

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA
DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA INDUSTRIALE
CORSO DI LAUREA IN INGEGNERIA DEI MATERIALI

Tesi di Laurea Magistrale in Ingegneria dei Materiali

(Laurea magistrale DM 270/04 – indirizzo Materiali)

**DEFORMAZIONE ASSISTITA DA CORRENTE DI ACCIAI
INOSSIDABILI BIFASICI**

Relatore: Prof. Irene Calliari

Laureando: CLAUDIO GENNARI

ANNO ACCADEMICO 2015 – 2016

Indice

Scopo della tesi	1
Introduzione	3
Capitolo 1: Effetto elettroplastico	
1.1 Storia	3
1.2 Fenomeni indotti dall'EPE	5
1.3 Effetti secondari	6
1.4 Stato della ricerca	9
Capitolo 2: Acciai inossidabili duplex	
2.1 Classificazione	11
2.2 Metallurgia fisica	12
2.2.1 Elementi alliganti	12
2.2.2 Solidificazione	14
2.2.3 Fasi secondarie	15
2.2.4 Stacking Fault Energy	22
Capitolo 3: Materiali e Metodi	
3.1 Materiale	25
3.2 Preparazione campioni	25
3.3 Generatore di corrente	26
3.4 Regimi termici	26
3.5 Prove di trazione	27
3.6 Caratterizzazione	28
Capitolo 4: Risultati	
4.1 Materiale allo stato di fornitura	31
4.2 SAF2205	35
4.2.1 Prove di trazione	36
4.2.1.1 Velocità di deformazione	36
4.2.1.2 Regimi termici	39
4.2.1.3 Corrente continua e temperatura	41
4.3 SAF2304	44
4.3.1 Prove di trazione	45
4.3.1.1 Velocità di deformazione	45
4.3.1.2 Regimi termici	48
4.3.1.3 Corrente continua e temperatura	50
4.4 Confronti corrente e temperatura	53
Capitolo 5: Discussione	59
Conclusioni	65
Bibliografia	67

Scopo della Tesi

L'argomento di tesi fa parte di un progetto di ricerca più ampio che vede coinvolti i gruppi di ricerca di Ingegneria dei Materiali, Ingegneria Meccanica e Ingegneria Elettrica, afferenti al Dipartimento di Ingegneria Industriale dell'Università di Padova.

Il progetto di ricerca consiste nello studio e nella caratterizzazione dell'*effetto elettroplastico*, con lo scopo di identificare l'influenza dei vari parametri di processo (intensità e regime di corrente, durata e periodo dell'impulso elettrico, velocità di deformazione, etc.) per migliorare la formabilità di alcune leghe metalliche di elevato interesse tecnologico.

L'obiettivo della tesi è lo studio del fenomeno elettroplastico e l'identificazione degli effetti della corrente continua sulla formabilità di acciai inossidabili bifasici SAF2304 e SAF2205 durante la prova di trazione monoassiale.

Inizialmente si è effettuata la caratterizzazione del materiale allo stato di fornitura tramite diffrazione ai raggi X e metallografia per la determinazione della direzione di laminazione e delle frazioni volumetriche di fasi presenti; in seguito si sono condotte delle prove per identificare i regimi termici raggiunti dai campioni attraversati da varie densità di corrente. Si è proceduto poi con le prove di trazione alle densità di corrente precedentemente identificate e ai regimi termici raggiunti dai campioni sotto tensione di modo da separare il possibile effetto elettroplastico da quello prettamente termico. La caratterizzazione dei campioni sottoposti a prova di trazione è stata fatta per mezzo di metallografia ottica ed elettronica.

Introduzione

Capitolo 1: Effetto elettroplastico

1.1 Storia

Le prime ricerche sul ruolo che ha la corrente elettrica durante la deformazione plastica dei metalli risalgono alla metà del secolo scorso in Russia per diffondersi fino agli Stati Uniti nella seconda metà del ventesimo secolo. Al giorno d'oggi molte università e laboratori di ricerca stanno indagando su questo fenomeno di elevato interesse tecnologico.

Nel 1959, Machlin et al. [1] hanno condotto ricerche sull'effetto dell'elettricità sul cloruro di sodio, scoprendo che la corrente elettrica influenza molto le proprietà meccaniche del materiale quali duttilità, sforzo massimo a rottura e sforzo di snervamento. In seguito, Nabarro [2] ha discusso l'effetto della corrente elettrica sui metalli in una parte del suo libro (1967). Nel 1969, Troitskii et al. [3] hanno indagato l'effetto dell'elettricità sul movimento delle dislocazioni studiando il comportamento di diverse leghe di zinco, stagno, piombo e indio, arrivando alla conclusione che impulsi di corrente elettrica durante la deformazione plastica dei materiali riducono significativamente lo sforzo necessario a deformati. Nel 1982 Klimov et al. [4] hanno dimostrato che l'effetto della corrente elettrica sulla struttura del materiale non aveva nulla a che fare con il riscaldamento per effetto Joule. Nel 1988 Xu et al. [5] conducendo analisi microstrutturali hanno scoperto che il passaggio di corrente continua su materiali a base titanio causavano un aumento della velocità di ricristallizzazione della a dimensione media della grana cristallina. In seguito Chen et al. [6, 7] hanno identificato una correlazione tra il flusso di corrente e la precipitazione di composti intermetallici (sistema Sn/Cu e Sn/Ni). Nel 2000, Conrad et al. [8-10] hanno scoperto che impulsi di corrente di durata molto breve e di elevata intensità influenzano la deformazione plastica sia di metalli che di materiali ceramici. Nel 2005 Heigel et al. [11] hanno investigato le modificazioni microstrutturali della lega di alluminio 6061 in seguito all'applicazione di corrente continua.

Negli ultimi anni le ricerche si sono focalizzate su come la corrente elettrica influisca sul comportamento meccanico di diverse leghe metalliche. Nel 2007 Andrawes et al. [12] riuscirono a stabilire che la corrente continua diminuiva drasticamente l'energia necessaria per la deformazione monoassiale in tensione dell'alluminio 6061-T6511 senza un elevato incremento di temperatura. Perkins et al. [13] hanno studiato il comportamento di diverse leghe metalliche deformate in compressione con l'applicazione della corrente elettrica stabilendo che il flusso di elettroni riduce

notevolmente la forza necessaria e aumentando la deformazione a rottura del materiale. Sempre nel 2007, Ross et al. [14] scoprirono che per alcune leghe metalliche l'applicazione di corrente continua durante prove di tensione monoassiale nonostante diminuisse la forza necessaria per la deformazione, limitava anche l'entità massima della deformazione, portando alla rottura prematura del materiale. Nel 2008 Roth et al. [15] sono riusciti ad incrementare la formabilità della lega di alluminio 5754 del 400% applicando corrente elettrica con onda squadra invece che continua. Salandro et al. [16] hanno esaminato l'effetto della corrente pulsata su tre differenti trattamenti termici di due tipi di leghe di alluminio della serie 5000 (5052 e 5083). Più tardi, nel 2009, sempre Salandro et al. [17] hanno scoperto una dipendenza lineare tra la densità di corrente e la durata dell'impulso nel Mg AZ31B-O durante prove di trazione seguite da analisi microstrutturali sulla stessa lega condotte da McNeal et al. [18]. Green et al. [19] sono riusciti ad eliminare completamente lo springback in lamiere di lega di alluminio 6111 grazie ad un singolo impulso di corrente di elevata densità e di durata relativamente breve. Si è riusciti ad aumentare la deformabilità a compressione di leghe di magnesio del 400% sempre grazie all'applicazione di corrente elettrica durante la deformazione [20]. Nel 2009 Salandro e Roth [21] sono riusciti ad incrementare la formabilità della lega di alluminio 5052 riducendo la forza necessaria. Siopis et al. [22] hanno investigato come differenti proprietà microstrutturali influenzano la fattibilità del processo di microestrusione assistito da corrente. In particolare sono arrivati alla conclusione che un materiale con grana più fina favorisce il fenomeno elettroplastico, mentre un materiale a grana più grossa, con minor bordi grano diminuisce l'effetto elettroplastico. In un altro lavoro di Siopis et al. [23] hanno determinato che l'effetto elettroplastico aumenta all'aumentare della densità di dislocazioni presenti nel materiale. Dzialo et al [24] hanno esaminato l'effetto della densità di corrente e del contenuto di zinco durante formatura assistita da corrente di leghe di rame.

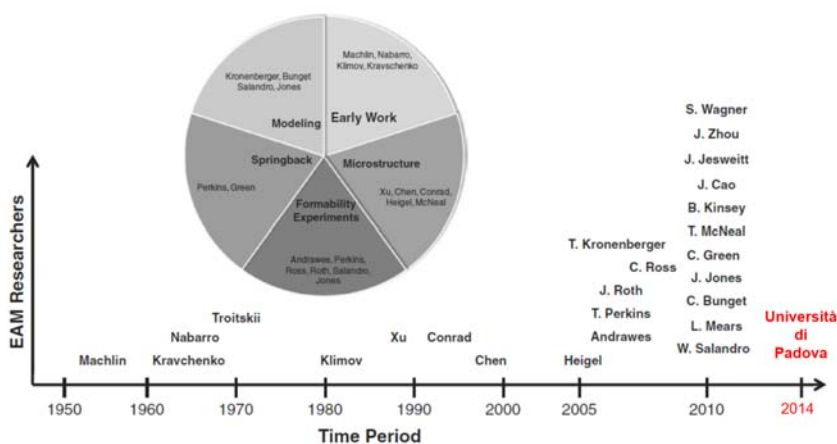


Figura 1.1 Time line dei gruppi di ricerca e delle università straniere che hanno e stanno studiando l'effetto elettroplastico [25]

1.2 Fenomeni indotti dall'EPE

Le teorie più recenti ipotizzano che l'effetto elettroplastico sia causato principalmente dall'interazione tra dislocazioni ed elettroni e sono stati identificati tre effetti che inducono l'EPE:

- *Riscaldamento per effetto Joule localizzato*
- *Vento elettronico*
- *Eccesso di elettroni*

Riscaldamento per effetto joule localizzato

Il riscaldamento per effetto joule localizzato si è ipotizzato che aumenti la mobilità delle dislocazioni contribuendo ai moti diffusivi all'interno del materiale ed è descritto dalla relazione seguente:

$$\Delta T = \frac{\rho \cdot J^2 \cdot t_p}{c_p \cdot d} \quad (1.1)$$

Dove ρ rappresenta la resistività del materiale, J la densità di corrente, t_p la durata dell'impulso di corrente, c_p il calore specifico a pressione costante e d è la densità del materiale. Nonostante nel caso di impulsi di corrente di durata dell'ordine dei μs l'aumento di temperatura non sia sostanziale, a livello microscopico è possibile che la temperatura si alzi notevolmente a causa di variazioni della resistività dovute alla presenza di difetti [15].

Da considerare inoltre il fatto che durante la deformazione plastica l'aumento dei difetti all'interno del materiale causa un aumento della resistività che a corrente costante si traduce in un aumento della temperatura del materiale. E' dunque necessario un sistema di raffreddamento efficace per riuscire a limitare il riscaldamento per effetto Joule e di conseguenza riuscire a separare il contributo termico da quello elettrico durante la deformazione del materiale.

Vento elettronico

L'interazione diretta tra dislocazioni ed elettroni avviene appunto quando gli elettroni introdotti con la corrente impattano direttamente su una dislocazione fornendo energia che sommata a quella meccanica permette il flusso plastico del materiale a sforzi inferiori, migliorandone la deformazione plastica e la duttilità [26]. La forza che la corrente elettrica esercita sul materiale è descritta dalla seguente relazione:

$$F_{ew} = e \cdot n_e \cdot J \cdot \frac{\rho}{N_d} \quad (1.2)$$

Dove F_{ew} rappresenta la forza del vento elettronico (electron wind) per dislocazione di lunghezza unitaria, e è la carica dell'elettrone, n_e è la densità elettronica, $\frac{\rho}{N_d}$ è la resistività specifica per lunghezza unitaria di dislocazione con N_d densità di dislocazioni.

Eccesso di elettroni

L'eccesso di elettroni favorisce il rompersi e il riformarsi dei legami propri del metallo, favorendo la deformazione plastica e la duttilità del materiale [27]. Il cambio di struttura elettronica, inoltre, in corrispondenza di difetti può essere un fattore molto importante per l'instaurarsi del fenomeno elettroplastico. È risaputo che il riarrangiamento degli elettroni nella banda di conduzione durante la deformazione plastica causa una variazione locale nella simmetria elettronica, di conseguenza oltre ad interazioni di tipo elastico e di dipolo elettrico, è possibile che gli elettroni interagiscano anche con i legami non saturati che potrebbero esistere in alcune dislocazioni. [28]

Nonostante si sia osservato che i materiali con struttura cristallina cubica a corpo centrato sono più pronti a presentare il fenomeno elettroplastico rispetto a quelli cubici a facce centrate [29], non è ancora stato stabilito con certezza quale proprietà metallurgica sia responsabile dell'instaurarsi o meno dell'effetto elettroplastico.

È stato ipotizzato, analizzando la letteratura, che un parametro che potrebbe influire possa essere la stacking fault energy del materiale o quella relativa alle fasi presenti nel caso di materiale polifasico.

1.3 Effetti secondari

Risonanza del reticolo cristallino

Se gli impulsi di corrente sono in fase con la lunghezza d'onda con cui può essere rappresentata la struttura cristallina, mandano in risonanza quest'ultima, favorendo il movimento delle dislocazioni nella direzione di deformazione, migliorando la plasticità del materiale [30].

Campo magnetico indotto

Alcuni ricercatori [31] propongono che l'aumento di duttilità sia dovuto al disancoraggio delle dislocazioni da ostacoli deboli a causa del campo magnetico indotto dal passaggio di corrente. Questo non spiegherebbe l'instaurarsi dell'EPE nei metalli BCC dato che il meccanismo di deformazione è governato non tanto dalla velocità di depinning delle dislocazioni quanto dalla

frequenza di superamento delle barriere di Peierls, ma l'influenza della corrente elettrica su queste ultime non è ancora stata studiata.

Trasformazione di fase indotte da deformazione

Alcune leghe metalliche sono eccezionalmente formabili perché sfruttano l'effetto TRIP (Transformation Induced Plasticity) che consiste nella nucleazione di una nuova fase durante la deformazione plastica che ha la capacità di assorbire altra energia perché relativamente priva di difetti e quindi incrudibile.

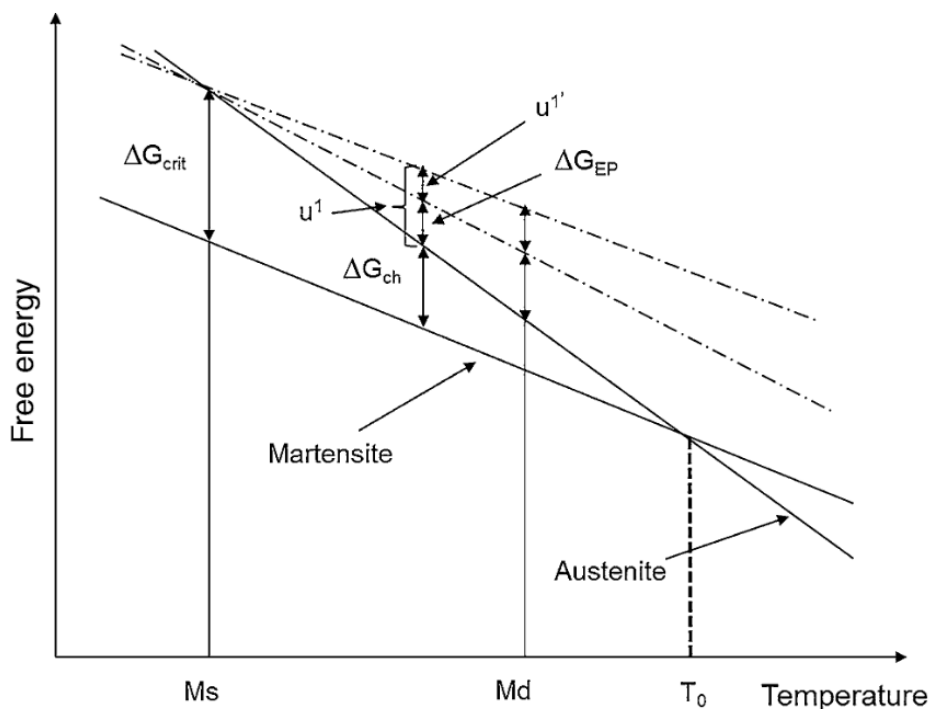


Figura 2.1 Relazione tra energia libera e temperatura durante la trasformazione martensitica

Come si vede dalla figura 2.1 austenite e martensite sono in equilibrio termodinamico alla temperatura T_0 perché hanno la stessa energia libera. Quando non vi è energia disponibile, la minima energia libera necessaria per la trasformazione martensitica è pari a ΔG_{crit} , differenza di energia libera chimica ΔG_{ch} tra austenite residua e martensite alla temperatura M_s (Martensite start). Durante la deformazione plastica la trasformazione di fase può avvenire tra M_s e M_d se si fornisce l'energia necessaria alla trasformazione. L'energia interna di deformazione u è causata dall'accumulo di dislocazioni in corrispondenza di ostacoli molto forti quali bordi grano, di conseguenza l'energia libera di deformazione necessaria perché avvenga la trasformazione martensitica può essere descritta dalla seguente relazione:

$$u^1 = \Delta G_{crit} - \Delta G_{ch} \quad (1.3)$$

In presenza di una corrente elettrica, l'energia per la trasformazione martensitica conta di tre contributi: l'energia libera chimica, l'energia interna di deformazione e l'energia libera introdotta con la corrente elettrica ΔG_{EP} . Con il contributo energetico della corrente elettrica l'energia interna di deformazione sarà pari a:

$$u^{1'} = \Delta G_{crit} - \Delta G_{ch} - \Delta G_{EP} \quad (1.4)$$

Da cui ne deriva che l'energia di deformazione necessaria perché avvenga la trasformazione martensitica $u^{1'}$ è minore rispetto a u^1 nel caso in cui $\Delta G_{EP} > 0$. Ciò significa che la trasformazione martensitica è favorita in presenza di corrente elettrica sempre se l'effetto Joule non causi un innalzamento della temperatura oltre M_d .

1.4 Stato della ricerca

I gruppi di ricerca di Ingegneria Industriale dell'Università degli studi di Padova in collaborazione con l'Università di Novosibirsk si stanno occupando da diversi anni della ricerca sull'effetto elettroplastico.

Le prime prove sono state effettuate su un acciaio inossidabile austenitico AISI 316L e su rame C11000 [32], ed è stato osservato che l'applicazione di corrente continua durante la prova di trazione monoassiale, sia per l'AISI 316L che per il rame ha portato ad una diminuzione dell'allungamento a rottura. La ricerca è proseguita andando a studiare l'acciaio inossidabile ferritico AISI 430 [32] per verificare la dipendenza dell'effetto elettroplastico dalla struttura cristallina. Sono state effettuate prove di trazione in corrente continua ed in corrente pulsata ed è stato osservato un aumento dell'allungamento a rottura. Il lavoro di ricerca è proseguito andando a studiare la lega di alluminio AA1050 H24 [33] che ha mostrato un aumento della formabilità del materiale del 50 % in un range medio basso di densità di corrente mentre a densità di corrente superiori ai 55 A/mm^2 si assiste ad un peggioramento della formabilità.

E' stato ipotizzato [33] che il fenomeno elettroplastico sia influenzato dal valore della Stacking Fault Energy (SFE) del materiale, proprietà che influenza anche i meccanismi di movimento delle dislocazioni durante la deformazione plastica.

Capitolo 2: Acciai inossidabili Duplex

2.1 Classificazione

Sono acciai che presentano una struttura bifasica austenoferritica, colati in Francia attorno agli anni 30 per errore, sono stati oggetto di elevato interesse tecnologico grazie alla loro elevata resistenza a corrosione ed eccezionali proprietà meccaniche. I primi duplex coperti da brevetto risalgono alla fine degli anni 30 e tra il 1950 e il 1970 furono eseguiti molti lavori per migliorarne la lavorabilità a caldo, la saldabilità e la resistenza a corrosione che portò alla commercializzazione dei primi acciai inossidabili bifasici.

L'interesse commerciale degli ultimi trent'anni nei loro confronti è dovuto principalmente al loro basso costo (anche 25% in meno rispetto agli acciai austenitici) grazie al basso contenuto di Nickel in lega, elemento il cui prezzo è cresciuto molto. Nonostante il basso contenuto di Nickel, di recente sono stati sviluppati altri gradi con contenuto di Nickel e Molibdeno ancora minore, sempre a causa del loro elevato costo, prendendo il nome di *Lean Duplex (LDX)*. Di questa famiglia fanno parte LDX 2101, 2304, 2404 e 2205.

Tabella 2.1 Composizione chimica dei principali Lean Duplex

	%C	%N	%Cr	%Ni	%Mo	Altri
LDX 2101	0,03	0,22	21,5	1,5	0,3	5% Mn
LDX 2304	0,02	0,1	23	4,8	0,3	-
LDX 2404	0,02	0,27	24	3,6	1,6	3% Mn
LDX 2205	0,02	0,17	22	5,7	5,7	-

In ambienti in cui la corrosione generalizzata non permette l'utilizzo degli acciai inox ferritici e la corrosione sotto stress preclude l'impiego di quelli austenitici i duplex emergono. Una classificazione generale degli acciai duplex avviene grazie all'utilizzo dell'indice di resistenza alla corrosione per vaiolatura PRE_N (Pitting Resistance Equivalent Number), parametro che dipende principalmente dalla composizione chimica dell'acciaio:

$$PRE_N = wt\%Cr + 3.3wt\%Mo + 16wt\%N \quad (2.1)$$

Esistono alcuni gradi che utilizzano come elemento alligante il Tungsteno, nel qual caso l'indice da considerare diventa:

$$PRE_W = wt\%Cr + 3.3wt\%[Mo + 0.5wt\%W] + 16wt\%N \quad (2.2)$$

Gli indici di resistenza alla corrosione per vaiolatura tengono in considerazione solamente la composizione chimica della lega e non la microstruttura che può presentare disomogeneità localizzate dovute alla precipitazione di fasi secondarie oppure alla non uniforme partizione degli elementi tra le due fasi, fattori che influenzano molto la resistenza alla vaiolatura della lega.

