

UNIVERSITÁ DEGLI STUDI DI PADOVA FACOLTÁ DI INGEGNERIA

DIPARTIMENTO DI TECNICA E GESTIONE DEI SISTEMI INDUSTRIALI CORSO DI LAUREA MAGISTRALE IN INGEGNERIA DEI MATERIALI

TESI DI LAUREA

CARATTERIZZAZIONE MICROSTRUTTURALE DI COMPONENTI FORGIATI IN ACCIAIO INOSSIDABILE AUSTENO FERRITICO

Relatore: CH.MO PROF. FRANCO BONOLLO *Correlatore:* PROF. GIULIO TIMELLI

Laureando: POZZA DAMIANO

Anno Accademico 2011 – 2012

INDICE

SOMMARIO	I
INTRODUZIONE	<u></u> 1

CAPITOLO 1: Forgerossi S.p.A.__

<u>1.1: L'azienda3</u>
<u>1.2: Produzione</u> 5
<u>Anelli laminati senza saldatura</u> 5
Forgiati in genere5
Flange6
<u>1.3: Applicazioni</u> 7
Oil & Gas7
Power Generation7
Transmission/Bearing7
General Mechanics7

CAPITOLO 2 : Gli acciai Duplex

<u>2.1: Storia</u>	9
<u>2.2: Generalità</u>	11
2.3: Trasformazioni strutturali	16
2.4: Proprietà meccaniche	20
2.5: Resistenza alla corrosione	24

CAPITOLO 3: Il processo di forgiatura

<u>3.1: Generalità</u>	27
<u>3.2: Tipologie di forgiatura</u>	29
<u>3.3: I magli e le presse</u>	31
3.4: Forgiatura di acciai inossidabili bifasici	

CAPITOLO 4: Analisi su acciaio SAF 2507____

4.1: Introduzione	<u>38</u>
<u>Obbiettivi dello studio</u>	
Provenienza del pezzo analizzato	
Geometria e impostazione delle zone di analisi	41
Verifica composizione chimica	43
<u>4.2: Prove di durezza</u>	45
<u>4.3: Analisi micrografiche</u>	47
<u>Analisi qualitativa</u>	47
<u>Analisi di immagine</u>	
Determinazione percentuale austenite-ferrite	52
Determinazione percentuale austenite G ed F	54
Determinazione dimensioni austenite	
Analisi rapporto d'aspetto	60
<u>Analisi rotondità</u>	61
<u>Analisi orientamento</u>	63
Quantificazioni fasi infragilenti	65
<u>4.4: Prove di resilienza</u>	68
Introduzione	68
<u>Modalità della prova eseguita</u>	69
<u>Risultati</u>	71
Analisi macrografica delle superfici di frattura	73

<u>Analisi micrografica delle superfici di frattura</u>	78
4.5: Seconda solubilizzazione	83

CONCLUSIONI	
BIBLIOGRAFIA	97

<u>Sommario</u>

Gli acciai inossidabili bifasici austeno ferritici trovano sempre maggiore applicazione in molteplici settori industriali grazie alla buona combinazione di proprietà meccaniche e resistenza alla corrosione. In particolare nel settore dell'estrazione del gas e petrolifero trovano impiego forgiati di grosse dimensioni prodotti con acciai duplex e superduplex. Lo scopo della tesi è quello di caratterizzare un pezzo in SAF 2507 ricavato da una flangia prodotta in Forgerossi S.p.A.

Dopo una breve descrizione dell'azienda che ha fornito il materiale analizzato ed una introduzione sugli acciai inossidabili si passa alla descrizione del processo di forgiatura per pezzi di grosse dimensioni.

Nel capitolo successivo verranno illustrati i risultati delle analisi condotte, esse sono di carattere metallografico per studiare la morfologia della struttura mentre per valutare le caratteristiche meccaniche sono state eseguite prove di resilienza.

A conclusione dello studio è emerso un forte squilibrio tra regioni centrali e superficiali del pezzo dal punto di vista meccanico; si registrano infatti bassi valori di resilienza a cuore della flangia. Le ragioni di tale anisotropia sono da ricercare nella presenza di fasi infragilenti che aumentano il loro contenuto nelle regioni centrali. Altro fattore che sembra determinare l'aumento dei valori di resilienza risiede nella morfologia della struttura. Nelle zone superficiali infatti si rileva di un'alta percentuale di austenite con dimensioni ridotte dispersa nella matrice ferritica.

Ulteriori approfondimenti andrebbero condotti infine impostando prove sperimentali e simulazioni numeriche per individuare con maggiore precisione il momento in cui si sono generate le fasi infragilenti.

INTRODUZIONE

Nel settore petrolifero e dell'estrazione del gas trovano spesso utilizzo forgiati metallici di grosse dimensioni. La messa in opera avviene spesso in ambienti tali da richiedere al metallo una minima resistenza meccanica a basse temperature nonché elevata resistenza alla corrosione. Grazie alle loro caratteristiche si sono facilmente inseriti in questo contesto gli acciai inossidabili austeno ferritici.

Il lavoro di tesi e stato eseguito sul del materiale fornito da Forgerossi S.p.A., un'azienda specializzata nella produzione di flange e anelli metallici senza saldatura.

Essa ha fornito un pezzo in acciaio inossidabile austeno ferritico SAF 2507 proveniente da un manufatto di grosse dimensioni. La flangia in cui è stato prelevato il campione è stata lavorata tramite processo di forgiatura e successivamente solubilizzata.

L'obbiettivo dello studio consiste nel caratterizzare l'acciaio dal punto di vista microstrutturale e meccanico.

Nel corso della tesi emergerà come vi siano delle forti differenze nelle proprietà meccaniche a seconda della regione analizzata. Si vedrà come a cuore del pezzo la tenacità del materiale sia estremamente inferiore rispetto alle zone superficiali.

La spiegazione a questo tipo di comportamento è data in parte dalla presenza nel materiale di fasi infragilenti; esse tendono infatti a far crollare le proprietà meccaniche dell'acciaio anche con concentrazioni inferiori al punto percentuale.

Si noterà inoltre come vi sia relazione tra microstruttura e tenacità.

La caratterizzazione morfologica dell'acciaio fornisce come risultati parametri di rilievo sulle fasi costituenti. L'andamento del rapporto tra ferrite ed austenite potrà essere confrontato con le energie assorbite nelle stesse zone; sarà possibile perciò vedere se vi sia o meno una interazione tra morfologia e proprietà meccaniche.

L'importanza della caratterizzazione svolta risiede anche nella possibilità di verificare se i trattamenti termici siano stati adeguati. Una forte presenza di fasi infragilenti sarebbe infatti conseguenza di una solubilizzazione troppo breve o di un raffreddamento troppo lento. Allo stesso modo caratteristiche meccaniche modeste potrebbero sconsigliare l'utilizzo del componente a temperature troppo basse.

Nell'ultima parte del lavoro verrà illustrato come sia stato eseguito un trattamento termico su alcuni campioni della flangia per verificare le variazioni microstrutturali avvenute.

Andrebbe infine approfondita con maggiore precisione se l'origine della fase σ sia da ricercare in un lento raffreddamento o in una solubilizzazione troppo breve; tale verifica potrebbe essere eseguita impostando prove sperimentali e simulazioni numeriche.



Forgerossi S.p.A.

<u>1.1: L'azienda</u>	
<u>1.2: Produzione</u>	5
Anelli laminati senza saldatura	5
<u>Forgiati in genere</u>	5
<u>Flange</u>	6
<u>1.3: Applicazioni</u>	7
<u>Oil & Gas</u>	7
Power generation	7
Transmission/Bearing	7
<u>General Mechanics</u>	7

1.1: L'azienda

La forgiatura di metalli è un'attività molto radicata nella bassa valle dell'Astico dove fattori come acqua abbondante, legna e manodopera di carbonai oltre che la vicinanza alla pianura ha dato origine ad un'attività caratteristica del territorio.



In questo contesto è inserita Forgerossi S.p.A., un'azienda veneta che opera nel settore della forgiatura fin dai primi anni del '900.

La sua fondazione risale alla fine del 18° secolo con l'acquisizione da parte di Coriano Rossi ed altri due soci di un diritto d'uso d'acqua che serviva loro per l'iniziale attività di "battiferro". Negli anni si sono poi susseguite quattro generazioni di imprenditori i quali hanno sempre di più potenziato quella piccola realtà fino a farla divenire la Forgerossi S.p.A. che oggi vende i suoi forgiati in tutto il mondo.



L'azienda impegna attualmente 160 dipendenti con un fatturato che è cresciuto da circa 30 milioni di euro nel 2004 fino a oltre 90 milioni di euro nel 2008. A causa della crisi economica e del naturale assestamento dopo la crescita esponenziale nei quattro anni precedenti, nel 2009 il fatturato si è posizionato intorno ai 50 milioni di euro. Dalla sua fondazione è stato costante l'impegno per la realizzazione di prodotti con un elevato standard qualitativo; nella metà degli anni '70 il riconoscimento della qualità dei prodotti Forgerossi è stata ottenuta con l'installazione sia di un laboratorio tecnologico continuamente aggiornato con apparecchiature di controllo e di prova, sia con l'acquisizione di impianti dedicati ai controlli Non Distruttivi sui prodotti (Ultrasuoni, Polveri ferromagnetiche, Liquidi Penetranti), ed assicurando risorse alla formazione, addestramento e qualifica del personale.

Uno degli interventi più importanti è stata l'adozione e l'implementazione di un Sistema di Gestione per la Qualità. La prima certificazione ufficiale, in accordo a ISO 9002:1987 è stata ottenuta nel 1992 da parte dell'Ente Det Norske Veritas Italia. Attualmente il Sistema di Gestione della Qualità di Forgerossi S.p.A. ha ottenuto la certificazione da parte del D.N.V. Italia in accordo a <u>UNI EN ISO 9001:2008</u>.

1.2: Produzione

La produzione Forgerossi S.p.A. consiste nella lavorazione a caldo mediante processo di lavorazione di forgiatura e laminazione di anelli e sagomati.



I prodotti realizzati si possono raggruppare in tre grandi famiglie:

Anelli laminati senza saldatura

Sono impiegati nelle più svariate e impegnative applicazioni industriali, profili laminati a disegno :



Alberi forgiati

Bussole

Forgiati profilati





Flange speciali secondo disegni forniti dal cliente con un diametro massimo fino a 6000mm.

Tutti i prodotti realizzati possono essere sottoposti a vari trattamenti termici; questa operazione è essenzialmente eseguita nei reparti produttivi dell'Azienda per garantire il rispetto delle specifiche di qualità richieste dal cliente e dalle normative internazionali di riferimento.

Forgerossi è attrezzata inoltre al suo interno per l'esecuzione di lavorazioni meccaniche a disegno.

1.3: Applicazioni

I prodotti Forgerossi sono impiegati in più settori in cui negli anni la produzione si è sempre più specializzata:

Oil & Gas

È sicuramente il settore applicativo dove l'esperienza produttiva di Forgerossi è maggiormente radicata e completa.

La produzione legata all'estrazione del petrolio e del gas ha significato nel corso degli anni per Forgerossi uno zoccolo importante su cui l'azienda ha sviluppato un piano di investimenti molto significativo, finalizzato al continuo miglioramento di una fattiva partnership con i maggiori clienti del settore a livello mondiale.

Power Generation

Il settore energetico e soprattutto l'applicazione eolica è considerata da Forgerossi uno tra i mercati più importanti. I molti anni d'esperienza nei vari settori di applicazione dei prodotti laminati, hanno permesso all' azienda di affermarsi anche sul mercato eolico fornendo una gamma di prodotti per svariate applicazioni di settore.

Transmission/Bearing

Il settore della trasmissione di potenza e dei cuscinetti industriali rappresenta in maniera decisamente esemplificativa la tecnologia applicata al processo di laminazione a caldo di prodotti circolari.

General Mechanics

L'elevato know how tecnologico posseduto permette a Forgerossi di produrre pezzi a partire dalla definizione di materiali, tecniche produttive e un attento e sistematico controllo della qualità. I settori interessati sono i più disparati a partire dal movimento terra, industria chimica, industria siderurgica, industria navale, impianti a fune etc.,

CAPITOLO 2

Gli acciai Duplex

<u>2.1: Storia</u>	9
2.2: Generalità	11
2.3: Trasformazioni strutturali	16
2.4: Proprietà meccaniche	
2.5: Resistenza alla corrosione	

2.1: Storia

Gli acciai inossidabili bifasici hanno origine all'inizio degli anni '30 quando in Francia[1] e nell'area dei paesi scandinavi[2] si effettuarono i primi esperimenti di produzione di acciai a matrice austeno-ferritica.

Dal punto di vista tecnico-scientifico la prima indicazione di tali acciai è probabilmente da attribuire al testo "Stainless Iron and Steel" di J.H.G. Monypenny [3], in cui si parla di acciai "a struttura bifasica" con riferimento ad una microstruttura 50% ferrite - 50% austenite realizzata sulla base delle indicazioni di un brevetto Krupp per acciai inossidabili austenitici depositato nel 1922.

Le prime applicazioni di tipo industriale sia sotto forma di getti che di forgiati si hanno tra gli anni 1930 e 1940 quando a questa nuova famiglia di acciai viene riconosciuta una maggiore resistenza a corrosione unita a buone proprietà meccaniche.

La prima vera e propria commercializzazione di semilavorati in acciaio inossidabile bifasico si ha negli anni '50-'60; negli stessi anni si ha la messa a punto del 3RE60(18,5Cr / 5 Ni / 2,7Mo), uno dei precursori dei moderni acciai inossidabili bifasici [4].

Un sostanziale miglioramento delle proprietà di tutti gli acciai inossidabili si ha negli anni '70 con l'introduzione dei convertitori VOD ed AOD. Queste tecnologie permisero di ridurre notevolmente il tenore di elementi residui quali ossigeno zolfo e carbonio garantendo inoltre una più precisa composizione chimica; tutto questo permise di migliore notevolmente la resistenza alla corrosione e ad alta temperatura degli acciai inossidabili bifasici. Un ulteriore punto a favore dell'espansione commerciale degli acciai inossidabili bifasici si ha con l'introduzione della colata continua che determinò un contenimento dei prezzi.

La composizione chimica di un acciaio inossidabile bifasico al 22% di cromo e 5% di nichel con aggiunte di azoto viene messa a punto nella fine degli anni '70; questo acciaio è ben saldabile, ha elevata resistenza meccanica e mostra insensibilità nei confronti della corrosione intergranulare[5]. Le prestazioni e la versatilità di questo nuovo acciaio sono tali da farlo fin da subito affermare tra gli utilizzatori; conosciuto e largamente utilizzato tuttora come 2205 si può affermare che sia diventato negli anni uno dei più importanti acciai inossidabili bifasici[6].

Gli acciai inossidabili bifasici alto legati, detti anche superduplex, nascono ed hanno rapida diffusione all'inizio degli anni '80 in cui vengono utilizzati per ambienti particolarmente aggressivi.

Negli ultimi anni si è assistito ad un progressivo incremento dell'impiego degli acciai inossidabili bifasici per la realizzazione di numerosi componenti meccanici.

Le possibilità applicative di questi materiali si sono moltiplicate anche grazie alla continua attività di ricerca volta sia all'ottimizzazione della composizione chimica e dei trattamenti termici sia alla messa a punto dei procedimenti di saldatura.

