con le curve al 90% di trasformazione.

<b>CICLO</b>	<b>Temperatura del forno [°C]</b>	<b>Temperatura del bagno di sali [°C]</b>	<b>Tempo in bagno di sali [min]*</b>
<b>A1</b>	820	390	$t_1$
<b>A2</b>		350	$t_1 \times 2,5$
<b>A3</b>		300	$t_1 \times 2,5$
<b>A4</b>		285	$t_1 \times 4,5$
<b>A5</b>		250	$t_1 \times 4,5$
<b>B1</b>	890	390	$t_1$
<b>B2</b>		350	$t_1 \times 2,5$
<b>B3</b>		300	$t_1 \times 2,5$
<b>B4</b>		285	$t_1 \times 4,5$
<b>B5</b>		250	$t_1 \times 4,5$

Tabella 4.5: Definizione dei cicli di austempering

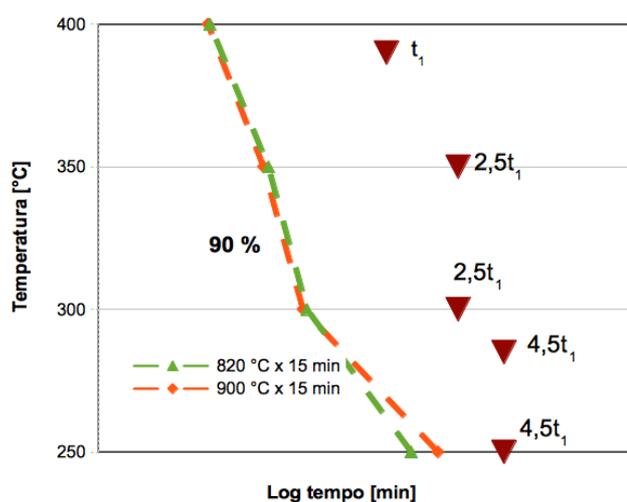


Fig 4.9: Tempi di trattamento scelti in rapporto alle curve al 90% di trasformazione

### 4.2.3 Caratterizzazione microstrutturale e frattografica

Le analisi microstrutturali sono state eseguite sia avvalendosi di tecniche di microscopia ottica che elettronica a scansione. La microscopia ottica è stata realizzata utilizzando un microscopio Reichert-Jung in grado di variare gli ingrandimenti da 10 a 1000x al quale è associato il sistema d'analisi d'immagine Image-Pro Plus®. Con il microscopio elettronico a scansione (SEM) ZEISS EVO, è stato possibile osservare la superficie di frattura dei provini sottoposti alla prova di trazione ed effettuare analisi chimiche semiquantitative delle inclusioni mediante la sonda a dispersione di energia (EDS) OXFORD. Per l'attacco chimico utile al fine dell'analisi al microscopio a scansione, si sono immersi per 25 secondi i campioni ricavati dai provini sottoposti a trazione in una soluzione al 4 % di acido picrico in alcool etilico (*Picral 4*). Preliminarmente all'analisi è stato necessario sottoporli ad inglobatura in resina conduttiva grafitea e successivamente si sono lucidati. Per l'analisi al microscopio ottico, dopo il *pre etching* con *Picral 4*, è stato necessario un'ulteriore attacco di 30 secondi con una soluzione acquosa al 10% di  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$  in modo da seguire la procedura suggerita da Zaakerinia et al. [12] per la discriminazione della bainite dalla martensite. Le microstrutture sono state osservate sia dopo il solo attacco con *Picral 4* sia dopo l'ulteriore attacco con il sodio metabisolfito. Solitamente, le immagini ottenute per osservazione al microscopio di strutture miste di bainite, martensite e austenite attaccate con *Picral* mostrano zone fini con struttura aciculare di colore marrone o nero e zone più grossolane di colore chiaro. Queste ultime corrispondono all'austenite non trasformata mentre quelle scure di forma aciculare sono associate a strutture ottenute per trasformazioni displasive come quelle bainitiche o martensitiche [13]. Questo tipo di analisi è stato effettuato sulle superfici non deformate dei provini sottoposti a prova di resilienza, dopo preventiva lucidatura. La bainite e la martensite non possono essere distinte utilizzando i reattivi convenzionali tipo *Picral* o *Nital* ( $\text{HNO}_3$  in soluzione di alcool etilico) a causa della loro similarità morfologica [13]. Per poterle distinguere al microscopio ottico è necessario utilizzare dei reattivi particolari in grado di creare dei film sulle superfici delle diverse fasi che sono in grado di mostrare colorazioni differenti [14]. La soluzione acquosa al 10% di sodio metabisolfito seguita all'attacco con *Picral* si rivela utile al fine di distinguere le due fasi strutturalmente simili, colorando di blu la bainite e di marrone la martensite (*colour metallography*) [12]. La colorazione viene in particolare accentuata quando si osserva la struttura in luce

polarizzata [15].

#### 4.2.4 Determinazione dell'austenite residua del contenuto di carbonio mediante XRD

La valutazione quantitativa della austenite al termine dei trattamenti è stata effettuata mediante analisi XRD, con l'utilizzo di un diffrattometro *Philips PW1710* gestito dal software *X'Pert HighScore Plus v. 2.2.0*. La generazione dei raggi X nello strumento è possibile mediante anticatodo di Co ( $K_{\alpha 1} = 1.78901 \text{ \AA}$ ) con tensione di 35kV e corrente di 30 mA. Per la soppressione della  $K_{\beta}$  si è utilizzato un filtro di Fe. La metodica seguita per l'analisi è quella che fa riferimento alla norma ASTM E-975-13[16] scandendo l'intervallo delle  $2\theta$  da 55 a 115 con velocità minori di 0,5  $2\theta/\text{min}$ . Una volta ottenuto lo spettro di diffrazione si sono integrati i picchi  $\gamma(200)$  e  $\gamma(220)$  dell'austenite e  $\alpha(200)$ ,  $\alpha(211)$  che corrispondono alle fasi martensitica o bainitica dei campioni. La martensite e la bainite non possono essere distinte mediante la tecnica a raggi X in quanto i loro reticoli cristallini sono entrambi di tipo CCC tetragonali distorti, con parametri di cella molto ravvicinati tra di loro e non rilevabili dal diffrattometro. Solitamente, per distinguere queste due fasi, oltre alla già descritta *colour metallography* [12] si può far ricorso all'analisi per immagini della mappatura dei campioni ottenuta per diffrazione da retrodiffusione elettronica (EBSD) [17]. Un'altra limitazione della tecnica XRD sui materiali bainitici e ausferritici è la non capacità di riuscire a distinguere tra l'austenite di tipo “*film*” satura in carbonio e quella di tipo “*blocky*” in quanto entrambe le fasi hanno un reticolo CFC con parametri di cella leggermente differenti e comunque troppo simili per poter essere discriminati dallo strumento. Per fare questo, recentemente sono state sviluppate tecniche di deconvoluzione dei picchi  $\gamma$  dei pattern ottenuti mediante diffrazione ai raggi X generati al sincrotrone [18]. Per l'integrazione dei picchi di diffrazione si è utilizzata una funzione pseudo voigtiana [19], somma di una lorentziana e una gaussiana. Il calcolo della percentuale di fase austenitica è stato fatto seguendo il *direct comparison method* [20], considerando che la frazione volumetrica delle fasi presenti ( $\alpha$  e  $\gamma$ ) sia uguale a 1 (formula 4.1)

$$V_{\alpha} + V_{\gamma} = 1 \quad (4.1)$$

con  $V_{\alpha}$  frazione in volume di austenite pari a 4.2

$$V\gamma = \left( \frac{1}{q} \sum_{j=1}^q I\gamma_j / R\gamma_j \right) / \left[ \left( \frac{1}{p} \sum_{i=1}^p I\alpha_i / R\alpha_i \right) + \left( \frac{1}{q} \sum_{j=1}^q I\gamma_j / R\gamma_j \right) \right] \quad (4.2)$$

dove I è l'intensità integrata del picco, R un parametro proporzionale ad I ricavabile da manuali, q e p i picchi di diffrazione scelti per l'analisi.

Il parametro reticolare della cella austenitica è stato calcolato dalla equazione 4.3, valida per i sistemi cubici (formula 4.3) [21]

$$a^2 = \frac{(h^2 + k^2 + l^2)\lambda^2}{4 \sin^2 \theta} \quad (4.3)$$

dove h,k,l sono gli indici di Miller,  $\lambda$  la lunghezza d'onda della radiazione X utilizzata e  $2\theta$  la posizione dei picchi interessati. Con il plot del parametro reticolare apparente verso la funzione di Nelson-Riley (formula 4.4) è possibile ricavare il parametro reticolare  $a$  dalla regressione dei dati sperimentali estrapolata per  $\theta = 90^\circ$

$$f(\theta) = \frac{1}{2} \left( \frac{\cos^2 \theta}{\sin \theta} + \frac{\cos^2 \theta}{\theta} \right) \quad (4.4)$$

La figura 4.10 mostra un esempio del procedimento di regressione utilizzato per la determinazione di  $a$ .

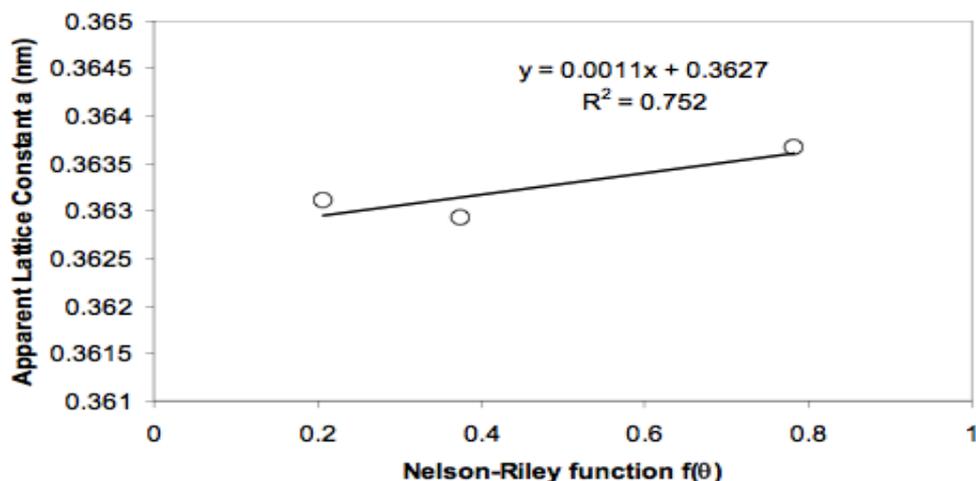


Fig 4.10: Determinazione del parametro di cella dell'austenite

Con i valori dei parametri di cella così ottenuti, è stato possibile determinare il contenuto di carbonio nell'austenite, riarrangiando la formula fornita da Takahashi e Toshihiko (eq 4.5) [22]

$$a = 355.5 + 4.5C + 0.19Si \quad (4.5)$$

Dove  $a$  è il parametro di cella determinato (pm), C e Si i contenuti in peso percentuali dei due elementi

#### 4.2.5 Prove di durezza Rockwell

Il materiale dopo i trattamenti termici è stato quindi sottoposto a varie prove meccaniche di durezza, trazione, resilienza ed usura per la sua completa caratterizzazione. Le durezze HRC sono state effettuate secondo la norma UNI EN ISO 6508-1:2006 [23] su provini trattati prima e dopo la prova di trazione. Si è a tal fine utilizzato un durometro *Affri* opportunamente tarato a punta di diamante con apertura di 120° e raggio di raccordo di 0,2 mm. Il pre carico e il carico applicati sono rispettivamente di 98,0665 N e 1372,931 N. Per le misure effettuate prima della prova di trazione, si è scelta la porzione all'estremo del tondo ricavabile al termine della lavorazione al tornio, di seguito definito “testimone di tornitura”. Le misure effettuate dopo la prova di trazione sono state effettuate sulle stesse superfici scelte per le analisi microstrutturali. Il valore letto sul cursore del durometro al termine dell'applicazione del pre-carico e del carico è una misura della penetrazione massima raggiunta dal cono di diamante e si indica con la sigla HRC. Per ogni campione si sono effettuate 3 prove di durezza e di queste è stato calcolato il valore medio.

#### 4.2.6 Prove di trazione

Le prove di trazione si sono effettuate seguendo la normativa UNI EN ISO 6892-1:2009 [24] mediante macchina a trazione idraulica *Dartec*. Questa si compone di due afferraggi ad alloggiamento filettato che con un sistema di inserimento a incastro possono essere posizionati o rimossi dall'apparato. La macchina a trazione, tarata secondo la normativa UNI EN ISO 7500-1:2005 [25], può lavorare fino a un massimo 300 kN con velocità di applicazione del carico di 27 N/s. Per il calcolo della deformazione, la macchina utilizza

un estensimetro a contatto tarato secondo la normativa UNI EN ISO 9513:2004 [26], in grado di lavorare sia in campo elastico che in campo plastico. I provini destinati a questa prova sono stati ricavati dai tondi di diametro 25 mm e lunghezza 10 cm trattati ai vari cicli, mediante lavorazione al tornio. La forma finale della lavorazione porta ad avere un tipico provino a “osso di cane”, come indicato nella normativa UNI EN ISO 377[27]. Il tratto utile è di diametro 7 mm e lunghezza 35 mm e le estremità hanno un filetto M 10x1,5 per l'alloggiamento negli afferraggi (Fig. 4.11). Per i trattamenti A5 e B5 non è stato possibile ottenere una lavorazione ottimale del filetto agli estremi del provino, non rendendo fattibile la prova. Per questo motivo i campioni trattati alla temperatura di 250 °C sono stati sottoposti alla prova di trazione mediante l'utilizzo di una macchina idraulica Giuliani con afferraggi a cuneo che lavora fino ad un carico massimo di 100 kN con velocità di applicazione di 30 N/s. Per la valutazione della deformazione è stato utilizzato un estensimetro a contatto fino al raggiungimento della rottura. I provini sottoposti alla prova in questa macchina sono stati progettati per avere un tratto utile di lunghezza 25 mm per un diametro di 5 mm seguendo sempre le proporzioni dettate dalla normativa [27].

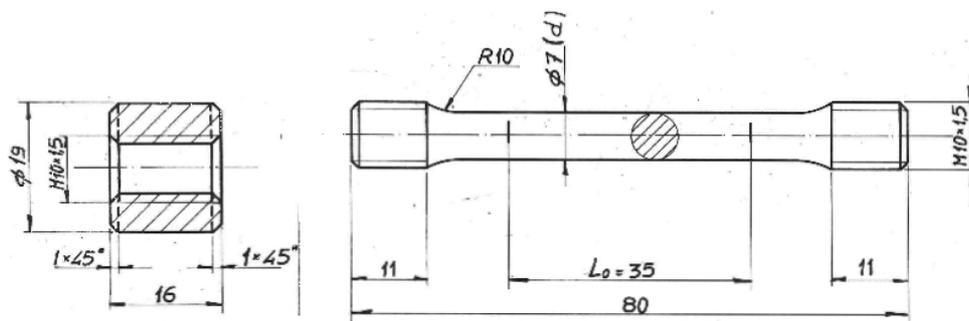


Fig 4.11: Disegno della provetta di trazione

I risultati della prova di trazione sono stati forniti dal programma testXspert secondo il riferimento alla norma UNI EN-10002-1:2004 [28]. Il valore del carico di rottura  $R_m$  è riferito quindi come il carico massimo che il provino è in grado di sopportare prima di giungere alla rottura mentre il carico di snervamento  $R_{p(0,2)}$  come il carico unitario di scostamento dalla proporzionalità ad una deformazione permanente dello 0,2%. L'allungamento a rottura  $A_5$ , invece, è definito come la variazione di lunghezza

percentuale del tratto utile al termine della prova, per provini aventi una lunghezza pari a 5 volte il diametro. Per ogni ciclo di trattamento termico si sono effettuate 5 prove di trazione e per ognuno è stato calcolato il valor medio e la deviazione standard dei valori di  $R_m$ ,  $R_{p(0,2)}$  e  $A_5$ .