2.2 Metallurgia fisica

Gli acciai inossidabili duplex presentano una struttura bifasica costituita da grani austenitici immersi in una matrice ferritica. Questa struttura presenta ottime proprietà meccaniche affiancate ad ottima resistenza a corrosione da un lato, dall'altro proprio la natura bifasica della struttura può creare grossi problemi se i processi ai quali è sottoposto l'acciaio non sono ben controllati in termini di temperatura e durata. Quest'ultimo scenario può causare la precipitazione di fasi secondarie (*fase χ* e *fase σ*), la precipitazione di carburi e nitruri, la formazione di martensite indotta da deformazione (*Strain Induced Martensite SIM*), tutte altamente deleterie sia per le caratteristiche meccaniche che per la resistenza a corrosione. E' di fondamentale importanza dunque il controllo dei parametri di processo da un lato e della composizione dall'altro per evitare i fenomeni suddetti.

2.2.1 Elementi alliganti

Gli elementi in lega si suddividono in due categorie:

- Elementi alfa-genici
- Elementi gamma-genici

Come dice il nome gli elementi alfa-genici ampliano il campo di stabilità della ferrite (Cromo, Molibdeno, Titanio, Vanadio, Tungsteno, Silicio...) mentre gli elementi gamma-genici ampliano il campo austenitico (Nickel, Carbonio, Manganese, Azoto...). Per prevedere la struttura di una lega metallica è utile riferirsi al diagramma di Schaeffler di figura 2.2 definendo il concetto di Cromo equivalente e Nichel equivalente secondo le equazioni 2.3 e 2.4 rispettivamente

$$Cr_{eq} = wt\%Cr + 1,5wt\%Si + wt\%Mo + 0,5wt\%Nb + 2wt\%Ti + 5wt\%V + 3wt\%Al \quad (2.3)$$

$$Ni_{eq} = wt\%Ni + 30wt\%C + 0,87wt\%Mn + a(wt\%N - 0,045) \quad (2.4)$$

dove a vale 0,30 se $N \leq 0,20$, 0,22 se $N = 0,20 \div 0,25$ e 0,20 se $N = 0,26 \div 0,35$.

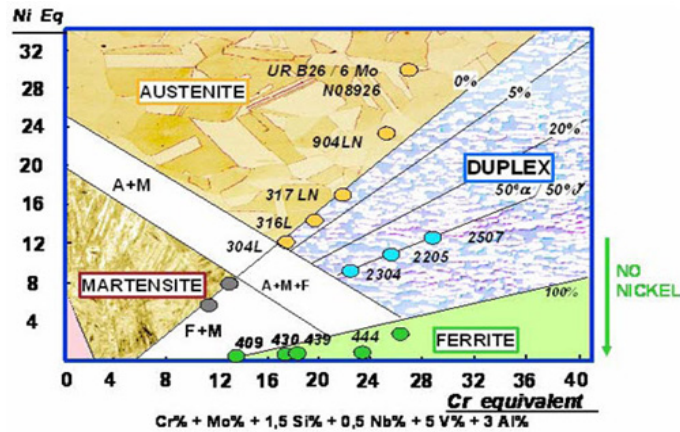


Figura 2.3 Diagramma di Schaeffler

La ripartizione di questi elementi all'interno delle due fasi è differente ed è possibile definire il coefficiente di ripartizione ovvero il rapporto tra la percentuale di elemento solubilizzato in una fase rispetto alla composizione macroscopica dell'acciaio. Il processo con il quale un elemento si distribuisce in una o nell'altra fase è di tipo diffusivo e dipende dunque dalla velocità di raffreddamento del materiale che se è bassa permetterà una distribuzione corretta dell'elemento nelle due fasi portando ad un coefficiente di ripartizione prossimo a quello previsto dalla termodinamica, mentre se è veloce il processo viene rallentato fino alla sua completa soppressione. In tabella 2.2 sono presentati i valori di alcuni coefficienti di ripartizione per alcuni tipi di Duplex.

Tabella 2.2 Coefficienti di ripartizione per alcuni acciaio Duplex (α/γ)

Lega	Cr	Ni	Mo	N	Si
2304	1,19	0,61	1,65	0,18	1,16
2205	1,20	0,58	1,72	0,20	
2507	1,13	0,70	1,30	0,13	

2.2.2 Solidificazione

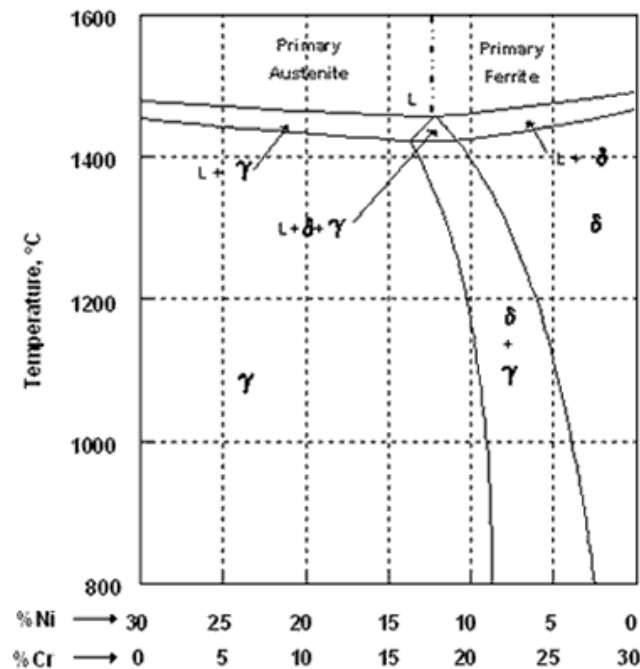


Figura 2.4 Diagramma di stato acciai Duplex

Osservando il diagramma di stato di figura 2.4 la prima fase a formarsi al raffreddamento dal liquido è la ferrite δ (cubica a corpo centrato) dalla quale poi nuclea la fase austenitica mano a mano che la temperatura scende. Le frazioni volumetriche delle due fasi sono pressoché equivalenti e dipendono dalla composizione chimica dell'acciaio, dalle lavorazioni meccaniche al quale è stato sottoposto e dai trattamenti termici subiti. La struttura che sovente si osserva nei prodotti finiti in inox Duplex, soprattutto se laminati a caldo, è altamente anisotropa e orientata secondo la direzione di deformazione. Per ridurre l'anisotropia si ricorre ad un trattamento termico di ricottura che grazie ad una ricristallizzazione statica permette di ottenere una grana quasi equiassica.

2.2.3 Fasi secondarie

Come già detto in precedenza è possibile che durante il raffreddamento dal liquido oppure a seguito di trattamento termico precipitino fasi secondarie che sono deleterie sia per la resistenza meccanica che per quella a corrosione. La nucleazione di queste fasi; principalmente intermetalliche; avviene in zone della microstruttura dotate di minor energia interfacciale. Elementi quali il Cromo e il Molibdeno la solubilità diminuisce al diminuire della temperatura portandoli a formare composti intermetallici di diverse strutture e caratteristiche.

La struttura degli acciai inossidabili Duplex viene ottenuta dopo lavorazione attraverso un trattamento termico di solubilizzazione condotto a 1050/1150°C in base alla composizione per ottenere un rapporto austenite ferrite il più vicino possibile all'unità seguito da un raffreddamento molto veloce in acqua per congelare la struttura così ottenuta. Riscaldamenti prolungati a specifici regimi termici favoriscono la precipitazione di fasi secondarie, come detto in precedenza. Sono state individuate tre principali intervalli di temperatura nei quali avvengono trasformazioni nella matrice ferritica:

1. 300-600°C: Questo intervallo di temperature è anche definito come *"infragilimento a 475°C"* a causa della decomposizione spinodale della ferrite in ferrite ricca di Cromo e ferrite ricca di Ferro che hanno stessa struttura cristallina, ma parametri reticolari leggermente diversi. Altra fase che precipita è la fase G caratterizzata da alti livelli di Ni, Mo e Si.
2. 600-1050°C: In questo intervallo di temperature può avvenire la precipitazione di numerose fasi secondarie la cui cinetica di precipitazione è comandata principalmente dalla composizione chimica e dal tempo di mantenimento. Le fasi che possono formarsi sono fase $\bar{\sigma}$, fase χ , carburi ($M_{23}C_6$, M_7C_3), nitruri di cromo (Cr_2N), fase π , fase ϵ , austenite secondaria e fase R. La precipitazione avviene in tempi molto più brevi rispetto alla decomposizione spinodale della ferrite grazie e principalmente nei gradi più alligati.
3. Sopra 1050°C: Sopra i 1050°C, come si può osservare dalla figura 2.3, la frazione volumetrica di austenite va via via diminuendo causando una diminuzione nei coefficienti di ripartizione tra le due fasi. Il processo è comunque completamente reversibile.

La precipitazione di fasi secondarie è molto più marcata nei cosiddetti SuperDuplex perché come detto in precedenza hanno una maggior quantità di elementi in lega quali Cr, Mo e W che aumentano la cinetica di precipitazione. Per quanto riguarda i duplex basso legati (*Lean Duplex*) la precipitazione di fasi intermetalliche richiede tempi di trattamento anche superiori alle 10 ore e la

precipitazione di nitruri può essere la causa principale nella diminuzione della resistenza a corrosione e delle proprietà meccaniche se scaldati nell'intervallo di temperatura compreso tra 600 e 950 °C. Grazie all'elevata stabilità microstrutturale dei Duplex bassolegati, in caso di manufatti caratterizzati da spessori diversi e molto elevati, è possibile effettuare il raffreddamento in aria dopo il trattamento di solubilizzazione per diminuire le tensioni dovute all'utilizzo di mezzi più drastici. In tabella 2.3 sono presentate le fasi con intervallo di temperature di stabilità, parametri reticolari e composizione che si trovano all'interno degli acciai inossidabili Duplex.

Tabella 1.3 Fasi presenti negli acciai inossidabili Duplex

Fase	Composizione	Temperatura di stabilità	Parametri reticolari
Ferrite	-	-	a=0.286-0.288
Austenite	-	-	a=0.358-0.362
Sigma	Fe-Cr-Mo	600-1000°C	a=0.879, c=0.454
Chi	Fe ₃₆ Cr ₁₂ Mo ₁₀	700-900°C	a=0.892
R	Fe-Cr-Mo	550-650°C	a=1.090, c=1.934
π	Fe ₇ Mo ₁₃ N ₄	550-600°C	a=0.647
Carburi	M ₇ C ₃	950-1050°C	a=0.452, b=0.699, c=1.211
Carburi	M ₂₃ C ₆	600-950°C	a=1.056-1.065
Nitruri di Cromo	Cr ₂ N	700-900°C	a=0.480, c=0.447
Nitruri di Cromo	CrN	-	a=0.413-0.447

Fase Sigma

La struttura cristallina della fase sigma è molto complessa e consta di 32 atomi, i cui parametri cristallografici sono influenzati inoltre dalla presenza di atomi interstiziali (Azoto) e costituzionali di dimensioni differenti. E' un composto intermetallico ricco in Cromo (29-34%), Ferro (50-60%) e povero in Molibdeno (3-9%), Nickel (3-5%) e Tungsteno (0-7%). A causa dell'elevata frazione volumetrica che può precipitare e per i deleteri effetti che ha sulla resistenza a corrosione e sulla resilienza è di primario interesse nello studio degli acciai inossidabili bifasici.

La fase sigma si forma per decomposizione dell'eutettoide formato dai carburi di cromo e dall'austenite (M₂₃C₆+γ₂) o per trasformazione eutettoidica da ferrite α in γ+σ a temperature comprese tra i 600 e i 1000°C. La precipitazione è favorita nei SuperDuplex ovvero i bifasici altamente legati a causa dell'elevata quantità di Cromo e Molibdeno in lega ed avviene

prevalentemente ai punti tripli e sul bordo grano Ferrite-Austenite crescendo nel verso della struttura ferritica.

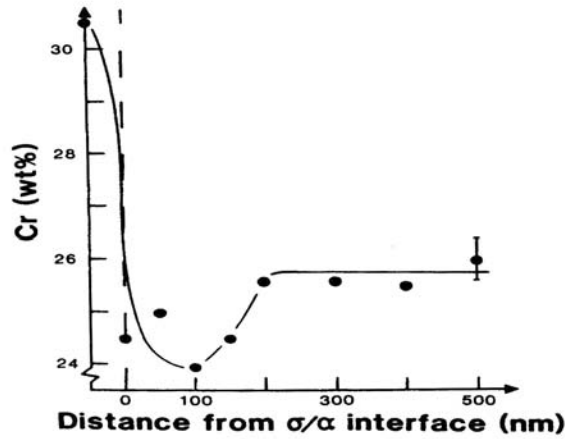


Figura 2.5 Andamento della percentuale di Cromo all'interfaccia $\bar{\sigma}/\alpha$

Come si può vedere dalla figura 2.4 la variazione della composizione chimica locale in corrispondenza dell'interfaccia $\bar{\sigma}/\alpha$ causa una diminuzione della percentuale di Cromo che scende sotto a quella critica necessaria per la formazione dello strato passivante. Vi è la possibilità che la fase precipiti all'interno del grano ferritico nel caso quest'ultimo si sia arricchito di Cromo e Molibdeno a causa della trasformazione in fase solida Ferrite \rightarrow Ferrite+Austenite assieme all'accrescimento preferenziale della fase sigma rispetto alla ferrite, in alcuni casi la morfologia del precipitato assume la forma a farfalle (fig 2.5).

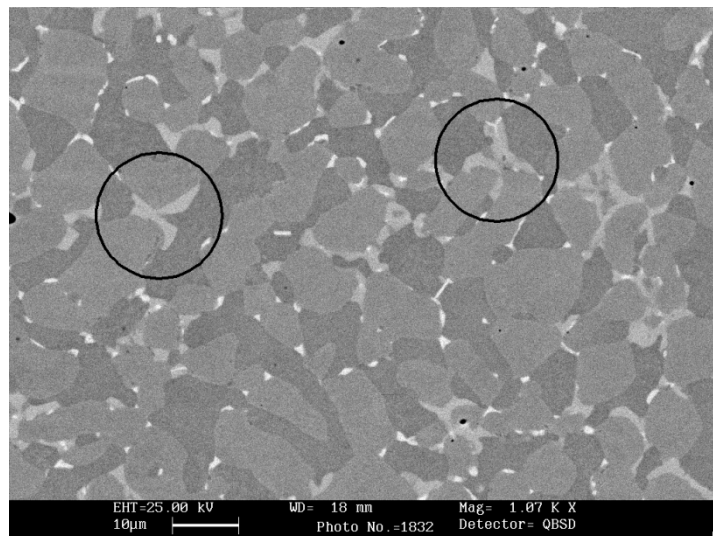


Figura 2.6 Morfologia a farfalla della fase sigma in un SAF2205

L'elevata durezza della fase sigma (HV=900-1000) e il suo effetto infragilente sono dovuti all'assenza di sistemi di facile scorrimento della cella cristallina.

Fase χ

La presenza di fase χ si riscontra se il materiale viene riscaldato nell'intervallo di temperature compreso tra 700 e 900°C con massima velocità di precipitazione attorno agli 850°C. Ha struttura cubica ($a=8.92\text{\AA}$) ed è ricca in Molibdeno (9-22%) e Cromo (20-28%). Dato che l'intervallo di temperatura nel quale precipita la fase, è difficile discernerla dalla fase sigma, inoltre le frazioni volumetriche che si formano sono molto minori rispetto a quelle di fase sigma, di conseguenza l'influenza che ha questa fase sul materiale è di difficile studio. Le due fasi si possono distinguere attraverso osservazioni al microscopio a scansione elettronica in elettroni retrodiffusi e al microscopio a trasmissione elettronica (diffrazione di elettroni) oppure attraverso misure di diffrazione ai raggi X. E' caratterizzata da morfologia allungata sempre in corrispondenza dei bordi grano che sono zone ad elevata energia dove è favorita la diffusione. L'elevata percentuale di Molibdeno causa una destabilizzazione della ferrite circostante causando una trasformazione in austenite.

Carburi

La precipitazione di carburi di Cromo è causata principalmente da una concentrazione di carbonio in lega troppo elevata ($C>0.03\%$) e causano un deterioramento della resistenza a corrosione, a causa del differente comportamento elettrochimico, e delle proprietà meccaniche per la loro intrinseca fragilità.

I principali carburi che si formano sono del tipo M_7C_3 (900-1050°C) e $M_{23}C_6$ a temperature inferiori, tutte e due precipitano all'interfaccia ferrite/austenite.

Il più pericoloso per la resistenza a corrosione è il carburo di Cromo che causa una diminuzione locale della concentrazione di cromo che può scendere al di sotto del livello necessario per l'inossidabilità della lega e quindi favorire corrosione intergranulare. Per ovviare al problema o si riduce la quantità di carbonio in lega oppure si inseriscono elementi con una maggior affinità verso questo elemento (Titanio e Niobio) favorendo la precipitazione di carburi non di cromo.

Nitruri di Cromo

La differenza di solubilità dell'azoto (fig.2.6) nella fase ferritica (minore) e in quella austenica (maggiore) assieme a temperature di circa 1000°C è ciò che causa la precipitazione di nitruri di cromo. Come per la fase sigma e per la fase chi, questa diminuzione localizzata della percentuale di cromo può essere la causa di corrosione localizzata nonché la differenza microstrutturale favorisce la nascita di cricche. Si possono trovare sia a bordo grano (effetto infragilente), segno di un raffreddamento troppo veloce dal trattamento di solubilizzazione (1050-1100°C), che all'interno del grano (meno dannosi).

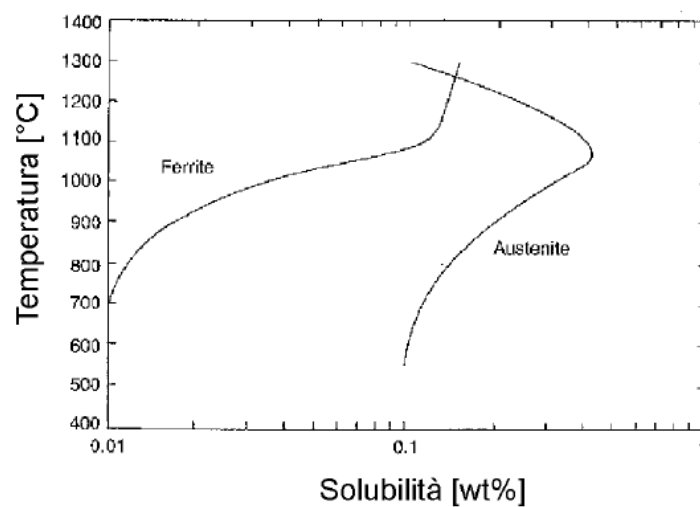


Figura 2.7 Solubilità dell'azoto nella ferrite e nell'austenite in funzione della temperatura

Austenite secondaria (γ_2)

Come messo in evidenza in figura 2.3, al diminuire della temperatura vi è una variazione nel rapporto tra la frazione volumetrica di austenite e di ferrite. Se il materiale è mantenuto a temperature intermedie può avvenire la precipitazione di piccoli grani aciculari di austenite secondaria. Sono stati osservati tre principali meccanismi di formazione:

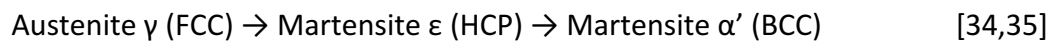
- Reazione eutettoidica: avviene a temperature comprese tra 700 e 900°C ed è facilitata dall'elevata diffusività in corrispondenza dell'interfaccia ferrite/austenite
- Precipitati di Widmanstätten: a temperatura attorno ai 650°C nella quale la diffusione è più rapida si verifica la precipitazione di austenite con morfologia di Widmanstätten

- Trasformazione martensitica indotta da deformazione a temperature inferiori ai 650°C in cui la diffusione è trascurabile.

La caratteristica principale è la minor concentrazione di Cromo, soprattutto se in presenza di nitruri e ciò può causare un peggioramento della resistenza a corrosione, soprattutto al pitting.

Martensite da deformazione (SIM)

In seguito a deformazione plastica c'è la possibilità che si formi una nuova fase che prende il nome di martensite da deformazione (Strain Induced Martensite o SIM). La fase che può trasformarsi in martensite è quella austenitica, e la reazione che avviene è la seguente:



La trasformazione da austenite a martensite α' è possibile grazie ad una reazione diretta tra le dislocazioni presenti nel materiale [36, 37]. Ciò che influenza la frazione volumetrica di austenite che si trasforma in martensite sono la composizione chimica, lo stato tensionale, la distribuzione cristallografica di partenza, la tipologia di deformazione, la velocità di deformazione ecc ecc [34, 38, 39].

La precipitazione di fase martensitica avviene grazie ad un movimento coordinato di gruppi di atomi favorito da accumulo di dislocazioni e geminati. E' stato osservato che a promuovere la formazione di martensite da deformazione sono le intersezioni delle bande di scorrimento nei materiali a bassa stacking fault energy [40] perché la sequenza di impaccamento degli atomi passa da FCC a BCC, creando un embrione martensitico che ha la possibilità di accrescere (figura 2.8).

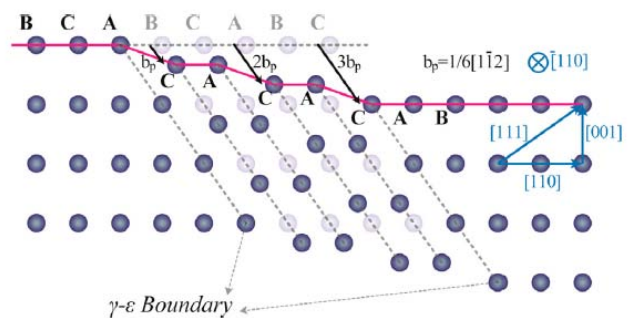


Figura 2.8 Variazione della sequenza di impaccamento in seguito a deformazione plastica all'incrocio tra due dislocazioni

La nucleazione di una nuova fase relativamente priva di difetti permette di migliorare le caratteristiche di formabilità del materiale e le caratteristiche resistenziali ma è peggiorativa dal punto di vista della resistenza a corrosione a causa della presenza di stress residui dovuti alla variazione di volume durante la deformazione.

Angel et al. [41] hanno sviluppato una formula che permette il calcolo della temperatura M_d in funzione della composizione del materiale:

$$Md_{(30/50)} = 413 - 13.7\%Cr - 9.5\%Ni - 8.1\%Mn - 18.5\%Mo - 9.2\%Si - 462(\%C + \%N)$$

$Md_{(30/50)}$ rappresenta la temperatura alla quale si genera il 50% di martensite all'interno del materiale dopo una deformazione reale in condizioni di trazione monoassiale pari al 30%.