Inoltre in un'ottica di scelta dei materiali impostata con i criteri di "Life Cycle Cost", ovvero

un'analisi dei costi di realizzazione di un sistema complesso basata sull'intero ciclo utile di vita del sistema, gli acciai inossidabili bifasici possono risultare vincenti rispetto ai materiali metallici tradizionali nella realizzazione di sistemi economicamente competitivi.

10

2.2: Generalità

Come si può intuire dal nome, gli acciai inossidabili bifasici sono formati da una struttura bifasica: austenite(fase γ) con reticolo cfc e ferrite(fase $\delta \circ \alpha$) con reticolo ccc. Il rapporto volumetrico tra le due fasi può essere assai variabile in un ampio intervallo in relazione alle condizioni di trattamento termico imposto ed alle caratteristiche meccaniche e di resistenza alla corrosione desiderate[7].

In figura 2.1 è mostrata una tipica struttura di un acciaio inossidabile bifasico; i grani di ferrite (di colore scuro) e quelli di austenite (più chiari) si presentano abitualmente allungati nella direzione di massima deformazione a causa dei processi di lavorazione plastica a caldo, siano essi di forgiatura che di laminazione, a cui l'acciaio è soggetto. Tale "fibrosità" microstrutturale provoca una certa anisotropia delle caratteristiche resistenziali dei semilavorati[10,11].



Figura 2.1 Struttura di un acciaio super duplex; austenite bianca e ferrite blu scuro

Per meglio comprendere la microstruttura di questo tipo di acciai è necessario far riferimento al diagramma di fase per la famiglia di acciai duplex e super duplex nel sistema Fe- Cr_{eq} - Ni_{eq} (figura 2.2).



Figura 2.2 Diagramma di fase del sistema Fe-Cr_{eq}-Ni_{eq}

Una corretta lettura del diagramma consente di individuare i campi di esistenza delle fasi presenti al variare della temperature per una determinata composizione chimica. Si può notare come il bilanciamento delle fasi sia legata in particolare alla presenza nella composizione chimica di elementi ferritizzanti (Cr e Mo in primis) ed austenitizzanti (soprattutto Ni, C e N). Si nota inoltre che, per un acciaio bifasico dopo una solidificazione primaria in fase completamente ferritica, la microstruttura si trasforma parzialmente in fase austenitica durante il successivo raffreddamento a temperatura ambiente[8].

La tabella 2.1 presenta le composizioni chimiche degli acciai inossidabili bifasici più comunemente utilizzati e i relativi standard normativi di riferimento[1,9,12]. Benché la tabella si riferisca a prodotti semilavorati, le medesime composizioni chimiche sono disponibili anche sotto forma di getti.

Normativa	Denominazione commerciale	Cr	Ni	Мо	N	Altri	PREN
UNS S 31500 WNr 1.4417	3 RE 60	18.5	5	2.7	0.07	1.5Si	23
UNS S 32304 WNr 1.4362 X3CrNiN 23 4	SAF 2304 UR 35 N	23	4	0.2	0.1	-	25
UNS S 32404 X3CrNiMoCu 21 7	UR 50	21	7	2.5	0.07	1.5 Cu	31
UNS S 31803 WNr 1.4462 NFA 36209 X3CrNiMoN 22 5	SAF 2205 UR45 N 223 FAL AF22 VS22	22	5.3	3	0.16	-	35
UNS S 31803 WNr 1.4462 NFA 36209 X3CrNiMoN 22 5	UR 45 N ⁺	22.8	6	3.3	0.18	-	36
UNS S 32200 X3CrNiMoN 25 7	UR 47 N	25	6.5	3	0.18	-	38
UNS S 32550	UR 52 N	25	6.5	3	0.18	1.6 Cu	38
UNS S 31260	N.A.R. DP-3	25	6.5	3	0.16	0.5 Cu – 0.3 W	38
UNS S 32760 WNr 1.4501	DP 3W	25	7	3	0.27	2 W	39
UNS S 32750 WNr 1.4410	SAF 2507 UR 47 N ⁺	25	7	3.8	0.28	-	41
UNS S 32550 X3CrNiMoN 25 6	UR 52 N ⁺	25	6	3.8	0.26	1.5Cu	41
UNS S 32760	ZERON 100	25	7	3.6	0.25	0.7 Cu W	41
UNS S 32760 WNr 1.4501	DTS 25.7 NW Cu	25	7.5	4	0.27	1.7 Cu – 1 W	42
UNS S 32760 WNr 1.4501	DTS 25.7 NW	25	7.5	3.8	0.27	0.7 Cu W	44

Tabella 2.1 Composizioni chimiche dei più comuni acciai inossidabili bifasici

La tabella riporta anche i valori dell'indice di resistenza alla corrosione puntiforme ossia il *Pitting Resistance Equivalent Number:*

$$PREN = \%Cr + 3.3 * \left(\%Mo + \frac{1}{2}\%W\right) + 16 * (\%N)$$

Grazie a tale indice è possibile effettuare una classificazione sommaria degli acciai inossidabili bifasici in quattro categorie:

-DSS a basso costo, privi di Mo, del tipo 23Cr-4Ni-0.1N, che per la maggior parte delle applicazioni costituiscono alternative all'AISI 304 e all'AISI316;

-DSS del tipo 22Cr-5Ni-3Mo-0.17N, che possono essere considerati gli acciai duplex standard, con una resistenza alla corrosione intermedia tra l'AISI3016 e gli acciai superaustenitici al 6%Mo+N, con PREN~35;

-i DSS al 25%Cr con contenuti variabili di molibdeno e azoto, talvolta anche con tungsteno e rame, con PREN compreso tra 35 e 39;

-i super DSS o SDSS del tipo 25Cr-7Ni-4Mo-0.27N, talvolta legati con tungsteno e con valori di PREN superiori a 40.

Sempre in riferimento alla tabella sono necessari alcuni commenti che meglio permettono di evidenziare lo sviluppo di questa famiglia di acciai inossidabili:

1. si osserva una generale tendenza tra tutti i produttori ad aumentare i tenori di cromo, nichel e molibdeno per venire incontro alla richiesta di acciai inossidabili bifasici aventi sempre più elevata resistenza alla corrosione;

2. anche il tenore di azoto è progressivamente aumentato con il passare degli anni, sia per aumentare la stabilità della struttura austenitica durante i trattamenti termici (migliorando, nel contempo, la saldabilità) che per migliorare ulteriormente la resistenza alla corrosione localizzata;

3. gli sviluppi esposti ai punti 1) e 2) hanno indotto inoltre un sensibile miglioramento delle caratteristiche di resistenza meccanica;

4. sono state recentemente messe a punto particolari composizioni chimiche per la fabbricazione di acciai inossidabili bifasici a lavorabilità migliorata (mediante aggiunte di zolfo, rame, terre rare) [13] o di acciai inossidabili bifasici indurenti per precipitazione (con tenori silicio, alluminio e titanio) [14].

Tutt'altro che trascurabile, ai fini di un'ulteriore diffusione di questa classe di acciai, è da considerare, infine, il loro costo. In tabella 2.2 sono riportati, come esempio, gli indici di costo relativi a semilavorati estrusi (tubi) realizzati in acciaio inossidabile austenitico e bifasico [15].

Materiale	Indice di costo
AISI 304	100
AISI 316	133
2304	114
2205	141
2507	180

Tabella 2.2 Indici di costo delle principali tipologie di acciaio inossidabile austenitico e bifasico (semilavorato: tubo saldato).

In seguito al progressivo aumento del volume e delle tipologie di semilavorati prodotti con questo nuovo materiale, è prevedibile una sempre maggior concorrenza tra acciai inossidabili austenitici e bifasici, anche grazie al minore contenuto di nichel presente nella composizione chimica di questi ultimi.

2.3: Trasformazioni strutturali

Per ottenere la microstruttura descritta in precedenza, gli acciai inossidabili bifasici sono posti in esercizio allo stato solubilizzato. Tale trattamento termico è eseguito abitualmente mantenendo l'acciaio nell'intervallo di temperature 1050-1150 °C ed effettuando successivamente un rapido raffreddamento in acqua. È così possibile rapporto ferrite-austenite (prossimo all'unità) ottimizzare il favorendo la solubilizzazione delle eventuali seconde fasi precipitate durante la solidificazione primaria[16]. Particolare attenzione deve essere posta nell'esecuzione di questo trattamento termico: piccole variazioni della temperatura di trattamento possono infatti indurre modificazioni della quantità delle strutture presenti con sensibili variazioni sulle caratteristiche finali dell'acciaio.

Nota la composizione chimica dell'acciaio bifasico e stabilita la temperatura di solubilizzazione è possibile, in molti casi, determinare la frazione in volume delle fasi presenti. Due esempi in tal senso sono riportati in figura 2.3 [17], dove si può osservare, che alle usuali temperature di solubilizzazione un aumento della temperatura comporta un incremento della frazione in volume di ferrite.



Figura 2.3 Variazione del contenuto di ferrite (a) in funzione della temperatura di solubilizzazione per un acciaio X2CrNiMoCuN25-6-3 e (b) in funzione della composizione chimica della lega per temperature di solubilizzazione di 1050° e 1150°C [17].

Un limite alle possibilità di impiego degli acciai inossidabili bifasici è dato dall'esistenza di due intervalli di temperature che devono essere considerati critici.

Il primo intervallo critico è collocato nell'intorno degli 800°C (da 600°C a 950°C all'incirca). Vari fenomeni si manifestano al variare sia del tempo di mantenimento a queste temperature che della composizione chimica dell'acciaio bifasico considerato.

Due sono i fenomeni predominanti: da un lato la precipitazione di carburi e/o nitruri (tipo Cr23C6, M7C3 o Cr2N) che avviene in corrispondenza dell'interfaccia dei grani cristallini α/γ o α/α e, dall'altro, la formazione della fase σ ricca in cromo e con struttura tetragonale, prevalentemente all'interno dei grani cristallini ferritici.

Anche altre fasi intermetalliche ricche in cromo sono comunque osservabili: la fase χ , a struttura cubica a corpo centrato, che generalmente anticipa la formazione della fase σ , e le fasi R e di Laves (entrambe a struttura esagonale) che si formano per lunghi periodi di esposizione in temperatura (più di 100 ore). Due tipici esempi di formazione di fase σ in acciai bifasici sono mostrati in figura2.4.



Figura2.4 Formazione di fase σ in (a) un acciaio bifasico tipo UR 52N per effetto di una permanenza di 15 min. a 800° [18] e (b) in un acciaio bifasico tipo 1.4462 per effetto di una permanenza di 1 ora ad 800°C [19].

Un ulteriore problema legato a questo intervallo di temperatura è la possibile formazione di fase γ_2 . L'austenite γ_2 può formarsi per effetto di un rapido raffreddamento da elevate temperature (1100°-1200°C) seguito da una breve

permanenza tra i 700°-900°C: la sua presenza è da considerarsi negativa in quanto favorisce l'eventuale precipitazione di nitruri/carburi di cromo o fasi intermetalliche. Un esempio di un acciaio inossidabile bifasico con presenza di fase γ_2 è mostrato in figura 2.5 [18].



Figura 2.5 Un acciaio inossidabile bifasico tipo UR 35N solubilizzato a 1220°C (poi in acqua) seguito da un trattamento termico a 700°C per 10 min [18].

Il secondo intervallo critico è situato nell'intorno dei 475°C, in corrispondenza del quale si manifesta, per tempi di permanenza opportuni, la decomposizione spinodale della ferrite [20]. Il fenomeno consiste in una trasformazione omogenea della fase α che porta alla formazione di una fase α ' ricca in cromo (con struttura cubica a corpo centrato) dando origine ad ampie fluttuazioni della concentrazione di cromo e ferro nella ferrite (vedi figura 2.6); la trasformazione non può essere individuata mediante microscopia ottica anche se si manifesta sempre un sensibile aumento della durezza della ferrite. In concomitanza con la decomposizione spinodale della ferrite, si osserva la presenza di fase G, sotto forma di particelle ricche di Ni-Si-Mo, e di fase π .





Figura 2.6 Profili di concentrazione di ferro e cromo in un acciaio inossidabile bifasico trattato per 30.000 ore a $350^{\circ}C$ [21] e immagine al TEM che mostra nella ferrite la presenza di fase α (chiara) ed α ' (scura) [18].

In figura 2.7 è riportato il diagramma delle trasformazioni tempo temperatura (curve TTT) per l'acciaio SAF 2507 tale diagramma permette di avere una visione globale delle problematiche descritte.



Figura 2.7 Diagramma TTT, con evidenziate le curve di inizio trasformazione relative ad austenite secondaria(γ_2), Cr_2N , Fase χ , fase σ , fase R e α ' nel SAF2507.

2.4: Proprietà meccaniche

La particolare microstruttura degli acciai inossidabili bifasici consente di ottenere elevati valori sia del carico unitario di snervamento (che risulta essere circa il doppio rispetto agli acciai inossidabili austenitici della serie AISI 300) sia del carico unitario di rottura. In tabella 2.3 sono riportate alcune caratteristiche meccaniche indicative per le principali tipologie di acciai inossidabili bifasici [22].

CARATTERISTICHE MECCANICHE							
ACCIAIO	R _{p0,2} [MPa] min.	R _m [MPa]	A %				
2304	400	600 ÷ 820	25				
2205	450	680 ÷ 880	25				
2507	550	800 ÷ 1000	25				
AISI 304*	210	515 ÷ 690	45				
AISI 316*	220	515 ÷ 690	40				

* Acciai inossidabili austenitici

Tabella 2.3 Proprietà meccaniche degli acciai inossidabili bifasici

Alcuni autori hanno messo a punto le seguenti formule di calcolo per determinare la resistenza degli acciai inossidabili bifasici in funzione della loro composizione chimica e delle caratteristiche microstrutturali [22]:

$$\begin{split} &Rp0,2 = 120 + 210 \cdot (N + 0,02)^{1/2} + 2 \cdot Mn + 2 \cdot Cr + 14 \cdot Mo + 10 \cdot Cu + (6,15 - 0,054 \cdot \delta) \cdot \delta + \\ &[7 + 35 \cdot (N + 0,02)] \cdot d^{-1/2} \\ &Rm = 470 + 600 \cdot (N + 0,02) + 14 \cdot Mo + 1,5 \cdot \delta + 8 \cdot d^{-1/2} \end{split}$$

dove d è la dimensione media del grano cristallino e δ la frazione in volume della ferrite.

Sull'incremento delle caratteristiche tensili ha grande influenza la presenza dell'azoto. Tale elemento, presente in tenori dell'ordine dello 0,1-0,2%, prevalentemente nella struttura austenitica sotto forma di soluzione solida interstiziale, migliora notevolmente la resistenza meccanica come evidenziato dalla figura 2.8 [1].



Figura 2.8 Effetto dell'aggiunta di azoto sulla resistenza meccanica di un acciaio inossidabile bifasico tipo 22% Cr, 5% Ni, 3% Mo [1].

(UTS = Carico unitario di rottura; YS = carico unitario di snervamento)

Attraverso processi tecnologici di deformazione plastica a freddo è possibile incrementare ulteriormente le caratteristiche meccaniche degli acciai inossidabili bifasici. In figura 2.9 sono mostrati i valori di carico unitario di snervamento e di rottura ottenibili su un acciaio tipo 1.4462 sottoposto a differenti livelli di deformazione per trafilatura [23].