#### 4.2.7 Prove di resilienza

Le prove di resilienza sono state effettuate con un pendolo di Charpy Zwick Roell RKP50 seguendo la normativa EN ISO 148-1:2011 [29]. Esso si compone di un unità di base in fusione di ghisa, un pendolo con energia massima fino a 450 J e una zona di alloggiamento orizzontale dei provini. Il pendolo e la zona porta provini sono assicurati da una protezione in plexiglas e l'inserimento ed estrazione dei campioni viene effettuata mediante uno sportello con un sistema di chiusura/apertura di sicurezza. L'elettronica dello strumento prevede inoltre un encoder angolare ad alta risoluzione per le misurazioni precise dell'angolo di salita del pendolo. I risultati delle prove sono visualizzati al PC per mezzo del software testXspert fornito di vari pacchetti che seguono le varie norme per le prove strumentali. I provini per la prova ad impatto sono stati ricavati dai tondi trattati di diametro 25 mm e lunghezza 18 cm mediante lavorazione di fresatura. Per ogni tondo trattato ad uno specifico ciclo, si sono prelevati 3 provini di 55 mm a forma di parallelepipedo con base quadrata di lato 10 mm. Al centro della provetta è stato fatto in direzione normale alla superficie un intaglio a V profondo 2 mm con apertura di  $45^\circ$  (secondo norma UNI EN 10045-1:1992 [30]) (Fig 4.12).

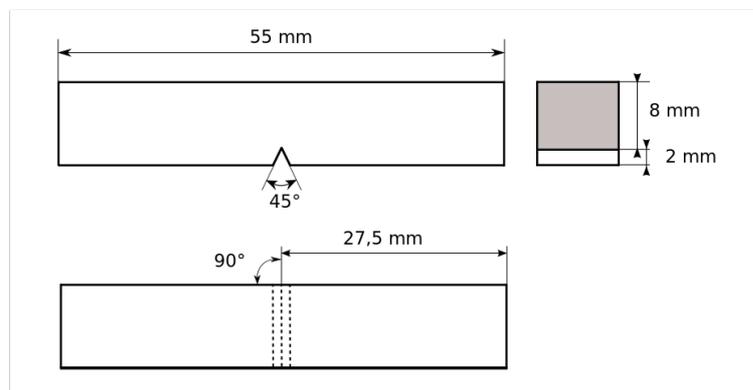


Fig 4.12: Dimensioni e forma della provetta per la prova Charpy intagliata a V [31]

Seguendo la normativa [30] si sono effettuate le prove ad impatto sulle terne ricavate da ogni provetta trattata, calcolandone il valor medio e lo semi scarto. Per ogni ciclo di trattamento si sono effettuate le prove di resilienza alle temperature di +23, -20 e -40 °C. Il raffreddamento dei provini è stato effettuato mantenendoli in bagno refrigerante di alcool etilico denaturato per ca. 15 min. Il campione è stato prelevato dal refrigeratore (o dal banco da laboratorio nel caso delle prove a temperatura ambiente) per mezzo di una pinza appositamente sagomata per la presa del provino e opportunamente posizionato affinché la punta del pendolo lo colpisse nella zona dell'intaglio. Il valore fornito dal programma al termine di ogni prova è la misura dell'energia assorbita dal materiale calcolata come differenza tra l'energia potenziale del pendolo dall'altezza iniziale e quella raggiunta dopo l'impatto. Questa energia si misura in Joule (J) e viene nominata KV o meglio KV450 che sta a indicare l'energia assorbita dal provino con intaglio a V dopo l'impatto di un pendolo di Charpy avente energia iniziale di 450 J.

#### *4.2.8 Prove di usura*

Le prove di usura sono state condotte a temperatura ambiente mediante l'utilizzo di una macchina Pin On Disk costruita nel laboratorio. Il sistema tribologico si costituisce di un piatto rotante alla velocità di 0,210 m/s ed un porta campione posizionato sopra di esso, collegato ad un braccio meccanico in grado far muovere il provino in direzione trasversale. Il materiale antagonista viene applicato sul piatto rotante e si costituisce di un disco di carta abrasiva in zirconia. Sul porta campione viene applicato un carico noto di 0,7 N. La procedura seguita è quella dettata dalla normativa statunitense ASTM G99-04a [32] ed ha previsto un preventivo calcolo del peso specifico del materiale mediante pesatura e conoscenza del volume noto. Per ogni provino trattato, si è proceduto con l'avvio e la ripetizione per cinque volte delle prove di abrasione, cambiando di volta in volta il disco in zirconia con uno nuovo. Ognuna delle ripetizioni è durata 1 minuto. Si è misurata, al termine di ogni prova, la perdita in peso del materiale per mezzo di una bilancia analitica da laboratorio. Dopo le cinque ripetizioni il tasso di usura  $W$  è stato ricavato attraverso il calcolo della pendenza della retta interpolante i dati di metri percorsi dal campione in funzione delle corrispettive perdite in volume progressive per ogni ripetizione. La sua unità di misura è quindi espressa in  $[mm^3/m]$ . I provini da testare sono stati ricavati, mediante lavorazione al tornio, da tondi trattati di 25 mm di diametro

e lunghezza 16 cm al fine di ottenere la forma cilindrica di 20 mm di altezza e 8 mm di diametro, come stabilito dalla norma [32].

## Bibliografia

- [1]EN 10089 : 2002, Hot rolled steels for quenched and tempered springs
- [2]Andreini P., Il manuale dell'ingegnere meccanico, Hoepli, 2005
- [3]Nicodemi W., Metallurgia - Principi Generali, Zanichelli, 2007
- [4]Cibaldi C., I criteri di scelta e di trattamento degli acciai da costruzioni e da utensili-  
Vol 1 , AQM, 2006
- [5]Total Material, [www.totalmateria.com](http://www.totalmateria.com)
- [6][http://thermophysical.tainstruments.com/instruments/dilatometers/dil-805ad-  
quenching-and-deformation-dilatometer/](http://thermophysical.tainstruments.com/instruments/dilatometers/dil-805ad-quenching-and-deformation-dilatometer/),
- [7]Pawlowski P., Determination of critical points of hypoeutectoid steels, Archives of  
metallurgy and materials, vol 57, issue 4, 2012, 957-962
- [8]T. Maki, S. Shimooka, I. Tamura, Metallurgical Transactions 2, 1971
- [9]G. Ghosh, G. B. Olson , Acta Metallurgica and Materialia 42, 1994
- [10]Hong–Seok Yang and H. K. D. H. Bhadeshhi, Austenite Grain Size and the  
Martensite–Start Temperature, Scripta Materialia 60, 2009, 493–495
- [11]Caballero G. F., Santofimia M.G., , Time-Temperature-Transformation Diagram  
within the Bainitic Temperature Range in a Medium Carbon Steel, Materials  
Transactions, Vol. 45, 2004, 3272-3281
- [12]H. Zakerinia, A. Kermanpur, A. Najafizadeh, Color metallography; a suitable method  
for characterization of martensite and bainite in multiphase steels , 2009, International  
Journal of ISSI. 01/2009; 6(1):14-18
- [13]Bramfitt B.L., Metallographer's Guide: Practice and Procedures for Irons and Steels,  
ASM International, 2001
- [14]Amar K. et al, Color Tint Etching for multiphase Steel, Advanced Materials &  
Processes, Vol. 161, Issue 2, 2003
- [15]Vander Voort G., Microstructure of Austempered dDuctile Iron, ADI, Lecture
- [16]ASTM E975-13, Standard Practice for X-Ray Determination of Retained Austenite  
in Steel with Near Random Crystallographic Orientation
- [17]Ryde L., Application of EBSD to analysis of microstructure in commercial steels,  
Materials Science and Technology, 10/2006; 22(11):1297-1306
- [18]X.C. Xiong, B. Chen, M.X. Huang, J.F. Wang and L. Wangd, The effect of  
morphology on the stability of retained austenite in a quenched and partitioned steel,

Scripta Materialia 68, 2013, 321–324

[19]S. S. Babu<sup>1</sup>, E. D. Specht,<sup>2</sup> S. A. David,<sup>2</sup> E. Karapetrova,<sup>3</sup> P. Zschack,<sup>3</sup> M. Peet<sup>4</sup> and H. K. D. H. Bhadeshia, Time-Resolved X-ray diffraction Investigation of Austenite and Transformation to Bainite, The Iron and Steel Institute of Japan, 2007

[20]Xiong X.C. et al, The effect of morphology on the stability of retained austenite in a quenched and partitioned steel, Scripta Materialia 68, 2013, 321–324

[21]Cullity B.D., Elements of X-ray diffraction, Addison-Wesley, 1956

[22]A. Takahashi, T. Toshihiko, J. Jpn. Foundrymen Soc. 65 (1993) 87–92.

[23]UNI EN ISO 6508-1:2006, Prova di durezza Rockwell - Parte 1: Metodo di prova (scale A, B, C, D, E, F, G, H, K, N, T),

[24]UNI EN ISO 6892-1:2009, Prova di trazione - Parte 1: Metodo di prova a temperatura ambiente

[25]UNI EN ISO 7500-1:2005, Materiali metallici – Verifica della macchine di prova statica uniassiale – Parte 1: macchine di prova a trazione/compressione – Verifica e taratura del sistema di misurazione delle forze

[26]UNI EN ISO 9513:2004, Materiali metallici – Taratura degli estensimetri utilizzati nelle prove uniassiali

[27]UNI EN ISO 377, Acciaio e prodotti di acciaio – Prelievo e preparazione dei saggi e delle provette per prove meccaniche

[28]UNI EN 10002-1:2004, Prova di trazione - Parte 1: Metodo di prova a temperatura ambiente

[29]UNI EN ISO 148-1:2011, Materiali metallici - Prova di resilienza su provetta Charpy

[30]UNI EN 10045-1:1992, Materiali metallici. Prova di resilienza su provetta Charpy. Metodo di prova

[31][http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Eprouvette\\_charpy.svg#mediaviewer/File:Eprouvette\\_charpy.svg](http://commons.wikimedia.org/wiki/File:Eprouvette_charpy.svg#mediaviewer/File:Eprouvette_charpy.svg),

[32]ASTM G99-04a, Standard Test Method for Wear Testing with a Pin-on-Disk Apparatus

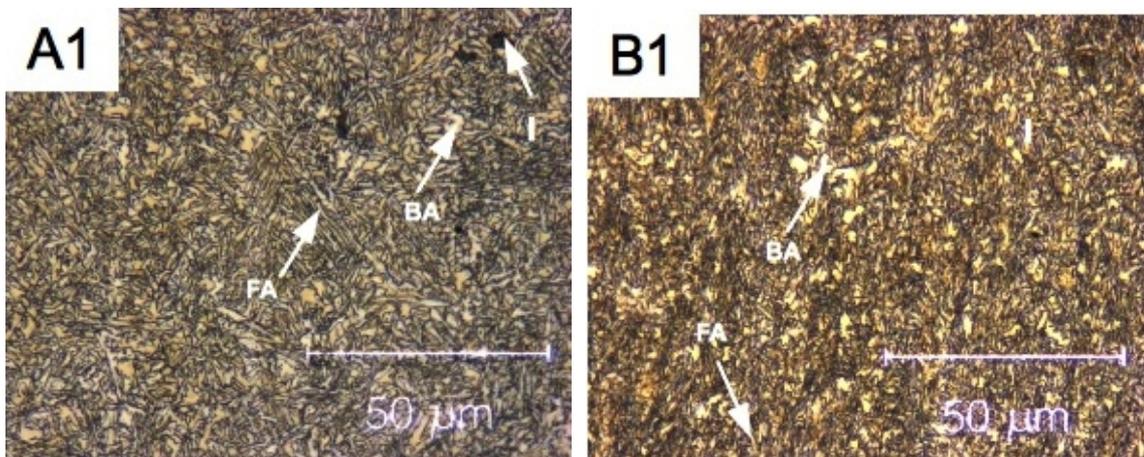
## CAPITOLO 5

### *Risultati della caratterizzazione microstrutturale e delle prove meccaniche*

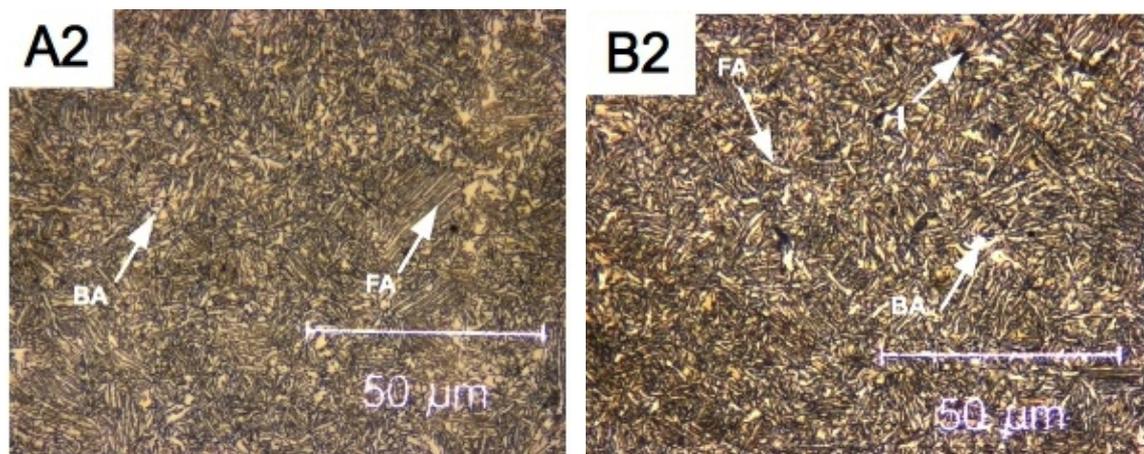
#### **5.1 Analisi microstrutturali**

##### *5.1.1 Attacco Picral 4*

Nelle micrografie ottiche della figura 5.1 – 5.5 sono riportate le tipiche microstrutture rilevate dell'acciaio sottoposto ai diversi cicli di trattamento ed attaccato solo con la soluzione in alcool etilico di acido picrico al 4%.



*Fig. 5.1: Micrografie dei campioni austemperati a 390 °C dopo austenitizzazione a 820 °C (A1) e 890 °C (B1). Attacco Picral 4. 500X. Austenite film (FA), Austenite Blocky (BA) e inclusioni (I)*



*Fig. 5.2: Micrografie dei campioni austemperati a 350 °C dopo austenitizzazione a 820 °C (A2) e 890 °C (B2). Attacco Picral 4. 500X. Austenite film (FA), Austenite Blocky (BA) e inclusioni (I)*

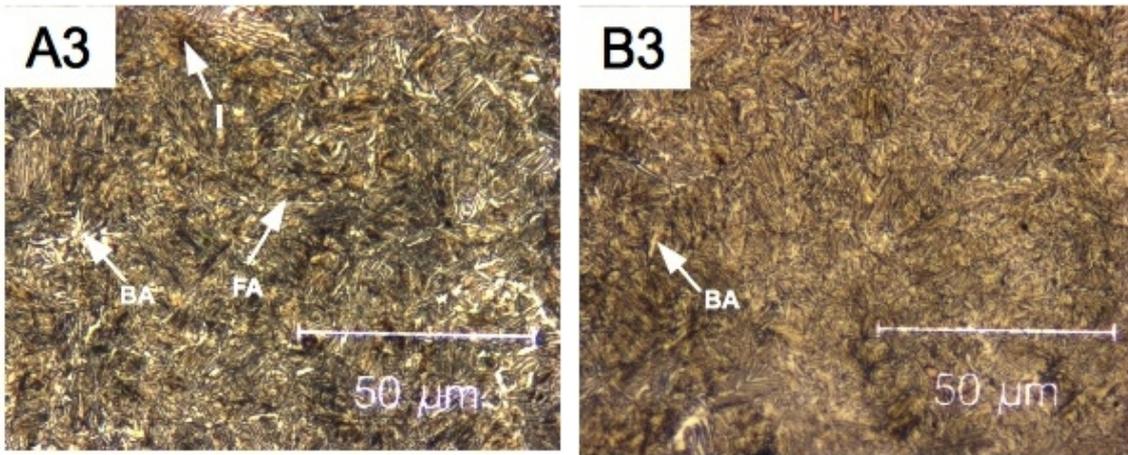


Fig. 5.3: Micrografie dei campioni austemperati a 300 °C dopo austenitizzazione a 820 °C (A3) e 890 °C (B3). Attacco Picral 4. 500X. Austenite film (FA), Austenite Blocky (BA) e inclusioni (I)