Questa dislocazione generata dal difetto di impilamento tende a dissociarsi in due dislocazioni parziali che delimitano il difetto di impilamento (figura 2.10)

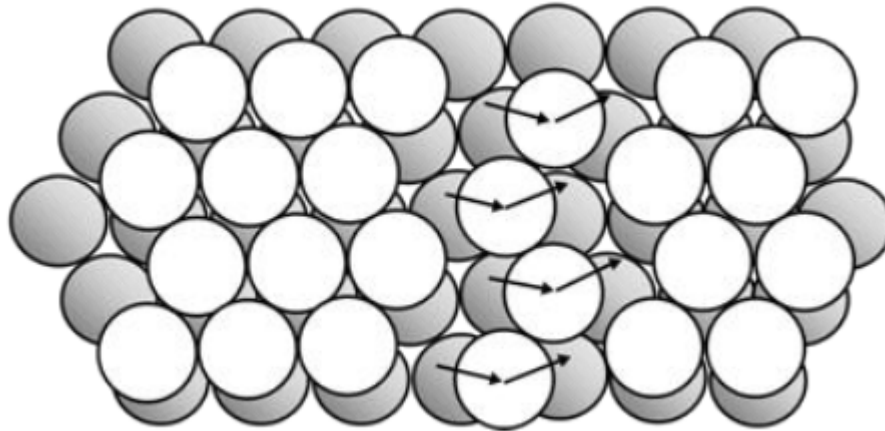


Figura 2.11 Dislocazioni parziali in corrispondenza di uno stacking fault (materiale ad alta SFE)

La forza repulsiva delle due dislocazioni di segno uguale è controbilanciata dalla forza di attrazione causata dallo stacking fault (figura 2.12). Se la distanza tra le due dislocazioni parziali è elevata il materiale possiede una bassa energia di stacking fault, mentre se la distanza è piccola il materiale possiede un'elevata stacking fault energy.

La stacking fault energy governa il moto delle dislocazioni all'interno del materiale durante la deformazione plastica. Materiali ad alta SFE presentano una duttilità più elevata rispetto a quelli a bassa SFE perché una bassa SFE ostacola il movimento di cross-slip delle dislocazioni, costringendole a muoversi sullo stesso piano portando al raggiungimento dell'inferiore rispetto ai metalli ad alta SFE.

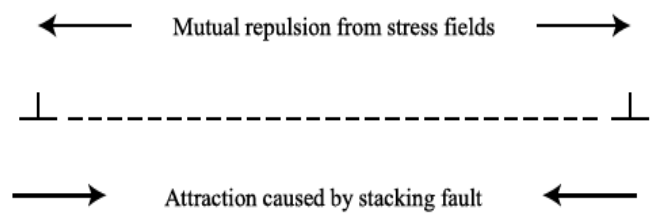


Figura 2.12 Forze che agiscono sulle dislocazioni dissociate

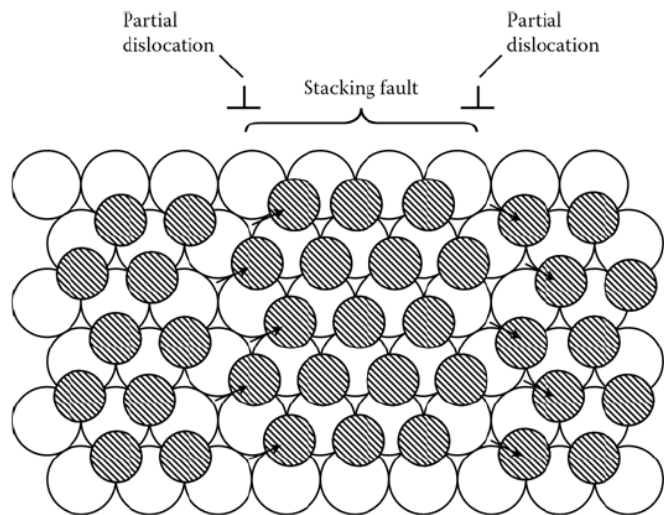


Figura 2.123 Stacking fault separato da due dislocazioni parziali in un materiale a bassa SFE

In fig. 3.1 è presentata la geometria del campione per le prove di trazione che non è quella prevista dalla normativa. Lo spessore del tratto utile è stato portato da 12 a 6 mm per permettere il raggiungimento di maggiori densità di corrente durante le future prove di trazione in corrente pulsata. La sezione ridotta assieme alla lunghezza del tratto utile ridotta (45 mm invece di 65 mm) permette inoltre una migliore dissipazione dell'energia termica ed un controllo maggiore sulla temperatura della prova. Il lato del campione rivolto verso la termocamera è stato verniciato con vernice resistente alle alte temperature di modo da portare il coefficiente di emissività del materiale a 0.8.

3.3 Generatore di corrente

Il generatore di corrente utilizzato è stato fornito dalla ditta Powerel di Montecchio Maggiore costituito da 6 moduli in parallelo che permettono di erogare una corrente costante fino a 1000A per modulo, per un totale massimo di 6000A e 60kW. Permette inoltre l'erogazione di corrente pulsata personalizzando la durata del periodo (fino a 65000 ms) e la durata dell'impulso di corrente (minimo 1 ms).

3.4 Regimi Termici

I fenomeni che controllano la deformazione dei materiali metallici è strettamente dipendente dalla temperatura, per questo si identificano tre intervalli nei quali si può lavorare:

- Campo freddo $T \leq 0,3T_m$ ($T \leq 240^\circ\text{C}$)
- Campo tiepido $0,3T_m < T \leq 0,5T_m$ ($240^\circ\text{C} \leq T \leq 586^\circ\text{C}$)
- Campo caldo $T > 0,5T_m$ ($T > 586^\circ\text{C}$)

Con T e T_m espressi in gradi Kelvin, tra parentesi vi sono gli intervalli di temperatura per gli acciai studiati convertiti in gradi centigradi.

E' già stato detto in precedenza come gli acciai inossidabili bifasici siano suscettibili di precipitazioni di fasi secondarie se mantenuti a ben determinati intervalli di temperatura. Anche se la durata della prova di trazione è molto breve si è comunque deciso di mantenere la temperatura massima delle prove al di sotto di un valore di soglia di circa 450°C di modo da non coinvolgere altri fenomeni che renderebbero difficile l'identificazione del possibile effetto elettroplastico.

3.5 Prove di trazione

Le prove di trazione sono state effettuate utilizzando la macchina MTS 322 (figura 3.2) con velocità di deformazione pari a 10^{-1} s^{-1} .

E' stato progettato e realizzato un sistema di afferraggio del campione costituito da piastre di rame dotate di un collegamento elettrico con il generatore isolate dalla macchina di trazione attraverso componenti di teflon e legno multistrato.

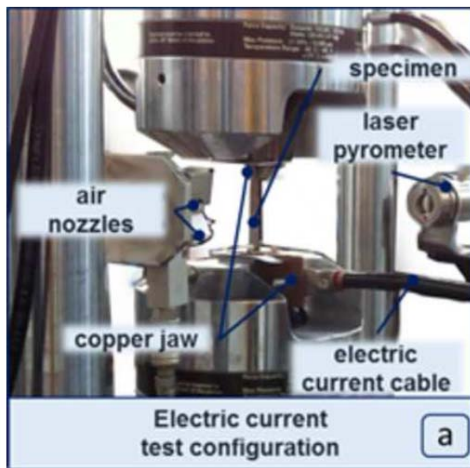


Figura 3.3 Set up della macchina di trazione



Figura 3.2 Macchina di trazione utilizzata

In figura 3.3 si può osservare il set up della macchina di trazione per le prove sia in corrente che in temperatura.

Per il raffreddamento del campione si è utilizzata aria in pressione indirizzata verso il campione attraverso un ugello.

La misura della temperatura è stata effettuata attraverso termocamera FLIR collegata ad un computer con un software dedicato.

Prove in corrente

La procedura seguita per le prove di trazione in corrente continua si divide in 3 fasi:

- Chiusura del circuito elettrico
- Attesa della stabilizzazione termica del campione
- Avvio della prova di trazione

Prove in temperatura

Una volta identificati i regimi termici raggiunti dai campioni sottoposti a prova di trazione in corrente si sono effettuate le prove di trazione alle medesime temperature per permettere di separare il possibile effetto elettroplastico da quello termico.

La procedura per le prove di trazione in temperatura si divide in 3 fasi:

- Chiusura del circuito elettrico
- Apertura del circuito una volta che il campione ha raggiunto la temperatura di prova
- Avvio della prova di trazione

Grazie alla ridotta durata delle prove di trazione (qualche secondo) e al fatto che durante la prova l'energia di deformazione si traduce in un aumento di temperatura del campione, è stato possibile effettuare le prove in temperatura scaldando il campione con la corrente elettrica. In questo modo si è mantenuto invariato il set-up della macchina che ha permesso una miglior valutazione dell'effetto della corrente rispetto a quello della temperatura.

Sono state effettuate due ripetibilità su tutte le prove di trazione effettuate.

3.6 Caratterizzazione

La caratterizzazione del materiale tal quale e dei campioni sottoposti a trazione è stata fatta attraverso microscopia ottica, microscopia elettronica e diffrazione ai raggi X.

I campioni sono stati ricavati in prossimità di una delle due superfici di rottura e preparati seguendo il metodo standard per la metallografia (carte abrasive al carburo di silicio da 320, 500, 800, 1200 e panni da 6 μm e da 1 μm) e attaccati con una soluzione di Beraha per mettere in risalto la struttura bifasica e acido ossalico al 10% a 6V in elettrolitica per mettere in evidenza i bordi grano austenitici. Sono stati poi osservati attraverso un microscopio LEICA DMRE che ha permesso di identificare la direzione di laminazione della lamiera e la percentuale di fase austenitica e ferritica presenti nel materiale allo stato di fornitura.

Per verificare l'assenza di fasi infragilenti si è utilizzato un microscopio elettronico Cambridge Stereoscan 440 in elettroni retrodiffusi.

Le misure di diffrazione ai raggi X sono state effettuate su un diffrattometro Siemens D500 utilizzando una lampada al Cu K_{α} in un intervallo 2θ da 40° a 110° con incrementi di $0,05^{\circ}$ e tempo di conteggio per step pari a 3s con il campione orientato in direzione trasversale rispetto a quella di laminazione. Sui campioni allo stato di fornitura è stata fatta la misurazione delle tessiture della fase austenitica e della fase ferritica utilizzando un goniometro per tessiture e una griglia esagonale a 241 punti per l'acquisizione dei dati. L'intervallo di misurazione è stato limitato tra 0° e 70° a causa della geometria dello strumento e le famiglie di piani analizzati sono state quella degli (100) per la ferrite e degli (111) per l'austenite.

Capitolo 4: Risultati

4.1 Materiale allo stato di fornitura

Il materiale è stato fornito dalla ditta finlandese Outokumpu s.p.a. sotto forma di lamiera delle dimensioni di 30x20cm e di spessore pari a 1,3mm per il SAF 2205 e 1,5mm per il SAF2304. Le composizioni dichiarate dalla ditta sono presentate in tabella 4.1

Tabella 4.1 Composizione chimica degli acciai studiati

	C	Si	Mn	Cr	Ni	Mo	Cu	W	P	S	N
SAF2205	0,030	0,56	1,46	22,75	5,04	3,19	-	-	0,025	0,0020	0,16
SAF2304	0,030	0,56	1,43	23,17	4,29	0,18	0,16	-	0,027	0,0010	0,13

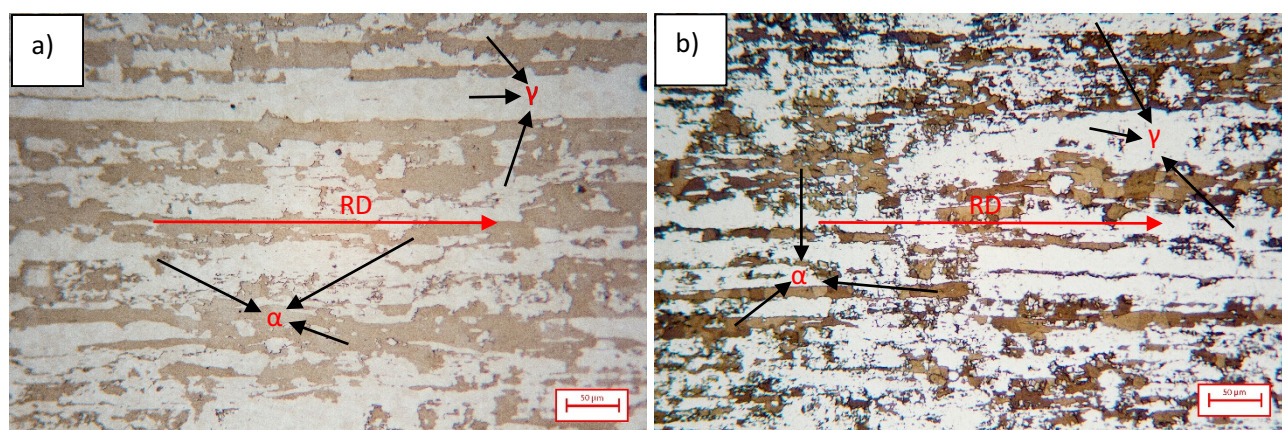


Figura 4.1 Microstruttura dell'acciaio SAF2205 a) e SAF2304 b) allo stato di fornitura

In figura 4.1 a) e b) sono presentate rispettivamente le micrografie dell'acciaio SAF2205 e SAF2304 allo stato di fornitura. La struttura del materiale presenta una matrice ferritica (α) in cui sono dispersi grani di austenite (γ) allungati lungo la direzione di laminazione (freccia rossa RD). Da notare come nel SAF2304 sia possibile distinguere i grani ferritici (diversa gradazione di bruno) rispetto al 2205.

Attraverso l'analisi di immagine, su una media di 10 misurazioni, è stata calcolata la frazione volumetrica di austenite e di ferrite presente nel materiale, la quale deve essere bilanciata per fornire la combinazione migliore tra caratteristiche meccaniche e resistenza a corrosione. I due materiali analizzati hanno mostrato un ottimo bilanciamento tra fase austenitica e ferritica con valori pari a $53,67 \pm 2,20\%$ per il SAF2205 e $53,45 \div 3,16\%$ per il SAF2304.

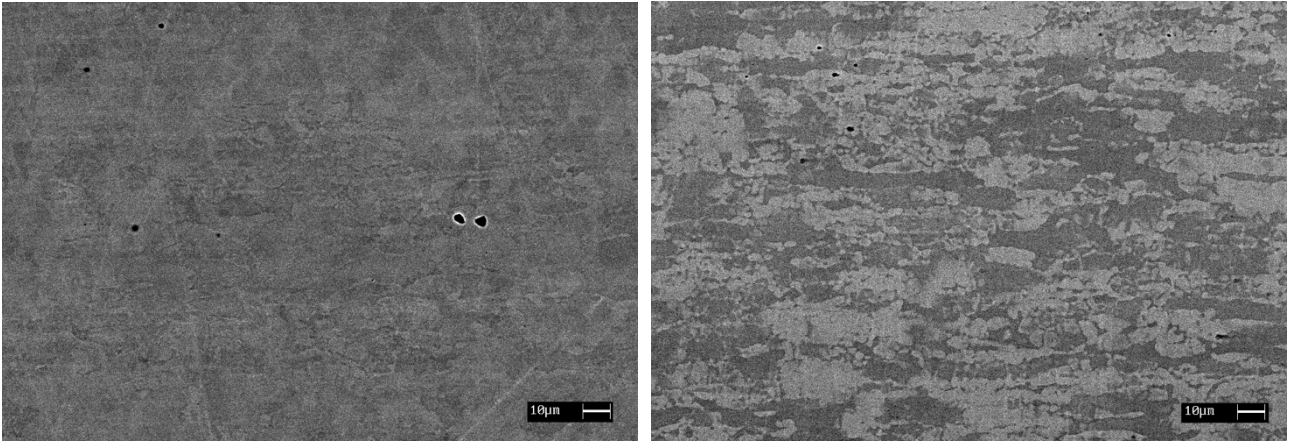


Figura 4.2 Microstruttura del SAF2205 a sinistra e SAF2304 a destra ottenute con microscopio elettronico in elettroni retrodiffusi

Le micrografie presentate in figura 4.2 sono state effettuate al microscopio a scansione elettronica in elettroni retrodiffusi per verificare l'assenza di fasi secondarie infragilenti, che a causa del loro elevato contenuto in cromo, e quindi elevato peso molecolare, sarebbero apparse come zone chiare all'interfaccia tra austenite e ferrite.

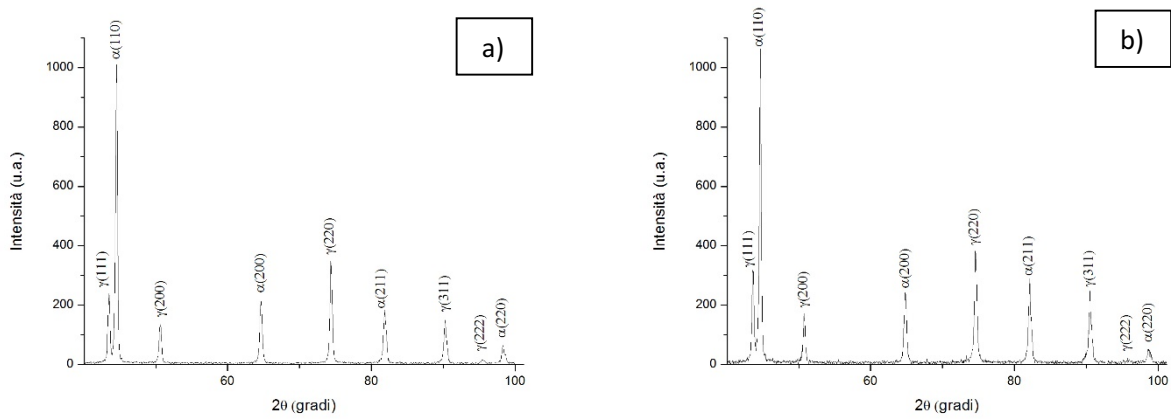


Figura 4.3 Pattern di diffrazione a) SAF2205 b) SAF2304

Entrambi i pattern di figura 4.3 presentano uno spiccato picco relativo alla famiglia di piani ferritici (110).

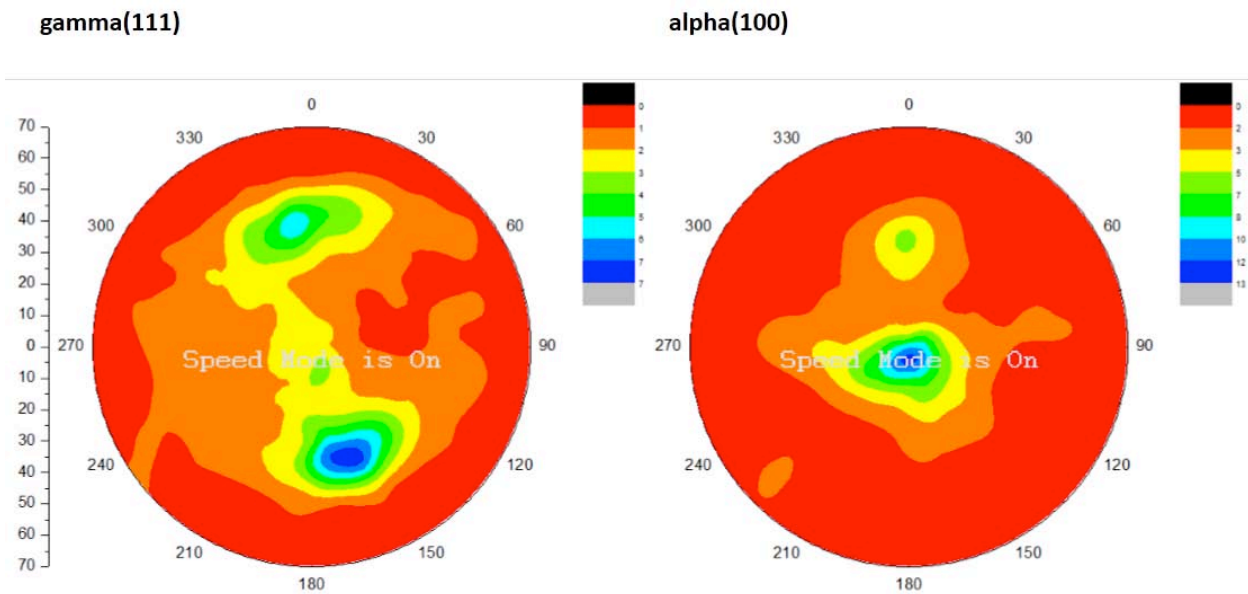
In letteratura [reference] è riportato che l'intensità dei picchi delle famiglie dei piani (200) e (211) rispetto agli (110) della struttura ferritica è rispettivamente pari a 11,5 e 17,5 su base 100, mentre per la struttura austenitica la famiglia di piani di riferimento è la (111) e i rapporti dei piani (200), (220) e (311) è rispettivamente 45, 23 e 25. Nella tabella seguente sono riportati i calcoli effettuati sui pattern di diffrazione ottenuti.

Tabella 4.2 Intensità relative picchi di diffrazione

	Piani	Standard	SAF2304	SAF2205
α	(110)	100	100	100
	(200)	11,5	25,5	21
	(211)	17,5	30	18
γ	(111)	100	100	100
	(200)	45	53	58
	(220)	23	118	146,5
	(311)	25	76	63

Come si può notare dalla tabella 4.2 il valore dell'intensità relativa dei picchi degli acciai analizzati rispetto allo standard è diversa il che fa pensare che potrebbe esserci un certo grado di tessitura nel campione.

Sono state poi eseguite misurazioni di distribuzione spaziale delle famiglie di piani austenitici (111) e ferritici (100) per verificare la presenza di tessiture.



In figura 4.4 sono presentati le figure polari che come ci si aspettava denotano una tessitura tipica di laminazione seguita da un trattamento termico di solubilizzazione.

I cristalli di fase ferritica presentano un'orientazione prevalentemente cubica, con le famiglie di piani {100} orientati in direzione <110> e <100> mentre la fase austenitica presenta una tessitura di tipo Goss {110} <100> con una notevole quantità di cristalli con distribuzione casuale dovuta alla geminazione in seguito al trattamento termico di solubilizzazione.