Figura 2.9 Andamento del carico unitario di snervamento e del carico unitario di rottura in funzione della riduzione di sezione a freddo per un acciaio bifasico tipo 1.4462 (i valori iniziali delle caratteristiche tensili prima della deformazione sono: Rp0,2 = 559 MPa, R = 751 MPa)[23].

Gli acciai inossidabili bifasici mostrano un ottimo comportamento in termini di resilienza: la loro temperatura di transizione si attesta attorno ai -80°C/-100°C [1, 22,

24]. Un confronto qualitativo delle caratteristiche di resilienza di questi acciai rispetto agli acciai inossidabili austenitici o ai ferritici è presentato in figura 2.10 [7].



Figura 2.10 Effetto della microstruttura sulla resilienza di alcune famiglie di acciai inossidabili (γ = austenite; α + γ = ferrite e austenite; α = ferrite).

Una notevole influenza sulle caratteristiche meccaniche è legata alle trasformazioni strutturali che si manifestano attorno agli 800°C ed attorno ai 475°C (intervalli critici). Nel primo caso la formazione di fasi intermetalliche e di carburi e/o nitruri, anche per brevi periodi di esposizione alla temperatura citata, può provocare sensibili riduzioni della tenacità del materiale, oltre che peggiorare notevolmente la resistenza alla corrosione. Grande attenzione deve quindi essere posta a tutti quei processi tecnologici che vedono coinvolte alterazioni termiche a danno dell'acciaio: questo è il caso, ad esempio, delle operazioni di saldatura dove i fenomeni indicati possono manifestarsi in corrispondenza della zona termicamente alterata.

Anche nel caso dell'infragilimento a 475°C la decomposizione spinodale rappresenta certamente un problema in termini di decremento di tenacità (vedi figura 2.11).



Figura 2.11: Effetto dell'esposizione a temperature prossime a 475°C sulla resilienza di un acciaio inossidabile bifasico (22Cr, 5Ni, 3 Mo), provini ricavati da getti.

Entrambe le temperature critiche sono da tenere nella massima considerazione nel caso delle operazioni di deformazione plastica a caldo (laminazione, fucinatura) e del trattamento termico di semilavorati forgiati di grosse dimensioni [14, 25].

2.5: Resistenza alla corrosione

Gli acciai inossidabili bifasici devono le loro ottime caratteristiche di resistenza alla corrosione alla possibilità di passivarsi anche in presenza di ambienti particolarmente aggressivi. Ciò è dovuto, come per tutti gli altri acciai inossidabili, all'elevato tenore di cromo presente nella loro composizione chimica.

Altro aspetto da considerare è poi il fatto che la resistenza alla corrosione di una lega non è mai una grandezza assoluta correlata univocamente alla composizione chimica dell'acciaio, ma è sempre relativa all'ambiente in cui l'acciaio stesso viene utilizzato.

È altresì noto che, proprio grazie alla loro particolare microstruttura, gli acciai inossidabili bifasici evidenziano, sempre a parità di ambiente, una velocità di corrosione generalmente minore rispetto, ad esempio, agli acciai inossidabili austenitici aventi tenori simili di cromo e molibdeno.

Di seguito vengono indicati alcuni ambienti ove gli acciai inossidabili bifasici sono stati utilizzati con successo [26]:

acido solforico puro (varie concentrazioni): tipi 2205 o 2507 in sostituzione dell'AISI 316/316L;

• acido solforico (varie concentrazioni) contaminato da cloruri: tipi 2205 o 2507 in sostituzione dell'AISI 316/316L;

• acido nitrico concentrato: tipo 2304 in sostituzione dell'AISI 304L, da evitare i tipi contenenti

molibdeno;

idrossido di sodio (varie concentrazioni): tipi 2205 o 2507 in sostituzione dell'AISI 304/316;

• ambienti caustici in generale (concentrazioni <30%) anche contaminati da cloruri: tipi 2205 o 2507 in sostituzione dell'AISI 304/316;

• acido fosforico concentrato: tipi 2205 o 2507 in sostituzione dell'AISI 304/316;

• acido fosforico concentrato contaminato da cloruri o fluoruri: tipi 2205 o 2507 in sostituzione

dell'AISI 304/316;

acido acetico (varie concentrazioni): tipi 2205 o 2507 in sostituzione dell'AISI 304/316;

• acido acetico (concentrazione 50%) con acido formico: tipi 2205 o 2507 in sostituzione dell'AISI

304/316;

• acido formico (varie concentrazioni): 2507 in sostituzione dell'AISI 316 e del titanio.

Ma è soprattutto nell'ambito dei fenomeni di corrosione localizzata che la microstruttura ustenoferritica di questi materiali garantisce un'eccellente comportamento.

La resistenza alla corrosione sotto tensione in ambienti contenenti cloruri (anche in presenza di CO_2 o H_2S) è nettamente superiore a quella degli acciai inossidabili austenitici ed è paragonabile a quella degli acciai inossidabili superaustenitici e delle superleghe a base nichel [27].

Significativa è la resistenza alla corrosione puntiforme ed alla corrosione in fessura, a motivo dei tenori elevati di cromo, molibdeno ed azoto presenti nella composizione chimica degli acciai inossidabili bifasici [26]. A questo proposito si ricorda che un parametro correlato con questi due

meccanismi di corrosione è il già citato PREN che, per la famiglia degli acciai inossidabili bifasici, è normalmente compreso tra 35 e 45 e, pertanto, nettamente superiore al minimo richiesto (pari a 30) per una buona resistenza alla vaiolatura in acqua di mare [28].

Un confronto della resistenza a corrosione di alcuni acciai inossidabili viene fatta nei diagrammi di isocorrosione in figura 2.12.





Figura 2.12 Diagrammi di isocorrosione (0.1mm/anno) per alcuni acciai inossidabili in vari ambienti: a)" sulphuric acid"; b) "naturally aerated sulphuric acid containing 2000 ppm chloride ions"; c) "hydrochloric acid"[33].



IL PROCESSO DI FORGIATURA

<u>3.1: Generalità</u>	
3.2: Tipologie di forgiatura	
<u>3.3: I magli e le presse</u>	
3.4: Forgiatura di acciai inossidabili bifasici	

3.1: Generalità

Durante il processo di forgiatura un componente metallico(per esempio una billetta) viene deformato plasticamente tra due stampi per ottenere la forma finale desiderata. In questo modo si riesce ad impartire una conformazione complessa ad un semilavorato di semplice geometria. Generalmente questo tipo di processo produce un piccolo scarto di materiale(in certi casi nullo) con tempi assai ristretti; a volte si passa alla geometria finale nel giro di due o tre battute di maglio. Per questi motivi la forgiatura offre grandi risparmi in termini di materiale ed energia in special modo sui lotti di produzione medi e grandi in cui il costo degli stampi viene facilmente ammortizzato[29].

Un importante vantaggio di questo processo è la bontà strutturale del prodotto finale. Con questo tipo di lavorazione infatti la struttura del materiale risulta generalmente orientata in modo tale da massimizzare le proprietà meccaniche del componente finale. Nella figura 3.1 si può osservare come l'orientazione dei grani derivanti da laminazione e colata siano assolutamente slegati dalla geometria del pezzo che quindi non troverà beneficio dalla conformazione della struttura[30].

Negli anni il livello di conoscenze in questo campo è andato sempre aumentando anche grazie a prove sperimentali ed errori nella produzione. Nonostante ciò le industrie che operano nel settore della forgiatura sono state in grado di fornire prodotti sofisticati fabbricati con standard qualitativi elevati e nuovi tipi di materiali.

I fenomeni fisici che descrivono i vari stadi di forgiatura sono difficili da tradurre con precisione in forma analitica. Il flusso di metallo, l'attrito tra il pezzo e lo stampo, la generazione ed il trasferimento di calore durante il flusso plastico sono tutti parametri difficili da controllare; molto difficile risulta perciò riuscire a prevederne l'andamento e farne un'analisi accurata.



Figura 3.1 Una corretta forgiatura orienta la grana cristallina in modo da massimizzare le proprietà meccaniche. Nel fuso i grani sono disposti casualmente, nel pezzo lavorato seguono la direzione di laminazione.

Molte volte nella produzione di pezzi dalle geometrie complesse sono necessari più stadi di deformazione per non degradare le proprietà dei materiali; in tutte queste operazioni un fondamentale supporto è fornito dalle simulazioni agli elementi finiti che consentono di prevedere in parte come evolverà il processo evitando lavorazioni scorrette o consentendo di migliorare la qualità del prodotto finale.
3.2: Tipologie di forgiatura

Nella pratica industriale esistono vari tipi di forgiatura che devono la loro origine a diversi fattori quali le geometrie assai diverse dei prodotti finali, i diversi tipi di macchinari utilizzati, i materiali con diverse esigenze di lavorazione ecc.

Tutti questi processi vengono generalmente classificati in base alla temperatura di lavorazione e al tipo di stampo utilizzato.

Considerando la temperatura come parametro discriminante possiamo distinguere tre tipi di forgiatura:

-forgiatura a freddo in cui il rapporto tra la temperatura di lavorazione quella di fusione del pezzo è minore di 0.3;

-forgiatura a media temperatura in cui il rapporto T/T_m è compreso tra 0.3 e 0.5; *-forgiatura a caldo* in cui il rapporto T/T_m è maggiore di 0.6.

Considerando invece lo stampo come parametro per suddividere i tipi di forgiatura possiamo distinguere tra:

-forgiatura a stampo aperto (open die) in cui l'impressione sul materiale in lavorazione viene eseguita tramite due stampi che si accostano parallelamente senza giungere alla chiusura degli stessi. E' un processo di formatura per deformazione in compressione in cui il pezzo per l'attrito o gradienti di temperatura può assumere forme a botte e asimmetriche; per ridurre l'attrito si ricorre a lubrificazione e/o vibrazioni(figura 3.2).



Figura 3.2 Processo di forgiatura a stampo aperto

-forgiatura ad impressione(impression-die) in cui si utilizza uno stampo entro il quale il pezzo viene deformato fino ad assumere la forma della cavità; rimangono sempre delle parti del componente che fuoriescono dallo stampo (flash) e sono sottoposte ad elevati attriti bloccando l'ulteriore fuoriuscita di materiale e forzando il riempimento corretto della cavità(figura 3.3).



Figura 3.3 Processo di forgiatura ad impressione

-forgiatura a stampo chiuso(closed-die) che è simile a quella *impression-die* ma senza la fuoriuscita di materiale, la quantità di materiale necessaria deve essere calcolata esattamente come la deformazione per impedire il flusso di materiale nelle giunzioni dello stampo prima della chiusura completa(figura 3.4). Richiede sforzi inferiori e si raggiungono maggiori precisioni sui pezzi rientrando nei processi near-net shape.



Figura 3.4 Processo di forgiatura a stampo chiuso

3.3: I magli e le presse

I macchinari che vengono utilizzati nel processo di forgiatura sono i magli e le presse(vedi figura 3.5).



Figura 3.5 Pressa e maglio usati nella lavorazione a caldo dei metalli

I magli sono delle macchine dotate di un incudine su cui viene alloggiato il pezzo che deve essere deformato e su cui va a colpire la mazza battente che può assumere vaie geometrie a seconda della lavorazione che si intende eseguire.

Si possono distinguere tra:

-magli a semplice effetto in cui è la caduta stessa del martello a sviluppare la pressione; *-magli a doppio effetto* in cui alla caduta del martello viene accoppiata anche una pressione idraulica;

-magli a contraccolpo in cui la forza peso dell'incudine è in equilibrio con la forza peso della mazza battente, in questo caso la pressione viene sviluppata per via idraulica. La scelta delle dimensioni dei magli viene fatta in base alle caratteristiche del materiale che si vuole lavorare. In particolare sono da tenere in considerazione l'energia disponibile, il rendimento, il numero di colpi al minuto ed il tempo e velocità sotto carico.

Le presse sono dei macchinari moto simili ai precedenti ma con sostanziali differenze nel funzionamento. Per esse infatti la forza massima è disponibile in tutta la corsa della slitta. Il controllo risulta inoltre molto più preciso in quanto vi è la possibilità di limitare la forza e variare la velocità della slitta con una buona precisione e rapidità.

A seconda della modalità in con cui viene sviluppata la pressione si distinguono in: -meccaniche, divise a loro volta in meccaniche azionate a vite o ad eccentrico; -oleodinamiche.

In generale la scelta tra maglio e pressa dipende essenzialmente dai lotti di produzione, dalle dimensioni e dal tipo di materiale che si vuole forgiare; ricordiamo ad esempio che alcuni materiali a struttura cristallina differenziata non sopportano le elevate velocità di deformazione imposte dal maglio.

3.4: Forgiatura di acciai inossidabili bifasici

Gli acciai inossidabili bifasici mostrano una ottima lavorabilità plastica a caldo anche con l'applicazione di carichi ridotti se al di sopra dei 1250°C. Tuttavia accade che oltrepassata questa temperatura la ferrite presente all'interno dell'acciaio si può facilmente criccare. In sostanza non è possibile aumentare molto la temperatura per sfruttare il vantaggio derivante da una migliore lavorabilità. Allo stesso modo esiste un limite di temperatura al di sotto della quale non si può scendere. Se facciamo riferimento infatti al diagramma di figura 3.6 osserviamo come per una temperatura al di sotto dei 950°C si entri nella regione di formazione di fasi infragilenti come per esempio la fase σ . Scendere al di sotto di tale soglia non compromette la bontà del materiale fintanto che il tempo di permanenza è limitato; tuttavia le lavorazioni di forgiatura possono durare diverse ore, da qui la pratica di non scendere al di sotto di tale temperatura.

In letteratura viene consigliato di forgiare in un range che va dai 1000°C a 1150°C circa[20,31].



Figura 3.6 Diagramma TTT, con evidenziate le curve di inizio trasformazione relative ad austenite secondaria(γ_2), Cr₂N,Fase χ , fase σ , fase R e α ' nel SAF2507.

Questo intervallo è consigliato inoltre per evitare altre problematiche come ad esempio un eccessivo rammollimento del materiale. Se pensiamo infatti all'impiego degli acciai inossidabili bifasici spesso accade che questi vengano lavorati per la produzione di tubazioni di grosse dimensioni. Proprio per il ridotto spessore ed elevato diametro di questi manufatti accade che una temperatura troppo elevata possa causare deformazioni indesiderate. Allo stesso modo accade che per l'esecuzione di determinate lavorazioni di stampaggio a caldo sia richiesta comunque una certa rigidezza minima da parte del metallo.

Vengono riportate in tabella 3.1 le temperature consigliate per la forgiatura e quelle minime per la solubilizzazione.

In realtà le operazioni di deformazione possono essere avviate anche se la temperatura non ha completamente raggiunto l'intervallo prescritto; questo accade perche nella deformazione plastica si ha che la temperatura del pezzo tende ad aumentare. In alcune lavorazioni per deformazione plastica(vedi laminazione ad anello) è necessario raffreddare il pezzo a causa della elevata temperatura che esso raggiunge.

Se per le operazioni di deformazione vi può essere una certa tolleranza nelle temperature altrettanto non si può dire per il trattamento di solubilizzazione. Essendo la formazione di fasi infragilenti un processo isotermico accade che se la temperatura è inferiore a quella prescritta si può produrre l'effetto opposto a quello ricercato; cioè può

Grada	UNS	ENI NIº	Intervallo di temperature	Temperatura minima di		
Orado	N°	LIN IN	per forgiatura	solubilizzazione		
			[°C]	[°C]		
	S32101	1.4162	1100 ÷ 900	950		
2304	S32304	1.4362	1150 ÷ 950	980		
2205	\$32205	1.4462	1230 ÷ 950	1040		
2507	\$32570	1.4410	1230 ÷ 1025	1050		
	S32520	1.4507	$1230 \div 1000$	1080		
	S32760	1.4501	1230 ÷ 1000	1100		
304	S30400	1.4301	1205 ÷ 925	1040		
316	S31600	1.4401	1205 ÷ 925	1040		

accadere che invece di solubilizzare il materiale si vada a favorire la formazione di fase σ .