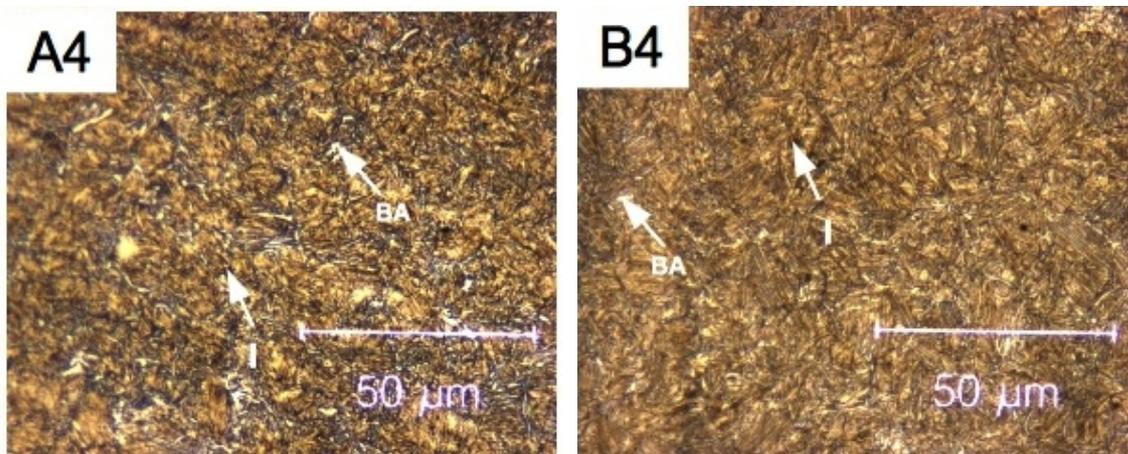


Fig. 5.4: Micrografie dei campioni austemperati a 285 °C dopo austenitizzazione a 820 °C (A4) e 890 °C (B4). Attacco Picral 4. 500X. Austenite Blocky (BA) e inclusioni (I)

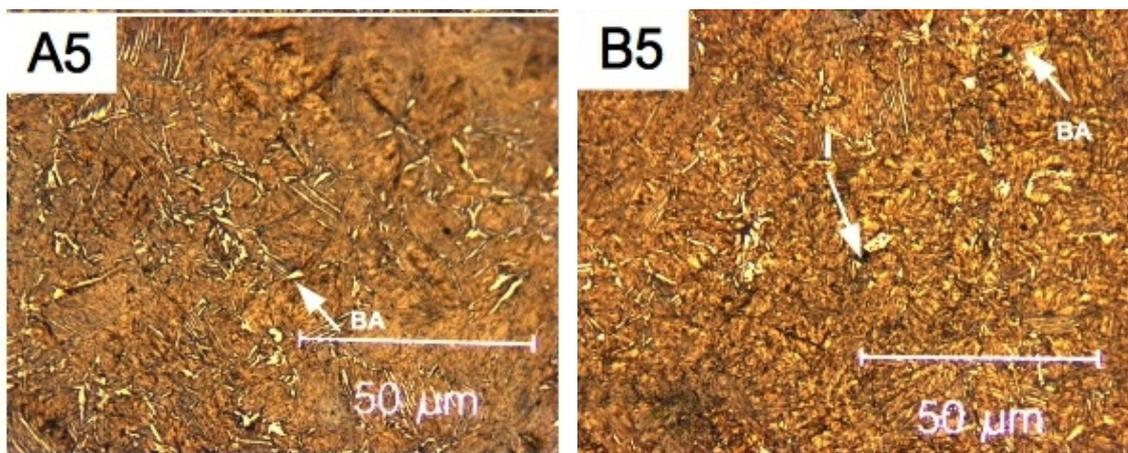


Fig. 5.5: Micrografie dei campioni austemperati a 250 °C dopo austenitizzazione a 820 °C (A5) e 890 °C (B5). Attacco Picral 4. 500X. Austenite Blocky (BA) e inclusioni (I)

La microstruttura di tutti i campioni è caratterizzata da ferrite aciculare, martensite e austenite stabile a temperatura ambiente di colore chiaro. Quest'ultima mostra due diverse morfologie: tipo film (FA) e tipo blocky (BA). La prima, arricchita in carbonio e meccanicamente più stabile, è quella che si interpone tra gli aghi di ferrite dopo la nucleazione e la crescita della fase aciculare, mentre la seconda rappresenta le zone nelle quali la reazione non si è innescata. I film di austenite sono particolarmente risolvibili nelle immagini dei campioni trattati alle temperature di 350 e 390 °C (Fig. 5.2 e 5.1), a causa della microstruttura più grossolana. Quella di tipo blocky è stata invece osservata in tutte le microstrutture e la sua quantità diminuisce al diminuire della temperatura del trattamento. Questo è in accordo con la teoria di Bhadeshia [1], secondo cui maggiori sottoraffreddamenti rispetto alla curva  $T_0$ , favoriscono la trasformazione bainitica ed una riduzione dell'austenite presente. Questa, arricchendosi in carbonio, tende ad assumere una morfologia di tipo *film*. L'affinamento microstrutturale che si nota al diminuire della temperatura di austempering (passando da A1 a A5 e da B1 a B5) è dovuto al fatto che il processo di nucleazione è maggiormente favorito alle più basse temperature di trasformazione, e ciò porta alla formazione di numerosi nuclei critici di piccole dimensioni [1]. Le analisi effettuate al SEM, mediante microanalisi EDS, ha permesso inoltre di determinare inclusioni di MnS (Fig. 5.6) e non metalliche di K e Ca (Fig 5.7).

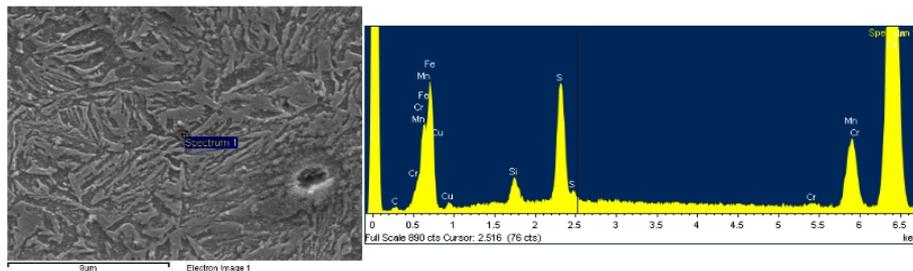


Fig. 5.6: Micrografia al SEM e analisi EDS di una inclusione di MnS

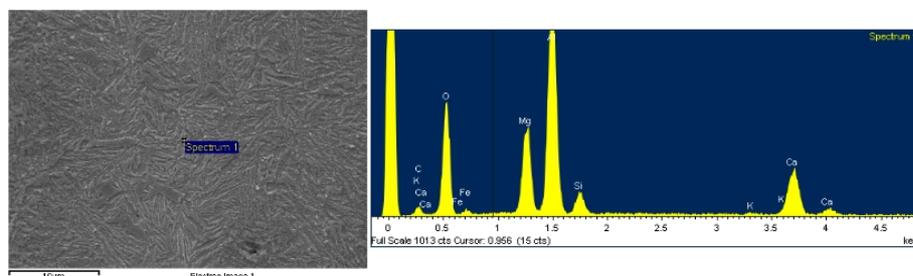


Fig. 5.7: Micrografia al SEM e analisi EDS delle inclusioni non metalliche

### 5.1.2 Color Metallography

La *color metallography* è stata utilizzata per discriminare la presenza di martensite nelle microstrutture dell'acciaio sottoposto ai diversi trattamenti.

La presenza di martensite è causata dal mancato raggiungimento della completa trasformazione ausferritica [1][2]. Se la ripartizione di C dalla ferrite non è sufficiente per far raggiungere all'austenite il grado di arricchimento indicato dalle curve  $T_0$  o  $T_0'$ , questa può incorrere in trasformazione martensitica durante il raffreddamento a temperatura ambiente [2][3]. Il parametro che controlla il fenomeno è il tempo di trasformazione che deve essere sufficiente per giungere alla completa trasformazione ausferritica. In acciai di composizione chimica simile questo fenomeno è stato attribuito anche alla formazione di carburi di Cr, che segregano solitamente ai bordi grano e abbassano il contenuto di carbonio nell'austenite [2][3]. In queste zone impoverite, la reazione è estremamente lenta e ciò causa un ritardo nel completamento della trasformazione [2].

Le figure 5.8 – 5.12 mostrano le micrografie ottenute avvalendosi di questa tecnica. È stato permesso evidenziare chiaramente zone con colorazione blu-verde dovute alla presenza di ausferrite (FA), zone bianche indotte dalla presenza dell'austenite (A) e zone marrone-giallo corrispondenti alla martensite (M).

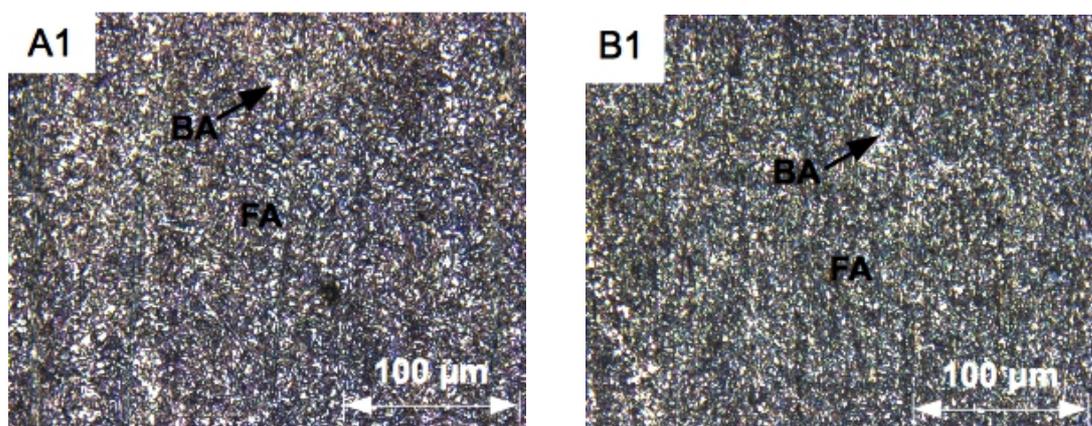


Fig. 5.8: Micrografie a colori dei campioni austenitizzati a 820 °C (A1) e 890 °C (B1) e austemperati alla temperatura di 390 °C. Picral 4 + sodio metabisolfito 10%. 200X. Austenite blocky (BA) e ferrite aciculare (FA)

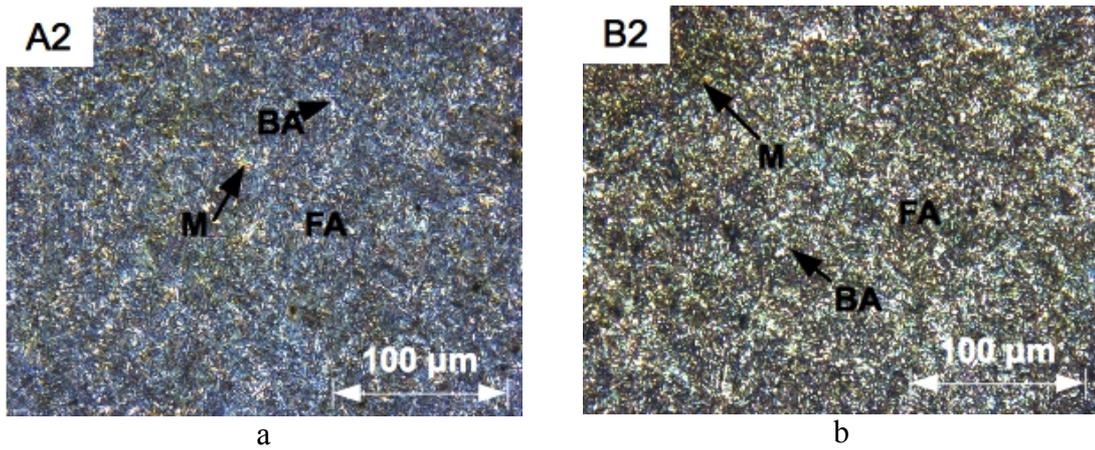


Fig. 5.9: Micrografie a colori dei campioni austenitizzati a 820 °C (A2) e 890 °C (B2) e austemperati alla temperatura di 350 °C. Picral 4 + sodio metabisolfito 10%. 200X. Austenite blocky (BA), ferrite aciculare (FA) e martensite (M)

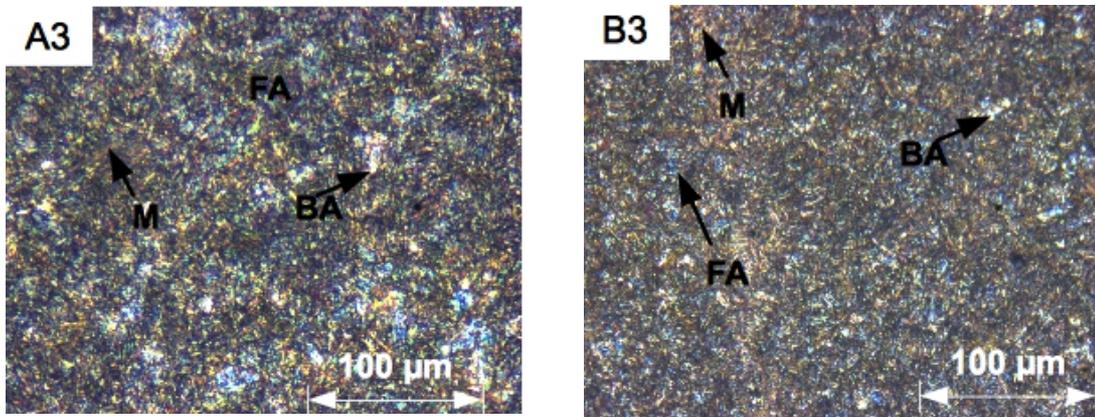


Fig. 5.10: Micrografie a colori dei campioni austenitizzati a 820 °C (A3) e 890 °C (B3) e austemperati alla temperatura di 300 °C. Picral 4 + sodio metabisolfito 10%. 200X. Austenite blocky (BA), ferrite aciculare (FA) e martensite (M)

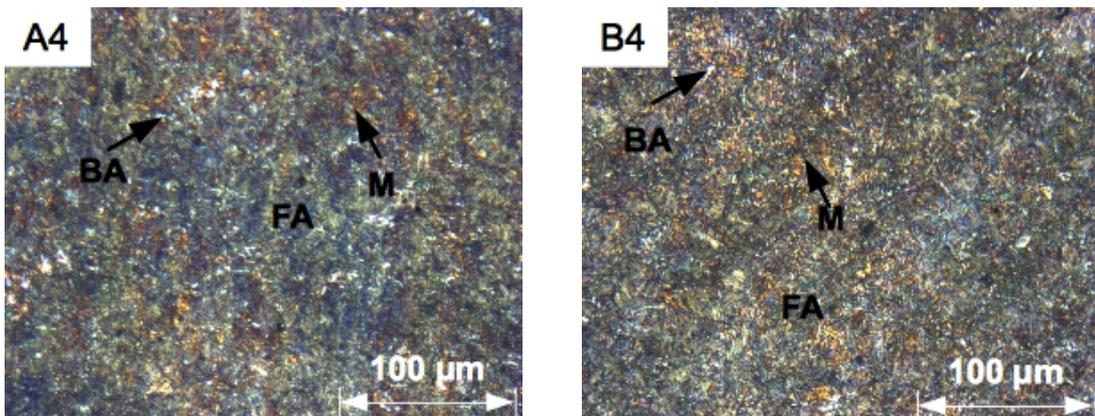


Fig. 5.11: Micrografie a colori dei campioni austenitizzati a 820 °C (A4) e 890 °C (B4) e austemperati alla temperatura di 285 °C. Picral 4 + sodio metabisolfito 10%. 200X. Austenite blocky (BA), ferrite aciculare (FA) e martensite (M)

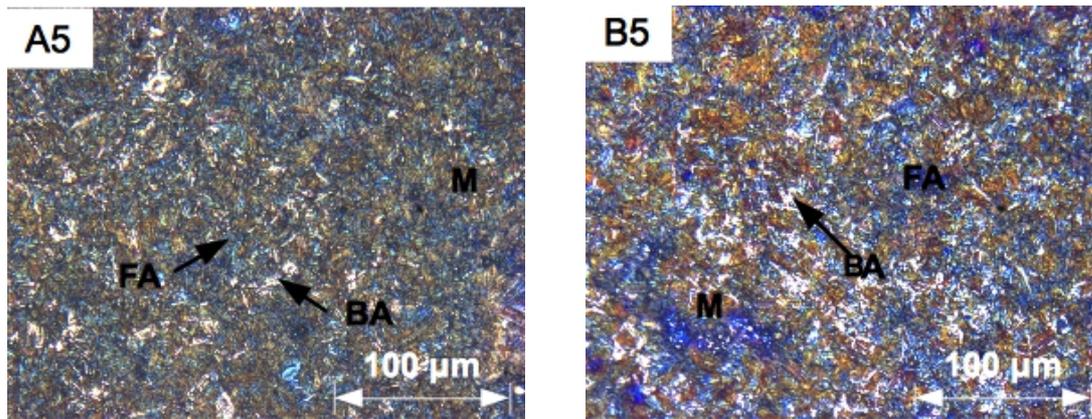


Fig. 5.12: Micrografie a colori dei campioni austenitizzati a 820 °C (A5) e 890 °C (B5) e austemperati alla temperatura di 250 °C. Picral 4 + sodio metabisolfito 10%. 200X. Austenite blocky (BA), ferrite aciculare (FA) e martensite (M)

Strutture a prevalenza ausferritica sono state ottenute per tutti i cicli, ad eccezione di A5 e B5 (Fig. 5.12). Questi evidenziano una diffusa presenza di martensite di colore marrone/giallo (M), un basso contenuto di ausferrite di colore blu (FA) e presenza di austenite di tipo “blocky” (BA) ossia aree di austenite stabile a temperatura ambiente entro la quale non si è innescata la trasformazione ausferritica [1]. In questo caso, il tempo di trattamento non è stato sufficiente all'ottenimento della struttura ausferritica. Per i rimanenti cicli, i tempi hanno portato ad avere strutture a prevalenza ausferritica di colorazione blu/verde (FA). Le micrografie delle figure 5.10 e 5.11, corrispondenti ai trattamenti effettuati alle temperature di 300 e 285 °C, mostrano tuttavia una maggior distribuzione di martensite (M). Ciò potrebbe indicare che il tempo di trattamento alle basse temperature di austempering non sia stato sufficiente all'ottenimento di una totale struttura ausferritica.