4.2 SAF2205

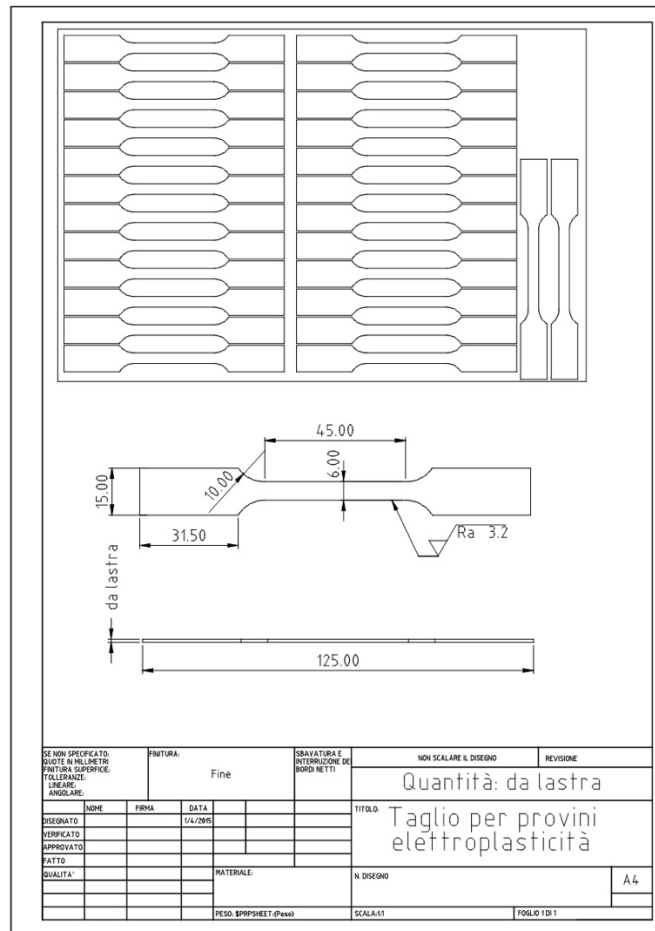


Figura 14 Geometria e layout dei campioni

In figura 4.5 è rappresentata la lamiera fornita con il numero di campioni ricavati attraverso taglio laser lungo direzione di laminazione (RD). I campioni ricavati in direzione trasversale (TD) rispetto alla direzione di laminazione sono stati utilizzati per identificare i regimi termici.

4.2.1 Prove di trazione

4.2.1.1 Velocità di deformazione

Sono state effettuate delle prove di trazione sul materiale TQ a diverse velocità di deformazione per stabilire quale sia la più adatta per i test in corrente e termici.

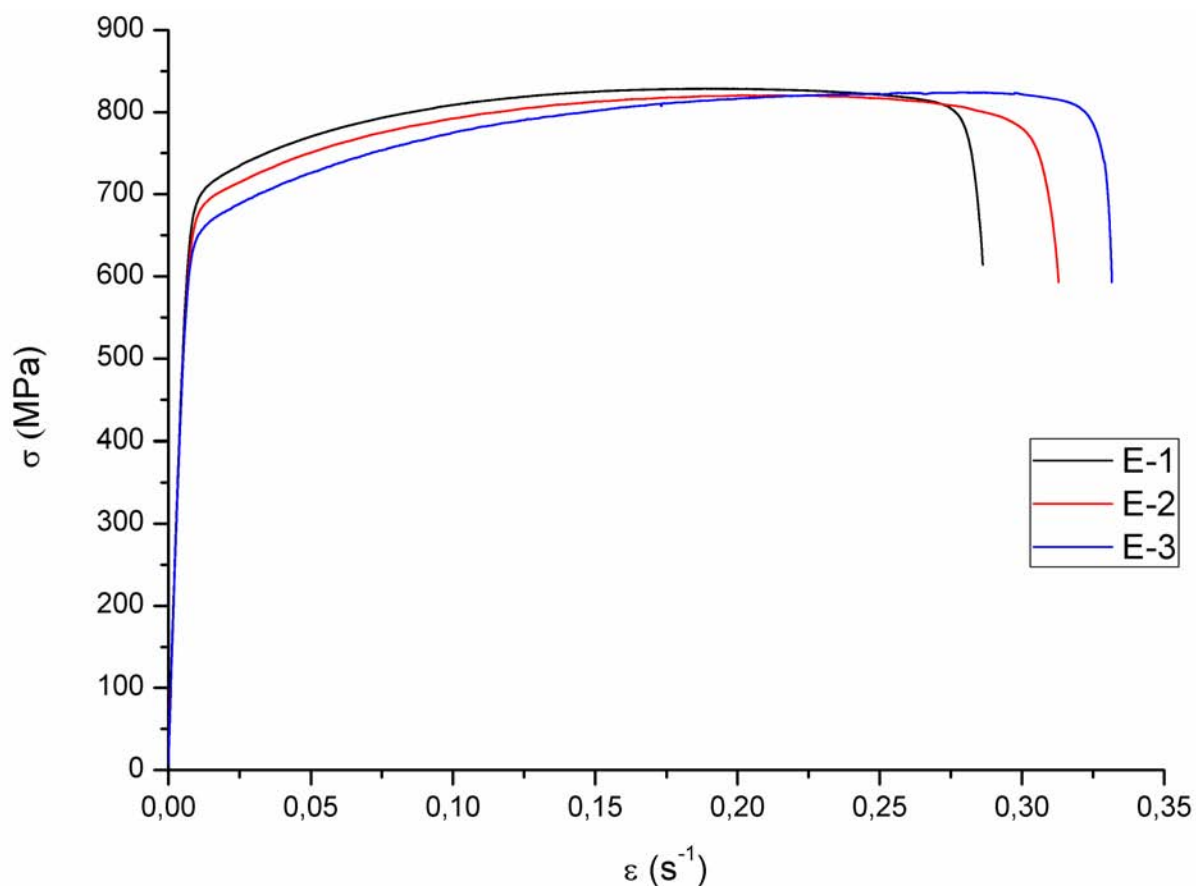


Figura 4.6 Curve di flusso a diverse velocità di deformazione

In figura 4.6 sono rappresentate le curve di flusso di tre campioni testati a tre diverse velocità di deformazione pari a $10^{-1} s^{-1}$ (E-1), $10^{-2} s^{-1}$ (E-2) e $10^{-3} s^{-1}$ (E-3).

Dalle curve si nota che il campione deformato a velocità pari a $10^{-3} s^{-1}$ presenti una morfologia della curva di trazione diversa rispetto alle altre due velocità di deformazione. Ciò potrebbe essere dovuto alla precipitazione di una fase indotta da deformazione (martensite da deformazione).

Si è deciso dunque di condurre le prove di trazione a velocità di deformazione E-1 grazie alla breve durata della prova (circa 1s) che ha permesso di effettuare le prove in regime termico senza dover cambiare il set up della macchina di trazione (afferraggi e montaggio della camera climatica).

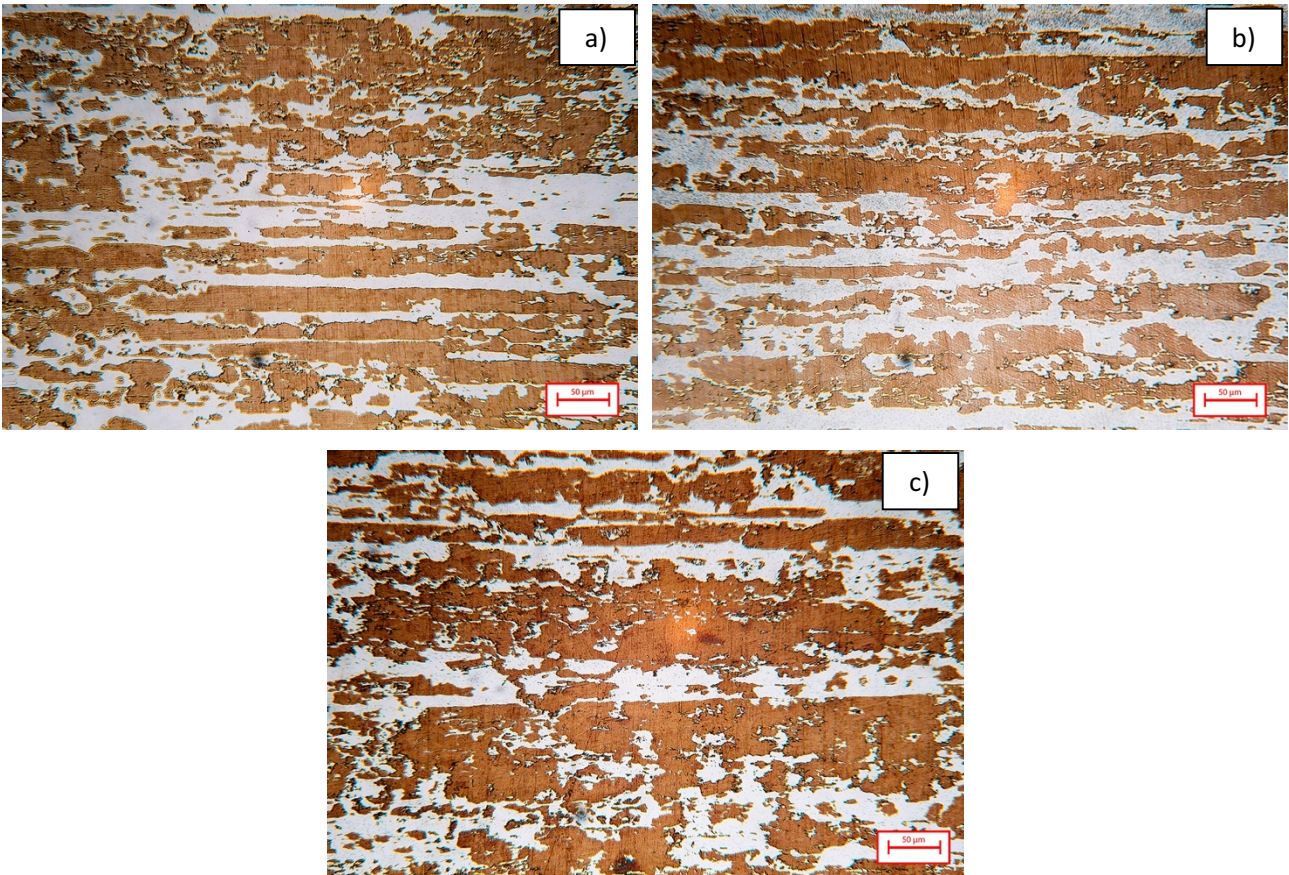


Figura 4.7 Microstruttura dei campioni deformati a diverse velocità di deformazione: E-1 a), E-2 b) ed E-3 c), attacco Beraha

Nelle micrografie di figura 4.7 sono presentate le microstrutture dei tre campioni deformati a diverse velocità di deformazione attaccati con Beraha. Come si può osservare non vi è alcuna differenza nella microstruttura dopo deformazione, il differente grado di bruno della matrice ferritica è dovuto al diverso tempo di attacco al quale è stato sottoposto il campione. Il Beraha non riesce a mettere in evidenza diversità microstrutturali all'interno delle singole fasi di conseguenza si è eseguito un attacco con acido ossalico al 10% e a 6V

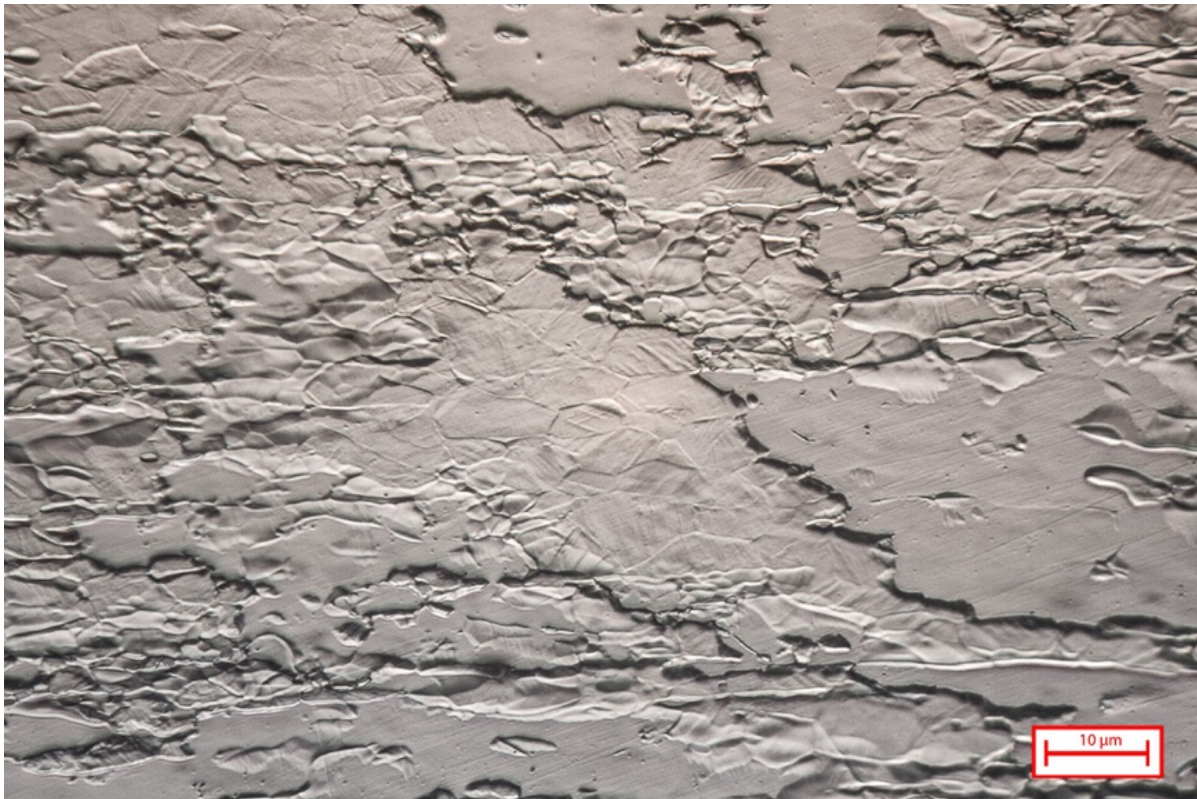


Figura 4.8 Intersezione delle bande di scorrimento nell'austenite per il campione deformato a E-3, attacco acido ossalico a 6V

In figura 4.8 il campione deformato a velocità di deformazione più lenta è stato attaccato con acido ossalico al 10% e 6V che ha permesso di mettere in risalto le bande di deformazione presenti all'interno della struttura austenitica. Come detto in precedenza all'intersezione delle bande di scorrimento nell'austenite vi è la possibilità che si nuclei martensite da deformazione. Si è dunque deciso di condurre le prove a velocità di deformazione E-1 perché la velocità della prova non permette al calore generato dalla deformazione di dissiparsi inibendo il meccanismo di nucleazione della martensite da deformazione.

4.2.1.2 Regimi termici

Il set-up della macchina di trazione per identificare i regimi termici raggiunti dai campioni quando sottoposti al passaggio di corrente è stato lo stesso per le prove di trazione, in modo da mantenere inalterate le condizioni operative durante i vari test.

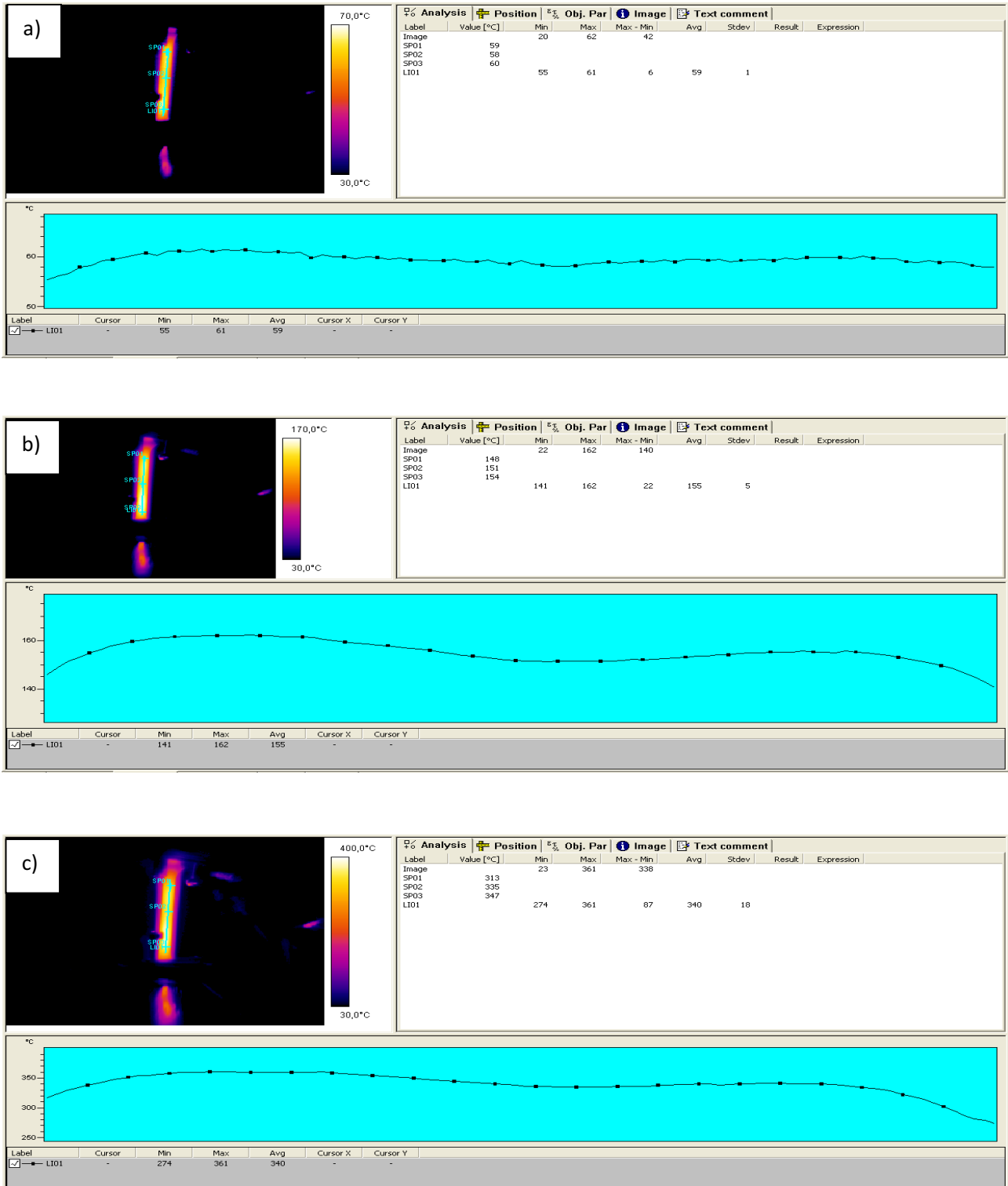


Figura 4.9 Regimi termici raggiunti dai campioni sottoposti a differenti densità di corrente: a) 5A/mm², b) 10A/mm² e c) 15A/mm²

Attraverso l'analisi d'immagine si è misurato il profilo di temperatura su tutta la lunghezza del tratto utile del campione (grafico su sfondo azzurro di figura 4.9) e tre misurazioni puntuali in corrispondenza degli afferraggi e al centro del campione. I regimi termici raggiunti dai campioni attraversati dalle tre diverse densità di corrente sono costanti su tutta la lunghezza del tratto utile del provino.

Sono stati identificati tre regimi termici corrispondenti a tre diverse densità di corrente:

- 60°C per densità di corrente pari a 5A/mm²
- 155°C per densità di corrente pari a 10A/mm²
- 350°C per densità di corrente pari a 15A/mm²

Spingersi oltre i 15A/mm² non è stato possibile a causa dell'aumento di temperatura del campione che si sarebbe portato ben oltre il limite imposto (450°C)

4.2.1.3 Corrente Continua e Temperatura

Le prove di trazione in regime di corrente elettrica continua sono state effettuate alle tre densità di corrente identificate in precedenza, pari a 5A/mm², 10A/mm² e 15A/mm².

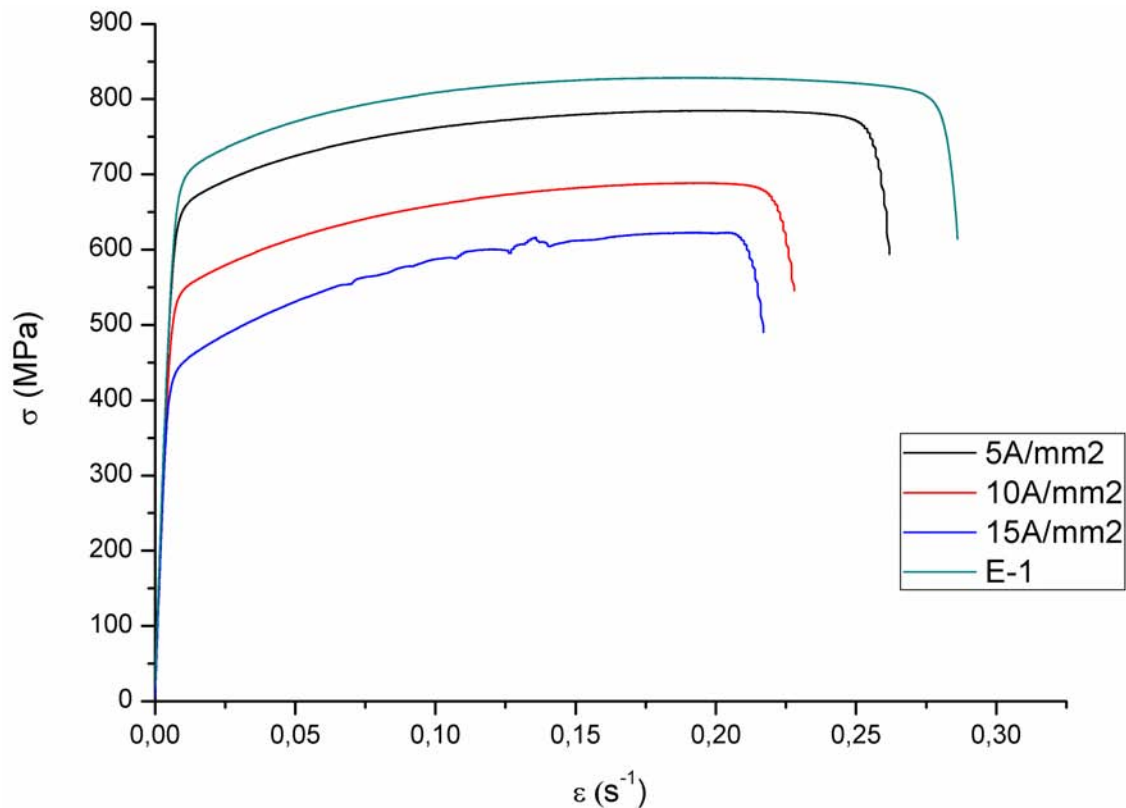


Figura 4.10 Curve di flusso relative alle prove in corrente continua e sul TQ (E-1)

In figura 4.10 si può notare una progressiva diminuzione delle prestazioni meccaniche all'aumentare della densità di corrente applicata e di conseguenza della temperatura come riportato in tabella 4.3. La curva di flusso relativa alle prove effettuate alla più alta densità di corrente presenta delle irregolarità che sono dovute al fenomeno del *Dynamic Strain Aging* (DSA). Il DSA è dovuto all'interazione tra gli atomi di soluto e le dislocazioni presenti nel materiale. Le dislocazioni tendono a bloccarsi in corrispondenza di atomi di soluto rendendo necessario un aumento del carico applicato affinché riescano ad oltrepassarli. L'azoto presente negli acciai analizzati è il principale responsabile dell'insorgere del DSA.