Le dimensioni e i tipi di forni utilizzati(figura 3.5) nelle operazioni di forgiatura possono variare a seconda delle dimensioni dei pezzi o da considerazioni di tipo economico in riferimento all'alimentazione degli stessi. La caratteristica più importante che deve possedere il forno è quella di garantire delle rampe di riscaldamento adeguate ai cicli termici che si vogliono effettuare.

Un ulteriore parametro da tenere sotto controllo nella forgiatura è quello della uniformità di temperatura del pezzo. Se in pezzi dalle dimensioni elevate e di forma tozza il pericolo di raffreddamenti locali è ridotto al minimo altrettanto non si può dire per forgiati che presentino sezioni sottili o sporgenze. Nel caso in cui una parte del pezzo scenda al di sotto della temperatura di lavorazione possono generarsi tensioni notevoli o addirittura cricche che compromettono l'integrità del manufatto. In questi casi è necessario durante le operazioni di forgiatura ricorrere a riscaldamenti che ristabiliscano appunto l'uniformità termica del pezzo.

Dopo le operazioni di forgiatura viene eseguito il trattamento termico di solubilizzazione con successivo spegnimento in acqua.

Tabella 3.1 Temperature di forgiatura e solubilizzazione per alcuni tipologie di acciai inossidabili

Dal punto di vista metallurgico l'operazione serve per sciogliere tutte le eventuali fasi intermetalliche formate; ovviamente il rapido raffreddamento ne impedisce una nuova formazione garantendo così migliori proprietà meccaniche e resistenza alla corrosione. Una linea guida che viene seguita per il tempo di solubilizzazione è quella secondo cui il pezzo deve essere solubilizzato per un tempo pari alla sua precedente permanenza nel range 650-980°C. Il tempo che intercorre tra la estrazione dal forno ed il successivo spegnimento in acqua viene ridotto al minimo per evitare che il pezzo scenda al di sotto delle temperature minime di solubilizzazione consigliate.



Figura 3.7 Particolare di un forno utilizzato per il trattamento di solubilizzazione

Con riferimento ai diagrammi di figura 3.6 è noto che in pezzi di sezioni limitate le curve di raffreddamento non attraversano le zone di formazione di fasi intermetalliche ma altrettanto non si può dire per pezzi di dimensioni elevate. In letteratura vengono forniti alcuni spessori massimi da non superare nel caso in cui la tempra sia in acqua. Per sezioni piane non si devono superare spessori di 150-200mm con acciai duplex come ad esempio l'AISI 2205; per acciai Superduplex tipo AISI 2507 gli spessori non devono superare i 75-125mm per sezioni piane mentre i 375mm per sezioni circolari. Ovviamente tali misure sono da ritenersi indicative in quanto soggette a variazioni in base alla composizione chimica dell'acciaio e dell'efficienza del raffreddamento. Nel caso di sezioni circolari che prevedano la presenza di un foro nella parte centrale si ha che questo viene eseguito, se possibile, prima della solubilizzazione per massimizzare lo scambio termico.



ANALISI SU ACCIAIO SAF 2507

<u>4.1: Introduzione</u>
<u>Obbiettivi dello studio</u> 38
<u>Provenienza del pezzo analizzato</u> 38
<u>Geometria e impostazione delle zone di analisi</u>
Verifica composizione chimica43
<u>4.2: Prove di durezza</u>
<u>4.3: Analisi micrografiche</u> 47
<u>Analisi qualitativa</u> 47
<u>Analisi di immagine</u> 50
<u>Determinazione percentuale austenite-ferrite</u>
<u>Determinazione percentuale austenite G ed F</u> 54
Determinazione dimensioni austenite56
<u>Analisi rapporto d'aspetto</u> 60
<u>Analisi rotondità</u> 61
<u>analisi orientamento</u> 63
Quantificazione fasi infragilenti65
<u>4.4: Prove di resilienza</u> 68
Introduzione
<u>Modalità di prova eseguita</u> 69
<u>Analisi dati ottenuti</u> 71
<u>Analisi macrografica delle superfici di frattura</u>
<u>Analisi micrografica delle superfici di frattura</u>
<u>4.5: Seconda solubilizzazione</u>

4.1: Introduzione

Obbiettivi dello studio

Obbiettivo dello studio è la caratterizzazione micro strutturale di un pezzo di flangia prodotta da Forgerossi S.p.A.

Sul pezzo oggetto di analisi sono state eseguite una serie di indagini micrografiche con annessi conteggi delle fasi costituenti atti a caratterizzarne la struttura, prove di resilienza a -20°C e prove di durezza.

Il lavoro è stato svolto presso i laboratori di metallurgia del Dipartimento di Tecnica e Gestione dei Sistemi Industriali (sede di Vicenza dell'Università degli Studi di Padova).

Provenienza del pezzo analizzato

Il pezzo studiato in questo lavoro proviene da una flangia di produzione Forgerossi S.p.A. simile a quella di figura 4.1.



Figura 4.1 Geometria di una delle flange prodotte da Forgerossi S.p.A.

Il materiale con cui è costituita è un acciaio inossidabile austeno ferritico SAF 2507. In figura 4.2 viene riportata una scheda relativa al tipo di acciaio oggetto di studio.

ACCIAI INOSSIDABILI



STAINLESS STEELS

329S/1 - F 53



CARATTERISTICHE FISICHE	MASSA VOLUMICA	DENSITY	$g/cm^3 20^{\circ}C$	7 75
PHYSICAL PROPERTIES	MASSA VOLUMICA	DENSITY	g/cm 20 C	1.15
	MODULO DI ELASTICITA'	MODULUS OF ELASTICITY	N/mm ² 20°C	200.000
	CONDUCIBILITA' TERMICA	THERMAL CONDUCTIVITY	W/m.K. (20°C)	15
	CALORE SPECIFICO	SPECIFIC HEAT	$J/g.K.(20^{\circ}C)$	500
	COEFFICIENTI DILATAZIONE LINEARE	THERMAL EXPANSION COEFFICIENT	20°- 200°C 20°- 400°C 20°- 600°C	13.5 14.0 14.5
	RESISTIVITA' ELETTRICA	SPECIFIC ELECTRIC RESISTANCE	$\Omega mm^2/m20^\circ C$	0.80
	CARATTERISTICHE MAGNETIC PROPERTIES* MAGNETICHE*		MAGNETICO	
CARATTERISTICHE MECCANICHE A TEMPERATURA AMBIENTE	SOLUBILIZZATO	SOLUTION TREATED		
MECHANICAL PROPERTIES	CARICO di SNERVAMENTO	YIELD STRENGTH	RP 0.2 N/mm ²	≥530
AT ROOM TEMPERATURE	CARICO DI ROTTURA	TENSILE STRENGTH	Rm N/mm ²	≥750
	ALLUNGAMENTO	ELONGATION	A5 %	≥15
	COEFFICIENTE DI STRIZIONE	REDUCTION OF AREA	Ζ%	≥40
	DUREZZA	HARDNESS	HB	≤310
	The second second	a contraction of the second		

Figura 4.2 Scheda tecnica relativa ad un acciaio SAF 2507.

In generale per poter analizzare le cause che generano dei difetti o delle rotture in un manufatto metallico è fondamentale poter avere a disposizione il pezzo completo od una parte senza che questo subisca alterazioni; esse possono essere di tipo microstrutturale piuttosto che deformazioni meccaniche o contaminazioni con sostanze come oli lubrificanti ecc.

Nello specifico caso in questione era impensabile poter avere a disposizione tutta la flangia. In primo luogo le dimensioni erano troppo elevate, in seconda battuta c'è da tenere presente che un pezzo di circa 1400kg di acciaio SAF 2507 ha un valore economico non indifferente anche se considerato rottame.

Il campione analizzato è stato prelevato dalla flangia dopo solubilizzazione, eseguita in un forno a metano per 8 ore a 1090°C.

Successivamente al ciclo di riscaldamento e mantenimento è seguito il raffreddamento in acqua (vedi figura 4.4).



Figura 4.4 Particolare del processo di raffreddamento in acqua.

In questa fase è stato perciò possibile procedere al prelievo del campione (figura 4.5) su cui poter eseguire una prima parte di analisi.



Figura 4.5 Macrografia del pezzo analizzato

Geometria e impostazione delle zone di analisi

Il materiale a disposizione nella prima fase del lavoro consisteva in una sezione della flangia aventi le dimensioni riportate in figura 4.6a.



Figura 4.6 Campione: a) geometria e dimensioni(cm), b) zone di analisi

Nell'eseguire la caratterizzazione di un componente è necessario avere una visione globale delle sue caratteristiche in ogni zona. Spingendo al limite questo ragionamento si dovrebbe arrivare a caratterizzare il pezzo in ogni sua parte; ovviamente questo non è ne possibile ne conveniente.

Nel caso in questione si è ragionato sulla configurazione del pezzo per capire quante e quali zone analizzare per avere una panoramica esauriente delle sue caratteristiche.

Viste le lavorazioni subite dallo stesso e tenendo conto della sua forma allungata si è deciso di individuare delle aree di caratterizzazione che stessero lungo la linea mediana della sezione in direzione verticale, si è pertanto proceduti al tracciamento della stessa come illustrato in figura 4.6a.

Una volta decisa la collocazione delle zone si è ragionato su quante dovessero essere. Sicuramente ce ne dovevano essere due agli estremi ed una a cuore del pezzo; tale scelta sembrava però limitativa e si è dunque deciso di aumentare le zone inserendone due a nella mezzeria tra cuore e bordo. Ne sono risultate infine 5 disposte come in figura 4.6b. Per ogni zona è stato necessario prelevare un numero di campioni pari alle caratterizzazioni che si intendevano eseguire. Pertanto era necessario ricavare 4 provini di resilienza e minimo un campione per analisi micrografica. Vista l'anisotropia strutturale che ci si aspettava da un pezzo forgiato di quelle dimensioni è stato necessario definire un orientamento del pezzo in modo da poter poi ricondurre le proprietà misurate ad un'eventuale orientazione della microstruttura.

Sono stati definiti due assi principali arbitrariamente orientati come in figura 4.7a:



Figura 4.7 a) Direzioni del pezzo; b)direzioni assegnate ai provini

Nel caso dei campioni metallografici si intende come orizzontale il piano che ha orientamento normale all'asse orizzontale; nel caso invece dei campioni di resilienza si intende come orizzontale il campione che viene colpito dal coltello lungo l'asse orizzontale (vedi figura 4.7b).

La disposizione dei provini all'interno della singola zona di prelievo non poteva però essere casuale in quanto per una correlazione tra struttura e proprietà meccaniche che sia il più possibile precisa è necessario avere una visione delle micrografie in prossimità dei campioni di resilienza. La disposizione è stata la stessa per ogni zona ed è quella di figura 4.8.





Figura 4.8 Disposizione dei provini all'interno della zona di analisi

Da sottolineare infine che in questo lavoro si farà spesso utilizzo di grafici che mostrano l'andamento delle proprietà del pezzo lungo la linea mediana della sezione. Si tenga presente però che il rilevamento dei dati è stato eseguito in sole 5 zone del pezzo; pertanto il profilo che ne seguirà avrà la sola funzione di rendere più immediata la lettura dei dati che risulterebbe altrimenti più laboriosa.

Verifica della composizione chimica

L'analisi al quantometro dei pezzi oggetto di studio è una veloce fase del processo di caratterizzazione che consente di fugare ogni dubbio riguardo l'effettiva composizione chimica del pezzo analizzato.

Si è proceduto pertanto alla verifica della composizione chimica attraverso analisi al quantometro; i risultati sono riportati in figura 4.9a.

Fe	С	Si	Mn	Р	S	Cr	Мо	Ni	Al	Со
63,69	0,0295	0,3985	0,6618	0,0232	0,00244	24,28	3,635	6,41	0,0187	0,04827
Cu	Nb	Ti	V	W	Pb	Sn	В	Ca	N	Se
0,1665	0,001	0,00377	0,04804	0,07453	0,0025	0,00421	0,00385	0,008	0,3311	0,0035

	Chemic	al com	positio	n (nomir	nal) %					
	с	Si	Mn	Ρ	S	Cr	Ni	Мо	Others	
	max	max	max	max	max					
)	0.030	0.8	1.2	0.035	0.015	25	7	4	N=0.3	

Figura 4.9 Analisi chimiche eseguite nel lavoro di tesi.

I valori della prima tabella (figura 4.9a) sono stati calcolati effettuando cinque analisi in posizione superficiale (zona 5) della flangia e cinque a cuore (zona 3). Non essendo state rilevate differenze significative tra le due aree si è passati quindi ad eseguire la media dei valori.

Effettuando un confronto con i dati forniti dai produttori (figura4.9b) si può verificare una buona corrispondenza.

4.2: Prove di durezza

Una veloce ed efficace tecnica di caratterizzazione del materiale può essere fatta con le prove di durezza.

Si è pensato dunque di procedere ad una verifica della durezza dell'acciaio in tutte le zone della sezione per verificare eventuali variazioni che potessero fornire indicazioni riguardo alla presenza di fasi infragilenti oppure ad uno sbilanciamento delle fasi.

Le prove sono state di tipo Vickers:

il penetratore è una piramide in diamante a base quadrata la quale sotto carico lascia un'impronta nel metallo. La successiva misura delle diagonali ed elaborazione delle stesse in base al carico applicato fornisce la durezza del materiale.

Nella serie di prove eseguite è stato applicato un carico di 100Kg per un tempo di 15secondi.

Per ogni zona sono state eseguite sei prove di durezza: tre per il lato verticale e tre per il lato orizzontale.

		Durezz	a HV100)/15	Durezza HV100/15			
		Direzia	one vertic	cale	Direzione orizzontale			
Misura	1°	2°	<i>3</i> °	Media	1°	2°	<i>3</i> °	Media
Zona 1	238	243	243	241	254	257	254	255
Zona 2	251	251	254	252	245	234	240	240
Zona 3	254	245	245	248	240	240	238	239
Zona 4	245	243	251	246	240	240	240	240
Zona 5	251	254	251	252	257	257	257	257

I valori ottenuti sono riportati in tabella 4.1:

Tabella 4.1 Valori delle durezze misurati nelle varie zone della flangia

Con le medie è possibile costruire un semplice diagramma che fornisce immediata visione delle variazioni di durezza lungo il profilo della flangia; esso è riportato in figura 4.10.



Figura 4.10 Andamento delle durezze medie

Si può dunque facilmente osservare che non vi sono significative variazioni di durezza sia tra cuore e bordo della sezione e allo stesso modo tra sezione verticale ed orizzontale.

Vista la storia precedente del pezzo è possibile già da ora prevedere che non vi possa essere una significativa presenza di fasi infragilenti e questo tipo di profilo lo conferma. Essendo la durezza dell'acciaio direttamente influenzata dal bilanciamento delle fasi è possibile prevedere anche come non vi possano essere delle significative variazioni nel bilanciamento delle fasi austenite-ferrite lungo la sezione del pezzo.