Nei campioni che hanno mostrato una maggior distribuzione di austenite di tipo “blocky” è stata effettuata questa analisi anche sulle superfici deformate al termine della prova di trazione, al fine di valutare qualitativamente la formazione di martensite dovuta alla deformazione plastica. Si è osservata la comparsa di aree martensitiche, non evidenziata dalle micrografie del materiale non deformato (Fig.5.9 a), nei campioni trattati A1 (Fig 5.13 a). Ciò potrebbe indicare che la trasformazione in martensite è avvenuta a seguito della deformazione plastica. Nei campioni trattati B1 e sottoposti alla prova di trazione, si è osservata invece l'alternanza di aree di austenite stabile (Fig. 5.13 b) e zone in cui è

avvenuta la trasformazione martensitica per l'applicazione del carico (Fig. 5.13 c).

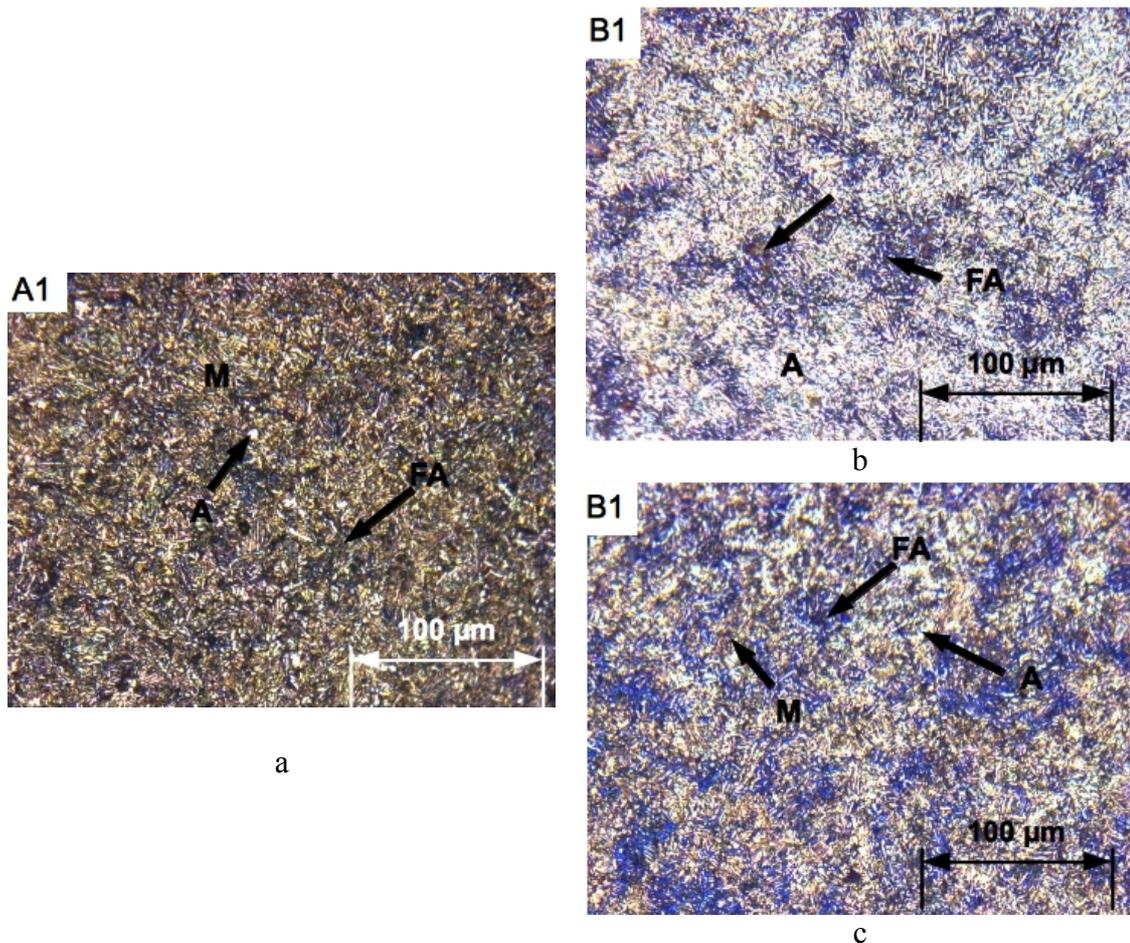


Fig. 5.13: Microstrutture in diverse zone del provino trattato A1 (a) e B1 (b,c) sottoposti a prova di trazione. Attacco Picral 4% + sodio metabisolfito 10%. Ingrandimento 200X.

### 5.1.3 Analisi XRD

Gli spettri di diffrazione ottenuti per i vari cicli alle due differenti temperature di austenitizzazione sono raffigurati in figura 5.14 e figura 5.15. Si osservano i picchi  $\gamma(200)$ ,  $\gamma(220)$  e  $\gamma(311)$  relativi all'austenite e  $\alpha(200)$  e  $\alpha(211)$  relativi alla ferrite aciculare e l'eventuale martensite presente nei campioni. Si ricorda che la martensite e la ferrite non possono essere discriminate quantitativamente con la tecnica diffrattometrica utilizzata, a causa dei parametri di cella molto ravvicinati. L'intensità, la posizione dei massimi e la forma dei picchi dello spettro possono aiutare a formulare delle ipotesi sulle fasi presenti nei campioni al termine del trattamento.

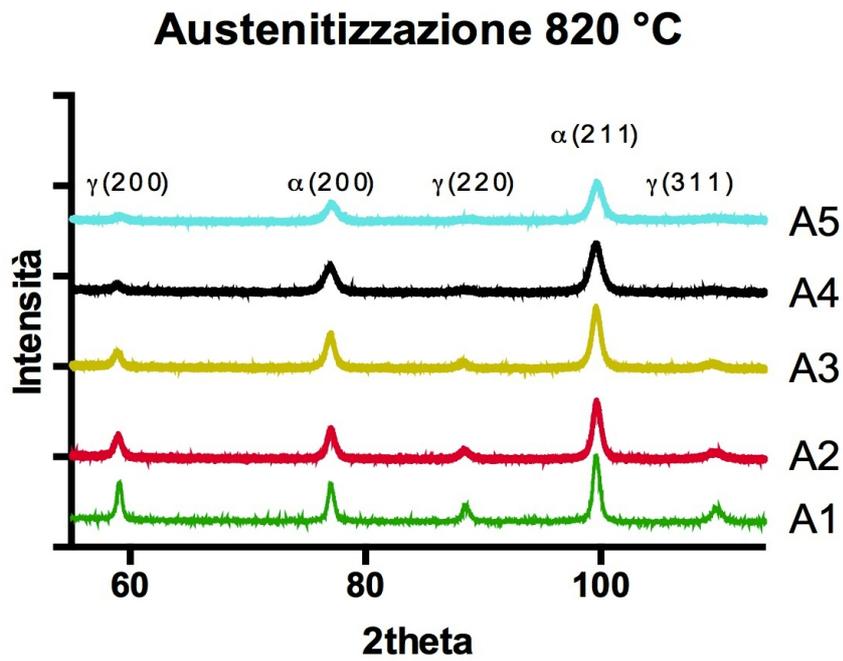


Fig. 5.14 : Spettri di diffrazione XRD dei campioni trattati secondo i vari cicli di austempering e austenitizzati a 820 °C

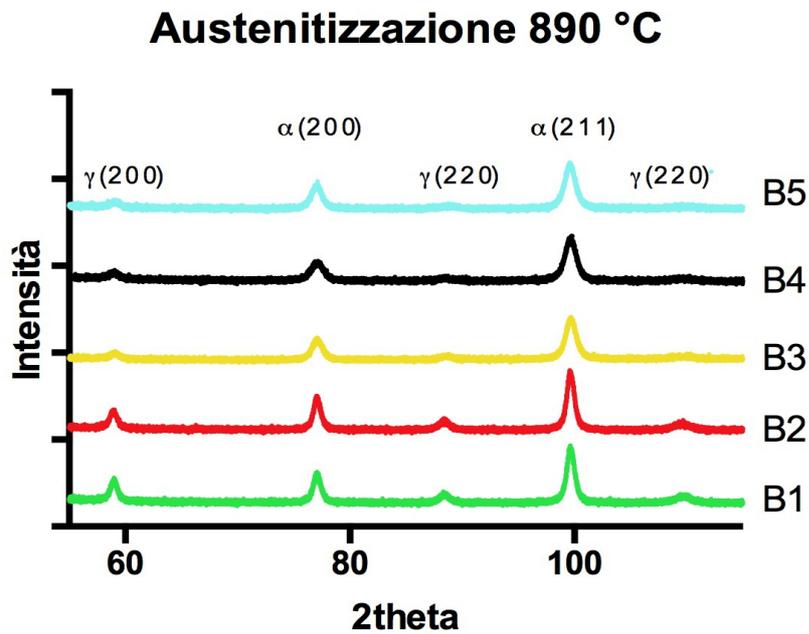


Fig. 5.15 : Spettri di diffrazione XRD dei campioni trattati secondo i vari cicli di austempering e austenitizzati a 890 °C

Come mostrato in eq. 4.7 del capitolo 4, l'intensità integrata dei picchi di diffrazione è proporzionale alle frazioni volumetriche delle fasi analizzate. Negli spettri si nota che, per i campioni austenitizzati a 820 °C, i picchi corrispondenti alla fase  $\gamma$  mostrano un progressivo calo d'intensità e quindi una diminuzione della frazione volumetrica di austenite al diminuire della temperatura del trattamento termico, passando da A1 ad A4. Questo non viene apprezzato in Fig. 5.15, per i cicli di austempering effettuati a partire dalla temperatura di austenitizzazione di 890 °C. Gli spettri relativi a B1 e B2 non mostrano differenze, come quelli relativi ai cicli B3 e B4.

Al calo dell'intensità dei picchi dell'austenite, si assiste inoltre ad un loro progressivo allargamento. Un naturale allargamento dei picchi nella fase  $\gamma$  è solitamente associato alla deformazione plastica non uniforme del suo reticolo cristallino a seguito della nucleazione della ferrite [4]. L'altro fattore, più rilevante, che contribuisce all'allargamento dei picchi di diffrazione è la presenza di gradienti di concentrazione di carbonio all'interno delle fasi analizzate [4]. Questo concetto può essere applicato all'acciaio oggetto dello studio, dal momento che le analisi microstrutturali hanno rilevato la presenza delle due diverse morfologie di austenite (*film* e *blocky*), caratterizzate da un diverso contenuto di carbonio [1][5]. Partendo dai picchi  $\gamma(200)$ ,  $\gamma(220)$  e  $\gamma(311)$  idealmente stretti dell'austenite di tipo “*blocky*” caratterizzata da un contenuto di carbonio pressochè uniforme, un'apprezzabile variazione delle larghezze può essere indice di un maggior sviluppo della reazione ausferritica [4], dal momento che questa prevede la diminuzione della quantità di austenite ritenuta ed un suo arricchimento di C. Per questo motivo, al calo di intensità dei picchi  $\gamma(200)$ ,  $\gamma(220)$  e  $\gamma(311)$  si assiste ad un loro graduale allargamento. La posizione dei massimi dei picchi è invece legata alle dimensioni delle cellule cristalline, e quindi al contenuto dei soluti interstiziali. Elevati contenuti di carbonio all'interno dei reticoli causano l'ingrossamento delle cellule austenitiche e spostano il picco di diffrazione a valori dell'angolo  $2\theta$  inferiori [4] [5] [6].

Le tabelle 5.1 e 5.2 riportano i valori di frazione volumetrica di austenite ( $X_\gamma$ ) e il contenuto di carbonio calcolato secondo l'equazione 4.5 del capitolo 4 ( $C_\gamma$ ). I contenuti di carbonio determinati sono stati confrontati con le curve Ae1, Ae3, T<sub>0</sub> e T<sub>0</sub>', calcolate per un generico acciaio Fe - xC - ySi, mediante l'utilizzo del programma MatCalc e il database mc\_sample\_fe.tdb (Fig. 5.16).

CICLO	A1	A2	A3	A4	A5
Temperatura di austempering [°C]	390	350	300	285	250
$X_\gamma$ [%]	25	22,8	13,5	5,4	9,2
$C_\gamma$ (%)	1,54	1,7	1,74	1,68	1,52

Tabella 5.1 : Frazione volumetrica di austenite e suo contenuto di C alle varie temperature di austempering per i provini austenitizzati a 820 °C

CICLO	B1	B2	B3	B4	B5
Temperatura di austempering [°C]	390	350	300	285	250
$X_\gamma$ [%]	19,6	20,3	10,8	11,1	10,4
$C_\gamma$ (%)	1,66	1,68	1,66	1,59	1,46

Tabella 5.2 : Frazione volumetrica di austenite e suo contenuto di C alle varie temperature di austempering per i provini austenitizzati a 890 °C

In accordo con il fenomeno di reazione incompleta descritta nei capitoli introduttivi [1], i punti sperimentali nel grafico 5.16 al termine dei trattamenti si posizionano in prossimità delle curve  $T_0$  e  $T_0'$  piuttosto che  $Ae_3$ .

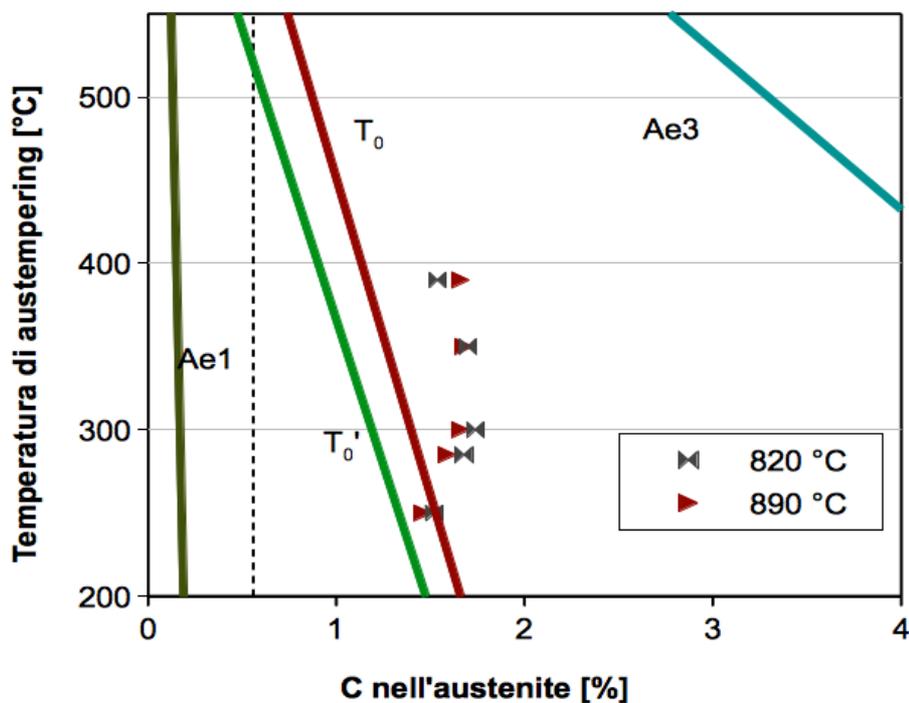


Fig. 5.16 : Contenuti di carbonio nell'austenite al termine dei trattamenti termici e confronto con le curve  $Ae_1$ ,  $Ae_3$ ,  $T_0$  e  $T_0'$  calcolate per un acciaio Fe - xC - ySi

La posizione dei punti oltre le curve  $T_0$  e  $T_0'$  può essere causata dalla presenza di carburi all'interno della microstruttura. Questi abbassano localmente il contenuto di carbonio dell'austenite, spostando le curve  $T_0$  e  $T_0'$  reali verso destra e permettendo un maggior sviluppo della fase aciculare e l'arricchimento in carbonio dell'austenite.