Tabella 4.3 Dati ricavati dalle curve di trazione in corrente continua

Densità di corrente (A/mm ²)	0	5	10	15
Temperatura (°C)	25	60	155	350
Sforzo massimo UTS (MPa)	824	786	691	628
Sforzo di snervamento (MPa)	648	627	520	430
Deformazione a rottura (s ⁻¹)	0,39	0,28	0,24	0,21

Le prove in temperatura sono state effettuate ai regimi termici raggiunti da quelle in corrente, ovvero 60°C, 155°C e 350°C.

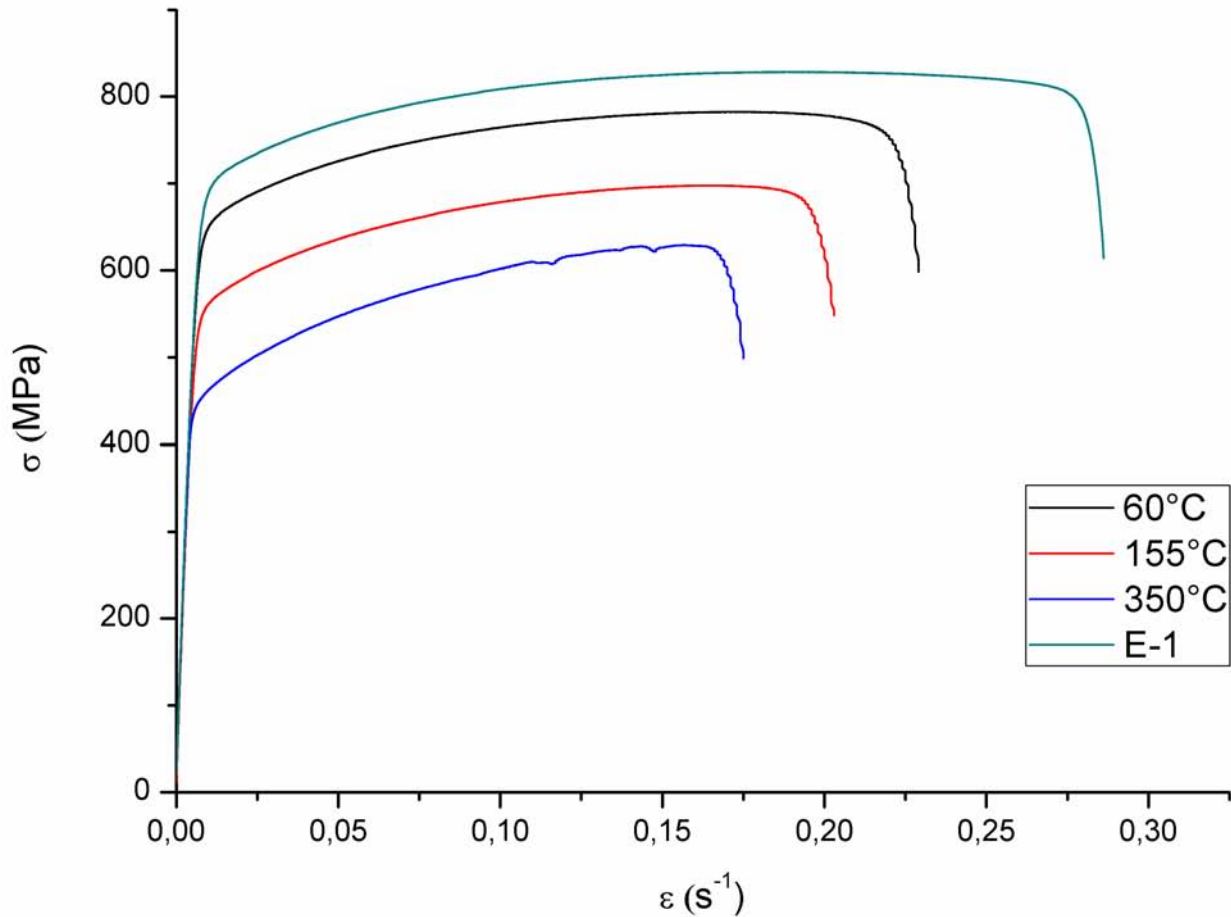


Figura 4.11 Curve di flusso relative alle prove in temperatura e sul TQ (E-1)

Analogo discorso fatto per le prove in corrente si può applicare alle prove in temperatura. Da notare come anche in questo caso il campione deformato a temperatura più elevata presenti un accenno di DSA. In tabella 4.4 sono riportati i dati estrapolati dalle curve di flusso.

Tabella 4.4 Dati ricavati dalle curve di trazione in temperatura

Temperatura (°C)	25	60	155	350
Sforzo massimo UTS (MPa)	824	787	699	629
Sforzo di snervamento (MPa)	648	627	531	438
Deformazione a rottura (s ⁻¹)	0,39	0,23	0,20	0,18

Il controllo della temperatura è stato fatto sempre attraverso termocamera, e nella figura 4.12 è rappresentato il regime termico raggiunto dai campioni sottoposti alle prove di trazione.

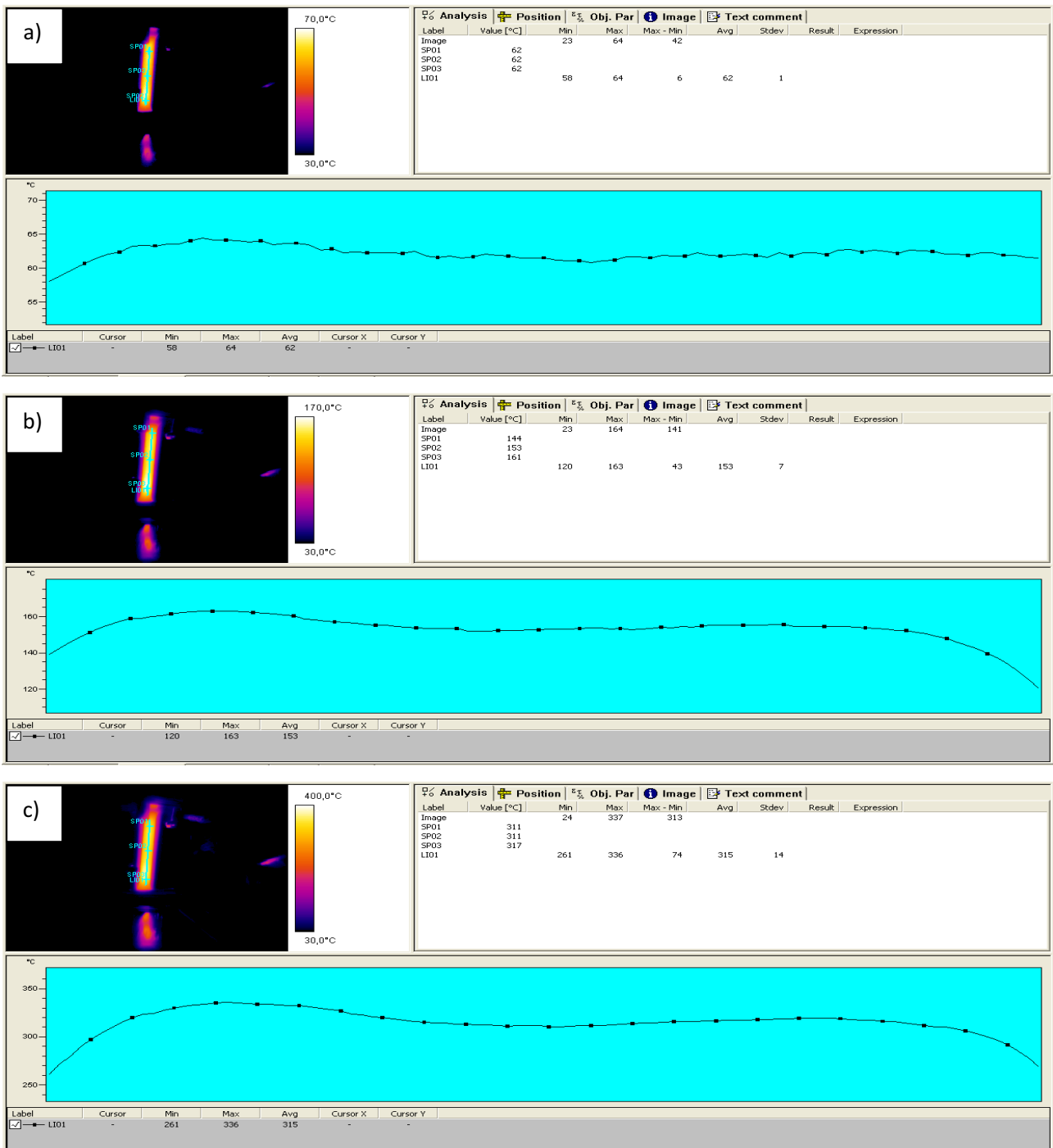


Figura 4.12 Analisi termica dei campioni sottoposti a trazione senza passaggio di corrente a) 60°C, b) 155°C e c) 350°C

Si può osservare come i regimi termici delle prove in temperatura siano molto simili a quelli termici identificati in precedenza. Ciò ha permesso di separare l'effetto della corrente da quello termico.

4.3 SAF2304

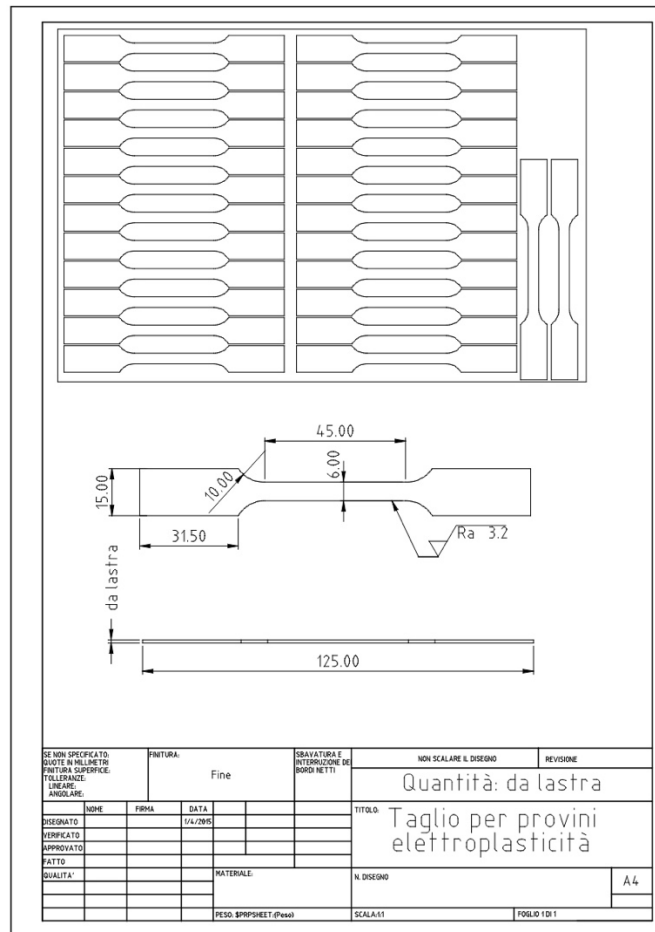


Figura 4.13 Geometria e layout dei campioni

In figura 4.13 è rappresentata la lamiera fornita con il numero di campioni ricavati attraverso taglio laser lungo direzione di laminazione (RD). I campioni ricavati in direzione trasversale (TD) rispetto alla direzione di laminazione sono stati utilizzati per identificare i regimi termici.

4.3.1 Prove di trazione

4.3.1.1 Velocità di deformazione

Come per l'acciaio SAF2205 anche per il SAF2304 sono state effettuate delle prove di trazione sul materiale tal quale a varie velocità di deformazione.

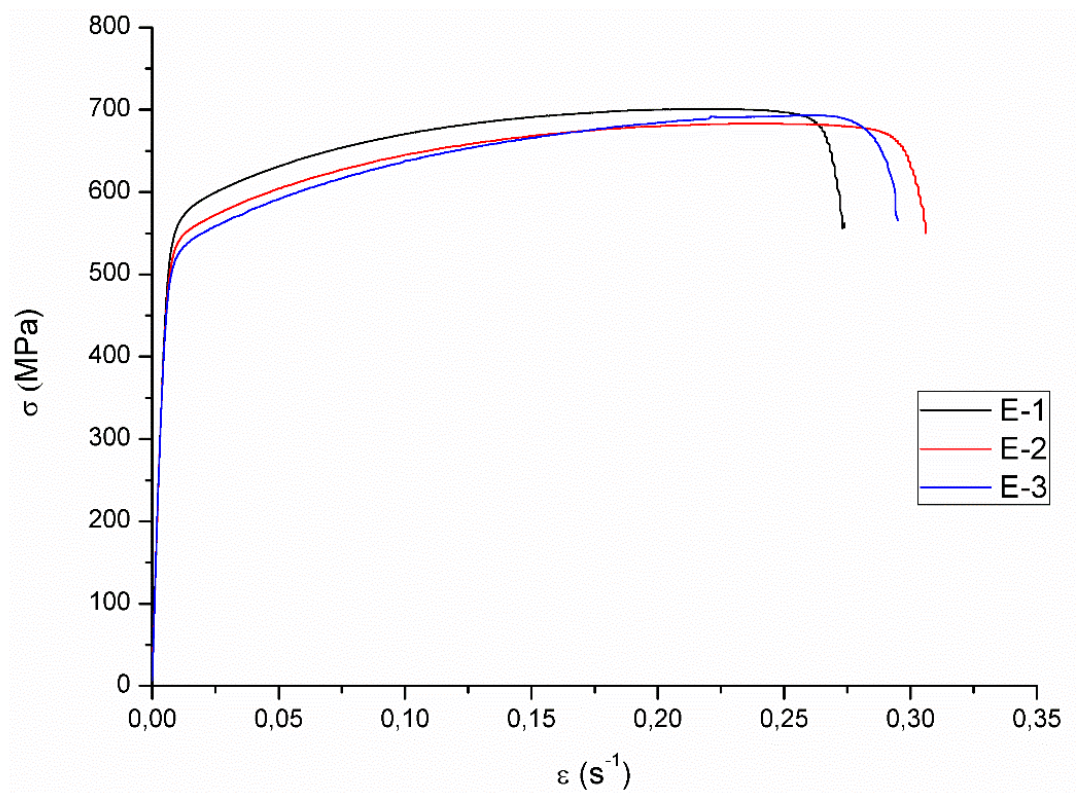


Figura 4.14 Curve di flusso a diverse velocità di deformazione

Come nel caso del SAF2205 anche per il SAF2304 è stato deciso di condurre le prove a velocità di deformazione pari a $10^{-1} s^{-1}$ (E-1).

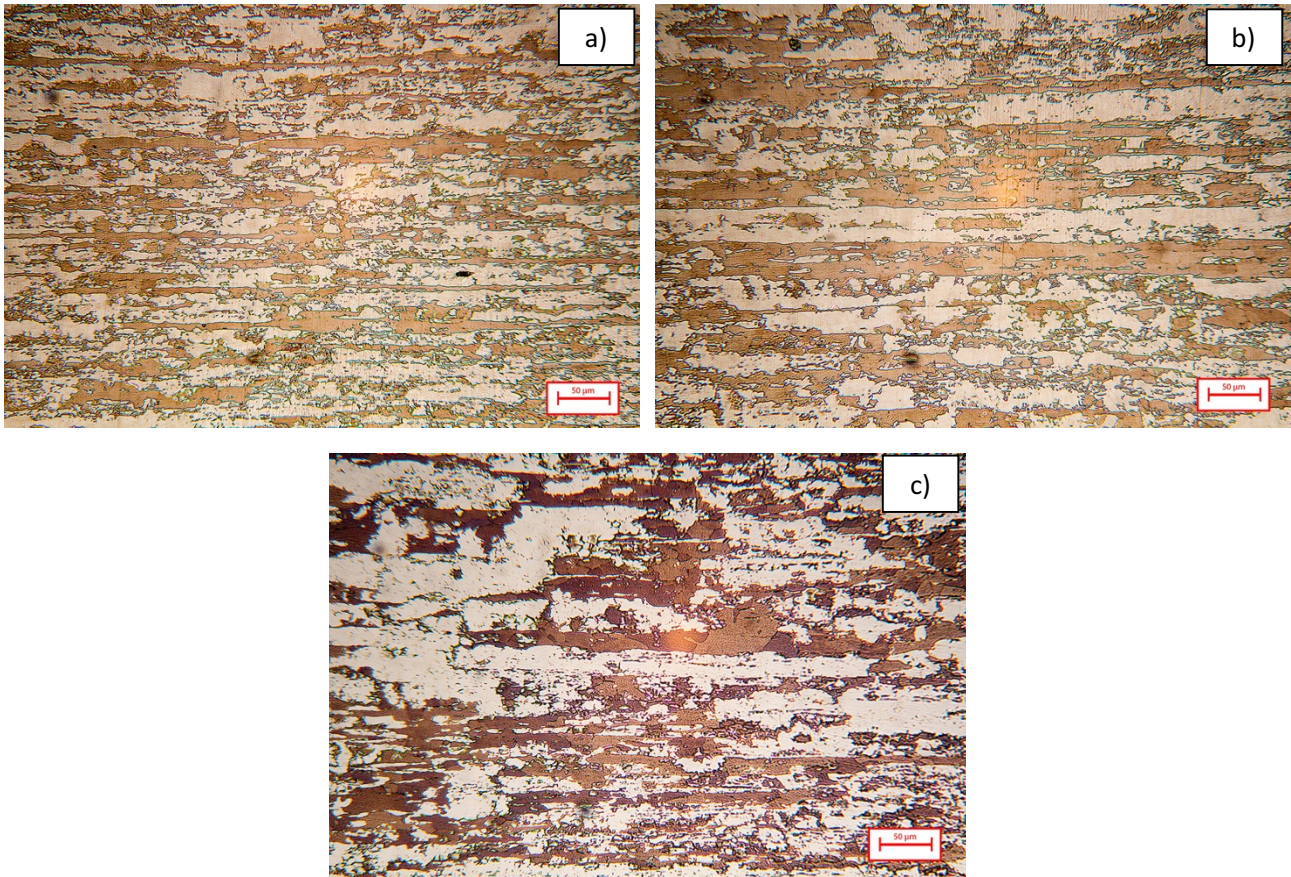


Figura 4.15 Microstruttura dei campioni deformati a diverse velocità di deformazione: E-1 a), E-2 b) ed E-3 c), attacco Beraha

Analogo discorso fatto per il SAF2205 lo si può fare per il 2304. Come si può osservare dalle micrografie di figura 4.15 è stato possibile attraverso l'attacco con il Beraha mettere in evidenza i bordi grano ferritici nel campione deformato a velocità più basse (E-3). E' stato comunque impossibile osservare le caratteristiche microstrutturali interne ad ogni singola fase.