4.3: Analisi micrografiche

Analisi qualitativa

Tutti i campioni metallografici prelevati dal pezzo sono stati preparati nel seguente modo:

- Levigatura con carte abrasive a grana progressivamente più fine (80-180-600-1200-2400);
- Lucidatura su panni con sospensione diamantata progressivamente più fine (6-3-1µm);
- Attacco chimico diversificato a seconda dell'analisi voluta.

I campioni utilizzati per le analisi metallografiche sono stati prelevati con dimensioni 3x3x4cm. Visto il loro volume si è proceduto alla loro preparazione senza inglobatura. Il primo attacco utilizzato è stato il beraha per un tempo di 15secondi; la composizione

utilizzata era: 120ml H₂O, 35ml HCl, 1g K₂S₂O₅. Questo tipo di attacco mette in evidenza le fasi ferrite ed austenite facendogli assumere colorazioni estremamente diverse: l'austenite appare chiara mentre la ferrite appare blu. E' possibile inoltre individuare la presenza di fase σ (vedi paragrafo 2.3) la quale appare

più chiara dell'austenite ed è facilmente individuabile vista la sua collocazione a bordo grano tra ferrite ed austenite (figura 4.11).



Figura 4.11 Particolari di fase σ in zona 4.

Viene riportata di seguito una panoramica delle micrografie ottenute nelle varie zone:



Zona 1 verticale



Zona 1 orizzontale



Zona 2 verticale

Zona 2 orizzontale



Zona 3 verticale

Zona 3 orizzontale



Zona 4 verticale

Zona 4 orizzontale



Zona 5 verticale

Zona 5 orizzontale

Facendo riferimento alle micrografie si possono fare subito delle considerazioni:

- la morfologia della struttura varia da zona a zona;
- la morfologia della struttura varia dalla sezione verticale a quella orizzontale;
- si può notare una certa somiglianza nelle micrografie delle zone 2-3-4 mentre le zone 1 e 5 presentano strutture diverse.

Con riferimento alla diversità di struttura dalla sezione orizzontale e verticale e osservando attentamente le micrografie si può già osservare come sia presente una certa tessitura dell'austenite anche se assai meno marcata di quanto si è abituati a vedere in prodotti laminati.

Con riferimento invece alla diversità di struttura da zona a zona si può osservare come siano presenti tre morfologie descrivibili nel seguente modo:

- Zone 2-3-4: austenite equiassica e frastagliata con la presenza di una piccola quantità di grani isolati di forma tondeggiante;

- Zona 1: austenite allungata in direzione verticale con la presenza di una buona quantità di piccoli grani isolati avente forma aciculare;
- Zona 5: austenite allungata in direzione verticale con la presenza di una buona quantità di piccoli grani isolati di forma tondeggiante.

Analisi di immagine

Vista l'elevata anisotropia strutturale presente nel pezzo si rende necessaria un'analisi della morfologia delle struttura mediante l'utilizzo di un software di analisi di immagine. Attraverso le tonalità cromatiche che l'attacco chimico fa assumere alle varie fasi del metallo il software è in grado di rilevarne una è di fornire per essa una notevole quantità di informazioni. Nel lavoro svolto le analisi di immagine sono state eseguite mediante l'utilizzo di Leica Qwin.

I dati che è stato scelto di ricavare dalle micrografie vengono riportati di seguito:

-area;

-larghezza;

-lunghezza;

-perimetro;

-diametro equivalente;

-dimensione massima misurata ogni 22.5°;

-rapporto d'aspetto;

-orientamento;

-rotondità.

Per questioni di praticità si farà riferimento alle aree di austenite definendole nello stesso modo in cui le definisce il software ossia come "particelle". In generale le particelle di austenite sono formate da più grani cristallini. Questo risulta evidente dalla figura 4.12 in cui la ferrite appare bianca mentre l'austenite di colore scuro con tonalità che varia a seconda dell'orientazione del grano; le micrografie sono state ottenute con attacco Picral di composizione: 4g acido picrico cristallizzato, 96ml C₂H₅OH(etanolo).



Zona 1 verticale Zona 5 orizzontale Figura 4.12 Micrografie ottenute con attacco Picral

Con i dati che vengono rilevati si possono ricavare una serie di informazioni e si possono elaborare gli stessi per ottenere grafici utili alla comprensione della struttura del materiale.

È doverosa una precisazione sulla modalità di esecuzione dei conteggi.

Per eseguire un conteggio il software acquisisce un'immagine e su di essa fornisce dei dati; quella immagine viene tecnicamente definita campo. Nel caso in cui il conteggio venga eseguito su campi contigui sarà il software stesso a calcolare con precisione lo spostamento che il provino deve subire e questo verrà eseguito in automatico. Mentre per un conteggio dell'area percentuale di una fase non vi sono controindicazioni con l'applicazione della suddetta modalità, per il conteggio della morfologia delle particelle invece possono generarsi degli errori. Se pensiamo per esempio ad una particella che sia situata a cavallo tra due campi accadrà che questa viene conteggiata due volte; ossia viene conteggiata nel primo campo ed anche nel secondo ma con una morfologia ed un'area diverse da quella reale. Per ovviare a questo inconveniente è necessario escludere dal conteggio tulle le particelle che si trovano a cavallo tra due campi con modalità manuale. Se questa operazione risulta non essere molto onerosa per particelle di dimensioni elevate rispetto al campo o per un basso numero di quest'ultimi, altrettanto non si può dire per particelle piccole ed un numero significativo di campi.

Nel nostro caso l'esclusione manuale delle particelle sarebbe risultato un lavoro assai oneroso in termini di tempo. È stata fatta perciò una prova per verificare di quanto realmente potessero variare i dati se non si fosse proceduto come illustrato. Sono stati fatti perciò due conteggi in 10 campi: il primo senza escludere le particelle a cavallo delle acquisizioni ed il secondo escludendole manualmente. Il risultato è stata una variazione nella media dei parametri ottenuti inferiore al punto percentuale. Un errore

così basso si spiega in ragione del fatto che le particelle sono piccole e in grande numero; accade perciò che parte di esse vengono tagliate ma la grande maggioranza viene conteggiata per intero.

In conclusione, visto il basso errore che ne sarebbe derivato, si è deciso di procedere all'esecuzione dei conteggi dell'austenite tipo F senza l'esclusione delle particelle tagliate (sarà definita austenite di tipo F quella con dimensioni dell'ordine delle decine di μ m²).

Le analisi eseguite vengono impostate tenendo in considerazione gli oggetti che devono essere rilevati. Così se deve essere analizzata solamente l'area di una determinata fase non sarà necessario aumentare di molto gli ingrandimenti. Se invece vogliamo analizzare la forma di particelle relativamente piccole è necessario eseguire il rilevamento con uno zoom più elevato in modo da avere maggiore risoluzione nell'immagine.

Altro fattore molto importante è l'area soggetta ad analisi. Maggiore è il numero di campi d'immagine che vengono analizzati e più realistico sarà il dato che ne risulterà. Saranno illustrate ora più in dettaglio le informazioni che si possono ricavare dal pezzo in esame.

Determinazione percentuale austenite-ferrite

Una delle più immediate e basilari analisi che si possono eseguire è il rilevamento delle fasi presenti con riferimento al loro rapporto.

Il rilevamento delle percentuali è stato eseguito a 50ingrandimenti e considerando 4 campi contigui.

Da questa prima analisi è emerso che il rapporto tra austenite e ferrite è pressoché pari a uno. Un certo scostamento da questa media si ha nelle zone 1 e 5 in cui è presente una maggiore quantità di ferrite. In figura 4.13a è riportato l'andamento dell'austenite e i dati rilevati:



Figura 4.13 a)Andamento austenite totale b)valori rilevati

Come si può vedere si ha che nelle zone 2-3-4 la fase austenite è leggermente superiore al 50% per poi diminuire fino anche al 45% nelle zone superficiali.

Per capire la motivazione di un andamento di questo tipo è necessario far riferimento ai trattamenti subiti dal pezzo ed alle trasformazioni strutturali cui è stato soggetto.

Con il trattamento di solubilizzazione il pezzo è stato portato alla temperatura di 1090°C per un tempo pari a 8 ore. Facendo riferimento alla figura 4.14 si può notare che con l'aumento della temperatura si ha anche un aumento della ferrite tanto maggiore quanto più elevata è la temperatura. Tenendo presente le dimensioni elevate del pezzo è logico pensare che in fase di riscaldamento la superficie dello stesso abbia raggiunto più velocemente la temperatura di solubilizzazione e di conseguenza vi sia rimasta per un tempo maggiore; sapendo che le trasformazioni in fase solida hanno necessità di tempi relativamente lunghi per completarsi è logico pensare che nella superficie la ferrite sia superiore in quantità.



Figura 4.14 Diagramma di fase del sistema Fe-Cr_{eq}-Ni_{eq}

Una spiegazione complementare alla precedente può essere data tenendo presente che il pezzo una volta completato il trattamento di solubilizzazione è stato raffreddato in acqua. Questo processo analogamente al riscaldamento è stato influenzato dalle dimensioni elevate del pezzo. Il raffreddamento è in sostanza molto più repentino nella superficie rispetto al cuore bloccando la struttura in una fase di sbilanciamento a favore della ferrite.

Entrambe queste spiegazioni si devono ritenere complementari e non sufficienti a poter comunque causare grosse variazioni nelle percentuali di ferrite ed austenite. Nel nostro caso infatti lo scostamento massimo che si ha dalla media è del 5%.

Determinazione percentuale austenite G ed F

Come si può meglio vedere nelle zone 1 e 5 l'austenite si presenta con due aspetti assai diversi per quel che riguarda l'area, ossia vi è la presenza di grosse particelle (migliaia di μ m²) e di particelle più fini(decine di μ m²) dispersi nella ferrite. Per semplicità di qui

in avanti l'austenite verrà definita in due modi diversi a seconda che si faccia riferimento a quella con area maggiore che verrà definita "tipo G" e quella con area di due ordini di grandezza inferiore che verrà definita "tipo F".

La determinazione dell'area percentuale dell'austenite F è stata eseguita rilevando tutte le particelle di ed andando ad escludere quelle con dimensioni maggiori. Questo conteggio è stato eseguito a 100x su 15 campi contigui.

È stata fatta una media dei dati ottenuti nei 15 campi tenendo separati i risultati per la direzione verticale da quelli nella direzione orizzontale. Con le medie aritmetiche è stato possibile creare un grafico che dà una visione immediata della variazione della percentuale dell'austenite di tipo F all'interno del pezzo.



Figura 4.15 a)Andamento austenite tipo F b)valori rilevati

Come si può osservare si ha che la presenza di austenite F è maggiore nelle zone 1e 5; in particolare si può vedere che essa è circa doppia passando da un 15% assoluto ad un 7% nelle zone più interne della flangia.

Un'ulteriore considerazione può essere fatta tenendo presente la quantità assoluta di austenite presente a bordo e nel cuore. Se consideriamo ad esempio la zona 1 si ha che la frazione F dell'austenite è il 30% del totale e quindi una frazione considerevole. Nella zona 4 invece la frazione F dell'austenite è ridotta al 12%. Queste considerazioni non sono di poco conto soprattutto se come sarà fatto successivamente verranno associate ai dati relativi alla morfologia dell'austenite.

Per quanto riguarda l'austenite di tipo G non si è reso necessario un ulteriore conteggio. La presenza di due sole fasi rende inutile infatti il conteggio dell'area percentuale che può essere calcolata come la differenza tra l'area totale dell'austenite e quella tipo F. Il grafico e i dati relativi relativo all'austenite G sono riportati in figura4.16:



Figura 4.16 a)Andamento austenite tipo G b)valori rilevati

Analisi dimensione austenite

Dopo una prima parte di analisi con riferimento solamente all'area occupata dalle fasi si è passati ad un'analisi di tipo morfologico. Come già accennato in precedenza il software è in grado di misurare vari parametri delle singole particelle. Si avranno conseguentemente a disposizione una grande mole di dati da poter sfruttare per ricavare informazioni riguardanti la struttura del materiale. Tenendo in considerazione la dimensione delle particelle che si andava ad analizzare si sono fatti due tipi di conteggi. Il primo, per l'austenite F, è stato eseguito a 100x su 9 campi. Per l'austenite G invece si è reso necessario utilizzare un altro tipo di analisi. La dimensione delle particelle era infatti troppo elevata per rientrare completamente in campi con zoom a 25x. Si è deciso dunque di procedere al montaggio di 4 campi contigui e su questa eseguire il conteggio.

Considerando le aree delle particelle è possibile creare i grafici di figura 4.17:



Area particelle tipo F

Figura 4.17 Andamento area particelle: a)tipo F, b) tipo G.

I punti che vanno a generare i due grafici sono stati ottenuti facendo la media aritmetica delle aree delle singole particelle; da notare che analogo andamento avrebbe avuto un grafico che avesse considerato il diametro equivalente anziché l'area.

Con riferimento al primo grafico possiamo dire che non vi sono sostanziali differenze nell'area delle particelle in relazione all'orientazione verticale o orizzontale del campione. Una particolarità che invece si può facilmente notare è il forte scostamento delle dimensioni medie nella zona 2 rispetto alle altre. In questa zona infatti l'austenite che abbiamo per comodità definito di tipo F ha delle dimensioni medie più elevate. Quello che accade in realtà non è però un aumento generalizzato delle dimensioni delle particelle ma bensì la diminuzione in numero delle particelle con area molto bassa. Per meglio spiegare questo fenomeno sono stati costruiti degli istogrammi di distribuzione della frequenza di particelle rispetto ad un determinato intervallo di area. Da notare che nelle zone 1 e 5 la scala delle ordinate è diversa rispetto alle altre vista la maggiore presenza di austenite tipo F.





Se poniamo l'attenzione negli istogrammi relativi alla zona 2 si nota come vi sia una distribuzione piuttosto uniforme nella dimensione delle particelle. In altre parole le colonne dei suddetti istogrammi sembrano disegnare una linea di tendenza con un massimo poco marcato in corrispondenza delle particelle con area compresa tra i 30 e i 60µm².

In tutte le altre zone si presenta una distribuzione abbastanza simile ma con la differenza di un massimo assai più elevato che nella zona due sempre nello stesso intervallo di area.

Le considerazioni fin qui fatte possono essere facilmente verificate osservando con attenzione le micrografie della zona 2 e confrontandole con le altre. Esse appaiono infatti nelle zone ferritiche meno contaminate dalla presenza di piccole particelle austenitiche.

Sarebbe interessante a questo punto condurre ulteriori indagini nella zona 2 ed in prossimità di essa per capire quale sia la causa che genera questo fenomeno o viceversa capire quale sia la causa che genera il fenomeno apposto in tutte le altre zone.

Analisi rapporto d'aspetto

Viene definito come rapporto d'aspetto il rapporto tra la lunghezza e la larghezza di una particella:

R.asp = Lunghezza/Larghezza

esso da un'indicazione di quanto allungata sia la particella. Una particella allungata avrà pertanto un elevato rapporto d'aspetto.

Per ogni singola zona sono stati calcolati i rapporti d'aspetto medi per l'austenite F e G; con questi sono stati successivamente costruiti i grafici di figura 4.18.



Figura 4.18 Andamento rapporto d'aspetto austenite: a) tipo F, b) tipo G.

Dai grafici si può notare come non ci siano grosse variazioni nei valori medi sia per quanto riguarda l'austenite F che per la G.