La regola della leva applicata alla curva  $T_0$  permette di stimare la frazione volumetrica dell'austenite al completamento della reazione [7]. Per un acciaio idealmente bifasico, essa può essere determinata come in equazione 5.1 [2]

$$V_\gamma = \frac{(X_\alpha - X_0)}{(X_\alpha - X_\gamma)} \quad (5.1)$$

dove  $X_0$  è la concentrazione totale di carbonio presente nell'acciaio,  $X_\alpha$  quella di paraequilibrio della ferrite aciculare e  $X_\gamma$  la composizione dell'austenite. In figura 5.17 è mostrata la curva calcolata applicando l'equazione 5.1 alla curva  $T_0$  e i punti sperimentali ottenuti mediante analisi XRD. Per il calcolo della retta analitica si sono considerati i valori di  $X_\alpha$  e  $X_\gamma$  estrapolati rispettivamente dalle curve Ae1 e  $T_0$  del grafico di figura 5.16.

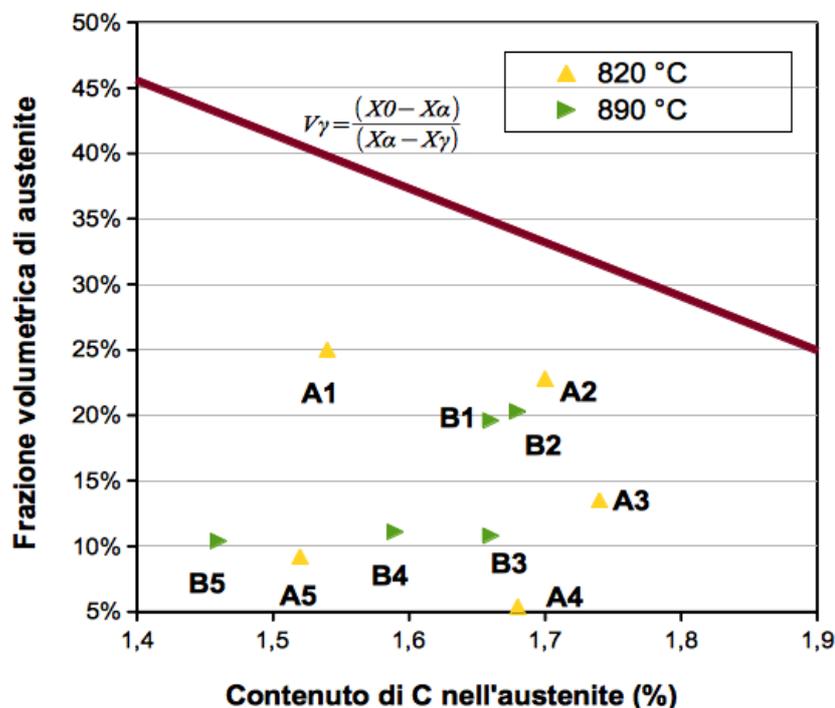


Fig. 5.17 : Frazione volumetrica di austenite in funzione del contenuto di carbonio

Nel calcolo della frazione volumetrica dell'austenite mediante diffrattometria, le fonti di errore permettono solitamente una differenza non trascurabile tra i valori teorici e quelli sperimentali [4][2]. L'orientamento preferenziale dei grani dovuto alla lucidatura, i non allineamenti strumentali e i possibili spostamenti dei campioni durante la prova sono le comuni fonti di errore durante l'analisi XRD. In precedenti lavori [2], la differenza tra i valori sperimentali e analitici, seguendo simili metodiche, è stata approssimativamente del 6% nel caso di un acciaio al silicio ausferritico in assenza di carburi e martensite.

Marcati scostamenti dei punti sperimentali dalla retta del grafico 5.17 possono essere dovuti alla formazione di martensite durante il raffreddamento a temperatura ambiente. In presenza di martensite, il contenuto di carbonio totale  $X_0$  della lega si ripartisce nelle varie fasi secondo la formula 5.2

$$X_0 = X_\gamma V_\gamma + X_\alpha V_\alpha + X_{\alpha'} V_{\alpha'} \quad (5.2)$$

Dove  $V_\gamma$ ,  $V_\alpha$  e  $V_{\alpha'}$  sono le frazioni volumetriche rispettivamente dell'austenite, della ferrite e della martensite e  $X_\gamma$ ,  $X_\alpha$ ,  $X_{\alpha'}$  le frazioni in peso di C. Negli acciai idealmente ausferritici il termine  $X_{\alpha'} V_{\alpha'}$  può essere trascurato,  $X_\alpha V_\alpha$  è pressochè costante e l'equazione 5.2 può essere semplificata come segue [8]

$$X_0 = X_\gamma V_\gamma \quad (5.3)$$

Per questo motivo, in un acciaio ausferritico, ad un aumento della frazione volumetrica di austenite dovrebbe corrispondere una diminuzione del suo contenuto di carbonio (equazione 5.3). Le tabelle 5.1 e 5.2 mostrano che, in alcuni casi, questo andamento non è rispettato. La formazione di martensite prevede necessariamente un consumo dell'austenite e quindi la diminuzione della frazione volumetrica della fase  $\gamma$ . Le due fasi sono caratterizzate dallo stesso contenuto di carbonio [2][9] e quindi l'aumento della frazione di  $\alpha'$  comporta la diminuzione della frazione di austenite senza che quest'ultima subisca variazioni nella sua composizione chimica[9]. Per questo motivo i punti sperimentali di figura 5.17 si discostano tanto più dalla retta di equazione 5.1 tanto maggiore è la frazione di martensite formata per raffreddamento a temperatura

ambiente.

Per valutare la trasformazione dell'austenite in martensite per deformazione plastica, si sono effettuate le prove XRD anche sulle superfici deformate dei campioni trattati A1 e B1 dopo la prova di trazione. Gli spettri messi a confronto nelle figure 5.18 e 5.19 si mostrano completamente diversi tra loro. I picchi  $\gamma(200)$ ,  $\gamma(220)$  e  $\gamma(311)$  del campione deformato sono risultati diminuiti in intensità, ad indicare l'abbassamento della frazione volumetrica di austenite per effetto del carico di deformazione applicato. Le frazioni volumetriche dell'austenite nei due campioni prima e dopo la prova di trazione sono riassunti in tabella 5.3.

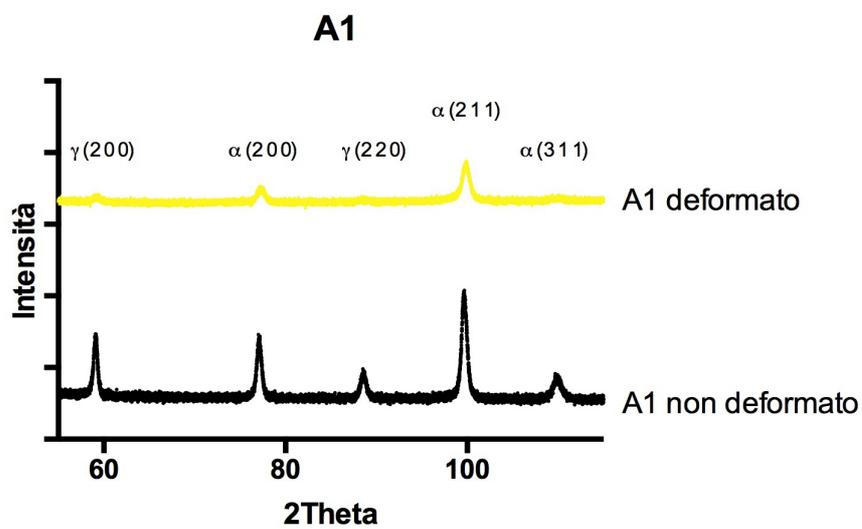


Fig. 5.18 : Spettri XRD dei campioni trattati A1 prima e dopo la deformazione

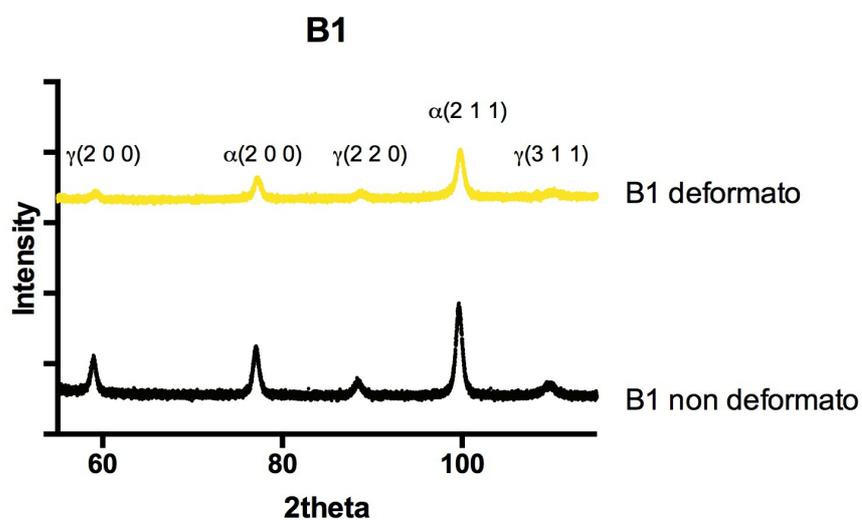


Fig. 5.19 : Spettri XRD dei campioni trattati B1 prima e dopo la deformazione

<b>Campione</b>	<b>A1 non deformato</b>	<b>A1 deformato</b>	<b>B1 non deformato</b>	<b>B1 deformato</b>
<b>V<math>\gamma</math> (%)</b>	25	9,8	19,6	12,3

*Tabella 5.3: Frazioni volumetriche dei campioni deformati e non deformati trattati secondo i cicli A1 e B1*

Per il campione del ciclo A1 vi è stata una diminuzione del contenuto di austenite più accentuata rispetto al campione trattato B1. Nel primo caso la variazione della frazione volumetrica di fase  $\gamma$  è stata di circa il 15%, nel secondo caso del 7 %.

## 5.2 Prove Meccaniche

### 5.2.1 Prove di durezza Rockwell

I risultati delle prove di durezza misurate sul testimone di tornitura delle provette destinate alla prova di trazione sono riassunti in Tabella 5.4 e Tabella 5.5 e in figura 5.20 e 5.21 vengono riportati gli andamenti in funzione della temperatura di austempering.

CICLO	Non trattato	A1	A2	A3	A4	A5
HRC	33 ± 1	36 ± 1	42 ± 1	47 ± 2	51 ± 2	52 ± 1

Tabella 5.4 : Durezze HRC per i vari cicli di austempering per i campioni austenitizzati a 820 °C

CICLO	Non trattato	B1	B2	B3	B4	B5
HRC	33 ± 1	36 ± 2	41 ± 2	48 ± 2	52 ± 2	52 ± 1

Tabella 5.5 : Durezze HRC per i vari cicli di austempering per i campioni austenitizzati a 890 °C

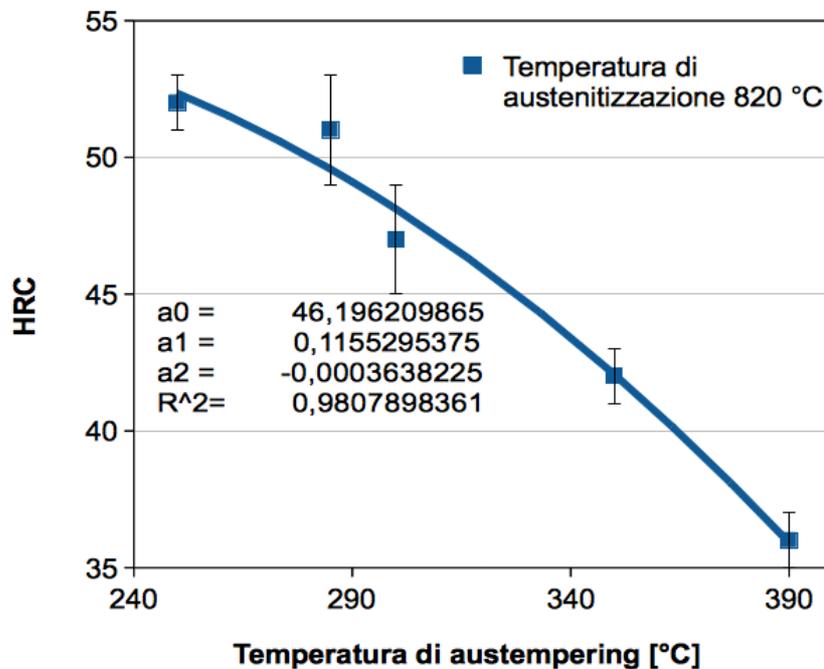


Fig. 5.20 : Andamento della durezza in funzione della temperatura di austempering dei campioni della serie A austenitizzati a 820 °C

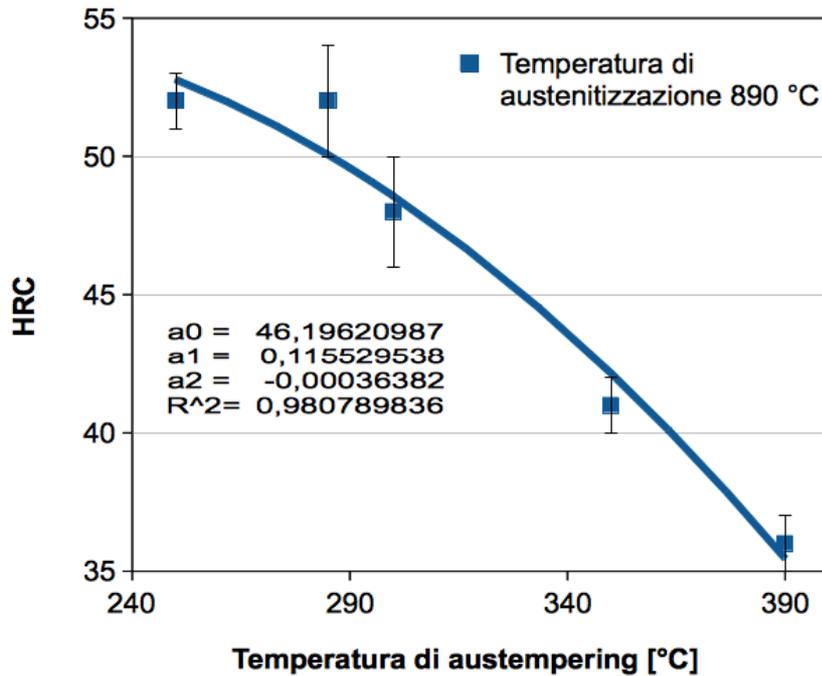


Fig. 5.21 : Andamento della durezza in funzione della temperatura di austempering dei campioni della serie B austenitizzati a 890 °C

L'incremento della durezza del materiale, al diminuire della temperatura di austempering è attribuibile ad un maggior affinamento strutturale, il quale impedisce lo scorrimento delle dislocazioni e ne comporta un maggior addensamento ai bordi di grano [1]. Questo permette al materiale di possedere elevate proprietà resistenziali.

### 5.2.2 Prove di trazione

Le tabelle 5.6 e 5.7 riassumono i risultati ottenuti dalle prove di trazione per le provette trattate alle varie temperature di austempering e alle due differenti condizioni di austenitizzazione. L'andamento delle tensioni di snervamento in funzione della durezza ottenuta è rappresentato in figura 5.22 e 5.23.