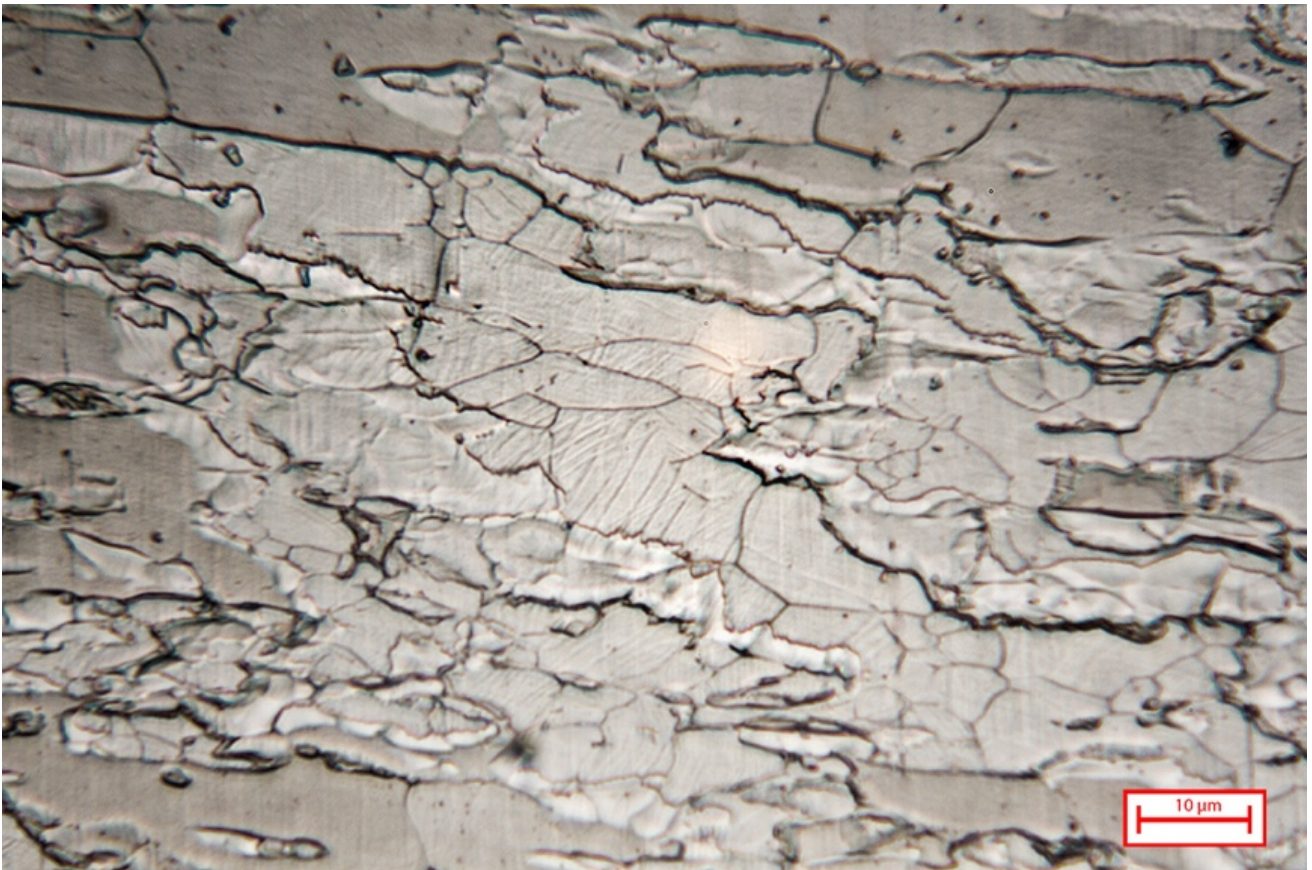


Figura 4.16 Intersezione delle bande di scorrimento nell'austenite per il campione deformato a E-3, attacco acido ossalico a 6V

In seguito ad attacco elettrolitico condotto a 6V con acido ossalico al 10% è stato possibile mettere in evidenza la struttura di deformazione che si è generata all'interno della fase austenitica. Come per il SAF2205 anche il SAF2304 deformato a E-3 presenta intersezione di bande di deformazione all'interno dei grani austenitici che favorisco la precipitazione della fase martensitica. Si è deciso di condurre le prove a E-1

4.3.1.2 Regimi termici

I regimi termici identificati tramite termocamera durante il passaggio di corrente sono presentati in figura 4.17

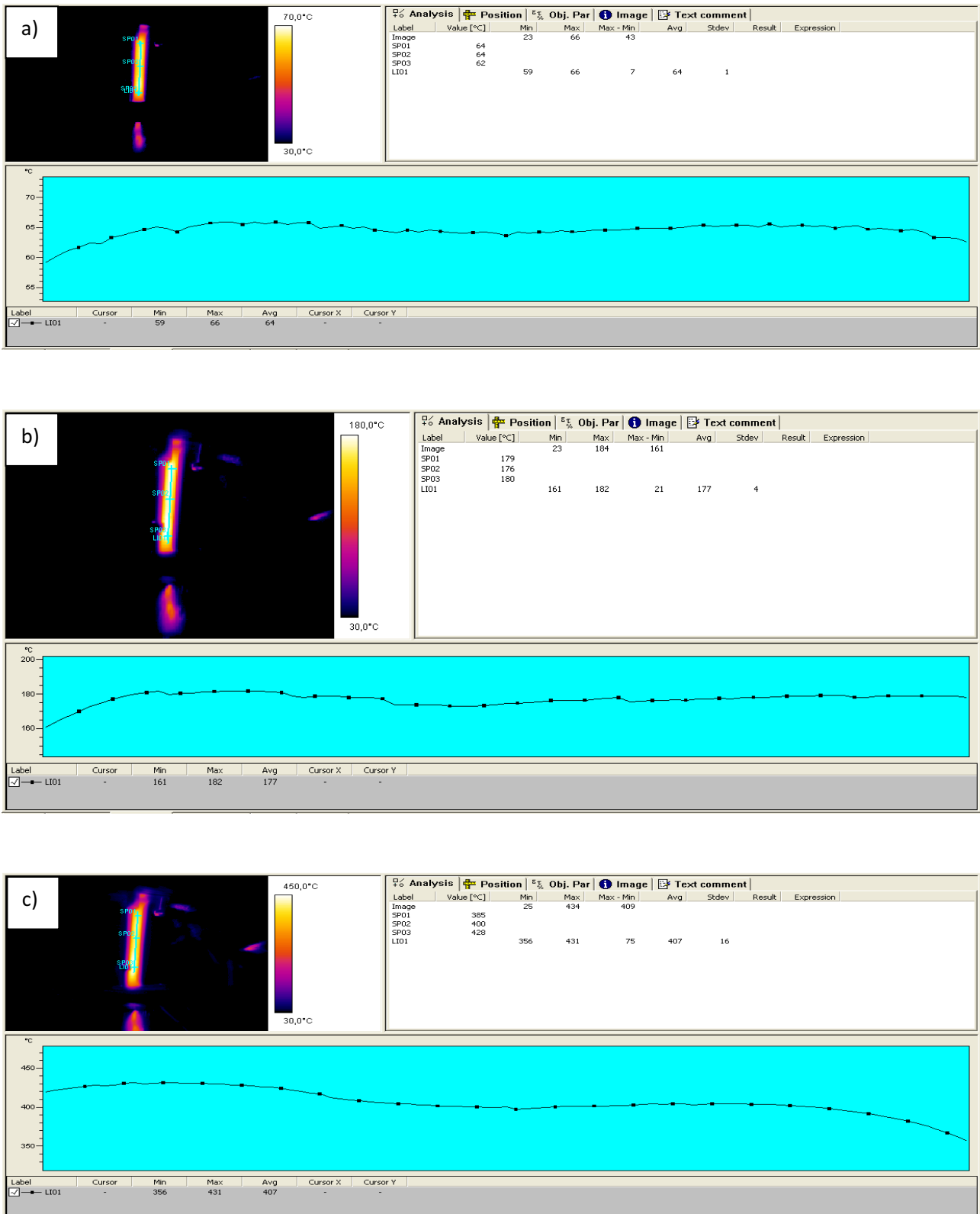


Figura 4.17 Regimi termici raggiunti dai campioni sottoposti a differenti densità di corrente: a) 5A/mm², b) 10A/mm² e c) 15A/mm²

Attraverso l'analisi d'immagine si è misurato il profilo di temperatura su tutta la lunghezza del tratto utile del campione (grafico su sfondo azzurro di figura 4.15) e tre misurazioni puntuali in corrispondenza degli afferraggi e al centro del campione. I regimi termici raggiunti dai campioni attraversati dalle tre diverse densità di corrente sono costanti su tutta la lunghezza del tratto utile del provino.

Sono stati identificati tre regimi termici corrispondenti a tre diverse densità di corrente:

- 65°C per densità di corrente pari a 5A/mm²
- 175°C per densità di corrente pari a 10A/mm²
- 410°C per densità di corrente pari a 15A/mm²

Spingersi oltre i 15A/mm² non è stato possibile a causa dell'aumento di temperatura del campione che si sarebbe portato ben oltre il limite imposto (450°C)

4.3.1.3 Corrente continua e Temperatura

Le tre densità di corrente identificate grazie alla misurazione dei regimi termici sono state poi utilizzate per condurre le prove di trazione in corrente continua. Le prove sono state condotte come per il SAF2205 a 5A/mm², 10A/mm² e 15A/mm².

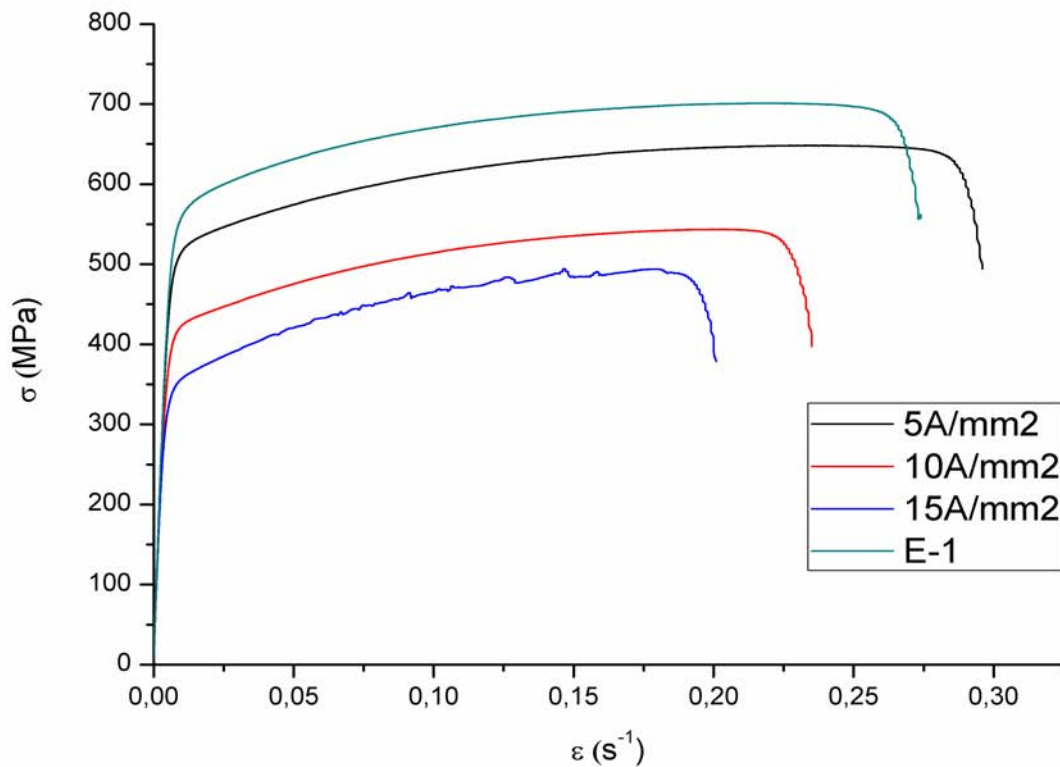


Figura 4.18 Curve di flusso delle prove in corrente continua e sul TQ (E-1)

Le curve di flusso rappresentate in figura 4.18 presentano una graduale diminuzione delle proprietà meccaniche all'aumentare della densità di corrente e della temperatura di prova.

La prima cosa che si nota è come il campione deformato a 5A/mm² si allunghi di più rispetto al campione deformato senza corrente il che fa ipotizzare l'instaurarsi del fenomeno elettroplastico.

La temperatura raggiunta dalla prova effettuata a densità di corrente pari a 15A/mm² pari a 410°C, è più alta rispetto a quella raggiunta dal SAF2205 (350°C) e si nota un insorgere più marcato del fenomeno del Dynamic Strain Aging. In tabella 4.5 sono riportati i dati estrapolati dalle curve di trazione.

Tabella 4.5 Dati ricavati dalle prove effettuate in corrente continua

Densità di corrente (A/mm ²)	0	5	10	15
Temperatura (°C)	25	65	175	410
Sforzo massimo UTS (MPa)	701	650	547	498
Sforzo di snervamento (MPa)	518	485	398	331
Deformazione a rottura (s ⁻¹)	0,27	0,31	0,24	0,20

In figura 4.17 sono rappresentate le curve di flusso relative alle prove di trazione effettuate ai regimi termici raggiunti dai campioni deformati con il passaggio di corrente continua.

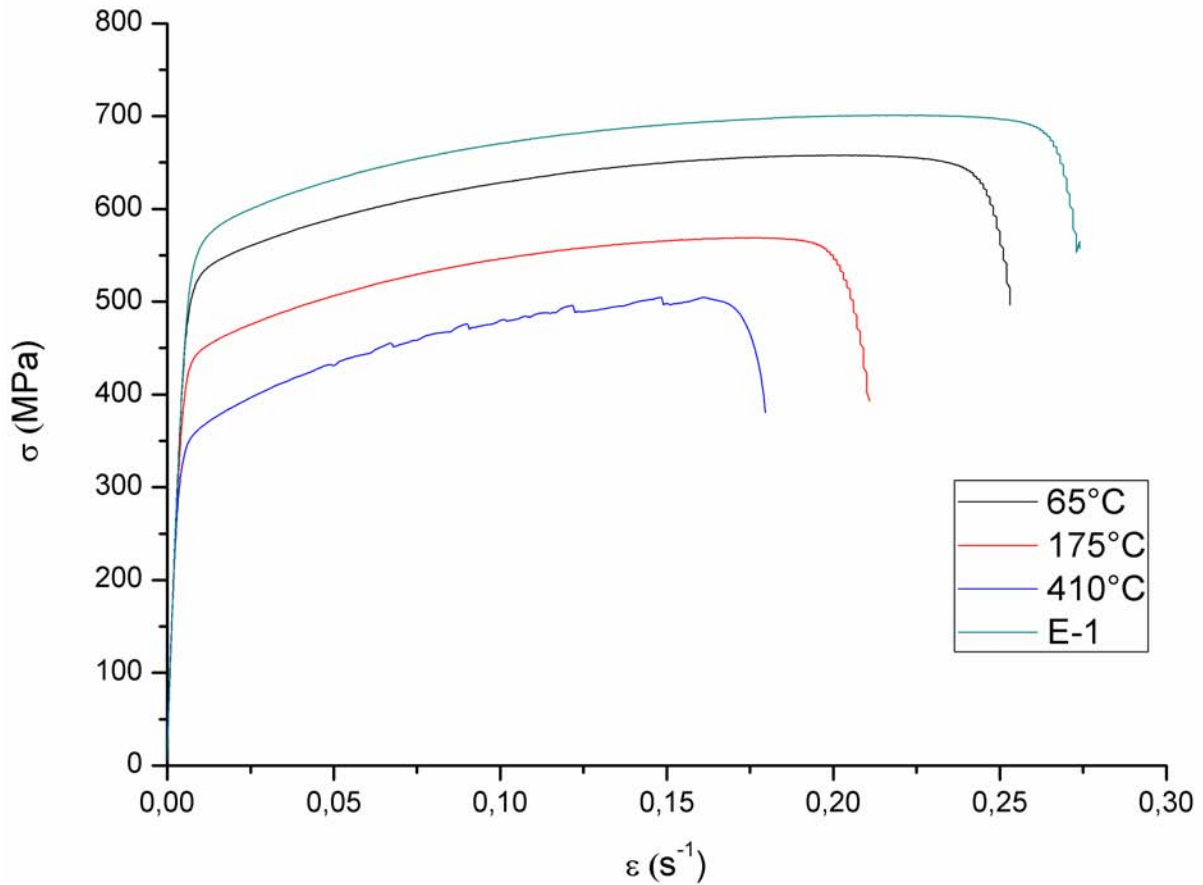


Figura 4.19 Curve di flusso delle prove in temperatura e sul TQ (E-1)

Anche per i campioni deformati senza il passaggio di corrente si assiste ad una graduale diminuzione delle proprietà meccaniche. Da notare che la prova effettuata a 65°C a differenza di quella in corrente non presenta allungamento a rottura superiore rispetto al materiale tal quale (E-1). In tabella 4.6 sono riassunti i dati ricavati dalle curve di flusso.

Tabella 4.6 Dati ricavati dalle curve di flusso dei campioni deformati in temperatura

Temperatura (°C)	25	65	175	410
Sforzo massimo UTS (MPa)	701	657	570	502
Sforzo di snervamento (MPa)	518	486	422	337
Deformazione a rottura (s^{-1})	0,27	0,26	0,21	0,17

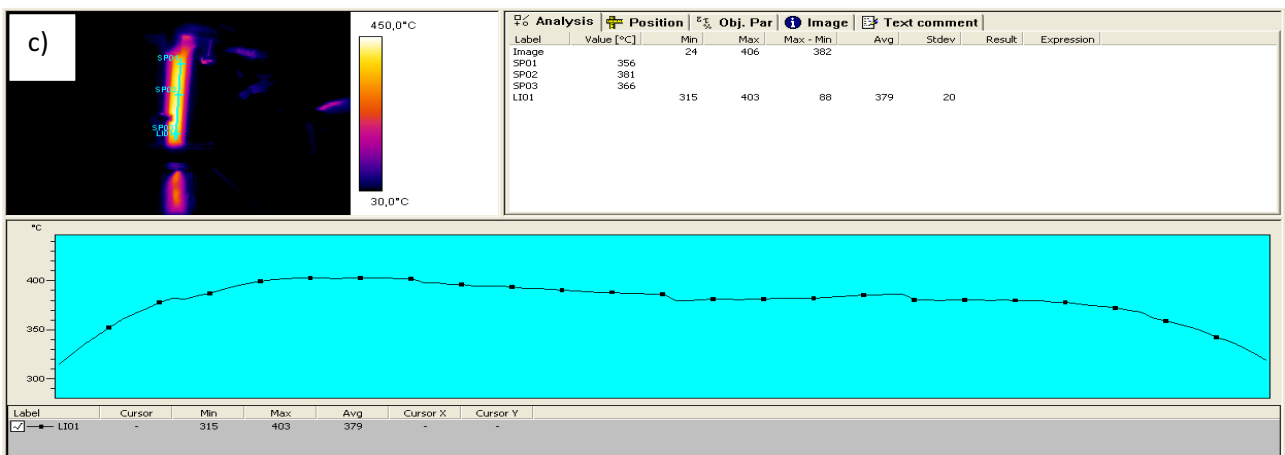
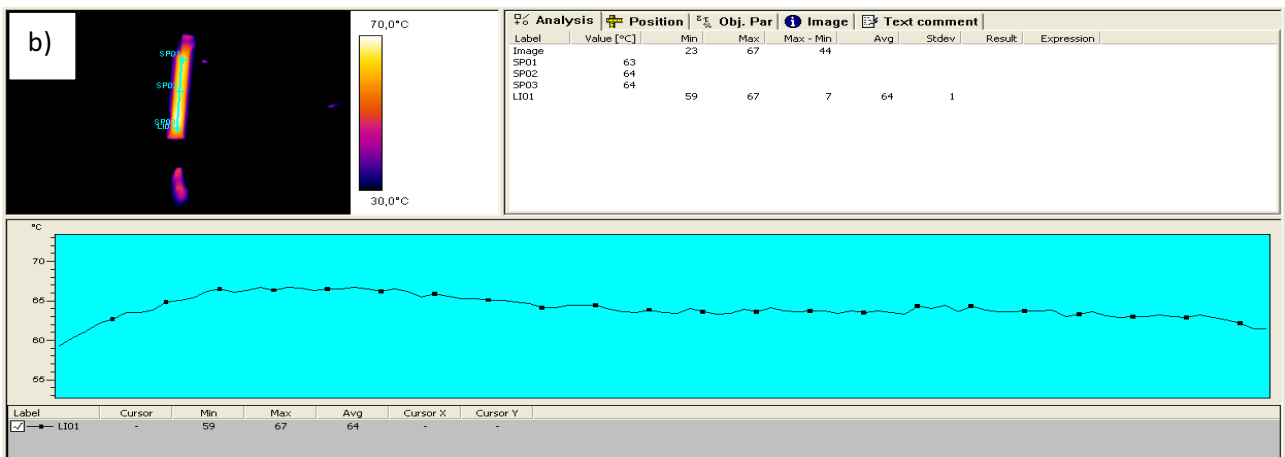
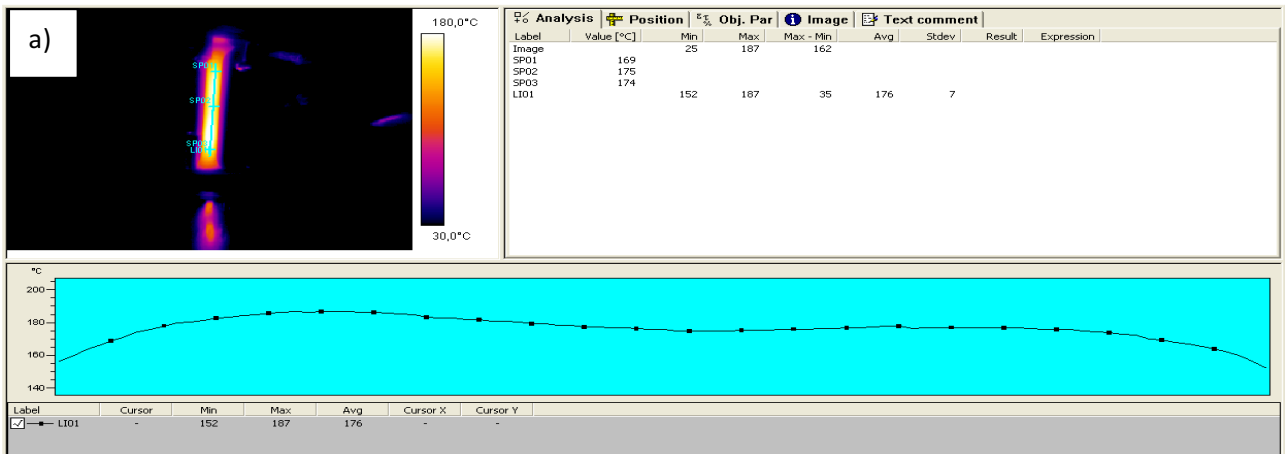


Figura 4.20 Analisi termica dei campioni sottoposti a trazione senza passaggio di corrente a) 65°C, b) 175°C e c) 410°C

In figura 4.20 sono riportati i regimi termici raggiunti dai campioni deformati alla stessa temperatura raggiunta da quelli deformati col passaggio di corrente. Si può osservare che i regimi termici siano analoghi a quelli identificati in precedenza e ciò ha permesso la separazione dell'effetto elettroplastico da quello termico.

4.4 Confronti corrente temperatura

Nel presente paragrafo verranno proposte le curve di flusso relative alle prove di trazione effettuate in corrente continua e quelle allo stesso regime termico, assieme alla curva relativa al materiale tal quale (E-1).