Una leggera differenza si può notare invece nei rapporti d'aspetto dell'austenite G tra la direzione verticale e quella orizzontale. Si nota infatti che le particelle nella direzione orizzontale sembrano essere più allungate.

Una attenta osservazione delle micrografie però può far vedere come in realtà per la zona 1 ci si aspetterebbe un rapporto d'aspetto più elevato per l'austenite F; essa appare in parte aciculare e quindi con un elevato rapporto d'aspetto.

Per capire il motivo di questa apparente discordanza tra dati e micrografie bisogna far presente che i valori utilizzati per la realizzazione del grafico sono la media aritmetica dei rapporti d'aspetto delle singole particelle. In realtà però sono presenti anche una discreta quantità di particelle assai vicine alla circolarità e quindi con rapporto d'aspetto prossimo all'unità; quest'ultime vanno ad abbassare notevolmente quello che è il rapporto d'aspetto medio facendolo divenire simile a quello nelle zone contigue.

Da notare che se invece di utilizzare la media aritmetica venisse usata quella pesata rispetto all'area si otterrebbe un grafico che ancora una volta non rende conto della forma aciculare delle particelle in quanto esse sono assai sottili e quindi con un'area dello stesso ordine di grandezza.

Analisi rotondità

Mentre per il rapporto d'aspetto non ci sono variazioni significative da zona a zona altrettanto non si può dire della rotondità.

La rotondità si esprime come:

$$Rotondita = \frac{Perimetro^2}{4 * \pi * Area * 1,064}$$

dove 1,064 è un fattore correttivo degli angoli prodotti dallaa digitalizzazione dell'immagine. La rotondità dà una indicazione di quanto la particella si discosti dalla circolarità; in altre parole da un'idea di quanto frastagliata sia quest'ultima. Una particella perfettamente circolare avrà rotondità pari a 1.

Anche in questo caso sono state fatte le medie aritmetiche dei valori di rotondità per ogni zona e con essi sono stati costruiti i grafici di figura 4.19.



Figura 4.19 Andamento rotondità austenite: a) tipo F, b) tipo G.

Per quanto riguarda l'austenite F si può notare come abbia un basso valore di rotondità; pertanto essa è assai poco frastagliata in ogni zona.

L'austenite G presenta invece forti variazioni nei valori medi delle rotondità. Questo tipo di variazioni meritano di essere valutate.

Osserviamo innanzitutto che come accadeva per il rapporto d'aspetto anche in questo caso si hanno valori più elevati nella direzione orizzontale rispetto alla verticale. La spiegazione sta nel fatto che la struttura tende ad avere un'orientazione prevalente con la grana cristallina orientata in direzione orizzontale.

Nelle zone 1 e 5, cioè in quelle più esterne, si nota come i valori medi di rotondità siano più bassi sia in direzione verticale che orizzontale. Questo andamento dimostra che nelle parti più esterne della flangia l'austenite assume forme meno frastagliate e più tondeggianti.

Analisi orientamento

Oltre all'area il software fornisce anche l'orientazione di ogni singola particella.

Per ricavare questo dato vengono misurate le dimensioni massime per ogni particella ad intervalli di 22.5° ed il maggiore di questi determinerà l'orientazione.

Da notare che il feret a 0°, cioè la misura massima che la particella possiede in direzione dei 0°, è esattamente uguale al feret calcolato a 180°; così accade che il software ne fornisce solamente i valori e le orientazioni da 0 a 157,5°.

L'utilizzo della media aritmetica nell'orientamento risulta in taluni casi altamente fuorviante. Se pensiamo infatti ad una struttura con particelle orientate in massima parte nelle direzioni 0-22,5° e i corrispondenti 180-202.5° accade che la media aritmetica ci fornisce un'orientazione media prossima ai 90°. Pertanto risulta assai più utile costruire dei grafici di distribuzione.

Di seguito vengono riportati i grafici di distribuzione delle particelle di austenite G rispetto all'orientamento; essi riportano la percentuale di particelle in funzione dell'orientazione da 0 a 157,5°.

60

50

10

0

0

22,5

45

particelle









67,5

Orientazione [°]

90

112,5 135 157,5

Zona 1 orizzontale



63



Zona 3 orizzontale









Zona 5 verticale







Come si può notare vi sono dei massimi in corrispondenza dell'orientazione 90° per la sezione orizzontale mentre per la direzione verticale la distribuzione è abbastanza omogenea eccetto la zona 5.

Per quanto riguarda l'austenite F si hanno invece distribuzioni molto piatte(non riportate per semplicità) il che dimostra l'assoluta casualità nell'orientamento delle sue particelle.
Quantificazione fasi infragilenti

La totale assenza di fasi infragilenti nel pezzo in esame non è scontata a causa delle elevate dimensioni della flangia.

Infatti se si fa riferimento alle curve TTT del paragrafo 2.3 si può capire come a cuore vi sia il rischio di un passaggio attraverso l'area di formazione di fase σ .

Per verificare la quantità di fasi infragilenti si è ricorsi al conteggio tramite il software utilizzato anche per la caratterizzazione della microstruttura.

L'attacco utilizzato per preparare le superfici è stato una soluzione di acqua e idrossido di sodio di composizione: 130ml H2O, 25g NaOH. Il campione deve essere collegato all'anodo di un generatore di corrente continua alla tensione di 6V ed immerso nella soluzione per un tempo di 6 secondi.

Con questo tipo di attacco la superficie appare grigia ma l'austenite appare nettamente più chiara; la fase σ appare invece di colore nero.

Il conteggio è stato eseguito a 50x su 4 campi contigui. Vengono riportate di seguito le micrografie ricavate nelle varie zone:



Zona 1 verticale

Zona 1 orizzontale



Zona 2 verticale

Zona 2 orizzontale



Zona 3 verticale

Zona 3 orizzontale



Zona 4 verticale

Zona 4 orizzontale



Zona 5 verticale

Zona 5 orizzontale

Come è possibile vedere la fase σ è presente in percentuali estremamente basse:

- zona 1 e 5 non rilevata (si può ritenere infatti che le piccole particelle nere visibili siano causate da un difetto nella preparazione del campione);
- zona 2 rilevata a tracce non misurabili;
- -zona 3 verticale 0,045%, zona 3 orizzontale 0,099%;
- -zona 4 verticale 0.259%, zona 4 orizzontale 0.207%.

Da queste misure si capisce dunque che la concentrazione di fasi infragilenti a cuore del pezzo è inferiore allo 0.3%. Tenori così bassi, anche sulla base delle indicazioni presenti in letteratura[32], non possono incidere in maniera significativa sulle caratteristiche meccaniche della flangia.

4.3: Prove di resilienza

Intoduzione

Come è noto molti materiali metallici sono soggetti alla transizione duttile-fragile. Negli acciai la struttura assume in questo tipo di fenomeno un ruolo fondamentale. Si ha così che le strutture cubiche a facce centrate (austenite) non subiscono significative modificazioni nel loro comportamento a basse temperature; viceversa le strutture cubiche a corpo centrato (ferrite) risentono fortemente delle basse temperature.

Per la ferrite esiste infatti un intervallo di temperature in cui si ha un passaggio da comportamento duttile a fragile.

Importanza fondamentale riveste anche la velocità di applicazione del carico. Può facilmente accadere che un metallo dalla rottura duttile nella prova di trazione si possa invece rompere fragilmente in una di resilienza.

Per quanto riguarda gli acciai inossidabili bifasici austeno ferritici si ha che a basse temperature la ferrite influisce negativamente sulla resilienza.



Figura 4.20 Effetto della microstruttura sulla resilienza di alcune famiglie di acciai inossidabili.

Il grafico di figura 4.20 mostra come la microstruttura influenza la capacità di assorbire energia degli acciai inossidabili al variare della temperatura.

Si osserva come gli austenitici risentano in maniera assai poco significativa delle basse temperature mantenendo alti livelli di energia assorbita fino a -200°C. Gli acciai inossidabili ferritici invece già a temperature di poco inferiori a 0°C manifestano un brusco crollo dell'energia assorbita e quindi passano ad avere un comportamento fragile. Gli acciai bifasici si trovano in una situazione intermedia. Essi manifestano un crollo dell'energia assorbita simile ai ferritici ma l'intervallo di temperature in cui avviene la transizione è più ampio ed è influenzato dalla percentuale di austenite; in particolare maggiore è quest'ultima e più bassa sarà la temperatura in cui si manifesta il crollo di prestazione.

Modalità di prova eseguita

La prova che viene comunemente utilizzata per determinare la capacità di un acciaio di assorbire energia è la prova ad impatto. In questa tipo di prova è previsto di utilizzare provini sagomati secondo normativa.

Nel nostro caso si sono utilizzati provini con intaglio a V; in figura 4.21 sono date le dimensioni secondo normativa ASTM E23.



Figura 4.21 Provino con intaglio a V per prova di resilienza. Dimensioni secondo ASTM E23.

Normalmente tale prova viene eseguita con pendolo Charpy, nel caso in questione invece si è utilizzata la macchina per prove di resilienza CEAST Fractovis plus (vedi figura 4.22).



Figura 4.22 Macchina per prove di resilienza CEAST Fractovis plus.

In questo tipo di macchina il coltello che va a colpire il provino non compie una rotazione come avviene nel pendolo Charpy ma vi è una caduta dello stesso in direzione verticale; il provino è dunque posto con l'intaglio rivolto verso il basso.

Con la CEAST Fractovis plus è possibile in maniera molto semplice calcolare la velocità di impatto agendo su due parametri fondamentali: l'altezza in cui viene posto il martello e la massa che viene posta nello stesso. Variando dunque questi due parametri è possibile eseguire prove che abbiano una certa energia massima disponibile ed una velocità di impatto calcolata. Risulta facile capire come però non sia possibile ottenere una energia massima disponibile e/o velocità di impatto in fase di impostazione della macchina con continuità di valori; infatti essi dipendono dall'altezza del martello che può essere impostata con buona precisione ma tuttavia il carico risulta comunque discreto e di conseguenza risulteranno discreti anche i valori di energia e velocità disponibili.

Questo tipo di apparecchiatura offre numerosi vantaggi rispetto al pendolo tradizionale in quanto può essere controllata via PC e si possono ottenere una grande quantità di dati relativi alle prove.

Il provino viene posto come da normativa in una base di appoggio con luce di 40mm ed in questo caso con l'intaglio rivolto verso il basso. Gli appoggi del provino sono collocati all'interno di una camera che può essere termicamente condizionata.

Risultati

Come spiegato nel paragrafo 4.1 i provini di resilienza sono stati ricavati nelle zone da 1 a 5. Per ogni zona sono stati prelevati 4 provini di cui 2 in direzione verticale e due in direzione orizzontale.

Una prima sbozzatura degli stessi è stata eseguita in laboratorio andando a formare dei provini con dimensioni maggiorate. La finitura vera e propria è stata invece eseguita all'interno dell'azienda che ha forgiato la flangia.

Secondo la normativa ASTM E23 il fondo dell'intaglio deve avere un raggio di curvatura pari a 0.25mm con una tolleranza massima di ± 0.025 mm; una variazione di tale misura oltre le tolleranze rischierebbe di falsare i valori di resilienza. Si è pertanto deciso di effettuare una verifica tramite l'analisi di immagine del raggio della gola dell'intaglio per ogni singolo provino. In figura 4.23 sono esposte delle immagini utilizzate per la verifica.



Figura 4.23 Immagini utilizzate per la verifica delle tolleranze sul raggio all'apice dell'intaglio.

L'applicazione finale delle flange in acciaio inossidabile bifasico è molto spesso l'ambiente marino; per tale motivo è necessario testare il materiale ad una temperatura inferiore a 0°C per verificare che le sue prestazioni siano sufficientemente elevate.

La temperatura in cui si sono svolte le prove è stata di -20°C. Per ottenere questo livello di raffreddamento di è fatto uso di azoto liquido il quale è stato vaporizzato all'interno della camera in cui avviene l'impatto con il provino; la temperatura è stata controllata fino a condizionare la temperatura con una tolleranza di \pm 1°C.

I provini sono stati posti all'interno della camera alla temperatura di prova per un tempo di 2ore al fine di garantire un loro completo raffreddamento. Successivamente si è iniziato con la serie di prove in successione. Ogni singolo provino deve essere manualmente posizionato negli appoggi e questo comporta necessariamente una apertura della camera con conseguente innalzamento della temperatura. Per ovviare a questo tipo di inconveniente si è impostato un tempo di condizionamento di 4 minuti. In altre parole la macchina è stata programmata in modo tale che una volta chiuso lo sportello e raggiunta nuovamente la temperatura impostata passassero 4 minuti per garantire un effettivo raggiungimento delle condizioni ricercate.

Da ogni singola prova sono stati ricavati i dati che sono riportati in figura 4.24.

Commission	Start velocity	YS	Peak Deformation	Peak Energy	Peak Force	Total Deformation	Total Energy	Resilience	
Campione	[m/s]	[N]	[mm]	[J]	[N]	[mm]	[J]	[kJ/m²]	
Z1VA	4,41	21377	4,095	81,48	25272	21,094	227,09	2838,6	
Z1VB	4,42	20095	4,004	75,14	24953	15,878	295,19	3689,8	
Z2VA	4,42	21646	1,138	15,68	21831	2,242	24,72	309,1	
Z2VB	4,41	22016	1,307	18,91	22604	3,281	28,72	359,0	
Z3VA	4,41	20679	0,924	10,84	20910	1,581	16,34	204,2	
Z3VB	4,41	21377	0,953	10,67	21377	1,692	17,70	221,2	
Z4VA	4,41	21175	0,868	9,49	21175	1,641	16,54	206,7	
Z4VB	4,41	21142	1,105	12,97	21142	1,659	16,20	202,5	
Z5VA	4,41	22146	1,197	16,06	22705	3,992	35,22	440,2	
Z5VB	4,41	21331	1,522	21,09	22789	6,205	45,97	574,6	
Z10A	4,41	22595	3,938	80,90	26151	13,429	136,68	1708,5	
Z10B	4,41	21663	3,986	81,52	27071	14,397	172,09	2151,1	
Z20A	4,41	20957	1,151	15,46	21373	3,721	30,28	378,4	
Z20B	4,42	21410	1,153	15,73	22234	3,780	30,40	379,9	
Z30A	4,41	17595	0,906	9,05	18742	1,715	16,70	208,7	
Z30B	4,42	21301	0,970	11,26	21465	1,708	18,42	230,2	
Z40A	4,42	18650	0,951	10,36	19877	1,652	16,20	202,6	
Z40B	4,41	20990	1,003	11,75	21478	1,866	19,62	245,3	
Z50A	4,42	21911	2,574	45,76	24810	7,571	68,70	858,8	
750B	4 41	21650	2 203	37.12	24201	7 460	65.64	820.5	

Figura 4.24 Dati ottenuti dalle prove di resilienza

Con riferimento ai valori ottenuti è importante ricordare che dalla prova di resilienza non si ricavano proprietà intrinseche del materiale. Cioè i valori ottenuti sono funzione delle condizioni in cui viene svolta la prova come per esempio la temperatura o la velocità di impatto. Proprio per questo motivo i test sono stati eseguiti in serie porgendo la massima attenzione affinché le condizioni fossero le medesime per ogni prova. Per ogni zona ed ogni direzione è stata fatta la media dei valori di energia totale assorbita; con tali dati è possibile creare il grafico di figura 4.25.