La dipendenza della tensione di snervamento in funzione dei costituenti strutturali nei materiali di austempering è stata proposta per le ADI da Haryen et al. [10] mediante l'espressione 5.3

$$\sigma_y = \sigma_0 + Ad^{-1/2} + BX_\gamma \quad (5.3)$$

dove  $\sigma_y$  è la tensione di snervamento,  $d$  è la dimensione del piatto di ferrite,  $X_\gamma$  la frazione volumetrica di austenite,  $A$ ,  $B$  e  $\sigma_0$  sono costanti. Al diminuire della temperatura di austempering, l'affinamento microstrutturale permette dunque di ottenere elevati carichi di snervamento. Il carico di rottura, invece, è spesso correlato al suo rapporto con  $R_{p0.2}$ , e può variare a seconda del grado di incrudimento dei materiali durante la prova di trazione [1]. I rapporti  $R_{p(0.2)}/R_m$  sono stati calcolati essere di circa 0,8 per tutti i cicli ad eccezione di A1 e B1 (evidenziati in rosso nella figura 5.24) per i quali il valore è di ca. 0,7.

<i>CICLO</i>	<i>Temperatura di austempering (°C)</i>	<i>R<sub>m</sub> (MPa)</i>	<i>R<sub>p02</sub> (MPa)</i>	<i>Allungamento a rottura (%)</i>
<i>Bonificato</i>	/	1083 ± 7	652 ± 7	11 ± 1
<i>A1</i>	390	1110 ± 37	777 ± 21	10 ± 2
<i>A2</i>	350	1215 ± 65	952 ± 80	16 ± 2
<i>A3</i>	300	1529 ± 40	1221 ± 38	11 ± 1
<i>A4</i>	285	1683 ± 55	1321 ± 54	10 ± 1
<i>A5</i>	250	1884 ± 216	1496 ± 175	3 ± 1

Tabella 5.6 : Risultati delle prove di trazione per i campioni austenitizzati a 820 °C e austemperati secondo i vari cicli

<i>CICLO</i>	<i>Temperatura di austempering (°C)</i>	<i>R<sub>m</sub> (MPa)</i>	<i>R<sub>p02</sub> (MPa)</i>	<i>Allungamento a rottura (%)</i>
<i>Bonificato</i>		1083 ± 7	652 ± 7	11 ± 1
<i>B1</i>	390	1139 ± 16	779 ± 80	18 ± 4
<i>B2</i>	350	1179 ± 66	923 ± 40	17 ± 3
<i>B3</i>	300	1504 ± 34	1192 ± 29	11 ± 1
<i>B4</i>	285	1707 ± 48	1357 ± 46	9 ± 0
<i>B5</i>	250	1792 ± 123	1329 ± 135	3 ± 1

Tabella 5.7 : Risultati delle prove di trazione per i campioni austenitizzati a 890 °C e austemperati secondo i vari cicli

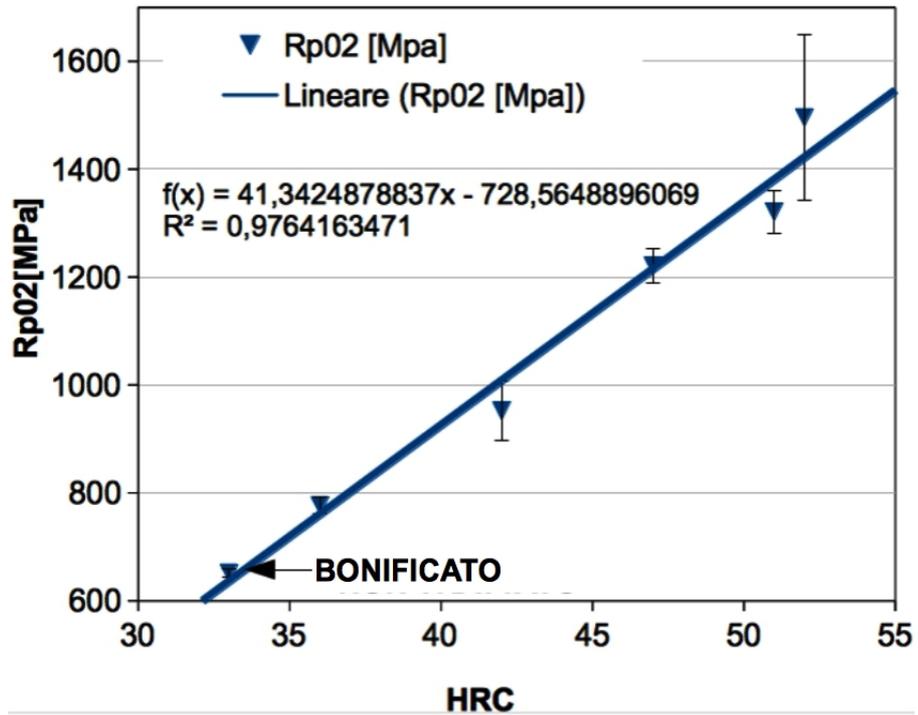


Fig. 5.22 : Andamento della tensione di snervamento in funzione della durezza per i campioni austenitizzati a 820 °C

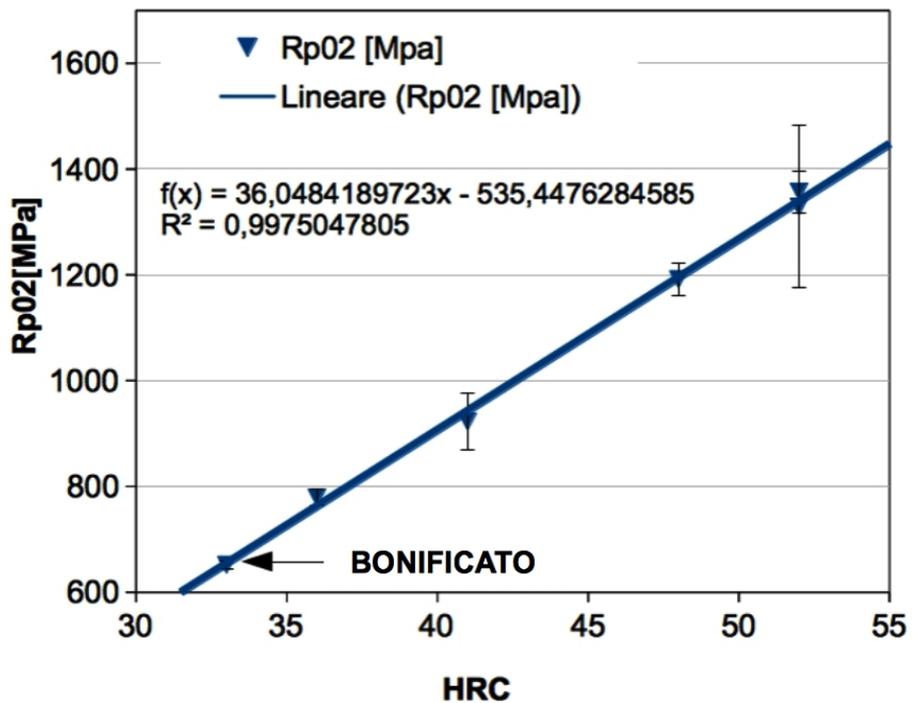


Fig. 5.23 : Andamento della tensione di snervamento in funzione della durezza per i campioni austenitizzati a 890 °C

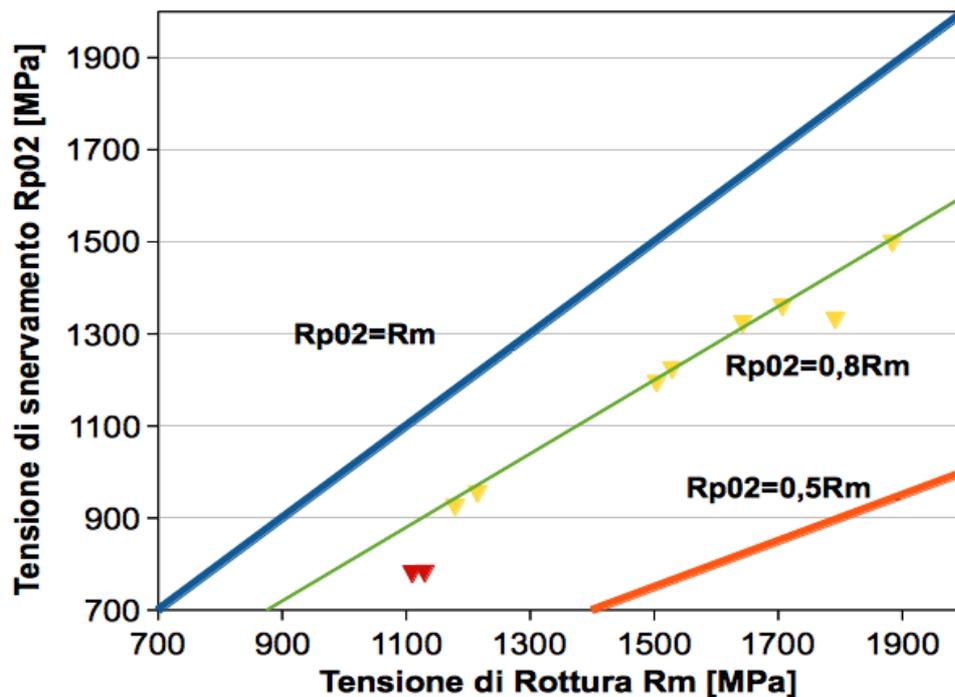


Fig. 5.24 : Tensione di snervamento verso la tensione di rottura al termine dei trattamenti termici. Evidenziati in rosso i punti appartenenti ai cicli A1 e B1.

I grafici delle figure 5.25 e 5.26 mostrano l'andamento degli allungamenti a rottura in funzione delle durezze ottenute. Per questa valutazione non si sono considerati i risultati ottenuti per cicli A5 e B5, caratterizzati da una struttura martensitica. Si nota che l'allungamento alla rottura decresce all'aumentare della durezza. La possibilità da parte delle dislocazioni di muoversi all'interno del reticolo cristallino è associato ad una buona capacità del materiale ad allungarsi e ad avere quindi buona duttilità [8]. L'affinamento microstrutturale ottenibile al diminuire della temperatura di austempering, riducendo la mobilità delle dislocazioni, comporta un rafforzamento del materiale e quindi incrementa la resistenza e durezza e riduce la duttilità [8]. Ciò nonostante, per valori di 52 HRC si sono ottenuti degli ottimi allungamenti (9-10%) per entrambe le condizioni di austenitizzazione, indice dell'effetto benefico della struttura ausferritica sia sulla resistenza che sulla duttilità dell'acciaio.

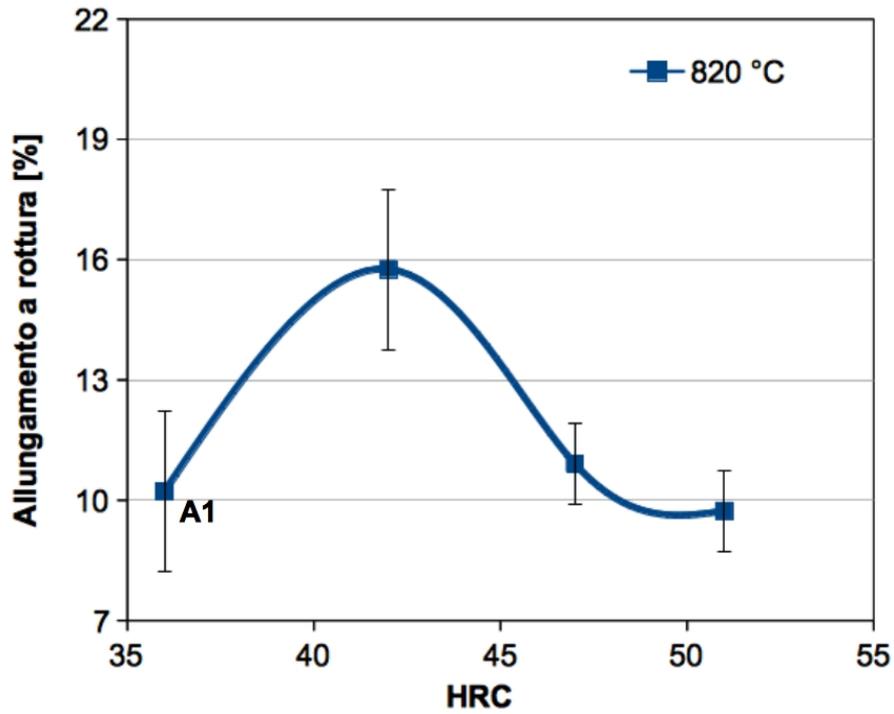


Fig. 5.25 : Andamento degli allungamenti a rottura in funzione della durezza ottenuta alle varie temperature di austempering, per i campioni austenitizzati a 820 °C

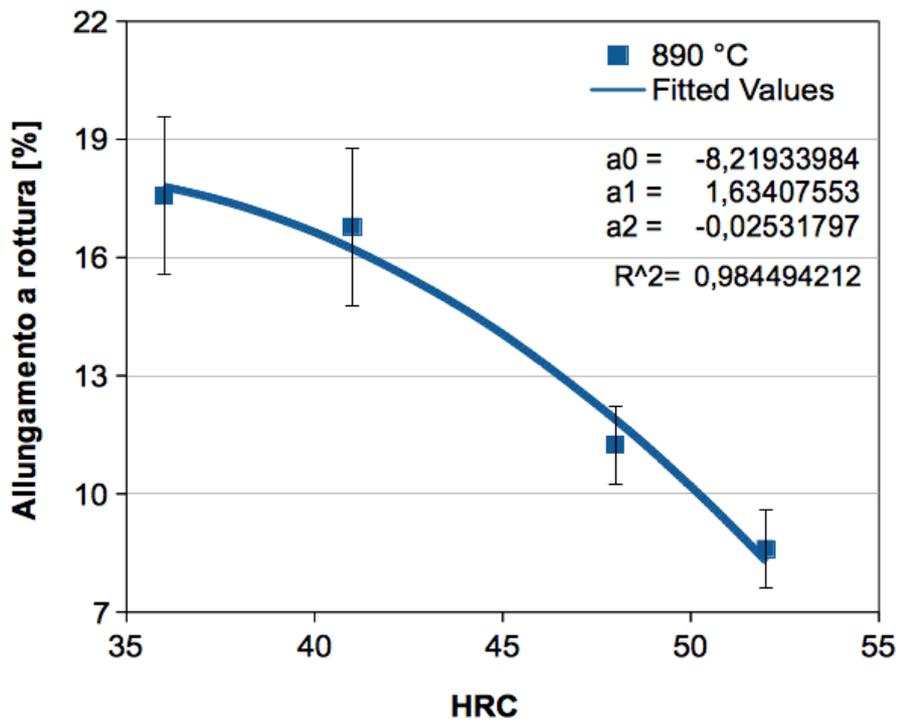


Fig. 5.26 : Andamento degli allungamenti a rottura in funzione della durezza ottenuta alle varie temperature di austempering, per i campioni austenitizzati a 890 °C

Il grafico di figura 5.25 mostra che, nel caso dei provini austenitizzati a 820 °C, l'allungamento cresce al diminuire della durezza fino al valore di 42 HRC e poi decresce drasticamente ad una durezza di 36 HRC (punto A1 evidenziato). Per giustificare la differenza di allungamento tra i cicli A1 e B1, sono state graficate le porzioni delle curve vere sforzo-deformazione che vanno dalla tensione di snervamento a quella di rottura dei due provini trattati A1 e B1 (Fig. 5.27).