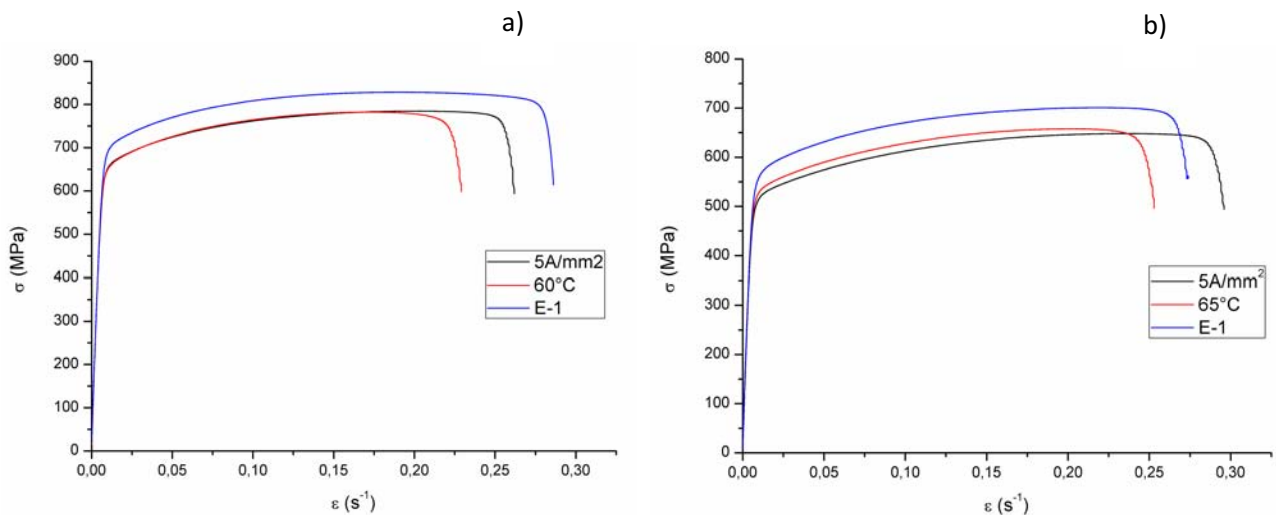


Figura 4.21 Curve di flusso relative ai campioni deformati a $5A/mm^2$: a) SAF2205 e b) SAF2304

Per quanto riguarda l'acciaio SAF2205 si osserva come il campione deformato in regime di corrente continua arrivi a rottura ad un allungamento maggiore rispetto a quello deformato in temperatura mantenendo praticamente inalterato il valore della resistenza a trazione (UTS); tutte e due le curve cadono al di sotto della curva relativa al materiale tal quale. L'acciaio SAF2304 presenta un comportamento leggermente diverso, in quanto nonostante il valore dello sforzo massimo del campione deformato a $5A/mm^2$ sia simile a quello deformato in temperatura, l'allungamento a rottura è superiore anche rispetto al tal quale.

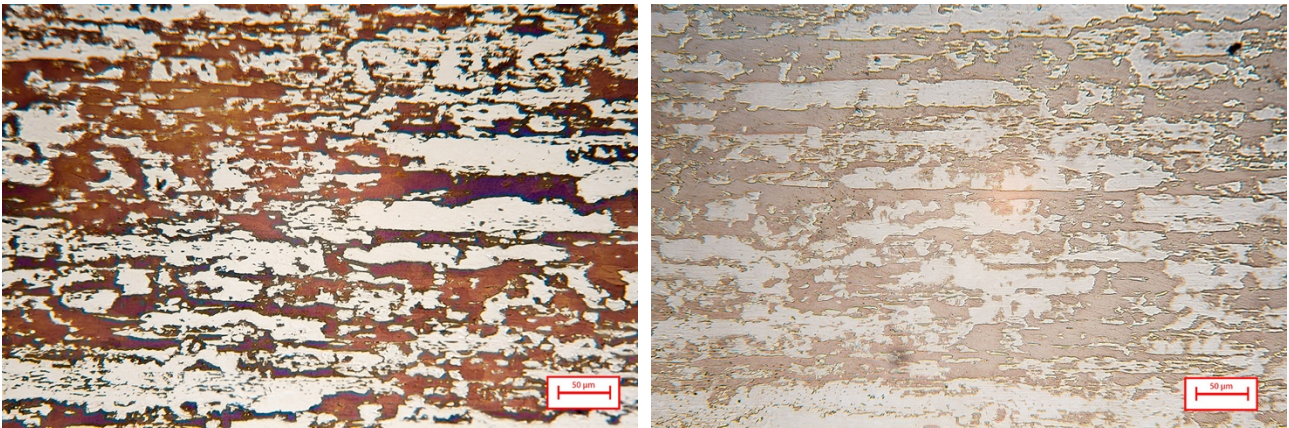


Figura 4.22 Micrografie dell'acciaio SAF2205 trazonato a $5A/mm^2$ a destra e $60^\circ C$ a sinistra

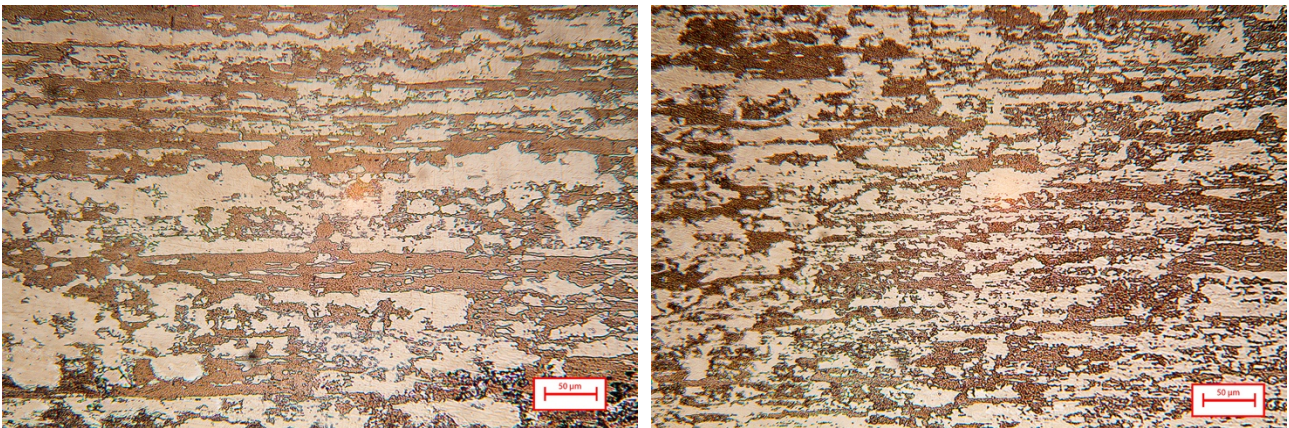


Figura 4.23 Micrografie dell'acciaio SAF2304 trazonato a $5A/mm^2$ a destra e $65^\circ C$ a sinistra

Dalle micrografie di figura 4.22 non si notano sostanziali differenze tra le microstrutture di deformazione dei campioni in corrente e in temperatura. La differente gradazione di bruno della fase ferritica è dovuta alla diversa reattività della soluzione utilizzata per mettere in risalto la microstruttura. Si nota invece una notevole frammentazione della grana austenitica rispetto al materiale allo stato di fornitura.

Nel caso dell'acciaio SAF2304 (figura 4.23) si assiste sempre ad una frammentazione della grana austenitica e a causa dell'elevata reattività della fase ferritica in seguito alla deformazione plastica non è più possibile distinguere i bordi grano ferritici come è stato possibile nel materiale allo stato di fornitura.

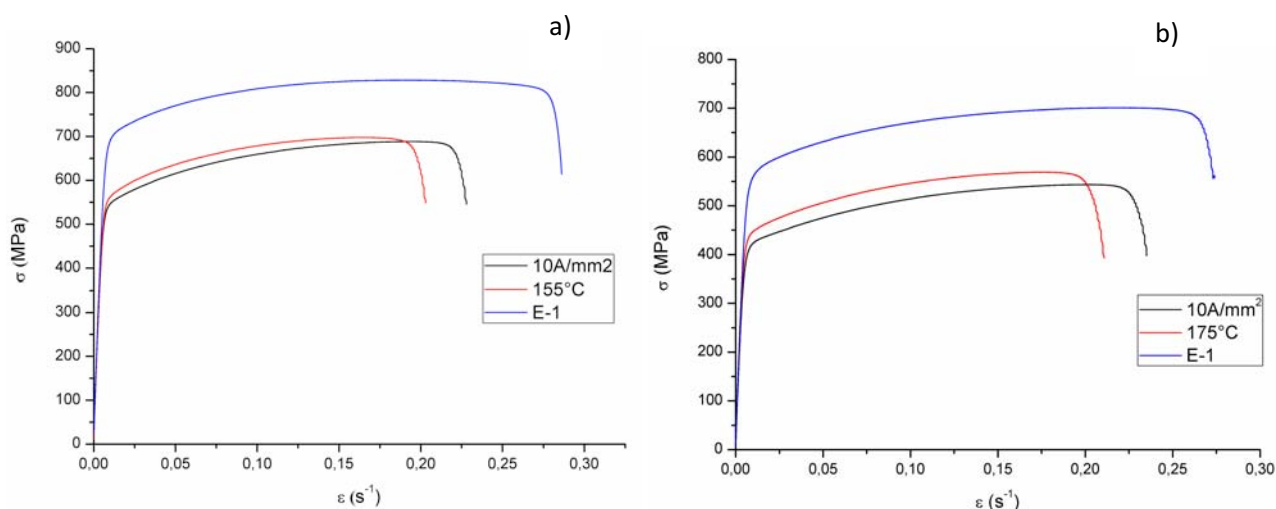


Figura 4.24 Curve di flusso relative ai campioni deformati a 10A/mm²: a) SAF2205 e b) SAF2304

I due acciai si comportano in modo analogo, presentando un aumento di formabilità per i campioni trazionati in regime di corrente elettrica. Per quanto riguarda il valore dello sforzo massimo si può osservare come l'acciaio SAF2304 presenti una diminuzione rispetto alle prove eseguite in temperatura, mentre il valore dello sforzo massimo per il SAF2205 è praticamente identico a quello delle prove termiche. L'aumento percentuale di formabilità della prova in corrente rispetto a quelle in temperatura è minore a densità di corrente di 10A/mm² rispetto ai campioni deformati a 5A/mm².

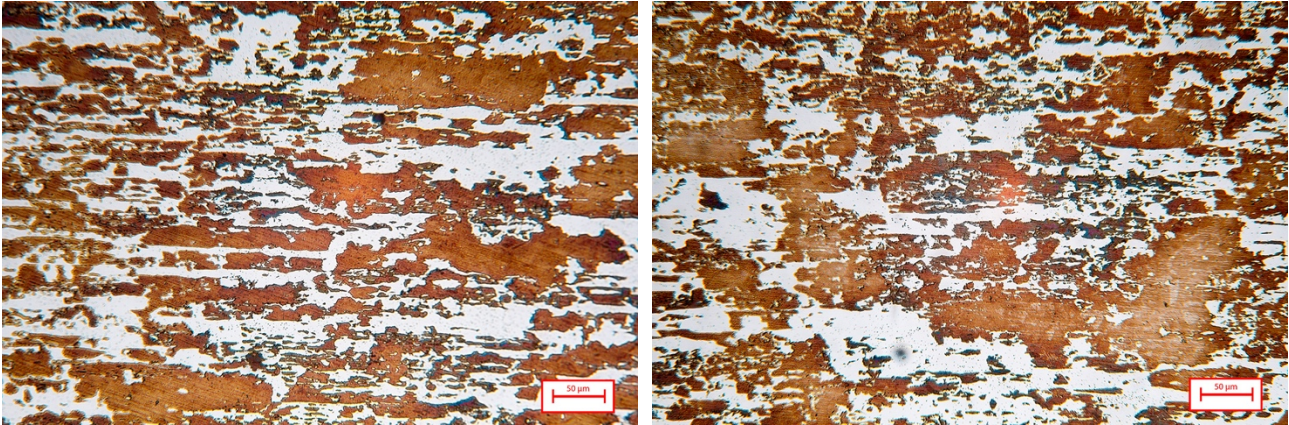


Figura 4.25 Micrografie dell'acciaio SAF2205 trazonato a $10A/mm^2$ a destra e a $155^\circ C$ a sinistra

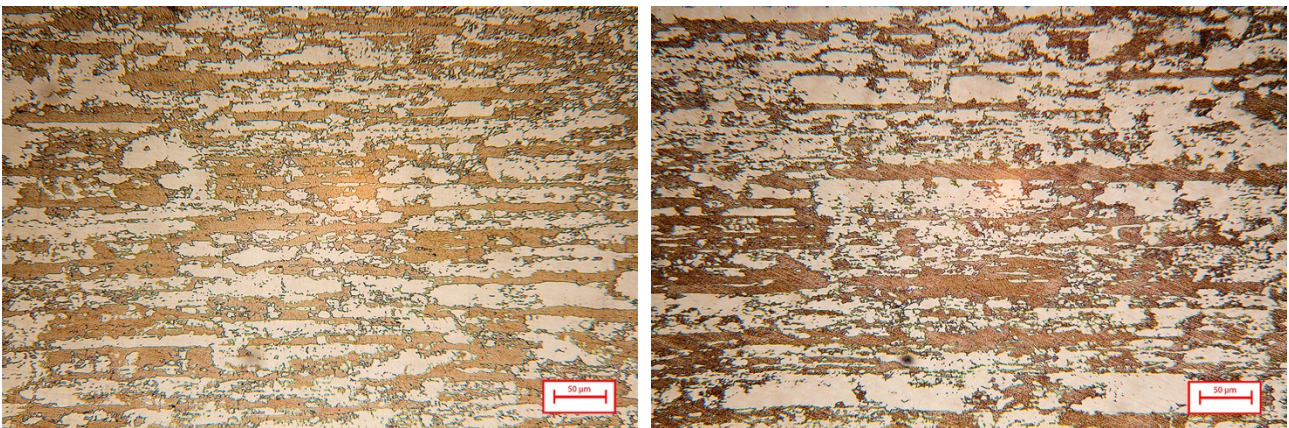


Figura 4.26 Micrografie dell'acciaio SAF2304 trazonato a $10A/mm^2$ a destra e a $175^\circ C$ a sinistra

Anche per quanto riguarda i campioni deformati a temperature e correnti intermedia sia il SAF2304 che il SAF2205 non presentano sostanziali differenze nella microstruttura. Si nota una maggiore frammentazione della grana ferritica nei confronti dei campioni deformati a correnti e temperature inferiori.

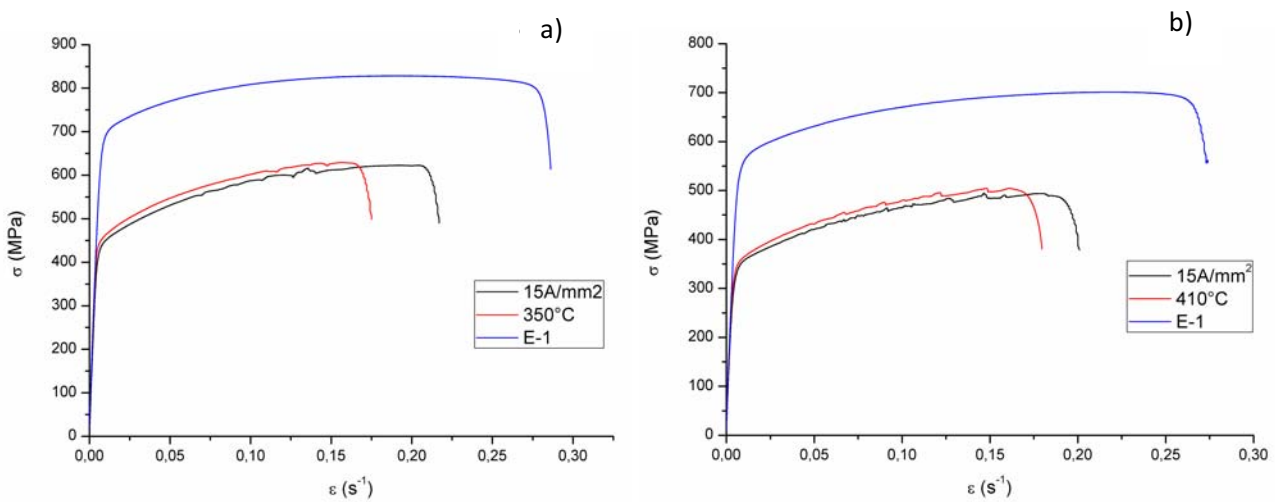


Figura 4.27 Curve di flusso relative ai campioni deformati a 15A/mm²: a) SAF2205 e b) SAF2304

Anche in questo caso si assiste ad un aumento di formabilità da parte dei campioni deformati in regime di corrente rispetto a quelli deformati in temperatura.

Si nota un effetto maggiore della corrente sulla formabilità nell'acciaio SAF2205 rispetto al SAF2304 ma è da tenere in considerazione il fatto che quest'ultimo ha raggiunto temperature maggiori durante la prova e come si può vedere dalla curva di flusso il fenomeno del dynamic strain aging è molto più marcato rispetto al SAF2205.

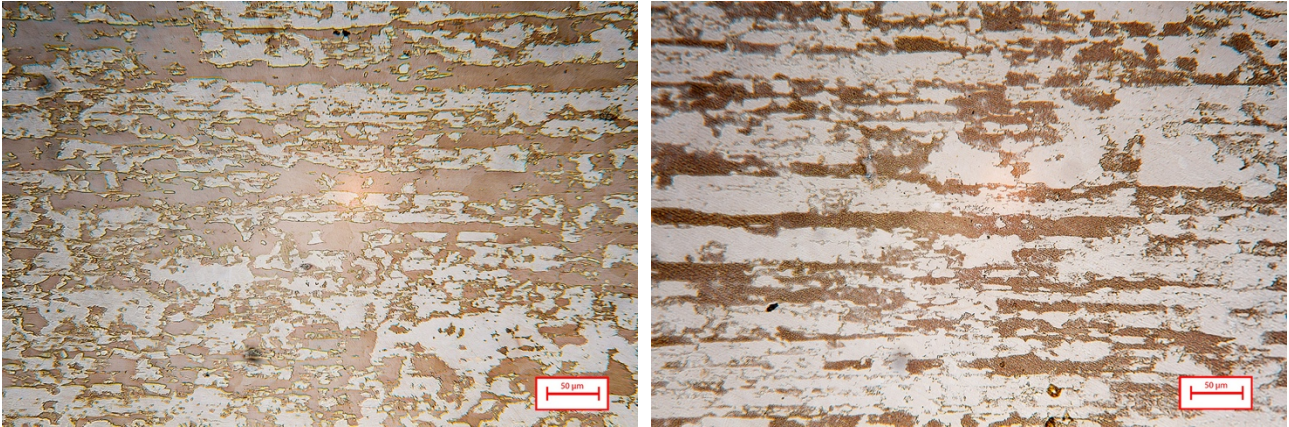


Figura 4.28 Micrografie dell'acciaio SAF2205 trazonato a $15A/mm^2$ a destra e a $350^{\circ}C$ a sinistra

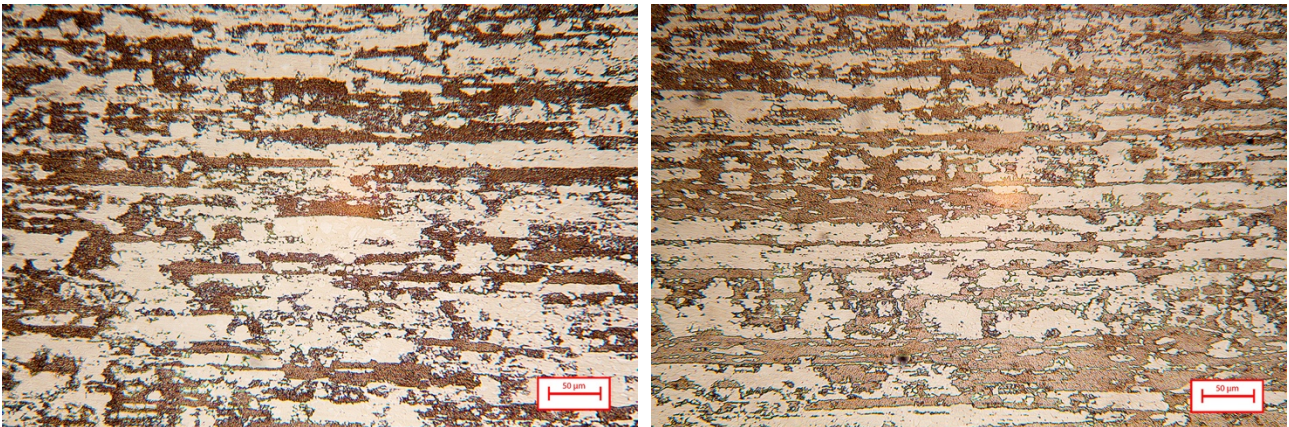


Figura 4.29 Micrografie dell'acciaio SAF2304 trazonato a $15A/mm^2$ a destra e a $410^{\circ}C$ a sinistra

A temperature e correnti più elevate sia il SAF2205 che il SAF2304 non mostrano differenze tra le microstrutture in seguito ad attacco con Beraha.

Capitolo 5: Discussione

Per evidenziare le differenze tra le prove in corrente continua e le prove termiche sono stati calcolati UTS_{rel} , $Yield_{rel}$ e ϵ_{rel} utilizzando le seguenti formule:

$$UTS_{rel} = \frac{UTS_i}{UTS_{TQ}} \quad (5.1)$$

Dove con UTS_i si indica il valore dello sforzo massimo della prova considerata mentre UTS_{TQ} è il valore dello sforzo massimo della prova effettuata senza l'applicazione di corrente e a temperatura ambiente.

$$\epsilon_{rel} = \frac{\epsilon_i}{\epsilon_{TQ}} \quad (5.2)$$

Dove con ϵ_i si indica il valore dell'allungamento a rottura della prova considerata mentre ϵ_{TQ} è il valore dell'allungamento a rottura della prova effettuata a temperatura ambiente.

$$Yield_{rel} = \frac{Yield_i}{Yield_{TQ}} \quad (5.3)$$

Con $Yield_i$ si indica il valore dello sforzo di snervamento della prova considerata, mentre $Yield_{TQ}$ è il valore dello sforzo di snervamento della prova a temperatura ambiente

Si è inoltre calcolato il coefficiente di incrudimento n facendo una regressione lineare della parte della curva di trazione logaritmica dopo il punto di snervamento, sapendo che la legge che seguono i materiali metallici nel campo freddo/tiepido è

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

Con σ sforzo applicato al materiale, K costante del materiale, ϵ deformazione e n coefficiente di incrudimento.

Nella tabella seguente sono riportati i dati riguardanti il SAF2205.