Figura 4.25 Energia totale assorbita nelle prove di resilienza al variare della zona di prelievo

Si nota immediatamente come l'energia assorbita assume valori più elevati nelle zone 1 e 5 cioè nelle zone più esterne della flangia. Viceversa nelle zone centrali e cioè 2-3-4 l'energia assorbita ha valori decisamente ridotti.

Con riferimento alle zone 1 e 5 si può notare come per la 5 l'energia assorbita sia molto più bassa che nella 1, circa un quarto.

Se invece si fa riferimento alla direzione di prelievo dei provini si notano delle differenze significative solamente nelle zone esterne mentre in quelle interne i valori sono di poco diversi.

Analisi superfici di frattura

Questo tipo di indagine è utile per tutti i metalli in cui non si ha un netto passaggio di comportamento da duttile a fragile; per gli acciai infatti che manifestano un ampio intervallo di temperatura di transizione duttile-fragile la frattura inizia la sua propagazione in maniera duttile dalla base dell'intaglio. Viene illustrata in figura 4.26 la tipica superficie di frattura che si manifesta in un acciaio inossidabile austeno ferritico.



Figura 4.26 Tipica superficie di frattura di un acciaio inossidabile austeno ferritico.

A breve distanza dall'intaglio la modalità di propagazione della cricca varia diventando fragile e presentandosi alla fine come una combinazione delle due modalità che si distinguono per la loro posizione nella superficie di frattura. Accade infatti che nella zona centrale del provino vi sia una superficie che denota una frattura fragile circondata da una zona in cui la frattura è invece avvenuta in maniera duttile. Nello stadio finale della rottura del campione la propagazione fragile si arresta e prosegue in maniera duttile.

In un caso ideale il campione apparirà alla fine della prova con una superficie di frattura fragile circondata da una zona di materiale in cui la frattura è avvenuta in maniera duttile e vi sarà la presenza di creste metalliche che circondano tutta la sezione del provino.

La percentuale di superficie con frattura fragile viene anche definita cristallinità.

La normativa ASTM E23 fa riferimento a tecniche per la determinazione della percentuale complementare alla cristallinità; essa propone più metodi basati sostanzialmente sul conteggio con tecniche grafiche dell'area interessata da rottura duttile.

Uno dei metodi illustrarti consiste nella misurazione della zona di frattura fragile e la determinazione della percentuale attraverso l'uso delle tabelle in figura 4.27.

NOTE 1—100 % shear is to be reported when either A or B is zero.

Dimension	Dimension A, mm																
<i>B</i> , mm	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	4.5	5.0	5.5	6.0	6.5	7.0	7.5	8.0	8.5	9.0
1.0	99	98	98	97	96	96	95	94	94	93	92	92	91	91	90	89	89
1.5	98	97	96	95	94	93	92	92	91	90	89	88	87	86	85	84	83
2.0	98	96	95	94	92	91	90	89	88	86	85	84	82	81	80	79	77
2.5	97	95	94	92	91	89	88	86	84	83	81	80	78	77	75	73	72
3.0	96	94	92	91	89	87	85	83	81	79	77	76	74	72	70	68	66
3.5	96	93	91	89	87	85	82	80	78	76	74	72	69	67	65	63	61
4.0	95	92	90	88	85	82	80	77	75	72	70	67	65	62	60	57	55
4.5	94	92	89	86	83	80	77	75	72	69	66	63	61	58	55	52	49
5.0	94	91	88	85	81	78	75	72	69	66	62	59	56	53	50	47	44
5.5	93	90	86	83	79	76	72	69	66	62	59	55	52	48	45	42	38
6.0	92	89	85	81	77	74	70	66	62	59	55	51	47	44	40	36	33
6.5	92	88	84	80	76	72	67	63	59	55	51	47	43	39	35	31	27
7.0	91	87	82	78	74	69	65	61	56	52	47	43	39	34	30	26	21
7.5	91	86	81	77	72	67	62	58	53	48	44	39	34	30	25	20	16
8.0	90	85	80	75	70	65	60	55	50	45	40	35	30	25	20	15	10

Figura 4.27 Tabella per la determinazione della percentuale di superficie con frattura duttile

Definire la misura A come altezza o come larghezza non comporta alcuna variazione nella percentuale finale.

Un altro metodo illustrato è quello di una comparazione visiva della reale superficie di frattura con una mappa in cui sono riportate delle superfici campione con allegata la percentuale di frattura duttile. In figura 4.28 è riportato un esempio di tale mappa.



Figura 4.28 Mappa di comparazione per la determinazione della percentuale di cristallinità

Il metodo che sicuramente risulta essere il più preciso è basato sull'uso di un software per analisi d'immagine; è sufficiente infatti circoscrivere con il puntatore l'area che si vuole determinare ed il calcolo risulta poi immediato.

Come è stato osservato in precedenza, nello svolgimento di questo lavoro si è rilevata una maggiore energia assorbita nelle zone 1 e 5 della flangia. Essendo l'entità di tale energia dovuta nella sua maggior parte alla deformazione plastica del metallo ci si aspetta che nelle zone 1 e 5 la cristallinità sia inferiore ovvero che le zone plasticizzate siano di dimensioni maggiori. Vengono riportate di seguito le superfici di frattura delle zone 1 e 5.



Zona 1 verticale

Zona 1 orizzontale



Zona 5 verticale

Zona 5 orizzontale

Alle immagini sono state aggiunte delle linee rosse per evidenziare le dimensioni della zona in cui è avvenuta la frattura fragile.

Come si può notare accade che nella zona 5 la quota cristallina ha dimensioni maggiori rispetto alla zona 1. Se si fa riferimento al grafico di figura 2.26 si può notare come

questo tipo di frattura sia in perfetto accordo con i valori di energia assorbita ottenuti e cioè maggiori in zona 1 rispetto alla 5.

Una ulteriore osservazione che può essere fatta riguarda invece la differenza tra la direzione verticale e quella orizzontale. Notiamo che nella zona 1 i provini in direzione verticale assorbono maggiore energia rispetto a quelli orizzontali; nella zona 5 invece accade l'opposto. Se andiamo ad osservare le superfici di frattura e le confrontiamo rispetto alla medesima zona ci accorgiamo che per la zona 5 la quota cristallina è maggiore in direzione verticale mentre in zona 1 essa è maggiore in orizzontale. In conclusione dal punto di vista qualitativo vi è un buon accordo tra dati ottenuti ed osservazioni delle superfici di frattura.

Le zone 2-3-4 sono quelle in cui si manifesta la più bassa energia assorbita. Esse alla temperatura di prova hanno una tenacità decisamente insufficiente. Vengono riportate di seguito le superfici di frattura delle zone interne.



Zona 2 verticale



Zona 2 orizzontale



Zona 3 verticale



Zona 3 orizzontale



Zona 4 verticale

Zona 4 orizzontale

Da una prima osservazione si nota immediatamente come in questo caso non vi siano differenze sostanziali tra le varie superfici. Risulta molto difficile inoltre andare a distinguere la quota cristallina dal resto in quanto essa occupa praticamente tutta la sezione.

Micrografie superfici di frattura

Per tentare di dare una migliore spiegazione ai dati ottenuti si è pensato di andare a verificare almeno in forma qualitativa la morfologia della struttura in prossimità della zona di frattura.

I provini dopo la prova di resilienza si presentavano come in figura 4.29.



Figura 4.29 Provini dopo l'esecuzione della prova di resilienza.

Per ottenere delle micrografie che possano rendere conto della struttura del materiale in prossimità della zona di frattura è necessario che la zona osservata sia a cuore del provino. Se viceversa si andasse ad osservare una zona superficiale si cadrebbe nell'errore di osservare una zona che ha subito deformazioni plastiche.

È stato dunque asportato materiale fino a giungere nella mezzeria del provino e si è successivamente passati alle operazioni di preparazione del campioni metallografici.

Vengono riportate di seguito le micrografie relative alle due zone superficiali e di una a cuore(zona 4).



Zona 1 verticale



Zona 1 orizzontale



Zona 4 verticale



Zona 4 orizzontale



Zona 5 verticale

Zona 5 orizzontale

Da questo tipo di micrografie si può vedere il tipo di struttura che interessa la zona di frattura ma non si hanno però indicazioni significative sul percorso che la cricca segue. In altre parole non è possibile capire in quale delle due fasi la cricca si è propagata. Per poter vedere il percorso della cricca all'interno della struttura bisognerebbe disporre di un provino con una frattura bloccata in fase di propagazione. In questo modo si avrebbero a disposizione entrambe le facce della frattura affiancate e si potrebbe pertanto capire con maggiore precisione il percorso della cricca.

Per generare una frattura nel materiale ma non provocarne la rottura completa sarebbe necessario scaricare sul provino una energia leggermente inferiore a quella di che esso può assorbire. Avendo a disposizione un materiale che si rompe per la maggior parte in maniera fragile si ha infatti che la cricca si genera per una energia appena inferiore a quella necessaria per romperlo completamente. Sapendo che nelle prove di resilienza vi è una certa dispersione nei valori di energia assorbita e tenendo conto delle considerazioni fatte in precedenza appare molto difficile determinare l'energia sufficiente a criccare il provino senza romperlo.

Si è pertanto ricorsi ad un procedimento sperimentale che consentisse di generare una cricca nel provino senza che lo stesso venga aperto.

Per illustrare la tecnica utilizzata si faccia riferimento alla figura 4.30.



Figura 4.30 Schema della configurazione utilizzata per ottenere una cricca nei provini di resilienza

Come si vede il provino è posto su due appoggi distanti 40mm, essi sono però spessi appena 1mm. Sotto al provino vi è un piano di battuta che blocca la rottura del provino e consente solamente un parziale avanzamento della cricca.

Per questo tipo di prova si sono considerate le due zone che presentano i valori limite di resilienza pertanto la zona 1 e 4. In figura 4.31 è possibile vedere come la cricca si sia propagata all'interno della struttura.

Sulle micrografie di figura 4.31 sono stati eseguiti dei conteggi per verificare in che percentuali la cricca si propaga nella ferrite e nell'austenite. Da questi è emerso che essa si propaga al 60% nella ferrite e solo per il 15% nell'austenite.





Figura 4.31 Cricche generate in provini di resilienza: a)zona 1 verticale b)zona 4 verticale

4.5: Seconda solubilizzazione

Come è noto i trattamenti termici ad elevata temperatura sugli acciai hanno un costo non indifferente. Si deve tenere conto infatti del consumo energetico e del tempo stesso per eseguire i trattamenti; se a questo aggiungiamo il fatto che nel caso analizzato si opera con pezzi di dimensioni elevate appare evidente come tali operazioni vadano ridotte al minimo necessario.

Un ulteriore motivazione che spinge nella direzione di ridurre al minimo i tempi di solubilizzazione è di tipo metallurgico. Accade infatti che prolungando il mantenimento in temperatura l'austenite presente tende a coalescere ed assumere morfologie più compatte e tondeggianti.



Figura 4.32 Attacco beraha: a)zona 1, b)zona5.

Facendo riferimento in particolare alle zone più esterne della flangia (vedi figura4.32) si può osservare come la zona 5 sia simile alla 1 ma con austenite F più tondeggiante. Essendo le proprietà meccaniche registrate in zona 5 più modeste rispetto a quelle in zona 1 ci si chiede se un trattamento termico troppo prolungato non vada a peggiorarle ulteriormente oltre che ad aumentare i costi. Ci si può infatti aspettare che l'austenite di tipo F nella zona 1 vada ad assumere una morfologia simile a quella presente in zona 5. Si è pensato dunque di procedere eseguendo un ulteriore trattamento di solubilizzazione per verificare le eventuali modificazioni che questo comportasse alla struttura.

Una considerazione deve però essere fatta sulle modalità di esecuzione del trattamento termico. Nel primo trattamento infatti un intero pezzo di flangia è stato solubilizzato e raffreddato in acqua; nel secondo invece sono stati trattati e raffreddati solamente dei campioni. Essi hanno dimensioni decisamente inferiori ed impiegano molto meno tempo a raggiungere la temperatura di solubilizzazione, inoltre il raffreddamento in

acqua risulta estremamente efficace senza differenze tra i campioni a cuore e quelli superficiali. I dati che verranno ricavati sono pertanto da considerare alla luce delle considerazioni appena fatte.

La prima operazione effettuata è stata quella di prelevare i campioni ed i provini da trattare in zone che fossero il più vicine possibile a quelle già studiate. Essi sono stati prelevati nelle posizioni visibili in figura 4.33.



Figura 4.33 Zone di prelievo dei campioni trattati termicamente. Sono evidenziati in rosso i campioni metallografici e azzurro i provini di resilienza.

In totale sono stati ottenuti da ogni zona un campione per analisi metallografiche e 4 provini di resilienza.

Si è deciso di eseguire il trattamento alla stessa temperatura del precedente e quindi a 1090°C.

Per eseguire il trattamento è stato utilizzato un forno elettrico a resistori da laboratorio (figura4.34).



Figura 4.34 Forno utilizzato per il trattamento di solubilizzazione

Per essere sicuri che la temperatura effettiva all'interno forno fosse uguale a quella impostata è stata eseguita una taratura inserendo una termocoppia in un campione di prova e ponendo quest'ultimo nella camera preriscaldata. Si è potuto dunque verificare che la temperatura impostata corrispondesse a quella effettiva dei pezzi trattati. Inoltre si è ricavata una curva di riscaldamento illustrata in figura 4.35.



Curva di riscaldamento

Figura 4.35 Curva di riscaldamento dei campioni solubilizzati.

Dopo un mantenimento di 8 ore i pezzi sono stati raffreddati singolarmente in acqua. Il lavoro fin qui eseguito non si può ritenere concluso, mancano infatti tutta una serie di analisi micrografiche, conteggi delle fasi presenti e prove di resilienza sui campioni trattati. Dalle prime analisi micrografiche è emerso come effettivamente il trattamento abbia modificato la struttura dell'acciaio. In figura 4.36 si può osservare come è cambiata la struttura nella zona 1.



Figura 4.36 Zona 1 attacco beraha: a) prima della solubilizazione e b)dopo solubilizzazione

Il cambiamento è evidente soprattutto se si osserva la frazione di austenite con dimensioni minori. Nella figura 4.36a essa appare infatti come già osservato in precedenza di dimensioni ridotte e con elevato rapporto d'aspetto; in figura 4.36b appare invece con un numero di particelle assai inferiore e con dimensioni maggiori. In figura 4.37 è riportato il cambiamento della struttura in una zona a cuore.



Figura 4.37 Zona 4 attacco beraha: a) prima della solubilizazione e b)dopo solubilizzazione

Come si può notare anche in questo caso l'austenite con dimensioni minori è diminuita come numero assoluto di particelle ed ha invece aumentato l'area media. Si può notare

inoltre come le particelle più grandi di austenite siano molto meno frastagliate, in altre parole presenteranno una rotondità che si avvicina maggiormente all'unità.

CONCLUSIONI

L'aspetto fondamentale emerso nello svolgimento delle caratterizzazioni riguarda la variabilità della resilienza all'interno del pezzo, essa subisce infatti notevoli variazioni tra le regioni superficiali e quelle centrali della flangia.

I fattori che generano questa tipologia di comportamento sono da ricercare nella morfologia delle fasi costituenti e nella presenza di una modesta quantità di fasi infragilenti; si notano infatti delle importanti relazioni tra le resilienze misurate ed alcuni parametri morfologici.