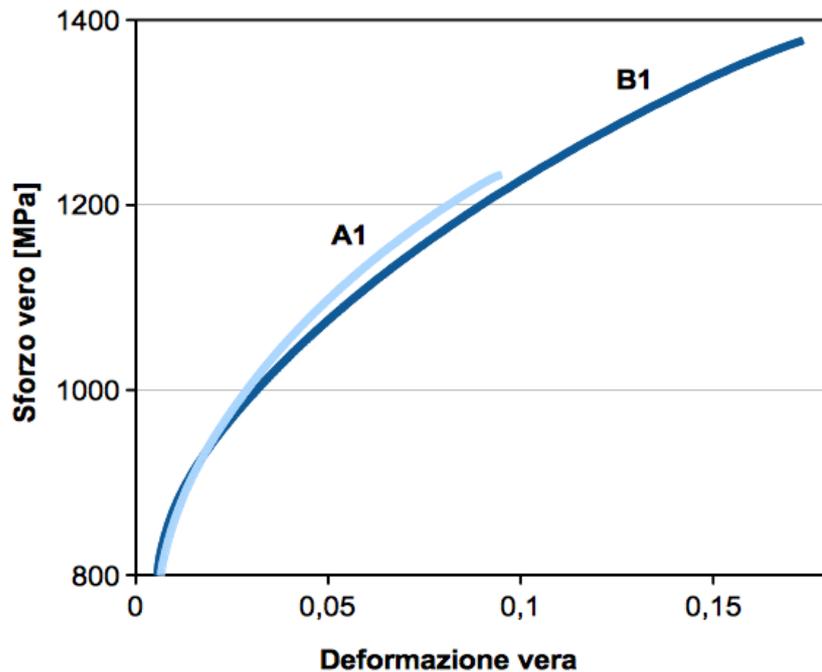


Fig. 5.27 : Curva vera sforzo-deformazione per i cicli A1 e B1

Le curve seguono l'andamento omoloniano di equazione 5.4 [11]

$$\sigma = K \varepsilon^n \quad (5.4)$$

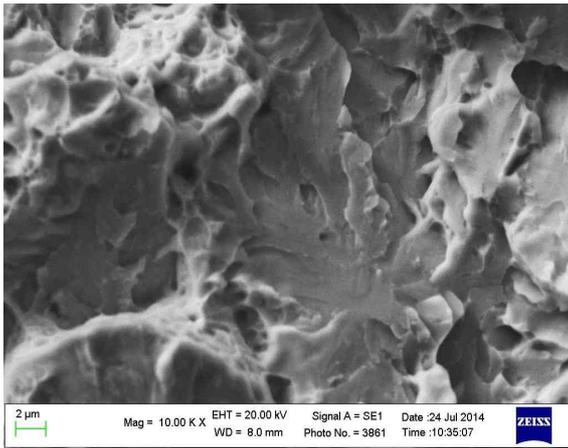
Si osserva dal grafico come il campione trattato A1 sia caratterizzato da un maggior rafforzamento a seguito della deformazione rispetto a quello trattato B1. Il plot dei punti sperimentali in un grafico  $\log \sigma - \log \varepsilon$  ha permesso la valutazione del coefficiente di incrudimento  $n$ . I valori calcolati sono di 0,145 nel caso dei campioni trattati B1 e 0,162 per quelli trattati A1. Questa differenza può essere imputata alla trasformazione dell'austenite in martensite durante la deformazione plastica, maggiore per i campioni A1 rispetto ai campioni B1. La formazione di martensite, infatti determina un innalzamento

del coefficiente  $n$  mano a mano che la deformazione procede [8] [12] [13]. All'aumento della frazione volumetrica di martensite, inoltre, corrisponde una riduzione della quantità di austenite residua e questo può portare ad una diminuzione della duttilità del materiale. E' necessaria dunque una frazione di austenite residua ottimale affinché la formazione della martensite non determini una drastica riduzione della duttilità dell'acciaio trattato [14][15]. Le analisi microstrutturali mediante color metallography (Fig. 5.13 a) e l'XRD (Tabella 5.3) hanno mostrato che nel caso dei campioni trattati A1 vi è stata una maggior riduzione della frazione austenitica a seguito della prova di trazione (ca. 15%) dovuta all'elevata quantità di austenite ritenuta al termine del trattamento termico (~ 25%).

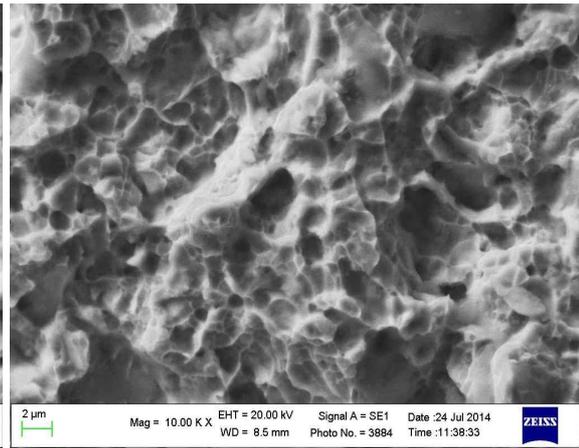
### 5.2.3 Frattografie

Le immagini delle analisi frattografiche effettuate al SEM sono riportate in Fig 5.28-5.32. Passando dai cicli A1 e B1 ai cicli A5 e B5 (al diminuire quindi della temperatura di austempering) si nota innanzitutto la riduzione della dimensione dei microvuoti (dimples) che causano il collasso per trazione, indice di strutture più fini ottenute al termine dei trattamenti. In generale, le superfici analizzate hanno mostrato delle modalità di frattura miste (duttile e fragile). Questo è in accordo con quanto osservato nelle microstrutture al microscopio ottico, nelle quali si sono osservate zone più o meno estese di martensite, formatesi a seguito del raffreddamento o indotte da deformazione plastica durante la prova di trazione (Fig 5.8 - Fig 5.13).

I comportamenti a frattura dei campioni A1 e B1 sono completamente diversi fra loro ma coerenti con i dati di allungamento percentuale registrati dalle prove di trazione. I campioni A1, infatti, sono caratterizzati da una frattura sostanzialmente fragile con ampie zone di clivaggio ed i campioni B1, invece, da una morfologia di frattura duttile (Fig. 5.28). I campioni trattati secondo i cicli A2 e B2 mostrano un comportamento a frattura prevalentemente duttile con la comparsa di numerosi microvuoti orientati nella direzione dello sforzo applicato (Fig. 5.29). I campioni trattati A3, B3, A4, B4 mostrano zone in cui sono presenti morfologie di frattura duttile e fragile (Fig. 5.30 e 5.31). Le superfici dei provini relativi ai cicli A5 e B5 hanno invece mostrato un frattura sostanzialmente fragile con ampie zone caratterizzate da clivaggio (Fig. 5.32).

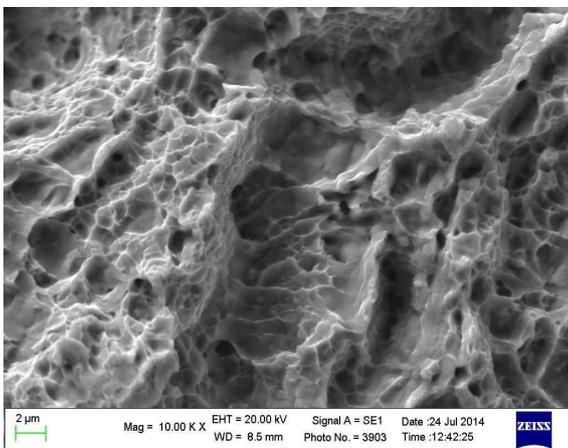


A1

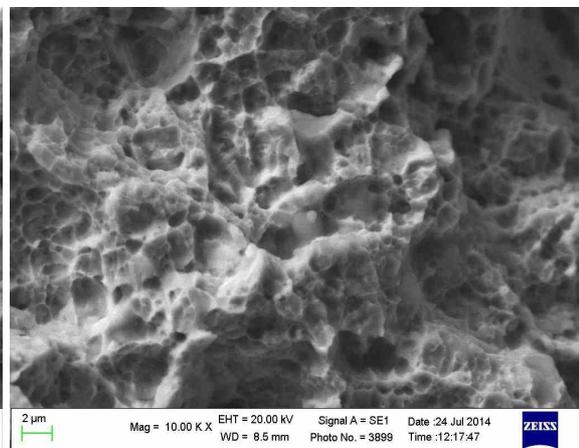


B1

Fig. 5.28 Superfici di frattura dei campioni trattati A1 e B1

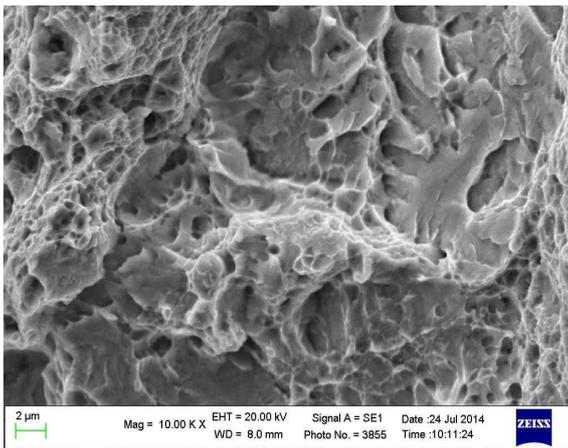


A2

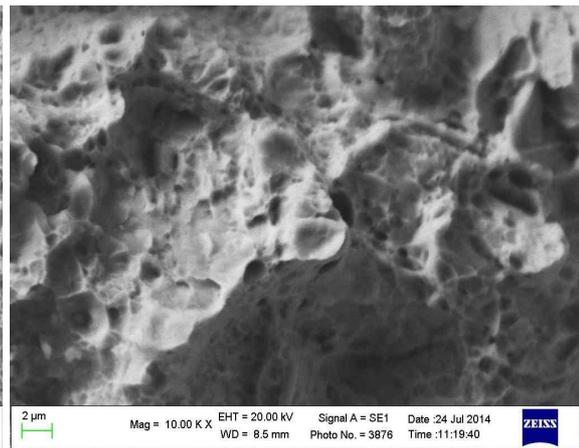


B2

5.29: Superfici di frattura dei campioni trattati A2 e B2

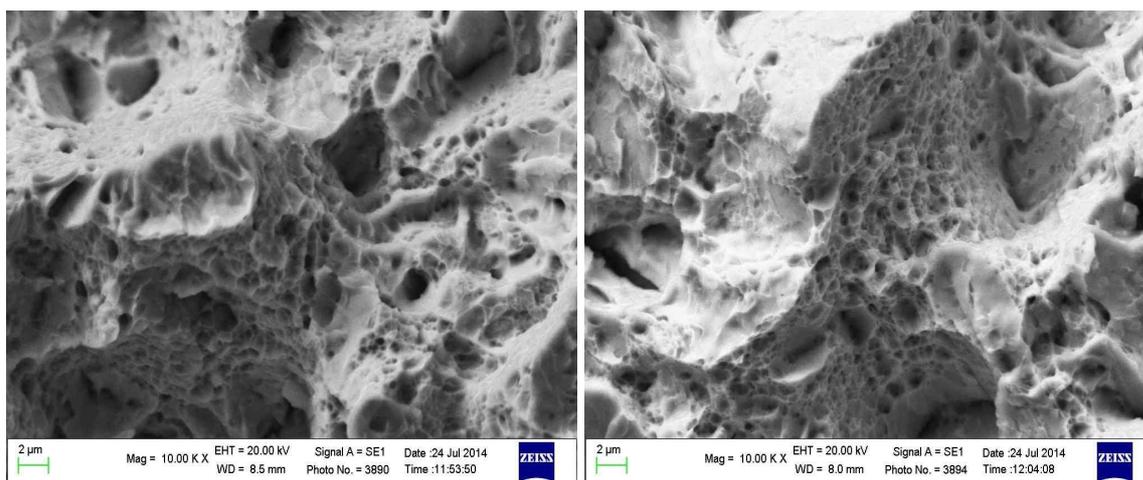


A3



B3

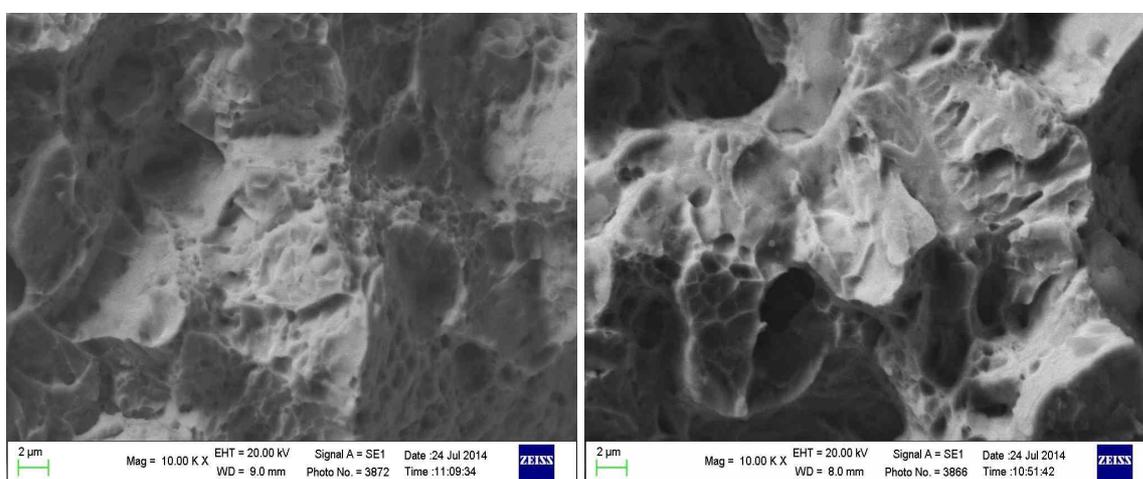
5.30 Superfici di frattura dei campioni trattati A3 e B3



A4

B4

5.31 Superfici di frattura dei campioni trattati A4 e B4



A5

B5

5.32 Superfici di frattura dei campioni trattati A5 e B5

#### 5.2.4 Prove di resilienza

La tabella 5.8 riporta i risultati della prova ad impatto su provini intagliati a V al termine di ogni ciclo di austempering, esclusi quelli corrispondenti ai trattamenti A5 e B5 per i quali si è ottenuta una struttura a prevalenza martensitica. Per tutti i cicli effettuati, la resilienza è stata notevolmente migliorata a seguito del trattamento di austempering, fino a valori del 600 % nel caso del trattamento B2.

CICLO	Temperatura di austempering (°C)	KV +23 °C (J)	KV -20 °C (J)	KV -40 °C (J)
Bonificato	/	4,9	4,2	3,2
A1	390	11,73 ± 0,20	7,05 ± 0,15	5,83 ± 0,10
A2	350	28,5 ± 2,1	8,47 ± 0,25	10,07 ± 1,40
A3	300	24,93 ± 1	17,70 ± 1	16,07 ± 2,65
A4	285	19,70 ± 0,2	17,03 ± 2,60	13,93 ± 1,15
B1	390	28,90 ± 1,80	8,73 ± 0,60	6,83 ± 0,10
B2	350	33,73 ± 0,65	16,97 ± 2,05	12,30 ± 1,40
B3	300	22,57 ± 0,40	18,70 ± 0,85	13,67 ± 2,40
B4	285	22,90 ± 1,10	15,67 ± 1,05	14,00 ± 0,40

Tabella 5.8: Risultati delle prove di resilienza a temperatura ambiente, -20°C e -40°C dei provini trattati secondo i vari cicli di austempering

Nelle figure 5.33 e 5.34 sono riportati gli andamenti delle resilienze a temperatura ambiente in funzione delle durezza ottenute. Per entrambe le condizioni di austenitizzazione, si assiste all'aumento dell'energia assorbita durante l'impatto al diminuire della durezza, fino al raggiungimento di un massimo oltre il quale le resilienze decadono. La crescita osservata fino a valori di 40-42 HRC può essere attribuita, come nel caso dell'allungamento a rottura, ad una maggior grossolanità microstrutturale caratterizzante gli acciai di bassa durezza, il che favorisce una maggior capacità di deformazione plastica e un' elevata energia di assorbimento degli urti. Il decadimento dei valori di resilienza oltre il massimo può essere dovuto alla formazione di martensite durante la deformazione plastica a seguito dell'impatto [16]. Le basse durezza sono state ottenute per austempering dei campioni a 390 °C, nei cicli A1 e B1. La color metallography e le analisi XRD su questi cicli hanno confermato la formazione di martensite a seguito della deformazione plastica dovuta alla trazione ed è quindi ragionevole pensare che un simile fenomeno sia occorso per la deformazione dei provini durante la prova di resilienza. Nel caso del trattamento A1, si osserva un calo netto di ca. 17 Joule dell'energia assorbita dopo il raggiungimento del massimo, mentre per il ciclo B1, il decadimento è di solo 4 Joule. Le analisi microstrutturali e l'XRD (tabella 5.3) hanno rilevato nel primo caso che l'elevata frazione volumetrica di austenite *blocky* ritenuta al termine del trattamento è stata responsabile della formazione di circa il 15% di

martensite per deformazione plastica. Nel secondo caso il fenomeno è stato osservato essere meno marcato, con un minor sviluppo di martensite (circa 7%).