Tabella 5.1 Dati relativi alle prove in corrente continua e alle prove termiche per l'acciaio SAF2205

T (°C)	CORRENTE							TERMICHE						
	UTS (MPa)	UTS _{rel}	ϵ (s ⁻¹)	Yield (MPa)	Yield _{rel}	ϵ_{rel}	n	UTS (MPa)	UTS _{rel}	Yield (MPa)	Yield _{rel}	ϵ (s ⁻¹)	ϵ_{rel}	n
20	829	1,00	0,29	648	1,00	1,00	0,135	829	1,00	648	1,00	0,29	1,00	0,135
60	786	0,95	0,28	627	0,97	0,96	0,143	787	0,95	627	0,97	0,23	0,79	0,144
155	691	0,83	0,24	520	0,80	0,82	0,150	699	0,84	531	0,82	0,20	0,70	0,148
350	628	0,76	0,21	430	0,66	0,72	0,182	629	0,76	438	0,68	0,18	0,61	0,180

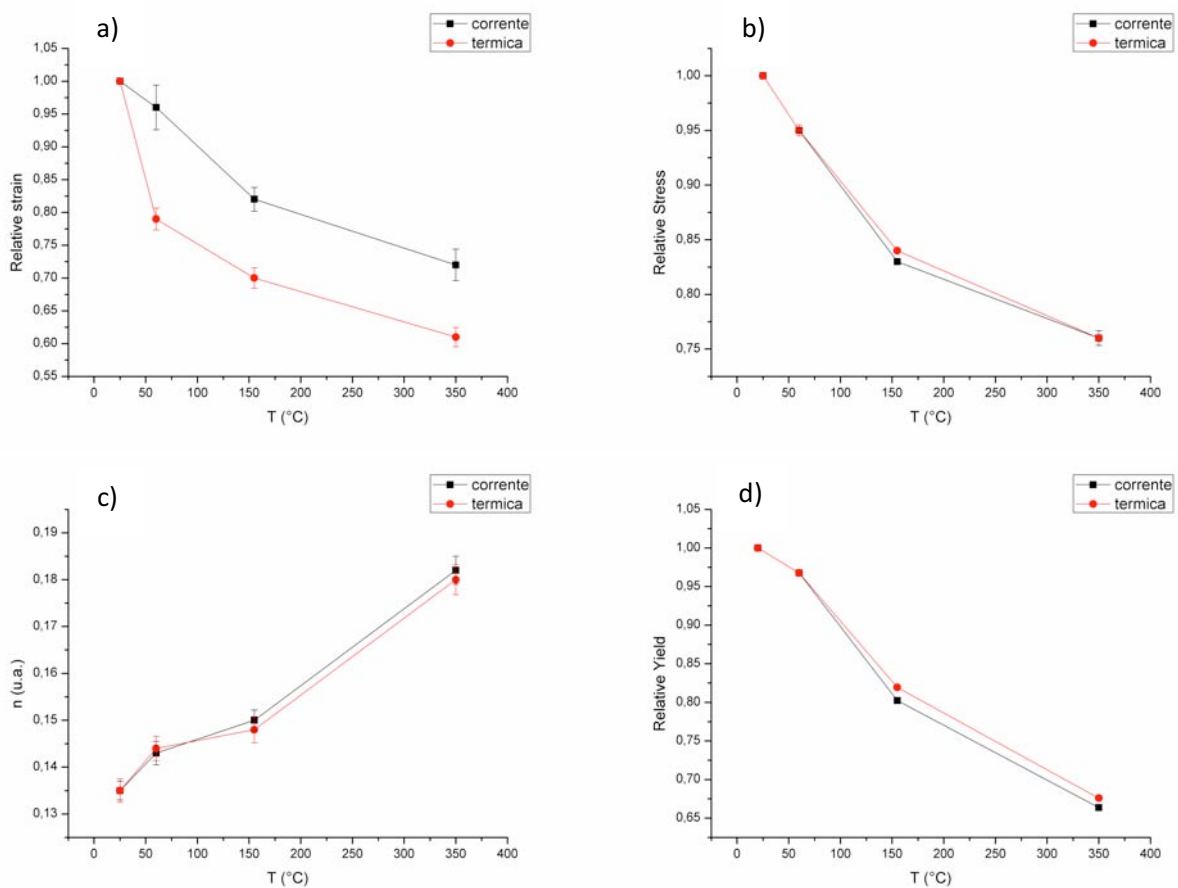


Figura 5.1 Variazione relativa della deformazione a rottura a), del carico massimo b), del coefficiente di incrudimento n c) e del carico di snervamento d) in funzione della temperatura omologa (SAF2205)

Si può osservare come all'aumentare della temperatura delle prove non vi siano sostanziali differenze tra i valori di carico massimo e coefficiente di incrudimento tra le prove condotte in regime di corrente continua e quelle in temperatura. Si nota invece un notevole aumento della deformazione a rottura delle prove effettuate in corrente rispetto a quelle in temperatura. Lo sforzo di snervamento invece non viene influenzato dal passaggio della corrente elettrica.

In tabella 5.2 sono riportati i valori relativi all'acciaio SAF2304.

Tabella 5.2 Dati relativi alle prove in corrente continua e alle prove termiche per l'acciaio SAF2304

T (°C)	CORRENTE							TERMICHE						
	UTS (MPa)	UTS _{rel}	Yield (MPa)	Yield _{rel}	ϵ (s ⁻¹)	ϵ _{rel}	n	UTS (MPa)	UTS _{rel}	Yield (MPa)	Yield _{rel}	ϵ (s ⁻¹)	ϵ _{rel}	n
25	701	1,00	518	1,00	0,27	1,00	0,15	701	1,00	518	1	0,27	1,00	0,15
60	650	0,93	485	0,94	0,31	1,15	0,16	657	0,94	486	0,94	0,26	0,96	0,16
155	547	0,78	398	0,77	0,24	0,89	0,17	570	0,81	422	0,81	0,21	0,78	0,16
410	498	0,71	331	0,64	0,20	0,74	0,19	502	0,72	337	0,65	0,17	0,63	0,19

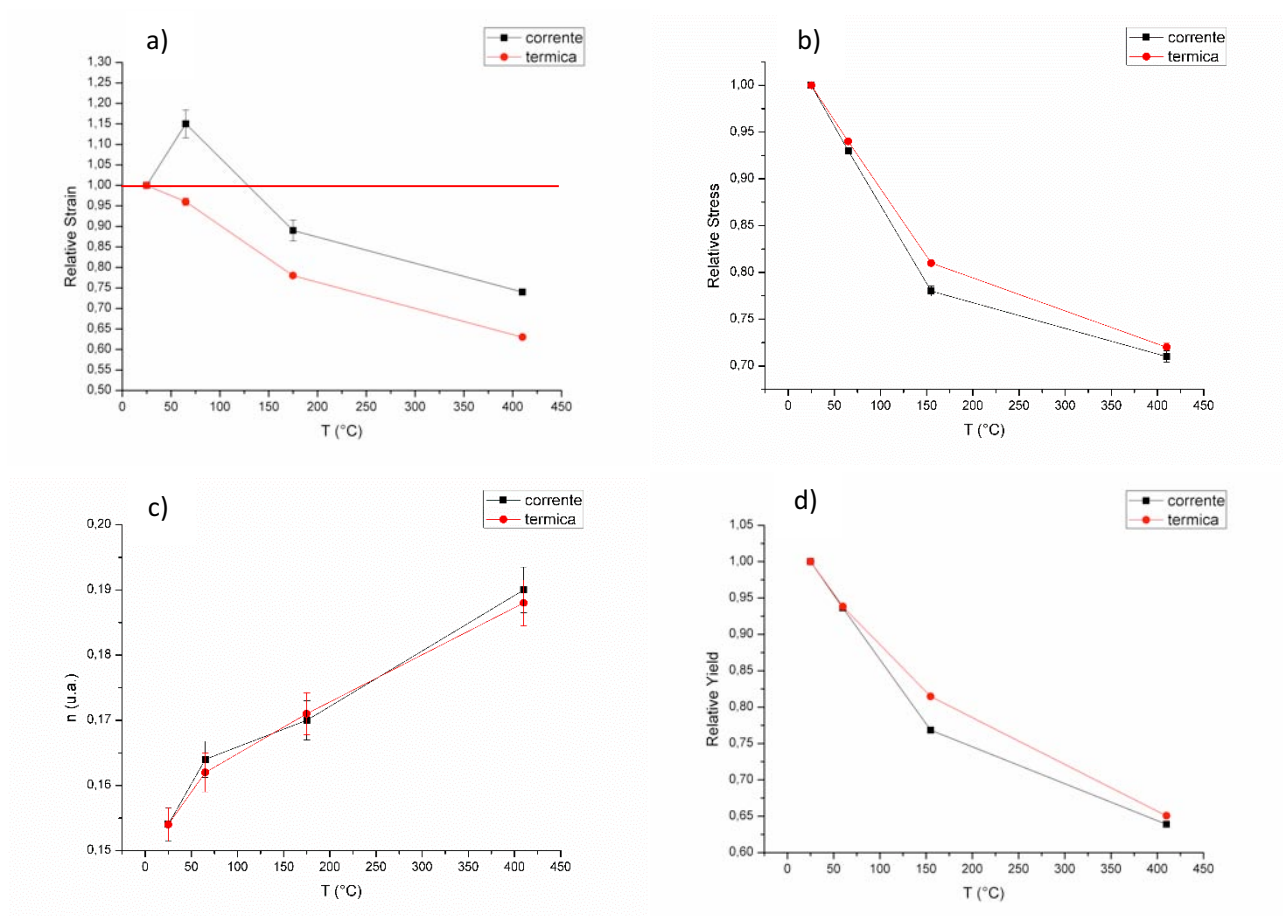


Figura 5.2 Variazione relativa della deformazione a rottura a), del carico massimo b), del coefficiente di incrudimento n c) e del carico di snervamento d) in funzione della temperatura omologa (SAF2304)

Anche per il l'acciaio SAF2304 si osserva come all'aumentare della temperatura di prova la differenza del coefficiente di incrudimento per il materiale deformato in temperatura e quello deformato in corrente rientri all'interno dell'incertezza di prova. A differenza del SAF2205 si nota una diminuzione del carico massimo delle prove in corrente rispetto a quelle in temperatura mentre per quanto riguarda l'allungamento a rottura si osserva che il campione deformato a 5A/mm²

presenta una duttilità superiore anche al materiale deformato a temperatura ambiente, probabilmente grazie ad una dimensione minore della grana ferritica. Non vi sono considerevoli variazioni tra il carico di snervamento del campione deformato in corrente continua rispetto a quello deformato in temperatura.

E' stato ipotizzato [33] che il fenomeno elettroplastico possa dipendere dal valore della stacking fault energy del materiale: materiali ad elevata SFE (AA1050 H24 e AISI430) hanno dimostrato una spiccata sensibilità al fenomeno elettroplastico al contrario di quelli a bassa e mediobassa SFE (AISI 316L e rame C11000).

Nel caso degli acciai inossidabili bifasici, a causa del basso contenuto di Nickel, per poter stabilizzare la fase austenitica a temperatura ambiente si introduce una certa quantità di N nella lega (elemento stabilizzante della fase gamma) che porta ad una diminuzione della SFE della fase austenitica. Grazie al valore molto basso della costante di partizione α/γ dell'azoto dovuto alla bassa solubilità che ha quest'ultimo nella ferrite (tabella 2.2), si distribuirà preferibilmente nell'austenite limitando la diminuzione della SFE della fase ferritica. Tenendo conto del fatto che la struttura degli acciai inossidabili bifasici è composta da una matrice ferritica in cui è dispersa la fase austenitica e che è la ferrite grazie al suo elevato numero di sistemi di scorrimento che accomoda la maggior parte della deformazione, si può dedurre che sia questa la fase responsabile della presenza del fenomeno elettroplastico. Sono stati fatti studi [42,43] su un ottone 60/40 bifasico che presenta il fenomeno dell'elettroplasticità. In questo ottone la stacking fault energy della fase alfa (struttura FCC) è relativamente bassa, mentre la fase cubica a corpo centrato possiede un'elevata SFE che è quella che ha permesso l'instaurarsi del fenomeno elettroplastico.

Un'altra possibile spiegazione della presenza del fenomeno elettroplastico negli acciai inossidabili bifasici è la possibilità che la corrente favorisca una trasformazione di fase indotta da deformazione nella struttura austenitica. Il meccanismo secondo il quale agisce la corrente è esposto nel paragrafo 1.3, ovvero la corrente fornisce la frazione di energia necessaria ad oltrepassare la barriera di energia di attivazione per la precipitazione della fase più stabile a quella temperatura. Al fine di verificare questa ipotesi è indispensabile l'analisi al microscopio a trasmissione elettronica, che è in grado di risolvere la differente morfologia della fase austenitica e della martensite da deformazione e di verificarne la presenza grazie alla diffrazione di elettroni.

Altro fattore importante da tenere in considerazione è come la corrente si distribuisce tra le due fasi presenti nel metallo. Il fatto che la matrice sia ferritica e che la densità di dislocazioni all'interno

della fase austenitica sia maggiore a causa della bassa SFE (inibizione del meccanismo di cross slip), potrebbe portare ad una distribuzione non omogenea della corrente che favorirebbe i meccanismi responsabili dell'aumento di duttilità dovuti al passaggio di corrente.

Conclusioni

Questo lavoro di tesi è stato svolto per proseguire il progetto di ricerca sul fenomeno elettroplastico dell'Università di Padova.

Per la prima volta sono stati effettuati dei test su materiali con struttura bifasica e sono stati scelti i due gradi di acciaio inossidabile bifasico per il loro elevato interesse tecnologico in ambito industriale.

E' stato osservato che tutti e due gli acciai sottoposti a test hanno dimostrato un'ottima risposta alla deformazione uniassiale assistita da corrente presentando un aumento della formabilità rispetto alle prove effettuate alla medesima temperatura raggiunta dai campioni deformati in corrente continua.

L'acciaio SAF2304 ha denotato una spiccata sensibilità al fenomeno elettroplastico quando attraversato dalla più bassa densità di corrente ($5A/mm^2$) dimostrando un allungamento a rottura superiore anche rispetto al materiale deformato a temperatura ambiente. Il carico massimo (UTS) e il carico di snervamento non hanno avuto sostanziali variazioni tra le due tipologie di prova né per il SAF2205 né per il SAF2304.

E' stato ipotizzato che la corrente potrebbe aver favorito la precipitazione di martensite da deformazione, ma per verificare tale ipotesi è necessario un'analisi dei campioni deformati al microscopio a trasmissione elettronica.

Sarebbe interessante attraverso misurazioni e simulazione alle differenze finite capire come la corrente si distribuisca tra la fase ferritica e la fase austenitica presenti nel materiale.

In futuro si proseguirà la campagna prove sugli stessi materiali sottoposti a trazione uniassiale e assistiti invece che da corrente continua da corrente pulsata per cercare di limitare il riscaldamento per effetto Joule del materiale e raggiungere densità di corrente decisamente più elevate.

Si prevede inoltre di effettuare delle misurazioni di modulo elastico per verificarne l'influenza della corrente come era stato osservato in un lavoro precedente [33].

Per confermare l'ipotesi della responsabilità della SFE sul presentarsi del fenomeno elettroplastico è consigliabile eseguire delle prove di trazione portando il materiale a diversi gradi di deformazione

previa rottura per poi andare ad osservare al TEM la struttura dislocativa e verificare le eventuali differenze tra i campioni deformati in corrente e quelli in temperatura.

Bibliografia

- [1] Machlin ES (1959) Applied voltage and the plastic properties of “brittle” rock salt. *J Appl Phys* 30(7):1109–1110
- [2] Nabarro FRN (1967) Theory of crystal dislocations. Chapter IX
- [3] Troitskii OA (1969) Electromechanical effect in metals. *Pis'ma Zhurn Experim Teoret Fiz*, No 10, pp 18
- [4] Klimov KM, Novikov II (1982) “The electroplastic effect” A.A. Baikov Institute of Metallurgy, Academy of Sciences of the USSR, Moscow. Translated from *Problemy Prochnosti*, No 2, pp 98–103
- [5] Xu ZS, Lai ZH, Chen YX (1988) Effect of electric current on the recrystallization behavior of cold worked alpha-ti. *Scr Metall* 22:187–190
- [6] Chen SW, Chen CM, Liu WC (1998) Electric current effects upon the Sn/Cu and Sn/Ni interfacial reactions. *J Electron Mater* 27:1193
- [7] Chen SW, Chen CM (1999) Electric current effects on Sn/Ag interfacial reactions. *J Electronic Mat* 28:902
- [8] Conrad H (2000) Effects of electric current on solid state phase transformations in metals. *Mater Sci Eng A287:227–237*
- [9] Conrad H (2000) Electroplasticity in metals and ceramics. *Mat Sci Eng*, pp 276–287
- [10] Conrad H (2002) Thermally activated plastic flow of metals and ceramics with an electric field or current. *Mat Sci Eng A322:100–107*
- [11] Heigel JC, Andrawes JS, Roth JT, Hoque ME, Ford RM (2005) Viability of electrically treating 6061-T6511 aluminum for use in manufacturing processes. *Trans North Am Manuf Res Inst SME* 33:145–152
- [12] Andrawes JS, Kronenberger TJ, Roth JT, Warley RL (2007) Effects of DC current on the mechanical behavior of AlMg1SiCu. *Mater Manuf Proc* 22(1):91–101
- [13] Perkins TA, Kronenberger TJ, Roth JT (2007) Metallic forging using electrical flow as an alternative to warm/hot working. *J Manuf Sci Eng* 129(1):84–94
- [14] Ross CD, Irvin DB, Roth JT (2007) Manufacturing aspects relating to the effects of DC current on the tensile properties of metals. *J Eng Mater Technol* 129(2):342–347
- [15] Roth JT, Loker I, Mauck D, Warner M, Golovashchenko SF, Krause A (2008) Enhanced formability of 5754 aluminum sheet metal using electric pulsing. *Trans North Am Manuf Res Inst SME* 36:405–412
- [16] Salandro WA, Jones JJ, McNeal TA, Roth JT, Hong ST, Smith MT (2008) Effect of electrical pulsing on various heat treatments of 5xxx series aluminum alloys. International manufacturing science and engineering conference, MSEC 2008-72512, p 10

- [17] Salandro WA, Khalifa A, Roth JT (2009) Tensile formability enhancement of magnesium AZ31B-O alloy using electrical pulsing. *Trans North Am Manuf Res Inst SME* 37:387–394
- [18] McNeal TA, Beers JA, Roth JT (2009) The microstructural effects on magnesium alloy AZ31B-O while undergoing an electrically-assisted manufacturing process. *International manufacturing science and engineering conference, MSEC 2009-84377*, p 10
- [19] Green CR, McNeal TA, Roth JT (2009) Springback elimination for Al-6111 alloys using electrically-assisted manufacturing (EAM). *Trans North Am Manuf Res Inst SME*, 37:403–410
- [20] Jones JJ, Roth JT (2009) Effect on the forgeability of magnesium AZ31B-O when a continuous DC electrical current is applied. *International manufacturing science and engineering conference, MSEC 2009-84116*, p 10
- [21] Salandro WA, Roth JT (2009) Formation of 5052 aluminum channels using electrically-assisted manufacturing (EAM). *International manufacturing science and engineering conference, MSEC 2009-84117*, p 9
- [22] Siopis MS, Kinsey BL (2009) Experimental investigation of grain and specimen size effects during electrical-assisted forming. *International manufacturing science and engineering conference, MSEC2009-84137*, p 6
- [23] Siopis MS, Kinsey BL, Kota N, Ozdoganlar OB (2010) Effect of severe prior deformation on electrical-assisted compression of copper specimens. *International manufacturing science and engineering conference, MSEC2010-34276*, p 7
- [24] Dzialo CM, Siopis, Kinsey BL, Weinmann KJ (2010) Effect of current density and zinc content during electrical-assisted forming of copper alloys. *CIRP Ann—Manuf Technol* 59(1):299–302
- [25] Salandro WA, Jones JJ, Bunget C, Mears L, Roth JT, (2015) *Electrically assisted forming modeling and control, Springer series in advanced manufacturing*, p27
- [26] Yao L, Hong C, Yunquo G, Xinbin H (1996) Effect of electric current pulse on superplasticity of aluminum alloy 7475. *Trans of Nfsoc* 6(1):77–84
- [27] Antolovich SD, Conrad H (2004) The effects of electric currents and fields on deformation in metals, ceramics, and ionic materials: an interpretive survey. *Mater Manuf Processes* 19(4):587–610
- [28] J. TH. M. De Hosson. *Electronic States near Dislocations in Transition Metals: An Application of Quantum Chemistry in Technology. International Journal of Quantum Chemistry Vol. XVIII (1980)*, pp. 575–582.
- [29] Liu X., Lan S., Ni J. *Experimental study of electroplastic effect on advanced high strength steels. Material Science and Engineering, A582 (2013)*, pp. 211–218.
- [30] G. Tang, J. Zhang, M. Zheng, J. Zhang, W. Fang, Q. Li, *Materials Science and Engineering A281 (2000)* 263-267.
- [31] M. Molotskii and V. Fleurov, *Phys. Rev., B* 52, 15829 (1995).

- [32] M. Breda, I. Calliari, M. Forzan, C. Gennari, F. Michieletto, M. Spezzapria, "Electroplastic effect in stainless steels: experimental study on AISI 316L and AISI 430 in uniaxial tension" International Conference on Heating by Electromagnetic Sources HES 2016, May 24-27, Padova, Italy
- [33] M. Breda, I. Calliari, S. Bruschi, M. Forzan, A. Ghiotti, F. Michieletto, M. Spezzapria, C. Gennari "Influence of Stacking Fault Energy on the electro-plastic behaviour of FCC metals in uniaxial tensile deformation" Materials Science and Technology,
- [34] H.F. Gomes de Abreu, S. Santana de Carvalho, Pedro de Lima Neto, R. Pires dos Santos, N. Freire, P. Maria de Oliveira Silva and S.S.M. Tavares, Mater. Res. 10 (2007) 359-366.
- [35] Z. Tourki, Z. Ktari, H. Sidhom and A. Gahbiche, 18ème CFM2007, Grenoble, France, 2007, L'édition électronique à l'INIST-CNRS, France, 2008, pp. CFM2007-0933.
- [36] I. Solomon and N. Solomon, Studiul materialelor/ Materials Science, Ed. OID, Bucharest, Romania, 1999, pp. 157-203.
- [37] S. Grigull, Textures and Microstruct. 35 (2003) 153-162.
- [38] H. Mirzadeh and A. Najafzadeh, Mater. Charact. 59 (2008) 1650-1654.
- [39] J. Talonen and H. Hänninen, Acta Mater. (2007) 6108-6118.
- [40] G.B. Olson and Morris Cohen, Journal of the Less-Common Metals, 28 (1972) 107-118
- [41] T. Angel, J. Iron Steel Institute, 177 (1954), 165.
- [42] C. D. Ross and J. T. Roth. The effects of dc on the tensile properties of metals. In: Proceedings of International Mechanical Engineering Congress and Exposition (IMEC 2015), Colorado, Florida (2005).
- [43] T. A. Perkins, T. J. Kronenberger and J. T. Roth. Metallic forging using electrical flow as an alternative to warm/hot working. Journal of Manufacturing Science and Engineering vol. 129 (2007), pp. 84-94.