Si è rilevato come la fase σ sia presente in maggiore quantità nelle regioni meno tenaci, allo stesso modo parametri morfologici quali il bilanciamento delle fasi, la rotondità e le dimensioni dell'austenite hanno seguito andamenti analoghi o complementari alla tenacità dell'acciaio.

Dalla figura 4.38 si può capire come varia l'energia assorbita al variare della zona di analisi.



Figura 4.38 Energia totale assorbita nelle prove di resilienza al variare della zona di prelievo

Osservando il grafico si nota infatti che solamente la zona 1 ha un valore di energia assorbita dello stesso ordine di grandezza rispetto a quelli forniti dai produttori, mentre le regioni interne invece hanno valori decisamente bassi. Si riporta in figura 4.39 l'andamento dell'energia di impatto al variare del diametro di billette in SAF 2507.



Figura 4.39 Valori di energia assorbita a meno -20°C per billette in SAF 2507.

Si capisce chiaramente come la resilienza sia influenzata dalle dimensioni del pezzo cui sono ricavati i provini.

Il caso oggetto di studio si può indicativamente collocare nel grafico per spessori che vanno da 100 a 300mm cui corrispondono valori di energia assorbita tra 100 e 200J.

Si ricorda che dalle prove di resilienza non si ricavano proprietà intrinseche del materiale, i dati che facilmente si reperiscono in letteratura sono da considerare dunque alla luce dei parametri che influenzano la prova. Pertanto fattori quali la temperatura, velocità di impatto, tipo di prodotto da cui sono ricavati i provini ecc. possono influenzare i valori di energia assorbita.

Secondo quanto scritto in letteratura il fattore che più spesso causa infragilimento è la presenza di fase σ . Nel pezzo studiato ne sono stati misurati i seguenti tenori:

Zona	% fase σ
1	Non rilevata
2	Rilevata a tracce
3	0.07
4	0.23
5	Non rilevata



Figura 4.40 Influenza del tenore di fase σ sulla tenacità di un acciaio SAF 2507[32].

Nella figura 4.40 si può notare come per tenori inferiori al punto percentuale un piccolo aumento della quantità di fase σ faccia decadere la tenacità dell'acciaio. Facendo riferimento alle linee rosse in figura si nota come, il passaggio da 0.2 a 0.3% di fase σ comporti una diminuzione pari a 40J nell'energia assorbita. È ragionevole ritenere inoltre che per tenori più bassi la diminuzione di tenacità sia ancora più accentuata. Se consideriamo il pezzo analizzato osserviamo che presenta delle variazioni nei tenori di fase σ e nei valori di energia assorbita simili a quelli considerati nel grafico di figura. In conclusione è possibile ritenere che parte del decadimento di tenacità che si ha nel passaggio dalla zona 1 a quelle centrali sia dovuto alla presenza di fasi infragilenti. I valori intermedi di resilienza misurati nella zona 5 non possono però essere originati dalla presenza di fase σ . La minore tenacità può essere invece messa in relazione all'aumento di ferrite, passando dalle zone centrali alla zona 5 si nota un aumento di circa il 7% (vedi figura 4.41).



Figura 4.41 Andamento austenite totale.

Dalla letteratura si può vedere che, a livello qualitativo, un aumento del tenore di ferrite sposta a temperature più elevate l'intervallo di transizione duttile fragile (vedi figura 4.42); la diretta conseguenza è un abbassamento della resilienza.



Figura 4.42 Effetto della microstruttura sulla resilienza di alcune famiglie di acciai inossidabili (γ = austenite; α + γ = ferrite e austenite; α = ferrite).

In conclusione la minore tenacità misurata in zona 5 rispetto alla 1 può essere in parte causata dalla maggiore quantità di ferrite.

Nello studio morfologico della struttura austeno ferritica sono stati rilevati degli andamenti che trovano relazione con i valori di resilienza ottenuti.

Il più evidente di questi è la quantità assoluta di austenite tipo F che nelle zone più esterne infatti raddoppia la sua percentuale come si nota nel grafico in figura 4.43.



Figura4.43 Andamento austenite tipo F

In conclusione è presente in maggiore quantità nelle regioni che hanno dimostrato maggiore tenacità.

Considerando l'austenite di dimensioni maggiori si può osservare invece una seconda relazione tra struttura e tenacità; si faccia riferimento all'andamento dell'area media e della rotondità in figura 4.44.



Area particelle tipo G



Figura 4.44 Andamento nell'austenite tipo G di: a)area media; b)rotondità.

Per entrambi i parametri morfologici si nota un aumento nelle zone in cui si misura una diminuzione di tenacità.

Un'ultima osservazione va fatta confrontando la morfologia dell'austenite più fine, si faccia riferimento alle figure 4.45 e 4.46 per osservare le differenze tra la zona 1 e 5.



Figura 4.45 Attacco Beraha: zona 1 verticale

Lo studio condotto porta ad avere per entrambe le zone valori molto simili di rotondità e rapporto d'aspetto. Come già spiegato nel corso del paragrafo 4.3 in realtà il rapporto

d'aspetto medio in zona 1 è abbassato dalla presenza di un discreto numero di particelle tondeggianti(evidenziate in figura4.45). In realtà però le strutture sono molto differenti presentandosi con particelle tondeggianti in zona 5 mentre con elevato rapporto d'aspetto in zona 1. Proprio questa differenza di forma può essere messa in relazione alla minore tenacità in zona 5.



Figura 4.46 Attacco Beraha: zona 5 verticale

Per caratterizzare in maniera più completa la flangia sarebbe utile poter condurre ulteriori analisi.

Un primo aspetto da approfondire è la caratterizzazione dei campioni che sono stati solubilizzati una seconda volta. Le prime osservazioni metallografiche fanno infatti ipotizzare una possibile diminuzione di tenacità come diretta conseguenza delle modificazioni strutturali. Un comportamento di questo tipo renderebbe pertanto necessario uno studio più approfondito sulla durata della solubilizzazione; senza considerare i costi aggiuntivi, una durata eccessiva risulterebbe di fatto controproducente.



Figura 4.39 Diagramma CCT relativo al SAF 2507.

Un secondo aspetto da approfondire riguarda la fase σ . Essa generalmente è presente come residua da un trattamento di solubilizzazione incompleto, o come risultato di un lento raffreddamento (vedi figura 4.39). Nel caso oggetto di studio non è chiaro se la modesta quantità misurata sia residua dal processo di forgiatura o si sia formata come conseguenza ad un raffreddamento troppo lento. Andrebbero quindi impostate prove sperimentali e simulazioni numeriche per individuare quale delle ipotesi formulate sia la più attendibile.

BIBLIOGRAFIA

- J.Charles, Proc. 3rd Int. Conf. Duplex Stainless '91, Beaune, France, Les éditiones de Physique 1991, Vol.1, p.3
- [2] B.E.S.Lindblom, The Royal Institue of Technology, Stockolm, Sweden, TRITA -WT 9001, ISBN 91-7170-001-3, 1990.
- [3]J.H.G.Monypenny, *Stainless Iron and Steel*, 2nd revised ed., Chapman & Hall, London, 1931.
- [4] US Patent N° 3,337,331.
- [5]German Patent Application DT 2 255 673, 1972.
- [6] M. Liljas, Proc. 4th Int. Conf. Duplex Stainless '94, Glasgow, Scotland, The Welding Institute, 1994, Vol.1, paper KV.
- [7] W. Nicodemi, *Introduzione agli acciai inossidabili*, 2a Ed., Associazione Italiana di Metallurgia, Milano, 2002.
- [8] J. C. Lippold, I. Varol, W. A. Baeslack III, Proc. 3rd Int. Conf. Duplex Stainless '91, Beaune, France, Les éditiones de Physique, 1991, Vol.1, p.383.
- [9] T. Odelstam, Proc. 5th Int. Symposium on Corrosion in the Pulp and Paper Industry, Vancouver, B. C., Canada, 1986.
- [10]W. B. Hutchinson, K. Ushioda, G. Runnsjo, Mat. Sci.and Techn., September 1985, vol.1 p.728.
- [11] R. Roberti, W. Nicodemi, G. M. La Vecchia, Sh. Basha, Proc. Int. Conf. Stainless Steel '91, Chiba, Japan, The Iron & Steel Institute of Japan, 1991, p.700.
- [12]J.Charles, Proc. 4th Int. Conf. Duplex Stainless '94, Glasgow, Scotland, The Welding Institute, 1994, Vol.1, paper KI.
- [13] C. G. Carlborg, Å. Nilsson, P. Å. Franklind, Proc. 3rd Int. Conf. Duplex Stainless'91, Beaune, France, Les éditiones de Physique, 1991, Vol.1, p.685.
- [14] J. Pleva, Proc. Int. Conf. Applications of Stainless Steels '92, Stockolm, Sweden, The Metal Society, 1992, Vol.1, p.326.
- [15] M. Mearini, Sandvik Italia, comunicazione personale.

- [16] R. D. Longbottom, F. H. Hayes, Proc. 4th Int. Conf. Duplex Stainless '94, Glasgow, Scotland, The Welding Institute, 1994, Vol.1, paper 124.
- [17] B. Costes, A. Desestret, HNS ' 88 Symposium, Lille, 1998, p.226.
- [18] P. Lacombe, B. Baroux, G. Beranger, Stainless Steels, Les Edition de Physique, les Ulis Cedex, France, 1993.
- [19] H. Louis, H. J. Karkosch, J. Struve, Proc. 3rd Int. Conf. Duplex Stainless '91, Beaune, France, Les éditiones de Physique, 1991, Vol. 2, p.787.
- [20] B. Josefsson, J. O. Nilsson, A. Wilson, Proc. 3rd Int. Conf. Duplex Stainless '91, Beaune, France, Les éditiones de Physique, 1991, Vol.1, p.67.
- [21] M. Guttmann, Proc. 3rd Int. Conf. Duplex Stainless '91, Beaune, France, Les éditiones de Physique, 1991, Vol.1, p.79.
- [22] H. Nordberg, Proc. Int. Conf. Innovation Stainless Steel, Florence, Italy, Associazione Italiana di Metallurgia, 1993, Vol.2, p.217.
- [23] G. Melotti, R. Medori, G. M. Paolucci, F. Battella, Proc. 6th Int. Conf. Duplex Stainless 2000, Venezia, 2000, p. 199.
- [24] J.Charles, Proc. 3rd Int. Conf. Duplex Stainless '91, Beaune, France, Les éditiones de Physique, 1991, Vol.1, p.151.
- [25] R. Cozar, J. M. Lardon, B. Mayonobe, Proc. 4th Int. Conf. Duplex Stainless '94, Glasgow, Scotland, The Welding Institute, 1994, Vol.1, paper 84.
- [26] J. M. Nicholls, Proc. 4th Int. Conf. Duplex Stainless '94, Glasgow, Scotland, The Welding Institute, 1994, Vol.1, paper KIII.
- [27] R. Francis, Proc. 4th Int. Conf. Duplex Stainless '94, Glasgow, Scotland, The Welding Institute, 1994, Vol.2, paper KIV.
- [28] C. Bodine et al.: "Microstructure and related material characteristics of some duplex austeniticferritic alloys with less than 40 percent ferrite", American Soc. for Testing Material, 1979.
- [29] Manas Shirgaokar, Cold and Hot Forging: Fundamentals and Applications, ASM International, Materials Park, Ohio, USA, p.8.
- [30] Design Guide for Forging, <u>http://www.forging.org/Design/page1.html</u>.
- [31]J. Charles, super duplex stainless steel: Proceedings of Duplex Stainless Steels '91, Les Editions de PhYsique, F-91944 Les Ulis Cedex, France, p.3, 1991.

[32] J. O. Nilsson and A. Wilson - Influence of isothermal phase transformations on toughness and pitting corrosion of super duplex stainless steel SAF 2507.

[33]<u>www.sandvik.com</u>

RINGRAZIAMENTI

Desidero ringraziare innanzitutto il Prof. Franco Bonollo per aver accettato con molta disponibilità di fare da relatore a questo mio elaborato, dandomi la possibilità di svolgere un lavoro su di un argomento particolarmente interessante.

Il Prof. Giulio Timelli desidero ringraziarlo per il grande aiuto datomi e i preziosi consigli suggeritimi durante tutta la preparazione della tesi. Non è stato sempre facile poter interagire con lui nell'immediato per via dei tanti impegni, voglio ricordare in particolare l'estrema attenzione che sa prestare ad ogni domanda gli venga rivolta.

Voglio inoltre ringraziare e citare Giacomo Mazzacavallo per la pazienza e il tempo speso ad aiutarmi in questo progetto, ma soprattutto lo ringrazio per i piccoli e concreti consigli professionali che ha avuto cura di condividere con me. Mi ha insegnato a dare valore al tempo, a pensare bene prima di tutto all'obiettivo finale e ad organizzare il mio lavoro di conseguenza.

Scrivendo queste righe mi rendo però conto di una cosa molto importante, ossia che niente di tutto ciò sarebbe mai stato possibile senza il supporto e la vicinanza della mia famiglia. Fin dal periodo delle scuole superiori il mio percorso di studi non è di certo stato sempre sicuro, ne facile da affrontare.

Sono grato ai miei familiari se oggi posso ripensare ai momenti felici e di soddisfazione della mia carriera scolastica, ma sono loro ancor più riconoscente se ripenso agli attimi di scoraggiamento che ho dovuto superare. Sono certo infatti che siano i momenti di difficoltà a tirar fuori il meglio da ciascuno di noi, e che ci diano modo di scoprire i legami più sinceri su cui poter contare.

Ringrazio la famiglia tutta per aver dubitato di me fin dall'inizio; sì ho detto bene, per aver dubitato, ma proprio per questo per aver anche avuto il coraggio e l'affetto necessario per scommettere con me sul mio futuro. Li ringrazio quindi per aver sempre sostenuto anche dal punto di vista economico la mia formazione, la mia carriera universitaria, con sacrifici e sforzi spero ora finalmente ripagati a pieno.

Voglio dire grazie a papà. È lui che ha creduto forse più di tutti che ce l'avrei fatta. Se penso a un motivo specifico per cui ringraziarlo allora sono sicuro che devo dirgli grazie per avermi detto sempre di sedermi in primo banco. E così ho fatto altrimenti forse non sarei arrivato fino a questo punto.
Dico grazie anche a mamma. A lei per gli incoraggiamenti a continuare sempre e comunque contando proprio sulla famiglia, e soprattutto per tutte le innumerevoli camice che con amore di madre mi ha sempre lavato e stirato perché potessi sempre presenziare pulito ed elegante nell'ambiente di lavoro.

Ringrazio Stefano, mio fratello maggiore, per tutti i piccoli grandi consigli che ha saputo dispensare per me fin da quando io riesco ad averne il ricordo, quindi ancor prima del mio avvio alla vita universitaria. La rivalità tra fratelli inoltre è cosa abbastanza comune, ma il fatto che la nostra sia così sana è cosa rara. Grazie.

Il mio ultimo ringraziamento infine voglio rivolgerlo alle mie sorelle maggiori, a Sonia e Ombretta, perché nonostante abbiano da pensare alle loro famiglie e ai loro figli piuttosto che ai fratelli, non si sono mai disinteressate al mio percorso di studi. Appena ne avevano l'occasione hanno sempre cercato di informarsi chiedendo direttamente al sottoscritto e questo mi ha sempre fatto sentire accompagnato e mai abbandonato. Grazie a ciascuno di voi, e visto che ci sono, un grazie modesto lo faccio anche a me stesso.