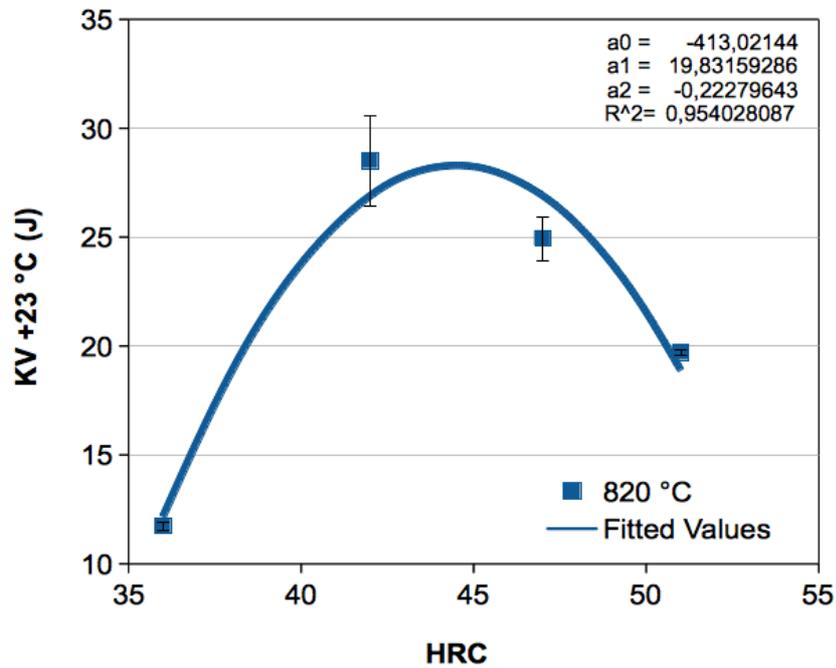


Fig. 5.33 : Andamento della resilienza a temperatura ambiente in funzione della durezza ottenuta per i campioni della serie A austenitizzati a 820 °C

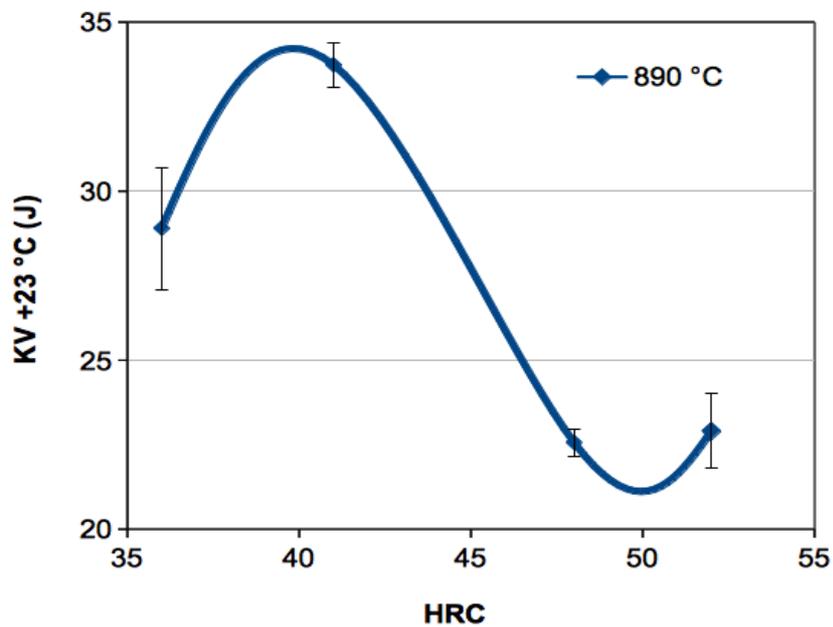


Fig. 5.34 : Andamento della resilienza a temperatura ambiente in funzione della durezza ottenuta per i campioni della serie B austenitizzati a 890 °C

Dai valori della tabella 5.8 si osserva che i test effettuati alle temperature di -20 e -40 °C hanno portato ad ottenere valori di resilienza più bassi rispetto a quelli effettuati a temperatura ambiente. Questo fenomeno è spesso associato all'instabilità dell'austenite alle più basse temperature, fattore che provoca la sua trasformazione in martensite [16] [17], infragilendo il materiale e abbassandone la resistenza all'impatto. Il fenomeno è più accentuato quanta più frazione austenitica di tipo “*blocky*” è ritenuta nella microstruttura dopo il raffreddamento del provino a temperatura ambiente [18]. Si ricorda che l'austenite di questa morfologia è più instabile di quella di tipo “*film*” ed ha quindi una maggior probabilità di incorrere a trasformazione martensitica durante l'ulteriore raffreddamento sotto 0 °C. I più bassi valori di resilienza ottenuti per i cicli A1 e B1 alle temperature di -20 e -40 °C possono essere quindi dovuti alla gran quantità di austenite rilevata alle analisi XRD (tabelle 5.1 e 5.2). Gli istogrammi delle figure 5.35 mostrano il confronto dei valori di resilienza ottenuti alle diverse temperature di prova.

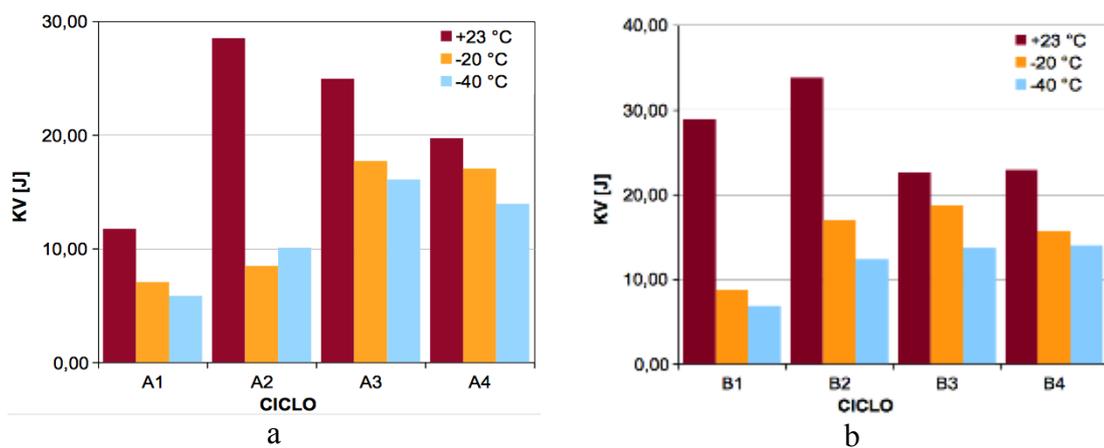


Fig. 5.35 : Energia assorbita durante la prova di resilienza alla temperatura di +23, -20, -40 °C per i vari cicli di austempering dopo austenitizzazione a 820 °C(a) e 890 °C (b)

Si nota che la resilienza alle basse temperature sembra avere un andamento pressochè crescente passando dai cicli A1 a A4 e da B1 a B4. Ciò è in opposizione all'andamento ottenuto per le prove a temperatura ambiente e questo fa sì che i cicli A3, A4, B3 e B4 abbiano subito un calo meno drastico di tenacità dovuto al raffreddamento sottozero. Le basse temperature di trattamento portano ad ottenere strutture più fini (Fig. 5.3 e 5.4) e favoriscono il maggior sviluppo di austenite arricchita in carbonio di tipo “*film*” piuttosto che di quella instabile di tipo “*blocky*”. Per questo motivo, per trattamento termico

secondo i cicli A4 e B4 a temperatura ambiente si sono ottenute minori resilienze, ma al contempo è stato possibile garantire un minimo decadimento di tenacità a seguito del raffreddamento del materiale fino alla temperatura di  $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

### 5.2.5 Prove di usura

Nelle figure 5.36 e 5.37 sono rappresentati gli andamenti del volume di materiale rimosso in funzione della distanza percorsa dal materiale sottoposto alla prova di usura. Non si sono apprezzate grandi differenze nei valori delle pendenze delle rette. Ciò potrebbe essere attribuibile al basso carico applicato ( $0,7\text{N}$ ), il che non permette di ottenere una apprezzabile variazione dei tassi di usura (Tabella 5.9 e 5.10) per i vari trattamenti.

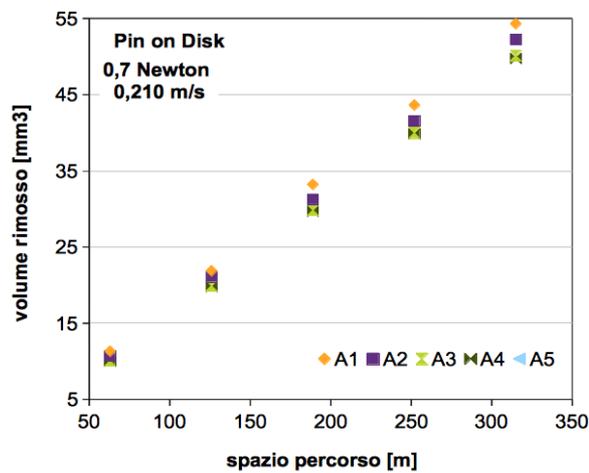


Fig. 5.36: Volume rimosso in funzione dello spazio percorso durante la prova per usura “Pin on Disk” per i campioni della serie A austenitizzati a  $820\text{ }^{\circ}\text{C}$

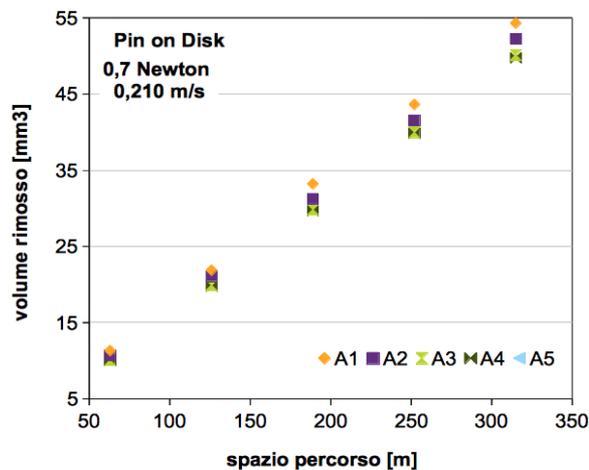


Fig. 5.37: Volume rimosso in funzione dello spazio percorso durante la prova per usura “Pin on Disk” per i campioni della serie B austenitizzati a  $890\text{ }^{\circ}\text{C}$

CICLO	A1	A2	A3	A4	A5
W (mm <sup>3</sup> /m)	0,171	0,164	0,159	0,158	0,148

*Tabella 5.9 : Tasso di usura dei campioni austemperati alle varie temperature di austempering dopo austenitizzazione a 820 °C*

CICLO	B1	B2	B3	B4	B5
W (mm <sup>3</sup> /m)	0,160	0,152	0,152	0,156	0,148

*Tabella 5.10 : Tasso di usura dei campioni austemperati alle varie temperature di austempering dopo austenitizzazione a 890 °C*

L'applicazione del basso carico, inoltre, non ha permesso la trasformazione martensitica dovuta a deformazione nei provini trattati secondo il ciclo A1. Questi, caratterizzati da un'elevata frazione volumetrica di austenite (25 %) mostrano il tasso di usura più elevato.

## Bibliografia

- [1] Bhadeshia, H. K. D. H., Bainite in steels. Transformation, microstructure and properties, IOM, 2001
- [2] ANDERS LINDSTRÖM, Austempered High Silicon Steel Investigation of wear resistance in a carbide free microstructure
- [3] Bayati H, Elliot R., Thermal and mechanical stability of austenite in high Mn ADI, Heat Treating 2000: Proceedings of the 20th Conference, 2001, 578 - 585
- [4] Garcia-Mateo C., Caballero F.G., Miller M.K., Jimenez J.A. , On misurement of carbon content in retained austenite in a nanostructured bainitic steel, Journal of Materials Science, January 2012, Volume 47, Issue 2, pp 1004-1010
- [5] Xiong X.C. et al, The effect of morphology on the stability of retained austenite in a quenched and partitioned steel, Scripta Materialia 68 321–324
- [6] Bhadeshia, H. K. D. H., Case Study: Design of Bainitic Steels
- [7] Ławrynowicz Z., Dymski S., Carbon Concentration of Austenite in Austempered Ductile Iron (ADI), Archives of foundry engineering, Volume 7 Issue 3/2007
- [8] Putatunda S. K., Developement of a high strenght high toughness ausferritic steel, Material Science and Ingeneering, 2009
- [9] Bhadeshia, H. K. D. H., About calculating the characteristic of the martensite-austenite constituent, Proceedings of the international seminar on welding of high strenght pipeline steels, 2013, 99-106
- [10] Harynen K.L., Moore D.J., Rundman K.B, AFS Trans. 98, 1990, 471
- [11] G.E. Dieter , "Mechanical Metallurgy, Mc Graw Hill, 1961
- [12] Gautier E., Zhang J.S., Zhang X.M , Martensitic Transformation under Stress in Ferrous Alloys. Mechanical Behaviour and Resulting Morphologies, Journal de Physique, Volume 5, dicembre 1995
- [13] Timokhina I.B., Hodgson P.D., Pereloma E.V. , Effect of Microstructure on the Stability of Retained Austenite in Transformation-Induced-Plasticity Steels, Metallurgical and materials transaction volume 35A, 2341
- [14] Hulka, Bleck, Papamentellos, Proc. 41st MWSP Conf., ISS-AIME, Baltimore, MD, vol. XXXVII, TMS, Warrendale, PA, 1999, pp. 67-76.
- [15] Brant, Olson, M.L. Brandt and G.B. Olson: Ironmaker and Steelmaker, 1993, vol. 20 (5), pp. 55-60.

[16]Meng, Tagashira, Sohma, Scripta Metall. Vol. 31 no. 7, 1994, pp. 865-868.

[17]Wierszylowski I.A., J. Phys. IV France 7, 1997, (C5) pp. 417-422

[18]Bhadeshia H. K. D.H., Edmonds, Bainite in silicon steel : New composition property approach, Material science and technology, Volume 17, Issue 9 (01 September 1983), pp. 411-419



## CONCLUSIONI

Lo studio ha confermato la possibilità di ottenere una struttura ausferritica nell'acciaio 56SiCr7 evidenziando la necessità di un'accurata scelta dei parametri di trattamento termico, al fine di ottenere nell'acciaio l'opportuna combinazione di proprietà meccaniche. Le analisi microstrutturali hanno mostrato come:

- la quantità di austenite presente nell'acciaio al termine dei trattamenti termici aumenti al ridursi della temperatura di austenitizzazione ed al ridursi del tempo di mantenimento alla temperatura della trasformazione isoterma
- la morfologia dell'ausferrite si affini con il ridursi della temperatura di mantenimento alla temperatura della trasformazione isoterma

I trattamenti effettuati alle temperature di trasformazione di 285 a 300 °C hanno indotto la formazione di microstrutture molto fini con basse frazioni di austenite ritenuta, che hanno determinato incrementi di circa il 180% della resistenza del materiale a parità di allungamenti a rottura rispetto allo stesso acciaio allo stato bonificato. I trattamenti effettuati alle temperature di 350 e 390 °C hanno invece portato allo sviluppo di microstrutture più grossolane, che hanno determinato ridotti incrementi della resistenza ma un incremento di quasi il 200% dell'allungamento a rottura. La sensibile riduzione dell'allungamento a rottura, riscontrata nei campioni sottoposti a trattamento A1, è imputabile alla trasformazione dell'austenite metastabile non trasformata presente nell'acciaio in seguito alla deformazione plastica durante la prova di trazione.

Tutti i trattamenti hanno indotto un incremento sensibile della resilienza a temperatura ambiente fino al 600 % rispetto al materiale di partenza. L'aumento delle proprietà di resistenza agli urti è stato osservato anche alle più basse temperature di prova (-20 e -40 °C) anche se per i campioni trattati secondo il ciclo A1 ed aventi maggiori quantità di austenite non trasformata l'incremento è stato minore.

La resistenza ad usura, testata per bassi carichi, è stata trovata essere funzione della durezza del materiale. I dati ottenuti mostrano che gli acciai ad alto contenuto di silicio possono essere sottoposti a trattamento di austempering, che permette di incrementarne

sia le proprietà resistenziali sia la duttilità e la tenacità. Questi risultati, insieme alla possibilità di riprodurre il trattamento termico in ambito industriale, evidenziano la possibilità di ampliare l'ambito di utilizzo di questa tipologia di acciai.